

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM BLOCOS CERÂMICOS DO  
ESTADO DA PARAÍBA**

**LISZANDRA FERNANDA ARAÚJO CAMPOS**

**Campina Grande- Paraíba**

**2002**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA**  
**CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM BLOCOS CERÂMICOS DO  
ESTADO DA PARAÍBA**

**LISZANDRA FERNANDA ARAÚJO CAMPOS**

**Campina Grande- Paraíba**

**Mai de 2002**

**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM BLOCOS CERÂMICOS DO  
ESTADO DA PARAÍBA**

**Lizandra Fernanda Araújo Campos**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado  
em Engenharia Química da Universidade  
Federal da Paraíba, em cumprimento as  
exigências para obtenção do Grau de Mestre.

Área de Concentração: Tecnologia de Materiais Não-Metálicos

Orientadores: Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Ana Maria Bastos Costa Segadães

Campina Grande- Paraíba

Maio de 2002

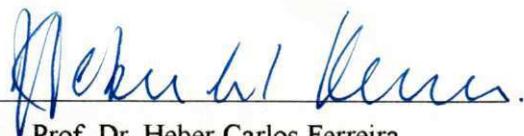


C198e Campos, Lizandra Fernanda Araújo  
2002 Estudo da Expansão por Umidade (EPU) em Blocos Cerâmicos do Estado da Paraíba / Lizandra Fernanda Araújo Campos. – Campina Grande: UFPB, 2002.  
108p.: il.  
Dissertação (mestrado) UFPB/CCT/DEQ  
1. Blocos Cerâmicos 2. Expansão por Umidade  
3. Comportamento mecânico 4. Temperatura de Queima  
I. Título  
CDU: 666.72 (813.3)

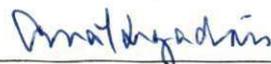
**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM BLOCOS CERÂMICOS DO  
ESTADO DA PARAÍBA**

**Lizandra Fernanda Araújo Campos**

Dissertação defendida e aprovada, em 13.05.2002, pela banca  
examinadora constituída dos seguintes professores:



Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira  
Orientador  
DEMa - UFPB



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Ana Maria Bastos Costa Segadães  
Orientadora  
DECV - UA



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Dulce Maria de Araújo Melo  
Examinadora Externa  
DQ - UFRN



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Huth Herta G. Aliaga Kiminami  
Examinadora Externa  
DEMa - UFSCar

Campina Grande- Paraíba

Maio de 2002

## **DEDICATÓRIA**

Aos meus pais: Darci e Fernando  
Aos meus irmãos: Lucila, Vinicius e Fillipe  
Ao meu esposo: Lúcio  
Ao meu filho: Lucas

## AGRADECIMENTOS

À Deus.

À CAPES e a ATECEL, pelo apoio financeiro.

Ao Prof. Heber Carlos Ferreira, pela orientação, dedicação e ensinamentos transmitidos, que contribuíram valiosamente para realização deste trabalho e para o meu amadurecimento profissional.

À Prof.<sup>a</sup> Ana Maria Segadães pelas sugestões, informações e revisão crítica do texto, que veio a enriquecer o estudo realizado.

À amiga Luciana Viana Amorim, pelo auxílio na revisão bibliográfica.

À Coordenação de Pós-Graduação em Engenharia Química, na pessoa do Coordenador Luiz G. S. de Vasconcelos e das Secretárias Maria José B. Cavalcante e Maricé Ferreira da Silva, pelo apoio e atenção no atendimento sempre que solicitados.

Ao Prof. Gelmires de Araújo Neves e aos amigos Glauber de Souza Moraes e Romualdo Rodrigues Menezes, pela ajuda na realização dos ensaios.

Ao apoio dado pelos funcionários dos laboratórios de Engenharia de Materiais e Solos I, que de alguma forma colaboraram para execução deste trabalho.

Aos meus pais, irmãos e esposo que me acompanharam no laboratório, aos finais de semanas e feriados, para realização de ensaios.

A todos os professores e colegas do departamento de Engenharia de Materiais e Engenharia Química que de alguma forma contribuíram para realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

Lista de Tabelas

Lista de Figuras

Resumo

Abstract

<b>1</b>	<b>Introdução</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Objetivos</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>Revisão Bibliográfica</b> .....	<b>3</b>
<b>3.1</b>	<b>Expansão por Umidade (EPU)</b> .....	<b>3</b>
<b>3.1.1</b>	<b>Breve Histórico</b> .....	<b>3</b>
<b>3.1.2</b>	<b>Origem da EPU</b> .....	<b>5</b>
<b>3.1.3</b>	<b>Fases Cerâmicas Responsáveis pela EPU</b> .....	<b>7</b>
<b>3.1.4</b>	<b>Efeito da Temperatura de Queima na EPU</b> .....	<b>8</b>
<b>3.1.5</b>	<b>Efeito da Composição dos Corpos Cerâmicos na EPU</b> .....	<b>11</b>
<b>3.1.6</b>	<b>Porosidade e Área Específica</b> .....	<b>17</b>
<b>3.1.7</b>	<b>Problemas Resultantes da EPU</b> .....	<b>20</b>
<b>3.1.8</b>	<b>Determinação da EPU</b> .....	<b>22</b>
<b>3.2</b>	<b>Determinação das Propriedades Mecânicas de Corpos Cerâmicos Sujeitos à EPU</b> .....	<b>29</b>
<b>4</b>	<b>Materiais e Métodos</b> .....	<b>33</b>
<b>4.1</b>	<b>Materiais</b> .....	<b>33</b>
<b>4.2</b>	<b>Metodologia</b> .....	<b>33</b>
<b>4.2.1</b>	<b>Ensaios de Caracterização</b> .....	<b>33</b>
<b>4.2.1.1</b>	<b>Caracterização Mineralógica</b> .....	<b>33</b>
<b>4.2.1.2</b>	<b>Análise Granulométrica</b> .....	<b>36</b>
<b>4.2.1.3</b>	<b>Ensaios de Plasticidade</b> .....	<b>36</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Ensaios Cerâmicos</b> .....	<b>36</b>
<b>4.2.2.1</b>	<b>Ensaios Cerâmicos com as Amostras de Blocos Cerâmicos</b> .....	<b>36</b>
<b>4.2.2.2</b>	<b>Ensaios Cerâmicos com Corpos de Prova Confeccionados</b> .....	

em Laboratório.....	37
4.2.3. Ensaio de EPU.....	37
4.2.4. Ensaio para Determinação da Resistência Mecânica Antes e Após a EPU.....	39
4.2.5. Ensaio de Caracterização Antes e Após EPU.....	41
4.2.5.1. Difração de Raios X.....	41
4.2.5.2. Espectroscopia de Infravermelho.....	42
4.2.5.3. Porosimetria de Mercúrio.....	42
4.2.5.4. Área Específica do Sólido.....	43
4.2.6. Interdependência Entre as Variáveis Estudadas.....	44
<b>5 Resultados e Discussão.....</b>	<b>45</b>
5.1 Ensaio de Caracterização.....	45
5.1.1 Caracterização Mineralógica.....	45
5.1.2 Análise Granulométrica.....	49
5.1.3 Ensaio de Plasticidade.....	50
5.2. Ensaio Cerâmico.....	51
5.2.1. Ensaio Cerâmico com Amostras de Blocos Cerâmicos.....	48
5.2.2 Ensaio Cerâmico com Corpos de Prova Confeccionados em Laboratório.....	52
5.3. Ensaio de EPU.....	56
5.4. Tensão de Ruptura à Flexão (Trf) Após a EPU.....	71
5.5 Ensaio de Caracterização Antes e Após EPU.....	81
5.5.1 Difração de Raios X.....	81
5.5.2 Espectroscopia de Infravermelho.....	85
5.5.3 Porosimetria de Mercúrio.....	87
5.5.4 Área Específica do Sólido.....	89
5.6 Interdependência Entre as Variáveis Estudadas.....	90
5.7 Observações Gerais.....	92
<b>6 Conclusões.....</b>	<b>98</b>
<b>7 Sugestões para Pesquisas Futuras.....</b>	<b>100</b>
<b>8 Referências Bibliográficas.....</b>	<b>101</b>

## LISTA DE TABELAS

Tabela I. Composição química das massas estudadas.....	45
Tabela II. Análise racional.....	46
Tabela III. Razões alumina/sílica (A/S) e (óxido de sódio + óxido de potássio)/ alumina ((N+K)/A).....	47
Tabela IV. Resultados da análise granulométrica por peneiramento das argilas.....	50
Tabela V. Características de plasticidade das argilas B, E e M.....	51
Tabela VI. Ensaio cerâmico das amostras dos blocos cerâmicos.....	51
Tabela VII. Ensaio cerâmico dos corpos de prova confeccionados em laboratório.....	53
Tabela VIII. EPU (%) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, determinadas por medição direta, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	57
Tabela IX. EPU (%) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, determinadas por dilatométrica, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	58
Tabela X. EPU (%) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas por medição direta, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	61
Tabela XI. EPU (%) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas por dilatométrica, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	63

Tabela XII. Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M, determinadas através do método dos três pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	72
Tabela XIII. Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M, determinadas através do método dos quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	73
Tabela XIV. Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas através do método dos três pontos, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	75
Tabela XV. Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas através do método dos quatro pontos, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	77
Tabela XVI. Resultados da porosimetria para as amostras B, E e M, queimadas a 900°C, antes e após ensaios de fervura por 24 horas e autoclavagem por 5 horas.....	87
Tabela XVII. Área específica das amostras B, E e M, queimadas a 900°C, antes e após ensaios de fervura por 24 horas e autoclavagem por 5 horas.....	89

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Representação esquemática de uma partícula (a) sob a ação da tensão superficial e (b) quando a adsorção de água reduz a tensão superficial..... 6
- Figura 2. Representação esquemática da adsorção de água na superfície fraturada da sílica.... 8
- Figura 3. Relação entre temperatura de queima e expansão por umidade após autoclavagem por 96 h na temperatura de 200°C..... 9
- Figura 4. Efeito da temperatura de queima na expansão por umidade (em autoclave) de argilas comerciais..... 10
- Figura 5. Variação da EPU de massas contendo diferentes teores de calcita com a temperatura de queima..... 13
- Figura 6. Efeito da adição de  $\text{CaCO}_3$  na EPU..... 14
- Figura 7. Efeito da adição do  $\text{MgCO}_3$  na EPU..... 14
- Figura 8. Efeito (a) da razão  $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O})/\text{Al}_2\text{O}_3$  e (b) da razão  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  na EPU de corpos argilosos..... 16
- Figura 9. Efeito da temperatura de sinterização na EPU de corpos cauliniticos com adições de álcalis (Na e K) ..... 16
- Figura 10. Porosidade e EPU versus temperatura de queima. A, porosidade total; B, poros com diâmetros 0,02-0,01 $\mu\text{m}$ ; C, poros com diâmetros 0,04-0,02 $\mu\text{m}$ ; D, poros com diâmetros 0,08-0,04 $\mu\text{m}$ ; E, poros com diâmetros 0,2-0,08 $\mu\text{m}$ ; F, poros com diâmetros 0,4-0,2 $\mu\text{m}$ ; G, poros com diâmetros 0,77-0,4 $\mu\text{m}$ ; H, poros com diâmetros

1,66-0,77 $\mu$ ; I, expansão natural após 90 dias.....	18
Figura 11. Área específica e EPU versus temperatura de queima. A, área específica total; B, área específica a partir do volume de poros com diâmetros 0,77-0,88 $\mu$ m; C, área específica a partir do volume de poros com diâmetros 0,77-0,2 $\mu$ m; D, expansão natural após 90 dias.....	19
Figura 12. Relação entre expansão por umidade (em autoclave por ½ h e 0,34MPa), área específica e temperatura de queima de cerâmica branca.....	19
Figura 13. Comparação entre a EPU em autoclave (3h a 2,03 MPa) e a expansão atmosférica (4 meses de exposição) de materiais argilosos.....	26
Figura 14. EPU em função de tempo de tratamento após queima em três temperaturas.....	27
Figura 15. Ilustração esquemática da ruptura à flexão utilizando três pontos.....	30
Figura 16. Ilustração esquemática da ruptura à flexão utilizando quatro pontos.....	30
Figura 17. Comparação da distribuição de tensão pelos três (a) e quatro pontos (b).....	31
Figura 18. Comparação dos diagramas de esforços cortantes (EC) pelos três pontos (a) e quatro pontos (b).....	32
Figura 19. Fluxograma da metodologia adotada para as massas estudadas.....	34
Figura 20. Fluxograma da metodologia adotada para os blocos cerâmicos.....	35
Figura 21. Fluxograma dos ensaios de caracterização realizados antes e após EPU.....	41
Figura 22. Difratomogramas de raios X das amostras (a) B, (b) E e (c) M.....	47

Figura 23. Análise térmica diferencial e termogravimétrica das amostras (a) B, (b) E e (c) M.....	48
Figura 24. Curva típica de peças que sofreram expansão por umidade.....	58
Figura 25. EPU's das amostras, de blocos cerâmicos, B (a), E (b) e M (c), determinadas por medição direta e dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	60
Figura 26. EPU's da amostra B queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas por medição direta e dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	66
Figura 27. EPU's da amostra E queimada a 700, 800 e 900°C, determinadas por medição direta e dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	67
Figura 28. EPU's da amostra M queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas por medição direta e dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	67
Figura 29. Curvas de dilatometria para determinação da EPU da amostra B queimada a 700, 800, 900, 1000 e 1100°C e submetida aos ensaios de EPU por imersão 30 dias e autoclavagem 5 horas.....	68
Figura 30. EPU's da amostra B, determinadas por (a) medição direta e (b) dilatometria, após ensaios de EPU por imersão 30, 60 e 90 dias, fervura 8,10 e 24 horas e autoclavagem 2, 4 e 5 horas.....	69
Figura 31. EPU's da amostra E, determinadas por (a) medição direta e (b) dilatometria, após ensaios de EPU por imersão 30, 60 e 90 dias, fervura 8,10 e 24 horas e autoclavagem 2, 4 e 5 horas.....	69
Figura 32. EPU's da amostra M, determinadas por (a) medição direta e (b) dilatometria, após	

ensaios de EPU por imersão 30, 60 e 90 dias, fervura 8,10 e 24 horas e autoclavagem 2, 4 e 5 horas.....	70
Figura 33. EPUs da (a) amostra B, (b) amostra E e (c) amostra M, determinadas por dilatometria, em função da temperatura de queima, após ensaios de EPU por imersão, fervura e autoclave.....	70
Figura 34. Trf (MPa) das amostras B (a), E (b) e M (c), determinadas pelo método dos três e quatro pontos, antes e após ensaios nas condições especificadas.....	74
Figura 35. Trf (MPa) da amostra B queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas através dos métodos dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	79
Figura 36. Trf (MPa) da amostra E queimada a 700, 800 e 900°C, determinadas através dos métodos dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	80
Figura 37. Trf (MPa) da amostra M queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas através dos métodos dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.....	81
Figura 38. Difrátogramas de raios X da amostra B, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas.....	82
Figura 39. Difrátogramas de raios X da amostra E, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas.....	83
Figura 40. Difrátogramas de raios X da amostra M, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas.....	84

Figura 41. Espectroscopia no infravermelho nas amostras (a) B, (b) E e (c) M, após queima à 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas.....	85
Figura 42. Porosimetria das amostras B, E e M, queimadas à 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas.....	88
Figura 43. EPUs (%) das amostras estudadas determinadas por medição direta e dilatometria.....	90
Figura 44. Trf (MPa) das amostras estudadas determinadas pelos métodos dos três e quatro pontos.....	91

## RESUMO

A EPU tem sido estudada aqui no Brasil de forma pouco intensa, havendo uma lacuna em relação aos produtos de cerâmica vermelha. Assim, este trabalho tem por fim estudar o problema da EPU em blocos cerâmicos do Estado da Paraíba, em relação a sua evolução e comportamento mecânico, em escala de laboratório, fornecendo subsídios para um entendimento adequado dos fenômenos envolvidos, de forma a prever o comportamento futuro das construções em alvenaria estrutural em regiões de lençol freático elevado e ou potencialmente alagáveis. Inicialmente foram coletadas amostras de três massas plásticas para cerâmica vermelha, usadas na fabricação de blocos furados, provenientes de diferentes regiões do Estado da Paraíba, e também amostras de blocos cerâmicos fabricados a partir destas matérias-primas. As massas foram caracterizadas em ensaios de análise química, análise térmica diferencial, análise termogravimétrica, difração de raios X, análise granulométrica e plasticidade. Os corpos de prova confeccionados em laboratório, queimados às temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, e os corpos de prova cortados dos blocos cerâmicos coletados na indústria, foram submetidos à ensaios cerâmicos, ensaios de EPU e ensaios de resistência mecânica à flexão antes e após EPU. Parte dos corpos de prova confeccionados em laboratório, queimados a 900°C, foram ainda submetidos a ensaios de DRX, porosimetria de mercúrio, espectroscopia de infravermelho e medida de área específica (BET) antes e após EPU sob condições de fervura e autoclavagem. De forma geral, os resultados de EPU mostram que o aumento da severidade das condições de ensaios de EPU provocou um aumento significativo da EPU e uma diminuição significativa da resistência mecânica. Ocorreu a lixiviação da superfície dos corpos de prova, quando submetidos à ensaios de EPU, mascarando os resultados obtidos por medição direta, concluindo-se que a dilatométrica possui uma grande vantagem sobre a medição direta. Em todos os casos, a 900°C a EPU apresentou valores elevados, acima do previsto pela norma para blocos cerâmicos, concluindo-se que nesta temperatura ocorre a formação de uma fase altamente reativa e amorfa. Não ocorreu nenhuma modificação na estrutura cristalina das amostras após ensaios de EPU. Através da espectroscopia de infravermelho observam-se variações nas absorbâncias das amostras antes e após ensaios de EPU, provavelmente resultantes da EPU.

## ABSTRACT

Moisture expansion has been little studied here in Brazil, and there is no information concerning structural clay-based products. Thus, the purpose of this work is to study the problem of moisture expansion in ceramic blocks in the State of Paraíba, concerning your evolution and mechanical behavior, in a laboratory scale, seeking an adequate understanding of the phenomena involved, in order to foresee future behavior of masonry constructions in high freatic level or flood prone regions. Initially samples of three plastic masses used in the production of red clay holed ceramic blocks were collected, coming from different areas in the State of Paraíba, as well as samples of the ceramic blocks manufactured with those raw materials. The masses were characterized by chemical analysis, differential thermal analysis, thermal gravimetry, X ray diffraction, granulometry analysis and plasticity analysis. Test pieces manufactured in the laboratory, fired at the temperatures of 700, 800, 900, 1000 and 1100°C, and those cut from the ceramic blocks collected in the industry, were subjected to ceramic tests, moisture expansion and mechanical flexural resistance, before and after moisture expansion. Some of the test pieces made in the laboratory, fired at 900°C, were subjected to X ray diffraction, mercury porosimetry, infrared spectroscopy and specific area measurement (BET) before and after moisture expansion under boiling water conditions and autoclaving. It happened the erosion of the test pieces during the test to determine the moisture expansion, masking the values obtained by direct measurement, concluded that the dilatometry have a great advantage about the direct measurement. Generally speaking, the results of moisture expansion show that the increase in severity of the test conditions causes a significant increase in moisture expansion and a significant decrease in the mechanical resistance. In all the cases, at 900°C the moisture expansion values were high, above the standard value stated for ceramic blocks, suggesting the presence at this temperature of a highly reactive and amorphous phase. No modification in the crystalline structure of the samples was registered after the moisture expansion tests. The infrared spectroscopy showed variations in the absorbance of the samples before and after the moisture expansion tests, probably as a result of the moisture expansion.

## 1 INTRODUÇÃO

Em contato com a umidade algumas peças cerâmicas adsorvem água, resultando em um aumento de suas dimensões. A expansão por umidade (EPU) ocorre lentamente e é relativamente pequena mas mesmo assim pode conduzir a problemas técnicos. Em materiais cerâmicos que durante a sua utilização permanecem unidos ao longo de uma estrutura, as tensões geradas quando cada um desses elementos expande-se além de um determinado limite podem ser suficientes para comprometer a estabilidade da estrutura. No caso dos revestimentos esse efeito pode comprometer a aderência ao contrapiso e dessa forma, levar ao descolamento bem como ao gretamento de vidrados em revestimentos. No caso dos blocos cerâmicos pode-se ter aparecimento de trincas em alvenarias ou mesmo danos estruturais severos. Ressalte-se o fato de que 40 anos depois da publicação de vários artigos, a grande maioria dos ceramistas brasileiros desconhece os mecanismos que levam à EPU, muito embora considerável parte deles conviva diariamente com esse problema (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz e Boschi, 1996a).

A EPU foi inicialmente estudada por volta da década de 20, sendo os estudos intensificados após a segunda guerra mundial, principalmente na Inglaterra e Austrália, onde foi observada uma série de colapsos nas alvenarias e estruturas de edificações que mais tarde foram atribuídas à EPU.

Na literatura, há uma séria lacuna com relação ao comportamento mecânico de corpos de prova cerâmicos em função da EPU. Pode-se esperar que a hidratação dos silicatos anidros e as consequentes expansões com a introdução de microtrincas, resultem numa redução da sua resistência mecânica.

Recentemente foram registrados vários casos de desabamentos em prédios pernambucanos, de Olinda e Recife, construídos em alvenaria de blocos cerâmicos. Segundo dados do relatório elaborado pela Fundação de Apoio ao Desenvolvimento da Universidade Federal de Pernambuco (Fadex/UFPE) em Dezembro de 2000, 52 edifícios construídos em alvenaria estrutural, tipo caixão, no município de Olinda, PE, estão com segurança comprometida. As irregularidades vão desde oxidações a infiltrações, com o comprometimento das estruturas cuja estabilidade também é comprometida pela retirada de paredes em reformas, além de um excesso de água nas fundações (Hilário e Cabral, 2000).

O Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa/UFPB, desde 1999, tem realizado estudos com o objetivo de analisar as causas da falência estrutural dos edifícios citados anteriormente e os resultados apontam a EPU como um dos fatores responsáveis pelo colapso estrutural. Os problemas encontrados nos edifícios da Grande Recife são agravados pela presença de águas com elevados teores de sais, bem como por terem sido construídos em terrenos alagados ou alagáveis. Esta quantidade excessiva de água favorece o desenvolvimento do fenômeno de EPU. Em virtude do elevado número de construções similares no Nordeste do Brasil, há necessidade de um estudo sistemático deste fenômeno em alvenarias cerâmicas com o intuito de melhor conhecer os problemas envolvidos, bem como fornecer subsídios, de forma a prever comportamento estrutural futuro das edificações.

## **2 OBJETIVOS**

Pretende-se neste trabalho estudar a EPU em blocos cerâmicos do Estado da Paraíba, em escala de laboratório, em relação a sua evolução e comportamento mecânico, fornecendo subsídios para um entendimento adequado dos fenômenos envolvidos, de forma a prever comportamento futuro das construções em alvenaria principalmente em regiões potencialmente alagáveis.

Especificadamente pretende-se:

- estudar a evolução da EPU em função da queima e das condições de ensaios de EPU;
- comparar os métodos de determinação de EPU (medição direta e dilatometria);
- comparar os métodos utilizados para determinação do comportamento mecânico através da tensão de ruptura à flexão pelo método dos três e quatro pontos;
- estudar a interdependência entre a EPU e o comportamento mecânico;
- verificar o comportamento estrutural das amostras antes e após EPU.

### **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1 Expansão por Umidade (EPU)**

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

##### **3.1.1 Breve Histórico**

Em 1926 a EPU foi apontada pela primeira vez como uma das causas do gretamento dos vidrados de cerâmica branca (Merrit e Peters, 1926).

Em 1928 Schurecht publicou um trabalho sobre o fenômeno da dilatação de corpos cerâmicos pela ação da umidade demonstrando que muitos casos de fendilhamento retardado era causado por expansões do corpo devido a fenômenos de reidratação por ação da umidade. Segundo o autor, a expansão do suporte não era acompanhada por uma expansão análoga do vidrado, gerando assim tensões de tração na superfície vítrea, evidenciando também, que este tipo de gretamento é mais provável de ocorrer nos corpos porosos do que nos vítreos, embora possa ser desenvolvido em corpos vítreos. Schurecht mostrou que expansões de corpos cerâmicos durante longos períodos em armazenamento podem ser reproduzidos sujeitando-os a autoclavagem como um ensaio acelerado para indicar a EPU.

Em 1929 Schurecht e Pole foram pioneiros no estudo do efeito da composição dos corpos cerâmicos na sua EPU, observando a influência de silicatos amorfos no aumento da EPU e da adição de aditivos, como carbonatos de cálcio e magnésio, na sua redução. Mostraram também que o grau de vitrificação dos corpos cerâmicos influenciava suas expansões.

Em 1931 Holscher observou a influência da composição sobre a expansão de corpos cerâmicos quando submetidos a ensaio de autoclavagem, mencionando que corpos com a presença de feldspato apresentavam expansão maior que aqueles compostos por argila pura.

Neste mesmo ano, a primeira referência à expansão de blocos cerâmicos foi feita por Palmer (1931), citando que já em 1907 há menção na literatura, que blocos cerâmicos inadequadamente queimados adsorviam água e se reidratavam.

Cerca de 37 artigos sobre a EPU foram publicados na literatura mundial, no período entre 1926 e 1952, todavia sua preocupação centrava-se no gretamento do vidrado de louças e revestimentos cerâmicos. Mesmo com alguns artigos dedicando-se aos danos da EPU em blocos cerâmicos, apenas por volta de 1952 essa questão ganhou uma maior evidência.

Em 1954 pesquisadores do Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization (CSIRO), em Melbourne, examinaram blocos cerâmicos danificados de uma fábrica em construção e obtiveram evidências de que teriam sofrido expansão. A partir de então, iniciaram estudos minuciosos sobre o fenômeno. Ainda em 1954 McBurney atribuiu as falhas estruturais de três construções a EPU. Deste estudo, foi sugerido um limite aceitável de expansão por umidade para blocos cerâmicos de 0,5mm/m (0,05%), quando eram submetidos à autoclavagem a uma pressão de 2,03 MPa por 3 horas.

A partir da década de 50 a EPU tornou-se um problema sério na Austrália e foi, extensivamente estudada pelos institutos de pesquisa australianos, que analisaram efeitos de composição e microestrutura sobre a EPU e métodos de ensaios para sua determinação, efetuando estudos que abordavam o tratamento de blocos cerâmicos, a fim de acelerar sua EPU antes do uso. Dentre as instituições australianas destaca-se o Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization (CSIRO), Division of Building Research (DBR), que em conjunto com os demais centros de pesquisa australianos elaboraram a maioria das publicações da literatura mundial abordando a EPU no período de 1955 a 1975 (Cole, 1986).

Em 1955 Smith introduziu, pela primeira vez, a teoria de que a EPU era causada pela diminuição da energia superficial dos corpos quando a umidade era adsorvida à sua superfície. No mesmo artigo Smith ainda apresentava evidências experimentais que confirmavam a sua teoria. Este trabalho constituiu-se no principal fundamento utilizado no estudo da EPU, encontrando aceitação atualmente.

Recentemente, algumas pesquisas foram iniciadas nos Departamentos de Engenharia de Materiais das Universidades de São Carlos (UFSCar), de Santa Catarina (UFSC) e da Paraíba (UFPB). Na UFSCar e na UFSC, os trabalhos foram desenvolvidos com o objetivo de verificar a influência da adição de carbonatos de cálcio e magnésio sobre a EPU de corpos cerâmicos (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz, Biscaro, Marino e Boschi, 1996b e Lira,

Alarcon, Silveira, Bianchi, Honorato e Costa, 1997). Na UFPB, a partir de 1999, o Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), passou a se dedicar ao estudo da EPU, em virtude da falência estrutural de três prédios situados na Grande Recife (PE), sendo evidenciado a EPU como uma das possíveis causas da ruína dos edifícios. Dando continuidade aos estudos sobre a EPU de corpos cerâmicos o DEMa realizou uma série de trabalhos sobre a EPU de blocos cerâmicos pernambucanos (Gomes, Amorin, Segadães e Ferreira, 2000 e Miranda, Amorin, Neves, Oliveira e Ferreira, 2000), revestimentos cerâmicos (Menezes, 2001) e de corpos cerâmicos confeccionados com argilas paraibanas (Campos, Macedo e Ferreira, 1999).

### **3.1.2 Origem da EPU**

Em 1955 Smith apresentou um estudo no qual descreve a EPU através da identificação das causas e dos mecanismos pelos quais a expansão ocorre. Na busca de um melhor entendimento, toma-se como exemplo as moléculas no interior de uma gota de água. No interior da gota as forças de atração entre as moléculas se anulam pois, as moléculas vizinhas a uma determinada molécula estão uniformemente distribuídas ao seu redor e a atração exercida por uma molécula é anulada pela outra do lado oposto. As moléculas na superfície da gota, entretanto, não possuem as moléculas do outro lado para compensar as forças e portanto são todas atraídas para o centro da gota. A compressão exercida pelas moléculas da superfície sobre as moléculas no interior da gota é denominada tensão superficial. É como se a gota estivesse envolvida por um balão de borracha. Portanto, quanto maior for a tensão superficial menor será o volume da gota, como pode ser visto na Figura 1(a). É claro que a diminuição do volume da gota também depende da compressibilidade da água e que, se diminuíssemos a tensão superficial, o volume da gota aumentaria.

Nos sólidos os fenômenos não são muito diferentes. No interior de uma partícula sólida os átomos estão cercados por vizinhos aos quais estão quimicamente ligados. Essas ligações abaixam a energia dos átomos e faz com que eles mantenham uma certa distância uns dos outros. Os átomos na superfície das partículas não possuem todos os vizinhos e portanto estão em um estado energético mais elevado que os átomos do interior da partícula. Para tentar abaixar sua energia os átomos da superfície interagem, física ou quimicamente, com os do meio no qual a partícula se encontra. A energia resultante dessa interação é conhecida como

energia superficial ( $\gamma$ ). Ela é expressa como a energia por unidade de área superficial e depende do meio no qual a partícula se encontra. Portanto, mudando-se o meio, muda-se a sua energia superficial.

A energia da superfície de uma partícula (E) é dada pela Equação 1.

$$E = \gamma \cdot A \quad (1)$$

Na natureza tudo tende para o estado mais baixo de energia. Para obedecer a este princípio, os átomos na superfície da partícula comprimem os do interior diminuindo o diâmetro da partícula e, dessa forma, a sua área superficial. Portanto, como em uma gota de água, a superfície de uma partícula sólida também possui uma tensão superficial que comprime os átomos contidos no seu interior. Dessa forma, se a tensão superficial fosse reduzida, por um mecanismo qualquer, a partícula se expandiria. Neste caso o aumento de volume observado seria uma consequência do quanto a tensão superficial diminuiu, da área superficial e do módulo de elasticidade da partícula.

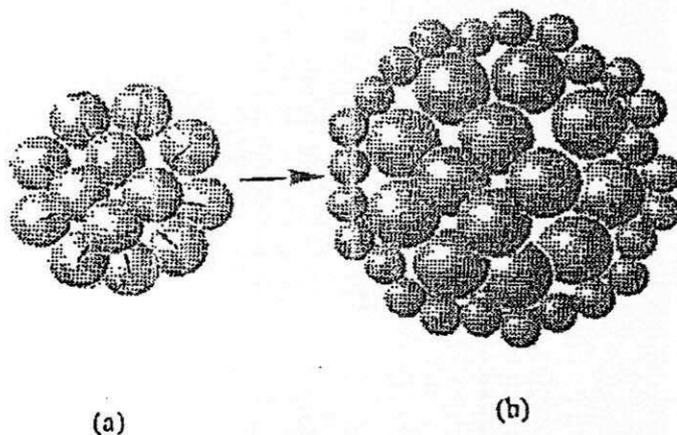


Figura 1. Representação esquemática de uma partícula (a) sob a ação da tensão superficial e (b) quando a adsorção de água reduz a tensão superficial (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz e Boschi, 1996a)

Em seu trabalho, Smith (1955) sugere que o mecanismo através do qual ocorre a EPU é muito semelhante ao descrito acima, só que neste caso, temos que considerar que a peça cerâmica é constituída de um grande número de pequenas partículas que se expandem devido ao abaixamento da tensão superficial causado pela adsorção de umidade sobre as suas superfícies, como pode ser visto na Figura 1(b).

Pelo exposto acima fica claro que a superfície interna (e sua acessibilidade), a energia específica e o módulo de elasticidade do produto são os fatores que determinam a EPU. Portanto, o ceramista que queira diminuir a EPU de seus produtos deve evitar a presença, no produto queimado, de fases cerâmicas com elevadas tensões superficiais e áreas específicas, que apresentem um considerável abaixamento da tensão superficial quando a umidade é adsorvida em sua superfície, e que possuam baixo módulo de elasticidade.

### **3.1.3 Fases Cerâmicas Responsáveis pela EPU**

O fenômeno da EPU é influenciado por diversos fatores determinantes da microestrutura da peça cerâmica. Quando as moléculas de água são adsorvidas à superfície externa e dos poros do sólido, pelas suas fases constituintes, ocorre um aumento das dimensões da peça, configurando o fenômeno conhecido por EPU. Os constituintes do produto cerâmico têm estreita relação com os fatores que determinam a EPU, sendo esses constituintes convenientemente classificados de forma geral em cristalinos, amorfos e vítreos (Smith, 1955).

As fases cristalinas são caracterizadas por apresentarem arranjo ordenado de átomos, com uma geometria repetida ao longo da estrutura (Van Vlack, 1973). Embora apresentem alta energia superficial, possuem baixa área específica e não contribuem, significativamente, para o processo de EPU. Os materiais cristalinos quando fraturados apresentam poucas valências insaturadas, sendo estas distantes umas das outras, na superfície.

As fases amorfas sempre têm uma grande área específica, a exemplo dos silicatos amorfos que são resultantes da decomposição dos minerais argilosos durante a queima e que possuem elevadas energia superficial e área específica.

A Figura 2 mostra esquematicamente a saturação da superfície fraturada da sílica pela água. A água é atraída por valências livres do tipo  $-\text{Si}^+$  e  $-\text{Si}-\text{O}^-$ , existentes nas regiões de descontinuidade, ou seja, em áreas específicas do sólido, às quais acaba se ligando, formando inicialmente os grupos  $\text{Si}-\text{O}-\text{H}$ , e posteriormente, os grupos  $\text{Si}-\text{O}-\text{H}_2\text{O}$ . Após a saturação das valências livres, uma maior quantidade de água poderá ser adsorvida, agora através das forças de Van der Waals, com uma redução adicional da energia superficial.

