



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA**



**PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E
AMBIENTAL
ÁREA DE GEOTECNIA**

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DA METODOLOGIA DE INDUÇÃO NA
DETERMINAÇÃO DA EXPANSÃO POR UMIDADE EM PLACAS
CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS**

ALBANISE EULALIO RAPOSO

CAMPINA GRANDE - PB

Abril / 2003





UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE

CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E

AMBIENTAL

ÁREA DE GEOTECNIA



**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DA METODOLOGIA DE INDUÇÃO NA
DETERMINAÇÃO DA EXPANSÃO POR UMIDADE EM PLACAS
CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS**

ALBANISE EULALIO RAPOSO

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

CAMPINA GRANDE - PB

Abril / 2003

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DA METODOLOGIA DE INDUÇÃO NA
DETERMINAÇÃO DA EXPANSÃO POR UMIDADE EM PLACAS
CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS**

Albanise Eulalio Raposo

Dissertação de Mestrado Apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil e Ambiental da
Universidade Federal de Campina
Grande-PB, para Obtenção do Grau de
Mestre.

Área de Concentração: Geotecnia

Orientador: Prof^o. Dr. Heber Carlos Ferreira

CAMPINA GRANDE - PB

Abril / 2003



R219i Raposo, Albanise Eulalio
Influencia da temperatura e da metodologia de inducao na determinacao da expansao por umidade em placas ceramicas para revestimentos / Albanise Eulalio Raposo. - Campina Grande, 2003.
73 f.

Dissertacao (Mestrado em Engenharia Civil) -
Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciencias e Tecnologia.

1. Expansao por Umidade 2. Dilatometria 3. Temperatura de Requeima 4. Autoclave 5. Fervura 6. Placas Ceramicas para Revestimentos 7. Dissertacao I. Ferreira, Heber Carlos II. Universidade Federal de Campina Grande - Campina Grande (PB) III. Título

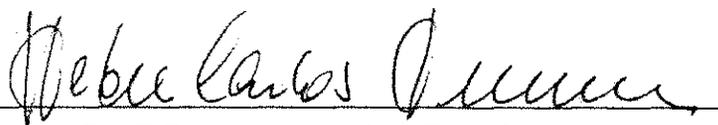
CDU 624.13:54-11(043)

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DA METODOLOGIA DE INDUÇÃO NA
DETERMINAÇÃO DA EXPANSÃO POR UMIDADE EM PLACAS
CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS

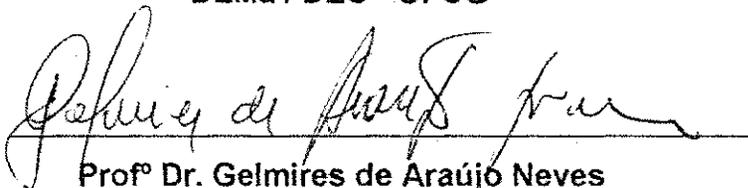
MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE
MESTRADO
DE

ALBANISE EULALIO RAPOSO

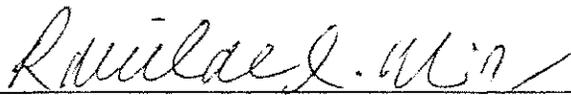
Aprovada em 04/04/2003.



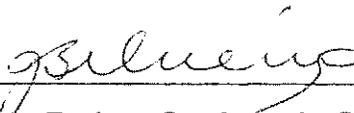
Profº Dr. Heber Carlos Ferreira
Orientador
DEMa / DEC - UFCG



Profº Dr. Gelmires de Araújo Neves
Examinador Externo
DEMa - UFCG



Profº Dr. Romilde Almeida de Oliveira
Examinador Externo
DEC - UNICAP



Profº Dr. João Batista Queiroz de Carvalho
Examinador Interno
DEC - UFCG

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, Raposo e Netinha
À minha avó, Joaquina (in memoriam)
À minha tia, Mariquinha (in memoriam) e
Aos meus irmãos.

AGRADECIMENTOS

A Deus, força inexorável que permite acreditar sempre e ver que tudo nessa vida acontece no seu tempo, que o esforço, a persistência e dedicação valem pelo objetivo alcançado.

Ao Prof^o Dr. Heber Carlos Ferreira, pela sugestão do tema e orientações.

Ao Prof^o Dr. Gelmires de Araújo Neves, pelas orientações nos ensaios, revisão de texto. E enquanto chefe do Departamento de Engenharia de Materiais pelo apoio dado à pesquisa.

Ao Prof^o Msc. Reginaldo Severo Macêdo, enquanto chefe do Departamento de Engenharia de Materiais no período inicial da pesquisa, pelo apoio sempre que solicitado.

Aos doutorandos Romualdo Rodrigues Meneses (UFSCar), Luciana Viana Amorim (UFMG) e Lizandra Fernanda Araújo Campos (UFMG), pela colaboração na pesquisa bibliográfica, no manuseio dos equipamentos e realização dos ensaios.

À Profa. Dra. Suédina Maria Lima S. Ramos, membro da equipe de chefia do Laboratório de Engenharia de Materiais, pela confiança que me foi depositada no uso de todas as dependências e equipamentos durante o período de ensaios.

À todos os professores que fazem parte do Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil e Ambiental na Área de Geotecnia .

Aos técnicos Sobreira e Rui, pela assistência durante o período de ensaios na fase de créditos; Marcos, Josenira e Sr. Chiquinho, funcionários dedicados e atenciosos que sempre colaboraram para resolver os problemas quando estes apareciam.

Em especial a Albanisa Raposo Eulálio, irmã que sempre contribuiu para minha formação profissional e pessoal, com exemplos de honestidade, competência, caráter e acima de tudo, amor, paciência e justiça.

Ao amigo e companheiro, Prof^o Marcelo Costa Guimarães, grande incentivador, que em momentos difíceis e alegres não me faltou com seu apoio, que fortaleceram nossa amizade e a determinação em buscar novos caminhos para ampliar meus conhecimentos.

Ao Prof. Msc. Euller Soares Franco pela colaboração na tradução do abstract.

A todos os colegas do mestrado em Geotecnia, e aos doutorandos, iniciação científica e mestrandos de engenharia química, que faziam pesquisa no Laboratório de Engenharia de Materiais, pela amizade e momentos de descontração nas horas mais difíceis.

À Associação Técnico Científica Ernesto de Oliveira Junior (ATECEL), pelo bolsa auxílio.

E a todos que, direta e indiretamente, colaboraram para a realização desse trabalho.

Meus sinceros agradecimentos!

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DA METODOLOGIA DE INDUÇÃO NA DETERMINAÇÃO DA EXPANSÃO POR UMIDADE EM PLACAS CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS.

RESUMO

A falta de controle de qualidade das placas cerâmicas tem reduzido, bastante, a vida útil desses produtos em uso, colocando à prova suas características, a exemplo da expansão por umidade e os métodos para sua determinação e indução.

O presente trabalho de pesquisa buscou estudar a influência da temperatura na determinação da expansão por umidade "Atual" por dilatométrica. E usando a metodologia de indução por autoclave em 1, 2 e 4 horas e por fervura em 24, 48 e 96 horas, buscou estabelecer uma correlação para identificar um tempo em que os resultados da expansão por umidade "Potencial" fossem iguais ou muito próximos e realizar estudo de caso.

Com esse propósito, foram estudados dois tipos de placas cerâmicas de base vermelha e dois tipos de base branca, originárias dos Estados de São Paulo e do Ceará. As amostras de base branca foram provenientes de descolamento de pisos de edificações na Cidade de Cabedelo e Campina Grande, ambas no Estado da Paraíba.

Dessas placas cerâmicas, obteve-se corpos de prova que foram submetidos aos ensaios de análise química, determinação da absorção de água, resistência ao gretamento e expansão por umidade, segundo a ABNT.

Os resultados obtidos permitiram concluir que não houve influência da temperatura de requeima, tanto na determinação das expansões por umidade "Atual" quanto à "Potencial". Os resultados da expansão por umidade "Potencial" no período de tempo de 1 hora por autoclavagem, corresponderam a aproximadamente os resultados obtidos por fervura em 96 horas e os resultados obtidos nos tempos de 1 e 4 horas por autoclavagem, corresponderam a aproximadamente duas vezes os resultados das expansões nos tempos de 24 e 48 horas por fervura, respectivamente. Quanto ao estudo de caso, ficou comprovada a influência da expansão por umidade para o descolamento das peças do piso.

**INFLUENCE OF THE TEMPERATURE AND OF THE METHODOLOGY OF
INDUCTION IN THE DETERMINATION OF THE MOISTURE EXPANSION IN
FLOOR TILES FOR COVERINGS.**

ABSTRACT

The lack of control in the quality of floor tiles has been reducing the life span of these products when in use, so we should think about their characteristics, for example, moisture expansion and the methods to determine and induce it.

The present work studied the influence of the temperature in determining the "current" moisture expansion by dilatometry. I was used autoclaved and boiled methods in 1, 2, 4 and 24, 48, 96 hours respectively, we looked for a relationship where the results of the "potential" moisture expansion were equal or very close, to study them. With this purpose, we studied two types of red floor tiles and two of white one, which come from São Paulo and Ceará States. The white ones come from Cabedelo and Campina Grande in Paraíba. These floor tiles were submitted to routine chemical analysis, determination of water absorption, resistance to crazing and moisture expansion, according to ABNT. To the results we concluded that there was no influence of the temperature, in determining both "current" moisture expansion and the "potential" one. The results of the "potential" moisture expansion when autoclaved during 1 hour were close to the ones got by boiling in 96 hours and the results to 1 and 4 hours to the autoclaved method were almost two times the results of the expansions that used the boil method in 24 and 48 hours respectively. So it displacement of the floor pieces.

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ABNT	: Associação Brasileira de Normas Técnicas.
ASTM	: American Society for Testing and Materials.
CSIRO	: Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization.
DBR	: Division of Building Research.
DEMa	: Departamento de Engenharia de Materiais.
DEC	: Departamento de Engenharia Civil.
EPU	: Expansão por Umidade.
EN	: European Normes.
ISO	: International Organization for Standardization.
NBR	: Norma Brasileira Registrada.
UFMG	: Universidade Federal de Campina Grande.
UFSCar	: Universidade Federal de São Carlos.
UFSC	: Universidade Federal de Santa Catarina.
UFPE	: Universidade Federal de Pernambuco.
UNICAP	: Universidade Católica de Pernambuco.
USP	: Universidade de São Paulo.
AQ	: Aquecimento.
As	: Área Superficial.
An	: Amostras Novas.
Au	: Amostras Usadas.
Abs	: Absorção de Água.
A / S	: Razão, Alumina / Sílica.
DRX	: Difração de Raios X.
E	: Módulo de Elasticidade.
in	: Dentro.
K / A	: Razão, Óxido de Potássio / Alumina.
m	: Massa.
MPa	: Unidade de Pressão do Sistema Internacional de Unidades.
MEV	: Microscopia Eletrônica de Varredura.
(N + K) / A	: Razão, Álcalis / Alumina.
psi	: Unidade de Pressão do Sistema Inglês de Unidades.
α	: Quartzo Alfa.

β	: Quartzo Beta.
γ	: Energia Superficial.
ε	: Deformação.
μ	: Micro , 10^{-6}
σ	: Tensão Superficial.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Codificação dos grupos de absorção de água em função dos métodos de fabricação	38
Tabela 2 - Pesagem dos corpos de prova e exatidão de pesagem em função da massa em gramas.	38
Tabela 3 - Composição química das placas cerâmicas estudadas.	44
Tabela 4 - Razões alumina/sílica (A/S), álcalis/alumina ((N+K)/A), óxido de potássio/ alumina (K/A) (%)....	46
Tabela 5 - Ensaio de absorção de água das placas cerâmicas estudadas.	47
Tabela 6 - Ensaio de resistência ao gretamento das placas cerâmicas estudadas.	48
Tabela 7 - EPU "Atual" das placas cerâmicas, determinada por dilatométrica, nas temperaturas de 550, 575 e 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C / min com patamar de 2 horas.....	50
Tabela 8 - EPU "Potencial" das placas cerâmicas, determinada por dilatométrica (2ª requeima), nas temperaturas de 550, 575 e 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C / min, com patamar de 2 horas, após processos de indução em autoclave por 1, 2 e 4 horas e pressão de 0,7 MPa (100psi) e por fervura por 24, 48 e 96 horas.....	55

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** -Variação da EPU de massas cerâmicas contendo diferentes teores de calcita com as temperaturas de queima de 1000, 1050 e 1100°C..... 12
- Figura 2** - Efeito da composição na EPU de argilas comerciais nas razões (a) álcalis / alumina e b) Alumina / Sílica..... 14
- Figura 3** - (a)Porosidade e expansão por umidade versus temperatura de queima: A, porosidade total; B, poros com diâmetros de 0,01 - 0,02 μ ; C, poros com diâmetros de 0,02 - 0,04 μ ; D, poros com diâmetros de 0,04 -0,08 μ ; E, poros com diâmetro de 0,02 - 0,08 μ ; F, poros com diâmetros de 0,2 - 0,4 μ ; G, poros com diâmetros de 0,4 - 0,77 μ ; H , poros com diâmetros de 0,77 - 1,66 μ ; I , expansão natural após 90 dias; (b)área específica e expansão por umidade versus temperatura de queima: A, área específica total; B, área específica a partir do volume de poros com diâmetros de 0,77 - 0,88 μ ; C, área específica a partir do volume de poros com diâmetros 0,2 -0,77 μ ; D, expansão natural após 90 dias..... 16
- Figura 4** - Relação entre a expansão por umidade em autoclave 0,5 horas e 0,35 MPa (50psi), área específica e temperatura de queima de cerâmica branca..... 17
- Figura 5** - Efeito da temperatura de queima na EPU (após autoclavagem) de argilas comerciais..... 21

Figura 6 - (a) Curva típica de reaquecimento a baixas temperaturas de uma peça cerâmica com expansão por umidade e (b) curva típica de reaquecimento a altas temperaturas sem expansão por umidade.	24
Figura 7 - Comparação entre EPU em autoclave 3 horas e 2,03 MPa (295 psi) em vapor saturado à 213°C, e a expansão atmosférica(4 meses de exposição) de materiais argilosos.....	28
Figura 8 - Expansão por umidade de cerâmica branca porosa após exposição a vapor em diferentes pressões.....	29
Figura 9 - EPU "Potencial" em função do tempo de indução após queima em três temperaturas.	30
Figura 10 - (a) e (b) Falhas (fissuras e trincas) ou "pop up", descolamento das placas cerâmicas do piso, que ocorreram no Laboratório de Solos II, Campus I, da UFCG.....	35
Figura 11 - Fluxograma para determinação da absorção de água.	39
Figura 12 - Fluxograma para determinação da resistência ao gretamento.....	40
Figura 13 - (a) Local de estocagem das placas cerâmicas para revestimento utilizado no estudo, (b) e (c) Corpos de prova utilizados no estudo e respectiva forma de armazenamento.....	41
Figura 14 -(a) Equipamento de Análises Térmicas da BP Engenharia, modelo RB 3000, primeiro forno à esquerda dilatometro utilizado, (b) Forno da EDG Equipamentos, modelo FC-2 EDG3P-S.....	42

Figura 15- (a) Autoclave – Engineering Laboratory Equipment – LTD, modelo EL38-380 (b) Equipamento de Fervura.....	42
Figura 16- Fluxograma para determinação das EPU's "Atual" e "Potencial".	43
Figura 17 – Analise Térmica Diferencial (ATD), na temperatura de 1000°C com velocidade de 12,5°C/ min das quatro amostras estudadas.....	47
Figura 18 - Curvas dilatométricas (1ª requeima), determinação da EPU "Atual", das amostras estudadas, nas temperaturas: (a) 550°C (b) 575°C e (c) 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C / min, com patamar de 2 horas.....	50
Figura 19 - EPU "Atual" versus temperaturas de 1ª requeima.....	52
Figura 20 - Curvas dilatométricas (2ª requeima) determinação da EPU "Potencial", das amostras estudadas, nas temperaturas (a) 550°C (b) 575°C e (c) 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C / min, com patamar de 2 horas, após tratamento de indução em autoclave numa pressão de 0,7MPa (100 psi), nos períodos de 1, 2 e 4 horas.....	54
Figura 21 - Curvas dilatométricas (2ª requeima), determinação da EPU "Potencial" das amostras estudadas nas temperaturas: (a) 550°C (b) 575°C e (c) 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C / min, com patamar de 2 horas, após tratamento de indução por fervura nos períodos de 24, 48 e 96 horas.....	55
Figura 22 - Relação entre os tempos de tratamento de indução em autoclave de 1, 2 e 4 horas à pressão de 0,7MPa	

(100 psi) nas temperaturas de 550, 575 e 600°C e a EPU "Potencial".....	57
Figura 23 - Relação entre os tempos de tratamento de indução por fervura em 24, 48 e 96 horas nas temperaturas de 550, 575 e 600°C e a EPU "Potencial".....	57
Figura 24 - Relação entre as EPU's "Potenciais" em autoclave à 0,7MPa (100 psi) em 1, 2 e 4 horas e por fervura em 24, 48 e 96 horas, nas temperaturas de 550, 575 e 600°C.....	58
Figura 25 - Descolamento das Placas - Hospital Garden, Campina Grande - PB (a) Piso e (b) Roda pé.....	59
Figura 26 - Placas cerâmicas utilizadas no Edifício Porto Vallarta na Cidade de Cabedelo – PB (a) flecha de aproximadamente 2 cm separam as placas da massa de assentamento (b) faixa de descolamento e efeito "pop up".....	60

SUMÁRIO

Banca Examinadora.....	i
Dedicatória.....	ii
Agradecimentos.....	iii
Resumo.....	v
Abstract.....	vi
Símbolos e Abreviaturas.....	vii
Lista de Tabela.....	ix
Lista de Figuras.....	x
SUMÁRIO	xiv
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	1
1.1. Objetivo Geral	2
1.2. Objetivos Específicos	2
CAPITULO II - REVISÃO BIBLIOGRAFICA	3
2.1 Placas Cerâmicas para Revestimentos	3
2.2 Composição das Placas Cerâmicas para Revestimentos	4
2.3 Expansão Por Umidade - EPU	6
2.3.1 Origem da EPU.....	8
2.3.2 Aspectos Microestruturais e a EPU.....	10
2.3.2.1 Origem e Contribuição das Fases Cerâmicas.....	10
2.3.2.2 Composição Química.....	11
2.3.2.2.1 Influência da Adição de CaCO_3 e MgCO_3 na EPU.....	11
2.3.2.2.2 Influência da Adição de Álcalis e das Relações Álcalis/Alumina($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$) e Alumina/Silica($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$).....	13
2.3.2.3 Porosidade e Área Específica na EPU.....	15
2.4 Determinação da EPU	18
2.4.1 Métodos de Medição e Tratamento de Indução.....	18

2.4.2	Influência da Temperatura na EPU.....	20
2.4.3	Determinação da EPU "Atual".....	22
2.4.4	Determinação da EPU "Potencial".....	27
2.5	Falhas e Danos Estruturais Resultantes da EPU.....	33
2.6	Conclusão.....	35
CAPÍTULO III - MATERIAIS E MÉTODOS.....		36
3.1	 Materiais.....	36
3.2	 Métodos.....	37
3.2.1	Ensaio de Caracterização Química.....	37
3.2.1.1	Análise Química.....	37
3.2.2	Ensaio de Caracterização Física.....	37
3.2.2.1	Determinação da Absorção de Água.....	37
3.2.2.2	Determinação da Resistência ao Gretamento.....	39
3.2.3	Determinação da EPU.....	40
3.2.3.1	1ª Etapa.....	41
3.2.3.2	2ª Etapa :Primeira Requeima.....	41
3.2.3.3	3ª Etapa :Ensaio de Indução por Autoclavagem e por Fervura.....	42
3.2.3.4	4ª Etapa:2ª Requeima por Dilatometria.....	43
CAPÍTULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....		44
4.1	Ensaio de Caracterização.....	44
4.1.1	Composição Química.....	44
4.1.2	Absorção de Água.....	48
4.1.3	Resistência ao Gretamento.....	48
4.2	Expansão por Umidade.....	49
4.2.1	EPU "Atual".....	50
4.2.2	EPU "Potencial".....	53
4.2.3	Estudo de Caso.....	59

CAPÍTULO V – CONCLUSÕES	61
CAPÍTULO VI – SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	63
CAPÍTULO VII – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64
GLOSSÁRIO	71

As placas cerâmicas para revestimentos fazem parte do conjunto de materiais de construção que garantem beleza, higiene, durabilidade e valorização das construções.

