

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS

EXPANSÃO POR UMIDADE DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS: MÉTODOS
DE MEDIDA E VARIÁVEIS ENVOLVIDAS

Suelen Nastri

São Carlos
2015

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS

**EXPANSÃO POR UMIDADE DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS: MÉTODOS
DE MEDIDA E VARIÁVEIS ENVOLVIDAS**

Suelen Nastri

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Anselmo Ortega Boschi

Coorientador: Dr. Fábio Gomes Melchiadés

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos

2015

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar
Processamento Técnico
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

N269e Nastri, Suelen
Expansão por umidade de revestimentos cerâmicos :
métodos de medida e variáveis envolvidas / Suelen
Nastri. -- São Carlos : UFSCar, 2015.
108 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de
São Carlos, 2015.

1. Expansão por umidade. 2. Revestimento cerâmico.
3. Destacamento. I. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha mãe, Suzana Silva Natri, minha maior inspiração e exemplo.

VITAE DA CANDIDATA

Licenciada em Química pela Universidade Federal de São Carlos (2008).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Suélen Nastri, realizada em 05/08/2015:

Prof. Dr. Anselmo Ortega Boschi
UFSCar

Prof. Dr. Márcio Raymundo Morelli
UFSCar

Prof. Dr. Eduvaldo Paulo Sichieri
USP

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Dr. Anselmo O. Boschi e ao Dr. Fábio G. Melchades pela orientação, apoio e ajuda para a elaboração dessa dissertação.

À CAPES pelo apoio financeiro.

Ao PPG-CEM e DEMA como um todo por toda a estrutura e excelência do programa.

Aos amigos do LaRC: Álvaro, Flávia, Douglas, Leidy, Ana Virgínia e Patrícia por toda a colaboração para a realização dessa pesquisa e pela amizade.

À Lisandra Conserva pela ajuda, apoio e amizade desde 2003.

Ao Paulo Roberto Libardi por estar ao meu lado nos momentos bons e ruins.

Aos meu pais, João e Suzana, meus irmãos, Geison e Janderson, minha cunhada Andréia e meu sobrinho Arthur, por todo apoio, amor e carinho em todas as etapas da minha vida.

RESUMO

A expansão por umidade (EPU) é caracterizada pelo aumento das dimensões do corpo cerâmico quando em contato com a água na forma líquida ou de vapor. O fenômeno pode contribuir para o desenvolvimento de patologias graves nos revestimentos cerâmicos, tais como o gretamento dos esmaltes e o descolamento de fachadas após o assentamento. A EPU vem sendo estudada desde o início do século XX, sendo que os estudos realizados culminaram com a criação das normalizações hoje existentes. Todavia, muitas divergências ainda existem quanto aos procedimentos de medida, tanto no que se refere à quantificação da expansão, quanto ao método de hidratação acelerada utilizado para prever as expansões que os materiais cerâmicos podem sofrer ao longo do tempo. Neste sentido, através deste projeto de pesquisa, pretendeu-se contribuir para o aprimoramento dos métodos de avaliação da expansão por umidade em revestimentos cerâmicos, bem como identificar as principais variáveis responsáveis pela EPU nos revestimentos cerâmicos produzidos atualmente no país. Para a realização do projeto, foram coletadas amostras de distintos produtos cerâmicos comerciais, preferencialmente utilizados para o revestimento de fachadas externas. As EPUs destas amostras foram caracterizadas através de distintos procedimentos em laboratório, com alterações planejadas nos métodos de hidratação das amostras, bem como nos métodos de quantificação das expansões sofridas. Simultaneamente, os produtos selecionados foram caracterizados microestruturalmente para identificação dos fatores que determinam a susceptibilidade à expansão por umidade. Tanto a hidratação quanto o método de medida da variação dimensional afetam os valores de EPU obtidos, sendo que este último se mostrou mais preponderante. O estudo da temperatura de requeima mostrou que não é necessário utilizar temperaturas superiores à 350°C. O estudo do tempo de hidratação mostra um aumento contínuo nos valores de EPU. A análise microestrutural auxilia na compreensão do fenômeno de EPU.

MOISTURE EXPANSION OF CERAMIC TILES : MEASUREMENT METHODS AND VARIABLE INVOLVED

ABSTRACT

The expansion by humidity (EPU) is characterized by the increase in the size of the ceramic body when in contact with water in liquid or vapor. The phenomenon can contribute to the development of severe pathologies in ceramic coatings such as glaze and cracking of detachment after installation of facades. The EPU has been studied since the early twentieth century, and the studies led to the creation of today's existing commonalities. However, there are still many divergences about the measurement procedures both as regards the measurement of expansion, as the accelerated hydration method used to predict the expansion ceramic materials may suffer over time. In this sense, through this research project, intended to contribute to the improvement of moisture expansion of evaluation methods in ceramic tiles, as well as identifying the main variables responsible for the EPU in ceramic tiles currently produced in the country. To carry out the project, samples were collected from different commercial ceramics, preferably used for the coating of external facades. The EPUs these samples were characterized by different procedures in the laboratory, to planned changes in the methods of hydration of the samples as well as methods of quantifying the expansions undergone. Simultaneously, the selected products were characterized microstructurally to identify the factors that determine susceptibility to moisture expansion. Both hydration and the method for measuring the dimensional change affect EPU values obtained, the latter was more predominant. The study of the reburn temperatures showed that it is not necessary to use temperatures higher than 350 ° C. Hydration time of the study shows a continuous increase in moisture expansion values. Microstructural analysis helps in understanding the EPU phenomenon.

PUBLICAÇÕES

-NASTRI, SUELEN; CONSERVA, LISANDRA R. DOS S.; MELCHIADES, FABIO G.; BOSCHI, ANSELMO O.. A expansão por umidade (EPU) revisitada, 20 anos depois: Convivendo com a inevitabilidade da EPU. **Cerâmica Industrial** (Impresso), v. 20, p. 24-29, 2015.

-CONSERVA, L. R. S. ; NASTRI, SUELEN ; LEITE, A. P. ; MELCHIADES, F. G.; BOSCHI, ANSELMO ORTEGA. A cor de queima de porcelanato esmaltados. **Cerâmica Industrial** (Impresso), v. 19, p. 7-10, 2014.

-BOSCHI, A. O.; MELCHIADES, F.G.; DOS SANTOS, L. R.; NASTRI, SUELEN; LEITE, A. P.. Photochromic effect in engobes containing titanium frits as opacifiers. *Interceram*, v. 62, p. 16-19, 2013.

-MELCHIADES, F.G. ; DOS SANTOS, L. R. ; NASTRI, SUELEN ; LEITE, A. P. ; BOSCHI, A. O. . Viabilidade da fabricação de porcelanatos por via seca a partir de massas de cor de queima clara. Parte III: Composição da massa. **Cerâmica Industrial** (Impresso), v. 18, p. 18-24, 2013.