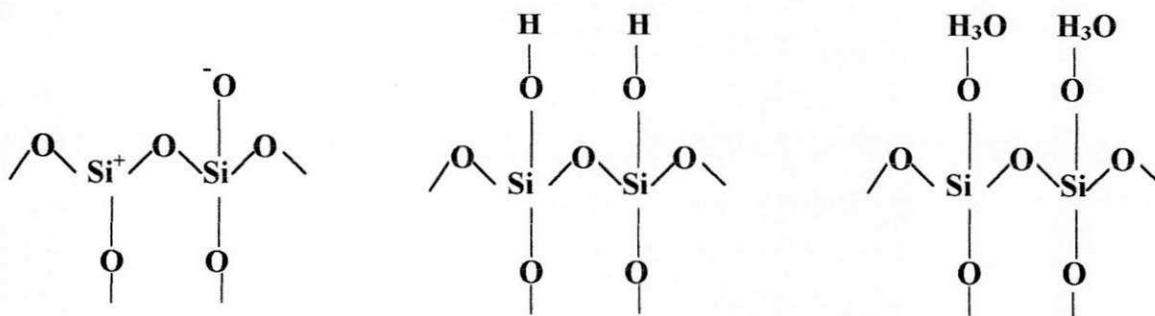


Figura 2. Representação esquemática da adsorção de água na superfície fraturada da sílica (Smith, 1955)

Portanto, a sílica amorfa, em virtude de sua elevada área específica e sua alta energia superficial, sempre que presente terá grande contribuição para a expansão por umidade.

Já as fases vítreas, produzidas pela fusão parcial das argilas que contêm álcalis (principalmente sódio e potássio) em seu estado inicial, possuem baixa área específica e energia superficial e permitem a difusão dos íons modificadores de estrutura para a superfície. Todavia, em contato com a água, ocorre um processo de lixiviação da superfície, desenvolvendo-se uma película superficial com estrutura semelhante à da sílica amorfa (por trocas iônicas, troca de íons alcalinos do vidro e íons hidrogênio da água). Esta lixiviação proporciona ainda, a abertura de poros (inicialmente fechados), aumentando a área acessível para a adsorção da água e, portanto, a expansão por umidade (Verdusch, 1965). Entretanto as EPUs dessas amostras não são tão significativas quanto as das fases amorfas.

Em 1959 Young e Brownell, complementando o trabalho de Smith (1955), confirmaram que as fases cristalinas não apresentam EPU, ao contrário das fases vítreas. Neste trabalho, os autores sinterizaram as fases cristalinas mulita e cristobalita a partir de géis. Os resultados da análise por difração de raios-X indicavam a elevada cristalinidade desses materiais. Amostras dos dois materiais foram submetidas a autoclavagem, a uma pressão de 2,04 MPa por 3 horas, e não apresentaram qualquer evidência de hidratação ou expansão.

### 3.1.4 Efeito da Temperatura de Queima na EPU

Durante a queima os argilominerais presentes nas massas cerâmicas perdem íons oxidrila (radicais OH) de sua constituição e têm sua estrutura cristalina destruída.

Prosseguindo a queima, os constituintes amorfos originados formam, com o aumento da temperatura, compostos cristalinos estáveis, que pouco contribuem para a expansão por umidade. Porém, baixas temperaturas de sinterização, ou ciclos de sinterização muito curtos, podem favorecer a permanência de alguns compostos resultantes dos argilominerais na fase amorfa (Hill, 1953). Devido a isto, corpos cerâmicos sinterizados em temperaturas mais altas tendem a apresentar menor EPU (Young e Brownell, 1959).

Vários autores, estudando o efeito da temperatura de queima na EPU, concluíram 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. Essa relação varia de acordo com a composição e com a estrutura dos diferentes corpos cerâmicos (Hosking e Hueber, 1958).

Milne (1958) foi um dos primeiros autores a observar o comportamento da EPU de um corpo cerâmico frente sua temperatura de queima, observando (para as temperaturas estudadas) que a medida que se aumentava a temperatura havia um decréscimo da EPU, atingindo um mínimo a aproximadamente 1070°C, seguindo-se um leve aumento até 1100°C e posterior decréscimo, como pode ser observado na Figura 3.

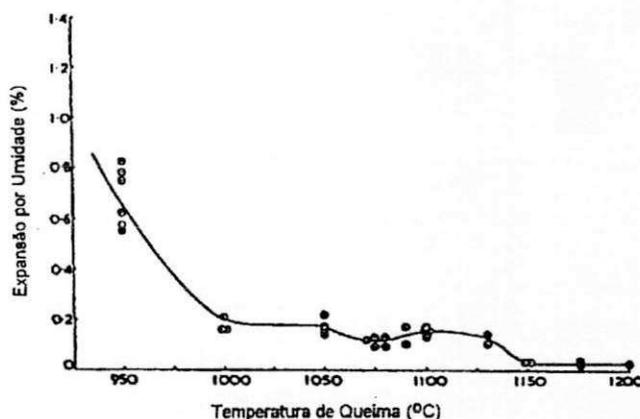


Figura 3. Relação entre temperatura de queima e expansão por umidade após autoclavagem por 96 h na temperatura de 200°C (Milne, 1958)

Young e Brownell (1959) estudando argilas basicamente caulínicas verificaram um decréscimo da EPU a medida que a temperatura aumentava, chegando a um mínimo a 850°C e a seguir um aumento até atingir um máximo entre 900 e 950°C. Após este intervalo de temperatura, a EPU volta a diminuir com a elevação da temperatura. A curva obtida por

Young e Brownell passou a ser utilizada como referência no que se refere ao comportamento da EPU de corpos à base de argilas caulínicas, frente à temperatura de queima. Alguns autores atribuem o intervalo com maiores valores de EPU à formação de uma fase do tipo espinélio, liberando 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 fase do tipo espinélio só foi observada em argilas caulínicas bem cristalizadas. A Figura 4 ilustra a curva de EPU versus temperatura obtida por Young e Brownell.

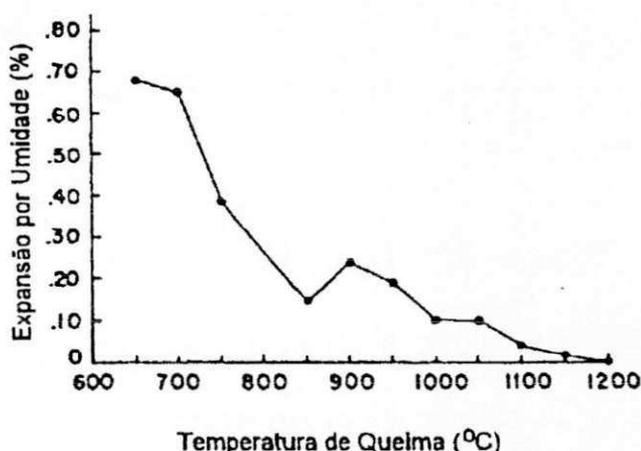


Figura 4. Efeito da temperatura de queima na expansão por umidade (em autoclave) de argilas comerciais (Young e Brownell, 1959)

A variação da EPU com a temperatura é afetada pela composição da massa, pelas condições de conformação e pelo ciclo de queima. Ciclos mais rápidos favorecem a presença de fases amorfas e conseqüentemente a EPU. Portanto, antes de reduzir o ciclo de queima, é necessário que se busquem composições que resultem em menores proporções de fases amorfas e vítreas e que sejam menos reativas (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz e Boschi, 1996a).

Estudando o fenômeno da EPU, a composição e a temperatura de queima foram avaliadas, concluindo-se 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 constituição destes corpos (Lira, Alarcon, Silveira, Bianchi, Honorato e Costa, 1997).

### 3.1.5 Efeito da Composição dos Corpos Cerâmicos na EPU

Em 1929 Schurecht e Pole foram pioneiros no estudo do efeito da composição de corpos cerâmicos na EPU, observando a estreita relação entre os aditivos utilizados na pesquisa e a EPU, verificando que os carbonatos de cálcio e magnésio propiciaram a redução da EPU. Eles concluíram que a expansão devido à umidade dependia da composição química e mineralógica do corpo cerâmico, e que esse efeito de expansão poderia ser evitado pelo controle de produção.

Holscher (1931) estudou a influência da composição química de argilas na EPU do corpo cerâmico quando submetido a ensaio em autoclave, observando que as variações de dimensões eram bem mais acentuadas em corpos contendo feldspato do que em corpos constituídos apenas de argila. Thiemecke em 1941 chegou a conclusões semelhantes às de Holscher quanto à adição de feldspato a corpos cerâmicos, dentro do intervalo de temperaturas estudado.

Vários outros estudos foram realizados para verificar a influência das adições à massa cerâmica sobre a EPU dos produtos. Milne (1958) estudou a EPU em caulins quando autoclavados e o efeito de aditivos. Pequenas quantidades de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{BaCO}_3$  e  $\text{CaCO}_3$ , foram adicionadas a caulinita e seus efeitos observados. Com as temperaturas de queima variando de  $950^\circ\text{C}$  a  $1200^\circ\text{C}$ , e as condições de tratamento em autoclave a  $200^\circ\text{C}$  por 96 horas, verificou-se o aumento da EPU dos corpos cerâmicos quando da adição de carbonato de sódio e/ou potássio à massa, atribuindo este efeito à formação de fase vítrea em baixas temperaturas. Neste estudo também foi observada a formação de nefelina ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ), nas composições contendo sódio, e a presença de feldspato potássico ( $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) e anortita ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ), nas composições em que foram adicionados carbonatos de potássio e cálcio respectivamente. E que a adição de  $\text{CaCO}_3$  provoca uma redução da EPU, tal como salientado por Schurecht e Pole (1929), sendo esse efeito causado pela formação da fase cristalina anortita.

#### **Influência da adição de $\text{CaCO}_3$ e $\text{MgCO}_3$**

Em se tratando de revestimentos cerâmicos, é frequente a adição de carbonato de cálcio na sua formulação, com a finalidade de controle dimensional da peça durante a sinterização.

Este carbonato se decompõe com o aquecimento e o óxido formado reage com os demais constituintes cerâmicos formando novas fases que afetam diversas propriedades, entre elas, a EPU.

Robinson (1985) observou que há uma expansão devido à reação entre a água e o CaO e o MgO não combinados, e que esta expansão provoca microtrincas no material, reduzindo sua elasticidade e a capacidade de recuperar as suas dimensões com o reaquecimento e perda da água adsorvida, chegando a produzir expansões maiores que a própria EPU.

Estudando os efeitos composicionais, Young e Brownell (1959) verificaram a influência da adição de carbonatos na expansão de corpos constituídos de caulim e quartzo. A adição dos carbonatos de potássio e sódio produziram aumento na expansão, já a adição de carbonato de lítio tendeu a diminuí-la. Os autores justificam este comportamento afirmando que os aluminossilicatos de potássio e sódio cristalizam com muita dificuldade e tendem a permanecer como vítreos na solidificação. O lítio favorece a formação da fase cristalina eucryptita, além de atuar favoravelmente sobre a transformação da metacaulinita em mulita. Em seu estudo, Verduch (1965) concluiu que tanto o lítio, como os elementos alcalino-terrosos tendem a produzir novos compostos cristalinos e atuam no sentido de diminuir a EPU.

Com o objetivo de avaliar os efeitos da adição de carbonatos de cálcio sobre a EPU, estudos foram desenvolvidos na UFSCar e na UFSC. Trabalhos (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz, Biscaro, Marino e Boschi, 1996b) observaram os efeitos da calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) sobre a EPU em massas para revestimentos cerâmicos, como pode ser visto na Figura 5, verificando que o aumento do teor de calcita leva a uma considerável diminuição da EPU, sendo o teor de 15% de  $\text{CaCO}_3$  aquele no qual a EPU apresentou menores valores. Verificaram ainda que ao aumentar o teor de calcita, acima de 15%, houve um aumento da EPU, excedendo o limite de EPU de 0,6 mm/m, recomendado pela norma ISO 13.006 (1998) para revestimentos cerâmicos. Segundo os autores, isto deve-se a presença de CaO livre na amostra queimada que, ao reagir com a água, hidrata-se e expande-se. A análise por difração de raios-X indicou a presença de mulita ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) e quantidade crescente de anortita de acordo com o teor de CaO, e a partir de 10%, ghelenita ( $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ) e wollastonita ( $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ). A formação de fases de cálcio, como a ghelenita, anortita e wollastonita afeta significativamente a EPU, pois estas fases são resultantes da reação do óxido de cálcio, proveniente da decomposição da calcita, com as fases amorfas provenientes das transformações do material argiloso durante o aquecimento, fases essas principais responsáveis pela EPU.

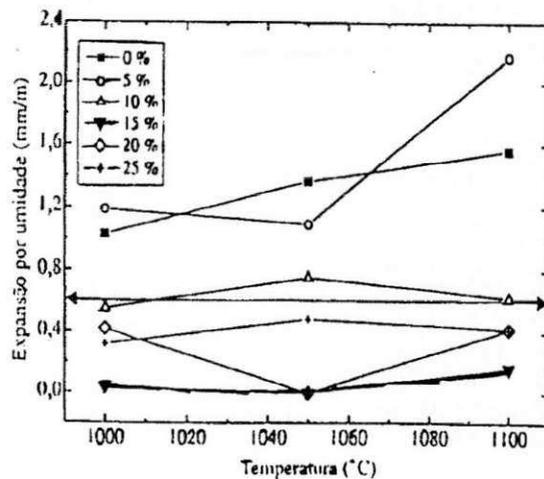


Figura 5. Variação da EPU de massas contendo diferentes teores de calcita com a temperatura de queima (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz, Biscaro, Marino e Boschi, 1996b)

Alguns autores mostram claramente em seus resultados os efeitos da reação incompleta de decomposição dos  $\text{CaCO}_3$  e  $\text{MgCO}_3$  sobre a EPU. Os óxidos formados pela decomposição desses carbonatos reagem com a água para formar os hidróxidos correspondentes e neste processo, se expandem. Estudos mais recentes sugerem que durante a queima os óxidos de cálcio e magnésio reagem com as fases amorfas, produzidas pela perda da água estrutural das argilas, formando fases que são estáveis quando expostas à ação da umidade. Entretanto para que esses benefícios possam ser alcançados é preciso garantir que essas reações ocorram durante a queima. A calcita geralmente perde o  $\text{CO}_2$  por volta de  $900^\circ\text{C}$  e a dolomita (composta por  $\text{CaCO}_3$  e  $\text{MgCO}_3$ ) de  $700^\circ\text{C}$  a  $900^\circ\text{C}$ . Entretanto as temperaturas às quais essas decomposições ocorrem e a velocidade com que as reações com os demais constituintes da massa se processam, dependem, dentre outros fatores, do grau de cristalinidade, da granulometria, da intimidade da mistura com as demais matérias-primas que compõem a massa, do grau de compactação, da atmosfera do forno e do ciclo de queima. Assim sendo, é importante ressaltar que a introdução de Ca na massa pode levar a diminuição da EPU, desde que sejam garantidas as condições necessárias para que este reaja com os demais componentes da massa e leve à formação de fases estáveis frente a umidade (Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz, Biscaro, Marino e Boschi, 1996b).

Os efeitos da adição de carbonato de cálcio e magnésio sobre a EPU de corpos cerâmicos, sinterizados em três temperaturas, foram evidenciados por Lira, Alarcon, Silveira,

Bianchi, Honorato e Costa (1997) e podem ser vistos nas Figuras 6 e 7. Segundo os autores, a adição de calcita tem o efeito de reduzir a EPU, em corpos de prova constituídos de caulim e quartzo ao reagir com constituintes originados da decomposição do argilomineral caulinita para formar fases cristalinas cálcicas.

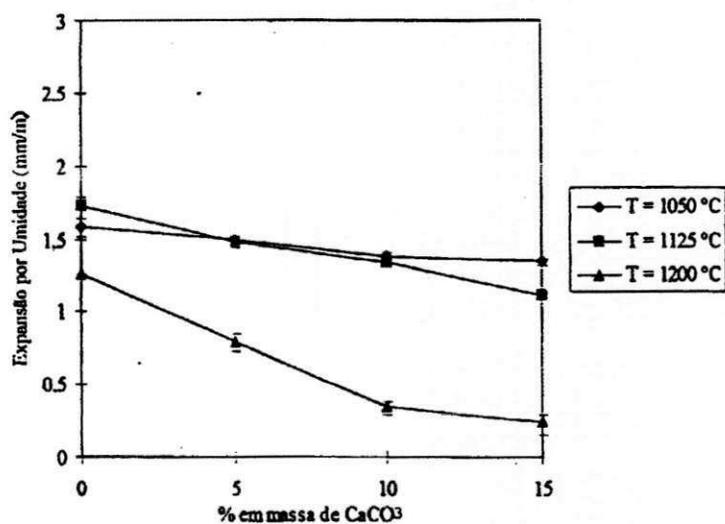


Figura 6. Efeito da adição de CaCO<sub>3</sub> na EPU (Lira, Alarcon, Silveira, Bianchi, Honorato e Costa, 1997)

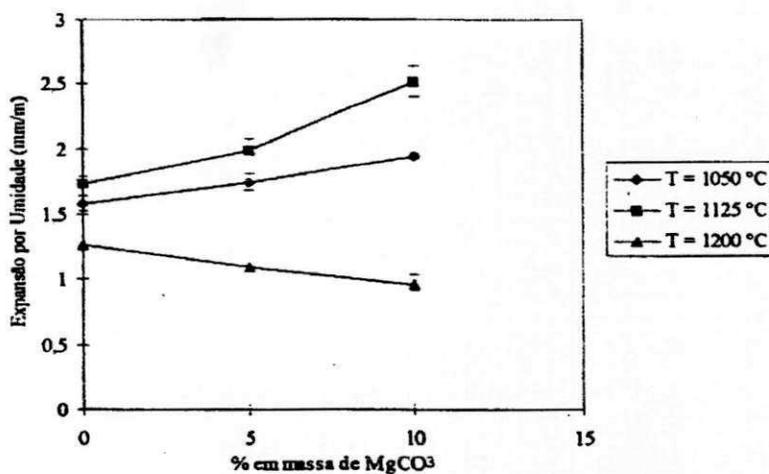


Figura 7. Efeito da adição do MgCO<sub>3</sub> na EPU (Lira, Alarcon, Silveira, Bianchi, Honorato e Costa, 1997)

Analisando a influência do  $MgCO_3$  (Figura 7), foi indicado que na faixa de temperaturas de 1050 a 1125°C ocorre um aumento da EPU com o aumento do  $MgCO_3$ . Quando submetidos a temperaturas mais elevadas (1200°C) há uma diminuição da EPU com o aumento do  $MgCO_3$ . A constituição mineralógica dos corpos de prova com adição de  $MgCO_3$  era formada, antes da queima, de caulinita, quartzo, mica muscovita e magnesita. Após queima observou-se a presença de quartzo, mulita, periclásio ( $MgO$ ) e a 1200°C a presença de uma pequena quantidade de safirina ( $4MgO.5Al_2O_3.2SiO_2$ ). Em outros trabalhos (Yekta e Alizadeh, 1996) também é indicada a presença de forsterita ( $2MgOSiO_2$ ). As novas fases são oriundas da reação do  $MgO$  com a metacaulinita e com o quartzo, todavia a reação do óxido de magnésio com os constituintes amorfos para formar fases cristalinas foi pouco extensa, permanecendo na forma de óxido livre, passível de hidratação e de expansão. Uma maior proporção da fase mulita e a presença de safirina a 1200°C explica o fato de ocorrer uma menor EPU nesta temperatura (Lira, Alarcon, Silveira, Bianchi, Honorato e Costa, 1997).

A utilização dos carbonatos de cálcio e magnésio podem propiciar elevada porosidade a peça (dependendo da temperatura de queima), e uma peça porosa é muito acessível à água, o que pode causar um aumento dimensional da peça queimada, e originar curvaturas superficiais ou gretamento do vidrado. Por isso é necessário que as peças queimadas apresentem uma elevada proporção de fases cristalinas e pequena quantidade de fases amorfas, para que as adições de carbonatos não tenham efeito danoso no produto (Sanchez, Garcia, Ginés e Negre, 1996).

### **Influência da adição de álcalis e das relações alumina/silica e álcalis/alumina**

Young e Brownell (1959) estudaram os efeitos composicionais sobre a EPU em corpos argilosos, verificando a relação entre as razões de  $Al_2O_3/SiO_2$  e  $(Na_2O + K_2O)/Al_2O_3$  com os valores obtidos para a EPU destes corpos, conforme ilustrado na Figura 8. Seus resultados demonstraram que quanto maior a razão  $Al_2O_3/SiO_2$ , menor a EPU e quanto maior a razão  $(Na_2O + K_2O)/Al_2O_3$ , maior a EPU, esta última relação também foi observada por Boucher (1987) e este aumento da EPU foi atribuído a presença de álcalis que 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 à EPU.

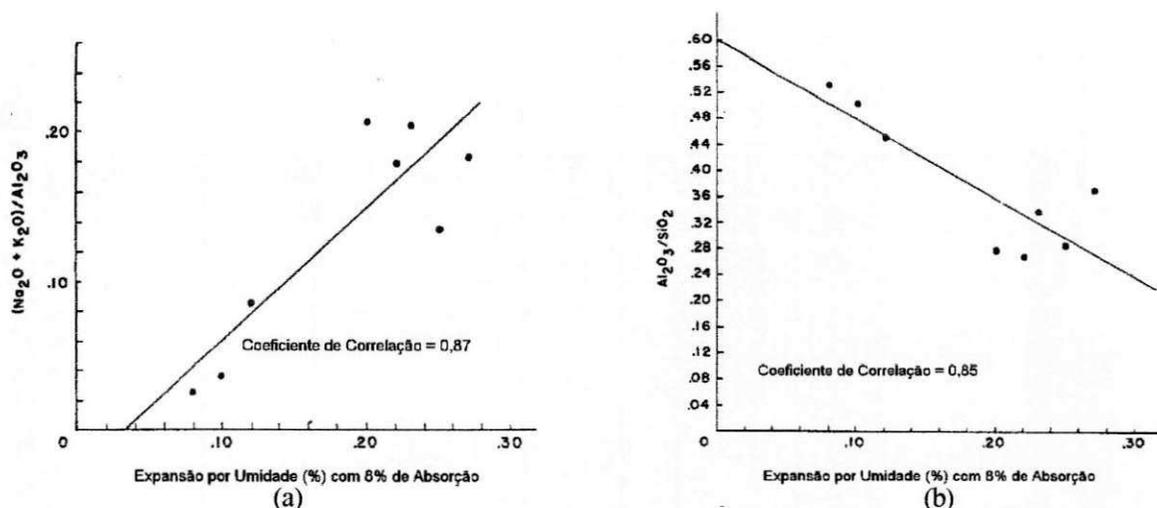


Figura 8. Efeito (a) da razão  $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O})/\text{Al}_2\text{O}_3$  e (b) da razão  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  na EPU de corpos argilosos (Young e Brownell, 1959)

O efeito da temperatura de sinterização na EPU de corpos cauliniticos com adição de álcalis pode ser observado na Figura 9, obtida por Young e Brownell (1959). Analisando as curvas apresentadas, observa-se que a expansão tende a ser menor em peças sinterizadas em maiores temperaturas. Entretanto, ocorre uma elevação da EPU para temperaturas entre 1000 e 1050°C que, segundo os autores, deve-se à formação de fase vítrea. Esta hipótese é suportada pelo fato de uma maior adição de álcalis, constituintes fundentes, acentuar o aumento da EPU naquele intervalo de temperatura. Pode ser observado, ainda, maiores valores da EPU em corpos com maior teor de álcalis.

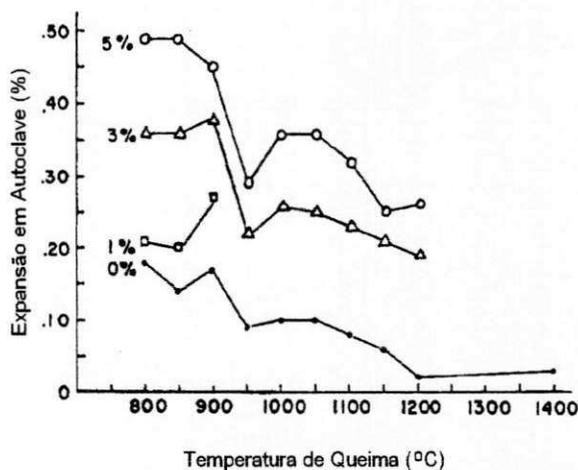


Figura 9. Efeito da temperatura de sinterização na EPU de corpos cauliniticos com adições de álcalis (Na e K) (Young e Brownell, 1959)

### 3.1.6 Porosidade e Área Específica

A ação da umidade depende diretamente da estrutura do corpo cerâmico. A relação entre a EPU e a porosidade aparente é uma correlação muito conveniente, por ser a porosidade um elemento estrutural importantíssimo. Todavia, a EPU não apresenta necessariamente uma relação diretamente proporcional com a porosidade (Inzigneri e Fusarini, 1960).

Hosking (1978) verificou que a acessibilidade da água e o número de zonas potencialmente “hidratáveis” são determinados em grande parte pelos poros e pela área específica dos corpos.

A porosidade e a área específica de corpos cerâmicos quando sob ação da água não permanecem constantes com o 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 uma 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 dos poros, e a corrosão da fase vítrea pela água, aumentando a energia superficial da fase vítrea e abrindo poros antes fechados, tal como descrito por Smith (1955) (in Slyh, 1984).

Um das maiores dificuldades em relacionar a EPU de corpos cerâmicos com suas áreas específicas está em diferenciar entre 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 de poros, buscando relacionar estas distribuições com a EPU. A distribuição de tamanhos de poros de um corpo argiloso (composto de caulinita, mica e quartzo) está ilustrada na Figura 10.

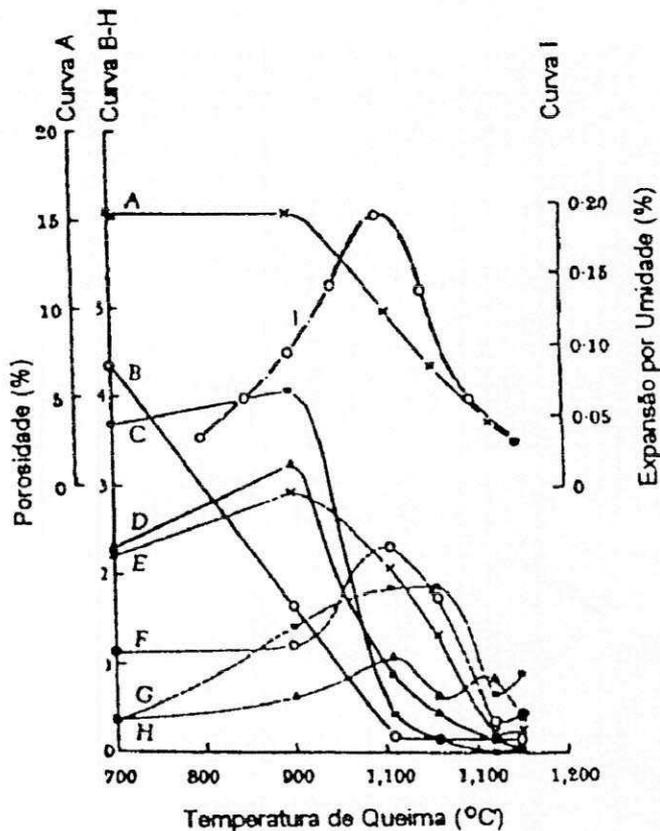


Figura 10. Porosidade e EPU versus temperatura de queima. A, porosidade total; B, poros com diâmetros 0,02-0,01 $\mu$ m; C, poros com diâmetros 0,04-0,02 $\mu$ m; D, poros com diâmetros 0,08-0,04 $\mu$ m; E, poros com diâmetros 0,2-0,08 $\mu$ m; F, poros com diâmetros 0,4-0,2 $\mu$ m; G, poros com diâmetros 0,77-0,4 $\mu$ m; H, poros com diâmetros 1,66-0,77 $\mu$ m; I, expansão natural após 90 dias (Cole, 1962)

No intervalo de temperatura de queima de 800 a 1150°C, o volume de poros que mais parece correlacionar a EPU com a porosidade é aquele com diâmetros entre 0,77 e 0,2 $\mu$ m. Calculando a área específica a partir da distribuição de volume de poros, é interessante apresentar os resultados em função da temperatura de queima (Figura 11). São ilustrados os valores obtidos para os poros com diâmetros entre 0,77 e 0,08 $\mu$ m e 0,77 e 0,2 $\mu$ m. A melhor correspondência entre a EPU e a área específica é obtida para poros entre 0,77 e 0,2 $\mu$ m. (Cole, 1962).

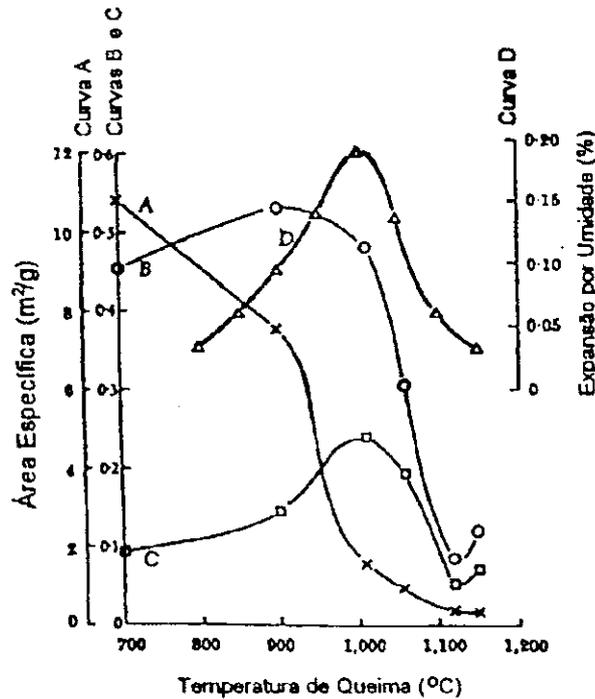


Figura 11. Área específica e EPU versus temperatura de queima. A, área específica total; B, área específica a partir do volume de poros com diâmetros 0,77-0,08 $\mu$ m; C, área específica a partir do volume de poros com diâmetros 0,77-0,2 $\mu$ m; D, expansão natural após 90 dias (Cole, 1962)

Vaughan e Dinsdale (1962), complementando o trabalho de Cole (1962), observaram duplo efeito da temperatura de queima sobre a relação da área específica com a EPU, o de vitrificação e o de modificação composicional, tal como ilustra a Figura 12.

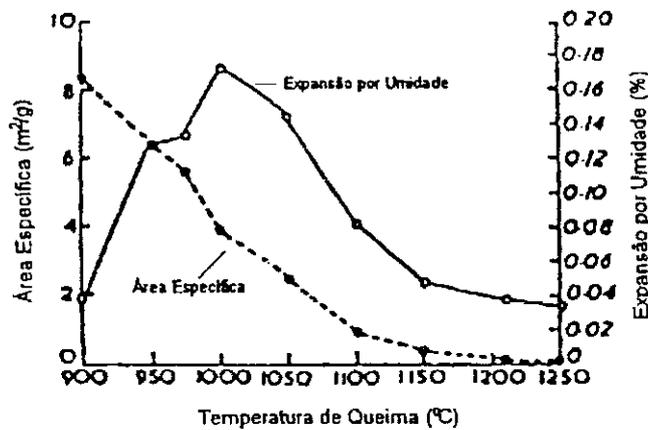


Figura 12. Relação entre EPU (em autoclave por 1/2 h e 0,34 MPa, área específica e temperatura de queima de cerâmica branca (Vaughan e Dinsdale, 1962)

Observa-se, na Figura 12, que com o aumento da temperatura de queima há redução da área específica, devido a vitrificação do corpo cerâmico, ao passo que a expansão inicialmente se eleva e em seguida decresce com o aumento da temperatura. Acredita-se que o aumento da EPU deve-se a modificações da composição mineralógica que resultam em fases potencialmente mais expansivas, enquanto o decréscimo está relacionado com a diminuição da área específica (Vaughan e Dinsdale, 1962).

Observa-se que, mesmo sem o efeito da modificação composicional, a diminuição da área específica em virtude de uma maior vitrificação, não deve ser necessariamente encarada como fator redutor da EPU, já que o efeito de corrosão da fase vítrea, cuja severidade depende muito do tipo de ensaio (utilizado para estimar a EPU futura), pode vir a ser um fator predominante. Como exemplo pode-se observar as expansões ilustradas na Figura 12, nas temperaturas de 900 a 1150°C, onde, mesmo após uma redução altamente significativa da área específica, a EPU a 1150°C é levemente superior à obtida com a queima a 900°C. O que evidencia que cuidados devem ser tomados ao se analisar dados de área específica, principalmente no que se refere ao tipo de ensaio utilizado para determinação da EPU.

### **3.1.7 Problemas Resultantes da EPU**

Merrit e Peters (1926) relataram que o gretamento dos vidrados de cerâmica branca é responsável por perdas enormes para construtores e outros usuários da indústria cerâmica. As finas rachaduras na superfície de produtos vítreos não só encurtam a vida útil do produto como também reduzem seu valor de mercado.

Quando alvenarias de blocos cerâmicos apresentam problemas devido ao movimento diferencial dos seus componentes, é importante que se determine a expansão por umidade dos componentes cerâmicos envolvidos, (Bowman, 1996).

Em 1997 foi publicado um artigo no Diário de Pernambuco (Rodrigues, 1997) atribuindo os danos estruturais com ruptura das alvenarias do edifício Aquarela, em Piedade, Jaboatão dos Guararapes, a EPU. Este foi o resultado do laudo técnico realizado pelo Conselho Regional de Engenharia, Arquitetura e Agronomia de Pernambuco (CREA-PE), elaborado a partir de pesquisas efetuadas no DEMa, CCT, UFPB. Os blocos cerâmicos do embasamento perderam a resistência a compressão, em aproximadamente 20%, em virtude da ação da umidade. Os pesquisadores afirmaram ainda que qualquer cerâmica queimada abaixo

de 1000°C, como foi o tipo de bloco cerâmico utilizado no Aquarela, está sujeita a expandir-se e ficar menos resistente. As causas pelas quais este edifício sofreu um colapso em sua estrutura também foram estudadas por Miranda, Amorim, Neves, Oliveira e Ferreira (2000). Para tanto, foram coletados blocos cerâmicos, afetados e não afetados pela ação da umidade. Estes corpos de prova foram submetidos aos ensaios de resistência mecânica à flexão, autoclavagem, e dilatométrica para determinação da expansão por umidade. Neste trabalho, foram calculadas três tipos de EPU's, EPU real, EPU total e EPU futura. Os resultados de EPU dos corpos de prova sem tratamento térmico foram denominados EPU real e os resultados de EPU dos corpos de prova após tratamento térmico e autoclavagem, denominados EPU total, sendo a EPU futura, a diferença entre a EPU total e a EPU real. Todos três tipos de EPU's foram bastante superiores ao limite aceitável para blocos cerâmicos (0,3 mm/m). Os resultados evidenciaram o fenômeno de expansão por umidade, sendo este um dos fatores causadores da falência estrutural do edifício.