Atualmente, com a evolução dos sistemas construtivos, a abundância de matérias primas, modernização das empresas houve uma ampliação significativa na produção e usos desses materiais. Entretanto, alguns fabricantes deixam a desejar no que se refere à qualidade das placas cerâmicas para revestimentos. Nesse sentido houve a modernização das normas brasileiras com o objetivo, de orientar a produção, pois muitas características e propriedades desses produtos estão sendo colocados à prova, quando comparados com as características e qualidade dos produtos externos, a exemplo da expansão por umidade (EPU) e os métodos para sua determinação.

A EPU é um fenômeno que provoca aumento nas dimensões de alguns materiais cerâmicos quando em contato com a água, seja na forma líquida ou de vapor.

A EPU foi intensamente estudada pelos institutos de pesquisas australianos de 1926 a 1992, em decorrência de grandes problemas estruturais ocorridos na Austrália. As várias pesquisas realizadas foram com o objetivo de esclarecer os mecanismos que levavam as peças cerâmicas ao gretamento do vidro, ao descolamento de pisos e alvenaria, ao rompimento de tijolos, etc. Nesse período, foram evidenciados os aspectos microestruturais, tais como, a origem e mecanismos do fenômeno, a origem e contribuição das fases constituintes do produto sinterizado, a composição química, a porosidade e área específica, entre outros. Todas essas pesquisas levaram em consideração a metodologia de tratamento térmico e de indução da EPU, para sua determinação em altas e baixas temperaturas e pressões.

A determinação da EPU envolve uma série de questões, dentre elas, uma maneira de minimizar controvérsias existentes, a exemplo da

influência de tratamento térmico e dos métodos de indução por fervura e autoclavagem na determinação das EPU's "Atual" e "Potencial".

Este trabalho de pesquisa dá continuidade a uma série de outras pesquisas realizadas desde 1999 pelo Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), em parceria com o Departamento de Engenharia Civil (DEC) (2002), com o objetivo de ampliar os conhecimentos a cerca do fenômeno e da determinação da EPU, abordando os seguintes objetivos.

1.1 – Objetivo Geral

Estudar a EPU "Atual" e "Potencial", inicialmente fazendo-se a caracterização química e física das placas cerâmicas para revestimentos; identificar aspectos que afetam a sua determinação e buscar correspondências entre as metodologias de indução.

1.2 – Objetivos Específicos

Determinar a influência da temperatura de requeima de 550, 575 e 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C/min, e patamar de 2h, por dilatométrica, na determinação da EPU "Atual".

Utilizando-se os métodos de indução por fervura e autoclavagem nos períodos respectivos de 24, 48 e 96 h e (1, 2 e 4 h numa pressão de 0,7MPa (100psi)), buscar estabelecer uma correspondência entre os dois métodos e demonstrar um período de tempo em que os resultados das EPU's "Potenciais" sejam iguais ou muito próximas.

Realizar estudo de caso em placas cerâmicas que sofreram descolamento de piso em edificações nas Cidades de Campina Grande e Cabedelo, ambas no Estado da Paraíba.

2.1 PLACAS CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS

Desde os primórdios, o homem faz uso da cerâmica para revestimento, inicialmente azulejos de faiança e pisos de terracota (Cerâmica Porto Ferreira, 2000) de uso restrito à elite. Mas com a evolução e popularização de novos sistemas construtivos e a abundância de matérias primas, a cerâmica para revestimento deixou de ser um artigo para poucos e passou a ser um produto de demanda abrangente entre as classes sociais, garantindo economia, praticidade, higiene, segurança, durabilidade, resistência e valorização das construções, (Enrique *et al.*, 1996).

Atualmente, a tecnologia construtiva brasileira, baseada no projeto e na construção com sistemas estruturais em concreto armado e sistemas de vedação, predominantemente em alvenaria de blocos cerâmicos e as características climáticas do país asseguraram um elevado potencial de uso de placas cerâmicas para revestimento em pisos e alvenaria, (Just & Franco, 2001).

Em função demanda de usos desses produtos nos anos 80 e especialmente nos anos 90, a indústria brasileira de cerâmica e o respectivo setor de cerâmicas para revestimentos aprofundaram o processo de reestruturação com a modernização e adaptação das empresas com investimentos em equipamentos modernos, novas tecnologias e no desenvolvimento dos chamados "novos produtos cerâmicos", (Gorini & Correa, 1999).

E como consequência da diversidade de produtos e usos, surgiu a necessidade de normas atualizadas e condizentes com a evolução das mudanças, imprimindo um controle de qualidade que orientasse a produção e comercialização dos produtos cerâmicos, (Mota *et al.*, 1998; Cerâmica Porto Ferreira, 2000).

Diante dessa situação, a Secretaria Especial de Desenvolvimento Urbano da Presidência da República, divulgou o “Programa Setorial da Qualidade de Placas Cerâmicas para Revestimento”, com data de atualização em 16 de agosto de 2001, cujo objetivo é “criar mecanismos para combater a não conformidade na fabricação das placas cerâmicas para revestimentos, gerando uma mudança industrial e de mercado, provocando uma demanda específica da qualidade e garantindo a conformidade com as normas brasileiras NBR 13816, 13817 e 13818/97, abrangendo, respectivamente, Nomenclatura, Classificação e Especificações e Métodos de Ensaio”.

A norma brasileira NBR 13816/97 define revestimento como: “conjunto formado pelas placas cerâmicas, argamassa de assentamento e pelo rejunte”. E as placas cerâmicas para revestimentos são definidas como: “material composto de argila e outras matérias primas inorgânicas, geralmente utilizadas para revestir pisos e paredes, sendo conformadas por extrusão, prensagem, ou outros processos de conformação, podendo ser esmaltadas ou não esmaltadas”.

2.2 COMPOSIÇÃO DAS PLACAS CERÂMICAS PARA REVESTIMENTOS

As placas cerâmicas para revestimentos esmaltadas, constituem um segmento da indústria de transformação, inserido no ramo de minerais não metálico e têm, como atividade, a produção de pisos e azulejos, representando juntamente com a cerâmica estrutural vermelha (tijolos, telhas e refratários), as louças, a cal e o vidro, uma cadeia produtiva que compõe o complexo industrial de materiais de construção, (Gorini & Correa, 1999).

Na produção de placas cerâmicas para revestimentos, grande variedade de matérias-primas são utilizadas, todas encontradas na natureza e classificadas como plásticas e não-plásticas. Embora ambas exerçam funções ao longo de todo o processo cerâmico, as matérias-primas plásticas são essenciais na fase de conformação, enquanto as não-plásticas atuam mais na fase de processamento térmico. As principais matérias-primas utilizadas no preparo das massas de revestimentos são argilas plásticas (queima branca ou clara), caulim e argilas fundentes (queima vermelha). Dentre as matérias-

primas não-plásticas, destacam-se os filitos, fundentes feldspáticos (feldspato, granito, sienito, etc.), cal, carbonatos (calcário e dolomita), sendo que o filito e o talco também apresentam características plásticas. O quartzo (material não-plástico) geralmente, já está incorporado a outras substâncias minerais (argilas, filitos e fundentes feldspáticos), (Motta, Cabral & Tanno, 1998).

Para a produção dos esmaltes (utilizados para o acabamento de revestimentos) utilizam-se também outros compostos minerais, que constituem seus três componentes básicos: elementos opacificadores e refratários, que determinam as propriedades finais do vidro (estanho, zinco, zircônio e alumínio), e elementos vítreos, que formam o corpo do esmalte (quartzo e feldspato), (Gorini & Correa, 1999; Oliveira, 2000).

Do ponto de vista do processo produtivo e tecnológico, as placas cerâmicas para revestimentos são, usualmente, agrupadas de acordo com a forma de queima, oriundas de biqueima tradicional, biqueima rápida e monoqueima porosa (monoporosa). Na biqueima tradicional, as peças são submetidas a dois ciclos de queima distintos, diferindo da biqueima rápida por essa apresentar um tempo de queima bem inferior. Já na monoporosa, há apenas um ciclo de queima, com velocidade de aquecimento semelhante ao da biqueima rápida (Oliveira, 2000).

Em face à diversidade das matérias-primas, utilizadas nas composições das massas cerâmicas e novos equipamentos, se faz necessário que a indústria brasileira de cerâmicas para revestimentos invista em pesquisas buscando ampliar os conhecimentos referentes aos processos de fabricação, as características das placas cerâmicas para revestimento, a exemplo da expansão por umidade (EPU), dos métodos de medição, tratamento térmico e de indução para sua determinação. Desta forma, contribuindo para preencher algumas lacunas existentes no controle de qualidade entre alguns fabricantes e consolidar a tecnologia nacional, fazendo com que os produtos brasileiros possam competir no mercado globalizado, no mesmo nível de qualidade e desempenho dos produtos externos.

2.3 EXPANSÃO POR UMIDADE – EPU

A EPU é um fenômeno caracterizado pela ação da água na forma líquida ou de vapor, quando em contato com alguns materiais cerâmicos provoca aumento nas suas dimensões (Chiari *et al.*, 1996a). Este fenômeno ocorre lentamente e deve-se à adsorção física e química da água pelas fases constituintes do produto sinterizado (Bowman, 1996).

As primeiras referências acerca do fenômeno da EPU em materiais cerâmicos foram publicadas em 1926 por Merrit e Peters, apontando a EPU como uma das causas do gretamento do vidro de cerâmica branca.

Schurecht (1928), publicou um trabalho pioneiro abordando a utilização do processo de indução da EPU de peças cerâmicas e neste concluiu que o gretamento retardado era causado por expansões do corpo, devido ao referido fenômeno e não por falha devido à fadiga do esmalte; e nesse estudo ficou evidenciado a existência de correlações entre a expansão de corpos cerâmicos autoclavados e sua expansão natural.

Schurecht e Pole (1929), deram início a estudos relacionados com a influência da composição química dos corpos cerâmicos na sua EPU e observaram a influência de silicatos amorfos no aumento da EPU e aditivos como carbonatos de cálcio e magnésio na sua redução. Ficou também evidenciado no estudo que o grau de vitrificação dos corpos cerâmicos tinha influência nas suas expansões.

Holscher (1931), analisou o comportamento das argilas quando submetidas ao processo de indução da EPU por autoclavagem, e observou a influência da composição química sobre a EPU, mencionando que corpos com presença de feldspato apresentavam expansão maior que aqueles compostos por argila pura. Neste mesmo trabalho, mostrou que compostos não aquosos na forma líquida, tais como parafina e xileno, também podem influenciar a EPU, mesmo que em menor magnitude que a causada pela água.

Smith (1955), introduziu pela primeira vez, a teoria de que a EPU era causada pela diminuição da energia superficial dos corpos quando a umidade era adsorvida à sua superfície. No mesmo artigo, Smith apresentava

evidências experimentais que confirmavam a sua teoria. Este trabalho constituiu-se até hoje o principal fundamento utilizado no estudo da EPU.

Milne (1958), evidencia o efeito da adição dos carbonatos (sódio, potássio e cálcio) à massa cerâmica, verificando que a EPU aumenta em função da formação de fase vítrea em baixas temperaturas. Foi também o pioneiro em estudar o efeito da EPU frente à temperatura de queima, sendo aperfeiçoado por Young (1959).

A EPU tornou-se um problema sério na Austrália e foi extensivamente estudada pelos institutos de pesquisas australianos, que analisaram a influência da composição química e microestrutura sobre a EPU e métodos de ensaios para sua determinação, realizando estudos que abordavam o tratamento em autoclave de blocos cerâmicos, a fim de acelerar sua EPU antes do uso. Dentre as instituições australianas, destacam-se o Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization (CSIRO), Division of Building Research (DBR) que, em conjunto com os demais centros de pesquisas australianos elaboraram a maior parte das publicações presentes na literatura mundial abordando a EPU no período de 1926 a 1992 .

Simultaneamente, outras entidades (universidades, institutos de pesquisas etc.) passaram a desenvolver pesquisas no sentido de buscar a metodologia mais adequada para determinação da expansão “Atual” ou seja, expansão sofrida pelos corpos cerâmicos em serviço e prever a expansão “Potencial” ou expansão futura. Nessas pesquisas, foram analisados: a velocidade de aquecimento e temperatura máxima na requeima, o tempo de permanência nessa temperatura, bem como qual o tipo de processo de indução (imersão a pressão atmosférica, fervura e autoclave) que fornecem valores mais realísticos sobre a expansão potencial dos produtos cerâmicos. Tendo esses estudos influenciados as normalizações hoje existentes, todavia muitas controvérsias e divergências ainda existem quanto a esses procedimentos, tanto no que se refere aos ciclos de queima como aos processos de indução para prever a EPU “Potencial”.

No Brasil, diversas universidades têm desenvolvido pesquisas sobre a EPU, a exemplo da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), e Universidade Federal de Campina Grande(UFCG). Na UFSCar, as pesquisas foram desenvolvidas com

o objetivo de identificar a influência da adição de carbonatos de cálcio e magnésio sobre a EPU de corpos cerâmicos (Chiari *et al.*, 1996). Na UFSC, pesquisas tiveram o objetivo de estudar o efeito de carbonato de cálcio, magnésio e lítio e do ciclo de queima na expansão por umidade de materiais cerâmicos porosos para revestimento (Lira, 1997). E na UFCG, a partir de 1999, o Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) em parceria com o Departamento de Engenharia Civil (DEC) vem dedicando-se ao estudo da EPU, em virtude da falência estrutural de três prédios situados na Grande Recife (PE), sendo evidenciado a EPU como uma das prováveis causas dos danos estruturais nos edifícios; a EPU das argilas paraibanas utilizadas na confecção de tijolos (Campos *et al.*, 1999); a EPU de tijolos pernambucanos (Ferreira *et al.*, 2000) e (Neves *et al.*, 2000); estudos preliminares visando o uso da dilatométrica na determinação da EPU (Amorim *et al.*, 2000); estudo da expansão por umidade e de características correlatas de placas cerâmicas para revestimento (Menezes, 2001); o estudo das argilas naturais com diferentes teores de cálcio para utilização em revestimentos cerâmicos e seus efeitos na EPU (Pereira, 2002); e o estudo da expansão por umidade em blocos cerâmicos do estado da Paraíba (Campos, 2002).

Nesse levantamento bibliográfico observou-se grande empenho dos pesquisadores e institutos de pesquisas no estudo do fenômeno da expansão por umidade, onde ficou evidenciado grandes contribuições para o melhor entendimento do fenômeno.

2.3.1 Origem da EPU

O fenômeno da EPU aponta a energia superficial dos sólidos como o fator mais importante no processo. “Analisando a atração intermolecular, a superfície de um sólido possui o que para os líquidos é chamada de tensão superficial, e esta é responsável por uma compressão para o interior do sólido. Se a água ou outro líquido é adsorvido, esta adsorção irá reduzir a energia superficial do sólido. Quando esta tensão é reduzida, o sólido comporta-se elasticamente e expande” (Smith, 1955).

Neste contexto, os átomos que se encontram na superfície do corpo sólido situam-se em um nível de energia mais elevado que os átomos

que se encontram no interior, pois estes últimos estão quimicamente ligados a seus átomos vizinhos. Já os átomos de superfície, por se encontrarem distantes uns dos outros, não conseguem completar suas ligações com os átomos vizinhos e, portanto, buscam reduzir a sua energia, interagindo física ou quimicamente com os átomos do meio no qual o corpo sólido se encontra. A energia superficial é a energia que resulta desta interação dos átomos da superfície do sólido com o meio, relativamente à energia dos átomos no interior do corpo sólido (Chiari *et al.*, 1996a).

Sendo a energia superficial (γ) expressa em termos da energia por unidade de área específica, a energia superficial (E_s) de um sólido é dada por:

$$E_s = \gamma \cdot \text{Área Específica} \quad (1)$$

Na natureza, tudo tende para um estado mais baixo de energia. De acordo com esse princípio, os átomos da superfície tendem a exercer uma compressão sobre os átomos do interior, diminuindo a área superficial e, conseqüentemente, a energia superficial do sólido (E_s). Essa compressão exercida pelos átomos da superfície é denominada tensão superficial do sólido, (Chiari *et al.*, 1996a).

Em vista ao exposto, pode-se concluir que a área superficial (e sua acessibilidade), a energia superficial e o módulo de elasticidade do produto são os fatores determinantes da EPU. O módulo de elasticidade (E) relaciona a rigidez do sólido à deformação por absorção de água e é expresso como uma medida de tensão (σ) em MPa, necessária para produzir uma deformação unitária da peça cerâmica (ε) em cm/cm, (Van Vlack, 1984), sendo expresso pela equação:

$$E = \sigma / \varepsilon \quad (2)$$

Logo, quanto maior o módulo de elasticidade (E) do material, menor a deformação que ocorrerá devida à expansão por umidade.

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 uma

considerável redução da tensão superficial quando a umidade é adsorvida em sua superfície e que possuam baixo módulo de elasticidade (Chiari *et al.*, 1996a).

2.3.2 Aspectos Microestruturais e a EPU

2.3.2.1 Origem e Contribuição das Fases Cerâmicas

Os minerais que entram na composição das matérias-primas das placas cerâmicas contêm água em suas partículas, porém no processo de queima durante a fabricação essa água é volatilizada, e com a continuação desse processo originam-se as fases cerâmicas classificadas como fases amorfas, vítreas e cristalinas (Bauer & Rago, 2000).

As fases amorfas são decorrentes dos resíduos de minerais argilosos não devidamente sinterizados, têm tudo para apresentar alta EPU, pois possuem grande área específica e grande energia superficial (Cerâmica Porto Ferreira, 2000), a exemplo da sílica amorfa, cuja tensão superficial e área específica apresentam elevada magnitude, por isso tem grande contribuição para EPU (Chiari *et al.*, 1996a).

As fases vítreas são produzidas pela fusão parcial das argilas que contêm álcalis (principalmente sódio e potássio) em seu estado inicial, possuem baixa área específica e tensão superficial e permitem a propagação dos íons modificadores de estrutura para a superfície (Hill, 1953). Contudo, em contato com a água fervente ou na forma de vapor atmosférico, ocorre o 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), (Chiari *et al.*, 1996a). Esta lixiviação provoca, ainda, a abertura de poros (inicialmente fechados), aumentando a área acessível à adsorção da água e, portanto, a EPU (Verdusch, 1965). Entretanto, as EPU's dessas fases não apresentam tanto significado quanto às das fases amorfas.

As fases cristalinas são caracterizadas por apresentarem novas superfícies criadas pela fratura de materiais cristalinos, apresentando

considerável número de valências livres, interagindo com outros elementos e, dessa forma, reduzindo seu estado energético, devido ao fato de sua área específica ser muito baixa, em relação às fases amorfas. Sua capacidade de adsorção de água é relativamente pequena e não contribuem para EPU (Hill, 1953).

Diante dessa abordagem, pode-se concluir que há uma estreita relação entre as fases cerâmicas descritas e a EPU, pois logo após a fabricação, ocorrerá a “rehidratação” por adsorção de água, em forma de vapor de umidade natural e do meio ambiente, principalmente das fases amorfas e vítreas.