-MELCHIADES, FÁBIO GOMES ; CONSERVA, L. R. S. ; NASTRI, SUELEN ; LEITE, A. P. ; BOSCHI, ANSELMO ORTEGA ; BOSCHI, A. O. . Viabilidade da fabricação de porcelanatos por via seca a partir de massas de cor de queima clara - Parte III: composição da massa. **Cerâmica Industrial** (Impresso), v. 18, p. 18-24, 2013.

-MELCHIADES, F.G. ; SANTOS, LISANDRA RAFAELA DOS ; NASTRI, SUELEN ; BOSCHI, ANSELMO ORTEGA . Alternatives in the body composition of porcelain tiles produced by the dry route. CFI. **Ceramic Forum International**, v. 89, p. E39-E43, 2012.

-MELCHIADES, FÁBIO GOMES ; SANTOS, LISANDRA RAFAELA DOS; NASTRI, SUELEN ; BOSCHI, ANSELMO ORTEGA. Comparison between spray-dried and dry granulated powders in the fabrication of porcelain tiles. **Interceram**, v. 61, p. 254-258, 2012.

-BOSCHI, ANSELMO ORTEGA ; BOSCHI, A. O. ; MELCHIADES, F. G. ; DOS SANTOS, L. R. ; NASTRI, SUELEN ; BOSCHI, A. O. ; NASTRI, S. ; MELCHIADES, F. G. ; DOS SANTOS, L. R. . Gres porcelánico esmaltado producido por vía seca: materias primas fundentes. **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio**, v. 51, p. 133-138, 2012.

-MELCHIADES, FÁBIO GOMES ; NASTRI, SUELEN ; CABRAL, E. ; BOSCHI, ANSELMO ORTEGA ; BOSCHI, ANSELMO ORTEGA ; SANTOS, LISANDRA RAFAELA DOS . Viabilidade da fabricação de porcelanatos por via seca a partir de massas de cor de queima clara. Parte II: condições de granulação da massa. **Cerâmica Industrial** (Impresso), v. 17, p. 14-21, 2012.

-NASTRI, Suelen ; QUIORATO, G.A. ; Melchiades, F.G. ; BISCARO, E. ; Ferrari, A. ; BOSCHI, Anselmo Ortega . Avaliação de Caulim Sedimentar do Estado do Pará como Matéria-Prima para o Setor Cerâmico. Parte II. Avaliação do Desempenho em Aplicações Cerâmicas (Engobe, Esmalte e Massa de Porcelanato). **Cerâmica Industrial** (Impresso), v. 16, p. 15-20, 2011.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvii
1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA DO TRABALHO.....	1
1.1 OBJETIVOS.....	3
1.1.1 Objetivo geral.....	3
1.1.2 Objetivos específicos.....	3
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Setor Cerâmico.....	5
2.2 Revestimentos cerâmicos de fachadas (RFC).....	7
2.2.1 Revestimentos cerâmicos de fachada aderidos.....	9
2.2.2 Revestimentos cerâmicos de fachada não aderidos.....	10
2.3 Destacamento ou descolamento de revestimentos cerâmicos de fachadas.....	11
2.4 Expansão por Umidade.....	12
2.4.1 Breve histórico.....	13
2.4.2 Tensão superficial.....	15
2.4.3 Módulo de elasticidade.....	16
2.4.4 Fases cerâmicas.....	18

2.4.5 Efeito da temperatura de queima	19
2.4.6 Efeito do ciclo de queima	21
2.4.7 Efeito da composição química	21
2.4.8 Porosidade e área específica	30
2.4.9 Absorção de água	33
2.5 Medidas de expansão por umidade	34
2.5.1 Requeima	35
2.5.2 Reidratação	38
2.5.3 Valores de referência para a expansão por umidade	39
3 MÉTODOS DE HIDRATAÇÃO E DE QUANTIFICAÇÃO DA EPU	43
3.1 OBJETIVOS DO CAPÍTULO	43
3.2 MATERIAIS E MÉTODOS	43
3.2.1 Coleta de amostras	43
3.2.2 Ensaio realizados e preparação de amostras	45
3.2.3 Efeitos do tempo de hidratação em autoclave:	47
3.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	47
3.3.1 Absorção de água e Porosidade aparente	48
3.3.2 Expansão por umidade	50
3.3.3 Efeitos do tempo de hidratação em autoclave	53
3.4 CONCLUSÕES PARCIAIS	57
4 CONDIÇÕES DE REQUEIMA DAS PLACAS	59
4.1 OBJETIVOS DO CAPÍTULO	59
4.2 MATERIAIS E MÉTODOS	60
4.2.1 Avaliação da Expansão por Umidade por outros métodos:	60
4.2.2 Efeitos da temperatura de requeima dos corpos de prova:	61
4.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	61

4.3.1 Avaliação da Expansão por Umidade por outros métodos:	61
4.3.2 Efeitos da temperatura de requeima dos corpos de prova	67
4.4 CONCLUSÕES PARCIAIS	73
5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS ANALISADAS	77
5.1 OBJETIVOS DO CAPÍTULO	77
5.2 MATERIAIS E MÉTODOS	78
5.2.1 Composição química e difração de raios X	78
5.2.2 MEV	78
5.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	79
5.3.1 Composição química e difração de raios X	79
5.3.2 MEV	89
5.4 CONCLUSÕES PARCIAIS.....	96
6 CONCLUSÕES FINAIS.....	97
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	99
8 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	101

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Resumo de procedimentos para requieima das placas cerâmicas segundo algumas normas técnicas [56].....	37
Tabela 2: Algumas normas para determinação da expansão por umidade de placas cerâmicas para revestimento [56].....	39
Tabela 3: Amostras coletadas para a realização da parte I do estudo.....	44
Tabela 4: Resultados da caracterização efetuada com as amostras coletadas.	48
Tabela 5: Características das amostras selecionadas para a avaliação dos efeitos do tempo de hidratação em autoclave sobre a expansão por umidade.54	
Tabela 6: Efeito do tempo de hidratação em autoclave sobre a EPU das amostras.	55
Tabela 7: Resumo dos métodos utilizados.	60
Tabela 8: Características das amostras e EPUs medida pelas três metodologias.....	62
Tabela 9: Efeitos da temperatura de requieima sobre a EPU das amostras. ...	68
Tabela 10: Caracterização das amostras selecionadas.....	79
Tabela 11: Composições químicas dos produtos analisados.	80
Tabela 12: Composições quantitativas de fases presentes nos produtos analisados.....	84
Tabela 13: Correlação entre a quantidade de fases e EPU.	85
Tabela 14: Composições químicas das fases não-cristalinas presentes nos produtos analisados.....	85
Tabela 15: Amostras selecionadas para a análise microestrutural.	89