Em Novembro de 1999 o Edifício Éricka, construído em 1987, localizado em Olinda, PE, com sua fundação composta por blocos cerâmicos e blocos de cimento em sua maioria, desabou deixando quatro vítimas fatais e sete feridos. Dois meses depois, o edifício Enseada do Serrambi, situado a cerca de 2 km do edifício Éricka, construído há cerca de 9 anos, também veio a desabar.

Segundo dados do relatório elaborado pela fundação de Apoio ao Desenvolvimento da Universidade Federal de Pernambuco (Fadef/UFPE) em dezembro de 2000, 52 edifícios construídos em alvenaria estrutural, tipo caixão, no município de Olinda, PE, estão com segurança comprometida. As irregularidades vão desde oxidações a infiltrações, com o comprometimento das estruturas cuja estabilidade também é comprometida pela retirada de paredes em reformas, além de um excesso de água nas fundações, (Hilário e Cabral, 2000).

Os problemas encontrados nos edifícios na Grande Recife são agravados pela presença de águas com elevados teores de sais, bem como por terem sido construídos em terrenos alagados ou alagáveis. Esta quantidade excessiva de água favorece ao desenvolvimento da EPU.

O problema da EPU na cerâmica vermelha foi estudado por Campos, Macedo e Ferreira (1999) através dos métodos de imersão em água, fervura, panela de pressão e autoclavagem, em escala de laboratório. Os resultados obtidos para EPU nas amostras estudadas mostram que houve seu aumento com a severidade das condições de ensaio e que,

na maioria dos casos, a EPU diminui com o aumento da temperatura de queima. Estas amostras foram submetidas aos ensaios de resistência mecânica à flexão, que mostram que houve um decréscimo considerável na sua resistência mecânica com o aumento da severidade dos ensaios. Estes resultados evidenciam provavelmente a causa de danos estruturais em construções em regiões de lençol freático elevado e ou potencialmente alagáveis.

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

#### **Determinação da expansão sofrida**

Em 1983, Lomax e Ford sugeriram que a expansão por umidade de blocos cerâmicos poderia ser determinada através de um reaquecimento, sendo desta forma eliminada qualquer expansão por umidade ocorrida entre o descarregamento do forno e a estocagem do material. A partir deste estudo, Robinson (1985) desenvolveu seu estudo para determinar a temperatura na qual este reaquecimento deveria ser feito. Utilizando a dilatométrica o autor concluiu que, em alguns casos, a EPU pode ser removida por aquecimento em temperaturas na faixa entre 400°C e 500°C, sendo a temperatura de reaquecimento um parâmetro de grande importância, pois temperaturas elevadas podem conduzir a uma sinterização adicional, levando a valores mais altos de EPU do que a expansão real.

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

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

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

Foram observadas evidências de histerese na requeima e sabe-se que, quando se reaquece um material composto por agregados heterogêneos de cristais anisotrópicos, os grãos expandem-se diferentemente nas diferentes 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 permanecem, havendo variação permanente das dimensões. Através de análise de curvas dilatométricas pode-se concluir que retrações não características, nos ciclos que passam pela temperatura de inversão do quartzo também são manifestações deste fenômeno (Bowman, 1996).

A análise dilatométrica é um dos métodos utilizados na indústria cerâmica para caracterizar argilas ou outros materiais similares quanto à sua estrutura e propriedades, pois fornece informações valiosas sobre os fenômenos que podem ocorrer quando o material em estudo é progressivamente aquecido. Em casos específicos, certas informações podem ser igualmente obtidas com o resfriamento da amostra após o tratamento térmico, como é o caso da expansão por umidade. As curvas dilatométricas registram as alterações dimensionais experimentadas pela amostra, desde a simples expansão térmica, ligada ao valor do coeficiente de dilatação, até às devidas aos vários fenômenos que podem ocorrer, entre eles, a eliminação de constituintes, reações e transformações estruturais e sinterização (Bowman, 1996).

Bowman (1996) enfatizou no seu trabalho as possíveis deficiências sobre os métodos empregados na determinação da expansão por umidade, sugerindo um melhoramento na precisão das determinações da EPU, pelo uso do dilatômetro, com temperatura de requeima de

450°C, deixando claro que há a necessidade de pesquisas complementares em diversas áreas, incluindo estudos detalhados sobre as transformações de fases, principalmente as transformações do quartzo  $\alpha$  para o quartzo  $\beta$ , que ocorrem durante o reaquecimento em grande parte dos materiais cerâmicos. Segundo Smith (1955), em superfícies de silicato fraturadas, a água adsorvida fisicamente (nas camadas mais externas) é eliminada em torno de 485°C, enquanto que a água adsorvida quimicamente não pode ser eliminada abaixo de 705°C. De fato, ao reaquecer a peça acima de 573°C, além de se eliminar a EPU, adicionam-se alterações dimensionais devidas a inversão do quartzo  $\alpha$  para o quartzo  $\beta$ , que ocorre nesta temperatura. Portanto, medidas realizadas em peças reaquecidas acima desta temperatura não podem ser indicadoras da real expansão por umidade eliminada.

Todavia alguns pesquisadores (Cole e Banks, 1991) afirmam que reaquecimentos em temperaturas da ordem de 500° não fornecem a expansão total sofrida pelo corpo já que não o conduz a um estado semelhante ao da saída do forno, ressaltando ainda que a cinética de re-expansão desses corpos após queima não é igual à cinética de expansão original. Eles sugerem temperaturas de requeima da ordem de 900°C, indicando que essas temperaturas fornecem valores de EPU equivalentes a cerca de 90% da EPU sofrida pelo corpo desde o resfriamento no forno e que valores obtidos com a requeima a 500°C subestimam a expansão em no mínimo 0,01%. No que se refere à influência da inversão do quartzo na determinação da EPU, os autores argumentam 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 queimados em temperaturas inferiores a 1000°C. E que devido às características de fina textura e altas temperaturas de queima dos corpos cerâmicos modernos o efeito de expansão provocado pela inversão do quartzo é pouco provável que influencie a determinação da EPU.

Em 2000, Gomes, Amorin, Segadães e Ferreira estudaram uma amostra de cerâmica vermelha visando o uso da dilatométrica em substituição dos métodos convencionais para determinação da expansão por umidade, bem como verificar a influência da temperatura de execução do ensaio de dilatométrica nos resultados da EPU em virtude de modificações microestruturais. Os resultados obtidos indicam que a temperatura de execução do ensaio de dilatométrica da ordem de 500 a 550°C tem pequena influência nos resultados de EPU. Há necessidade de cuidados especiais com a inversão do quartzo e que não sejam atingidas temperaturas nas quais são retomados os fenômenos de sinterização; e que a temperatura de 900°C, próxima da temperatura de queima das amostras originais pode ser considerada

demasiado elevada como temperatura de reaquecimento para determinação da EPU por dilatométrica pois, neste caso, não é possível separar a retração devida a recuperação da EPU, da retração devida às alterações estruturais causadas pelo prolongamento do tratamento térmico.

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

### **Determinação da expansão total**

Como a EPU, em condições ambientais, é um processo extremamente lento, é conveniente aplicar condições que acelerem este processo para determinação da EPU total e futura dos corpos cerâmicos nos estudos em laboratório.

O ensaio em autoclave já vem sendo utilizado a muito tempo e consiste em submeter as peças a condições extremamente severas, onde elas permanecem em contato com vapor d'água saturado a pressão e temperatura elevadas. A norma ASTM C370-88 (1994), para revestimentos cerâmicos, propõe que este ensaio seja realizado a uma pressão de vapor saturado de 1,035 MPa por período de 5 horas.

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

Para realização dos ensaios de EPU não há um consenso entre os pesquisadores. Segundo Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz e Boschi (1996a) a avaliação da EPU deve seguir rigorosamente os procedimentos descritos no projeto de Norma ISO 10545-10 tanto no que se refere ao condicionamento das amostras quanto a medida da EPU propriamente dita. Muito embora o ensaio em autoclave seja largamente mencionado na literatura e de uso comum na prática industrial, ele acabou sendo excluído do projeto da norma devido a controvérsias que ainda existem. Um dos principais argumentos utilizados contra esse método é que as amostras submetidas às condições extremas do autoclave podem vir a apresentar EPU bastante maior que a observada em condições normais de uso. Para estes pesquisadores, dada a necessidade

de se acelerar o processo de EPU para liberar ou não os produtos para consumo, o ensaio em água fervente parece, até o momento ser a melhor opção para utilização industrial.

Young e Brownell (1959) demonstram que os valores obtidos para a expansão em autoclave superam em muito os obtidos em água fervente e ambos superam os valores obtidos para expansão em condições normais de serviço dos revestimentos cerâmicos. Uma comparação entre a EPU obtida por tratamento em autoclave e em condições atmosféricas pode ser observado na Figura 13.

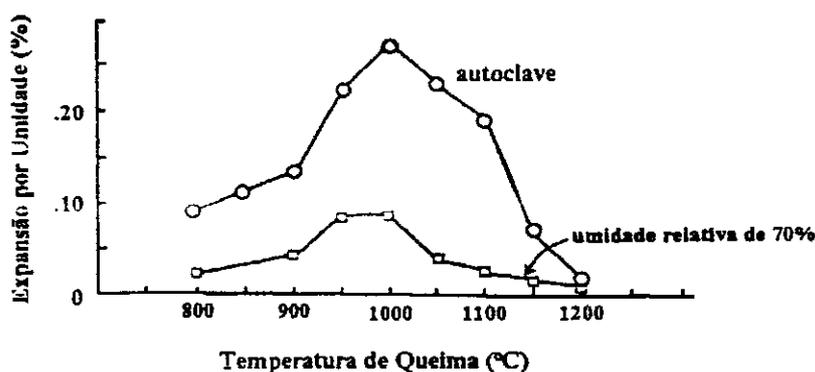


Figura 13. Comparação entre a EPU em autoclave (3h a 2,03 MPa) e a expansão atmosférica (4 meses de exposição) de materiais argilosos (Young e Brownell, 1959)

No final da década de 50, Young e Brownell (1959) estudaram a EPU em blocos cerâmicos comerciais e em corpos de prova confeccionados em laboratório, para obter informações sobre limites aceitáveis de EPU nestes materiais e para determinar as fases cerâmicas responsáveis pela EPU. Os resultados produziram dúvidas sobre a confiança de um ensaio de autoclave. Os resultados deste estudo mostraram que uma queima adequada tende a reduzir a EPU, e segundo o autor, o limite aceitável para EPU em autoclave, a uma pressão de 2,03 MPa por 3 horas, sugerido por Mc Burney (1954) não condiz com a realidade, uma vez que apenas 7,4% de suas amostras apresentaram EPU abaixo de 0,5mm/m (0,05%), sugerindo então o limite de 2mm/m (0,2%).

Valores bem distantes da EPU, entre as duas condições, são observados para temperaturas de sinterização próximas a 1000°C e valores bem próximos ocorrem para a temperatura de sinterização de 1200°C. Isto indica que uma correlação entre os valores de EPU obtidos nas condições de tratamento em autoclave e nas condições atmosféricas, se

houver, deverá levar em conta a temperatura de sinterização, bem como, todas as implicações microestruturais e constitucionais que afetam o material a ser ensaiado.

Dados obtidos para o tratamento de peças cerâmicas porosas em autoclave (Enrique, Beltrán, Negre e Feliú, 1990) demonstraram que aumentando-se a pressão vapor, e o tempo de tratamento em autoclave, aumenta a EPU e efetuando-se o tratamento em autoclave em ciclo único ou em vários ciclos, desde que o tempo total seja o mesmo, a expansão será a mesma.

Curvas características da EPU em relação ao tempo de tratamento em autoclave, para diferentes temperaturas de sinterização, estão contidas na Figura 14. Estas curvas apresentam inicialmente um rápido aumento da EPU, a seguir passam por uma zona de transição e finalmente chegam a uma região em que a inclinação da curva é bastante menor que a das anteriores.

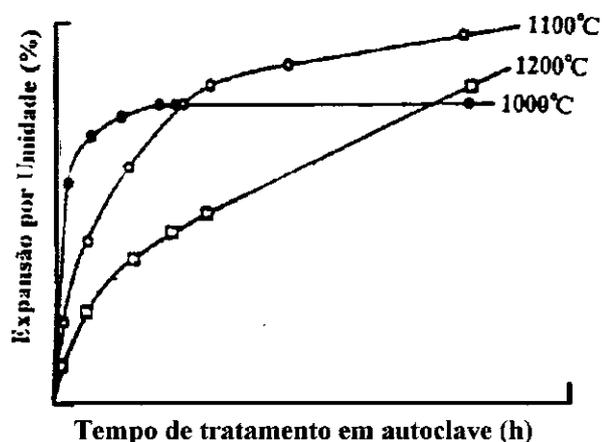


Figura 14. EPU em função de tempo de tratamento após queima em três temperaturas (Smith, 1955)

As fases amorfas, por apresentarem maiores superfícies expostas à interação com a água, são provavelmente responsáveis pela rápida expansão inicial. A curva, em sua fase final, apresenta leve inclinação, mas não parece tender a um valor limite. As fases vítreas sofrem modificações significativas no seu comportamento frente à umidade, durante o tratamento, havendo troca de íons e abertura de poros. Devido a estas alterações, supõe-se que estes componentes sejam responsáveis pelo andamento final do processo de expansão em métodos acelerados. Esta teoria concorda com os experimentos de Smith (1955), que relacionam a inclinação da curva, na região final, com a quantidade de fase vítrea presente nas peças sinterizadas. Curvas de EPU em peças sinterizadas a 1000°C, 1100°C e 1200°C demonstraram

uma maior inclinação, na região final, para a temperatura de 1200°C e inclinação zero para a temperatura de 1000°C. Para maiores temperaturas de sinterização, maior quantidade de fase vítrea é formada e uma maior inclinação na região final da curva é observada. Isto confirma a teoria da contribuição da fase vítrea na zona final da curva de EPU.

O ensaio de fervura também possui algumas controvérsias, com alguns pesquisadores indicando que as condições não propiciam a obtenção da verdadeira expansão total do material, por possuir condições bem menos severas que a autoclavagem, enquanto outros estudiosos defendem a utilização de modelos matemáticos baseados em expansões por umidade naturais, para se prever a expansão dos corpos cerâmicos. Assim observa-se que, de certa forma, a fervura se situa entre os demais ensaios, sendo provavelmente por isso escolhido como método de ensaio para constar em norma.

Os métodos de fervura e autoclave, como meio de prever a expansão que irá ocorrer na peça a longo prazo, quando em serviço, apresentam desvantagens em virtude de seus resultados não apresentarem correlação aparente com as medidas de EPU obtidas em condições ambientais. Aumentando-se a temperatura e a pressão, não apenas se aceleram os mecanismos de expansão que operam em condições normais mas, também, condições severas podem induzir outros mecanismos que não ocorreriam ou seriam muito lentos a baixas temperaturas e pressões. Reações que, normalmente, não ocorreriam, ou seriam demasiadamente lentas, podem ocorrer, se as condições de temperatura e pressão favorecem a energia de ativação necessária ao processo. Na utilização de qualquer dos métodos deve-se definir precisamente os parâmetros dos mesmos, de modo a evitar discrepâncias entre os resultados obtidos em um mesmo ensaio, realizado várias vezes.

Há também que se considerar a expansão ocorrida nas peças antes de serem ensaiadas, já que é sabido que elas começam a expandir já no resfriamento, no interior do forno. As normas ISO 10545-10 (1995) e ABNT (NBR 13818-1999), para revestimentos cerâmicos, indicam que as peças devem ser reaquecidas a uma temperatura de aproximadamente 550°C, mantidas nesta temperatura por 2h e resfriadas em um dessecador, antes de serem ensaiadas por fervura, afim de eliminar a EPU que porventura tenha ocorrido até o momento do ensaio.

Nos estudos desenvolvidos pelo DEMa/ CCT/ UFPB inicialmente foram aplicados métodos tradicionais através da medição direta. Entretanto, em pesquisas recentes (Menezes, 2001) foram verificadas sérias discrepâncias, causadas pelo uso desta metodologia, devido a

processos de lixiviação dos corpos cerâmicos durante os ensaios acelerados para determinação da EPU.

Menezes (2001) estudou a expansão por umidade e as características cerâmicas de vinte e três amostras de pisos cerâmicos frente a normalização da ABNT. Os resultados obtidos deste estudo permitem afirmar que a maioria dos revestimentos apresentaram EPU, após fervura por 24 horas, entre 0,01 e 0,03%, verificando-se também que o ensaio de fervura propicia um fator indesejável na determinação da EPU, a lixiviação do material. A lixiviação foi comprovadamente observada em alguns corpos de prova de algumas amostras, mascarando os dados de EPU e em alguns casos impossibilitando a determinação de valores confiáveis de EPU. Conclui-se que a metodologia utilizando a dilatométrica para cálculo da EPU é a mais adequada para minimizar os efeitos da lixiviação sobre os corpos de prova, e também, que a fervura não é um ensaio muito severo no sentido de induzir a EPU muito acima das expansões sofridas pelos revestimentos até o momento da retirada das embalagens.

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

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

Até o momento, na literatura cerâmica são encontrados poucos dados relativos ao comportamento mecânico de blocos cerâmicos sujeitos a EPU. Neste contexto, com o objetivo de avaliar os efeitos da EPU na resistência mecânica dos corpos cerâmicos, realizou-se uma pesquisa bibliográfica, detalhando-se dois ensaios de flexão, a serem utilizados posteriormente: flexão utilizando três pontos e flexão utilizando quatro pontos.

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

Os ensaios de flexão utilizando três pontos e quatro pontos estão esquematizados nas Figuras 10 e 11. A amostra é colocada sobre dois apoios e uma carga é aplicada no seu centro (três pontos) ou em duas posições (quatro pontos). A tensão de ruptura à flexão ( $T_{rf}$ ) para amostras de seção retangular pode ser calculada utilizando a fórmula geral da flexão ( $S$ ), apresentada na Equação 2.

$$S = \frac{Mc}{I} \quad (2)$$

onde  $M$  é o momento fletor,  $c$  é a distância do eixo neutro da amostra a superfície de tensão, e  $I$  é o momento de inércia. Para amostras retangulares  $I = bd^3/12$  e  $c = d/2$ , onde  $d$  é a espessura da amostra e  $b$  é a largura.

As Figuras 15 e 16 ilustram detalhes das formulas de flexão para ensaios de três pontos e quatro pontos em barras de seção retangulares.

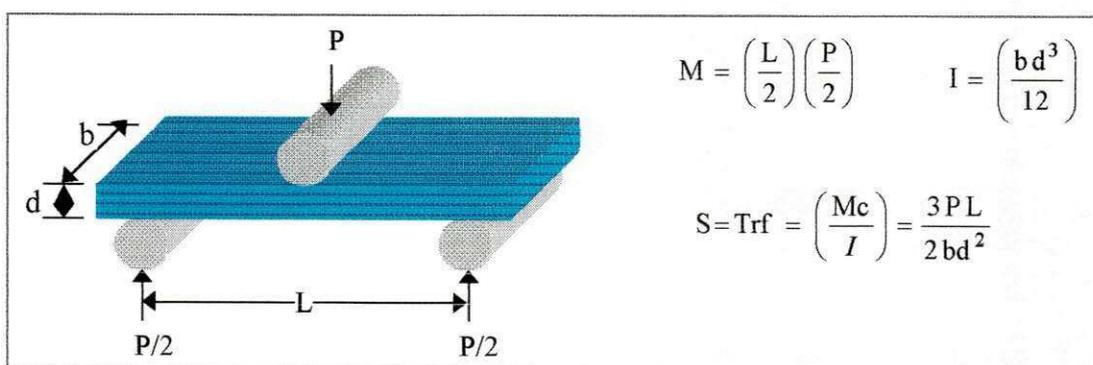


Figura 15. Ilustração esquemática da ruptura à flexão utilizando três pontos de carga

Segundo a norma ASTM D 790-71 (1978), no método dos quatro pontos, a distância ( $a$ ) entre o ponto de aplicação da carga e o apoio (Figura 11), deve ser  $L/3$ , assim a fórmula usada para calcular a tensão de ruptura à flexão simétrica em quatro pontos, é dada pela Equação 3.

$$\text{Trf} = \frac{PL}{bd^2} \quad (3)$$

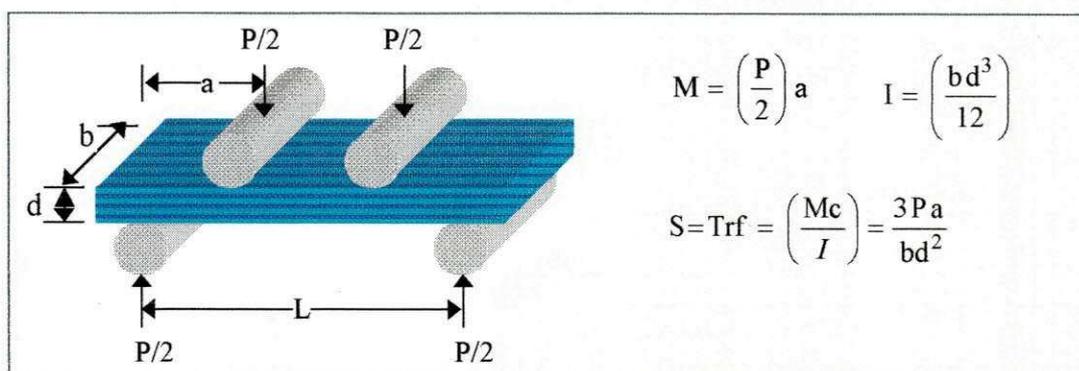


Figura 16. Ilustração esquemática da ruptura à flexão simétrica em quatro pontos de carga

A distribuição de tensões de flexão utilizando três pontos é mostrada na Figura 17 (a). O pico de tensão máxima ocorre ao longo de uma linha vertical na superfície de ensaio da barra oposta à aplicação da carga. As tensões diminuem linearmente ao longo do comprimento da barra, chegando a zero nos pontos de apoio. A probabilidade da fratura ocorrer ao longo desta linha é bem maior.

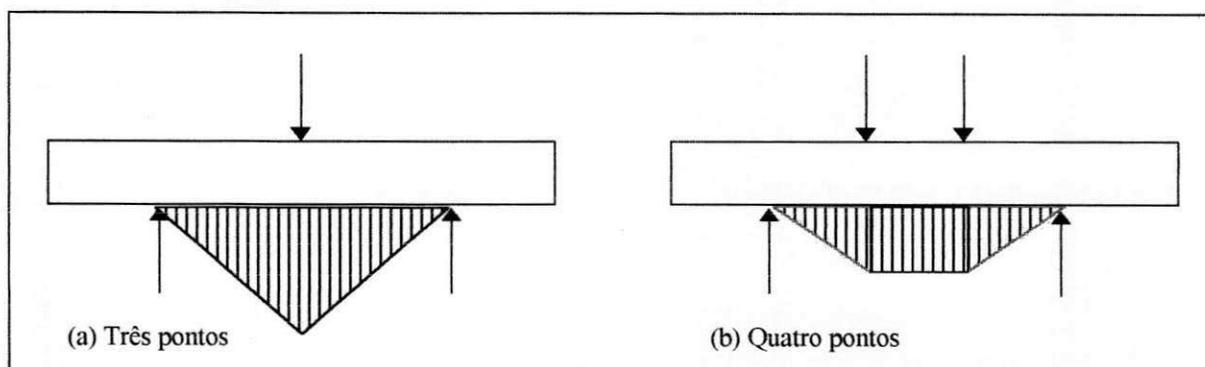


Figura 17. Comparação da distribuição de tensão pelos três (a) e quatro pontos (b)

A distribuição de tensões de flexão utilizando quatro pontos é mostrada na Figura 17 (b). A tensão máxima ocorre na área localizada entre os pontos de carga. As tensões diminuem linearmente ao longo da superfície da barra para zerar nos pontos de apoio. A área rachurada das tensões é maior para quatro pontos do que para três pontos, e como resultado, os valores de tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos apresentam-se menores do que os da tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos (Amorós, Sánchez, Cantavella e Monzó, 2000). Observando as fórmulas de  $Trf$ , para o mesmo corpo de prova, através dos dois métodos tem-se que a  $Trf$  dos três pontos é 1,5 vezes a  $Trf$  dos quatro pontos.

A Figura 18 mostra o diagrama de esforços cortantes para os dois casos de ensaios de flexão. O diagrama 18 (a) para o ensaio de flexão pelos três pontos apresenta um esforço cortante de  $P/2$  ao longo da linha de aplicação da carga. O diagrama 18 (b) para o ensaio de flexão pelos quatro pontos apresenta um esforço cortante igual a zero, entre os pontos de aplicação de carga. A Figura 18 complementa assim a Figura 17 das distribuições de tensões pelos dois métodos.

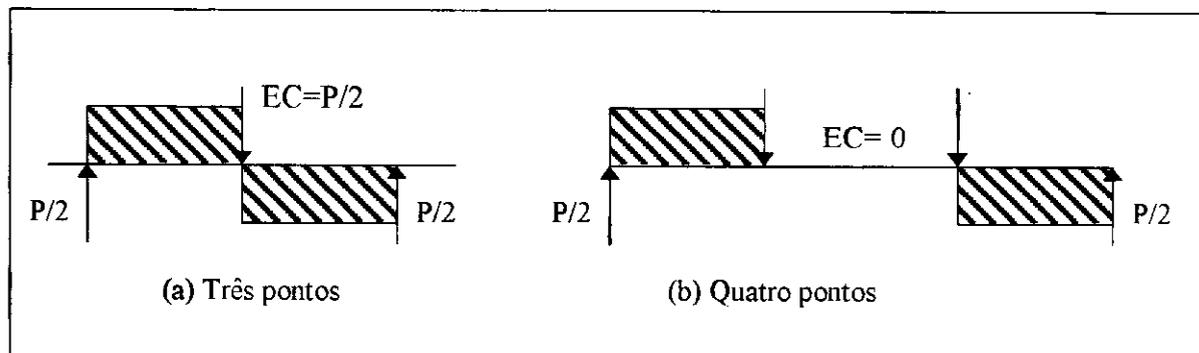


Figura 18. Comparação dos diagramas de esforços cortantes (EC) pelos três pontos (a) e quatro pontos (b)

A resistência mecânica depende de dois fatores: das características intrínsecas do material (incluindo a microestrutura) e da presença de microtrincas. A variação destes fatores é mais crítica nos ensaios de flexão de quatro pontos do que no de três pontos, que possui o centro de tensões localizado no centro da amostra. Em certas condições, utilizando o ensaio de flexão por três pontos, observa-se que peças que possuem uma resistência à flexão relativamente elevada podem ter um maior número de defeitos e trincas do que peças que apresentam uma baixa resistência mecânica (Amorós, Sánchez, Cantavella e Monzó, 2000).

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

## **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **4.1 Materiais**

Para o desenvolvimento desta pesquisa foram coletadas amostras de três massas plásticas para cerâmica vermelha, usadas na fabricação de blocos cerâmicos, provenientes de diferentes regiões do Estado da Paraíba, e também amostras de blocos cerâmicos fabricados a partir dessas massas.

A seguir estão listadas as indústrias cerâmicas que forneceram o material.

Amostra B - Cerâmica Matumbo, localizada no município de Boa Vista, PB.

Amostra E - Cerâmica Espírito Santo, localizada no município de Cruz do Espírito Santo, PB.

Amostra M- Cerâmica Massaranduba, localizada no município de Massaranduba, PB.

É importante enfatizar que estas indústrias não possuem fornos com queima controlada, não sendo portanto possível, obter dados precisos da temperatura de queima, podendo-se sugerir que a queima é efetivada na faixa de temperatura de 700°C à 900°C.

### **4.2 Metodologia**

As Figuras 19 e 20 apresentam os fluxogramas das metodologias adotadas para as massas e blocos cerâmicos estudados.

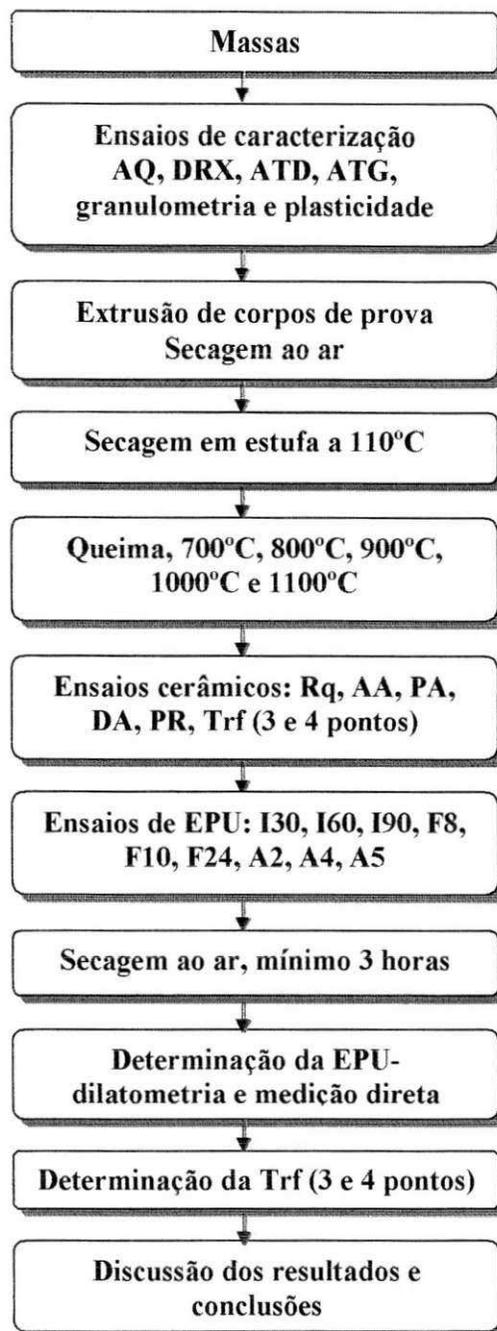
#### **4.2.1 Ensaios de Caracterização**

##### **4.2.1.1 Caracterização Mineralógica**

A caracterização mineralógica das massas plásticas B, E e M, após secagem a 110°C, moagem e granulometria abaixo da peneira ABNT n.º 200 (0,074 mm), foi realizada através dos ensaios de análise química (AQ), difração de raios X (DRX), análise térmica diferencial (ATD), análise termogravimétrica (ATG).

- AQ - A AQ foi realizada no Laboratório de Análises Minerais do CCT/PRAI/UFPB, LAM - CG.





onde,

**AQ** - análise química

**DRX** - difração de raios X

**ATD** - análise térmica diferencial

**ATG** - análise termogravimétrica

**Rq** - retração linear de queima

**AA** - absorção de água

**PA** - porosidade aparente

**DA** - densidade aparente

**PR** - perda ao rubro

**Trf (3 e 4 pontos)** - tensão de ruptura à flexão pelos três pontos e quatro pontos

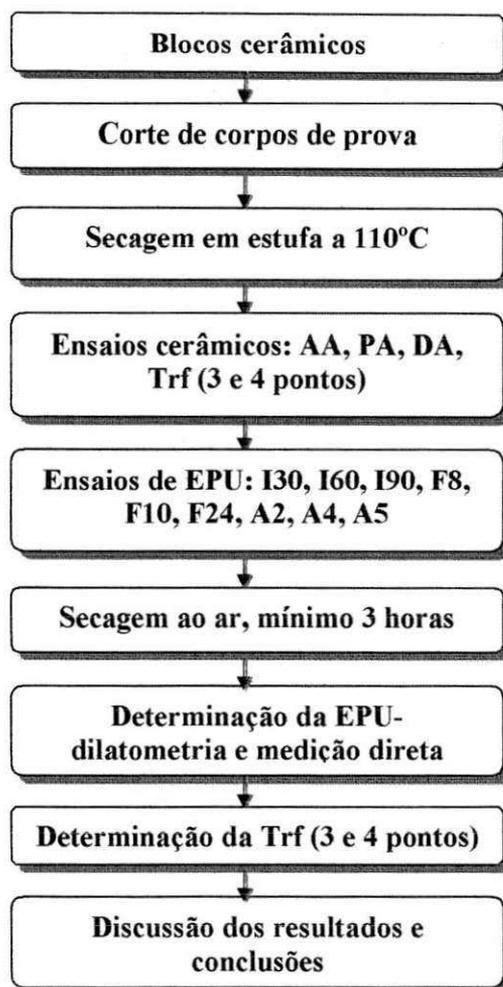
**EPU** - expansão por umidade

**I30, I60 e I90** - imersão em água por 30, 60 e 90 dias respectivamente

**F8, F10 e F24** - fervura por 8, 10 e 24h respectivamente

**A2, A4 e A5** - autoclavagem por 2, 4 e 5h respectivamente

Figura 19. Fluxograma da metodologia adotada para as massas estudadas



onde,

**AA** - absorção de água

**PA** - porosidade aparente

**DA** - densidade aparente

**Trf (3 e 4 pontos)** - tensão de ruptura à flexão pelos três pontos e quatro pontos

**EPU** - expansão por umidade

**I30, I60 e I90** - imersão em água por 30, 60 e 90 dias respectivamente

**F8, F10 e F24** - fervura por 8, 10 e 24h respectivamente

**A2, A4 e A5** - autoclavagem por 2, 4 e 5h respectivamente

Figura 20. Fluxograma da metodologia adotada para os blocos cerâmicos

- DRX – A DRX foi realizada a 40 mA e 30 kV em difratômetro Rigaku Denki, operando com a radiação K-alfa de cobre e filtro de níquel, com varredura a 2° 2θ/minuto entre 3 e 80°.

- ATD – A ATD foi realizada em equipamento de Análises Térmicas da BP Engenharia modelo RB12, com uma razão de aquecimento de 12,5°C/min até a temperatura de 1000°C e o padrão utilizado foi o óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) calcinado.

- ATG – A ATG foi realizada em equipamento de termogravimetria da marca BP Engenharia modelo RB12, em atmosfera oxidante, com uma razão de aquecimento de 12,5°C/min até a temperatura de 1000°C.

#### **4.2.1.2 Análise Granulométrica**

A análise granulométrica foi determinada por peneiramento seguindo a metodologia descrita na norma NBR 7181 (1984). Foram usadas as peneiras ABNT de números 16 (1,2mm), 30 (0,6mm), 50 (0,3mm), 100 (0,15mm), 200 (0,074mm) e 325 (0,044mm). De acordo com a escala granulométrica (ABNT) são: pedregulhos- conjunto de partículas cujas dimensões (diâmetros equivalentes) estão compreendidas entre 76 e 4,8 mm; areia, entre 4,8 e 0,05 mm; silte, entre 0,05 e 0,005 mm; argila, inferiores a 0,005 mm (NBR 7181, 1984).

#### **4.2.1.3 Ensaios de Plasticidade**

As características de plasticidade, limite de liquidez (LL), limite de plasticidade (LP) e índice de plasticidade (IP) das amostras, foram determinadas segundo o método da NBR 6459 (1984) e NBR 7180 (1984).

Os resultados são a média de 5 determinações, com desvio relativo máximo de ± 5% e são apresentados em % com aproximação de duas casas decimais.