A hidratação por adsorção provoca um aumento dos compostos presentes, expandindo o corpo cerâmico, (Bauer & Rago, 2000). Porém, estudos relativos à natureza do processo de adsorção e com o efeito de fatores externos evidenciaram que outras variáveis têm grande influência sobre ele, tais como: tempo de exposição, natureza da exposição, características físicas e a composição química do corpo (Bowman, 1997).

2.3.2.2 Composição Química

Os estudos relacionando a composição dos corpos cerâmicos com a EPU iniciaram-se em 1929 com Schurecht e Pole, obtendo como resultado uma estreita relação da EPU com os aditivos utilizados na pesquisa, destacando-se os carbonatos de cálcio e magnésio, que influenciaram na sua redução.

2.3.2.2.1 Influência da Adição de CaCO_3 e MgCO_3 na EPU.

Chiari *et al.*, (1996b) observaram que a adição de calcita (15%) à massa cerâmica eliminou praticamente a EPU, contudo observou que, com teores maiores que este, houve um aumento desta, provavelmente devido à presença de CaO livre, que ao reagir com água, se hidrata e expande. Verificaram também que composições, contendo mais que 5% de calcita, não apresentavam variações significativas da EPU com a temperatura de queima. A

análise por DRX 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 wallastonita ($\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$). A formação de fases de cálcio, como ghelenita, anortita e a wallastonita afetam significativamente a EPU, pois estas fases resultam da reação do óxido de cálcio, proveniente da decomposição da calcita, com as fases amorfas provenientes das transformações do material argiloso durante o aquecimento. Essa fase amorfa é um dos principais responsáveis pela EPU e foi justamente a transformação dela em fases de cálcio que levou a redução do referido fenômeno. Como ilustrado na Figura 1.

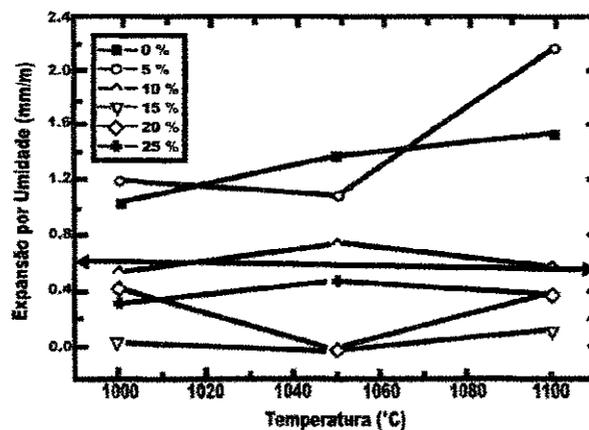


Figura 1 - Variação da EPU de massas cerâmicas contendo diferentes teores de calcita com temperatura de queima (Chiari *et al.*, 1996b).

Um outro aspecto a ser abordado acerca da utilização dos carbonatos de cálcio e magnésio é o fato de poderem propiciar elevada porosidade à peça (dependendo da temperatura de queima), e uma peça porosa é muito acessível à água, hidratando as fases amorfas e vítreas presentes, o que pode causar um aumento de tamanho da peça queimada e originar curvaturas ou gretamento no vidro. 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 ao produto (Sanchez, Garcia & Nègre, 1996). Esta condição foi confirmada por estudos de Yetka e Alizadeh (1996), ao observarem que peças com elevada porosidade apresentaram EPU menor que

peças com baixa porosidade, em virtude da presença das fases cristalinas oriundas da adição de carbonato de cálcio e magnésio à massa cerâmica.

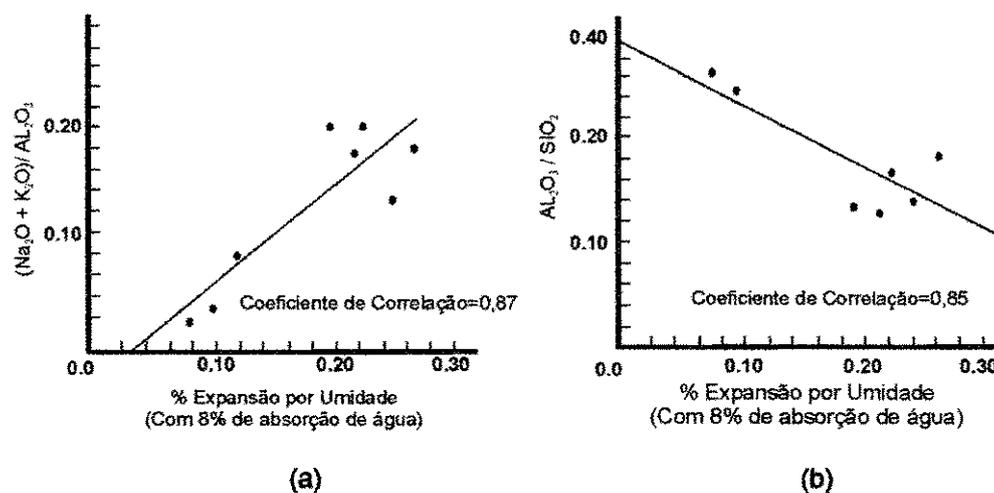
Assim fica evidente que os óxidos formados pela decomposição do CaCO_3 e MgCO_3 , podem reagir com a água e formar os hidróxidos correspondentes, provocando expansão. Então, para que os benefícios de redução da EPU possam ser alcançados, é preciso garantir que as reações com o material amorfo ocorram durante a queima. Desta forma, é importante ressaltar que a introdução de CaO na massa cerâmica pode levar a diminuição da EPU, desde que sejam garantidas as condições necessárias (grau de cristalinidade, granulometria, homogeneidade da mistura com as demais matérias-primas, grau de compactação, atmosfera do forno e ciclo de queima) para que este reaja com os demais componentes da massa e leve a formação de fases estáveis frente à umidade (Chiari *et al.*, 1996b).

Os efeitos da adição de carbonatos de cálcio e magnésio sobre a EPU de corpos cerâmicos, sinterizado em três temperaturas, foram evidenciados por Lira *et al.* (1997). 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.

2.3.2.2.2 Influência da Adição de Álcalis e das Relações Álcalis/Alumina ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$) e Alumina/Sílica ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$).

Young e Brownell (1959), apresentaram um trabalho em que analisaram a influência da composição química de caulins sobre a EPU, bem como seu comportamento frente à adição de álcalis e quartzo. O estudo indicou haver correlações entre a EPU e a composição química dos caulins (ressaltando que os autores trabalharam com um valor de absorção de água de 8%), conforme ilustrado nas Figuras 2 (a) e (b). E nestas observa-se que: Com o aumento da razão $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O})/\text{Al}_2\text{O}_3$, (Figura 2 (a)) aumenta também a EPU; E na Figura 2 (b) quanto maior a razão $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$, menor a EPU. A

presença de álcalis favorece a formação de fases vítreas por funcionarem como fundentes, permitindo a fusão da sílica e, portanto, a formação de fases vítreas a temperaturas mais baixas.



Figuras 2 - Efeito da composição na EPU de argilas comerciais razão (a) álcalis / alumina (b) alumina/silica (Young e Brownell, 1959).

Diante do exposto, observa-se que uma das principais características responsáveis pelo surgimento da EPU são causadas pelas fases amorfas e vítreas, decorrentes das transformações sofridas pelo material durante a queima. Portanto, para evitar grandes concentrações dessas fases e, conseqüentemente, reduzir-se a EPU em massas cerâmicas, uma das formas é a adição em proporções adequadas de componentes que facilitem a cristalização destas, a exemplo da calcita, matéria prima largamente utilizada com esse objetivo (Chiari *et al.*, 1996b).

2.3.2.3 Porosidade e Área Específica na EPU

A relação entre a EPU e a porosidade aparente e área específica é bastante adequada, por ser a porosidade uma característica estrutural importantíssima, pois a ação da umidade depende diretamente da estrutura do corpo cerâmico. Entretanto, a EPU não apresenta necessariamente uma relação diretamente proporcional com a porosidade, podendo ser um indicador muito insensível frente a EPU (Inzigneri & Fusarini, 1960).

A acessibilidade da água e o número de zonas potencialmente “hidratáveis” são determinadas em grande parte pelos poros e pela área específica dos corpos (Hosking, 1979), evidenciando que a contribuição mais importante se origina da microestrutura do material sobre a EPU, devido ao efeito combinado da porosidade e área específica.

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 características de “auto” geração de uma porção de volume de microporos, em virtude das forças de expansão provocadas pela água adsorvida e o desgaste da fase vítrea, aumentando a energia superficial, promovendo a abertura de poros anteriormente fechados, aumentando o volume total dos poros, como descrito por Smith (1955) (in Slyh, 1984).

Uma 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 aquelas que não estão associadas 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 3(a) e (b).

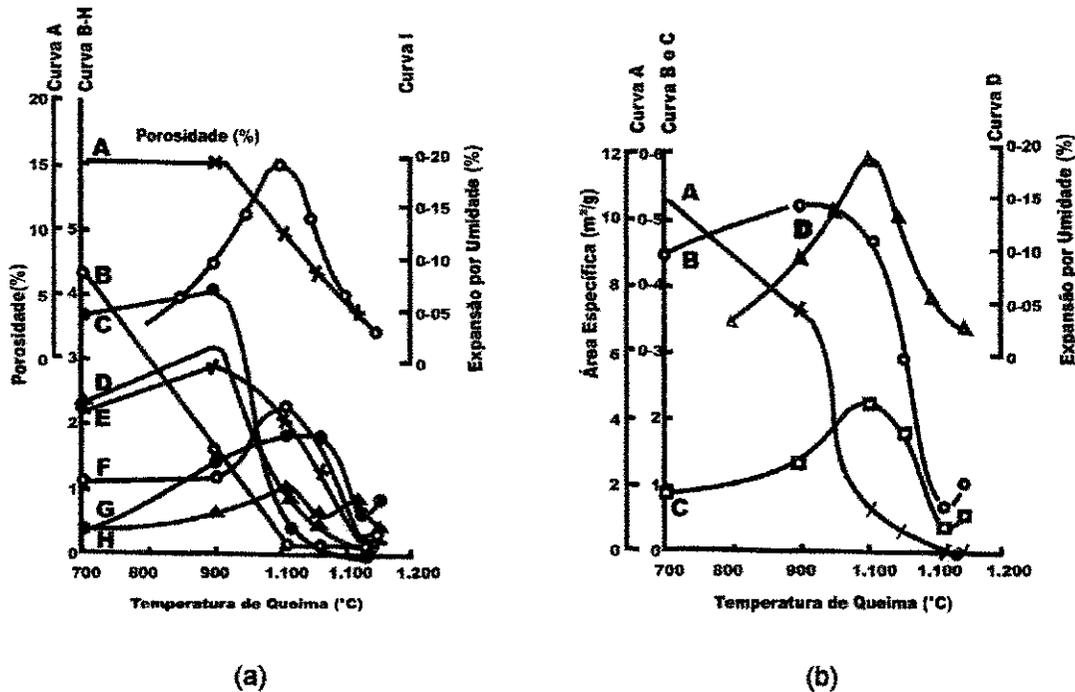


Figura 3 – (a) Porosidade e expansão por umidade versus temperatura de queima. A, porosidade total; B, poros com diâmetros de 0,01 – 0,02 μ ; C, poros com diâmetros de 0,02 – 0,04 μ ; D, poros com diâmetros de 0,04 – 0,08 μ ; E, poros com diâmetros 0,08 – 0,2 μ ; F, poros com diâmetros 0,2 – 0,4 μ ; G, poros com diâmetros 0,4 – 0,77 μ ; H, poros com diâmetros 0,77 – 1,66 μ ; I, expansão natural após 90 dias e (b) Área específica e expansão por umidade versus temperatura de queima. A, área superficial total; B, área superficial a partir do volume de poros com diâmetros 0,08 – 0,77 μ ; C, área superficial a partir do volume de poros com diâmetros 0,2 – 0,77 μ ; D, expansão natural após 90 dias (Cole, 1962).

No intervalo de temperatura de queima de 800°C, o volume de poros que mais parece correlacionar a EPU com a porosidade é aquele com diâmetros entre 0,2 e 0,77 μ . Calculando a área específica, a partir da distribuição de volume de poros, é interessante apresentar os resultados em função da temperatura de queima. Na Figura 5 estão ilustrados os valores obtidos para os poros com diâmetros entre 0,08 e 0,77 μ e 0,2 e 0,77 μ . A melhor correspondência entre a EPU e a área específica é obtida para poros entre 0,2 e 0,77 μ (Cole, 1962).

Em 1962, Vaughan & Dinsdale, complementaram o trabalho de Cole (1962) e neste observaram o duplo efeito da temperatura de queima sobre a relação da área específica com a EPU, o de vitrificação e o de modificação na composição, conforme ilustrado na Figura 4.

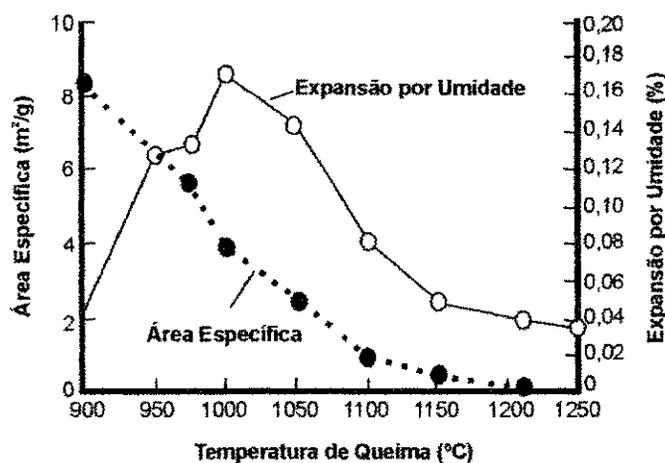


Figura 4 – Relação entre a expansão por umidade (em autoclave por ½ h e 0,35 Mpa (50 psi)), área específica e temperatura de queima de cerâmica branca (Vaughan & Dinsdale, 1962).

De acordo com o ilustrado na Figura 4, observa-se que, com o aumento da temperatura de queima, há redução da área específica, devido 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 expansíveis, enquanto o decréscimo está relacionado com a diminuição da área específica (Vaughan & Dinsdale, 1962).

Observa-se, ainda, que mesmo sem o efeito da modificação composicional, a diminuição da área específica em virtude de uma maior vitrificação, não deve ser, necessariamente, entendida como fator redutor da EPU, já que o efeito de desgaste da fase vítrea, cuja severidade depende muito do tipo de ensaio (utilizado para estimar a EPU potencial), pode vir a ser um fator predominante. Como exemplo, pode-se observar as expansões (Figura 4), nas temperaturas de 900 e 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.

2.4 DETERMINAÇÃO DA EPU

2.4.1 Métodos de Medição e Tratamento de Indução

Qualitativamente, a EPU pode ser designada por EPU “Atual”, que caracteriza a expansão já sofrida pelo corpo cerâmico desde o processo de fabricação, no período de estocagem e uso. A sua determinação permite avaliar se a falha de um produto foi consequência ou não da EPU. A EPU “Potencial”, cuja determinação permite prever a expansão que deverá ocorrer no corpo cerâmico usado ou novo, com ou sem expansão “Atual”, por longos períodos de tempo.

Quantitativamente, as EPU's “Atual” e “Potencial” são expressas por $\Delta L/L_0$, onde, $\Delta L = (L_f - L_0)$ é a medida da variação do comprimento resultante da expansão e L_0 é o comprimento inicial da peça, antes da expansão, sendo expresso em mm / m ou (%) (ISO 10545 -10, 1995). A obtenção desses dois parâmetros permite determinar a EPU total do corpo cerâmico.

A metodologia utilizada para determinação da EPU “Atual” e “Potencial” pode ser por medição direta ou por dilatométrica, após requeima do material, sendo a EPU “Potencial” induzida por processos de aceleração por imersão à pressão atmosférica, fervura ou autoclave. Esses métodos envolvem temperaturas, pressões, velocidade de aquecimento e patamar de tempo pré-estabelecidos, podendo haver mudanças apenas das temperaturas.

O método por medição direta será sucintamente comentado, pois não foi utilizado neste estudo.

O método por medição direta relaciona a diferença entre os comprimentos antes e após requeima do material em forno, para determinação da EPU “Atual”; e para determinação da EPU “Potencial”, o mesmo procedimento. Porém, a medição final é feita após processo de indução por imersão à pressão atmosférica, por fervura ou autoclave, sendo essas medições realizadas através do uso de paquímetro, relógio comparador ou extensômetro.

Este método tem sido tratado com reserva por alguns pesquisadores, tendo em vista, por exemplo, as condições pouco severas de ensaio por fervura, podendo apresentar resultados irreais, mascarados pelo efeito da lixiviação. Contudo, é aconselhado o uso deste método, desde que os resultados sejam substanciados por outros resultados experimentais, (Bauer & Rago, 2000).

A determinação das EPU's “Atual” e “Potencial” por dilatométrica difere da medição direta no processo de requeima e na emissão dos resultados que são realizados pelo dilatômetro. A utilização deste método tem apresentado grandes vantagens, pois além dos resultados mais precisos em relação à medição direta, fornece informações valiosas sobre fenômenos como (eliminação dos constituintes, reações e transformações estruturais e sinterização) que podem ocorrer quando o material é progressivamente aquecido e quando é resfriado após tratamento térmico, como é o caso da EPU (Cizeron, 1979).

Considerando que a EPU de revestimentos cerâmicos, ocorre em condições ambientais e é um processo extremamente lento, sendo desta forma necessário a indução do processo para estudos em laboratório. Esta aceleração se traduz na indução da EPU de revestimentos cerâmicos em condições mais severas do que as ambientais normalmente encontradas. Pode-se dizer que a adsorção de vapor d'água por um sólido é afetada pela temperatura, pressão e natureza do sólido (Young & Brownell, 1959). Ao se aumentar a temperatura ou a pressão do vapor d'água em contato com a peça, certamente será aumentada a velocidade com que a água é adsorvida por esta.

Diante do exposto, as metodologias de indução da EPU comumente utilizadas nos ensaios de laboratório são por fervura e por autoclave. A metodologia por fervura consiste na imersão de peças cerâmicas em água fervente, durante 24 horas segundo a ABNT, NBR 13818/97 (baseada nas normas européias EN 103 e 155), de forma a acelerar uma expansão detectável nas peças, sendo estas retiradas da fervura e deixadas resfriar em temperatura ambiente por uma hora quando é feita a primeira medida. Uma segunda medida é feita após três horas. A indução por autoclave segundo a ASTM C-370 - 56, consiste em colocar as peças em contato com o vapor saturado com elevadas temperaturas e pressões, podendo ser determinada por medição direta ou por dilatométrica.

2.4.2 Influência da Temperatura na EPU

A relação entre a EPU e a temperatura é muito complexa e não pode ser expressa de uma maneira geral. Esta relação varia de acordo com a composição e com a estrutura dos diferentes corpos cerâmicos (Hosking & Hueber, 1958).

Assim estudos a cerca da relação entre EPU e a temperatura de queima expressam comportamentos com relação às matérias-primas específicas, sendo a maior parte desses relacionados às argilas cauliníticas.

Em 1958, Milne estudando uma argila caulinítica foi o pioneiro a observar o comportamento da EPU em um corpo cerâmico frente sua temperatura de queima, evidenciando (de acordo com a temperatura estudada) à medida que se aumentava a temperatura, havia uma redução da EPU, atingindo um mínimo à aproximadamente 1070°C, seguindo-se de um leve aumento até 1100°C e posterior decréscimo.