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Principais produtores mundiais de revestimentos cerâmicos [2].....	5
Figura 2: Principais consumidores mundiais de revestimentos cerâmicos [2] ...	6
Figura 3: Tipos de produtos e suas produções nos últimos anos [2]	7
Figura 4: Camadas básicas do revestimento cerâmico de fachada [8].....	9
Figura 5: Revestimentos cerâmicos de fachada não aderidos [9].....	10
Figura 6: Relação entre temperatura de queima e EPU após autoclavagem por 96h a 200°C [19].	19
Figura 7: Efeito da temperatura de queima na EPU (em autoclave) [21].	20
Figura 8: Efeito da composição na EPU [21].	25
Figura 9: Efeito da composição na EPU [21].	25
Figura 10: Efeito da temperatura de queima na EPU (autoclavagem) de caulins com adições de álcalis [21].	26
Figura 11: Efeito do tempo de queima a 1050°C na EPU de caulim com e sem adição de álcalis [21].....	27
Figura 12: Efeito da composição sobre a EPU de géis coprecipitados de sílica e alumina a (1) 850°C, (2) 900°C, (3) 950°C, (4) 1000°C, (5) 1050°C, (6) 1100°C, (7) 1200°C [40].....	28
Figura 13: Relação entre a EPU (autoclave - 0,5 h e 344,5 kPa (50 lb/in ²)), área específica e temperatura de queima de cerâmica branca [19].....	32
Figura 14: Efeito da temperatura de queima na EPU e a absorção de água [21].	34
Figura 15: Absorção de água e porosidade aparente dos produtos caracterizados.....	49
Figura 16: Expansão por umidade medida de acordo com a norma NBR13.818 e método autoclave-dilatômetro dos produtos caracterizados.	50
Figura 17: Correlação entre EPU _{NBR} x PA (%).....	52
Figura 18: Correlação entre EPU _{AC-D} x PA (%).....	53
Figura 19: Efeitos do tempo de permanência em autoclave sobre a EPU das amostras.	56

Figura 20: Valores de EPU medidos através das três metodologias descritas na Tabela7.....	63
Figura 21: Efeito do método de medida da variação dimensional, paquímetro x dilatômetro, sobre o valor da EPU das amostras hidratadas por fervura	64
Figura 22: Efeito do método de hidratação, fervura 24 horas x autoclave, sobre o valor da EPU, onde a requeima e as medidas da variação dimensional foram feitas no dilatômetro.	67
Figura 23: Efeitos da temperatura de requeima sobre a EPU das amostras....	68
Figura 24: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN09.....	69
Figura 25: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN02.....	70
Figura 26: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra PG01.....	71
Figura 27: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EG01.....	71
Figura 28: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra PG02.....	72
Figura 29: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN10.....	72
Figura 30: Correlação entre a razão sílica/alumina e EPU.....	81
Figura 31: Correlação entre a razão álcali/alumina e EPU.....	82
Figura 32: Correlação entre a razão sílica/alumina das fases não cristalinas e EPU.	87
Figura 33: Correlação entre a razão álcali/alumina das fases não cristalinas e EPU.	88
Figura 34: Microestrutura da seção transversal da amostra EG02.....	90
Figura 35: Microestrutura da seção transversal da amostra EN01.....	90
Figura 36: Microestrutura da seção transversal da amostra EN02.....	91
Figura 37: Microestrutura da seção transversal da amostra EN03.....	91
Figura 38: Microestrutura da seção transversal da amostra EN04.....	92
Figura 39: Microestrutura da seção transversal da amostra EN05.....	92
Figura 40: Microestrutura da seção transversal da amostra EN06.....	93
Figura 41: Microestrutura da seção transversal da amostra EN07.....	93
Figura 42: Microestrutura da seção transversal da amostra EN08.....	94
Figura 43: Microestrutura da seção transversal da amostra EN09.....	94
Figura 44: Microestrutura da seção transversal da amostra EN10.....	95

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA DO TRABALHO

O setor cerâmico brasileiro tem apresentado significativo aumento de produção nos últimos 15 anos [1], sendo atualmente o segundo maior mercado produtor e consumidor do mundo [2].

A Anfacer – Associação Nacional de Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos, Louças Sanitárias e Congêneres - classifica os revestimentos cerâmicos como piso, parede, fachada e porcelanatos, sendo que a produção de revestimentos cerâmicos de fachada foi de 24 milhões de metros quadrados em 2012 [2].

Os revestimentos cerâmicos ocupam uma posição de destaque na construção de edifícios brasileira. Mesmo não dispondo de dados oficiais a este respeito, sabe-se que os revestimentos cerâmicos, juntamente com as pinturas, são a preferência do mercado consumidor em praticamente todos os segmentos imobiliários e todas as regiões do país.

O Brasil possui condições climáticas muito favoráveis ao uso de revestimentos cerâmicos nas fachadas. O clima predominantemente tropical e chuvoso torna esta opção das mais interessantes, tanto pelo aspecto do desempenho como pela durabilidade. Em cidades litorâneas, as condições climáticas tornam os revestimentos cerâmicos quase uma unanimidade para o mercado consumidor, sendo seu uso muitas vezes associado ao próprio padrão de qualidade da construção. Os revestimentos cerâmicos destacam-se pela maior durabilidade, valorização estética, facilidade de limpeza, possibilidades de composição harmônica, maior resistência à penetração de água, conforto térmico e acústico da fachada e valorização econômica do empreendimento [3].

O organismo internacional CTBUH - Council on Tall Buildings and Urban Habitat (1995) considera que a fachada de um edifício tem uma relação marcante com o meio ambiente urbano e envolve valores sociais importantes, tipificando e caracterizando a sociedade, suas aspirações e até grau de prosperidade [4].

Embora sejam largamente empregados em nosso país e em praticamente todo o mundo, os revestimentos cerâmicos ainda carecem de muitas melhorias e evolução tecnológica, notadamente no que diz respeito à tecnologia de produção de fachadas. A grande incidência de defeitos patológicos atesta esta necessidade.

As patologias, muitas vezes, são resultado de uma combinação de fatores. Fissuras e descolamentos nos revestimentos, por exemplo, podem ser resultado da propagação de fissuras ocorridas nas suas interfaces com a estrutura, falta de reforço no substrato (emboço), falta de juntas de controle, preenchimento inadequado das juntas de colocação, falta de argamassa de assentamento no verso das placas e não observação dos limites de tempo em aberto e tempo de ajuste dos materiais de assentamento.

No Brasil, as patologias mais importantes manifestam-se tipicamente na forma de fissuras e perda de aderência (destacamento) devido às deformações excessivas e inadequação das camadas do revestimento. Os problemas de destacamentos em fachada são especialmente críticos devido aos riscos de acidentes envolvidos na queda de placas ou de partes das camadas [3].

Diversos fatores podem causar o destacamento dos revestimentos cerâmicos de fachada, desde problemas estruturais (fluência do concreto armado, oxidação de pilares etc.) até problemas com as placas cerâmicas como, expansão por umidade, expansão térmica ou especificação incorreta.

A expansão por umidade (EPU) é caracterizada como um aumento das dimensões físicas do corpo cerâmico quando em contato com a água na forma líquida ou de vapor. Como os revestimentos cerâmicos são colocados lado a lado, as tensões geradas quando cada um desses elementos se expande além de um determinado limite podem ser suficientes para comprometer a estabilidade da estrutura causando o destacamento.