#### **4.2.2 Ensaios Cerâmicos**

##### **4.2.2.1 Ensaios Cerâmicos com as Amostras de Blocos Cerâmicos**

Foram efetuados ensaios cerâmicos determinando-se as propriedades de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente (segundo sistemática proposta por Souza Santos, 1992) e tensão de ruptura à flexão utilizando o método dos três pontos e o método dos quatro pontos.

Os resultados obtidos resulta da média aritmética de 5 corpos de prova e foram comparados com os resultados preconizados por Souza Santos (1992) e Barzaghi e Salge (1948).

#### Preparação dos corpos de prova

Para realização dos ensaios cerâmicos os blocos cerâmicos das amostras B, E e M foram cortados nas dimensões de 15 x 2 x 1 cm<sup>3</sup>.

#### **4.2.2.2. Ensaio Cerâmicos com Corpos de Prova Confeccionados em Laboratório**

Foram efetuados ensaios cerâmicos determinando-se as propriedades cerâmicas de retração linear de queima, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, perda ao rubro e tensão de ruptura à flexão (três pontos e quatro pontos). Os ensaios cerâmicos foram realizados segundo a sistemática proposta por Souza Santos (1992).

Os resultados obtidos resultam da média aritmética de 5 corpos de prova e foram comparados com os resultados preconizados por Souza Santos (1992) e Barzaghi e Salge (1948).

#### Preparação dos corpos de prova

Nesta etapa, as massas B, E e M foram submetidas a moagem em moinho tipo galga, granulometria abaixo da peneira ABNT n.º 80 (abertura 0,18 mm) e adição de água (teor de aproximadamente 20%) até obtenção de um teor de umidade próximo ao estado plástico das argilas. A moldagem dos corpos de prova em forma de barras prismáticas com dimensões de 15 x 2 x 1 cm<sup>3</sup> realizou-se por extrusão em maromba de laboratório da marca VERDES modelo 51, seguindo de secagem ao ar por 3 horas e em estufa a 110°C por 24 horas. Os corpos de prova foram queimados nas temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C. A queima foi realizada em forno da marca QUIMIS modelo Q-318M, em atmosfera oxidante, com velocidade constante de elevação de temperatura e na temperatura máxima foi mantido um patamar por duas horas, completando um ciclo de queima de 10 horas.

#### **4.2.3. Ensaio de EPU**

Os corpos de prova destinados à determinação da EPU por medição direta (após medida de comprimento) e dilatometria, foram submetidos aos ensaios abaixo detalhados.

Imersão em água – Os corpos de prova ficaram imersos em água destilada durante os períodos de 30, 60 e 90 dias.

Fervura – Os corpos de prova foram tratados em água fervente durante os períodos de 8, 10 e 24h. Durante a fervura os corpos de prova foram mantidos separados, eliminando-se a possibilidade de desgaste por atrito entre eles.

Autoclavagem – Os ensaios de autoclavagem foram realizados utilizando uma pressão de 0,7 MPa por um período de 2, 4 e 5h numa temperatura de 161°C.

Em todos os casos, após EPU os corpos de prova foram secos ao ar por 3 horas.

#### Preparação dos corpos de prova destinados à determinação da EPU por medição direta

Parte dos corpos de prova foi cortada a partir dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M nas dimensões de 15 x 2 x 1 cm<sup>3</sup>. As medidas de comprimento destes corpos de prova, foram obtidas após o corte e secagem em estufa (110°C) para eliminar alguma umidade absorvida. Estas medidas foram realizadas aproximadamente quinze dias após a fabricação dos blocos cerâmicos.

Também foram submetidos a ensaios de EPU corpos de prova confeccionados em laboratório, de acordo com a sequência de preparação detalhada no item 4.2.2.2. As medidas de comprimento destes corpos de prova foram realizadas após queima quando atingiram a temperatura ambiente.

Após ensaios de EPU estes corpos de prova foram medidos novamente. Neste caso foram selecionados 10 corpos de prova para cada condição de ensaio. Foram realizadas 5 determinações de comprimento em cada corpo de prova, antes e após ensaios de EPU. Com o objetivo de obter resultados confiáveis foram feitas as médias das 5 determinações e o desvio relativo máximo considerado foi de ± 5%. Quando um dos valores diferia da média de ± 5%, este era automaticamente eliminado e calculava-se uma nova média dos valores restantes. Calculou-se a EPU utilizando a Equação 4.

$$EPU(\%) = \frac{C_f - C_0}{C_0} \times 100 \quad (4)$$

Onde,

$C_0$  = comprimento após queima

$C_f$  = comprimento após ensaio de expansão.

Os resultados de EPU determinados por medição direta são a média de 10 determinações, com desvio máximo de  $\pm 5\%$  com aproximação de duas casas decimais e são expressos em %.

Em ambas medidas de comprimentos, destinadas à determinação da EPU por medição direta, utilizou-se o paquímetro com sensibilidade de 0,01 mm, sendo estabelecido um ponto marcador no corpo de prova, tomado como referência, evitando assim possíveis discrepâncias, na medição posterior aos ensaios de EPU.

#### *Preparação dos corpos de prova destinados à determinação da EPU por dilatométrica*

Parte dos corpos de prova foi cortada a partir dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M nas dimensões de  $0,7 \times 0,7 \times 5 \text{ cm}^3$  e secos em estufa à  $110^\circ\text{C}$  para eliminar alguma umidade absorvida.

Para corpos de prova confeccionados em laboratório, a sequência de preparação está detalhada no item 4.2.2.2, e para adaptar-se ao ensaio de dilatométrica, esses corpos de prova, antes da queima, foram cortados nas dimensões de  $0,7 \times 0,7 \times 5 \text{ cm}^3$  e após queima, os corpos de prova foram mantidos na mufla para que resfriassem naturalmente até atingirem aproximadamente  $70^\circ\text{C}$ , sendo em seguida acomodados em dessecador até o resfriamento total (temperatura ambiente).

Os corpos de prova destinados à dilatométrica, após ensaios de EPU, foram ensaiados em dilatômetro da marca BP Engenharia modelo RB12, com a velocidade de aquecimento de  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  até a temperatura de  $500^\circ\text{C}$ , seguido de resfriamento natural até temperatura ambiente. O resultado da expansão é a média de duas determinações para cada condição de ensaio, com 3 casas decimais e expresso em %.

#### **4.2.4. Ensaios para Determinação da Resistência Mecânica Antes e Após EPU**

A resistência mecânica dos corpos de prova, antes e após os ensaios de EPU e secagem ao ar por três horas, foi determinada através da tensão de ruptura à flexão utilizando o método dos três pontos e o método dos quatro pontos. A distância entre os apoios adotada foi de 9,0 cm e a velocidade de carregamento de 0,5 mm/m, para ambos os casos. A distância entre os pontos de carga do método dos quatro pontos (flexão simétrica) foi de 3,0 cm. Os resultados de tensão de ruptura à flexão são a média de 10 determinações, com desvio máximo de  $\pm 5\%$ ,

com aproximação de duas casas decimais e são expressos em MPa. Os ensaios de flexão foram realizados em máquina da marca Testometric Micro 350 modelo Goodbrand.

A tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos foi calculada utilizando a Equação 5.

$$\text{Trf} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (5)$$

Onde,

Trf= tensão de ruptura à flexão

P = carga obtida para ruptura do corpo de prova

L = distância entre os apoios

b = largura do corpo de prova

h = altura do corpo de prova

A tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos foi calculada utilizando a Equação 3, já mencionada.

$$\text{Trf} = \frac{PL}{bh^2} \quad (3)$$

Onde,

Trf= tensão de ruptura à flexão

P = carga obtida para ruptura do corpo de prova

L = distância entre os apoios

b = largura do corpo de prova

h = altura do corpo de prova

#### Preparação dos corpos de prova

Foram utilizados corpos de prova (15 x 2 x 1cm<sup>3</sup>), cuja preparação está descrita nos itens 4.2.2.1 e 4.2.2.2, após ensaios de EPU descritos no item 4.2.3.

#### 4.2.5. Ensaio de Caracterização Antes e Após EPU

A Figura 21 apresenta o fluxograma dos ensaios de caracterização realizados antes e após EPU.

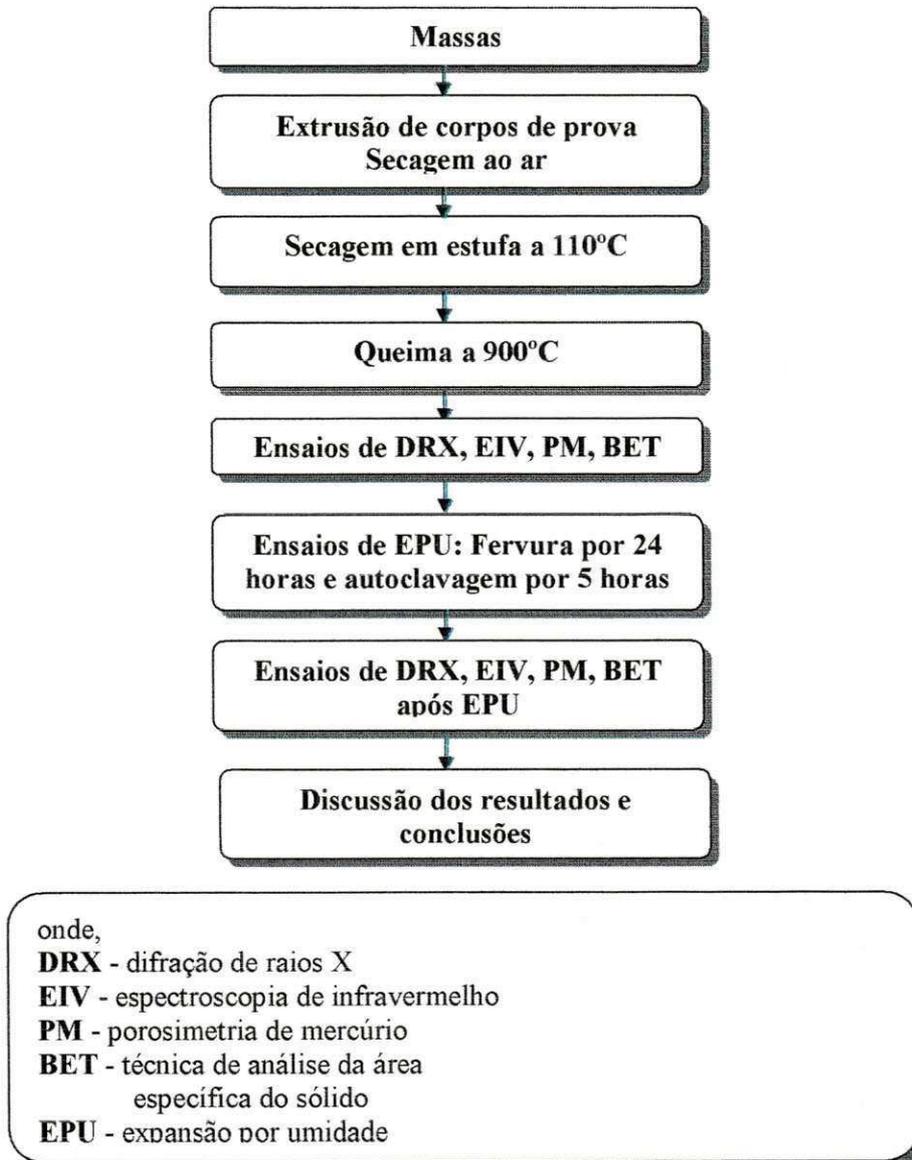


Figura 21. Fluxograma dos ensaios de caracterização realizados antes e após EPU

##### 4.2.5.1. Difração de Raios X

Com o objetivo de verificar o comportamento estrutural das amostras antes e após EPU foi realizado o ensaio de DRX.

A DRX foi realizada a 40 mA e 30 kV em difratômetro Rigaku Denki, operando com a radiação K-alfa de cobre e filtro de níquel, com varredura a  $2^\circ$  2 $\theta$ /minuto entre 3 e 80 $^\circ$ .

As amostras utilizadas para realização do ensaio são de corpos de prova confeccionados em laboratório. A sequência utilizada para preparação dos corpos de prova foi a mesma descrita no item 4.2.2.2., utilizando-se os corpos cerâmicos queimados a 900 $^\circ$ C, antes e após serem submetidos à ensaios de fervura por 24 horas e autoclavagem por 5 horas, que foram triturados e passados em peneira ABNT n.º 200 (0,074 mm).

#### **4.2.5.2. Espectroscopia de Infravermelho**

Com o objetivo de tentar esclarecer os mecanismos de EPU utilizou-se a espectrometria de infravermelho segundo métodos contidos nas referências (Ferreira, 1972, Silverstein, Bassler e Morrill, 1979 e Garton, 1992), em amostras de corpos de prova antes e após ensaios de EPU.

As amostras selecionadas para realização deste ensaio receberam o mesmo tratamento das utilizadas para o ensaio de DR-X (Item 4.2.5.1) e foram ensaiadas em espectrofotômetro da marca NICOLET. Os espectros foram obtidos através de 21 varreduras entre 400 e 4000  $\text{cm}^{-1}$ .

#### **4.2.5.3. Porosimetria de Mercúrio**

A técnica de porosimetria de mercúrio foi empregada para avaliar o tamanho médio de poros e a distribuição de tamanho de poros das amostras, antes e após EPU. O método de intrusão de mercúrio consiste em aplicar uma pressão para forçar a entrada do mercúrio no interior dos poros do corpo cerâmico, uma vez que o mercúrio não molha a maioria dos corpos cerâmicos. Quanto menor o tamanho dos poros, maior a pressão necessária para a penetração de mercúrio. O raio dos poros preenchidos para uma dada pressão é dado pela Equação de Washburn, Equação 6.

$$r = \frac{2 \gamma \cos \theta}{P} \quad (6)$$

Nesta Equação,  $r$  é o raio do poro,  $\gamma$  é a tensão superficial do mercúrio,  $P$  a pressão e  $\theta$  o ângulo de molhamento entre a cerâmica e o mercúrio que, para a maioria dos materiais é igual a 130 $^\circ$  (Reed, 1995).

As amostras utilizadas para realização do ensaio são de corpos de prova confeccionados em laboratório. A sequência utilizada para preparação dos corpos de prova foi a mesma descrita no item 4.2.2.2., utilizando-se os corpos cerâmicos queimados a 900°C, antes e após serem submetidos à ensaios de fervura por 24 horas e autoclavagem por 5 horas, sendo então triturados em dimensões adequadas ao ensaio.

Na análise utilizou-se o porosímetro de mercúrio MICROMETRICS – POROSIZER modelo 9320V2.07.

Os resultados de porosidade são dados com aproximação de duas casas decimais e são expressos em %.

#### **4.2.5.4. Área Específica do Sólido**

Com o objetivo de verificar a variação da área específica das amostras frente a EPU utilizou-se a metodologia de adsorção de nitrogênio (BET) nas amostras antes e após ensaios de EPU.

As medidas de área específica das amostras foram feitas através do método de adsorção física de gás, desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET). A técnica consiste em medir a quantidade de gás necessária para saturar a superfície da amostra. Uma amostra com a superfície limpa através de vácuo ou gás inerte, é exposta a variação de pressões parciais do gás a ser adsorvido, medindo-se assim, a quantidade de gás adsorvido na superfície versus a pressão parcial. Admitindo-se que cada molécula de gás ocupa uma área precisa, a área superficial específica da amostra testada é calculada através do comportamento de adsorção (German, 1996).

As amostras selecionadas para realização deste ensaio receberam o mesmo tratamento das utilizadas para o ensaio de porosimetria (Item 4.2.5.3).

Na análise utilizou-se o equipamento MICROMERITICS Gemini 2370 V5.00.

Os resultados de área superficial específica são dados com aproximação de duas casas decimais e são expressos em m<sup>2</sup>/g.

#### **4.2.6. Interdependência Entre as Variáveis Estudadas**

Com o objetivo de verificar a interdependência entre as variáveis estudadas, foram obtidas curvas de calibração para:

- os métodos de medição direta e dilatometria, utilizados na determinação da EPU;
- os métodos dos três pontos e quatro pontos, utilizados na determinação da resistência mecânica.

A análise destas variáveis foram efetuadas no Microsoft Excel 97, através do método dos mínimos quadrados.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Ensaio de Caracterização

#### 5.1.1 Caracterização Mineralógica

##### Análise química

Os resultados da análise química (AQ) das massas estudadas encontram-se na Tabela I.

Tabela I. Composição química das massas estudadas

Determinações	Teores (% peso)		
	B	E	M
SiO <sub>2</sub> (Óxido de silício)	48,91	54,79	55,76
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Óxido de alumínio)	25,72	22,18	20,92
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Óxido de ferro)	9,58	7,82	6,23
CaO (Óxido de cálcio)	1,40	1,68	Traços
MgO (Óxido de magnésio)	0,89	1,20	Traços
Na <sub>2</sub> O (Óxido de sódio)	1,00	1,35	1,86
K <sub>2</sub> O (Óxido de potássio)	0,97	1,27	1,57
RI (Resíduo insolúvel)	1,27	2,32	5,26
Pr (Perda ao rubro)	9,45	7,28	7,92

A amostra B apresenta teores de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 48,91% e de 25,72%, respectivamente, podendo ser classificada como uma amostra sílico-aluminosa. Apresenta teor de ferro de aproximadamente 9,58%, característico das amostras utilizadas para cerâmica vermelha. O teor de fundentes (Na<sub>2</sub>O e K<sub>2</sub>O) soma 1,97%, teor também considerado típico destes materiais.

A amostra E apresenta teores de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 54,79% e de 22,18%, respectivamente, podendo ser classificada como uma amostra sílico-aluminosa. Apresenta teor de ferro de aproximadamente 7,82%, característico das amostras utilizadas para cerâmica

vermelha. O teor de fundentes ( $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ ) soma 2,62%, teor também considerado típico destes materiais.

A amostra M apresenta teores de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 55,76% e de 20,92%, respectivamente, podendo ser classificada como uma amostra sílico-aluminosa. Apresenta teor de ferro de aproximadamente 6,23%, característico das amostras utilizadas para cerâmica vermelha. O teor de fundentes ( $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ ) soma 3,43%, teor também considerado típico destes materiais.

Com base na análise química, onde os elementos são todos considerados na forma de óxidos, é possível fazer um cálculo aproximado da composição mineralógica da argila e teremos o que se chama análise racional calculada. Para esse cálculo, foram utilizadas as relações obtidas por Ries (1928) (in Souza Santos, 1992). Os resultados da análise racional das massas estudadas encontram-se na Tabela II.

**Tabela II.** Análise racional

<b>Amostras</b>	<b>Substância argilosa (%)</b>	<b>Feldspato (%)</b>	<b>Quartzo (%)</b>
<b>B</b>	71,09	14,19	14,72
<b>E</b>	60,66	18,92	20,42
<b>M</b>	54,75	25,01	20,24

Alguns estudos (Holsher, 1931 e Thiemecke, 1941) afirmam que as variações de dimensões devido a EPU são bem mais acentuadas em corpos cerâmicos contendo feldspato do que em corpos constituídos apenas de argila, devido a uma maior formação de fase vítrea durante a queima destes corpos. Analisando a Tabela II, observa-se que a amostra M apresentou uma maior quantidade de feldspato. Portanto, de acordo com os estudos de Holsher (1931) e Thiemecke (1941), é de se esperar que a amostra M apresente valores de EPU maiores do que os apresentados para as amostras B e E.

A fim de analisar as possíveis correlações entre a EPU e a composição química, a semelhança do observado por Young e Brownell (1959), foram calculadas as razões alumina/sílica ( $A/S$ ) e (óxidos de sódio + potássio)/alumina ( $(N+K)/A$ ). Os valores destas

razões estão expressos na Tabela III. Observa-se que as razões A/S e (N+K)/A variaram de 0,38 a 0,52 e de 0,08 a 0,16 respectivamente.

**Tabela III.** Razões alumina/sílica (A/S) e (óxido de sódio + óxido de potássio)/ alumina ((N+K)/A)

Amostras	A/S	(N+K)/A
<b>B</b>	0,52	0,08
<b>E</b>	0,40	0,12
<b>M</b>	0,38	0,16

### Análise por difração de raios X

Os difratogramas das amostras B, E e M são apresentados na Figura 22.

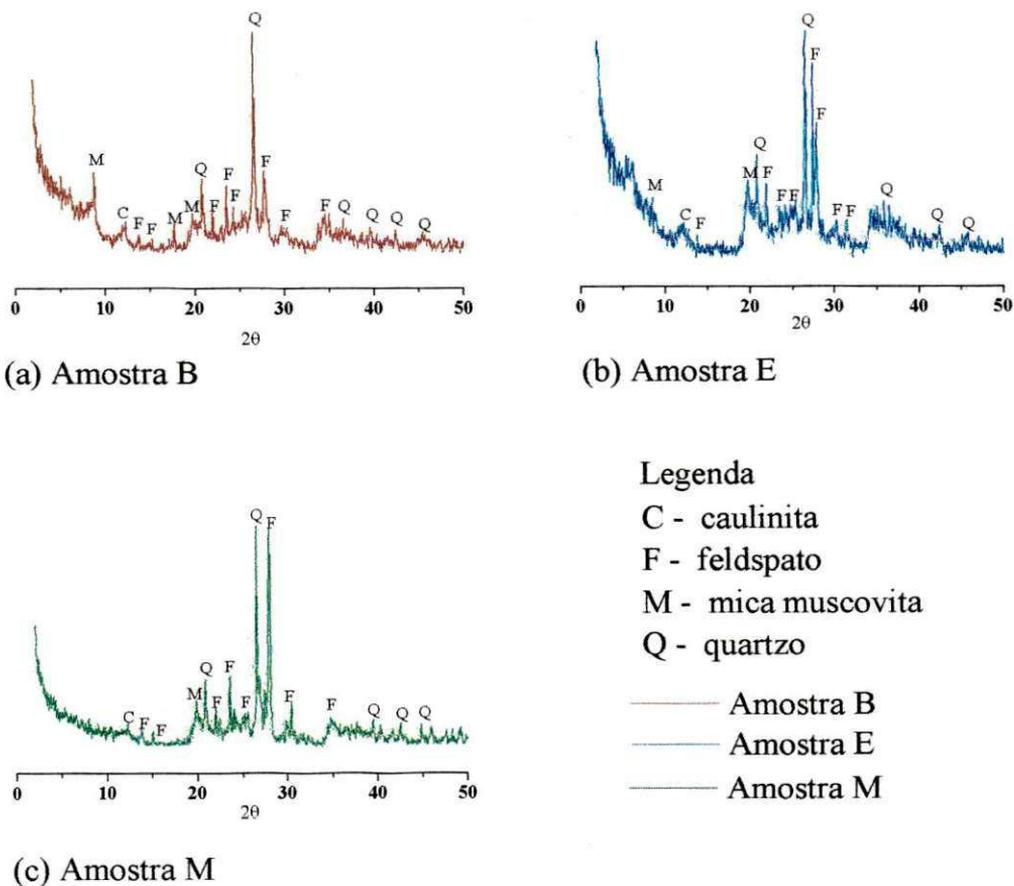


Figura 22. Difratogramas de raios X das amostras (a) B, (b) E e (c) M

A amostra B apresentou reflexões dos seguintes minerais: caulinita mal cristalizada (7,15Å), feldspato (6,31Å; 5,78Å; 4,04Å; 3,76Å; 3,65Å; 3,60Å; 3,21Å), mica muscovita (9,94Å; 4,98Å; 4,48Å) e quartzo (4,27Å; 3,34Å; 2,54Å; 2,32Å; 2,02Å; 1,73Å; 1,44Å).

A amostra E apresentou reflexões dos seguintes minerais: caulinita mal cristalizada (7,14 Å), feldspato (6,37Å; 4,04Å; 3,79Å; 3,65Å; 3,49Å; 3,24Å; 3,20Å; 2,94Å; 2,65Å), mica muscovita (10,40Å; 4,48Å) e quartzo (4,27Å; 3,34Å; 2,38Å; 2,04Å; 1,73Å).

A amostra M apresentou reflexões dos seguintes minerais: caulinita mal cristalizada (7,14Å), feldspato (6,37Å; 5,90Å; 4,04Å; 3,95Å; 3,77Å; 3,69Å; 3,54Å; 3,46Å; 2,99Å; 2,92Å), mica muscovita (4,46 Å) e quartzo (4,24Å; 3,34Å; 2,50Å; 2,04Å; 1,54Å).

### Análise térmica diferencial e termogravimétrica

As transformações que ocorrem com o aumento da temperatura, nas amostras B, E e M, são evidenciadas nas curvas de ATD e ATG da Figura 23.

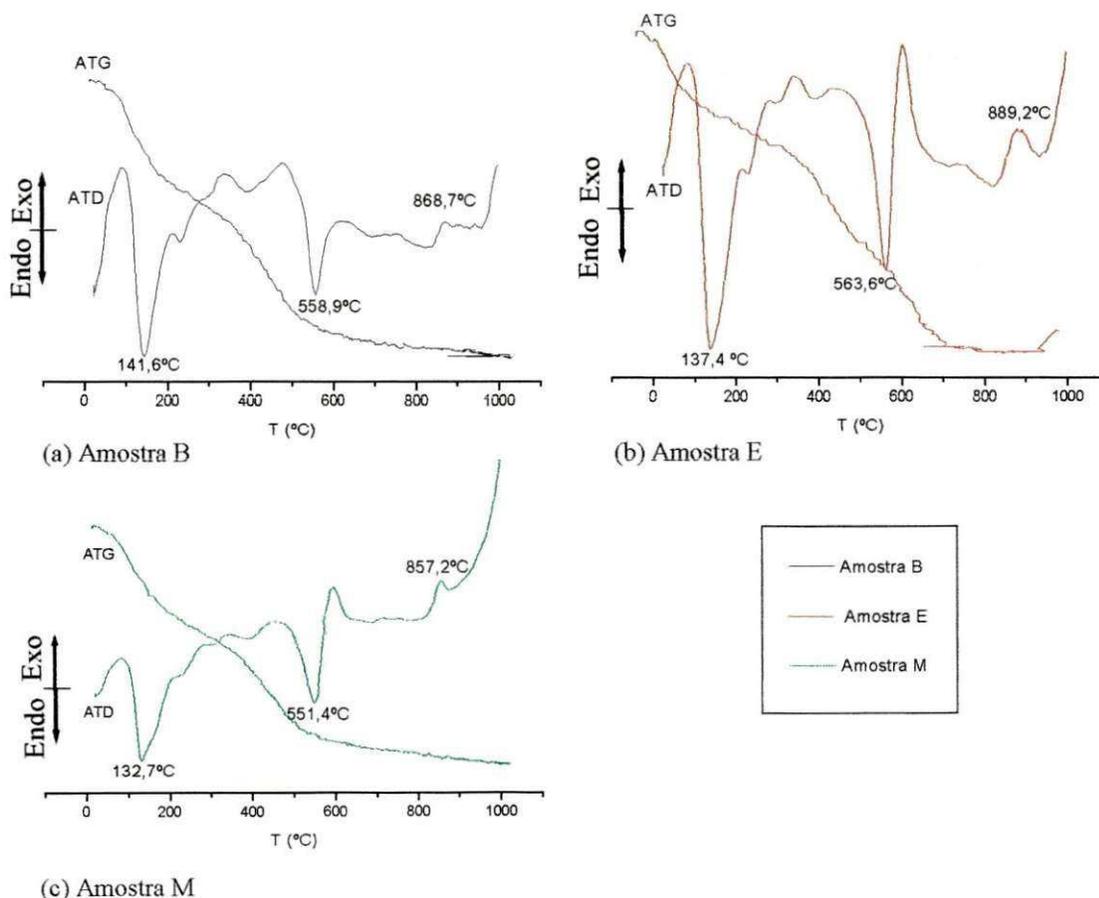


Figura 23. Análise térmica diferencial e termogravimétrica das amostras (a) B, (b) E e (c) M

A amostra B apresenta picos endotérmicos a 141,6°C de alta intensidade, característico da perda de água coordenada e adsorvida, a 393,6°C de baixa intensidade, característico da presença do hidróxido de alumínio, e a 558,9°C de média intensidade, característico da desidroxilação, acompanhado de uma perda de massa de aproximadamente 10%; entre 203°C e 300°C há uma banda exotérmica de alta intensidade, característica da pirólise e combustão de matéria orgânica e a 868,7°C observa-se um pico exotérmico de baixa intensidade, característico da nucleação da mulita.

A amostra E apresenta picos endotérmicos a 137,4°C de alta intensidade, característico da perda de água coordenada e adsorvida, a 563,6°C de média intensidade, característico da desidroxilação, acompanhado de uma perda de massa de aproximadamente 12,38%, e a 604,3°C de alta intensidade, característico da combustão de matéria orgânica na forma de grafite; entre 228°C e 529°C há uma banda exotérmica de média intensidade, característica da pirólise e combustão de matéria orgânica e a 889,2°C observa-se um pico exotérmico de baixa intensidade, característico da nucleação da mulita.

A amostra M apresenta picos endotérmicos a 132,7°C de alta intensidade, característico da perda de água coordenada e adsorvida, a 551,4°C de média intensidade, característico da desidroxilação, acompanhado de uma perda de massa de aproximadamente 8,9%, e a 592°C de pequena intensidade, característico da combustão de matéria orgânica na forma de grafite; entre 241°C e 509°C há uma banda exotérmica de média intensidade, característica da pirólise e combustão de matéria orgânica e a 857,2°C observa-se um pico exotérmico de baixa intensidade, característico da nucleação da mulita.

De acordo com as características das curvas de análise térmica analisadas, e com base nos dados da literatura (Souza Santos, 1992), é possível concluir que se trata de amostras de argilas quaternárias recentes, onde a caulinita mal cristalizada é o argilomineral predominante, apresentando também matéria orgânica.

### **5.1.2 Análise Granulométrica**

Os resultados obtidos através da análise granulométrica das amostras de argilas B, E e M, encontram-se na Tabela IV. Pode-se observar, mediante os valores obtidos para o percentual de material retido nas peneiras ABNT de números 16 (1,2mm), 30 (0,6mm), 50 (0,3mm), 100 (0,15mm), 200 (0,074mm) e 325 (0,044mm), que as amostras B e E

apresentaram um alto teor da fração argila + silte, que segundo a norma técnica NBR 7181 (1984), corresponde as faixas de tamanhos da fração argila (<0,005 mm) e silte (0,05 a 0,005 mm) e a amostra M apresentou um baixo teor desta fração.

**Tabela IV.** Resultados da análise granulométrica por peneiramento das argilas

Peneiras	Amostra B		Amostra E		Amostra M	
	% acumulado retido	% que passa da amostra total	% acumulado retido	% que passa da amostra total	% acumulado retido	% que passa da amostra total
Nº 16	0,11	99,89	0,20	99,80	2,48	97,52
Nº 30	0,92	98,97	2,97	97,03	16,99	83,01
Nº 50	2,84	97,16	9,72	90,28	33,43	66,57
Nº 100	6,38	93,62	14,48	85,52	38,75	61,25
Nº 200	12,79	87,21	16,51	83,49	45,05	54,95
Nº 325	17,67	82,33	17,51	82,49	50,21	49,79

### 5.1.3 Ensaio de Plasticidade

Os resultados da caracterização de plasticidade das argilas B, E e M estão apresentados na Tabela V.

Os resultados para o limite de liquidez apresentaram variação de 30,00% (amostra M) a 39,50% (amostra B). Para o limite de plasticidade, variaram de 17,01% (amostra B) a 25,18% (amostra E). Para o índice de plasticidade, variaram de 11,70% (amostra M) a 22,49% (amostra B). Após a análise destes resultados, segundo critérios utilizados em mecânica dos solos (Caputo, 1994), as amostras E e M podem ser classificadas como mediamente plásticas ( $7\% < IP < 15\%$ ) e a amostra B como altamente plástica ( $IP > 15\%$ ).

**Tabela V.** Características de plasticidade das argilas B, E e M

<b>Amostras</b>	<b>Limite de liquidez- LL (%)</b>	<b>Limite de plasticidade- LP (%)</b>	<b>Índice de plasticidade- IP (%)</b>
<b>B</b>	39,50	17,01	22,49
<b>E</b>	38,00	25,18	12,82
<b>M</b>	30,00	18,30	11,70

## 5.2. Ensaio Cerâmicos

### 5.2.1. Ensaio Cerâmicos com Amostras de Blocos Cerâmicos

A Tabela VI apresenta os resultados dos ensaios cerâmicos efetuados com as amostras de blocos cerâmicos industriais, determinando-se as características cerâmicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão determinada através dos métodos dos três pontos e quatro pontos. Para a absorção de água os valores variaram de 7,46 (amostra B) a 9,12% (amostra M), para a porosidade aparente os valores variaram de 15,07 (amostra B) a 17,94% (amostra M), para a massa específica aparente os valores variaram de 1,97 (amostra M) a 2,07 g/cm<sup>3</sup> (amostra E), para a tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos os valores variaram de 4,66 (amostra M) a 10,00 MPa (amostra B) e para a tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos os valores variaram de 3,44 (amostra M) a 8,23 MPa (amostra B).

**Tabela VI.** Ensaio cerâmicos das amostras dos blocos cerâmicos

<b>Amostras</b>	<b>B</b>	<b>E</b>	<b>M</b>
<b>Absorção de água (%)</b>	7,46 ± 0,36	8,54 ± 0,28	9,12 ± 0,39
<b>Porosidade aparente (%)</b>	15,07 ± 0,67	17,65 ± 0,53	17,94 ± 0,65
<b>Massa específica aparente (g/cm<sup>3</sup>)</b>	2,02 ± 0,01	2,07 ± 0,01	1,97 ± 0,02
<b>Tensão de ruptura à flexão – método dos três pontos (MPa)</b>	10,00 ± 0,62	7,26 ± 0,80	4,66 ± 1,07
<b>Tensão de ruptura à flexão – método dos quatro pontos (MPa)</b>	8,23 ± 0,10	6,35 ± 0,69	3,44 ± 0,18

Comparando os resultados das características cerâmicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos, apresentados na Tabela VI, com os de argilas industriais brasileiras incluídas na faixa de valores proposta por Souza Santos (1992), é possível enquadrar as amostras de blocos cerâmicos B e E no grupo de cerâmica vermelha, já que estas amostras satisfizeram a especificação com relação à absorção de água, que exige um valor inferior a 25,00%, com relação à porosidade aparente, que é de no máximo 35,00%, com relação à massa específica aparente, que é de no mínimo 1,70g/cm<sup>3</sup> e com relação à tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos que é de no mínimo 6,00 MPa. A amostra M atendeu as especificações exceto a de tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos.

Comparando os resultados da tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos (Tabela VI) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, com os valores-limites recomendados por Barzaghi e Salge (1948), que são de no mínimo: 1,96 MPa para blocos de alvenaria; 5,39 MPa para blocos furados e 6,37 MPa para telhas, pode-se observar que as amostras B e E apresentaram valores dentro do limite proposto para blocos furados, e a amostra M apresentou a tensão de ruptura à flexão abaixo do valor mínimo recomendado.