Em 1959, Young & Brownell verificaram um comportamento bastante semelhante ao estudado por Milne (1958) em argilas basicamente cauliníticas. Observaram um decréscimo da EPU à medida que a temperatura aumentava, chegando a um mínimo em 850°C, e posterior elevação, atingindo

um máximo entre 900 e 950°C concluindo que aumentos da temperatura conduziram a uma redução da EPU. As curvas obtidas por esses autores diferiram basicamente da de Milne por apresentar um máximo da EPU bem mais acentuado, o que se deve provavelmente a diferenças mineralógicas nas matérias primas. A Figura 5 ilustra a curva EPU x temperatura, obtida por Young & Brownell.

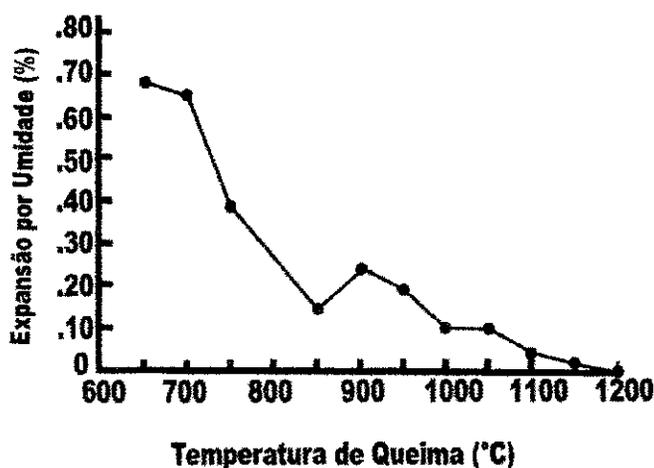


Figura 5 - Efeito da temperatura de queima na EPU (em autoclave) de argilas comerciais (Young & Brownell, 1959).

A curva representada (Figura 5) passou a ser utilizada como referência frente ao comportamento da temperatura de queima, de corpos a base de argilas cauliniticas. No entanto, esse comportamento não é totalmente explicável com alguns autores, atribuindo o intervalo com maiores valores da EPU, a formação de um espinélio de alumínio e silício com liberação de sílica amorfa a, aproximadamente, 925°C e a transformação do espinélio em mulita, com mais liberação de sílica amorfa na faixa de temperatura entre 1050 e 1100°C. No entanto, a formação da fase espinélio só foi observada em caulinita bem cristalizada. Ao que tudo indica, a única certeza está no fato de haver a formação de alguma fase amorfa durante o aquecimento que é responsável pelo próprio pico da EPU.

Em estudos do fenômeno da EPU, a composição e a temperatura de queima foram avaliadas, concluindo-se que a maior temperatura de

sinterização correspondem a corpos de prova com menor EPU, provavelmente devido a uma maior proporção de fases cristalinas na constituição desses corpos (Lira *et al.*, 1997).

Entretanto, existem outros fatores complicadores. Durante a exposição ao meio ambiente, surgem microtrincas no interior de muitas peças devido ao alívio de tensões térmicas, e isso pode resultar em uma expansão irreversível. Cargas externas, sais e água congelada também podem induzir a expansão. Contudo, ainda se precisa determinar até que ponto a expansão provocada por esses mecanismos é reversível, mas pode-se prever que seriam necessárias temperaturas relativamente elevadas para provocar a “resinterização” das microfissuras. Os sais podem atuar como catalisadores para contração e temperaturas muito elevadas podem induzir ao início da sinterização e outras reações (Bowmn, 1996).

2.4.3 Determinação da EPU “Atual”

Admite-se que a EPU é, principalmente, causada pela adsorção física e química da umidade no interior do corpo cerâmico. Então é necessário que se use um tratamento de reaquecimento para remover essa água. Porém o processo de adsorção começa tão logo os produtos começam a resfriar ainda no interior do forno, (Bowman & Westgate, 1995), daí deve-se estabelecer um ponto de referência para o início da medida que permita prever a EPU “Potencial” ou para avaliação da EPU “Atual” (Bowman, 1996).

Historicamente existem duas escolas de pensamentos na literatura que se baseiam no reaquecimento em temperaturas baixas e altas.

A primeira baseia-se em reaquecimentos nas temperaturas baixas menores que 573°C, sugerindo que reaquecimento nessa faixa de temperatura é suficiente para remoção da umidade adsorvida e, conseqüentemente da medida da EPU “Atual”. A segunda baseia-se no reaquecimento em temperaturas altas maiores que 573°C, sugerindo que

nessa faixa de temperatura se consegue simular em laboratório as reais condições de saída do forno e que permitem melhores resultados da EPU “Potencial” (Bowman, 1996).

Robinson (1985) desenvolveu estudos para determinar a temperatura na qual este reaquecimento deveria ser feito, utilizando a dilatométrica, o pesquisador observou que, em alguns casos, a EPU pode ser removida em temperaturas de reaquecimentos na faixa entre 400 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 da EPU do que a expansão real, concluindo que reaquecimentos devem evitar temperaturas maiores que a temperatura (573°C) de inversão do quartzo $\alpha \rightarrow \beta$.

Contudo, outros estudos apontam o fato da impossibilidade da total reversão da EPU “Atual”. Segundo Bowman (1996), a expansão irreversível medidas em blocos cerâmicos e revestimentos dá-se pela combinação de diversos fatores, pois a presença de certos minerais pode introduzir sua expansão individual, isto é, o inchamento das partículas quando submetidas à umidade, o material pode sofrer microtrincamento com conseqüente redução de sua elasticidade e capacidade de recuperar suas dimensões originais no reaquecimento. A presença desses minerais, que expandem o suficiente para causar microtrincamento, irá impedir a detecção da real EPU, através de ensaio 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 em várias direções, dando origem a espaços vazios (microtrincas). Ao resfriar, esses espaços tendem a fechar-se, mas nunca conseguem reproduzir os mesmos movimentos do aquecimento, de modo que alguns espaços permanece havendo variação permanente das dimensões. Através de análise das curvas dilatométricas, pode-se concluir que retrações não características nos ciclos, que passam pela temperatura de inversão do quartzo (573°C) também são manifestações desse fenômeno (Bowman, 1996). As Figuras 6 (a)

e (b) ilustram o comportamento das curvas típicas de peças de cerâmica porosa com reaquecimentos em baixas e altas temperaturas, respectivamente.

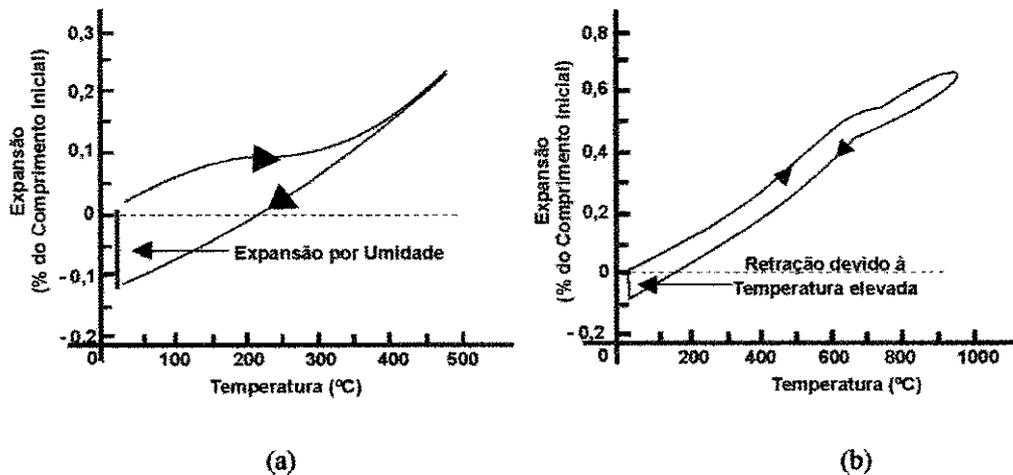


Figura 6 - (a) Curva típica de reaquecimento a baixa temperatura de uma peça cerâmica com expansão por umidade e (b) Curva típica de reaquecimento à alta temperatura de uma peça cerâmica sem expansão por umidade (Bowman, 1996).

Em alguns casos, tem-se provado a impossibilidade de remover a expansão total sem reaquecimentos a temperaturas originais de queima. Nessas temperaturas, mais retração de queima ocorre e a distinção entre os dois efeitos (retração causada pela perda da água adsorvida e aquela devido a uma melhor queima) torna-se muito difícil (Hosking & Hueber, 1959). Logo a expansão aparente por umidade, medida pela diferença entre os comprimentos antes e depois de reaquecimentos em temperaturas elevadas (superiores a 573°C), pode ser representada como função da quantidade recuperada de EPU, mas também por variações térmicas, em razão de efeitos da inversão do quartzo, diferenças de coeficientes de dilatação térmica, das transformações de fases, retração por sinterização e, em alguns casos, início da EPU após o reaquecimento (Bowman, 1996).

Quanto aos métodos utilizados para determinação da EPU, a análise dilatométrica tem demonstrado ser um eficiente método de medição, uma vez que pode caracterizar a estrutura e propriedades dos materiais, fornecendo importantíssimas informações 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 EPU. As curvas dilatométricas registram as alterações dimensionais experimentadas pela amostra, desde a simples expansão térmica, ligada ao valor do coeficiente de dilatação, até aquelas causadas pelos vários fenômenos que podem ocorrer, (Cizeron, 1979).

Ainda em 1996, Bowman evidenciou, no seu trabalho, as possíveis deficiências sobre os métodos empregados na determinação da EPU, sugerindo um melhoramento na precisão das determinações pelo uso do dilatômetro, com temperaturas de requeima de 450°C, deixando claro que há necessidade de pesquisas complementares em diversas áreas, incluindo estudos detalhados sobre transformações de fases, principalmente as transformações do quartzo $\alpha \rightarrow \beta$, 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 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 à inversão do quartzo $\alpha \rightarrow \beta$, que ocorre nesta temperatura e podem ser indicadoras da real EPU eliminada.

Entretanto, outros pesquisadores (Cole & Banks, 1991) afirmaram que reaquecimentos em temperaturas da ordem de 500°C não fornecem a expansão total sofrida pelo corpo cerâmico, já que não o conduz a um estado semelhante ao da saída do forno, ressaltando ainda que a cinética de reexpansão desses corpos após requeima 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 à 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 da expansão provocada pela inversão do quartzo, é pouco provável que influencie a determinação da EPU.

Amorim *et al.*, (2000) estudaram uma amostra de cerâmica vermelha visando o uso da dilatométrica em substituição aos métodos convencionais para determinação da EPU, bem como verificaram 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 extremamente 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 em virtude das alterações estruturais causadas pelo prolongamento do tratamento térmico.

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

2.4.4 Determinação da EPU “Potencial”

Sabe-se que a EPU, em condições ambientais, é um processo extremamente lento, sendo conveniente utilizar-se processos de aceleração em laboratório com o objetivo de prever a EPU “potencial” que poderá ocorrer no material cerâmico por longos períodos de tempo.

O processo de indução por autoclave em elevadas temperaturas e pressões tem sido utilizado para a previsão da EPU em longos períodos de tempo, através da aceleração da expansão dos corpos cerâmicos. Um ensaio deste tipo é desejável a fim de se tentar prever o comportamento de produtos em serviço. Todavia, há muitas controvérsias quanto à sua utilidade, quando se analisa que a EPU é causada pela adsorção de água ao corpo, já que a adsorção é um fenômeno que é afetado pela temperatura, pressão, tipo de vapor e natureza da superfície do sólido, sendo, pois, imaginável que temperaturas e pressões, bem acima das condições de serviço, poderão fornecer dados de expansão não realísticos (Young & Brownell, 1959).

No processo de indução por autoclave, os corpos cerâmicos são submetidos a um tratamento, utilizando-se elevadas temperaturas e pressões, onde permanecem em contato com o vapor d'água saturado.

Neste processo, (Young & Brownell, 1959; Vaughan & Dinsdale, 1959; Cornwall & Everill, 1979; Amorim *et al.*, 2000; Meneses, 2001; e Campos, 2002) entre outros, observaram que as condições extremamente severas em relação ao processo por fervura, permitem obter resultados mais precisos, contudo observaram que nesse processo os resultados da EPU “Potencial” podem ser superestimados.

Estudos experimentais demonstram que valores obtidos para a expansão em autoclave superam em muito aos obtidos por fervura e ambos dos superam os valores obtidos para expansões em condições normais de serviço revestimentos cerâmicos (Young & Brownell, 1959). Uma comparação entre a EPU obtida por tratamento em autoclave e em condições atmosféricas está ilustrado na Figura 7.

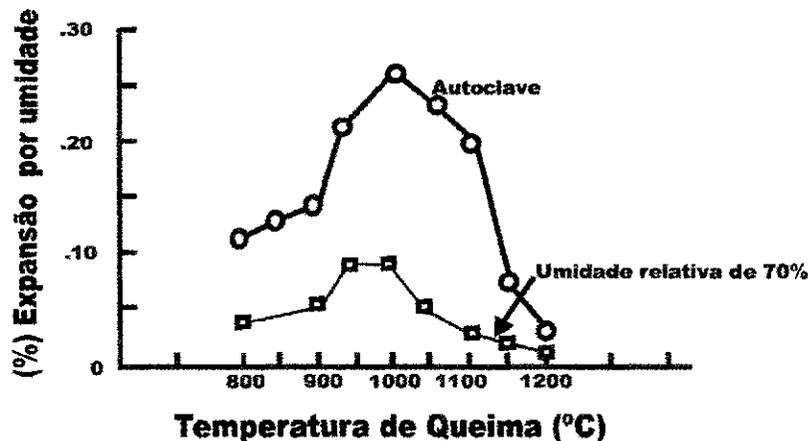


Figura 7 - Comparação entre a EPU em autoclave (3h; 2,03 MPa (295psi) em vapor saturado a 213°C) e a expansão atmosférica (4 meses de exposição) de materiais argilosos (Young & Brownell, 1959).

Na Figura 7, pode-se observar que valores bem distantes da EPU, entre as duas condições para temperaturas de sinterização próximas a 1000°C e valores bem próximos, ocorrem para 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 ela afeta no material a ser ensaiado

Observou-se que em alguns casos ocorre um aumento progressivo da área específica interna com o tratamento em autoclave.

Acredita-se que a absorção contínua da água na fase vítrea pode prosseguir por longos períodos de tempo. Neste contexto, foi observado que uma dada quantidade de água absorvida em temperatura ambiente através de tratamento em autoclave, pode conduzir a variações de tamanhos diferentes. O que reforça a hipótese de que os resultados de EPU, obtidos por tratamento com vapor (em autoclave), podem ser inadequados como guias da expansão em temperatura ambiente (Vaughan & Dinsdale, 1962).

Dados obtidos para tratamento em peças cerâmicas porosas em autoclave (Enrique *et al.*, 1990), demonstraram que se aumentando a pressão de vapor, aumenta a EPU; aumentando-se o tempo de tratamento em autoclave, aumenta a EPU; aumentando-se o tempo de tratamento em autoclave em ciclo único ou em vários ciclos, desde que o tempo total seja o mesmo, a EPU é a mesma.

As Figuras 8 (a) e (b) ilustram a EPU de um corpo poroso de cerâmica branca sob varias condições de exposição. Pode-se observar que a EPU após 800 dias, ainda continua a uma taxa aproximadamente constante, quando da exposição em água e em atmosfera normal, sendo de se esperar que as condições de serviço situem-se entre estas duas curvas. Já a expansão a altas pressões desenvolve-se em um período de tempo bem menor que uma taxa de expansão de uma magnitude bem maior que nos outros dois casos.

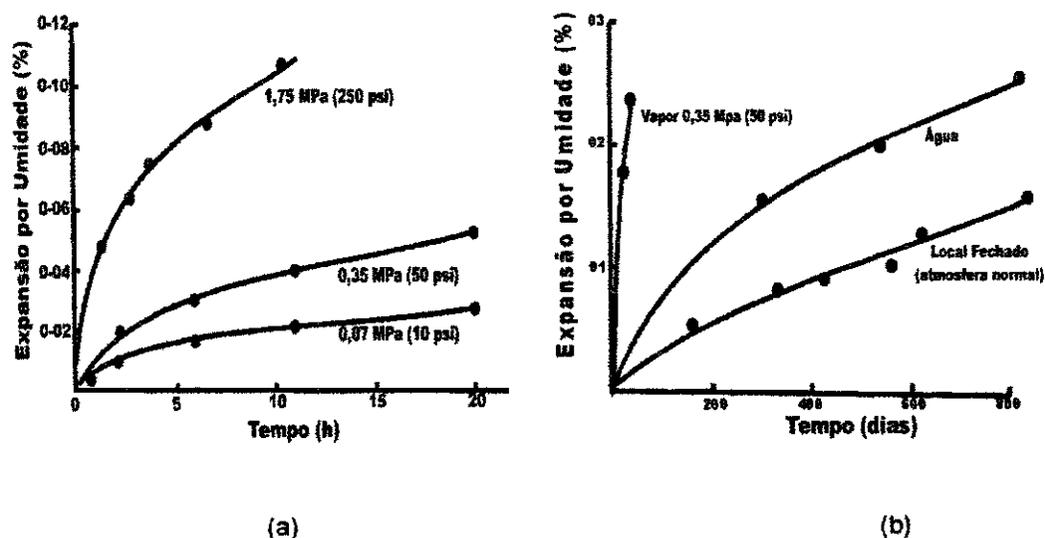


Figura 8 - Expansão por umidade de cerâmica branca porosa após exposição (a) a vapor em diferentes pressões e (b) a atmosfera normal (Local fechado), água e vapor (Cornwall & Everill, 1979).

A Figura 9 ilustra as curvas características da EPU em relação ao tempo de tratamento em autoclave para diferentes temperaturas de sinterização.

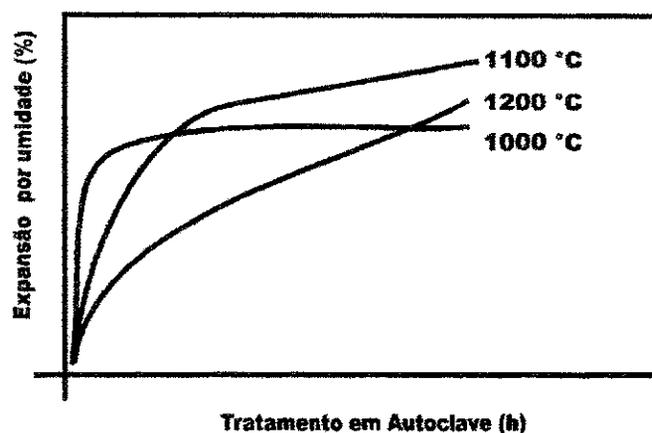


Figura 9 – EPU “Potencial” em função do tempo de tratamento de indução, após queima em três temperaturas (Smith, 1955).

As fases amorfas, por apresentarem maiores superfícies expostas à interação com a água, são provavelmente responsáveis pela rápida expansão inicial. 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 está de acordo com os resultados experimentais de Smith (1955) da Figura 9, que relacionam inicialmente um rápido aumento da EPU passa por uma zona de transição e finalmente uma inclinação da curva na região final, com a quantidade de fase vítrea presente nas peças sinterizadas. Nessas curvas de EPU “potencial”, em peças sinterizadas a 1000°C, 1100°C e 1200°C, 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 “Potencial”.

Outro processo também muito utilizado na determinação da EPU “Potencial” de corpos cerâmicos é por fervura, onde os corpos de prova são submetidos a um período de fervura que a semelhança do processo por autoclavagem busca acelerar a EPU “Potencial”, sendo inclusive o processo que consta na normalização brasileira e nas normas ISO para determinação da EPU.

O processo de aceleração por fervura possui algumas controvérsias, indicando que as condições utilizadas não propiciam a obtenção da verdadeira expansão total do material por possuir condições bem menos severas que a autoclavagem (Bauer & Rago, 2000).