A expansão por umidade vem sendo estudada desde o início do século XX, tendo esses estudos se encaminhado para as normalizações hoje existentes, todavia, muitas divergências ainda existem quanto a esses procedimentos, tanto no que se refere à medição da EPU de revestimentos

cerâmicos que apresentaram problema, quanto ao tipo de ensaio para prever expansões futuras.

Este trabalho pretendeu colaborar para a melhor compreensão do fenômeno de EPU das placas cerâmicas e a identificação dos melhores métodos de medida para cada situação, podendo ser uma importante contribuição para o estudo de patologias associadas ao descolamento de revestimentos cerâmicos de fachadas.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Contribuir para o aprimoramento do método de medida da EPU e identificar as principais variáveis que influenciam o fenômeno nos revestimentos cerâmicos.

1.1.2 Objetivos específicos

- Analisar a influência dos diferentes métodos de hidratação e quantificação nos valores de EPU;
- Analisar a influência do método de determinação da variação dimensional e do método de hidratação nos valores de EPU e a influência do efeito da temperatura de queima;
- Analisar a microestrutura dos corpos cerâmicos, visando explicar as diferentes EPUs observadas nas etapas anteriores.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Setor Cerâmico

Nos últimos 15 anos o Brasil multiplicou por quatro sua produção de revestimentos cerâmicos, material que engloba pisos e azulejos, e hoje é o segundo maior mercado mundial produtor desses produtos, com 866 milhões de metros quadrados (m²) produzidos em 2012[1]. Atualmente o Brasil também é o segundo maior mercado consumidor de revestimentos cerâmicos do mundo, com 803,3 milhões de metros quadrados (m²) vendidos no mercado interno [2].As figuras 1 e 2 apresentam os principais produtores e consumidores mundiais de revestimentos cerâmicos.

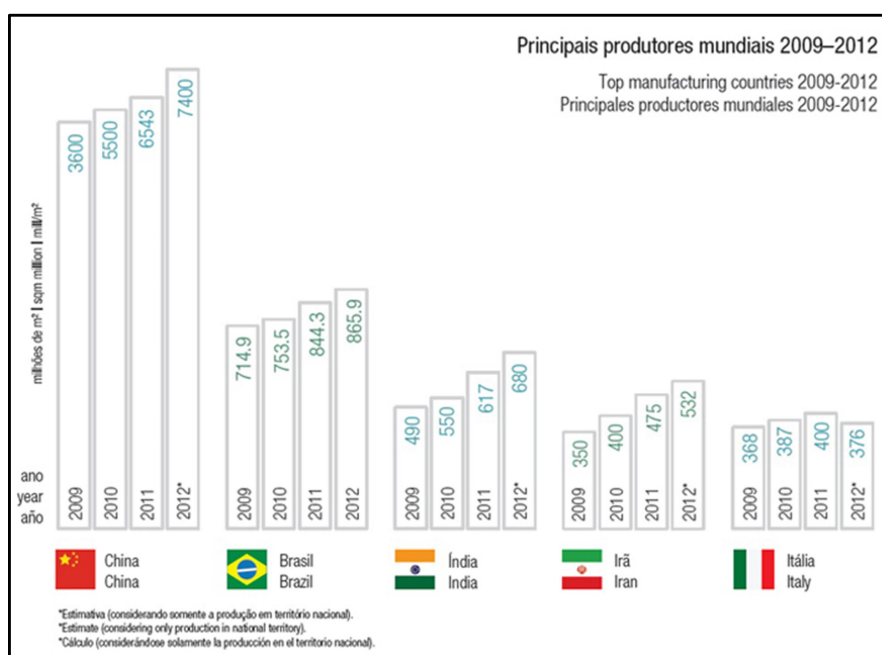


Figura 1: Principais produtores mundiais de revestimentos cerâmicos [2]

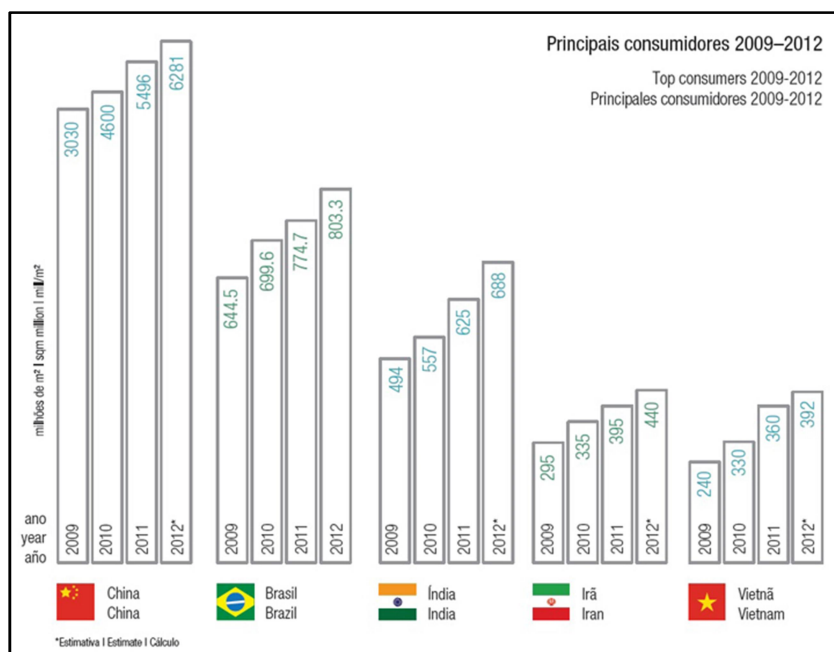


Figura 2: Principais consumidores mundiais de revestimentos cerâmicos [2]

O setor brasileiro de revestimentos cerâmicos é constituído por 93 empresas, com maior concentração nas regiões Sudeste e Sul, e em expansão no Nordeste do país. Segmento produtivo de capital essencialmente nacional, é também um grande gerador de empregos, com cerca de 25 mil postos de trabalho diretos e em torno de 200 mil indiretos, ao longo de sua cadeia produtiva. Os fabricantes brasileiros de revestimentos cerâmicos estão alinhados com a melhor tecnologia disponível no mundo e em conformidade com as normas internacionais de qualidade.

A figura 3 apresenta os tipos de produto e suas produções em milhões de metros quadrados nos últimos anos.