### **5.2.2 Ensaio Cerâmicos com Corpos de Prova Confeccionados em Laboratório**

A Tabela VII apresenta os resultados obtidos para os ensaios cerâmicos dos corpos de prova confeccionados em laboratório. Foram determinadas as características cerâmicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, retração linear de queima, perda ao rubro e de tensão de ruptura à flexão determinada através dos métodos dos três pontos e quatro pontos.

Os corpos de prova foram queimados nas temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, tal como já mencionado no capítulo de Materiais e Métodos. Todas as amostras estudadas apresentaram superqueima a 1100°C e, particularmente, a amostra E apresentou superqueima a 1000°C, estas amostras apresentaram deformações nas arestas e várias barrinhas grudaram umas às outras, ocorrendo também um comportamento descrito por Souza Santos (1992), o inchamento produzido por desprendimento de gases, deformando os corpos de prova e impedindo a determinação das suas características cerâmicas.

**Tabela VII.** Ensaio cerâmicos dos corpos de prova confeccionados em laboratório

Amostras		Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Retração linear de queima (%)	Perda ao rubro (%)	Tensão de ruptura à flexão – 3 pontos (MPa)	Tensão de ruptura à flexão – 4 pontos (MPa)
700°C	B	11,44 ± 0,31	22,91 ± 0,48	2,00 ± 0,01	-0,06 ± 0,01	4,09 ± 0,93	19,16 ± 0,70	17,89 ± 0,71
	E	12,29 ± 0,02	24,59 ± 0,04	2,00 ± 0,01	-0,36 ± 0,07	6,20 ± 0,19	25,57 ± 0,24	24,29 ± 0,62
	M	12,53 ± 0,68	23,25 ± 0,89	1,86 ± 0,04	-0,40 ± 0,08	3,90 ± 0,08	10,89 ± 0,13	7,62 ± 0,57
800°C	B	11,39 ± 0,10	22,54 ± 0,12	1,98 ± 0,01	-0,28 ± 0,01	6,77 ± 0,33	20,26 ± 0,23	19,29 ± 0,59
	E	10,73 ± 0,29	21,82 ± 0,49	2,03 ± 0,01	-0,48 ± 0,09	7,28 ± 0,20	31,34 ± 1,07	27,46 ± 0,59
	M	11,61 ± 0,26	22,82 ± 0,48	1,97 ± 0,00*	-0,56 ± 0,03	4,67 ± 0,11	11,83 ± 0,95	8,89 ± 0,70
900°C	B	9,79 ± 0,17	19,54 ± 0,38	1,99 ± 0,00*	-0,76 ± 0,04	5,95 ± 0,06	28,55 ± 0,36	22,67 ± 0,32
	E	6,96 ± 0,06	13,90 ± 0,01	1,99 ± 0,02	-1,03 ± 0,17	10,22 ± 0,66	35,46 ± 0,72	29,87 ± 0,14
	M	10,29 ± 0,35	20,23 ± 0,58	1,97 ± 0,01	-0,70 ± 0,21	5,46 ± 0,40	10,99 ± 0,44	9,39 ± 0,49
1000°C	B	7,29 ± 0,22	14,36 ± 0,13	1,97 ± 0,15	-1,59 ± 0,02	6,77 ± 0,03	25,09 ± 0,98	19,27 ± 0,54
	E				Superqueima			
	M	8,47 ± 0,68	16,75 ± 1,47	1,98 ± 0,01	-1,22 ± 0,44	5,46 ± 0,40	11,53 ± 0,32	9,16 ± 0,25
1100°C	B							
	E				Superqueima			
	M							

\* Valores de zero devido ao arredondamento

Os resultados dos ensaios cerâmicos realizados com os corpos de prova queimados a 700°C, apresentados na Tabela VII, são os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 11,44 (amostra B) a 12,53% (amostra M), para a porosidade aparente os valores variaram de 22,91 (amostra B) a 24,59% (amostra M), para massa específica aparente os valores variaram de 1,86 (amostra M) a 2,00 g/cm<sup>3</sup> (amostras B e E), para retração linear de queima os valores variaram de -0,40% (amostra M) a -0,06% (amostra B), para a perda ao rubro os valores variaram de 3,90 (amostra M) a 6,20% (amostra E), para tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos os valores variaram de 10,89 (amostra M) a 25,57 MPa (amostra E) e para tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos os valores variaram de 7,62 (amostra M) a 24,29 MPa (amostra E).

Os resultados dos ensaios cerâmicos realizados com os corpos de prova queimados a 800°C, apresentados na Tabela VII, são os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 10,73 (amostra E) a 11,61% (amostra M), para a porosidade aparente os valores variaram de 21,82 (amostra B) a 22,82% (amostra M), para massa específica aparente os valores variaram de 1,97 (amostra M) a 2,03 g/cm<sup>3</sup> (amostra E), para retração linear de queima os valores variaram de -0,56% (amostra M) a -0,28% (amostra B), para a perda ao rubro os valores variaram de 4,67 (amostra M) a 7,28% (amostra E), para tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos os valores variaram de 11,83 (amostra M) a 31,34 MPa (amostra E) e para tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos os valores variaram de 8,89 (amostra M) a 27,46 MPa (amostra E).

Os resultados dos ensaios cerâmicos realizados com os corpos de prova queimados a 900°C, apresentados na Tabela VII, são os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 6,96 (amostra E) a 10,29% (amostra M), para a porosidade aparente os valores variaram de 13,90 (amostra B) a 20,23% (amostra M), para massa específica aparente os valores variaram de 1,97 (amostra M) a 1,99 g/cm<sup>3</sup> (amostras B e E), para retração linear de queima os valores variaram de -1,03% (amostra E) a -0,70% (amostra M), para a perda ao rubro os valores variaram de 5,46 (amostra M) a 10,22% (amostra E), para tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos os valores variaram de 10,99 (amostra M) a 35,46 MPa (amostra E) e para tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos os valores variaram de 9,39 (amostra M) a 22,67 MPa (amostra E).

Os resultados dos ensaios cerâmicos realizados com os corpos de prova queimados a 1000°C, apresentados na Tabela VII, são os seguintes: os valores, obtidos para a amostra B, de

absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, retração linear de queima, perda ao rubro, tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos e tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos foram de 7,29%, 14,36%, 1,97 g/cm<sup>3</sup>, -1,59%, 6,77%, 25,09 MPa e 19,27 MPa respectivamente; os valores, obtidos para a amostra M, de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, retração linear de queima, perda ao rubro, tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos e tensão de ruptura à flexão pelo método dos quatro pontos foram de 8,47%, 16,75%, 1,98 g/cm<sup>3</sup>, -1,22%, 5,46%, 11,53 MPa e 9,16 MPa respectivamente.

Comparando os resultados das características cerâmicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão determinada através do método dos três pontos, dos corpos de prova queimados a 700, 800, 900 e 1000°C, com os de argilas industriais brasileiras incluídas na faixa de valores proposta por Souza Santos (1992), para corpos de prova queimados a 950°C, é possível enquadrar as três amostras de argilas estudadas no grupo de cerâmica vermelha, já que estas amostras satisfizeram a especificação com relação à absorção de água, que exige um valor inferior a 25,00%, com relação à porosidade aparente, que é de no máximo 35,00%, com relação à massa específica aparente, que é de no mínimo 1,70g/cm<sup>3</sup> e com relação à tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos que é de no mínimo 6,00 MPa.

Analisando os resultados obtidos para tensão de ruptura à flexão observa-se que com o método dos quatro pontos as amostras apresentaram valores menores do que os obtidos pelo método dos três pontos, confirmando estudos de Richerson (1992).

Comparando os resultados de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão pelos métodos dos três e quatro pontos, apresentados nas Tabelas VI e VII, respectivamente para blocos cerâmicos industriais e corpos de prova confeccionados em laboratório a partir da mesma massa, observa-se que os valores obtidos para os blocos cerâmicos para absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente são similares aos apresentados pelos corpos de prova queimados à 900°C. Já os valores de tensão de ruptura à flexão obtidos pelos métodos dos três e quatro pontos para os blocos cerâmicos comerciais, não se aproximam de nenhum dos valores encontrados para os corpos cerâmicos confeccionados em laboratório, traduzindo sempre uma resistência mecânica muito inferior, mesmo em relação aos corpos de prova queimados às temperaturas mais baixas. Para os corpos cerâmicos confeccionados em laboratório houve um controle rigoroso

na confecção dos corpos cerâmicos, existindo uma homogeneidade ao longo do comprimento do corpo de prova, ao contrário das amostras de blocos cerâmicos que são fabricados sem controle da umidade e granulometria adequadas para extrusão, dos ciclos de secagem e de queima, entre outros fatores que influenciam a qualidade do produto final, resultando em corpos cerâmicos com elevado número de trincas e defeitos visíveis.

### **5.3. Ensaio de EPU**

A EPU dos blocos cerâmicos como também dos corpos cerâmicos confeccionados em laboratório foi determinada através da utilização de paquímetro (medição direta) e dilatômetro, tal como já mencionado no capítulo de Materiais e Métodos. Assim, inicialmente será feita a exposição dos dados obtidos por cada método e em seguida uma análise comparativa de todos os dados.

#### **Resultados da EPU dos blocos cerâmicos**

A Tabela VIII apresenta os resultados obtidos, através da medição direta, para a EPU (%) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, após ensaios de EPU nas condições especificadas.

Os valores de EPU (%) para as amostras de blocos cerâmicos obtidos através da medição direta variaram de 0,01% (I30-imersão 30 dias) a 0,10% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, 0,01% (I30 e I60-imersão 30 e 60 dias) a 0,09% (A4 e A5-autoclave 4 e 5 horas) para a amostra E e 0,01% (I30-imersão 30 dias) a 0,08% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M.

Comparando os resultados de EPU contidos na Tabela VIII, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os dados das amostras B, E e M, submetidas a ensaios de autoclave por 2, 4 e 5h apresentaram valores de EPU superiores a este limite.

Com base na Tabela VIII verifica-se que a utilização do paquímetro gera valores com elevados desvios padrão, com ordens de grandeza que chegam a igualar-se aos valores médios determinados. Observa-se também a presença de valores de desvio padrão iguais a zero, o que parece uma incoerência. Quer os desvios elevados, quer os nulos, podem ser explicados pelo

fato da resolução do paquímetro utilizado ser de apenas 0,01mm, que aparentemente é pequena para a medição das expansões verificadas, tornando as medições insensíveis às variações devidas a umidade, gerando valores de zero para os desvios, ou demasiado dependentes do arranjo experimental utilizado para medição, gerando valores elevados para os desvios, conforme foi sugerido por Menezes (2001).

**Tabela VIII.** EPU (%) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, determinadas por medição direta, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Condições de ensaio	Expansão por umidade (%)		
	Medição direta		
	B	E	M
I30-imersão 30 dias	0,01 ± 0,00*	0,01 ± 0,00*	0,01 ± 0,00*
I60-imersão 60 dias	0,02 ± 0,00*	0,01 ± 0,01	0,02 ± 0,00*
I90-imersão 90 dias	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,01	0,01 ± 0,00*
F8-fervura 8 horas	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,00*	0,01 ± 0,00*
F10-fervura 10 horas	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*
F24-fervura 24 horas	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,02	0,03 ± 0,01
A2-autoclave 2 horas	0,05 ± 0,01	0,05 ± 0,01	0,04 ± 0,01
A4-autoclave 4 horas	0,07 ± 0,02	0,09 ± 0,01	0,05 ± 0,02
A5-autoclave 5 horas	0,10 ± 0,02	0,09 ± 0,02	0,08 ± 0,02

\* Valores de zero devido ao arredondamento

Nos ensaios de dilatometria foram obtidas curvas dilatométricas das amostras, com o acompanhamento do aquecimento e do resfriamento, sendo a EPU calculada pela diferença de dimensão das amostras na temperatura de início de ensaio. A Figura 24 apresenta uma curva típica das amostras ensaiadas por dilatometria.

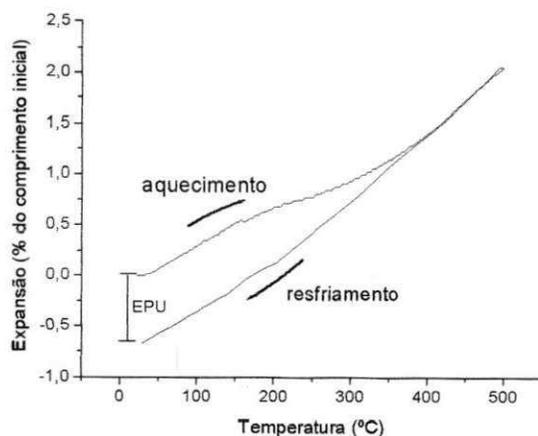


Figura 24. Curva típica de peças que sofreram expansão por umidade

A Tabela IX apresenta os resultados obtidos por dilatometria para a EPU (%) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, após ensaios nas condições especificadas.

**Tabela IX.** EPU (%) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, determinadas por dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Condições de ensaio	Expansão por umidade (%)		
	Dilatometria		
	B	E	M
<b>I30-imersão 30 dias</b>	0,014	0,006	0,010
<b>I60-imersão 60 dias</b>	0,035	0,011	0,019
<b>I90-imersão 60 dias</b>	0,036	0,011	0,024
<b>F8-fervura 8 horas</b>	0,040	0,014	0,035
<b>F10-fervura 10 horas</b>	0,051	0,020	0,039
<b>F24-fervura 24 horas</b>	0,054	0,037	0,057
<b>A2-autoclave 2 horas</b>	0,093	0,100	0,070
<b>A4-autoclave 4 horas</b>	0,097	0,117	0,080
<b>A5-autoclave 5 horas</b>	0,119	0,120	0,085

Os valores de EPU (%) para as amostras de blocos cerâmicos, obtidos por dilatometria, variam de 0,014% (I30-imersão 30 dias) a 0,119% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,006% (I30-imersão 30 dias) a 0,120% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,010% (I30-imersão 30 dias) a 0,085% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M.

Comparando os resultados de EPU contidos na Tabela IX, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os valores de EPU determinados por dilatométrica das amostras B, E e M submetidas a ensaios de fervura por 24 h, autoclave por 2h, 4h e 5h, das amostras B e M submetidas a ensaios fervura 8h e 10h e da amostra B submetida a ensaios de imersão por 60 e 90 dias, são superiores ao limite proposto.

Analisando os valores de EPU da Tabela IX, determinados por dilatométrica dos corpos de prova ensaiados por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas, observa-se que os resultados de fervura 24 horas chegam a ser 2 a 3 vezes menores do que os de autoclave. Com base nestes resultados, é possível observar a importância dos diversos parâmetros na EPU e a forma como esta é determinada.

Os valores obtidos por Smith (1955) para a EPU de blocos cerâmicos submetidos a intempéries no período de 1 a 1000 dias variaram de 0% a 0,070%; comparando com os valores mostrados nas Tabelas VIII e IX, observa-se que estes ultrapassaram a faixa obtida por Smith (1955) apenas quando as amostras foram submetidas às condições mais severas de ensaio, como autoclave 2 horas (dados de dilatométrica), autoclave 4 e 5 horas (dados de dilatométrica e medição direta). Pode-se notar que os valores medidos nestas condições são consideravelmente maiores que os obtidos após simples exposição a umidade, reforçando o que é descrito por Chiari, Oliveira, Monteiro, Forjaz e Boschi (1996a) que afirmam que as diferenças observadas provavelmente se devem ao fato de que nas condições mais severas de ensaios ocorrem várias reações que em condições normais de utilização, mesmo para períodos de tempo extremamente longos, jamais ocorreriam, sendo este um dos principais argumentos utilizados contra o método de ensaio em autoclave.

A apresentação dos resultados das Tabelas VIII e IX na forma de gráficos permite uma melhor avaliação das influências das condições de ensaio sobre a EPU e dos métodos de medida utilizados para determiná-la. Na Figura 25, a EPU determinada por medição direta e da dilatométrica é mostrada em função das condições de ensaio. Verifica-se que a EPU não é uma característica de valores fixos, mas pode alterar-se de acordo com as condições as quais a peça é submetida.

Observa-se que os valores obtidos para EPU por medição direta são menores do que os obtidos pela dilatométrica, e esta diferença torna-se maior com o aumento da severidade dos ensaios. No caso dos ensaios de imersão, os valores de EPU obtidos por dilatométrica são

similares aos obtidos por medição direta. Estes resultados conduzem a uma conclusão prévia que provavelmente ocorre uma lixiviação da superfície dos corpos de prova ensaiados. Este comportamento ocorre principalmente nos ensaios de fervura e autoclavagem, que submetem os corpos cerâmicos às correntes de convecção pela água, e como na medição direta, o valor da EPU é referido ao comprimento inicial da peça, antes do ensaio, o valor da EPU será alterado e conseqüentemente menor do que o da dilatométrica, que é referido ao comprimento final da peça, após o ensaio de EPU. Este fato é reforçado pelos estudos de Menezes (2001) afirmando que a lixiviação foi comprovadamente observada em alguns corpos de prova de algumas amostras submetidas aos ensaios de fervura, devido às correntes de convecção da água, mascarando os dados de EPU e, em alguns casos, impossibilitando a determinação de valores confiáveis de EPU.

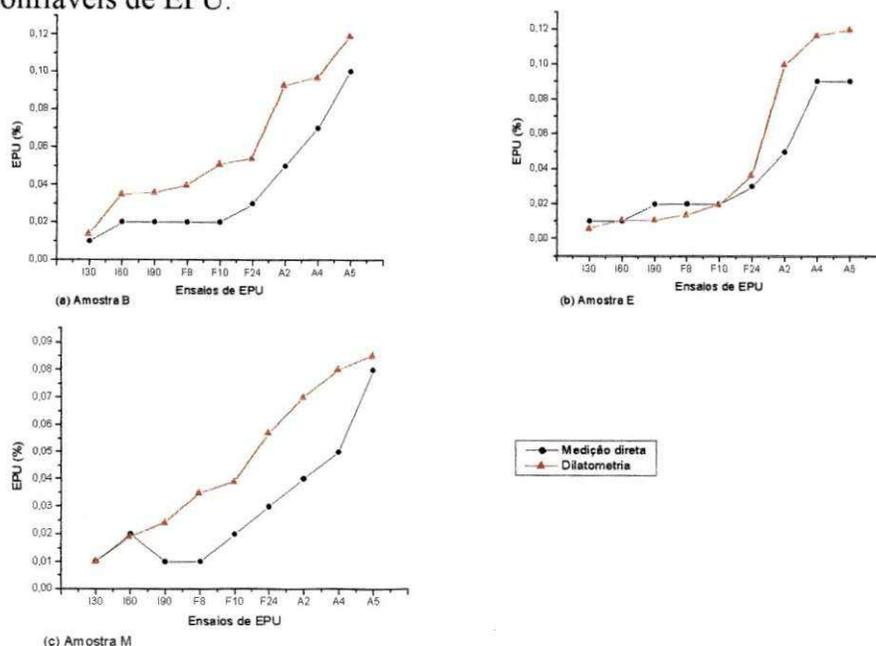


Figura 25. EPUs das amostras de blocos cerâmicos B (a), E (b) e M (c), determinadas por medição direta e dilatométrica, após ensaios de EPU nas condições especificadas

### Resultados de EPU dos corpos de prova confeccionados em laboratório

A Tabela X apresenta os resultados obtidos por medição direta para a EPU (%) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, queimados às temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, após ensaios de EPU nas condições especificadas.

**Tabela X.** EPU (%) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinada por medição direta, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Amostras		I30-imersão 30 dias	I60-imersão 60 dias	I90-imersão 90 dias	F8-fervura 8 horas	F10-fervura 10 horas	F24-fervura 24 horas	A2- autoclave 2 horas	A4- autoclave 4 horas	A5- autoclave 5 horas
700°C	B	0,01 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,01 ± 0,00*	0,02 ± 0,02	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,04 ± 0,01	0,05 ± 0,02
	E	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,02	0,07 ± 0,01	0,14 ± 0,01	0,18 ± 0,03
	M	0,02 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,04 ± 0,00*	0,04 ± 0,02	0,04 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,12 ± 0,02
800°C	B	0,01 ± 0,00*	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,04 ± 0,01	0,04 ± 0,00*	0,04 ± 0,01	0,04 ± 0,01
	E	0,01 ± 0,00*	0,02 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,05 ± 0,00*	0,05 ± 0,01
	M	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,07 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,10 ± 0,02
900°C	B	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,03 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,06 ± 0,02	0,06 ± 0,01	0,07 ± 0,02
	E	0,02 ± 0,01	0,03 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,03 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,03 ± 0,00*	0,06 ± 0,01	0,08 ± 0,01	0,10 ± 0,01
	M	0,03 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,04 ± 0,00*	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,08 ± 0,01	0,08 ± 0,00*	0,08 ± 0,01	0,14 ± 0,01
1000°C	B	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,03 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,05 ± 0,00*	0,06 ± 0,00*	0,06 ± 0,02
	E	Superqueima								
	M	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,01	0,02 ± 0,00*	0,02 ± 0,00*	0,03 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,03 ± 0,02	0,06 ± 0,02	0,06 ± 0,01
1100°C	B	Superqueima								
	E									
	M									

\* Valores de zero devido ao arredondamento

Pode-se observar que os valores de EPU (%) determinados por medição direta e apresentados na Tabela X, com relação a temperatura de queima de 700°C, variaram de 0,01% (I30 e I90-imersão 30 e 90 dias) a 0,05% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,03% (todas as condições de imersão e fervura) a 0,18% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,02% (I30-imersão 30 dias) a 0,12% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. Com relação a temperatura de queima de 800°C, os valores variaram de 0,01% (I30-imersão 30 dias) a 0,04% (F24- fervura 24 horas, A2, A4 e A5-autoclave 2, 4 e 5 horas) para a amostra B, de 0,01% (I30-imersão 30 dias) a 0,05% (A4 e A5-autoclave 4 e 5 horas) para a amostra E e de 0,02% (todas condições de imersão) a 0,10% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. Com relação a temperatura de queima de 900°C, os valores variaram de 0,02% (I30 e I60-imersão 30 e 60 dias) a 0,07% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,02% (I30-imersão 30 dias) a 0,10% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,03% (I30-imersão 30 dias) a 0,14% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. A 1000°C os valores variaram de 0,02% (todas as condições de imersão e F8-fervura 8 horas) a 0,06% (A4 e A5-autoclave 4 e 5 horas) para as amostras B e M.

Comparando os resultados de EPU da Tabela X, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os valores de EPU determinados por medição direta das amostras B, E e M submetidas a ensaios de imersão, foram superiores a este limite apenas para a amostra M queimada a 700°C, submetida a imersão por 90 dias, e para esta amostra queimada a 900°C, submetida a imersão 60 e 90 dias. No caso dos ensaios de fervura os valores foram superiores a este limite para a amostra M queimada a 700°C e 900°C, para a amostra B queimada a 800°C submetida a fervura 24h e para a amostra E queimada a 900°C e submetida por fervura 10h. Nos ensaios de autoclavagem apenas a amostra B, queimada a 700°C, e a amostra M, queimada a 1000°C, submetida a autoclavagem por 2 horas, apresentaram valores dentro do limite especificado.

A Tabela XI apresenta os resultados, obtidos por dilatometria, para a EPU (%) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, queimados às temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, após ensaios de EPU nas condições especificadas.

**Tabela XI.** EPU (%) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas através da dilatométrica, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Amostras		I30- imersão 30 dias	I60- imersão 60 dias	I90- imersão 90 dias	F8- fervura 8 horas	F10- fervura 10 horas	F24- fervura 24 horas	A2- autoclave 2 horas	A4- autoclave 4 horas	A5- autoclave 5 horas
700°C	B	0,003	0,008	0,011	0,019	0,020	0,041	0,098	0,132	0,169
	E	0,003	0,003	0,012	0,024	0,028	0,056	0,163	0,234	0,294
	M	0,005	0,007	0,009	0,057	0,061	0,090	0,120	0,242	0,362
800°C	B	0,001	0,004	0,008	0,012	0,016	0,036	0,049	0,069	0,089
	E	0,002	0,006	0,004	0,018	0,020	0,036	0,100	0,107	0,110
	M	0,001	0,003	0,005	0,028	0,030	0,045	0,078	0,096	0,114
900°C	B	0,053	0,058	0,062	0,069	0,077	0,075	0,092	0,078	0,098
	E	0,061	0,056	0,064	0,075	0,079	0,100	0,090	0,114	0,135
	M	0,060	0,067	0,084	0,093	0,090	0,101	0,114	0,106	0,121
1000°C	B	0,012	0,011	0,016	0,014	0,018	0,017	0,039	0,044	0,057
	E	0,010	0,005	0,014	0,013	0,011	0,012	0,040	0,053	0,057
	M	0,012	0,010	0,014	0,016	0,018	0,021	0,043	0,056	0,064
1100°C	B	0,001	0,003	0,005	0,006	0,008	0,005	0,012	0,017	0,019
	E	0,002	0,002	0,005	0,007	0,007	0,008	0,014	0,014	0,024
	M	0,006	0,005	0,007	0,008	0,006	0,007	0,010	0,015	0,018

Pode-se observar que os valores de EPU (%) determinados por dilatométrica e apresentados na Tabela XI, com relação a temperatura de queima de 700°C, variaram de 0,003% (I30-imersão 30 dias) a 0,169% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,003% (I30 e I60-imersão 30 e 60 dias) a 0,294% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,005% (I30-imersão 30 dias) a 0,362% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. Com relação a temperatura de queima de 800°C, os valores variaram de 0,001% (I30-imersão 30 dias) a 0,089% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,002% (I30-imersão 30 dias) a 0,110% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,001% (I30-imersão 30 dias) a 0,114% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. Com relação a temperatura de queima de 900°C, os valores variaram de 0,053% (I30-imersão 30 dias) a 0,098% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,056% (I60-imersão 60 dias) a 0,135% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,060% (I30-imersão 30 dias) a 0,121% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. Com relação a temperatura de queima de 1000°C, os valores variaram de 0,011% (I60-imersão 60 dias) a 0,057% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,005% (I60-imersão 60 dias) a 0,057% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,010% (I60-imersão 60 dias) a 0,064% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M. Com relação a temperatura de queima de 1100°C, os valores variaram de 0,001% (I30-imersão 30 dias) a 0,019% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra B, de 0,002% (I30 e I60-imersão 30 e 60 dias) a 0,024% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra E e de 0,005% (I60-imersão 60 dias) a 0,018% (A5-autoclave 5 horas) para a amostra M.

Comparando os resultados de EPU da Tabela XI, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os valores de EPU determinados por dilatométrica das amostras B, E e M submetidas a ensaios de imersão foram superiores a este limite apenas para as amostras queimadas a 900°C. No caso dos ensaios de fervura as amostras apresentaram valores superiores a 0,03% quando queimadas a 900°C, quando queimadas a 700°C e submetidas a ensaio de fervura por 24h, e particularmente, a amostra M queimada a 700°C e submetida a ensaios de fervura por 8h e 10h. No tratamento em autoclave as amostras apresentaram valores abaixo deste limite apenas quando queimadas a 1100°C.

Comparando os dados de dilatométrica, apresentados nas Tabelas IX e XI, respectivamente para blocos cerâmicos industriais e corpos de prova confeccionados em laboratório a partir da mesma massa, observa-se que os valores da EPU dos blocos cerâmicos

da amostra B são na maioria similares aos obtidos para corpos de prova da amostra B queimados a 900°C; os blocos cerâmicos da amostra E apresentam a maioria do valores similares aos dos corpos de prova da amostra E queimados a 800°C; e os blocos cerâmicos da amostra M apresentam a maioria do valores similares aos dos corpos de prova da amostra M queimados na faixa de 700 a 800°C. Para os corpos cerâmicos confeccionados em laboratório, houve um controle rigoroso na preparação dos corpos cerâmicos, existindo uma homogeneidade ao longo do comprimento do corpo de prova, ao contrário das amostras de blocos cerâmicos que não possuíam controle da umidade e granulometria adequadas para extrusão, dos ciclos de secagem e de queima, entre outros fatores que influenciam a qualidade do produto final, resultando em corpos cerâmicos com elevado número de trincas e defeitos visíveis. Mesmo assim, os corpos de prova confeccionados em laboratório apresentaram valores de EPU acima dos recomendados pela norma AS 1226.5 (1984).

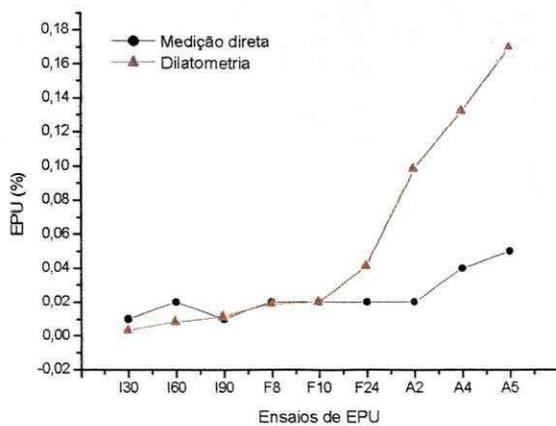
Na literatura existem várias relações entre a EPU dos corpos cerâmicos e composição química das suas matérias-primas, sendo muito conhecida as evidenciadas por Young e Brownell (1959), que indicam uma relação linear e crescente entre a EPU e a razão (óxido de sódio + óxido de potássio)/alumina e outra decrescente com relação a razão alumina/silica. No presente trabalho, foi pesquisada a relação entre a EPU e a composição química das amostras estudadas. Isolando alguns dados de EPU da Tabela XI, por exemplo, os dados referentes a temperatura de 900°C e aos ensaios de autoclave, comparando estes dados com as razões da Tabela III, observa-se que a amostra M, com relação às amostras B e E, apresentou maiores valores de EPU, razão alumina/silica menor e razão (óxido de sódio + óxido de potássio)/alumina maior, confirmando as pesquisas.

Em geral, a amostra M apresentou maiores valores de EPU, apresentando, na análise racional, um maior teor de feldspato (Tabela II) com relação às outras amostras e a amostra B apresentou menores valores de EPU e também um menor teor de feldspato com relação às amostras E e M, confirmando assim as pesquisas de Holsher (1931) e Thiemecke (1941), que afirmam que o aumento do teor de feldspato em corpos cerâmicos proporciona um aumento da EPU devido a uma maior proporção de fases vítreas após a queima.

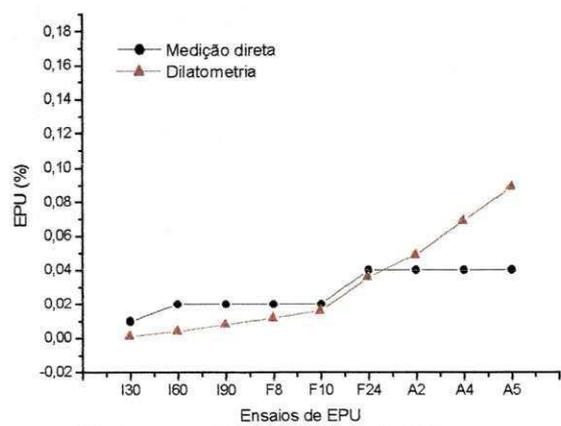
Pode ser observado mais claramente nas Figuras 26, 27 e 28, obtidas através das Tabelas X e XI que os resultados de EPU, no que se refere aos métodos de determinação, dos corpos de prova confeccionados no laboratório apresentaram comportamento similar ao dos obtidos para os blocos cerâmicos, já que os valores para EPU em condições mais severas,

como por exemplo, no ensaio de autoclavagem, através da medição direta apresentaram-se menores do que os obtidos pela dilatométrica.

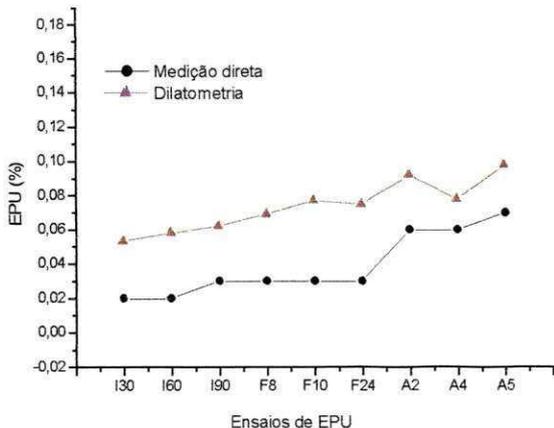
Comparativamente pode-se observar que o ensaio de dilatométrica possui grande vantagem sobre o do paquímetro (com resolução de 0,01mm), uma vez que a dilatométrica está livre da influência da lixiviação, o que permite que os dados sejam analisados mais claramente.