Os processos por fervura e autoclavagem, como meio de prever a expansão que poderá ocorrer no material cerâmico em longo prazo, quando em serviço apresentam desvantagens em virtude de seus resultados não apresentarem correlação aparente com as medidas de EPU “Potencial”, 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 extremamente lentas, podem ocorrer se as condições de temperatura e pressão favorecerem a energia de ativação necessária ao processo. Na utilização de qualquer dos processos, deve-se definir precisamente os seus parâmetros, de modo a evitar discrepâncias entre os resultados obtidos em um mesmo processo realizado varias 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), ABNT - NBR 13818/97 para revestimentos cerâmicos, indicam que as peças devem ser reaquecidas a uma temperatura de aproximadamente 550°C, mantidas nessa temperatura por 2 horas e resfriadas em um dissecador, antes de serem colocadas para o processo por fervura, a fim de eliminar a EPU que, por ventura, tenha ocorrido até o início do processo.

Num levantamento bibliográfico de estudo de caso (Bauer & Rago, 2000), observaram que, com base de estudo na ISO e com requeimas á 500°C (2h) á 550°C (4h) e 900°C (1h), usando o processo de aceleração por fervura (24h), a temperatura de requeima que melhor representou a EPU ocorrida, foi a 550°C, sendo que a 500°C foi subestimada e a 900°C foi superestimada.

A fervura dos corpos de prova por 24 horas não pode indicar a EPU "Potencial" das placas (Bowman & Westgate, 1992); e com base na norma européia, ISO etc, nas temperaturas de 500°C (2h), 550°C(4h), 600°C (4h), 800°C (4h) e a 900°C (8h), sendo o processo de indução por vapor a pressão atmosférica de 4 horas, e fervura por 24 horas, foram observadas contrações nas medidas similares nas requeimas entre 550°C e 800°C, 900°C, indicando altas contrações nas medidas, devido a outras causas que não fossem a EPU. A requeima a 550°C, fornece dados relativamente estáveis quanto a readsorção de água. A fervura por 24 horas apresenta valores maiores do que ao vapor por 4 horas (Bowman & Westgate, 1992) e, com base na temperatura de requeima, variando de 500°C a 900°C, observaram que temperaturas menores do que 550°C, a EPU ocorrida não é alcançada. Na temperatura de 550°C por 2 horas consegue-se valores de EPU maiores do que na temperatura de 870°C por 1hora; e, com base na ASTM C-370 com requeima á 870°C, usando processo de aceleração por autoclave com pressão de 1,103 MPa (157,5psi) a 1,47 MPa (210psi) (1 ou 5h) observaram que valores de autoclave a 1,47MPa (210psi) (1h) equivale a 3 anos de EPU ocorrida. A EPU obtida em 5 horas de autoclave é duas vezes maior do que a obtida em 1hora (Bennett, 1976).

Nos estudos desenvolvidos pelo DEMa/CCT/UFCG inicialmente foram aplicados os métodos tradicionais através da medição direta. Entretanto, em recentes pesquisas (Meneses, 2001; Pereira 2002 e Campos 2002) foram verificadas serias discrepâncias, causadas pelo uso desta metodologia, devido a processos de lixiviação dos corpos cerâmicos durante os processos de aceleração para a determinação da EPU. Os pesquisadores acima citados concluem que a metodologia utilizando o dilatômetro para obtenção da EPU é a mais adequada, pois permite minimizar ou mesmo evitar os efeitos da lixiviação sobre os corpos de prova, e também que o processo de aceleração por fervura

deixa a desejar, uma vez que as condições não muito severas, não conseguem induzir a EPU muito acima da EPU sofrida pelos revestimentos até o momento da retirada das embalagens.

2.5 FALHAS E DANOS ESTRUTURAIS RESULTANTES DA EPU

Durante a concepção de uma edificação, cabe ao projetista analisar etapas envolvidas nesse complexo sistema, ou seja, a fundação, a superestrutura, as vedações, os revestimentos, as instalações, entre outras. Nessa fase devem ser previstos todos os condicionantes envolvidos na sua produção e, sobretudo, o comportamento futuro dos seus elementos e componentes, objetivando um desempenho adequado à finalidade a que se destina.

Entretanto, essa atitude é negligenciada, pois falta a cultura de manutenção preventiva nas edificações, sobretudo no que diz respeito aos revestimentos, seja em fachadas ou em paredes internas e pisos.

Grande parte dos estudos relacionados à falhas e danos em edificações, tais como gretamento de vidrados de revestimentos cerâmicos, descolamento de placas cerâmicas (de pisos, paredes internas e fachadas) e ruptura de alvenarias, apontam a EPU como uma das causas mais relevantes, (Gorini & Correa, 1999).

Estudos de casos ocorridos na Austrália, envolvendo descolamento ou falhas de adesão (Mcnelly, 1983) demonstraram que 80% foram devido a vários fatores, como erros de projeto e na especificação, na deficiência da mão de obra no assentamento dos revestimentos, entre outros. Que em vista às dificuldades em quantificar esses fatores, estima-se a expansão por umidade dos revestimentos cerâmicos como fator de avaliação das possíveis falhas, devido ao movimento diferencial tanto entre revestimentos e superfícies de assentamento, como entre o suporte cerâmico e a superfície vidrada (no caso de revestimentos esmaltados), (Bowman, 1997).

Em 1998, Vieira estudou a influência da EPU das placas cerâmicas e a adesividade das massas colantes industrializadas no fenômeno

do descolamento de revestimentos cerâmicos, em função da larga história de patologias nos revestimentos cerâmicos, geralmente conhecidos como falha de levantamento ou "pop up". Nesse estudo observou-se que, embora existam muitas controvérsias em relação à contribuição de diversos fatores, destaca que a EPU tem significativa contribuição devido a um movimento diferencial entre os elementos envolvidos.

Estudos acerca de problemas da EPU em cerâmica vermelha, desenvolvidos pelo Departamento de Engenharia de Materiais, DEMa/CCT/UFPE, evidenciaram que danos estruturais em construções em regiões de elevado lençol freático e/ou potencialmente alagáveis, devem-se, entre outros fatores, ao fenômeno da EPU (Campos *et al.*, 1999). Varias pesquisas foram desenvolvidas buscando identificar as possíveis causas dos danos ocorridos em face ao desabamento do edifício Aquarela, localizados na cidade de Jaboatão dos Guararapes no Estado de Pernambuco.

As pesquisas desenvolvidas para o edifício Aquarela constatou a presença de pequeno grau de salinização, bem como a evidência do fenômeno da EPU, sendo esses fatores determinantes da baixa resistência mecânica, provocando assim a falência estrutural do edifício (Ferreira *et al.*, 2000).

Casos de desabamento dos edifícios Érica e Enseada do Sarrambi localizados na cidade de Olinda-PE foram estudados e resultou num relatório elaborado pela Fundação de Apoio ao Desenvolvimento da Universidade Federal de Pernambuco (Fadep/UFPE) dezembro de 2000, apontando que 52 edifícios na cidade de Olinda-PE, construídos em alvenaria estrutural, tipo caixão, estão com a segurança comprometida. As irregularidades identificadas foram: oxidação, infiltrações, comprometimento da alvenaria estrutural tendo em vista as reformas, e também excesso de água nas fundações. (Hilário & Cabral, 2000), sendo este último fator relevante para o fenômeno da EPU (Ferreira *et al.*, 1999).

Em 2001, a Escola Politécnica da USP, através do Departamento de Engenharia de Construção Civil, publicou um boletim técnico que aborda os diversos fatores que causaram o descolamento dos revestimentos cerâmicos de fachada na cidade do Recife, atribuindo como principais causas as características cerâmicas (absorção de água, EPU e gretamento), juntamente

com uma combinação de outros fatores, cujas influências são variáveis caso a caso, (Just & Franco, 2001) .

As Figuras 10, (a) e (b) a seguir ilustram alguns exemplos de danos causados pela EPU.



(a)

(b)

Figura 10 – (a) e (b) Falhas, (fissuras e trincas) ou “pop up” descolamento das placas cerâmicas do piso, que ocorreram no Laboratório de Solos II, campus I da UFCG.

2.6 Conclusão

Com base na revisão bibliográfica realizada conclui-se que a expansão por umidade dos materiais cerâmicos é uma característica que pode ter importante influência na vida útil desses materiais, principalmente quando não é levada em consideração durante o processamento dos materiais e projeto das construções.

Ficou evidenciado que o fenômeno da EPU não pode ser tratado de forma generalizada para todos os materiais cerâmicos, já que é fortemente dependente da composição química, temperatura de queima, características estruturais das matérias primas e condições de serviço, devendo seu estudo ser particularizado para cada tipo de cerâmica e se possível de forma diferenciada de acordo com as matérias primas e o processamento.

3.1 MATERIAIS

Para o desenvolvimento desta pesquisa, foram utilizadas amostras de placas cerâmicas para revestimentos, proveniente dos estados de São Paulo e Ceará; sendo duas amostras novas obtidas no comércio de Campina Grande-PB e, posteriormente, estocadas no Laboratório de Engenharia de Materiais (DEMa/UFCG); e duas originárias de descolamento de piso de edificações nas Cidades de Cabedelo e Campina Grande, ambas no Estado da Paraíba. Nesse estudo foram, respectivamente, denominadas “amostras novas” (An); e “amostras usadas” (Au), sendo estas últimas utilizadas para estudo de caso. As identificações foram feitas a partir das informações contidas nas embalagens para as “amostras novas” e para as “amostras usadas” através de informações dos proprietários das edificações.

“Amostras Novas” - (An)

Incefra – Tipo A - IIb

Dimensões: 20 cm x 30 cm

Industria Cerâmica Frangnani Ltda.

Cordeirópolis – SP

Topázio – Tipo C

Dimensões: 20 cm x 20 cm

Cerâmica Topázio Ltda., Maracuní – CE

“Amostras Usadas” (Au) - Estudos de Caso

Cerâmica Gerbi – Tipo B

Assentadas no Condomínio Residencial Porto Vallarta, localizado na praia de intermares na Cidade de Cabedelo – PB, e que estavam em uso há aproximadamente 1 ano, e há 6 meses sofreram descolamento do piso.

Dimensões: 33cm x 33cm

Gerbi Revestimentos Cerâmicos Ltda, São Paulo - SP

Cerâmica Sant'Ana – Tipo A

Assentadas na edificação do Hospital Garden, localizado as margens do açude velho na Cidade de Campina Grande-PB, em uso há aproximadamente 3 anos e há 1 ano sofreram descolamento do piso.

Dimensões: 30cm x 30cm

Sant'Ana Indústria Gerais – Diadema -SP

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Ensaio de Caracterização Química

3.2.1.1 Análise Química

Para todas as amostras, a análise química foi realizada pelo Laboratório de Análises Minerais do CCT / UFCG, onde buscou-se determinar os seguintes óxidos: SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O e K_2O , o teor de perda ao rubro e resíduos insolúveis (RI).

3.2.2 Ensaio de Caracterização Física

3.2.2.1 Determinação da Absorção de Água

Para os ensaios de absorção de água, foram utilizadas 6 placas "amostras usadas" (3 da amostra Gerbi e 3 da amostra Sant'Ana, devido ao pouco número de placas obtidas). As placas foram cortadas em corpos de prova nas dimensões de 5cm x 3,5cm x espessura da peça em cm, obtendo-se 3 corpos de prova de cada placa.

Os ensaios foram realizados segundo norma da ABNT a NBR 13818/97, que descreve o método de ensaio de absorção de água. Para classificação foram considerados os aspectos que caracterizam os grupos de absorção de água, a qual usa um código constituído pelos métodos de fabricação A, B e C, acrescido do grupo de absorção I, II e III, utilizando subgrupos a ou b descritos conforme a Tabela 1.

TABELA 1: Codificação dos grupos de absorção de água em função dos métodos de fabricação.

ABSORÇÃO DE ÁGUA (%)	MÉTODOS DE FABRICAÇÃO E GRUPOS DE ABSORÇÃO			CLASSIFICAÇÃO QUANTO A POROSIDADE
$Abs \leq 0,5$	Extrudado(A) AI	Prensado(B) Bla	Outros(C) CI	Porcelanato
$0,5 < Abs \leq 3,0$		Blb		
$3,0 < Abs \leq 6,0$	AIIa	BIIa	CIIa	Semigrês
$6,0 < Abs \leq 10,0$	AIIb	BIIb	CIIb	Semiporoso
$Abs > 10,0$	AIII	BIII	CIII	Poroso

Fonte: NRB 138171/97

Os corpos de prova foram secos a 110°C em estufa até que atingissem massa constante e, posteriormente, pesados e anotado o valor de M_1 . Em seguida foram imersos em recipiente contendo água destilada e submetidos a fervura durante 2 horas, de acordo com a norma supracitada. Após a fervura realizou-se nova pesagem, sendo a absorção de água determinada pela diferença entre as pesagens, relativa à massa original e expressa em porcentagem (Figura 11). A exatidão das pesagens seguiu a Tabela 2, como recomenda a norma.

TABELA 2: Exatidão de pesagem em função da massa*.

MASSA DO CORPO DE PROVA – m	EXATIDÃO DE PESAGEM
$50 < m \leq 100$	0,001
$100 < m \leq 500$	0,05
$500 < m \leq 1000$	0,10
$1000 < m \leq 3000$	0,30
$m > 3000$	1,00

Fonte: NBR 13818 / 97, anexo B. * Dimensões em gramas

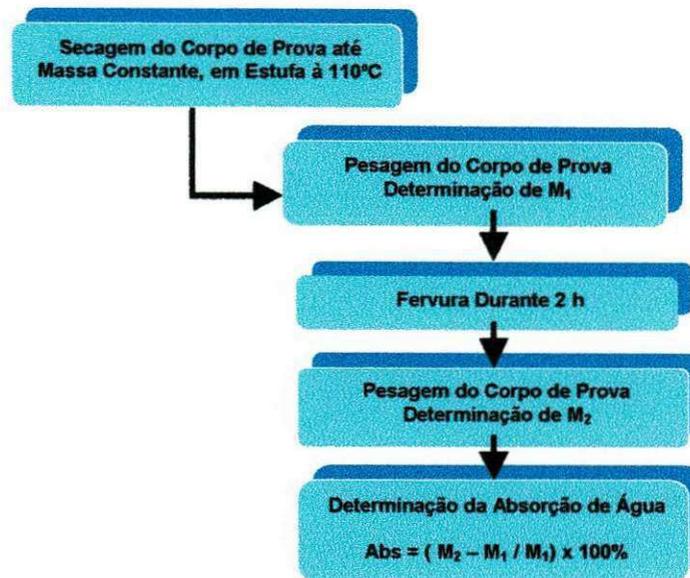


Figura 11 – Fluxograma Para Determinação da Absorção de Água.

3.2.2.2 Determinação da Resistência ao Gretamento

Para o ensaio de resistência ao gretamento, foram utilizadas 6 placas “amostras usadas”, (3 da amostra Gerbi e 3 da amostra Sant’Ana, devido ao pouco número de placas obtidas). As placas foram cortadas em corpos de prova nas dimensões de 5cm x 3,5cm x espessura da peça em cm, obtendo-se 3 corpos de prova de cada placa.

Inicialmente, foi verificado se havia presença de trincas nos corpos de prova, através da utilização de uma solução aquosa de 1% de azul de metileno, sendo os corpos de prova com trincas também utilizados nos ensaios para efeito de comparação com as amostras que não apresentaram trincas. Em seguida, os corpos de prova foram requeimados à temperatura de 500°C por 2 horas a uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

Após resfriamento, os corpos de prova foram submetidos à nova verificação da presença de trincas, em seguida conduzidos à autoclavagem a uma pressão de 0,5 MPa (72,5 psi) por 2 horas. Ao final da autoclavagem, os corpos de prova foram novamente submetidos à solução de azul de metileno a fim de verificar se gretaram. A Figura 12 apresenta as etapas de ensaios de resistência ao gretamento.

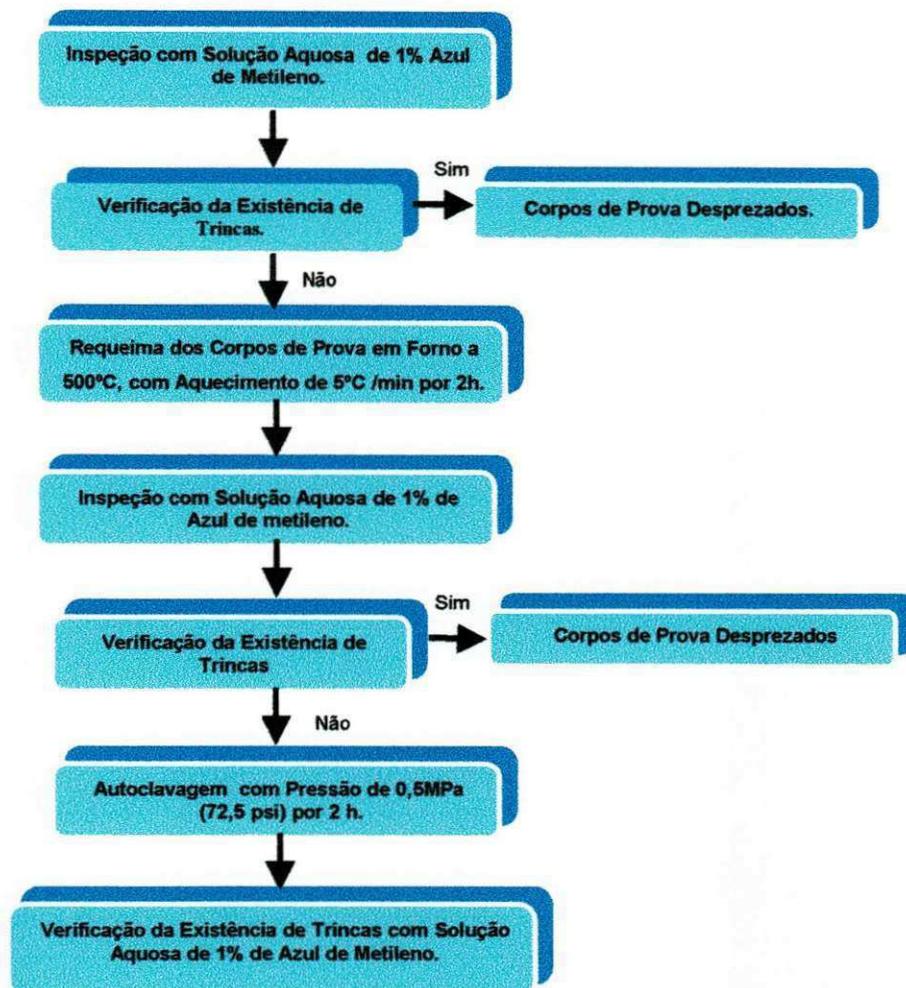


Figura 12 – Fluxograma Para Determinação da Resistência ao Gretamento

3.2.3 Determinação da EPU

Para determinação da EPU, inicialmente selecionou-se 8 placas das “amostras novas”(4 da amostra Incefra e 4 da amostra Topázio) obtendo-se 9 corpos de prova de cada e 8 placas das “amostras usadas”(4 da amostra Gerbi e 4 da amostra Sant’Ana), obtendo-se 9 corpos de prova de cada placa. Todos retirados do centro das placas, nas dimensões de 5cm x 0,8cm x esp. da peça cm, totalizando 144 corpos de prova.

Todos os corpos de prova foram cortados e lixados a seco para se chegar o mais próximo possível das dimensões desejadas. Estes ficaram

acondicionados em sacos plásticos hermeticamente fechados, até o início dos ensaios.

3.2.3.1 - 1ª Etapa

Retirada das amostras do local de estocagem, confecção dos corpos de prova e acondicionamento Figuras 13 (a), (b) e (c), até o início dos ensaios propriamente dito.