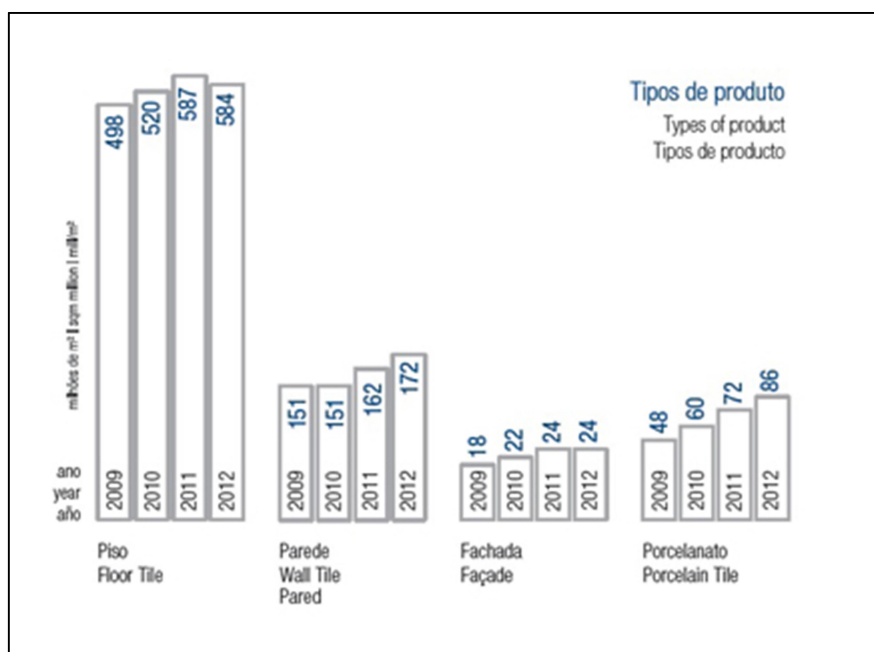


Figura 3: Tipos de produtos e suas produções nos últimos anos [2]

2.2 Revestimentos cerâmicos de fachadas (RFC)

O Brasil possui condições climáticas muito favoráveis ao uso de revestimentos cerâmicos nas fachadas (RFC). O clima predominantemente tropical e chuvoso torna esta opção das mais interessantes, tanto pelo aspecto do desempenho como pela durabilidade. Em cidades litorâneas, por exemplo, esta tendência torna os revestimentos cerâmicos quase uma unanimidade para o mercado consumidor, sendo seu uso muitas vezes associado ao próprio padrão de qualidade da construção. Essa preferência tem razões claras. Os revestimentos cerâmicos possuem inúmeras vantagens em relação aos demais revestimentos tradicionais – incluindo as pinturas, placas pétreas, tijolos aparentes, argamassas decorativas – onde destacam-se pela maior durabilidade, valorização estética, facilidade de limpeza, possibilidades de composição harmônica, maior resistência à penetração de água, conforto térmico e acústico da fachada e valorização econômica do empreendimento [3].

Embora sejam largamente empregados em nosso país e em praticamente todo o mundo, os revestimentos cerâmicos ainda carecem de muitas melhorias e evolução tecnológica, notadamente no que diz respeito à tecnologia de

produção de fachadas. As grandes incidências de patologias atestam esta necessidade.

Existem Normas Brasileiras que estabelecem condições mínimas de qualidade tanto para produção quanto para utilização dos elementos do sistema de revestimento cerâmico. Porém, na prática, estas normas não são consideradas e, muitas vezes, são até desconhecidas pelos profissionais responsáveis pela execução dos RCF [5]. O resultado é um sem número de revestimentos com os mais diversos defeitos.

As características construtivas modernas favorecem o aparecimento de patologias nas edificações. As construções são realizadas buscando-se o máximo de economia e o menor tempo de execução [6]. Temos também a má qualidade da mão de obra, responsável por muitas das patologias verificadas. A vida útil de uma construção irá depender e será relacionada com os cuidados que forem tomados na fase de execução [7]. Igualmente importantes estão os cuidados nas fases de projeto e manutenção.

Para se obter o melhor resultado possível com o RCF, além da mão de obra especializada, a placa cerâmica deve ser ideal para cada ambiente e há a necessidade de um estudo detalhado de como o substrato deve ser executado. A escolha das argamassas colante e de rejuntamento deve ser apropriada para cada caso e deve haver um dimensionamento criterioso das juntas.

As patologias de RCF são difíceis de recuperar e requerem custos elevados. Muitas vezes, quando manifestam-se visualmente, já há comprometimento da integridade do revestimento. E os custos para recuperação podem facilmente suplantam os custos da execução original [5].

Com o advento do Código de Defesa do Consumidor, dos PROCONs e as exigências crescentes dos consumidores, torna-se cada vez mais importante o aprimoramento das técnicas construtivas, especialização da mão de obra, aprimoramento dos métodos de gerenciamento e controle de qualidade nas áreas revestidas com placas cerâmicas.

Existem dois tipos de revestimentos cerâmicos de fachada, os aderidos e não aderidos ou ventilados.

2.2.1 Revestimentos cerâmicos de fachada aderidos

Os revestimentos cerâmicos tradicionais trabalham completamente aderidos sobre bases e substratos que lhe servem de suporte e, por isso, podem ser denominados de aderidos.

Os revestimentos cerâmicos aderidos podem ser conceituados da seguinte forma [3]:

Revestimento Cerâmico de Fachada de Edifícios (RCF) é o conjunto monolítico de camadas (inclusive o emboço de substrato) aderidas à base suportante da fachada do edifício (alvenaria ou estrutura), cuja capa exterior é constituída de placas cerâmicas, assentadas e rejuntadas com argamassa ou material adesivo.

Com base no citado anteriormente, pode-se ressaltar três camadas básicas de revestimento cerâmico aderido, como mostra a figura 4: camada de regularização, camada de fixação e camada de acabamento (placas cerâmicas e juntas).

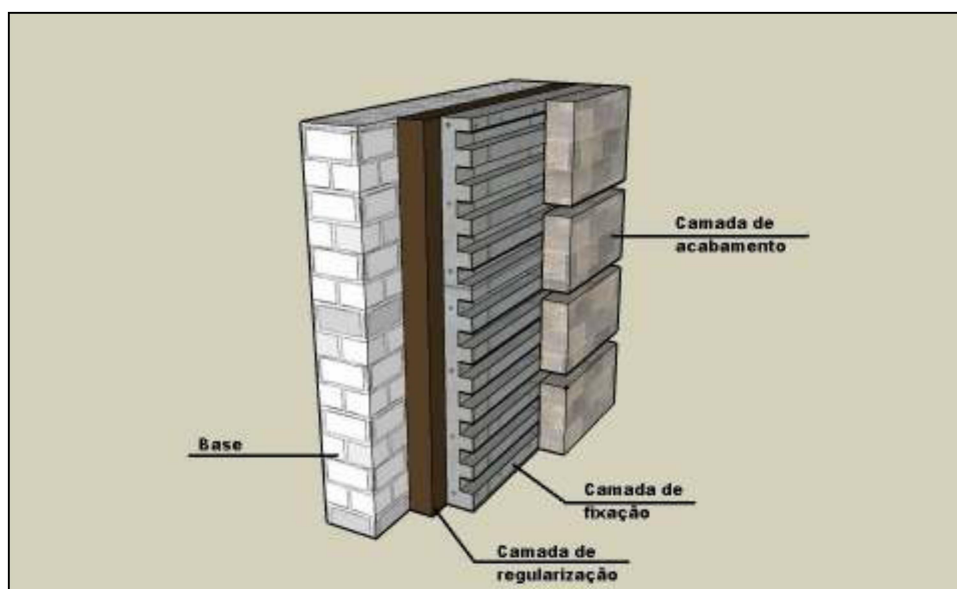


Figura 4: Camadas básicas do revestimento cerâmico de fachada [8].