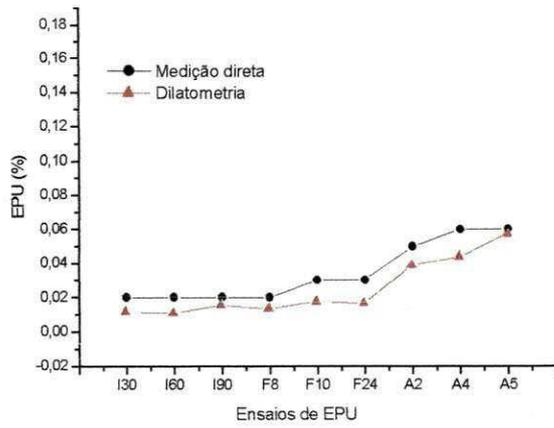
(a) Amostra B queimada a 700°C



(b) Amostra B queimada a 800°C



(c) Amostra B queimada a 900°C



(d) Amostra B queimada a 1000°C

Figura 26. EPU da amostra B queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas por medição direta e dilatométrica, após ensaios de EPU nas condições especificadas

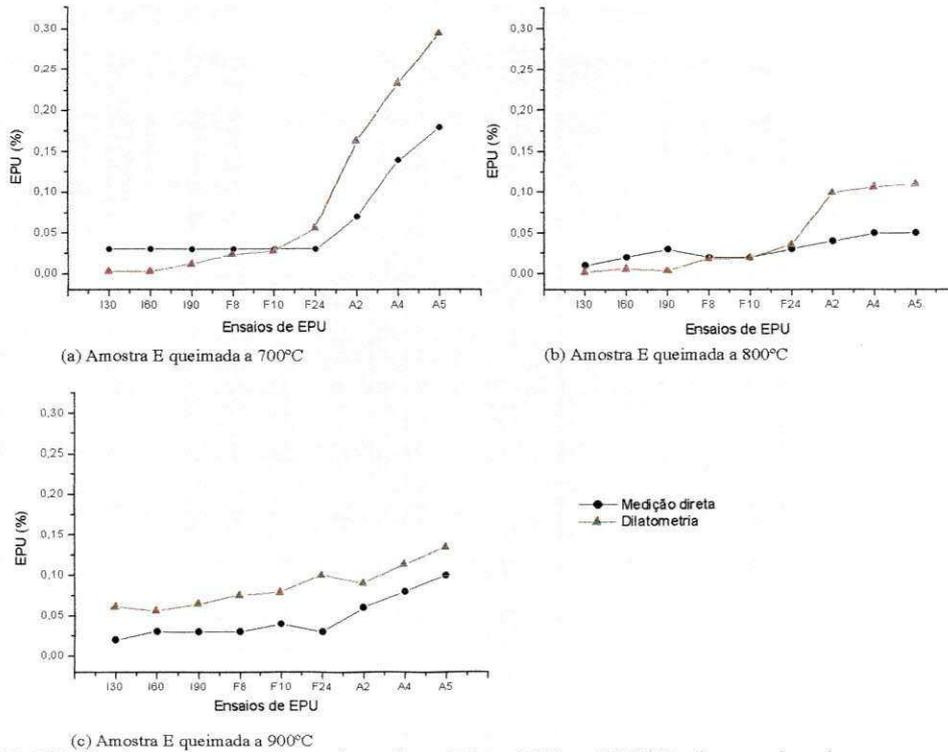


Figura 27. EPU's da amostra E queimada a 700, 800 e 900°C, determinadas por medição direta e dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas

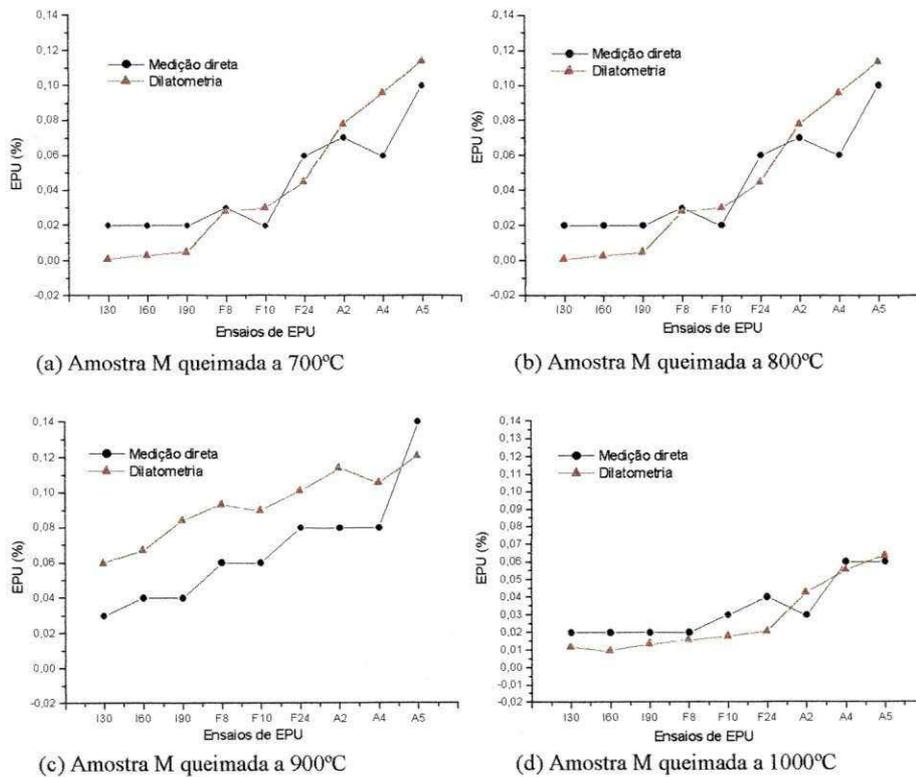


Figura 28. EPU's da amostra M queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas por medição direta e dilatometria, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Porém, o ensaio de dilatométrica pode ser influenciado pela presença do quartzo livre no material e pela temperatura de queima, já que pode haver expansões irreversíveis durante os ciclos de queima, em virtude da formação de microtrincas quando do descolamento das partículas de quartzo da matriz vítrea provocado pela inversão do quartzo. Essas expansões 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 descolamento, caso contrário haverá indicações da possibilidade da formação das microtrincas, havendo assim interferência (Bowman, 1996).

Praticamente todas as amostras apresentaram um “loop” nas suas curvas de dilatométrica, quando da passagem do aquecimento para o resfriamento, ilustrado na Figura 29, o que foi indicativo da possibilidade do descolamento do quartzo. Observou-se que a intensidade das “histereses” formadas foram mais elevadas para corpos de prova com menores valores de EPU, já para corpos de prova que apresentaram elevados valores de EPU este efeito foi mínimo, concluindo-se que possivelmente o efeito de histerese poderá ser camuflado em corpos de prova sujeitos a elevadas EPU. O comportamento de histerese pode ser observado na Figura 29, que ilustra curvas de dilatométrica para determinação da EPU da amostra B queimada a 700, 800, 900, 1000 e 1100°C e submetida aos ensaios de EPU por imersão 30 dias e autoclavagem 5 horas, ficando bem visível o comentário feito anteriormente: tomando como referência a amostra B queimada a 700°C, observa-se que o loop foi bem mais intenso

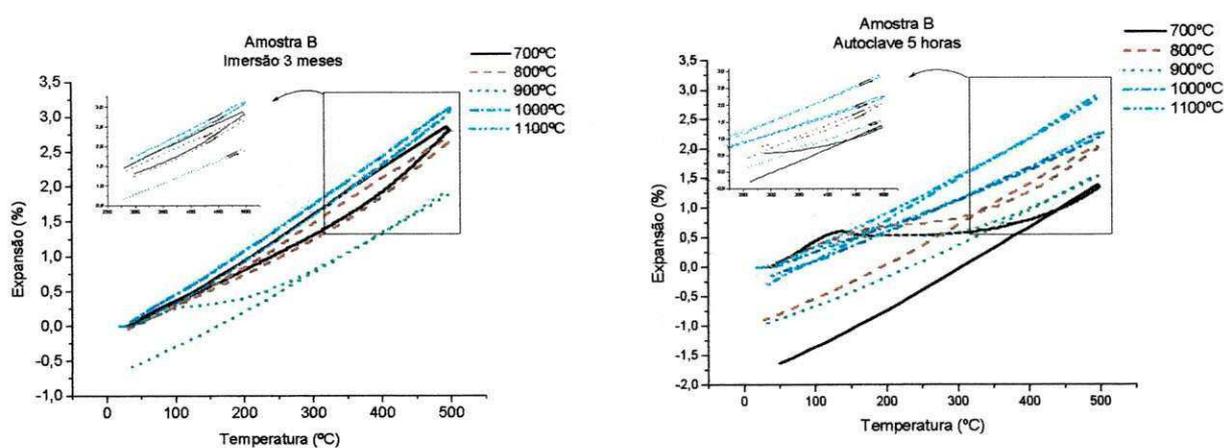


Figura 29. Curvas de dilatométrica para determinação da EPU da amostra B queimada a 700, 800, 900, 1000 e 1100°C e submetida aos ensaios de EPU por imersão 30 dias e autoclavagem 5 horas

no caso da amostra submetida ao ensaio de imersão e foi praticamente eliminado na amostra submetida ao ensaio em autoclave.

Buscando verificar a influência da temperatura de queima na EPU, foram plotados os gráficos das Figuras 30, 31, 32 e 33. Observa-se que as curvas obtidas para EPU determinada por dilatométrica apresentaram dados mais coerentes do que as curvas obtidas para a EPU determinada por medição direta, que apresentou uma maior dispersão dos dados. Isto fortalece ainda mais as vantagens da dilatométrica sobre a medição direta.

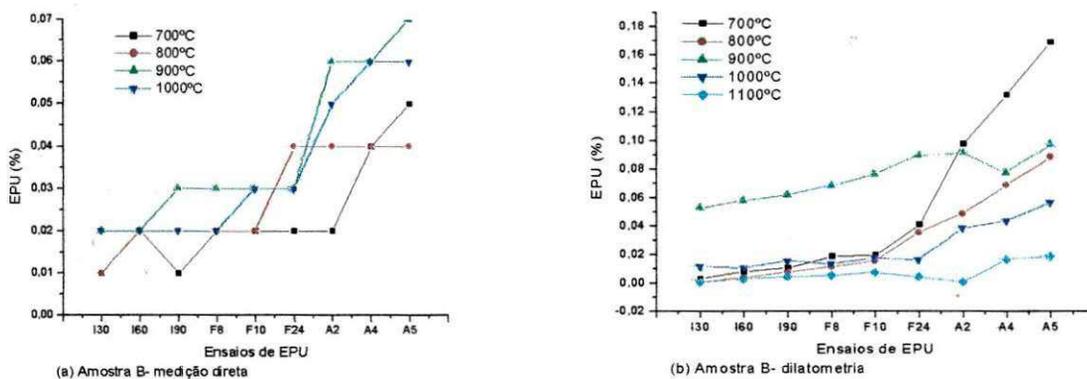


Figura 30. EPU da amostra B, determinadas por (a) medição direta e (b) dilatométrica, após ensaios de EPU por imersão 30, 60 e 90 dias, fervura 8,10 e 24 horas e autoclavagem 2, 4 e 5 horas

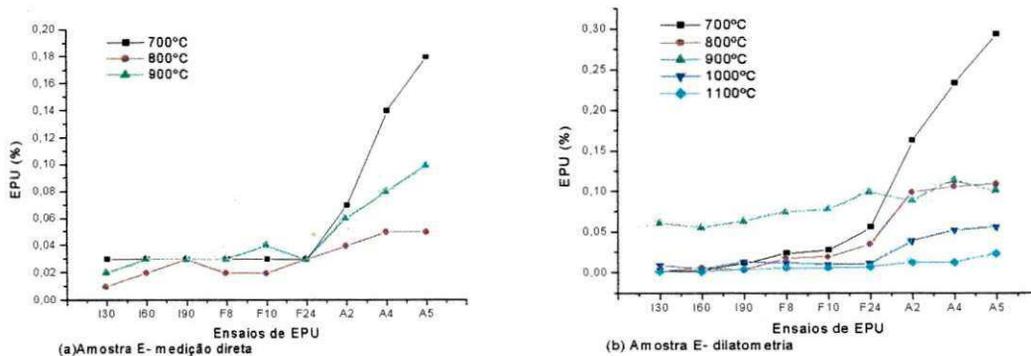
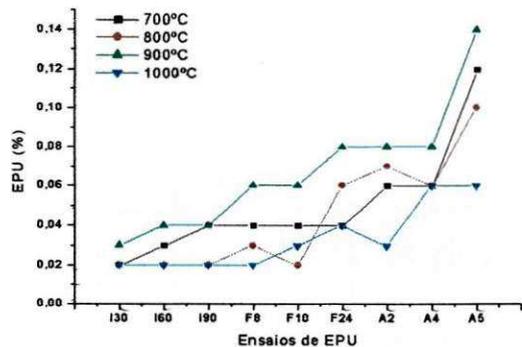
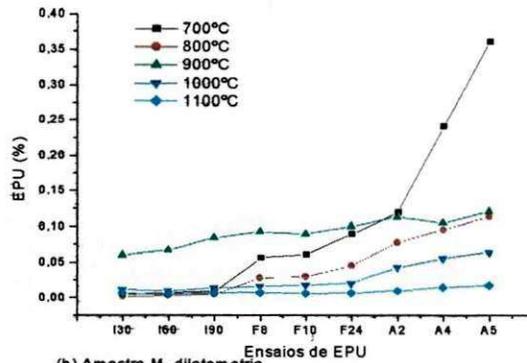


Figura 31. EPU da amostra E, determinadas por (a) medição direta e (b) dilatométrica, após ensaios de EPU por imersão 30, 60 e 90 dias, fervura 8,10 e 24 horas e autoclavagem 2, 4 e 5 horas

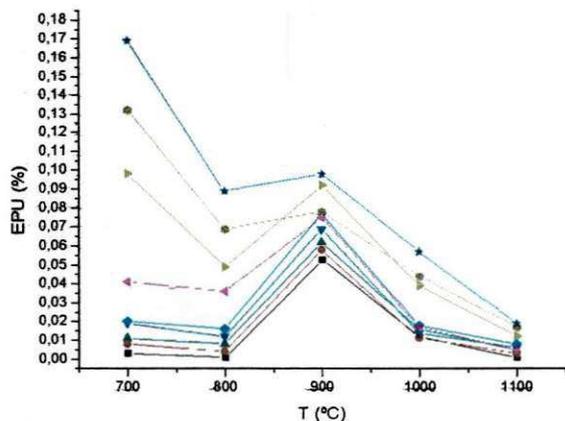


(a) Amostra M- medição direta

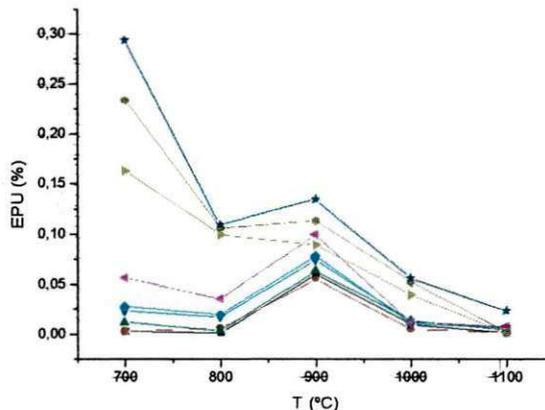


(b) Amostra M- dilatometria

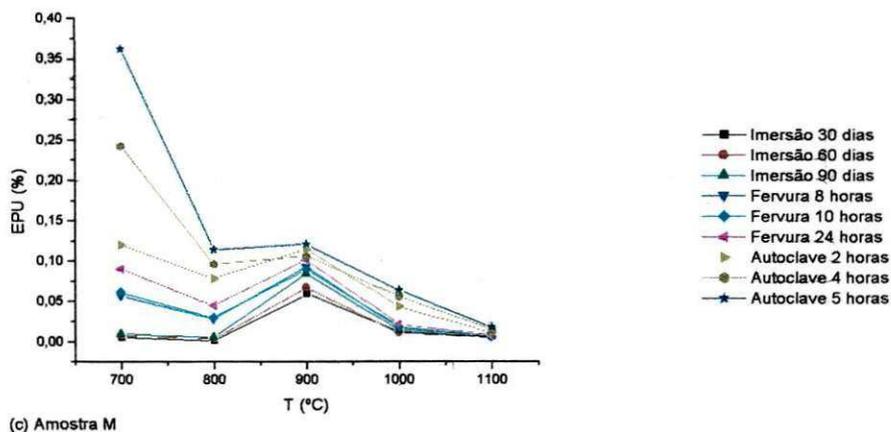
Figura 32. EPU da amostra M, determinadas por (a) medição direta e (b) dilatometria, após ensaios de EPU por imersão 30, 60 e 90 dias, fervura 8, 10 e 24 horas e autoclavagem 2, 4 e 5 horas



(a) Amostra B



(b) Amostra E



(c) Amostra M

Figura 33. EPU da (a) amostra B, (b) amostra E e (c) amostra M, determinadas por dilatometria, em função da temperatura de queima, após ensaios de EPU por imersão, fervura e autoclave

As curvas obtidas para as amostras B, E e M, submetidas ao ensaio de EPU por autoclavagem, Figura 33, apresentaram um comportamento bem semelhante ao descrito por Young e Brownell (1959) e Milne (1958): a EPU apresenta um máximo a 700°C, seguido de um mínimo a 800°C, voltando a aumentar até atingir outro máximo a 900°C. O mesmo comportamento não foi observado para as amostras quando submetidas aos ensaios de imersão e fervura, onde a EPU de corpos de prova queimados a 700 e 800°C apresentaram valores comparativamente menores, máximo a 900°C bem mais acentuado, voltando a diminuir com o aumento da temperatura.

Os ensaios de imersão em água e de fervura proporcionam uma baixa reatividade entre a água e as fases existentes nos corpos de prova queimados a 700 e 800°C, ao contrário dos ensaios em autoclave que são bem mais severos.

Observa-se também que, em todos os casos, a 900°C a EPU apresentou valores elevados, acima da norma prevista para blocos cerâmicos, concluindo-se que nesta temperatura ocorre a formação de uma fase altamente reativa e amorfa, confirmando trabalhos de Milne (1958) e Young e Brownell (1959). O fator preocupante é que a maioria das indústrias de cerâmica vermelha utilizam esta temperatura de queima, causando assim um sério risco às construções em alvenarias estruturais.

#### **5.4. Tensão de Ruptura à Flexão (Trf) Após a EPU**

##### **Resultados da Trf dos blocos cerâmicos após EPU**

A Tabela XII apresenta os resultados da tensão de ruptura à flexão (MPa) das amostras de blocos cerâmicos B, E e M, determinada através do método dos três pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.

Os valores de tensão de ruptura à flexão (MPa) obtidos através do método dos três pontos após EPU variam de 7,05 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 10,08 MPa (I30-imersão 30 dias) para a amostra B, de 5,12 MPa (A4-autoclave 4 horas) a 7,19 MPa (I60-imersão 60 dias) para a amostra E e de 3,72 MPa (F24- fervura 24 horas) a 4,64 MPa (I30-imersão 30 dias) para a amostra M.

**Tabela XII.** Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M, determinadas através do método dos três pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas

Condições de ensaio	Tensão de ruptura à flexão-Trf (MPa)		
	Método dos três pontos		
	B	E	M
<b>A- Anterior aos ensaios</b>	10,00 ± 0,62	7,26 ± 0,80	4,66 ± 1,07
<b>I30-imersão 30 dias</b>	10,08 ± 0,75	6,90 ± 0,36	4,64 ± 0,58
<b>I60-imersão 60 dias</b>	9,74 ± 0,32	7,19 ± 0,23	4,02 ± 0,14
<b>I90-imersão 90 dias</b>	9,99 ± 0,75	7,00 ± 0,46	4,49 ± 0,55
<b>F8-fervura 8 horas</b>	9,91 ± 0,63	7,06 ± 0,09	4,05 ± 0,23
<b>F10-fervura 10 horas</b>	9,86 ± 0,70	6,72 ± 0,49	3,88 ± 0,30
<b>F24-fervura 24 horas</b>	8,58 ± 0,16	6,57 ± 0,64	3,72 ± 0,04
<b>A2-autoclave 2 horas</b>	8,32 ± 0,56	6,48 ± 0,62	3,99 ± 0,25
<b>A4-autoclave 4 horas</b>	7,27 ± 0,88	5,12 ± 0,50	4,06 ± 0,37
<b>A5-autoclave 5 horas</b>	7,05 ± 0,22	5,15 ± 0,24	4,08 ± 0,59

Observa-se que os valores de tensão de ruptura à flexão (MPa) obtidos através do método dos três pontos, quando comparados antes e após EPU, apresentaram um decréscimo máximo de 29,50% para a amostra B em condições de autoclavagem 5 horas, de 29,47% para a amostra E em condições de autoclavagem 4 horas e de 20,17% para a amostra M em condições de fervura 24 horas.

A Tabela XIII apresenta os resultados da tensão de ruptura à flexão (MPa) dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M, determinada através do método dos quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas.

Os valores de tensão de ruptura à flexão (MPa) obtidos através do método dos quatro pontos após EPU variaram de 5,23 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 8,01 MPa (I30-imersão 30 dias) para a amostra B, de 4,42 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 6,19 MPa (I30-imersão 30 dias) para a amostra E e de 2,70 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 3,74 MPa (I30-imersão 30 dias) para a amostra M.

**Tabela XIII.** Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M, determinadas através do método dos quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas

Condições de ensaio	Tensão de ruptura à flexão-Trf (MPa)		
	Método dos quatro pontos		
	B	E	M
<b>A- Anterior aos ensaios</b>	8,23 ± 0,10	6,35 ± 0,69	3,44 ± 0,18
<b>I30-imersão 30 dias</b>	8,01 ± 0,35	6,19 ± 0,32	3,74 ± 0,52
<b>I60-imersão 60 dias</b>	7,88 ± 0,18	5,79 ± 1,09	3,12 ± 0,24
<b>I90-imersão 90 dias</b>	8,28 ± 0,36	6,45 ± 0,78	3,27 ± 0,10
<b>F8-fervura 8 horas</b>	7,59 ± 0,52	5,70 ± 0,21	3,11 ± 0,22
<b>F10-fervura 10 horas</b>	7,47 ± 0,23	5,36 ± 0,63	2,99 ± 0,11
<b>F24-fervura 24 horas</b>	6,93 ± 0,65	5,31 ± 0,29	2,81 ± 0,38
<b>A2-autoclave 2 horas</b>	6,29 ± 0,32	4,43 ± 0,49	2,72 ± 0,46
<b>A4-autoclave 4 horas</b>	5,42 ± 0,12	4,11 ± 0,65	2,86 ± 0,65
<b>A5-autoclave 5 horas</b>	5,23 ± 1,07	4,42 ± 0,46	2,70 ± 0,09

Observa-se que os valores de tensão de ruptura à flexão (MPa) obtidos através do método dos quatro pontos, quando comparados antes e após EPU, apresentaram um decréscimo máximo de 36,45% para amostra B em condições de autoclavagem 5 horas, de 35,28% para a amostra E em condições de autoclavagem 4 horas e de 21,51% para a amostra M em condições de autoclavagem 5 horas.

Mediante os resultados verifica-se que houve uma tendência para uma perda crescente da resistência mecânica dos corpos cerâmicos com o aumento da severidade dos ensaios. Observa-se também que os valores da tensão de ruptura à flexão (MPa) das amostras B, E e M, determinados através do método dos três pontos são superiores aos obtidos através do método dos quatro pontos, confirmando estudos de Richerson (1992).

A Figura 34 compara de forma mais clara os resultados das Tabelas XII e XIII, mostrando a tensão de ruptura à flexão determinada através dos métodos dos três pontos e dos quatro pontos em função das condições de ensaio de EPU.

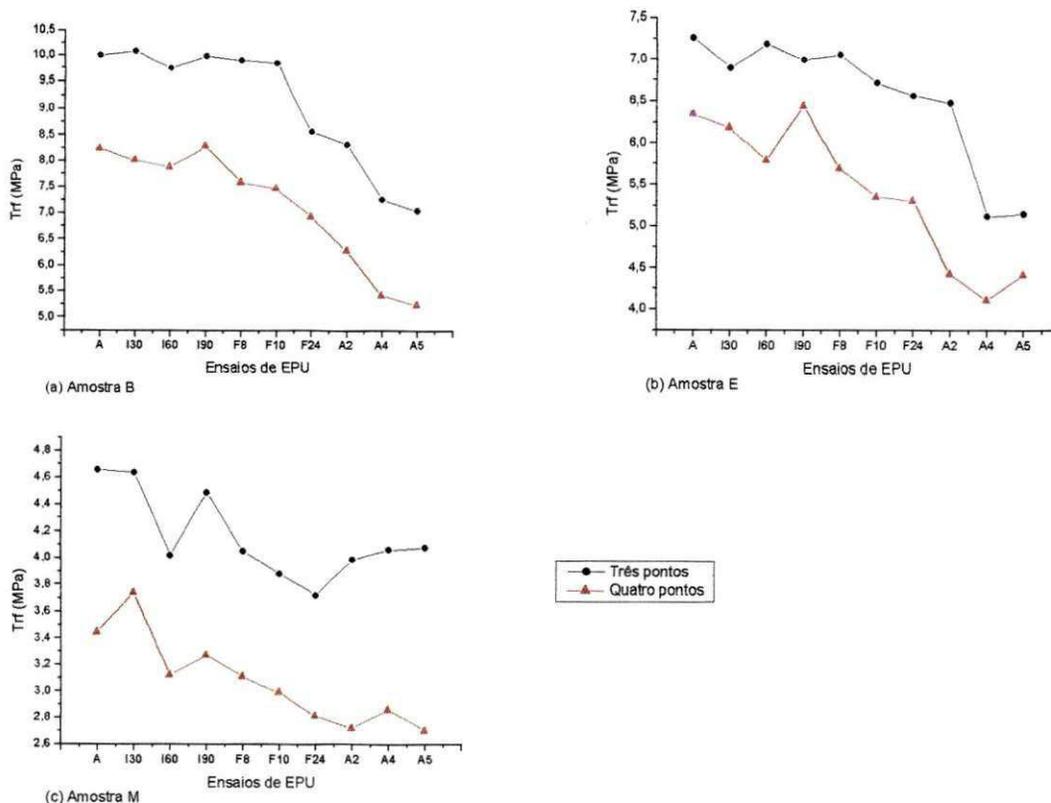


Figura 34. Trf (MPa) dos blocos cerâmicos das amostras B (a), E (b) e M (c), determinadas pelo método dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas

### Resultados da Trf dos corpos de prova confeccionados em laboratório

A Tabela XIV apresenta os resultados da tensão de ruptura à flexão (MPa) dos corpos de prova confeccionados em laboratório, queimados às temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, das amostras B, E e M, determinada através do método dos três pontos, após ensaios de EPU nas condições especificadas.

Pode-se observar que os valores de tensão de ruptura à flexão (MPa) obtidos através do método dos três pontos após EPU e apresentados na tabela XVI, com relação à temperatura de queima de 700°C, variaram de 11,85 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 17,78 MPa (F8 – fervura 8 horas) para a amostra B; de 14,28 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 23,57 MPa (I60 –imersão 60 dias) para a amostra E; e de 7,27 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 10,77 MPa (I60-imersão 60 dias) para a amostra M.

**Tabela XIV.** Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas através do método dos três pontos, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Amostras		I30-imersão 30 dias	I60-imersão 60 dias	I90-imersão 90 dias	F8-fervura 8 horas	F10-fervura 10 horas	F24-fervura 24 horas	A2- autoclave 2 horas	A4- autoclave 4 horas	A5- autoclave 5 horas
700°C	B	17,47 ± 0,35	17,82 ± 0,56	17,06 ± 0,24	17,78 ± 0,30	16,41 ± 1,03	16,49 ± 0,67	14,61 ± 0,96	14,74 ± 0,71	11,85 ± 0,72
	E	23,42 ± 0,75	23,57 ± 0,18	22,69 ± 1,12	21,75 ± 0,91	19,10 ± 0,42	15,26 ± 0,40	15,02 ± 0,48	15,00 ± 0,11	14,28 ± 0,51
	M	10,47 ± 0,04	10,77 ± 0,27	9,54 ± 0,35	9,12 ± 0,45	9,00 ± 0,38	8,72 ± 0,47	8,17 ± 0,69	8,06 ± 0,90	7,27 ± 0,92
800°C	B	16,64 ± 0,83	15,46 ± 0,21	15,29 ± 0,78	15,49 ± 0,15	14,76 ± 0,43	14,41 ± 0,92	15,84 ± 0,21	13,06 ± 0,84	12,48 ± 0,12
	E	30,87 ± 0,47	30,22 ± 0,69	30,79 ± 0,63	30,88 ± 1,22	29,58 ± 0,15	27,47 ± 0,71	17,32 ± 0,82	15,07 ± 0,80	13,12 ± 0,75
	M	10,85 ± 0,45	10,57 ± 0,32	10,58 ± 0,63	10,47 ± 0,44	10,23 ± 0,79	10,02 ± 0,93	10,54 ± 0,45	10,51 ± 0,29	10,00 ± 0,12
900°C	B	27,53 ± 0,82	27,45 ± 0,63	28,96 ± 1,07	27,99 ± 0,60	24,59 ± 0,26	24,28 ± 0,72	19,22 ± 0,59	23,35 ± 0,77	21,33 ± 0,74
	E	34,75 ± 0,84	32,44 ± 0,55	31,16 ± 0,67	31,49 ± 1,12	30,27 ± 0,17	29,94 ± 0,95	22,81 ± 0,94	20,50 ± 0,96	20,13 ± 0,32
	M	10,12 ± 0,37	10,82 ± 0,48	10,32 ± 0,63	10,27 ± 0,13	10,43 ± 0,16	10,89 ± 0,43	10,87 ± 1,10	9,75 ± 0,27	8,32 ± 0,24
1000° C	B	24,06 ± 0,36	24,07 ± 0,84	24,58 ± 0,35	24,23 ± 0,06	20,45 ± 0,37	19,65 ± 0,79	19,88 ± 0,46	20,47 ± 0,34	18,00 ± 0,24
	E	Superqueima								
	M	11,65 ± 0,43	10,93 ± 0,44	11,00 ± 0,98	10,64 ± 0,13	10,43 ± 0,19	10,89 ± 0,51	9,56 ± 1,03	8,35 ± 0,13	8,16 ± 0,81
1100° C	B	Superqueima								
	E									
	M									

Com relação à temperatura de queima de 800°C, variaram de 12,48 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 16,64 MPa (I30- imersão 30 dias) para a amostra B; de 13,12 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 30,88 MPa (F8 – fervura 8 horas) para a amostra E; e de 10,00 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 10,85 MPa (F8- fervura 8 horas) para a amostra M. Com relação à temperatura de queima de 900°C, variaram de 21,33 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 28,96 MPa (I90- imersão 90 dias) para a amostra B; de 20,13 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 34,75 MPa (I30- imersão 30 dias) para a amostra E; e de 8,32 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 10,89 MPa (F24- fervura 24 horas) para a amostra M. Com relação à temperatura de queima de 1000°C, variaram de 18,00 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 24,58 MPa (I90- imersão 90 dias) para a amostra B e de 8,16 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 11,65 MPa (I30- imersão 30 dias) para a amostra M.

Observa-se que os valores de tensão de ruptura à flexão (MPa), para as amostras B, E e M queimadas a 700°C, obtidos através do método dos três pontos, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 38,15%, 43,21% e 33,24% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas. Para as amostras B, E e M queimadas a 800°C, os resultados, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 38,40%, 58,14% e 15,50% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas. Para as amostras B, E e M queimadas a 900°C, os resultados, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 25,29%, 43,23% e 24,29% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas. Para as amostras B e M queimadas a 1000°C, os resultados, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 28,26% e 29,22% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas.

A Tabela XV apresenta os resultados da tensão de ruptura à flexão (MPa) dos corpos de prova confeccionados em laboratório, queimados às temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, das amostras B, E e M, determinada através do método dos quatro pontos, após ensaios de EPU nas condições especificadas.

**Tabela XV.** Tensão de ruptura à flexão (MPa) dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, determinadas através do método dos quatro pontos, após ensaios de EPU nas condições especificadas

Amostras		I30-imersão 30 dias	I60-imersão 60 dias	I90-imersão 90 dias	F8-fervura 8 horas	F10-fervura 10 horas	F24-fervura 24 horas	A2- autoclave 2 horas	A4- autoclave 4 horas	A5- autoclave 5 horas
700°C	B	16,09 ± 0,42	16,10 ± 1,02	16,56 ± 0,66	16,03 ± 0,24	15,75 ± 0,74	12,99 ± 0,98	11,57 ± 0,49	9,93 ± 0,21	8,44 ± 0,92
	E	22,00 ± 0,52	22,60 ± 0,93	20,44 ± 0,71	20,59 ± 1,03	15,29 ± 1,20	12,69 ± 0,81	10,21 ± 0,63	9,06 ± 0,81	8,86 ± 0,35
	M	7,08 ± 0,86	7,17 ± 0,27	6,98 ± 0,71	7,09 ± 0,67	6,56 ± 0,45	6,48 ± 0,50	6,54 ± 0,24	5,91 ± 0,42	4,99 ± 0,89
800°C	B	14,84 ± 0,27	14,49 ± 0,37	14,31 ± 0,68	14,48 ± 0,97	14,04 ± 0,65	14,58 ± 0,92	10,36 ± 1,06	9,57 ± 0,16	9,06 ± 0,90
	E	27,46 ± 0,36	24,28 ± 0,37	23,84 ± 0,49	23,46 ± 0,39	23,94 ± 1,03	22,09 ± 0,92	19,70 ± 1,01	12,68 ± 0,93	10,28 ± 0,10
	M	8,40 ± 0,48	8,52 ± 0,20	8,07 ± 0,99	8,92 ± 0,12	8,24 ± 0,82	8,18 ± 0,93	7,69 ± 0,94	7,89 ± 0,54	7,12 ± 0,88
900°C	B	19,63 ± 0,31	19,78 ± 1,02	19,42 ± 0,42	18,94 ± 0,36	18,65 ± 0,58	17,32 ± 0,12	15,64 ± 1,04	13,89 ± 0,91	12,47 ± 0,22
	E	25,49 ± 0,38	25,66 ± 0,37	25,04 ± 0,99	26,42 ± 0,99	25,98 ± 1,08	24,28 ± 0,43	19,00 ± 1,08	18,33 ± 1,18	18,18 ± 0,22
	M	9,70 ± 0,22	9,01 ± 0,37	9,60 ± 0,17	8,72 ± 0,62	8,22 ± 0,52	8,86 ± 0,12	7,40 ± 0,92	7,96 ± 0,43	7,23 ± 0,12
1000° C	B	18,62 ± 0,98	18,94 ± 0,94	18,24 ± 0,43	18,65 ± 0,51	17,89 ± 0,77	17,30 ± 0,98	17,56 ± 0,93	16,77 ± 1,02	14,12 ± 0,89
	E									
	M	8,84 ± 0,41	8,30 ± 0,23	8,70 ± 0,71	9,08 ± 0,47	9,17 ± 0,83	8,10 ± 0,60	7,54 ± 0,76	6,87 ± 0,41	9,16 ± 0,37
1100° C	B	Superqueima								
	E									
	M									

Pode-se observar que os dados de tensão de ruptura à flexão (MPa) obtidos através do método dos quatro pontos após EPU e apresentados na tabela XV, com relação à temperatura de queima de 700°C, variaram de 8,44 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 16,56 MPa (I90- imersão 90 dias) para a amostra B; de 8,86 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 22,60 MPa (I60 –imersão 60 dias) para a amostra E; e de 4,99 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 7,17 MPa (I60-imersão 60 dias) para a amostra M. Com relação à temperatura de queima de 800°C, variaram de 9,06 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 14,84 MPa (I30- imersão 30 dias) para a amostra B; de 10,28 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 27,46 MPa (I30 –imersão 30 dias) para a amostra E; e de 7,12 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 8,92 MPa (F8- fervura 8 horas) para a amostra M. Com relação à temperatura de queima de 900°C, variaram de 12,47 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 19,78 MPa (I60- imersão 60 dias) para a amostra B; de 18,18 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 26,42 MPa (F8 – fervura 8 horas) para a amostra E; e de 7,23 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 9,70 MPa (I30- imersão 30 dias) para a amostra M. Com relação à temperatura de queima de 1000°C, variaram de 14,12 MPa (A5-autoclave 5 horas) a 18,94 MPa (I60- imersão 60 dias) para a amostra B e de 6,87 MPa (A4-autoclave 4 horas) a 9,17 MPa (F10- fervura 10 horas) para a amostra M.

Observa-se que os dados de tensão de ruptura à flexão (MPa), para as amostras B, E e M queimadas a 700°C, obtidos através do método dos quatro pontos quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 52,82%, 63,52% e 34,51% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas. Para as amostras B, E e M queimadas a 800°C, os resultados, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 53,03%, 62,56% e 19,91% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas. Para as amostras B, E e M queimadas a 900°C, os resultados, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 53,24%, 39,14% e 23,00% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas. Para as amostras B e M queimadas a 1000°C, os resultados, quando comparados antes e após EPU, apresentaram decréscimos máximos de 27,85% e 32,75% respectivamente, em condições de autoclavagem 5 horas.