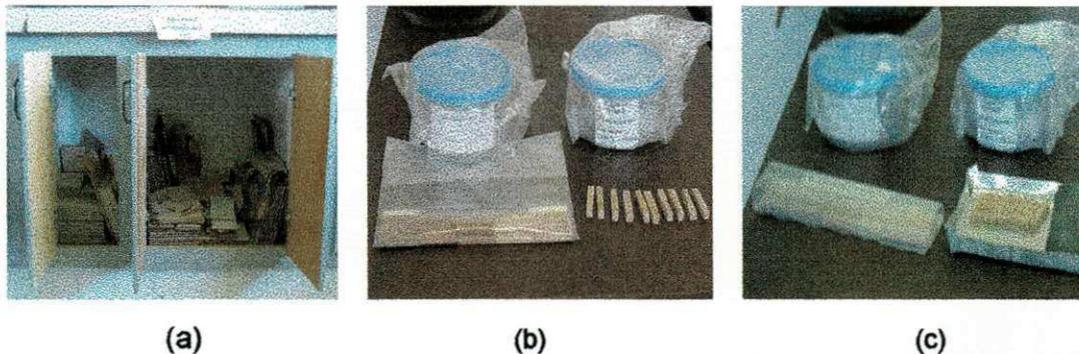


Figura 13 – (a) Estocagem das amostras, à esquerda “amostras novas” e à direita “amostras usadas”, (b) e (c) Corpos de prova confeccionados e formas de acondicionamento.

3.2.3.2 - 2ª Etapa - Primeira Requeima.

Para dar início à 1ª requeima, foram selecionados os 144 corpos de prova de todas as amostras nas dimensões já citadas anteriormente, 72 foram requeimados no dilatômetro (Figura 14 (a)), e 72 requeimados em forno (Figura 14 (b)). Para os dois processos, foram separados 3 séries de 6 corpos de prova de cada amostra, medidos seus comprimentos iniciais utilizando paquímetro digital com resolução de 0,01mm e, em seguida, requeimados nas temperaturas de 550, 575 e 600°C, com velocidade e aquecimento de 5°C / min, e patamar de 2 horas.

Sendo que, após a requeima por dilatometria, foram obtidos os resultados da EPU “Atual”, no próprio dilatômetro. E para os corpos de prova advindos do forno, os valores da EPU “Atual” foram tomados como referência aos obtidos por dilatometria. Em seguida, foram acondicionados em sacos

plásticos hermeticamente fechados, até o momento do tratamento de indução por autoclavagem e fervura, respectivamente.

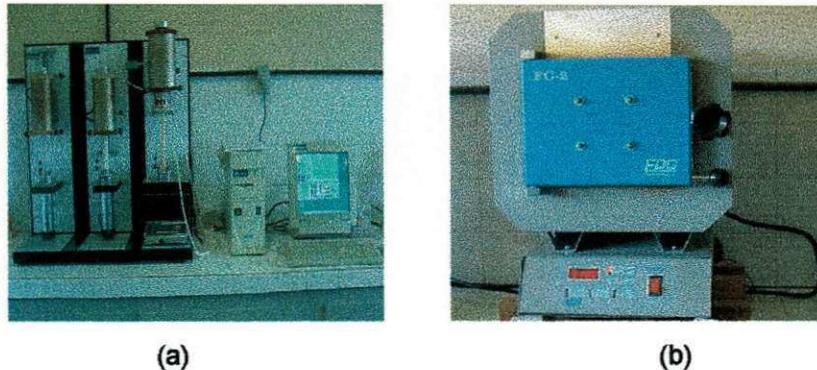


Figura 14 – (a) Equipamento de Análise Térmicas da BP Engenharia, Modelo RB 3000 1º forno à esquerda Dilatômetro, e (b) Forno da EDG Equipamentos, Modelo FC-2, EDG3P-S.

3.2.3.3 - 3ª Etapa - Ensaios de Indução por Autoclavagem e por Fervura.

Nessa etapa de ensaios, os corpos de prova foram cuidadosamente separados em 3 séries de 2 corpos de prova de cada temperatura, associando-os ao tempo de indução da EPU em autoclave (Figura 15 (a)), nos períodos de tempo de 1, 2 e 4 horas com pressão de 0,7MPa (100 psi) e por fervura (Figura 15 (b)), nos tempos de 24, 48 e 96 horas, salienta-se que os corpos de prova advindos da dilatometria, foram submetidos à autoclavagem e os advindos do forno submetidos à fervura. Após autoclavagem e fervura, todos os corpos de prova foram deixados resfriar até a temperatura ambiente por 24 horas, em seguida, acondicionados como já descrito anteriormente.

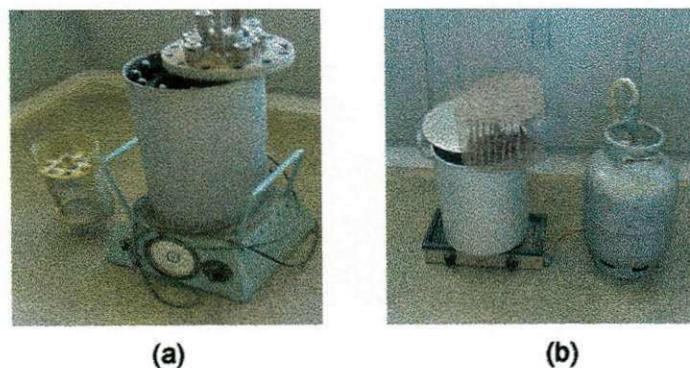


Figura 15 - (a) Autoclave - Engineering Laboratory Equipment - LTD, Modelo EL38-380 e (b) Equipamento de Fervura.

3.2.3.4 - 4ª Etapa – 2ª Requeima por Dilatometria.

Nessa etapa de ensaios, os corpos de prova foram submetidos à 2ª requeima por dilatometria, seguindo os mesmos procedimentos iniciais e assim determinando-se as EPU's "Potenciais" dos 144 corpos de prova.

Todos os ensaios realizados, foram baseados na norma da ABNT, NBR 13818/97 absorção de água e resistência ao gretamento.

Para procedimentos de requeimas e determinação da EPU, a ISO 10545-10(1995), e ABNT (NBR 13818/1997, contudo não se utilizou a medição direta como dita a referida norma e para tratamento de indução em autoclave a ASTM C370 - 56 (ASTM, 1970) e por fervura a NBR supracitada. Todas as etapas dos ensaios estão descritas na Figura 16.

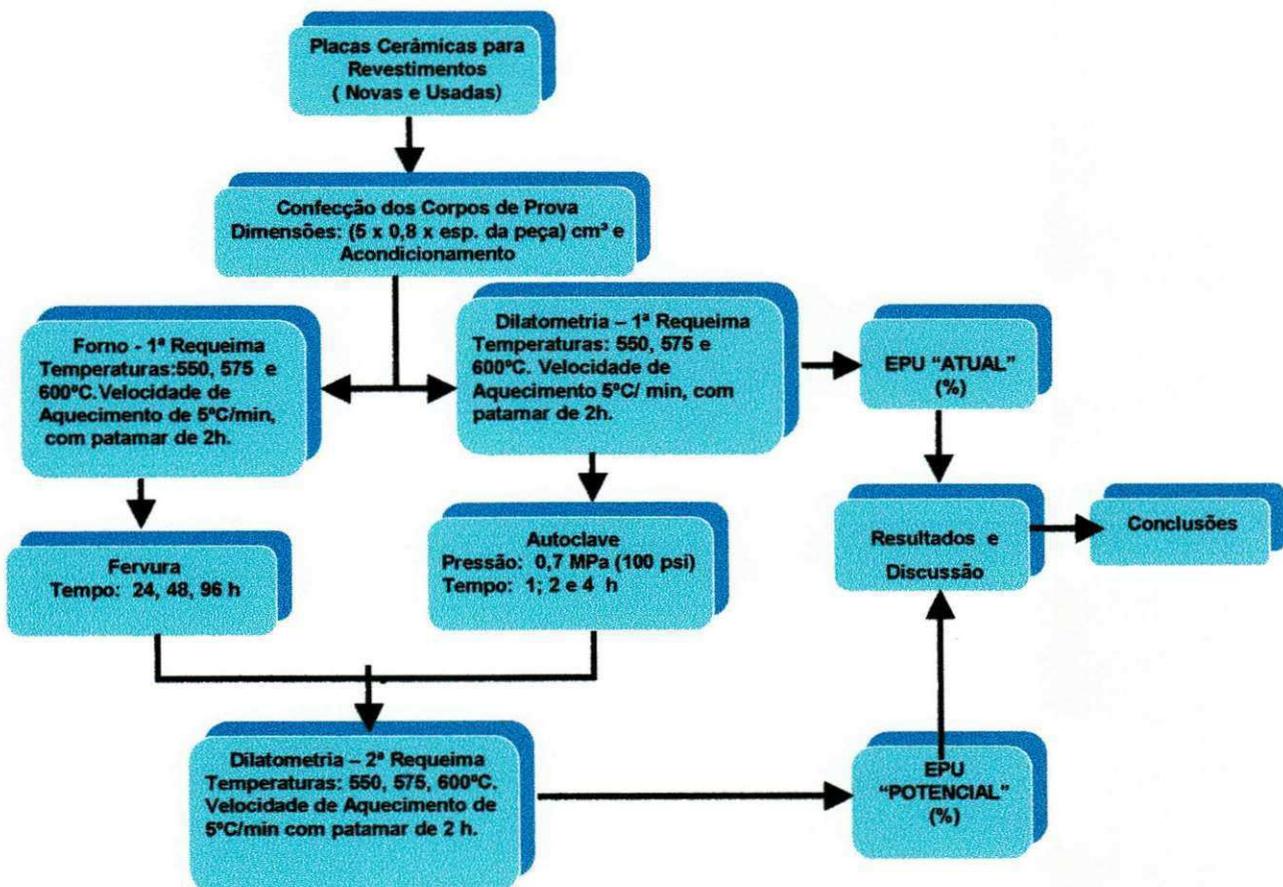


Figura 16 - Fluxograma Para Determinação das EPU's "Atual" e "Potencial"

4.1 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO

4.1.1 Composição Química

Os resultados da composição química das amostras estudadas encontram-se apresentados na Tabela 3.

TABELA 3 - Composição química das placas cerâmicas para revestimentos estudadas.

ELEMENTOS CONSTITUINTES	TEORES (%PESO) DAS AMOSTRAS			
	INCEFRA (*)	TOPÁZZIO(*)	GERBI	SANT'ANA
SiO ₂	69,09	64,13	69,41	66,43
Al ₂ O ₃	20,41	20,85	20,39	23,11
Fe ₂ O ₃	5,09	6,90	2,56	2,24
Na ₂ O	1,80	0,33	0,72	0,33
K ₂ O	1,40	2,48	0,66	1,20
CaO	Traços	Traços	Nihil	Nihil
MgO	Traços	2,00	2,62	3,02
Pr	0,64	1,01	0,85	1,44
Ri	1,32	2,26	2,07	2,06
TOTAL	99,75	99,96	99,28	99,83

(*) Dados (Meneses,2001).

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 3, observa-se ocorrências de elevados teores de sílica nas mostras estudadas, de uma maneira geral superiores a (64,13%)* e quantidades de alumina superiores a 20,39 %.

Observou-se a ocorrência dos teores de óxido de ferro para as amostras de base vermelha, percentuais de (5,09 e 6,90%)* e para as amostras de base branca percentuais de 2,24 e 2,56%.

Os óxidos fundentes apresentam-se de uma maneira geral superiores a 0,33% para óxido de sódio e de 0,66% para óxido de potássio. Numa análise conjunta com as quantidades dos óxidos de ferro, de sódio, de potássio e magnésio verificou-se um total de fundentes de (8,29 e 9,71%)* para as duas amostras de base vermelha e de 3,77% e 3,94% para as duas amostras de base branca.

Os óxidos de cálcio e magnésio são utilizados nas formulações das massas de queima rápida com o objetivo de reagir com as fases amorfas, formadas durante o processo de queima, originando fases cristalinas, sendo o óxido de cálcio também utilizado com o objetivo de diminuir a retração de queima. Entretanto, observa-se que, das amostras estudadas apenas duas (Incefra e Topázio) apresentam traços de teor de cálcio e três (Topázio, Gerbi e Sant'Ana) apresentaram teores de magnésio da ordem de (2,0%)*.

Quanto à ocorrência das razões alumina / sílica (A / S), álcalis / alumina ((N+K) / A) e óxido de potássio / alumina (K / A) e mediante a possibilidade da influência da sílica livre na determinação da EPU, utilizou-se a fórmula indicada por Cole, Lacucki & Power (1971), (in Cole & Banks, 1991), para o cálculo de sua quantidade, expressa por $\text{Quartzo \%} = (\text{SiO}_2 - 1,24 \text{ AL}_2\text{O}_3)$.

Os resultados obtidos encontram-se apresentados na Tabela 4.

TABELA 4 - Razões alumina/sílica (A/S), álcalis/alumina ((N+K)/A), óxido de potássio/alumina (K/A) e sílica livre em (%).

AMOSTRAS	(A / S)	(N+K)/A	(K / A)	Si
Incefra ^(*)	0,29	0,15	0,06	43,78
Topázio ^(*)	0,32	0,13	0,11	38,28
Gerbi	0,29	0,06	0,03	44,12
Sant'Ana	0,34	0,06	0,05	37,77

(*) Dados (Meneses,2001).

Observando-se as razões alumina / sílica, álcalis / alumina , óxido de potássio / alumina e a quantidade de sílica livre, constata-se valores superiores a 0,29 % , 0,06% , 0,03% e 37,77%, respectivamente para todas as amostras estudadas. É oportuno mencionar que dos resultados da composição química, o que representa importância em relação a EPU é o fato das amostras não terem apresentado teores significantes de cálcio uma vez que este componente geralmente é utilizado para diminuir a retração de queima e também a EPU. Essa ausência de cálcio pode possivelmente contribuir para o aumento da expansão por umidade.E quanto a sílica livre os valores foram elevados, contudo similares ao observado na literatura para placas cerâmicas de revestimento australianas (Cole & Banks, 1991). Evidencia-se que ainda não se tem estudos relacionados ao percentual de sílica livre das placas cerâmicas brasileiras.

Contudo, vale ressaltar que já foram realizados estudos da sílica livre nas composições de massa, Neves(1999) estudando a influência de pa-

(*) Dados (Meneses,2001).

râmetros de processo no surgimento de trincas de resfriamento em revestimentos cerâmicos produzidos pelo processo de biqueima, em escala industrial, este avaliou as propriedades de interesse relacionados a barbotina, ao pó atomizado e as peças à verde e queimadas. Dentre os parâmetros avaliados no processo os que apresentaram influencia direta sobre o surgimento de trincas de resfriamento após a primeira queima são o teor de sílica livre presente na massa e a curva de resfriamento do forno. Na pesquisa o autor recomenda uma formulação de massa com baixos teores de sílica livre (4,5%). Assim, a ocorrência de trincas de resfriamento pode diminuir, como também a produção do forno pode ser aumentada, sem prejuízo das características básicas do produto, como a resistência mecânica, absorção de água, retração, dilatação linear e expansão por umidade.

Em detrimento a possível influencia da sílica livre na determinação da EPU, procurou-se fazer uma análise térmica diferencial (ATD), buscando-se identificar os picos endotérmicos que por ventura poderiam ocorrer nas proximidades da temperatura de 575°C e 600°C. E de acordo com essa possibilidade e analisando-se os termogramas abaixo pode - se concluir que realmente a possível influencia da sílica livre encontra-se salientados nas quatro amostras estudadas, nas temperaturas de 575 e 600°C.

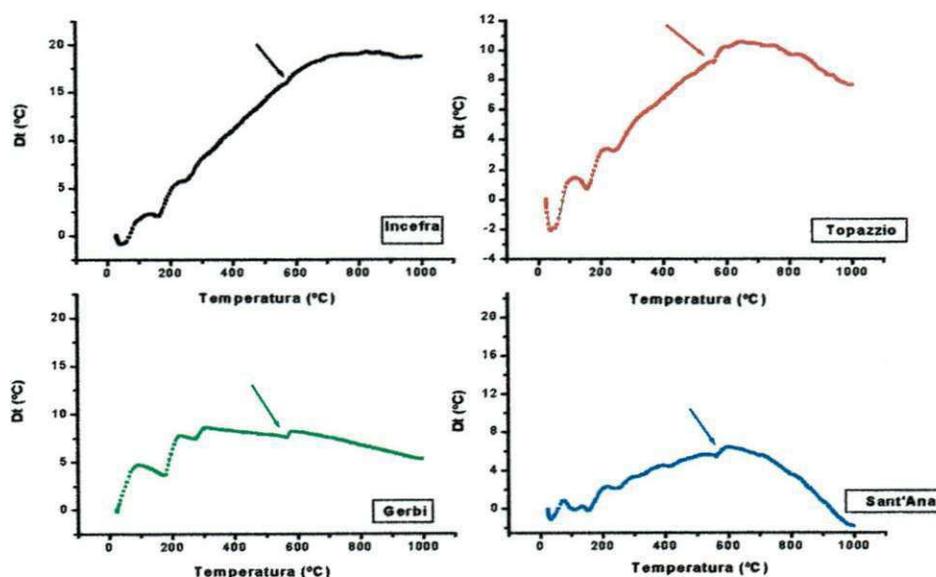


Figura 17 – Análise Térmica Diferencial (ATD), na temperatura de 1000°C com velocidade de 12,5°C/ min das quatro amostras estudadas.

4.1.2 Absorção de Água

TABELA 5 - Absorção de água das amostras estudadas.

AMOSTRAS	ABSORÇÃO DE ÁGUA (%)	GRUPO DE ABSORÇÃO	CLASSIFICAÇÃO QUANTO A POROSIDADE
Incefra ^(*)	7,83 ± 0,50	AIIb	Semiporoso
Topázio ^(*)	7,37 ± 1,12	CIb	Semiporoso
Gerbi	7,79 ± 0,50	BIIb	Semiporoso
Sant'Ana	7,95 ± 0,56	AIIb	Semiporoso

(*) Dados Meneses (2001)

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 5, verifica-se que os valores da absorção de água foram da ordem de (7,37%)(^{*}) aproximadamente, abrangendo os grupos de absorção IIb, que de acordo com a NBR 13818 anexo T, referem-se à absorção de 6 -10%, respectivamente, enquadrando-se na classe dos materiais semiporosos.

4.1.3 Resistência ao Gretamento

A Tabela 6 apresenta os resultados obtidos do ensaio de resistência ao gretamento, conforme a NBR 13818/97.

(*) Dados (Meneses, 2001)

TABELA 6 - Resultados do ensaio de resistência ao gretamento das amostras estudadas.

AMOSTRAS	INSPEÇÃO INICIAL	RESULTADOS
Incefra(Na) ^(*)	Sem presença de trincas	Sem gretamento
Topázio(Au) ^(*)	Todos os cps de prova apresentaram trincas antes da requelma.	Com gretamento
Gerbi(Au)	Com presença de trincas	Com gretamento
Sant'Ana(Au)	Sem presença de trincas	Com gretamento

(*) Dados (Meneses, 2001)

Na análise desses resultados, observou -se que três amostras (Topázio, Gerbi e Sant'Ana) gretaram e apenas uma (Incefra) não apresentou gretamento. Um fato a ser evidenciado foi que a amostra Topázio* apresentou trincas na inspeção inicial, mas, mesmo assim, foi submetida ao ensaio de resistência ao gretamento com o objetivo de comparação com as demais que não apresentaram para mostrar que independentemente do Tipo A, B ou C (classe popular), todas as peças devem estar de acordo com a normalização independente do público a que se destina.

O que se pôde concluir para a amostra Topázio inicialmente foi que o eventual gretamento que venha a ocorrer após utilização terá sua origem principal na falta do acordo dilatométrico, massa esmalte e não em alterações, após fabricação que as peças experimentem com a EPU.