Cada uma dessas camadas tem características próprias, porém uma abordagem mais específica dessas características não faz parte do escopo desse trabalho.

2.2.2 Revestimentos cerâmicos de fachada não aderidos

O sistema de fachadas não aderidas ou ventiladas tem como conceito a utilização de revestimentos não aderidos ao corpo das edificações, fazendo uso de subestrutura de fixação. O revestimento é composto por painéis cerâmicos, geralmente extrudados, em grandes dimensões. Ranhuras presentes na face posterior das placas permitem o encaixe em perfis de alumínio pré-perfurados, ocultando a subestrutura de fixação sem causar interferência estética nas fachadas. O sistema cria uma câmara de ventilação entre o revestimento e a vedação do edifício. Devido ao aquecimento do ar nesse espaço, ocorre o 'efeito de chaminé' que gera uma ventilação contínua. Pontes térmicas e problemas de condensação são eliminados, proporcionando maior conforto térmico à edificação [9].

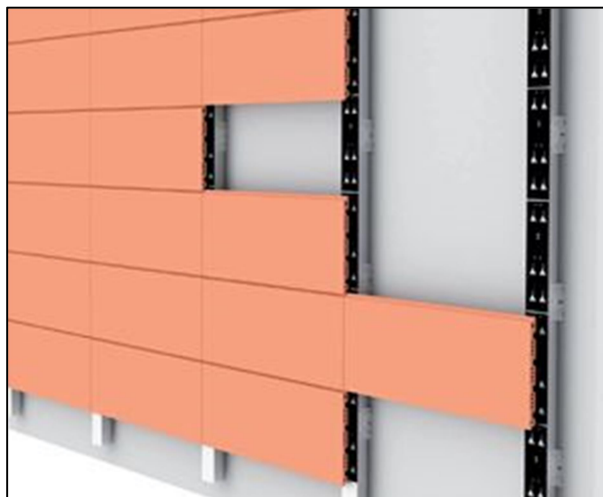


Figura 5: Revestimentos cerâmicos de fachada não aderidos [9]

O sistema de revestimentos cerâmicos de fachada não aderidos é uma solução para o problema de destacamento, a implementação no Brasil está em expansão, mas os custos de instalação mais elevados ainda impedem uma utilização em larga escala.

2.3 Destacamento ou descolamento de revestimentos cerâmicos de fachadas.

Os destacamentos são caracterizados pela perda de aderência das placas cerâmicas do substrato, ou da argamassa colante, quando as tensões surgidas no revestimento cerâmico ultrapassam a capacidade de aderência das ligações entre a placa cerâmica e argamassa colante e/ou emboço.

Devido à probabilidade de acidentes envolvendo os usuários e os custos para seu reparo, esta patologia é considerada a mais séria, dentre as patologias de fachadas.

As situações mais comuns de descolamento costumam ocorrer por volta de cinco anos após a conclusão da obra. A ocorrência cíclica das solicitações, somadas as perdas naturais de aderência dos materiais de fixação, em situações de subdimensionamento do sistema, caracterizam as falhas que costumam resultar em problemas de quedas [10].

O primeiro sinal desta patologia é a ocorrência de um som cavo (oco) nas placas cerâmicas (quando percutidas), ou ainda nas áreas em que se observa o estufamento da camada de acabamento (placas cerâmicas e rejuntas), seguido do destacamento destas áreas, que pode ser imediato ou não. Os descolamentos podem apresentar extensão variável, sendo que a perda de aderência pode ocorrer de diversas maneiras: por empolamento, em placas, ou com pulverulência [11].

Geralmente estas patologias ocorrem nos primeiros e últimos andares do edifício, devido ao maior nível de tensões observados nestes locais. As causas destes problemas são:

- Instabilidade do suporte, devido a acomodação do edifício como um todo;
- Deformação lenta (fluência) da estrutura de concreto armado;
- Oxidação da armadura de pilares e vigas;
- Excessiva dilatação higroscópica do revestimento cerâmico;
- Variações higrotérmicas e de temperatura;

- Características pouco resilientes dos rejuntas;
- Ausência de detalhes construtivos (contravergas, juntas de dessolidarização, movimentação, assentamento e estrutural);
- Utilização da argamassa colante com um tempo em aberto vencido; ou mau espalhamento da argamassa colante; ou ainda, ausência de dupla colagem, no caso de peças com superfície maior que 400 cm^2 ;
- Assentamento sobre superfície contaminada;
- Especificação incorreta de revestimento cerâmico, especialmente no que se refere a: configuração do tardo (que pode apresentar superfície lisa, sem reentrâncias ou garras);
- EPU maior do que $0,6 \text{ mm/m}$; absorção de água superior a 6% ;
- Imperícia ou negligência da mão-de-obra na execução e/ou controle dos serviços (assentadores, mestres e engenheiros).

Dentre essas causas, a que será explorada neste trabalho é a expansão por umidade.

2.4 Expansão por Umidade

A expansão por umidade (EPU), também conhecida como dilatação higroscópica, é caracterizada como um aumento das dimensões físicas do corpo cerâmico quando em contato com a água na forma líquida ou de vapor. Esse fenômeno é observado em corpos cerâmicos como tijolos, telhas, pisos e azulejos de áreas externas e internas.

Os minerais que entram na composição das matérias-primas das placas cerâmicas contêm água em suas moléculas, que são volatizadas durante a queima no processo de fabricação. O processo de reidratação por adsorção de água inicia-se ainda no resfriamento do forno e continua ao longo da sua estocagem e utilização a taxas que variam ao longo do tempo e com as características físicas e de processamento dos materiais (matérias-primas, ciclo e temperatura de queima) [12].

2.4.1 Breve histórico

O fenômeno de EPU de produtos argilosos foi inicialmente discutido na literatura cerâmica por volta de 1926 por Merritt e Peters [13], sendo a primeira referência à expansão de tijolos feita por Palmer em 1931 [14]. É citado que já em 1907 há menção na literatura que tijolos inadequadamente queimados adsorviam água e se reidratavam, enquanto corpos “bem” queimados apenas apresentavam água mecanicamente ligada. No entanto, a indústria da construção civil só veio a tomar ciência do assunto em 1947 com a publicação de um estudo do Instituto de Engenheiros da Austrália sobre os danos e perigo da EPU em tijolos e dutos de esgotos [15].