As Figuras 35, 36 e 37 apresentam os gráficos, obtidos a partir das Tabelas VII, XIV e XV, que mostram a variação da tensão de ruptura à flexão com o aumento da severidade dos ensaios. Nesses gráficos os valores de tensão de ruptura à flexão dos corpos de prova antes dos ensaios de EPU, obtidos da Tabela VII estão representados pela letra A, e os resultados após

ensaios EPU, estão representados de acordo com a descrição de cada condição de ensaio especificada nas Tabelas XIV e XV.

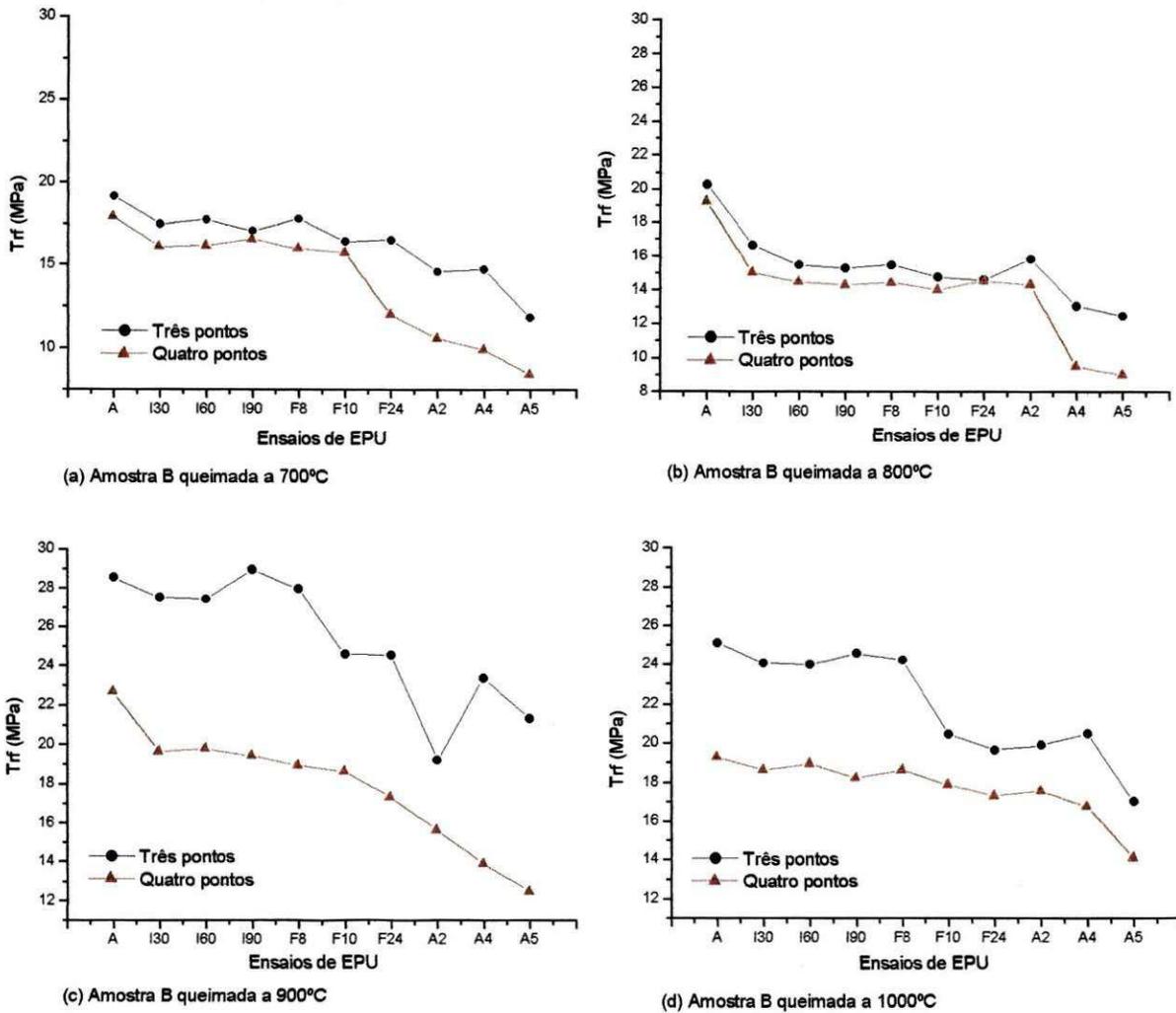
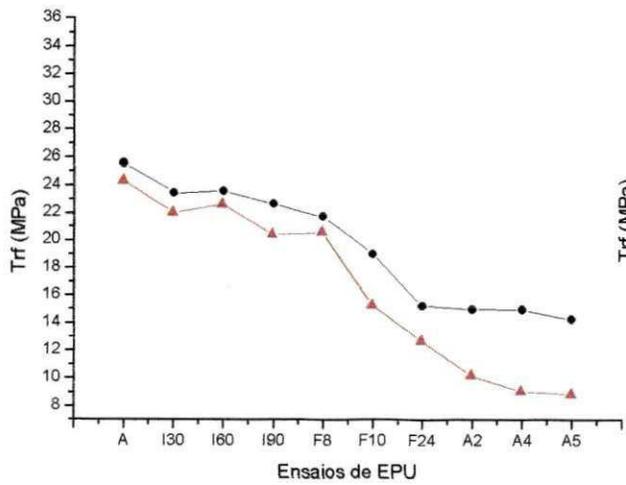
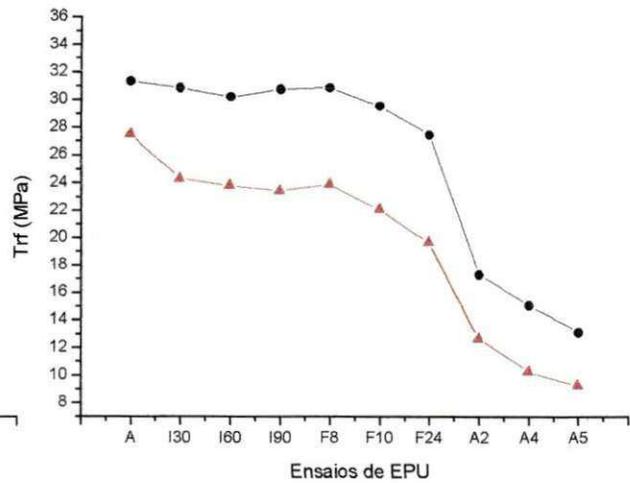


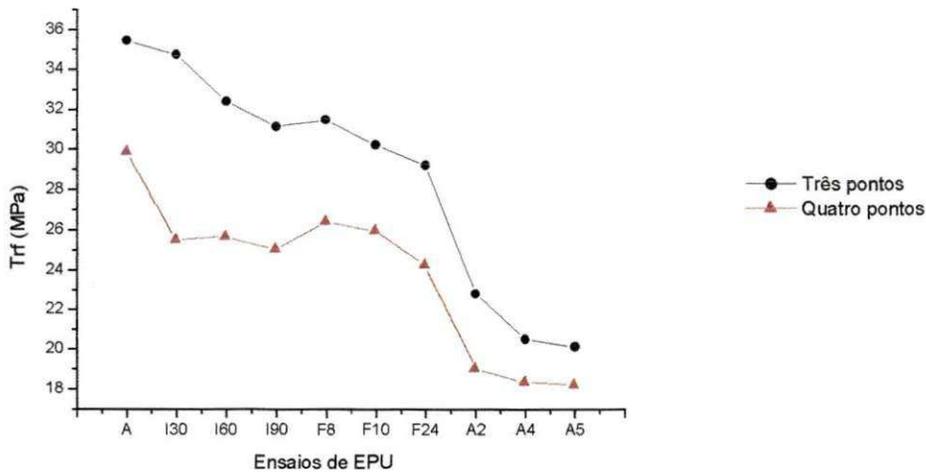
Figura 35. Trf (MPa) da amostra B queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas através dos métodos dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas



(a) Amostra E queimada a 700°C

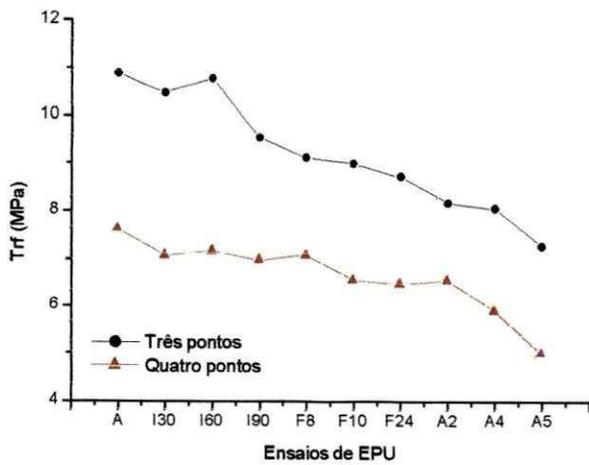


(b) Amostra E queimada a 800°C

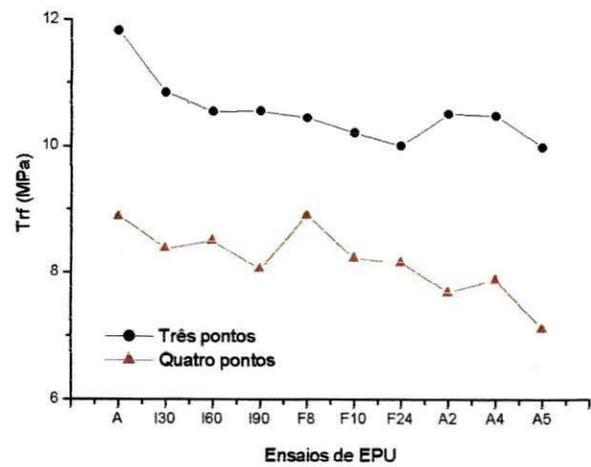


(c) Amostra E queimada a 900°C

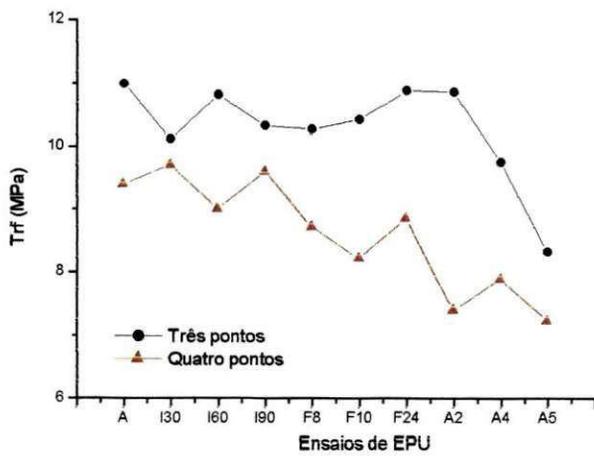
Figura 36. Trf (MPa) da amostra E queimada a 700, 800 e 900°C, determinadas através dos métodos dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas



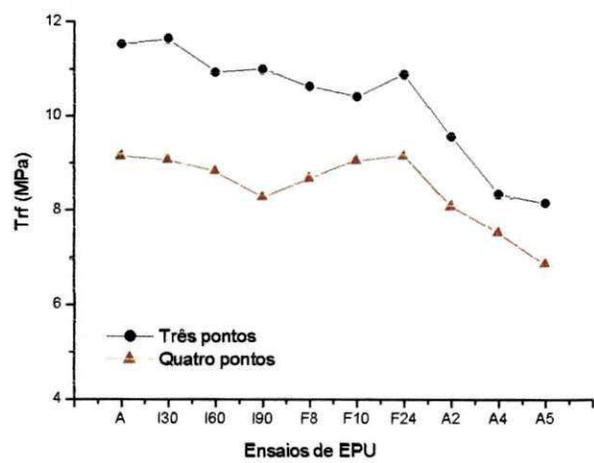
(a) Amostra M queimada a 700°C



(b) Amostra M queimada a 800°C



(c) Amostra M queimada a 900°C



(d) Amostra M queimada a 1000°C

Figura 37. Trf (MPa) da amostra M queimada a 700, 800, 900 e 1000°C, determinadas através dos métodos dos três e quatro pontos, antes e após ensaios de EPU nas condições especificadas

## 5.5 Ensaios de Caracterização Antes e Após EPU

### 5.5.1 Difração de Raios X

Os difratogramas das amostras B, E e M, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclave 5 horas são apresentados nas Figuras 38, 39 e 40, respectivamente.

A amostra B (Figura 38) após queima apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (3,70Å; 3,62Å; 3,18Å), mica muscovita (8,90Å) e quartzo (4,23Å; 3,33Å; 2,45Å; 2,32Å; 2,02Å; 1,73Å). Após queima e após ensaio de EPU por fervura 24 horas apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (3,70Å; 3,62Å; 3,18Å), mica muscovita (8,92Å) e quartzo (4,23Å; 3,34Å; 2,45Å; 2,32Å; 2,01Å; 1,75Å). Após queima e após ensaio de EPU por autoclavagem 5 horas apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (3,70Å; 3,62Å; 3,18Å), mica muscovita (9,08Å) e quartzo (4,25Å; 3,34Å; 2,33Å; 2,03Å; 1,80Å).

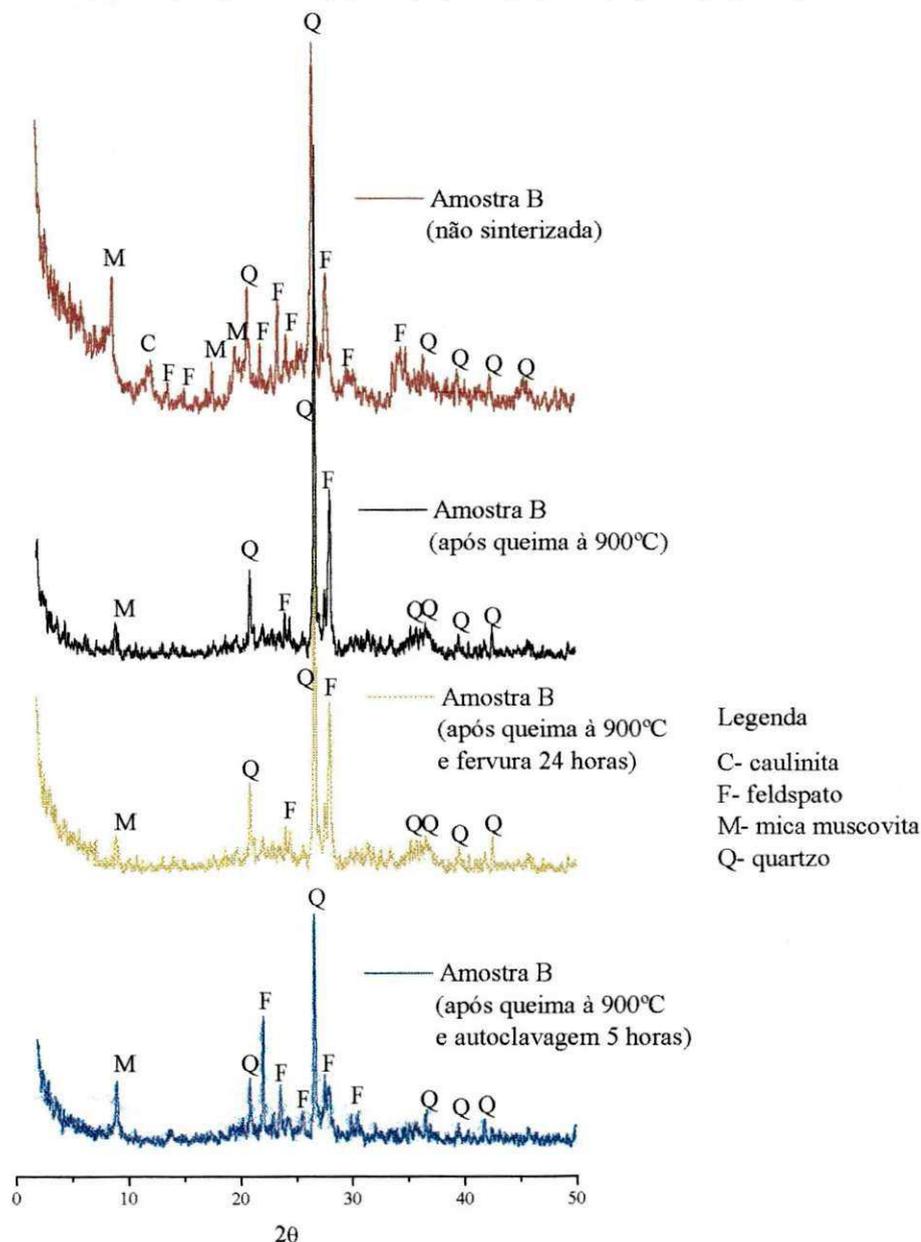


Figura 38. Difratogramas de raios-X da amostra, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas

A amostra E (Figura 39) após queima apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (4,02Å; 3,77Å; 3,68Å; 3,45Å; 3,20Å; 2,93Å; 2,65Å), mica muscovita (10,04Å) e quartzo (4,27Å; 3,33Å; 2,43Å; 2,39Å; 2,03Å). Após queima e após ensaio de EPU por fervura 24 horas apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (4,04Å; 3,79Å; 3,71Å; 3,20Å; 2,93Å), mica muscovita (9,93Å) e quartzo (4,27Å; 3,34Å; 2,34Å; 2,03Å; 1,73Å). Após queima e após ensaio de EPU por autoclavagem 5 horas apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (4,04Å; 3,78Å; 3,66Å; 3,47Å; 3,20Å; 2,93Å) e quartzo (4,25Å; 3,34Å; 2,44Å; 2,25Å; 2,02Å).

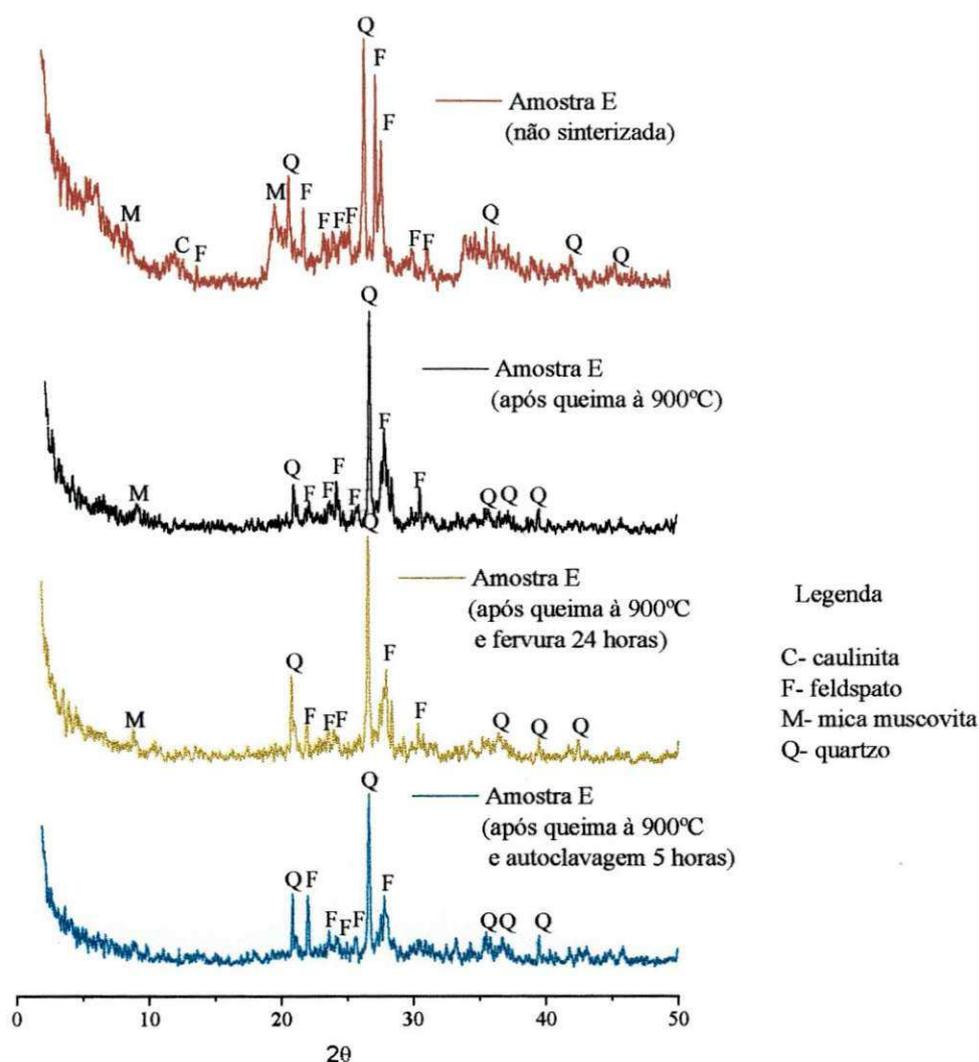


Figura 39. Difratoigramas de raios-X da amostra E, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas

A amostra M (Figura 40) após queima apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (6,37Å; 4,04Å; 3,77Å; 3,49Å; 4,04Å; 3,21Å; 2,99Å; 2,77Å) e quartzo (4,25Å; 3,34Å; 2,32Å; 2,05Å; 1,80Å). Após queima e após ensaio de EPU por fervura 24 horas apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (4,04Å; 3,78Å; 3,47Å; 3,68Å; 3,19Å; 2,99Å; 2,93Å) e quartzo (4,25Å; 3,34Å; 2,49Å; 2,32Å). Após queima e após ensaio de EPU por autoclavagem 5 horas apresentou reflexões dos seguintes minerais: feldspato (4,04Å; 3,70Å; 3,20Å; 2,94Å) e quartzo (4,25Å; 3,35Å; 2,32Å; 2,05Å; 1,74Å).

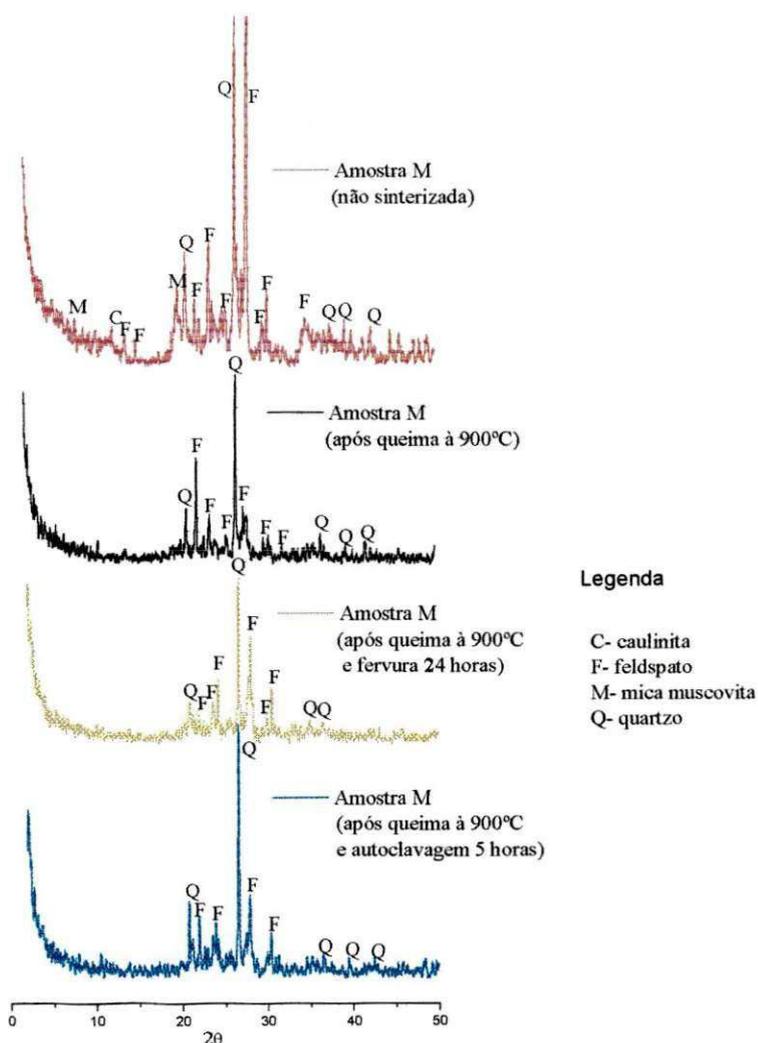


Figura 40. Difratomogramas de raios X da amostra M, antes e após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas

Observa-se que há uma certa similaridade nos difratogramas obtidos para as três amostras, nomeadamente na presença do quartzo, do feldspato e pequena quantidade de mica muscovita que permaneceu após a queima.

Comparando as difrações de raios X antes e após a EPU, observa-se que não há nenhuma modificação na estrutura cristalina das amostras após ensaios de EPU. O que já se esperava, pois só a adsorção de água pelos poros do material não afetaria a sua estrutura cristalina.

### 5.5.2 Espectroscopia de Infravermelho

Os resultados obtidos por espectroscopia de infravermelho (Figura 41) para as amostras B, E e M, após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas foram os seguintes.

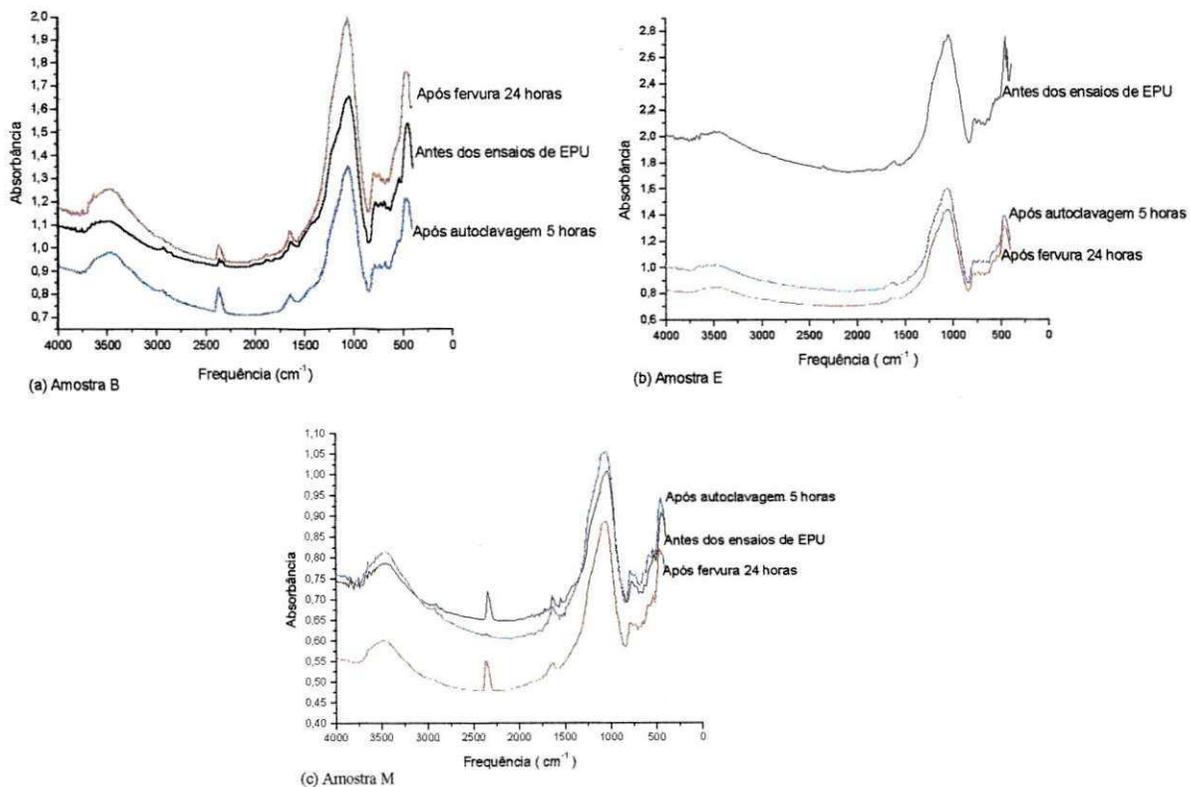


Figura 41. Espectroscopia de infravermelho das amostras (a) B, (b) E e (c) M, após queima a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas

A amostra B após queima apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3568, 3629\text{cm}^{-1}$ ),  $\text{CO}_2$  ( $2361\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1618\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1043\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $777, 725, 691\text{ cm}^{-1}$ ). Após queima e após ensaio de fervura por 24 horas apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3467\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CO}_2$  ( $2360\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1637\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1043\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $777\text{ cm}^{-1}$ ). Após queima e após ensaio em autoclave por 5 horas apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3464\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CO}_2$  ( $2360\text{cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1629\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1041\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $776, 721, 668\text{ cm}^{-1}$ ).

A amostra E após queima apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3500\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1633\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1047\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $780\text{ cm}^{-1}$ ). Após queima e após ensaio de fervura por 24 horas apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3465\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1629\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1048\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $777, 726, 693, 644\text{ cm}^{-1}$ ). Após queima e após ensaio em autoclave por 5 horas apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3568\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1637\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1054\text{cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $777, 728\text{ cm}^{-1}$ ).

A amostra M após queima apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3745, 3676, 3629, 3482\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CO}_2$  ( $2360\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1654\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1047\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $778\text{ cm}^{-1}$ ). Após queima e após ensaio de fervura por 24 horas apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3466\text{ cm}^{-1}$ ),  $\text{CO}_2$  ( $2359\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1630\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1050\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $779, 668, 645\text{ cm}^{-1}$ ). Após queima e após ensaio em autoclave por 5 horas apresentou as seguintes absorções: hidroxilas ( $3448\text{ cm}^{-1}$ ), água adsorvida ( $1637\text{ cm}^{-1}$ ), ligações Si-O ( $1050\text{ cm}^{-1}$ ) e ligações R-O-H ( $778\text{ cm}^{-1}$ ).

Com o objetivo de tentar esclarecer os mecanismos de EPU, utilizou-se a espectrometria de infravermelho em amostras de corpos de prova antes e após ensaios de EPU. Analisando as bandas relativas às hidroxilas e às ligações R-O-H, tem-se que, a Figura 41 (a) apresenta uma maior absorbância para o caso da amostra B submetida à fervura 24 horas e uma menor absorbância para a amostra B submetida à autoclavagem por 5 horas, a Figura 41 (b) apresenta uma maior absorbância para a amostra E antes dos ensaios de EPU e uma menor absorbância para a amostra E submetida à fervura por 24 horas, e a Figura 41 (c) apresenta uma maior absorbância para a amostra M antes dos ensaios de EPU e uma menor absorbância para a amostra M submetida à fervura por 24 horas. Estas variações nas absorbâncias e a pequena quantidade de amostras, não permitiram obter uma relação consistente entre as

bandas e a EPU, mas pode-se concluir que estas variações existem e provavelmente são resultantes da EPU.

### 5.5.3 Porosimetria de Mercúrio

Os resultados da porosimetria para as amostras B, E e M, queimadas a 900°C, antes e após ensaios de EPU, encontram-se na Tabela XVI e na Figura 42.

**Tabela XVI.** Resultados da porosimetria para as amostras B, E e M, queimadas a 900°C, antes e após ensaios de fervura por 24 horas e autoclavagem por 5 horas

<b>Amostras</b>	<b>Porosidade (%)</b>	<b>EPU (%) - dilatometria</b>
<b>Amostra B (antes da EPU)</b>	25,10	0,000
<b>Amostra B (fervura 24 horas)</b>	20,51	0,075
<b>Amostra B (autoclavagem 5 horas)</b>	23,04	0,098
<b>Amostra E (antes da EPU)</b>	18,18	0,000
<b>Amostra E (fervura 24 horas)</b>	19,27	0,100
<b>Amostra E (autoclavagem 5 horas)</b>	21,10	0,135
<b>Amostra M (antes da EPU)</b>	24,87	0,000
<b>Amostra M (fervura 24 horas)</b>	18,63	0,101
<b>Amostra M (autoclavagem 5 horas)</b>	24,37	0,121

Com o objetivo de verificar o comportamento das amostras frente a EPU utilizando os dados de porosimetria de mercúrio, verificou-se que os valores de porosidade para a amostra B variaram de 20,52% (após fervura 24 horas) a 25,10% (antes da EPU), para a amostra E variaram de 18,18% (antes da EPU) a 21,10% (após autoclavagem 5 horas) e para a amostra M variaram de 18,63% (fervura 24 horas) a 24,87% (antes da EPU). Observa-se que a amostra B apresentou um decréscimo da sua porosidade com o aumento da EPU, a amostra E apresentou um aumento da porosidade com o aumento da EPU e a amostra M apresentou um decréscimo da porosidade quando ensaiada por fervura e um aumento desta quando ensaiada por autoclave. Não foi possível obter uma relação consistente entre EPU e porosidade devido ao número restrito de dados.