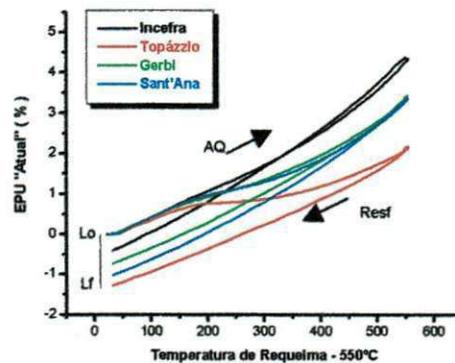
* Dados (Meneses, 2001)

4.2 Expansão por Umidade

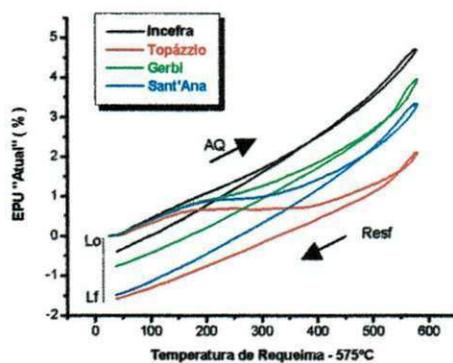
4.2.1 EPU "Atual"

No ensaio de dilatometria foram construídas curvas das amostras, com o acompanhamento do aquecimento e do resfriamento, sendo obtida a EPU "Atual" pela diferença das dimensões dos corpos de prova na temperatura de início de ensaio.

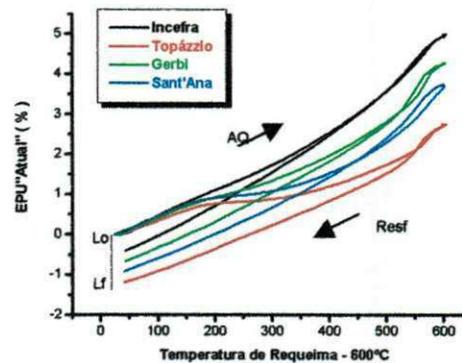
As Figuras 18 (a), (b) e (c) apresentam algumas curvas obtidas que ilustram o comportamento observado nas três temperaturas estudadas.



(a)



(b)



(c)

Figura 18 – Curvas dilatométricas das amostras estudadas nas temperaturas: 550°C, (b) 575°C e (c) 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C/min, com patamar de 2h - Determinação da EPU "Atual".

Analisando-se as curvas dilatométricas referentes às amostras estudadas, verificou-se comportamentos semelhantes durante o aquecimento e resfriamento à curva típica de reaquecimento à baixa temperatura (Figura 6 (a)), (Bowman, 1996). E esse comportamento se faz ainda mais acentuado na curva referente à amostra Topázio.

De acordo com as curvas apresentadas e os resultados obtidos, foi construída a Tabela 7.

TABELA 7 - EPU "Atual" das amostras estudadas nas temperaturas de requeimas de 550°C, 575°C e 600°C.

TEMPERATURA (°C)	EPU "ATUAL" (%)			
	Incefra(An)	Topázio(An)	Gerbi(Au)	Sant'Ana(Au)
550	0,047	0,148	0,079	0,109
	0,049	0,153	0,077	0,114
	0,048	0,151	0,083	0,119
MÉDIA	0,048	0,151	0,080	0,114
575	0,049	0,151	0,084	0,116
	0,048	0,154	0,081	0,101
	0,048	0,154	0,082	0,108
MÉDIA	0,048	0,156	0,082	0,108
600	0,046	0,131	0,071	0,111
	0,049	0,163	0,076	0,117
	0,049	0,168	0,075	0,097
MÉDIA	0,048	0,154	0,074	0,102

A Figura 19 ilustra a relação dos resultados da EPU "Atual" das amostras versus temperaturas estudadas.

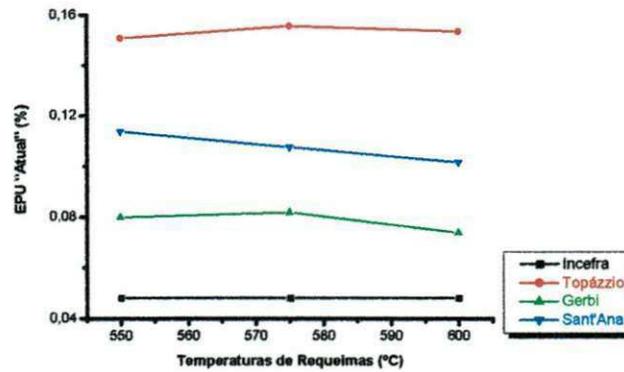


Figura 19 – EPU “Atual” versus temperaturas de requieima de 550, 575 e 600°C.

Em análise dos resultados apresentados na Tabela 7 e na Figura 19, observa-se que à medida que se aumentou a temperatura, não houve nenhuma alteração no valor da EPU “Atual”.

Considerando as médias dos valores individuais das amostras Incefra, Topázio, Gerbi e Sant’Ana, nas temperaturas de 550, 575 e 600°C, os resultados obtidos foram, respectivamente da ordem de 0,048%; 0,150%; 0,080% e 0,100%.

Ao levar-se em conta, o fato das amostras Incefra e Topázio serem “amostras novas”, isto é, não foram usadas, a amostra Incefra apresenta valor da EPU “Atual”, inferior a 0,06%, valor recomendado pela NBR 13818/97, Centro Cerâmico do Brasil e pelas normas EN 103 e 155. As demais apresentaram valores superiores ao valor sugerido, pelas normas supracitadas, inclusive para as amostras Gerbi e Sant’Ana oriundas de descolamento de piso, evidenciando-se a contribuição do fenômeno da EPU no descolamento das referidas placas.

Concluí-se, inicialmente, que à medida que se aumentou a temperatura de requieima, não houve nenhuma alteração nos resultados, evidenciando e comprovando que as placas cerâmicas para revestimentos constituídas por fina granulometria (porcentagem de grãos que passam na peneira ABNT 200 (0,0074mm), quando requieimadas por dilatométrica em temperaturas abaixo de 1000°C não apresentaram influência da temperatura de inversão do quartzo $\alpha \rightarrow \beta$ (573°C). Fato que é justificado, quando da medição por dilatométrica.

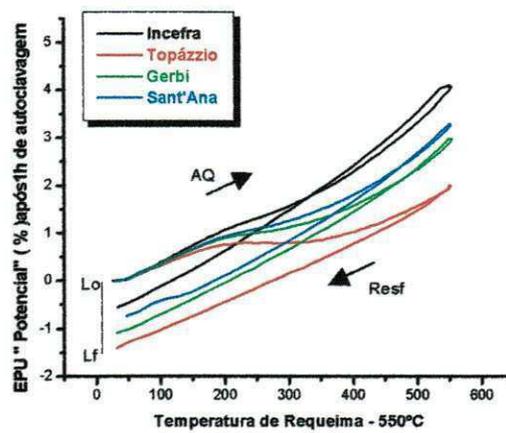
Mesmo sendo considerada por alguns pesquisadores como método de medição mais confiável, deve-se levar em consideração que este pode, todavia, ser influenciado pela presença da sílica livre no material e pela temperatura de requeima, já que pode haver expansões irreversíveis durante os ciclos de queima, em virtude da formação de microtrincas no momento do descolamento das partículas de quartzo da matriz vítrea, provocado pela inversão do quartzo $\alpha \rightarrow \beta$.

Essas expansões são 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 "descolamento", caso contrário haverá indicações da possibilidade da formação de microtrincas, havendo interferência nas determinações da EPU. Todavia, a quantificação de sua influência passa a ser uma questão extremamente complexa, sendo apenas evidente que a intensidade dessa "histerese" está fortemente relacionada com o percentual das partículas de quartzo com dimensões superiores ao diâmetro da peneira 200 (0,0074mm) da ABNT e com isso há dificuldade de sua reorganização durante o resfriamento das amostras.

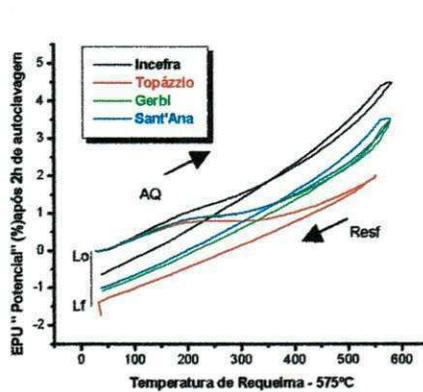
Mediante essa análise, os resultados obtidos da EPU "Atual" das amostras estão intimamente relacionados com a fina granulometria e possivelmente haja alterações quando se tratar de grossa granulometria que permitirá a presença de grãos de quartzo na forma de areia com dimensões superiores a 0,0074mm e que quando requeimados em temperaturas inferiores a 1000°C, (Cole & Banks, 1991) apresentarão influência na determinação da EPU "Atual".

4.2.2 EPU "Potencial"

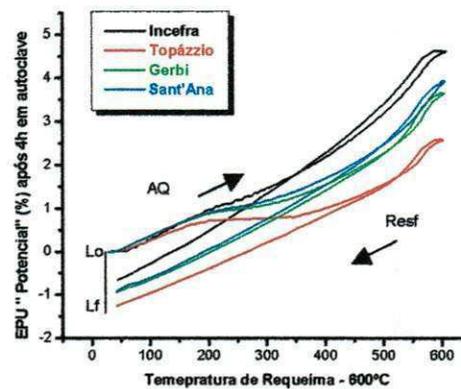
As Figuras 20 (a), (b) e (c) apresentam o comportamento de algumas curvas dilatométricas construídas a partir da 2ª requeima dos corpos de prova, após tratamento de indução em autoclave em 1, 2 e 4 horas, nas temperaturas estudadas.



(a)



(b)



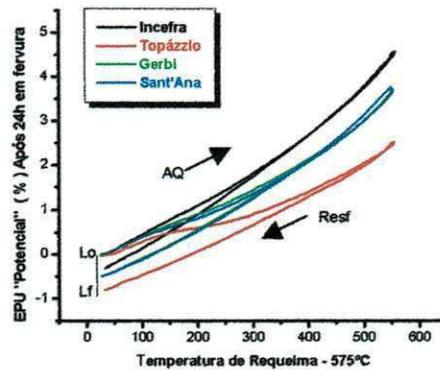
(c)

Figura 20 – Curvas dilatométricas (2ª requeima) após indução por autoclave em 1, 2 e 4 horas numa pressão de 0,7 MPa (100 psi) das amostras estudadas, respectivamente nas temperaturas : (a) 550°C, (b) 575°C e (c) 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C /min e patamar de 2 horas - Determinação da EPU "Potencial".

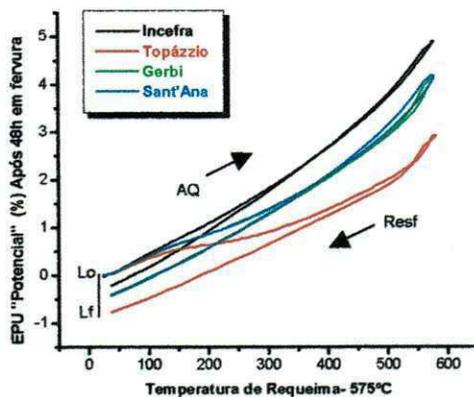
Observa-se de uma maneira geral no comportamento das curvas a influência do tratamento em autoclave, à medida que se aumenta a temperatura, as curvas tornaram-se mais abertas (distância entre o ponto inicial (Lo) e final (Lf) das curvas) e há um pequeno "loop" mais evidenciado nas temperaturas de 575° e 600°C.

Nas figuras 21 (a), (b) e (c) pode-se observar o comportamento de algumas curvas dilatométricas obtidas a partir da 2ª requeima dos corpos de

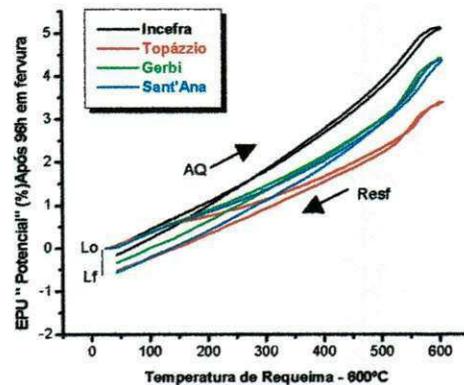
prova, após tratamento de indução por fervura em 24, 48 e 96 horas nas temperaturas estudadas.



(a)



(b)



(c)

Figura 21 - Curvas dilatométricas (2ª requieima), após indução por fervura em 24, 48 e 96h das amostras estudadas respectivamente nas temperaturas : (a) 550°C, (b) 575°C e (c) 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C /min e pata-mar de 2 horas - Determinação da EPU "Potencial".

Observa-se de uma maneira geral que essas curvas se mostram bem suaves (mais fechadas, distância entre os pontos inicial (Lo) e o final (Lf) em relação às obtidas após autoclavagem e mesmo em relação às obtidas na 1ª requieima, na determinação da EPU "Atual". Observa-se também que a intensidade do "loop" quando da passagem do aquecimento para o resfriamento também foi bem suave nas temperaturas de 575 e 600°C.

A Tabela 8 apresenta os resultados médios das EPU's "Potenciais" por autoclavagem e fervura.

TABELA 8 - EPU's "Potenciais" (%) – Determinada por dilatométrica nas temperaturas de 550, 575 e 600°C, com velocidade de aquecimento de 5°C/min, após processos de indução por autoclave em 1, 2 e 4 horas à pressão de 0,7MPa (100 psi) e por fervura em 24, 48 e 96 horas.

AMOSTRAS	TEMPERATURA (°C)	EPU "POTENCIAL" (%)					
		FERVURA			AUTOCLAVE		
		24h	48h	96h	1h	2h	4h
Incefra	550	0,037	0,043	0,053	0,058	0,063	0,083
	575	0,032	0,048	0,054	0,067	0,063	0,083
	600	0,034	0,043	0,053	0,066	0,062	0,083
Topázio	550	0,088	0,094	0,153	0,151	0,169	0,211
	575	0,087	0,104	0,158	0,168	0,177	0,218
	600	0,077	0,096	0,147	0,156	0,176	0,217
Gerbi	550	0,054	0,069	0,086	0,111	0,103	0,144
	575	0,054	0,059	0,096	0,106	0,109	0,135
	600	0,052	0,065	0,094	0,104	0,108	0,136
Sant'Ana	550	0,056	0,068	0,105	0,110	0,120	0,138
	575	0,051	0,072	0,107	0,112	0,118	0,142
	600	0,056	0,066	0,103	0,109	0,115	0,124

A Figura 22 apresenta a relação entre os resultados das EPU's "Potenciais" em (%), e os tempos de indução por autoclavagem, nas temperaturas estudadas.

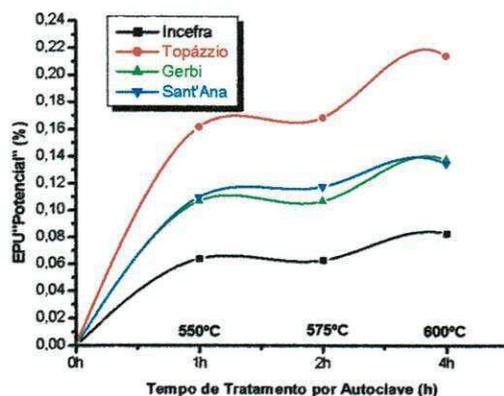


Figura 22 – Relação entre tempos de indução de 1, 2 e 4 horas, respectivamente nas temperaturas de 550, 575 e 600°C em autoclave a 0,7MPa (100psi) e a EPU "Potencial".

Pode-se observar na Tabela 8 e na Figura 22, que de uma maneira geral foram encontrados valores das EPU's "Potenciais" semelhantes nas temperaturas de 550, 575 e 600°C nos tempos de indução de 1, 2 e 4 horas para as amostras Incefra, Topázio, Gerbi e Sant'Ana, com valores superiores a 0,06%; 0,15%; 0,10% e 0,11%, respectivamente.

Houve semelhança entre os resultados das EPU's "Potenciais" nos tempos de indução por autoclavagem em 1 e 2 horas para todas as amostras.

Na Tabela 8 e Figura 23 estão apresentados os resultados das EPU's "Potenciais" em (%) após indução por fervura em 24, 48 e 96 horas, nas temperaturas estudadas.

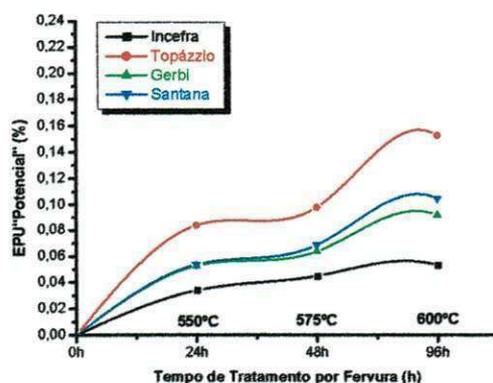


Figura 23 – Relação entre tempos de indução de 24, 48 e 96 horas por fervura respectivamente nas temperaturas de 550, 575 e 600°C e a EPU "Potencial".

Pode-se observar, de forma geral, que nas temperaturas de 550, 575 e 600°C e tempos de indução por fervura ocorrem semelhança nos resultados das EPU's "Potenciais", para a amostra Incefra nos tempos de indução de 24, 48 e 96 horas. Para as amostras Topázio, Gerbi e Sant'Ana os resultados das EPU's "Potenciais" apresentam-se semelhantes nas temperaturas de 550 e 575°C nos tempos de indução de 24 e 48 horas.

Numa análise conjunta, entre os dois métodos de indução, por autoclavagem e por fervura, diante dos resultados das EPU's "Potenciais" apresentados, na Figura 24, buscou-se estabelecer uma comparação entre os tempos de indução de 1,2 e 4 horas com pressão de 0,7MPa (100 psi) e 24, 48 e 96 horas, respectivamente, nas temperaturas estudadas.

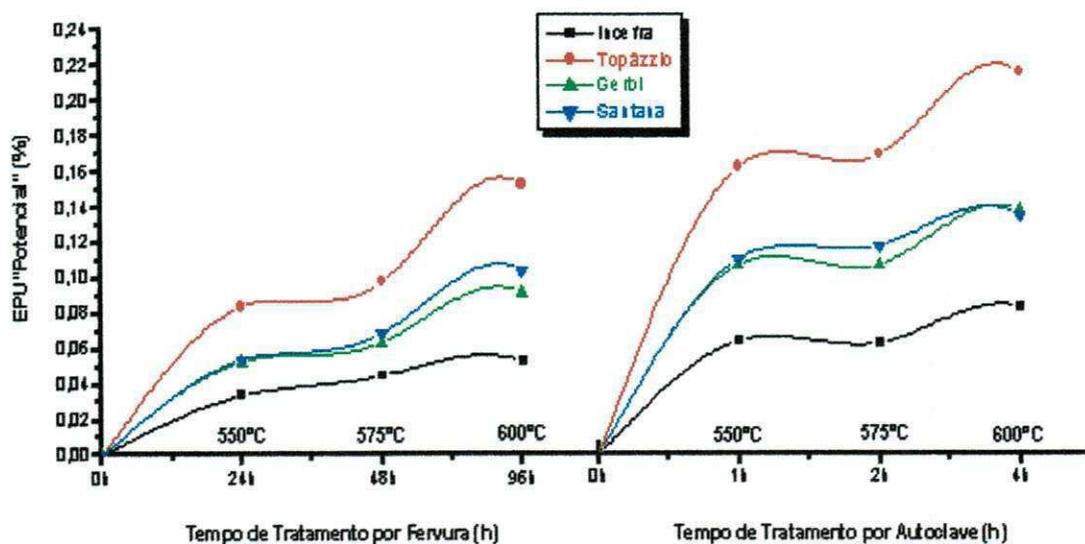


Figura 24 - Relação entre EPU "Potencial" (%) X (Tempo de Indução por Autoclave e Fervura).