Em 1928 Schurecht [16], estudando o gretamento retardado de corpos cerâmicos esmaltados, foi o pioneiro na utilização de ensaio em autoclave para acelerar a expansão das peças cerâmicas, concluindo que o gretamento retardado devia-se à expansão do corpo cerâmico e não a falha por fadiga do vidrado, evidenciando também a existência de correlações entre a expansão de corpos cerâmicos autoclavados e sua expansão natural. Dando continuidade às pesquisas iniciadas em 1928, Schurecht e Pole [17] foram pioneiros no estudo do efeito da composição dos corpos cerâmicos na sua EPU, tendo observado a influência de silicatos amorfos no aumento da EPU e da adição de aditivos, como carbonatos de cálcio e magnésio, na sua redução. Esses autores evidenciaram também que o grau de vitrificação dos corpos cerâmicos tinha influência nas suas expansões.

Holscher em 1931 [18], analisando o comportamento de argilas frente ao ensaio em autoclave, também observou a influência da composição sobre a expansão de corpos cerâmicos quando submetidos a ensaio de autoclavagem, mencionando que corpos que possuíam feldspato na sua formulação apresentavam expansão maior que as cerâmicas cuja formulação apresentava apenas argilas. Neste mesmo trabalho, Holscher mostrou que compostos não aquosos na forma líquida, tais como parafina e xileno, também podem causar a expansão dos corpos cerâmicos, mesmo que em amplitude inferior à causada pela água.

Seguindo os estudos da influência da EPU no gretamento do vidro, Treischel em 1935 [19] foi um dos primeiros autores a analisar a expansão de revestimentos cerâmicos comerciais, enfatizando que especial atenção deveria ser dedicada à interação vidro-biscoito a fim de se evitar o gretamento, e que os estudos deviam deter-se mais na expansão conjunta do vidro e do corpo cerâmico, e não tanto nas suas expansões individuais. No período entre 1926 e 1952 cerca de 40 artigos abordando a EPU de corpos cerâmicos foram publicados; todavia sua preocupação centrava-se no gretamento do vidro de louças e revestimentos cerâmicos.

Mesmo com alguns artigos dedicando-se aos danos da EPU em tijolos, apenas por volta 1952 essa questão ganhou uma maior evidência. Em 1954 McBurney [19] publicou um artigo atribuindo as falhas estruturais de três construções norte americanas à EPU dos produtos argilosos utilizados. Em 1955, Smith [20] introduziu a teoria que a EPU era causada pelo abaixamento da energia superficial dos corpos quando a umidade era adsorvida à sua superfície. No mesmo artigo Smith ainda apresentava evidências experimentais que confirmavam sua teoria. Em 1959 Young e Brownell [21] publicaram um artigo complementar ao de Smith, no qual analisaram o comportamento de corpos cerâmicos frente à composição química e relacionaram os resultados com a natureza das fases formadas.

A EPU tornou-se um sério problema na Austrália na década de 50 e foi, por isso, extensivamente estudada pelos institutos de pesquisa australianos, que analisaram efeitos de composição e microestrutura sobre a EPU e métodos de ensaios para sua determinação, chegando a efetuar estudos [22] abordando o tratamento de tijolos, a fim de acelerar sua EPU antes do uso. Dentre as instituições australianas, destaca-se o Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization (CSIRO) e Division of Building Research (DBR) que, em conjunto com os demais centros de pesquisa australianos, perfizeram a maioria das publicações da literatura mundial abordando a EPU no período de 1955 até os dias atuais [23].

Em seguida, muitos estudos se dedicaram à cinética da expansão, buscando modelos matemáticos que explicassem o comportamento dos corpos

cerâmicos frente à umidade, seja em tratamento com autoclave, em imersão em água, em ambiente saturado com vapor de água (mas à pressão atmosférica) ou ao ar livre. Baseando-se nesses modelos, tentaram prever a expansão futura dos corpos cerâmicos quando em serviço. Simultaneamente, vários pesquisadores passaram a estudar a metodologia mais adequada para determinar a expansão sofrida pelos corpos cerâmicos em serviço e prever as suas expansões futuras. Nessas pesquisas foram analisados, a velocidade de aquecimento na requeima, a temperatura máxima de requeima, o tempo de permanência nessa temperatura, bem como qual o tipo de ensaio (fervura, autoclavagem, ambiente saturado com vapor de água) que fornece os valores mais realistas sobre a expansão futura dos produtos cerâmicos. Tendo esses estudos se encaminhado para as normalizações hoje existentes, todavia, muitas divergências ainda existem quanto a esses procedimentos, tanto no que se refere aos ciclos de requeima como ao tipo de ensaio para prever expansões futuras [19].

A seguir estão detalhados alguns mecanismos responsáveis pela expansão por umidade, tais como, tensão superficial, módulo de elasticidade, fases cerâmicas, composição química, temperatura e ciclo de queima.

2.4.2 Tensão superficial

A tensão superficial é um fenômeno muito conhecido em líquidos, mas também ocorre nos sólidos sendo um conceito muito importante para se entender os mecanismos da expansão por umidade.

Em um líquido temos que as moléculas no interior atraem-se mutuamente e exercem uma força umas sobre as outras, essas interações são mais fortes no interior do líquido do que na interface líquido/ar causando uma compressão no interior do líquido. Esse mesmo fenômeno acontece para materiais sólidos como as cerâmicas, os átomos no interior do sólido estão comprimidos em relação à superfície, originando a tensão superficial. No interior de uma partícula sólida os átomos estão cercados por vizinhos aos quais estão

quimicamente ligados. Essas ligações abaixam a energia dos átomos e faz com que eles mantenham certa distância uns dos outros. Os átomos na superfície das partículas não possuem todos os vizinhos com os quais gostaria de se ligar e, portanto estão em um estado energético mais elevado que os átomos no interior da partícula. Para tentar abaixar sua energia os átomos da superfície interagem, física e quimicamente, com os do meio no qual a partícula se encontra. A energia resultante dessa interação é conhecida como energia superficial. Ela é expressa como a energia por unidade de área da superfície e depende do meio no qual a partícula se encontra. Portanto, mudando-se o meio no qual uma partícula se encontra, muda-se a sua energia superficial. Na natureza tudo tende para o estado mais baixo de energia. Para obedecer a este princípio, os átomos na superfície da partícula comprimem os do interior para diminuir o diâmetro da partícula e, dessa forma, a área da superfície. Portanto, como em uma gota de água, a superfície de uma partícula sólida também possui uma tensão superficial que comprime os átomos contidos em seu interior. Dessa forma, se a tensão superficial fosse reduzida, por um mecanismo qualquer, a partícula se expandiria. Neste caso o aumento de volume observado seria uma consequência do quanto a tensão superficial diminui, da área superficial e do módulo de elasticidade da partícula[24].

2.4.3 Módulo de elasticidade

Revestimentos cerâmicos, em geral, são sistemas modulares, ou seja, as placas cerâmicas são colocadas lado a lado de forma que, quando uma placa se expande ela gera uma tensão no sistema. De acordo com a lei de Hooke, essa tensão é diretamente proporcional ao módulo de elasticidade e à variação dimensional do material, tal como indicado na equação (4.1):

$$F = E d \quad (4.1)$$

Onde F é a tensão de compressão em MPa, E o módulo de elasticidade da cerâmica em MPa, e d a deformação da cerâmica em cm/cm (EPU).