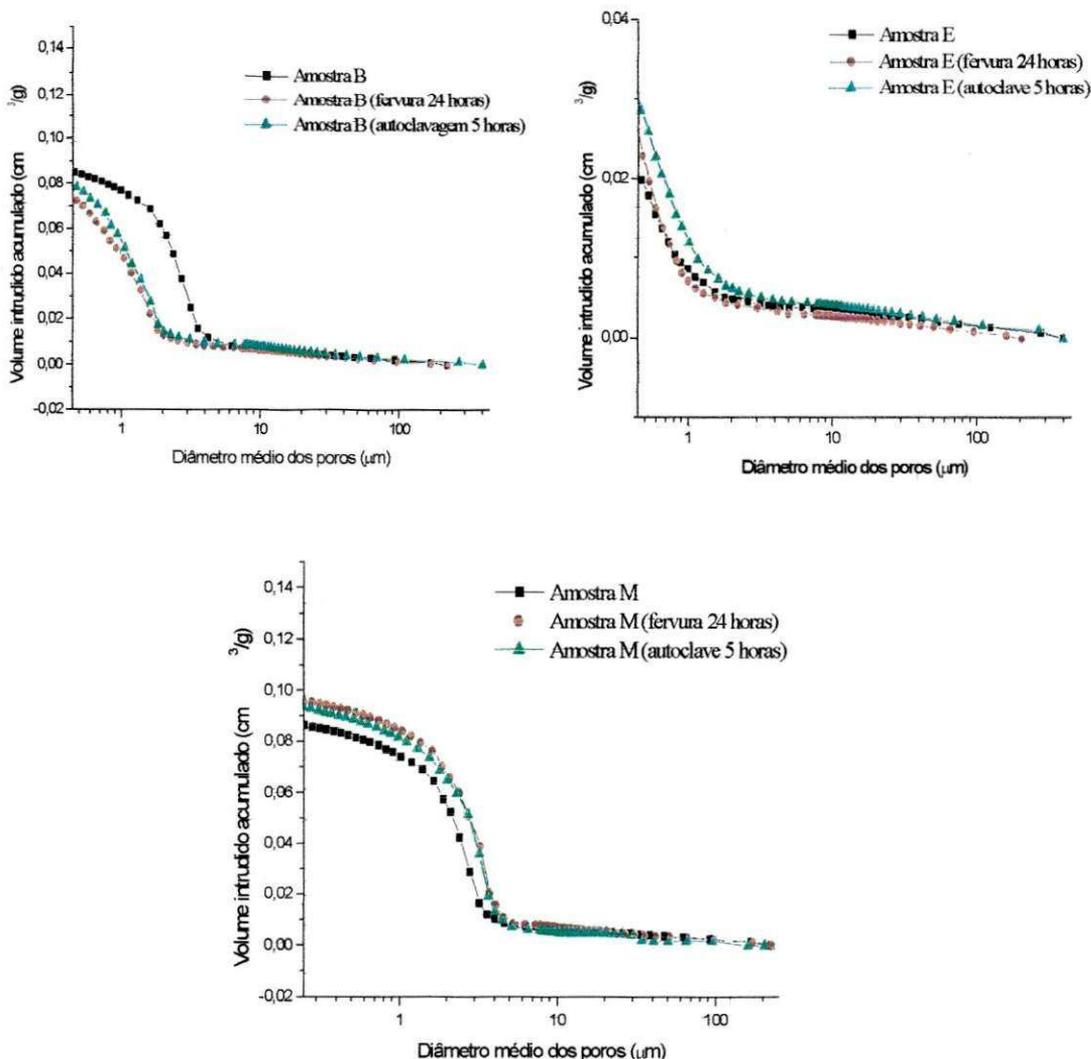


Figura 42. Porosimetria das amostras B, E e M, queimadas a 900°C, antes e após ensaios de EPU por fervura 24 horas e autoclavagem 5 horas

Na literatura, Vaughan e Dinsdale (1959), afirmam que o aumento da EPU ocasionará um aumento no diâmetro médio dos poros, devido às forças de expansão provocadas pela água adsorvida e a corrosão da fase vítrea pela água, abrindo poros fechados anteriormente. Cole (1962) afirma que uma das maiores dificuldades em comparar a EPU de corpos cerâmicos com suas áreas específicas está em diferenciar entre a superfície interna que está associada a superfícies ativas e aquela que não está associada a superfícies ativas, dentro das condições de exposição, chegando a conclusão de que a melhor correspondência entre a EPU e a área específica é obtida para poros com diâmetros entre 0,77 a 0,2 µm. Partindo destas afirmações e observando a distribuição de tamanhos de poros da Figura 42, tem-se que, nesta faixa, amostra B, com relação às amostras E e M, apresenta uma diminuição do tamanho médio dos

poros mais frequentes após ensaios de EPU. As amostras E e M apresentam um aumento no tamanho médio dos poros após ensaios de EPU, confirmando o comportamento previsto por Vaughan e Dinsdale (1959).

Visto a grande dificuldade de relacionar porosidade e EPU, faz-se necessário um maior número de dados e um estudo mais aprofundado, visando um melhor entendimento dos fenômenos envolvidos.

#### 5.5.4 Área Específica do Sólido

A Tabela XVII apresenta os valores que foram determinados para a área específica das amostras sinterizadas, utilizando o método de adsorção de nitrogênio (BET).

**Tabela XVII.** Área específica das amostras B, E e M, queimadas a 900°C, antes e após ensaios de fervura por 24 horas e autoclavagem por 5 horas

<b>Amostras</b>	<b>Área específica (m<sup>2</sup>/g)</b>	<b>EPU (%)- dilatometria</b>
<b>Amostra B</b>	1,91	0,000
<b>Amostra B (fervura 24 horas)</b>	1,35	0,075
<b>Amostra B (autoclavagem 5 horas)</b>	2,73	0,098
<b>Amostra E</b>	3,53	0,000
<b>Amostra E (fervura 24 horas)</b>	2,77	0,100
<b>Amostra E (autoclavagem 5 horas)</b>	2,00	0,135
<b>Amostra M</b>	1,74	0,000
<b>Amostra M (fervura 24 horas)</b>	1,08	0,101
<b>Amostra M (autoclavagem 5 horas)</b>	1,56	0,121

Verificou-se que os valores de área específica para a amostra B variaram de 1,35 (após fervura 24 horas) a 2,73 m<sup>2</sup>/g (após autoclavagem 5 horas), para a amostra E variaram de 2,00 (após autoclavagem 5 horas) a 3,53 m<sup>2</sup>/g (antes da EPU) e para a amostra M variaram de 1,08 (fervura 24 horas) a 1,74 m<sup>2</sup>/g (antes da EPU).

Observa-se que, as áreas específicas das amostras E e M diminuem após ensaios de EPU, e que a amostra B não apresentou este comportamento.

Como já foi mencionado, Cole (1962) afirma que uma das maiores dificuldades em comparar a EPU de corpos cerâmicos com suas áreas específicas está em diferenciar entre a superfície interna que está associada a superfícies ativas e aquela que não está associada a superfícies ativas. Partindo desta afirmação e observando os valores encontrados, faz-se necessário um maior número de dados e um estudo mais aprofundado, visando um melhor entendimento dos fenômenos envolvidos.

## 5.6 Interdependência Entre as Variáveis Estudadas

Com o objetivo de verificar a interdependência entre as variáveis estudadas, foram obtidas curvas de calibração para:

- os métodos de medição direta e dilatometria, utilizados na determinação da EPU;
- os métodos dos três pontos e quatro pontos, utilizados na determinação da resistência mecânica.

### Interdependência entre os métodos utilizados para determinação da EPU

A Figura 43 apresenta os resultados de EPU (Tabelas VIII, IX, X e XI) obtidos por dilatometria e medição direta. Através destes resultados foi obtida uma curva de calibração entre os dois métodos, cuja equação representativa é  $Y = 1,585X - 0,0047$ , com coeficiente de correlação igual a 0,80, onde:

Y = EPU determinada por dilatometria

X = EPU determinada por medição direta

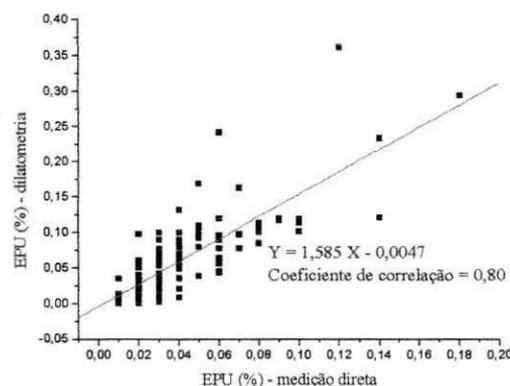


Figura 43. EPUs (%) das amostras estudadas determinadas por medição direta e dilatometria

A Equação da curva de calibração, obtida para os métodos de medição direta e dilatometria (Figura 43), apresentou um coeficiente de correlação elevado, portanto, através da EPU determinada por um dos métodos, utilizando esta Equação, é possível obter-se um valor aproximado daquele que seria determinado pelo outro método.

### **Interdependência entre os métodos utilizados para determinação da resistência mecânica**

A Figura 44 apresenta os resultados de tensão de ruptura à flexão (Tabelas XII, XIII, XIV e XV) determinada pelo método dos três pontos e pelo método dos quatro pontos. Através destes resultados foi obtida uma curva de calibração entre os dois métodos, cuja equação representativa é  $Y = 0,764X + 1,265$ , com coeficiente de correlação igual a 0,97, onde:

Y = tensão de ruptura à flexão determinada através do método dos três pontos

X = tensão de ruptura à flexão determinada através do método dos quatro pontos

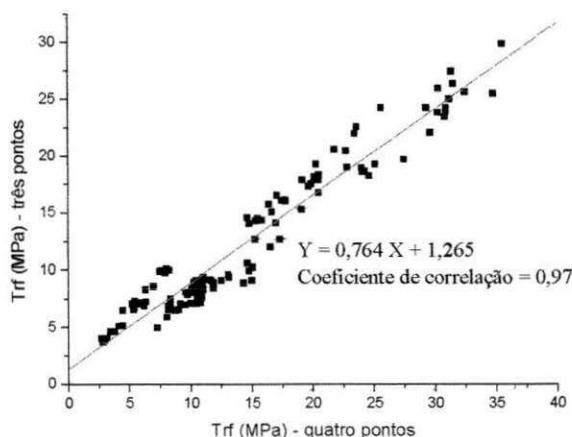


Figura 44. Trf (MPa) das amostras estudadas determinadas pelos métodos dos três e quatro pontos

A Equação da curva de calibração, obtida para a tensão de ruptura à flexão pelos métodos dos três e quatro pontos (Figura 44), apresentou um coeficiente de correlação elevado, portanto, através da tensão de ruptura à flexão determinada por um dos métodos,

utilizando esta Equação, é possível obter-se um valor aproximado daquele que seria determinado pelo outro método.

## 5.7 Observações Gerais

Após a análise dos resultados e sua discussão podem ser listadas as seguintes observações gerais.

Com base nos resultados obtidos nos ensaios de caracterização das massas B, E e M, através da análise química difração de raios X, análise térmica diferencial, análise termogravimétrica, análise granulométrica e de plasticidade pode-se concluir que:

- as amostras podem ser classificadas como sílico-aluminosas, tratando-se de amostras de argilas quaternárias recentes, onde a caulinita mal cristalizada é o argilomineral predominante, apresentando também matéria orgânica, feldspato, mica muscovita e quartzo;
- as amostras B e E apresentaram um alto teor da fração argila + silte e a amostra M apresentou um baixo teor dessa mesma fração;
- segundo critérios utilizados em mecânica dos solos (Caputo, 1994), as amostras E e M podem ser classificadas como mediantemente plásticas ( $7\% < IP < 15\%$ ) e a amostra B como altamente plástica ( $IP > 15\%$ ).

Com base nos resultados obtidos nos ensaios cerâmicos dos blocos das amostras B, E e M, pode-se concluir que:

- comparando os resultados das características cerâmicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos, com os de argilas industriais brasileiras incluídas na faixa de valores proposta por Souza Santos (1992), é possível enquadrar as amostras de blocos cerâmicos B e E no grupo de cerâmica vermelha. A amostra M não apresentou tensão de ruptura à flexão dentro desta faixa;
- comparando os resultados da tensão de ruptura à flexão, pelo método dos três pontos, com os valores-limites recomendados por Barzaghi e Salge (1948), observa-se que as amostras B e E apresentaram valores dentro do limite proposto para blocos furados, e a amostra M apresentou a tensão de ruptura à flexão abaixo do valor mínimo recomendado.

Com base nos resultados obtidos nos ensaios cerâmicos com corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, pode-se concluir que:

- comparando os resultados das características cerâmicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão determinada através do método dos três pontos, dos corpos de prova queimados a 700, 800, 900 e 1000°C, com os de argilas industriais brasileiras incluídas na faixa de valores proposta por Souza Santos (1992), para corpos de prova queimados a 950°C, é possível enquadrar as três amostras de argilas estudadas no grupo de cerâmica vermelha.

Com base nos resultados de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão pelos métodos dos três e quatro pontos, apresentados para blocos cerâmicos industriais e corpos de prova confeccionados em laboratório a partir da mesma matéria-prima, pode-se concluir que:

- os valores dos blocos cerâmicos para absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente são similares aos apresentados para corpos de prova queimados a 900°C. Já os valores de tensão de ruptura à flexão obtidos pelos métodos dos três e quatro pontos para os blocos cerâmicos industriais, não se aproximam de nenhum dos valores encontrados para os corpos cerâmicos confeccionados em laboratório, e representam resistência mecânica muito inferior, mesmo em relação aos corpos de prova queimados às temperaturas mais baixas. Para os corpos cerâmicos confeccionados em laboratório houve um controle rigoroso na preparação dos corpos cerâmicos, existindo uma homogeneidade ao longo do comprimento do corpo de prova, ao contrário das amostras de blocos cerâmicos que não possuíam controle da umidade e granulometria adequadas para extrusão, dos ciclos de secagem e de queima, entre outros fatores que influenciam a qualidade do produto final, resultando em corpos cerâmicos com elevado número de trincas e defeitos visíveis.

Com base nos resultados de EPU dos blocos cerâmicos das amostras B, E e M, obtidos por medição direta e dilatometria, pode-se concluir que:

- a amostra M apresentou, na análise racional, um maior teor de feldspato com relação às outras amostras, apresentando também maiores valores de EPU, confirmando estudos de de Holsher (1931) e Thiemecke (1941) que afirmam que o aumento do teor de feldspato em corpos cerâmicos proporciona um aumento da EPU devido a uma maior proporção de fases vítreas após a queima;

- os estudos de Young e Brownell (1959) indicam uma relação linear e crescente entre a EPU e a razão (óxido de sódio + óxido de potássio)/alumina e outra decrescente com relação a razão alumina/silica. Através dos dados obtidos, observa-se que a amostra M, com

relação às amostras B e E, apresentou maiores valores de EPU, razão alumina/silica menor e razão (óxido de sódio + óxido de potássio)/alumina maior, confirmando as pesquisas;

- o aumento da severidade das condições de ensaio provocou um aumento significativo da EPU;

- comparando os resultados de EPU, obtidos por medição direta, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que as amostras B, E e M, submetidas às condições de ensaios de autoclave 2, 4 e 5h apresentaram valores de EPU superiores a este limite;

- a medição direta, utilizando o paquímetro com resolução de 0,01mm, gera valores com elevados desvios padrão;

- comparando os resultados de EPU, obtidos por dilatométrica, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os valores de EPU das amostras B, E e M submetidas a ensaios de fervera por 24 h, autoclave por 2h, 4h e 5h, das amostras B e M submetidas a ensaios fervera 8h e 10h e da amostra B submetida a ensaios de imersão por 60 e 90 dias, são superiores ao limite proposto;

- analisando os valores de EPU, determinados por dilatométrica, dos corpos de prova ensaiados por fervera 24 horas e autoclavagem 5 horas, observa-se que os resultados de fervera 24 horas chegam a ser 2 a 3 vezes menores do que os de autoclave;

- os valores de EPU determinados utilizando a medição direta foram menores do que os determinados por dilatométrica;

- foi observada a lixiviação da superfície dos corpos de prova quando submetidos à ensaios de EPU, principalmente nos ensaios de fervera e autoclavagem, impossibilitando a determinação de valores confiáveis de EPU, através da medição direta.

Com base nos resultados de EPU dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, obtidos através da medição direta e dilatométrica, pode-se concluir que:

- comparando os resultados de EPU, obtidos por medição direta, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que nos ensaios de imersão apenas a amostra M queimada a 700°C, submetida a imersão por 90 dias, e esta amostra queimada a 900°C, submetida a imersão 60 e 90 dias apresentou valores superiores a este limite. No caso dos ensaios de fervera os valores foram superiores a este limite para a amostra M queimada a 700°C e 900°C, para a amostra B

queimada a 800°C submetida a fervura 24h e para a amostra E queimada a 900°C e submetida por fervura 10h. Nos ensaios de autoclavagem apenas a amostra B, queimada a 700°C, e a amostra M, queimada a 1000°C, submetida a autoclavagem por 2 horas, apresentaram valores dentro do limite especificado;

- comparando os resultados de EPU, obtidos por dilatométrica, com o valor limite de EPU de 0,3mm/m (0,03%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os valores de EPU das amostras B, E e M submetidas a ensaios de imersão foram superiores a este limite apenas para as amostras queimadas a 900°C. No caso dos ensaios de fervura as amostras apresentaram valores superiores a 0,03% quando queimadas a 900°C, quando queimadas a 700°C e submetidas a ensaio de fervura por 24h, e particularmente, a amostra M queimada a 700°C e submetida a ensaios de fervura por 8h e 10h. No tratamento em autoclave as amostras apresentaram valores abaixo deste limite apenas quando queimadas a 1100°C;

- comparando os resultados de dilatométrica para os blocos cerâmicos e corpos de prova confeccionados em laboratório a partir da mesma massa, observa-se que os valores da EPU dos blocos cerâmicos da amostra B são na maioria similares aos obtidos para corpos de prova da amostra B queimados a 900°C; os blocos cerâmicos da amostra E possuem a maioria do valores similares aos apresentados pelos corpos de prova da amostra E queimados a 800°C; e os blocos cerâmicos da amostra M possuem a maioria do valores similares aos apresentados pelos corpos de prova da amostra M queimados na faixa de 700 a 800°C;

- comparativamente pode-se observar que o ensaio de dilatométrica possui grande vantagem sobre o paquímetro (com resolução de 0,01mm), uma vez que a dilatométrica está livre da influência da lixiviação, o que permite que os dados sejam analisados mais claramente;

- praticamente todas as amostras apresentaram um “loop” nas suas curvas de dilatométrica, quando da passagem do aquecimento para o resfriamento, o que foi indicativo da possibilidade do descolamento do quartzo. Observou-se que as intensidades das “histereses” formadas foram mais elevadas para corpos de prova com menores valores de EPU, enquanto que para corpos de prova que apresentaram elevados valores de EPU este efeito foi mínimo, concluindo-se que possivelmente corpos de prova sujeitos a elevadas EPUs podem apresentar o efeito de histerese eliminado;

- as curvas de EPU versus temperatura de queima, obtidas para as amostras B, E e M, submetidas a ensaio de autoclavagem, apresentaram um comportamento bem semelhante ao evidenciado por Young e Brownell (1959) e Milne (1958). O mesmo comportamento não foi observado para as amostras submetidas aos ensaios de imersão e fervura, onde a EPU de corpos de prova queimados a 700 e 800°C apresentou valores relativamente menores, máximo a 900°C bem mais acentuado, voltando a diminuir com o aumento da temperatura;

- os ensaios de imersão em água e de fervura proporcionam uma baixa reatividade entre a água e as fases existentes nos corpos de prova queimados a 700 e 800°C, ao contrário dos ensaios em autoclave, que são bem mais severos. O efeito de histerese nas curvas dilatométricas para estes casos foi mais intenso, podendo ter causado o mascaramento dos dados de EPU;

- em todos os casos, a 900°C a EPU apresentou valores elevados, acima da norma prevista para blocos cerâmicos, concluindo-se que nesta temperatura ocorre a formação de uma fase altamente reativa e amorfa, confirmando trabalhos anteriores. O fator preocupante é que a maioria das indústrias de cerâmica vermelha utilizam esta temperatura de queima, causando assim um sério risco às construções em alvenarias estruturais.

Com base nos resultados de resistência mecânica dos blocos cerâmicos e dos corpos de prova confeccionados em laboratório das amostras B, E e M, obtidos através da tensão de ruptura à flexão pelos métodos dos três pontos e quatro pontos, pode-se concluir que:

- houve uma tendência para uma perda considerável da resistência mecânica dos corpos cerâmicos, crescente com o aumento da severidade dos ensaios;

- os resultados de tensão de ruptura à flexão por três pontos mostraram-se superiores aos de tensão de ruptura à flexão por quatro pontos, confirmando estudos de Richerson (1992).

Com base nos resultados dos ensaios de caracterização antes e após EPU, realizados através da difração de raios X, espectroscopia de infravermelho, porosimetria de mercúrio e área específica (BET) das amostras B, E e M, pode-se concluir que:

- comparando as difrações de raios X antes e após a EPU, observa-se que não há nenhuma modificação na estrutura cristalina das amostras após ensaios de EPU, o que já se esperava, pois só a adsorção de água pelos poros do material não afetaria a sua estrutura cristalina;

- a espectroscopia de infravermelho, apontou variações nas absorvâncias das amostras antes e após ensaios de EPU, provavelmente resultantes da EPU;

- visto a grande dificuldade de relacionar porosidade e área específica com a EPU, faz-se necessário um maior número de dados e um estudo mais aprofundado, visando um melhor entendimento dos fenômenos envolvidos.

Com base nas equações obtidas para as curvas de calibração dos métodos de determinação da EPU e dos métodos de determinação da resistência mecânica, pode-se concluir que:

- a equação da curva de calibração, obtida para os métodos de medição direta e dilatométrica, apresentou um coeficiente de correlação elevado, portanto, através da EPU determinada por um dos métodos, utilizando esta equação, é possível obter-se um valor aproximado daquele que seria determinado pelo outro método;

- a equação da curva de calibração, obtida para a tensão de ruptura à flexão pelos métodos dos três e quatro pontos, apresentou um coeficiente de correlação elevado, portanto, através da tensão de ruptura à flexão determinada por um dos métodos, utilizando esta equação, é possível obter-se um valor aproximado daquele que seria determinado pelo outro método.

## 6 CONCLUSÕES

O presente trabalho teve por fim estudar a EPU em blocos cerâmicos do Estado da Paraíba, em escala de laboratório, em relação a sua evolução e comportamento mecânico, fornecendo subsídios para um entendimento adequado dos fenômenos envolvidos, de forma a prever comportamento futuro das construções em alvenaria principalmente em regiões potencialmente alagáveis. Com base no estudo realizado e com relação aos objetivos específicos, pode-se chegar às seguintes conclusões.

1) Com relação a evolução da EPU em função da temperatura de queima e das condições de ensaios de EPU, concluiu-se que:

- o aumento da severidade das condições de ensaios de EPU provocou um aumento significativo da EPU, para a mesma temperatura de queima;

- para as amostras submetidas ao ensaio de autoclavagem, as curvas de EPU versus temperatura de queima ilustram que a EPU decresce desde 700°C, até 800°C e a seguir aumenta até atingir 900°C voltando a diminuir com a elevação da temperatura e para as amostras submetidas aos ensaios de imersão e fervura, estas curvas ilustram que a EPU é mínima a 700 e 800°C e apresenta um máximo à 900°C bem mais acentuado, voltando a diminuir com o aumento da temperatura.

- em todos os casos, a 900°C a EPU apresentou valores elevados, acima da norma (AS 1226.5, 1984) prevista para blocos cerâmicos.

2) Com relação à comparação entre os métodos de determinação de EPU (medição direta e dilatometria), concluiu-se que:

- a medição direta, utilizando o paquímetro com resolução de 0,01mm gera valores com elevados desvios padrão e não permite diferenciar facilmente a severidade das condições de ensaios utilizadas;

- ocorreu a lixiviação da superfície dos corpos de prova ensaiados, principalmente nos ensaios de fervura e autoclavagem, mascarando os resultados de EPU por medição direta e, em alguns casos, impossibilitando a determinação de valores confiáveis de EPU;

- o ensaio de dilatometria possui grande vantagem sobre a medição direta (com paquímetro de resolução de 0,01mm), uma vez que a dilatometria está livre da influência da lixiviação;

- a equação da curva de calibração, obtida para os métodos de medição direta e dilatométrica, apresentou um coeficiente de correlação elevado, portanto, através da EPU determinada por um dos métodos, utilizando esta equação, é possível obter-se um valor aproximado daquele que seria determinado pelo outro método.

3) Com relação à comparação entre os métodos utilizados para determinação do comportamento mecânico através da tensão de ruptura à flexão pelo método dos três pontos e dos quatro pontos, concluiu-se que:

- os resultados de tensão de ruptura à flexão por três pontos mostraram-se superiores aos de tensão de ruptura à flexão por quatro pontos;

- a equação da curva de calibração, obtida para a tensão de ruptura à flexão pelos métodos dos três e quatro pontos, apresentou um coeficiente de correlação elevado, portanto, através da tensão de ruptura à flexão determinada por um dos métodos, utilizando esta equação, é possível obter-se um valor aproximado daquele que seria determinado pelo outro método.

4) Com relação à interdependência entre a EPU e o comportamento mecânico, concluiu-se que:

- houve uma tendência decrescente e considerável da resistência mecânica dos corpos cerâmicos com o aumento da severidade dos ensaios, e portanto, com o aumento da EPU.

5) Com relação ao comportamento estrutural das amostras antes e após EPU, concluiu-se que:

- não há nenhuma modificação na estrutura cristalina das amostras após ensaios de EPU;

- através da espectrometria de infravermelho observam-se variações nas absorbâncias das amostras antes e após ensaios de EPU;

- não foi possível generalizar a relação existente entre a porosidade e área específica com a EPU, devido ao número restrito de dados.

## 7 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Visando contribuir para pesquisas futuras que permitam um maior entendimento e interpretação do fenômeno da EPU dos materiais cerâmicos bem como dos seus métodos de determinação, pode-se sugerir os seguintes pontos:

- ampliar os estudos para um maior número de amostras para se ter uma maior universalidade dos dados obtidos;
- comparar os ensaios de determinação da EPU por fervura e autoclavagem, para verificar as condições de ensaios que conduzem a resultados similares ou idênticos;
- variar a granulometria do acessório quartzo na forma de areia e verificar seu efeito na determinação da EPU por dilatométrica de forma a melhor entender os ciclos de histerese formados, cuja causa é atribuída à inversão do quartzo;
- ampliar os estudos incluindo blocos cerâmicos de seis e oito furos de forma a observar seu comportamento mecânico antes e após a EPU com uso das normas da ABNT;
- procurar a relação entre o comportamento mecânico indicado no ponto anterior com o comportamento mecânico à flexão obtido pelos métodos dos três e quatro pontos;
- ampliar os estudos de espectroscopia de infravermelho, pois trata-se de um método adequado para estudo de água adsorvida;
- ampliar os estudos de porosimetria de mercúrio e área específica de forma a permitir uma visão mais ampla e se possível com correlações estatísticas;
- verificar a realização experimental do ensaio de fervura.

## **8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **Solo. Determinação do Limite de Liquidez NBR 6459**, Rio de Janeiro, 1984.

\_\_\_\_\_. **Solo. Determinação do Limite de Plasticidade-NBR 7180**, Rio de Janeiro, 1984.

\_\_\_\_\_. **Solo. Análise Granulométrica-NBR 7181**, Rio de Janeiro, 1984.

\_\_\_\_\_. **Ensaio para Certificação de Revestimentos Cerâmicos-NBR 13818**, Rio de Janeiro, 1999.

AMERICAN STANDARD, **Standard Test Methods for Flexural Properties of Plastics and Electrical Insulating Materials ASTM D790-71**, 1978.

\_\_\_\_\_. **Standard Test Method for Moisture Expansion of Fired Whiteware Products-ASTM C370-88**, 1994.

AMORÓS, J.L., SÁNCHEZ, E., CANTAVELLA, V. e MONZÓ, M., **Mechanical Properties of Green Ceramic Bodies**, QUALI, Castellón (Spain), 2000.

BAZARGHI, L. e SALGE, A., **Argilas para Materiais de Construção**, Anais ABQ 7, 38 (1948).

BOUCHER, P.S., **Accelerated Unrestrained Moisture Expansion of Unglazed Split Tiles**, J. Am. Ceram. Soc., **23** (1) 27, (1987).

BOWMAN, R., **Melhorando a Precisão das Determinações da Expansão por Umidade**, Cerâmica Industrial, **01** (4/5) 25, (1996).

CAMPOS, L. F. A., MACEDO R. S. e FERREIRA H. C., **Varição do Comportamento Mecânico de Cerâmica Vermelha em função da Expansão por Umidade (EPU) em Cerâmica Vermelha**, Anais do 43º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, SC, 1999.

CAPUTO, H.P., **Mecânica dos Solos e suas Aplicações Fundamentais**, Livros técnicos, vol.1, Rio de Janeiro, 1994.

CHIARI, L.C., OLIVEIRA, C.J., MONTEIRO, C.S., FORJAZ, N.V. e BOSCHI, A.O., **Expansão por Umidade – Parte I: O Fenômeno**, Cerâmica Industrial, **01** (01) 06, (1996a).

CHIARI, L.C., OLIVEIRA, C.J., MONTEIRO, C.S., FORJAZ, N.V., BISCARO, E.J., MARINO, L.F. e BOSCHI, A.O., **Expansão por Umidade – Parte II: Efeito da Adição de Calcita**, Cerâmica Industrial, **01** (03) 35, (1996b).

COLE, W.F., **Moisture Expansion of a Ceramic Body and its Internal Surface Area**, Nature, **196** (4850) 127, (1962).

COLE, W.F., **The Contribution of the CSIRO to the Study of the Moisture Expansion of Bricks**, J. Aust. Ceram. Soc. **22** (01) 45, (1986).

COLE, W.F. e BANKS, J.P., **Studies on the Moisture Expansion of Monocottura Floor Tiles of Australian Manufacture**, Key Engineering Materials **53-55** 185, (1991).

ENRIQUE, J., BELTRÁN, V., NEGRE,P. e FELIÚ, C., **Acuerdo Esmalte-Suporte (IV). Determinación de la Resistência al Cuarteo de Piezas Cerámicas**, Tecnica Ceram. **183** 282, (1990).

FERREIRA, H.C. , **Caracterização e Aplicações Industriais de Argilas, Caulins e Feldspatos do Nordeste Brasileiro (Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte)**, Tese de Doutorado, Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, Dezembro de 1972.

GARTON, A., **Infrared Spectroscopy of Polymer Blends, Composites and Surfaces**, Editor Hanser, New York, 1992.

GERMAN, R. M., **Sintering Theory and Practice**, John Wiley & Sons, New York, 1996.

GOMES, C.M., AMORIM, L.V., SEGADÃES, A.M.C.B. e FERREIRA, H.C., **Estudos Preliminares Visando o Uso da Dilatometria na Determinação da Expansão por Umidade (EPU)**, Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro, SP, Junho de 2000.

HILÁRIO, R. e CABRAL, T., **Diário de Pernambuco**, Recife, 29 de dezembro de 2000.

HILL, R.D., **The Rehydration of Fired Clay and Associated Minerals**, Brit. Ceram. Trans., **52** (11)589, (1953).

HOLSCHER, H.H., **Effects of Autoclave Treatments on Ceramics Bodies and Clays**, J. Am. Ceram. Soc., **14** (03) 207, (1931).

HOSKING, J.S., **Ceramic Bodies and their Chemically Sorbed Water**, J. Am. Ceram. Soc., **15** (01) 1, (1978).

HOSKING, J.S. e HUEBER, H.V., **Permanent Moisture Expansion of Clay Products on Autoclaving**, Nature, **182** (4643) 1142, (1958).

INTERNATIONAL STANDARDIZATION ORGANIZATION, ISO 10545, **Ceramic Tiles-Test Methods**, 1995.

INTERNATIONAL STANDARDIZATION ORGANIZATION, ISO 13006, **Ceramic Tiles-Definitions, Classification, Characteristics and Marking**, 1998.

**INZIGNERI, M. e FUSARINI, E., Alcune Esperienze di Invecchiamento Artificiali su Paste di Terraglia Forte. Riduzione Degli Effetti Nocivi Mediante L'Aggiunta do Correttivi, Trans. VII International Ceramic Congress, p.53, 1960.**

**LIRA, C., ALARCON, O.E., SILVEIRA, M.D.M., BIANCHI, J.A.A., HONORATO, E.L. e COSTA,L., Efeitos da Composição e da Temperatura de Queima na Expansão por Umidade de Corpos Cerâmicos, Cerâmica industrial, 02 (1/2) 27, (1997).**

**LOMAX, J. e FORD, R.W., Investigations into a Method for Assessing the Long Term Moisture Expansion of Clay Brick, Brit. Ceram. Trans. J., 82 (03) 79, (1983).**

**McBURNEY, J. W., Masonry Cracking and Damage Caused by Moisture Expansion of Structural Clay Tile, Am. Soc. Testing Materials Proc., 54 1219, (1954).**

**MENEZES, R.R., Estudo da Expansão por Umidade e de Características Cerâmicas Correlatas de Placas Cerâmicas para Revestimento, Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, CCT/ UFPB, 2001.**

**MERRIT, G.E. e PETERS, C.G., Interferometer Measurements of the Thermal Dilatation of Glazed Ware, J. Am. Ceram. Soc., 9 (06) 327, (1926).**

**MILNE, A.A., Expansion of Fired Kaolin when Autoclaved and Effect of Additives, Brit. Ceram. Trans., 57 (3) 148, (1958).**

**MIRANDA F.S., AMORIM L.V., NEVES G.A., OLIVEIRA R.A. e FERREIRA H.C., Estudos das Causas da Falência Estrutural de Edifício em Alvenaria Estrutural, Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro, SP, Junho de 2000.**

**PALMER, L.A., Volume Changes in Brick Mansory Materials, J. Am. Ceram. Soc., 14 541, (1931).**

PEREIRA, H.R., **Estudo de Composição de Argilas Naturais com Diferentes Teores de Cálcio para Utilização em Revestimentos Cerâmicos e seus Efeitos na Expansão por Umidade**, Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, CCT/ UFPB, 2002.

RICHERSON, D. W., **Modern Ceramic Engineering**, Properties, Processing and Use in Design, Second Edition, New York, 1992.

RIES, H., **Clays : Occurrence, Properties and Uses**, 3ª edição, Wiley, 1928.

ROBINSON, G.C., **The Reversibility of Moisture Expansion**, Am. Ceram. Soc. Bull. **64** (05) 712, (1985).

RODRIGUES, E., **Diário de Pernambuco**, Recife, 01 de agosto de 1997.

SANCHEZ, E., GARCIA, J., GINÉS, F. e NEGRE, F., **Aspectos a Serem Melhorados nas Características e Homogeneidade de Argilas Vermelhas Empregadas na Fabricação de Placas Cerâmicas**, 1 (3) 13, (1996).

SCHURECHT, H.G., **Methods for Testing Crazing of Glazes Caused by Increases in Size of Ceramic Bodies**, J. Am. Ceram. Soc., **11** (5) 271, (1928).

SCHURECHT, H.G. e POLE, G.R., **Effect of Water in Expanding Ceramic Bodies of Different Compositions**, J. Am. Ceram. Soc., **12** (9) 596, (1929).

SILVERSTEIN, R.M., BASSLER, C.G. e MORRIL, T.C., **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**, Editora Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1979.

SLYH, J.A., **Twenty –Year Moisture Expansion of quarry Tile**, Am. Ceram. Soc. Bull, **63** (12) 1495, (1984).

SMITH, A.N., **Moisture Expansion of Structural Ceramics**, Brit. Ceram. Trans., **54** (5) 300, (1955).

STANDARDS ASSOCIATION OF AUSTRALIAN, AS 1226.5, **Methods of Sampling and Testing Clay Building Bricks, Method for Determining Characteristic Expansion**, 1984.

SOUZA SANTOS, P. S., **Ciência e Tecnologia de Argilas**, vol. II, Editora Edgard Blucher, 2ª edição, São Paulo, 1992.

THIEMECKE, H., **Thermal and Moisture Expansion of Kaolins and Bodies Fired to Different Temperatures**, J. Am. Ceram. Soc., **23** (2) 69, (1941).

VERDUCH, A.G., **Expansión por Humedad de los Productos Cerámicos**, Bol. Soc. Esp. Cerám., 4 (3) 259, (1965).

VANGHAN, F. e DINSDALE, A., **Moisture Expansion**, Trans. Brit. Ceram. Soc., 61 (1) 1, (1962).

VAN VLACK, L.H., **Propriedades dos Materiais Cerâmicos**, Ed. Edgard Blucher Ltda, São Paulo, 1973.

YOUNG, J.E. e BROWNELL, W.E., **Moisture Expansion of Clay Products**, J. Am. Ceram. Soc., **42** 571, (1959).