A comparação entre os dois processos de indução permite constatar a correspondência entre os resultados obtidos por autoclavagem em 1h a 0,7MPa (100 psi) e 96 horas por fervura; 1 e 4 horas por autoclavagem a 0,7MPa (100 psi) correspondem aproximadamente a duas vezes os resultados obtidos por fervura em 24 e 48 horas respectivamente, para todas as temperaturas estudadas.

À medida que se aumentou a temperatura, de uma maneira geral não houve nenhuma alteração nos resultados das EPU's "Potenciais", comprovando-se o que já foi comentado quanto a EPU "Atual".

4.2.3 Estudo de Caso

Para as amostras Gerbi e Sant'Ana provenientes de descolamento de piso como citado no capítulo Materiais e Métodos, e com base nos resultados das EPU's "Atual" e "Potencial" apresentados na Tabela 8 e Figuras 22, 23 e 24, ficou comprovado que houve contribuição da EPU para o descolamento destas placas do piso, sendo evidenciado que os resultados apresentam-se superiores a 0,07%, que por sua vez são superiores ao valor de 0,06% recomendado pela NBR 13818/97, bem como Centro Cerâmico do Brasil e as normas EN 103 e 155/95.

As Figuras 25 (a), (b) e 26 (a) e (b), evidenciam os problemas ocorridos devido a contribuição da EPU para o descolamento das placas cerâmicas respectivamente nas edificações do Hospital Garden na Cidade de Campina Grande – PB e no Edifício Porto Vallarta na Cidade de Cabedelo – PB.



(a)

(b)

Figura 25 – Descolamento das Placas – Hospital Garden – Campina Grande - PB
(a) Piso e (b) Roda Pé.



(a)

(b)

Figura 26 – Placas cerâmicas Gerbi utilizadas no Edifício Porto Vallarta na Cidade de Cabedelo. a) flecha de aproximadamente 2 cm da massa de assentamento e evidências de gretamento do vidrado(b) faixa de descolamento , e efeito “pop up”.

Este trabalho teve por objetivo caracterizar as amostras quanto a composição química e às características físicas absorção de água e resistência ao gretamento e em seguida estudar a influência da temperatura na determinação da EPU "Atual" e da metodologia de indução na determinação da EPU "Potencial", em placas cerâmicas para revestimentos.

Do estudo realizado e com base nos resultados obtidos pôde-se concluir que:

1) em relação à composição química, as amostras "novas" e "usadas" eram constituídas basicamente por silico-aluminatos; não houve presença significativa de óxidos de cálcio para as quatro amostras estudadas, e que devido a ausência de cálcio, possivelmente haja influência nos resultados da EPU; Quanto aos os valores da sílica livre ficou evidenciado tratar-se possivelmente de sílica cristalizada;

2) quanto ao ensaio de absorção de água, as quatro mostras estudadas enquadraram-se no grupo de absorção IIb (6 – 10%), classificados como materiais semiporosos, de acordo com a ABNT, NBR 138181/97;

3) quanto ao ensaio de resistência ao gretamento, constatou-se que três das amostras estudadas, gretaram. Sendo que duas apresentaram trincas na inspeção inicial; e apenas uma apresentou gretamento;

4) pôde-se concluir que apenas uma das amostras estudadas apresentaram resultados da EPU "Atual" abaixo do valor de 0,06%, recomendado pela ABNT, NBR 13818/97 e estes foram da ordem de 0,04%. E três amostras apresentaram resultados acima do valor recomendado pela mesma norma , e estes foram superiores a 0,07%.

5) o estudo de caso revelou que, os pisos aplicados que apresentaram problemas de descolamento, as EPU's foram elevadas e superiores ao valor sugerido pela ABNT;

6) em relação a EPU "Atual", à medida que se aumentou a temperatura de queima (550, 575 e 600°C), não houve nenhuma alteração nos resultados obtidos, sendo portanto, evidente tratar-se de placas cerâmicas para revestimentos constituídas a partir massas com grãos finos provavelmente com dimensões inferiores à peneira ABNT 200 (0,0074mm);

7) em relação à metodologia de indução da EPU "Potencial" por autoclavagem e por fervura, houve correspondência dos resultados das EPU's "Potenciais" obtidos por autoclavagem em 1 hora a 0,7Mpa (100psi) correspondendo a aproximadamente 96 horas por fervura, para todas as amostras estudadas nas temperaturas de 550, 575 e 600°C.

As EPU's "Potenciais" obtidas em 1 e 4 horas por autoclavagem corresponderam à aproximadamente duas vezes os resultados nos tempos de indução por fervura de 24 e 48 horas respectivamente.

Estes resultados foram obtidos para um número reduzido de placas cerâmicas para revestimentos, sendo importante que o estudo da influência da temperatura e da metodologia de indução na determinação da expansão por umidade seja ampliado para que se tenha maior representatividade dos resultados.

1. Determinar EPU "Potencial" por dilatométrica (nas mesmas condições de temperatura, velocidade de aquecimento e patamar de tempo) de placas cerâmicas comerciais, após indução por fervura e em seguida após autoclavagem, utilizando-se os mesmos corpos de prova à pressão de 0,7MPa (100 psi).
2. Utilizar a microscopia eletrônica de varredura (MEV), para verificar a textura do grão de quartzo e seu possível descolamento da matriz vítrea, ao aquecer as amostras em temperaturas inferiores a 1000°C e verificar sua influência na determinação da EPU "Atual" e "Potencial".
3. Utilizando-se da difração de raios - x, microscopia eletrônica de varredura (MEV), buscar identificar as possíveis reações e transformações que ocorrem nos corpos de prova quando sujeitos ao tratamento em autoclave.
4. Variar a granulometria do quartzo na forma de areia e verificar seu efeito na determinação da EPU por dilatométrica em temperaturas abaixo de 1000°C, para esclarecer a "histerese" formada, devido possivelmente à inversão do quartzo $\alpha \rightarrow \beta$.
5. Como extensão específica deste trabalho, verificar a possível correspondência entre os métodos de indução da EPU "Potencial" por autoclave em 0,5 horas e por fervura em 120 horas, na pressão de 0,7MPa (100 psi), para se ter uma ampliação dos possíveis tempos de indução em que haja correspondência das EPU's "potenciais" e daí minimizar as controvérsias e ter-se resultados mais realísticos.
6. Quantificar o quartzo livre presente nas placas cerâmicas para revestimentos, através da caracterização mineralógica por DRX, que possa permitir estudos estimativos de sua influência na determinação da EPU.

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, NBR 13816, 13817 e 13818 – **Placas Cerâmicas para Revestimentos – Terminologia, Classificação, Especificação e Métodos de Ensaio** - Rio de Janeiro, 1997.
- AMERICAN STANDARD ASTM C370-56, **Test Method for Moisture Expansion of Fired Whiteware Products**, 1970.
- AMORIM, L.V., FERREIRA, H. C., GOMES, C.M., & SEGADÃES, A. M. C. B. **Estudos Preliminares Visando o Uso da Dilatometria na Determinação da Expansão por Umidade – EPU**, In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 14, 2000, São Paulo, Anais.
- BAUER, R.J.F. & RAGO, F. **Expansão por Umidade de Placas Cerâmicas para Revestimentos**, Cerâmica Industrial, 5 (3) 41, 2000.
- BERNETT, F.E., **Effects of Moisture Expansion of Installed Quarry Tile**, Am. Ceram. Soc. Bull., 55 (12) 1039, 1976.
- BOWMAN, R., **The Importance of the Kinetics of Moisture Expansion**, Acta 5, nº4,5, p 37 – 60, www.dbce.csiro.au, setembro 1997.
- BOWMAN, R., **Melhorando a Precisão das Determinações da Expansão por Umidade**, Cerâmica Industrial, 1 (4 / 5) 25, 1996.
- BOWMAN, R. & WESTGATE, P., **Moisture Expansion Kinetics as a Function of Conditioning**. Csiro Division Building, Construction and Engineering, 1995.

- CAMPOS, L.F.A., MACEDO, R.S. & FERREIRA, H.C., **Estudo da Expansão por Umidade (EPU) em Cerâmica Vermelha**, Relatório Final – CNPq / PIBIC, Agosto, 1999.
- CAMPOS, L.F.A., **Estudo da Expansão por Umidade (EPU) em Blocos Cerâmicos do Estado da Paraíba**, Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, UFPB, Campina Grande, 2002.
- CERÂMICA PORTO FERREIRA, **Análise Crítica das Novas Normas Técnicas de Revestimentos Cerâmicos - Capítulo Quatro: As normas NBR sobre Execução de Revestimentos Cerâmicos(procedimentos)**, Cerâmica Industrial, 5 (4) julho / agosto, 2000.
- CENTRO CERÂMICO DO BRASIL (CCB), **Ensaio para Certificação de Revestimentos Cerâmicos Segundo Norma NBR 13818**, 1999.
- CHIARI, L.C., OLIVEIRA, C.J., MONTEIRO, C., FORJAZ, N.V.; BISCARO, E.J. & BOSHI, A. O., **Expansão por Umidade – Parte I - O Fenômeno**, Cerâmica Industrial, 1 (1) 6, 1996 a.
- CHIARI, L.C., OLIVEIRA, C.J., MONTEIRO, C., FORJAZ, N.V., BISCARO, E.J.; MARINO, L.F. & BOSHI, A. O., **Expansão por Umidade – Parte II - Efeito da Adição de Calcita**, Cerâmica Industrial, 1 (3) 35, 1996b.
- CIZERON, G., **Análise Dilatométrica do Comportamento Térmico das Argilas**, Cerâmica, 25 (111)62, 1979.
- COLE, W.F & BANKS, J.P., **Studies on the Moisture Expansion of Monocottura Floor Tiles of Austalian Manufacture**, Key Enginneering Materials, 53-55 185,1991.
- COLE, W.F., **Moisture Expansion Characteristic of a Fired Kaolinit – Hydrous Mica – Quartz Clay**, J. Am. Ceram. Soc. , 45 (9) 428, 1962 .

- COLE, W.F., **Moisture Expansion of a Ceramic Body and Its Internal Surface Área**, Nature, 196 (4850) 127, 1962.
- COLE, W.F., **A World Bibliography on Moisture Expansion of Ceramic Bodies**, CSIRO Division Of Building, Construction et Engineering ,(1926-1992).
- CORNWALL, M. & EVERILL, J.B., **The Measurements of Moisture Expansion**, Trans. Brit. Ceram. Soc., 78 (96) R12, 1979.
- EUROPEAN STANDARD, EN 155. **Ceramic Tiles – Determination of Moisture Expansion Using Boiling Water – Unglazed Tiles**, 1991.
- ENRIQUE, J., FELIU, C. & AGRAMUT, J.V., **Metodologia de Classificação de Placas Cerâmicas Segundo o Uso**, Cerâmica Industrial, 1 (2) 39, 1996.
- FERREIRA, H.C., MIRANDA, F.S., OLIVEIRA, R.A., AMORIM, L.V. & NEVES, G.A., **Estudos das Causas da Falência Estrutural de Edifício em Alvenaria Estrutural** , Anais 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Paulo – SP, 2000
- GORINI, A. P. F. & CORREA, A. R., **Cerâmica**, BNDES – Setorial, Rio de Janeiro, nº 10, p. 201 – 252, setembro. 1999.
- HILÁRIO, R & CABRAL, T., **Diário de Pernambuco**, Recife, 29 de dezembro de 2000.
- HILL, R.D., **The Rehydration of Fired Clay and Associated Minerals**, Trans. Brit, Ceram. Soc., 52, 589, 1953.
- HOLSCHER, H.H., **Effects of Autoclave Treatment on Ceramic Bodies and Clays**, J. Am. Ceram. Soc., 14 (3) 207, 1931.

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

HOSKING, J.S. & HUEBER, H.V., **Permanent Moisture Expansion of Clays Products on Natural Exposure**, Nature, 184 (4696) 1373, 1959.

HOSKING, J.S., **Ceramic Bodies and Their Chemically Sorbed Water**, J. Aust.Ceram. Soc., 15 (1) 1, 1979.

INTERNATIONAL STANDARDIZATION ORGANIZATION, **ISO 10545 -10, Ceramic Tiles – Test Methods**, 1995.

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

INZIGNERI, M. & FUSARINI, E., **Alcune Esperienze di Invecchiamento Artificiale su Paste di Terraglia Forte. Riduzione Degli Effetti Nocivi Mediante L' Aggiunta Do Corretivi**, VII International Ceram. Congress., p.53, 1960.

JUST, A . & FRANCO, L.S., **Descolamento dos Revestimentos Cerâmicos de Fachadas na Cidade do Recife – Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Construção Civil – São Paulo – SP, 2001.**

LIRA, C., **Efeito de Carbonatos de Ca, Mg e Li e do Ciclo de Queima na Expansão por Umidade para Revestimento.**, Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais – UFSC, Florianópolis – SC, Fevereiro, 1997.

LIRA, C., ALARCON, O.E., SILVEIRA, M.D.M. da, BIANCHI, J.A.A., HONORATO, E.L. & COSTA, L., **Efeitos da Composição e da**

- Temperatura de Queima na Expansão por Umidade de Corpos Cerâmicos**, Cerâmica Industrial, 2 (1/2) Janeiro / abril, 1997.
- MENEZES, R.R., **Estudo da Expansão por Umidade e de Características Correlatas de Placas Cerâmicas para Revestimento** – Dissertação de Mestrado apresentada ao DEMa -Departamento de Engenharia de Materiais da UFCG, Campina Grande-PB.2001.
- MEIRIT, G.E. & PETERS, C.G., **Interferometer Measurements of thermal Dilatation of Glazed Ware**, J. Am. Ceram. Soc. 9 (6) 327, 1926.
- MILNE, A. A., **Expansion of Fired Kaolin When Autoclaved and Effect of Additives**, Trans. Brit. Ceram. Soc., 5,148, 1958.
- MOTTA, J. F. M., CABRAL JUNIOR, M. & TANNO, L.C., **Panorama das Matérias Primas Utilizadas na Indústria de Revestimentos Cerâmicos: Desafio Do Setor Produtivo**, Cerâmica industrial, 3 (4 – 6) 30, 1998.
- MCNELLY, T., **Brick Expansion : Aspects of the Australian Experience**, Trans. Brit. Ceram. Soc, 82(1) 14, 1983.
- NEVES, W.F. das, **Influência de Parâmetros de Processos no Surgimento de Trincas de Resfriamento em Revestimentos Cerâmicos Produzidos pelo Processo de Biqueima**, Dissertação de Mestrado – UFSC, Florianópolis – SC, 1999.
- OLIVEIRA, A.P.N., **Tecnologia de Fabricação de Revestimentos Cerâmicos**, Cerâmica Industrial, 5 (6) Novembro / Dezembro, 2000.
- 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**, Disertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Química – UFCG, 2002.

PROGRAMA SETORIAL DA QUALIDADE DE PLACAS CERÂMICAS PARA REVESTIMENTO, Secretaria Especial de Desenvolvimento Urbano da Presidência da República, agosto, 2001.

ROBINSON, G.C., **The Reversibility of Moisture Expansion**, Am. Ceram. Soc. Bull., 64 (5) 712, 1985.

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

SOUZA SANTOS, P. de, **Ciência e Tecnologia de Argilas** , Edgard Blucher – 3ª Ed. Vol. 1 , São Paulo –SP, 1985.

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

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

SLYH, J. A., **Twenty - Year Moisture expansion of Quarry Tile**, Am. Ceram. Soc, Bull., 63 (12) 1495, 1984.

SMITH, A.N., **Investigation on the Moisture Expansion of Porous Ceramics Bodies**, Trans. Brit. Ceram. Soc. , 45 (5) 300,1955.

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

VIEIRA, A.C., **Destacamento de Placas Cerâmicas : Estudo de Algumas Variáveis**, Dissertação de mestrado – Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo – SP, 1998.

VERDUCH, A.G., **Expansión por Humedad de los Products Cerâmicos**, Bol. Soc. Esp. Ceram. , 4 (3) 259, 1965.

VAN VLACK, L.H., **Princípios de Ciências e Tecnologia dos Materiais**, Campus, 2ª Ed., Rio de Janeiro – RJ, 1984.

YEKTA, B. E. & ALIZADEH, P., **Effects of Carbonates on Wall Tile Bodies**, Am. Ceram. Soc. Bull., 75 (5) 84, 1996.

YOUNG, J.E. & BROWNELL, W.E.J., **Moisture Expansion of Clay Products**, J. Am. Ceram. Soc. , 421 (12) 571, 1959.

Álcalis - termo utilizado para referir-se a óxidos de metais alcalinos.

Autoclave - aparelho que consiste em um recipiente no qual peças podem ser submetidas a uma alta pressão de vapor de água, utilizado no processo de indução (aceleração) da expansão por umidade de placas cerâmicas.

DRX - difratometria de raios - x, técnica de análise mineralógica, utiliza-se da difração de raios - x para identificação de fases cristalinas constituintes do material.

Dilatometria - ensaio de análise térmica visando determinar a dilatação linear do material em função da temperatura ou do tempo com determinação do coeficiente de dilatação linear.

Energia Livre Superficial da Partícula - força ou energia que comanda o processo de sinterização.

Espinélio - óxido de fórmula AB_2O_4 , onde A é um íon divalente (Fe^{+2} , Mg, Cu, Mn) e B é um íon trivalente (Cr^{+3} , Fe^{+3} , AL). Composto complexo cristalino de estrutura hexaocáedrica, pode ser tipo normal (Cada A é rodeado por 4 Oxigênio e cada B por 6 oxigênio ou inverso, algumas posições de A são ocupadas por B e vice – versa).

Fase - parte estrutural homogênea de um sistema material.

Fundente - óxido que forma eutílico com substância de fusão à temperatura mais alta, utilizado como forma de reduzir a temperatura de fusão desta substância.

Ghelenita — fase cristalina obtida da reação, a alta temperatura entre CaO , SiO_2 e Al_2O_3 de formula estrutural $(2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)$.

Grão - cristais individuais de uma microestrutura.

Gretamento - fissuras que aparecem na superfície esmaltada do revestimento cerâmico.

“Histerese”- representa a área de uma curva formada pelas diferenças do percurso das variável quando no processo de crescimento e diminuição.

MEV - microscopia eletrônica de varredura, técnica que utiliza um feixe de elétrons que varre a superfície e causa a emissão de elétrons observáveis e que definem a morfologia da superfície analisada.

Microestrutura - estrutura apresentando heterogeneidade que podem ser observadas ao microscópio.

Matriz Vítrea - matriz formada por compostos que apresentam ordem em escala atômica ou molecular apenas em curta distância.

Matriz Cristalina - matriz formada por compostos que apresentam ordem em escala atômica ou molecular em curta e longas distâncias.

Monoqueima - processo produtivo de revestimento cerâmico que consiste em sinterização da massa e esmalte em uma única etapa.

Monoporosa - designação comum do azulejo, revestimento cerâmico poroso obtido por processo de monoqueima.

Mulita - Nesossilicato de formula aproximada $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$, com 72% de Al_2O_3 , em massa. Sistema cristalino ortorrômbico, no microscópio aparece

como cristais longos em forma de prisma. É constituinte comum nos corpos queimados, como resultado das transformações térmicas dos argilominerais.

Queima – ciclo de aquecimento visando densificação e aumento da resistência de peças cerâmicas, engloba perda de água, transformações de fase e coalescimento de partículas.

Sinterização - etapa do processo de queima do revestimento cerâmico, onde ocorre coalescimento das partículas constituintes e a densificação do material.

Vidro - produto inorgânico de fusão que foi resfriado até atingir condição de rigidez, sem sofrer cristalização.

Vitrificação - densificação por redução da porosidade devida à formação de ligações vítreas (formadas a partir da fase líquida) no interior do corpo cerâmico.