Assim sendo, quanto maior o módulo de elasticidade (E), menor a deformação e menor será a tensão de compressão no sistema, evitando o destacamento[25].

No entanto, em projetos convencionais temos que de 40 a 60% desse esforço absorvidos pela própria cerâmica e seu rejunte devido às suas elasticidades ou compressibilidades. A argamassa de assentamento trabalhando à tração absorve mais uma parte, de modo que o esforço líquido residual atuante sobre o revestimento cerâmico não ultrapassa 18 MPa[25]. Esta é a grandeza do esforço que precisa ser anulada para que o revestimento não se destaque da argamassa.

Vale salientar que estudos mostram que até 70% do esforço devido a EPU do corpo cerâmico pode ser absorvido apenas pela própria cerâmica e o rejunte [26]. Sabendo o esforço, pode-se estimar a EPU máxima que pode ocorrer para que não haja possíveis danos ao material cerâmico. Se por segurança tomamos um módulo, E , bem baixo, digamos, 30000 MPa, deduzimos que a deformação será $d = 18 / 30000 = 0,0006$ cm/cm = 0,6 mm/m [25].

Deve-se ressaltar que a EPU de peças cerâmicas não é um fenômeno que necessariamente conduz a falhas ou danos, e sim, que existe uma grande margem de segurança que varia muito de projeto para projeto. Portanto, a deformação indicada acima é apenas uma referência acerca da expansão. Além disso, a EPU de tijolos e placas de revestimento é apenas um dos vários fatores que contribuem para o movimento diferencial total da estrutura, os outros são: movimento térmico na alvenaria, retração da argamassa, movimento térmico da estrutura de suporte, fluência e retração no concreto, contrações elásticas, etc. Em casos típicos de EPU, esta pode representar até 15% do total do movimento diferencial [27].

2.4.4 Fases cerâmicas

Após a queima, os corpos cerâmicos podem apresentar fases de três naturezas distintas: amorfas, cristalinas e vítreas [24]. Dentre essas fases é possível identificar quais apresentam maiores tensões superficiais e superfícies específicas, sendo as que mais contribuem para a expansão por umidade, através do mecanismo de abaixamento da tensão superficial causado pela adsorção de água da superfície.

Amorfos

Os materiais amorfos sempre têm uma grande área específica, a exemplo da sílica amorfa, constituinte comum em cerâmicas tradicionais, e elevada energia superficial, contribuindo em muito para a EPU [24].

Cristalinos

Os materiais cristalinos têm área específica menor que a dos amorfos, bem como bem menos valências insaturadas na superfície, sendo que sua contribuição para a EPU é praticamente nula.

Vítreos

Já os materiais vítreos não possuem uma elevada área específica, possuem uma energia superficial relativamente baixa, mas permitem a difusão dos íons modificadores de estrutura para a superfície. Esses íons, quando lixiviados pela água, são removidos e substituídos por íons H^+ , ocorrendo a formação de superfícies semelhantes à dos materiais amorfos. Com a lixiviação pode ocorrer também a abertura de poros que estavam anteriormente selados, aumentando a superfície acessível à água e, por conseguinte, a EPU da peça cerâmica [24].

2.4.5 Efeito da temperatura de queima

Vários estudos sobre o efeito da composição do corpo e da temperatura de queima na expansão por umidade, concluíram que para uma dada composição a expansão diminui com o aumento da temperatura de queima. No entanto, a relação exata entre a EPU e a temperatura de queima varia de acordo com a composição e com a estrutura dos diferentes corpos cerâmicos [28].

Assim, os estudos acerca da relação entre EPU e temperaturas de queima expressam comportamentos associados a matérias-primas específicas, sendo a maioria dos estudos relacionados às argilas caulínicas. Estudos realizados em 1958, usando argila caulínica, foram os primeiros a observar o comportamento de EPU de um corpo cerâmico em função da temperatura de queima, verificando que à medida que aumentava a temperatura, havia um decréscimo da EPU, atingindo um mínimo a aproximadamente 1070°C, seguindo-se de um pequeno aumento até 1100°C e posterior decréscimo. A Figura 6 ilustra os resultados obtidos [19].

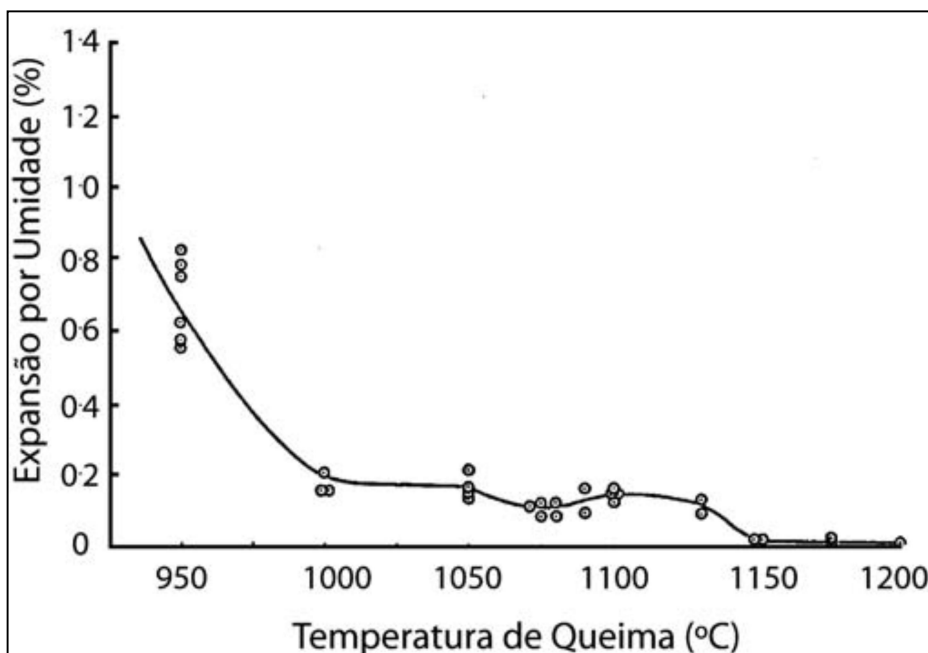


Figura 6: Relação entre temperatura de queima e EPU após autoclavagem por 96h a 200°C [19].

Em 1959, também usando argilas basicamente caulíníficas, observou-se um comportamento bastante semelhante ao indicado anteriormente [29], com um decréscimo da EPU à medida que a temperatura aumentava, chegando a um mínimo em 850 °C, seguindo-se de um pequeno aumento entre 900 e 950 °C (chamada de região de máxima EPU) e posterior decréscimo. Concluindo-se que, de forma geral, aumentos na temperatura de queima conduziriam a uma redução de EPU.

Esses resultados [21] diferiram basicamente dos anteriores [19] por apresentarem um máximo de EPU bem mais acentuado e em uma temperatura inferior, o que provavelmente deve-se a diferenças mineralógicas nas matérias-primas. A Figura 7 ilustra a curva de EPU versus temperatura obtida [21].

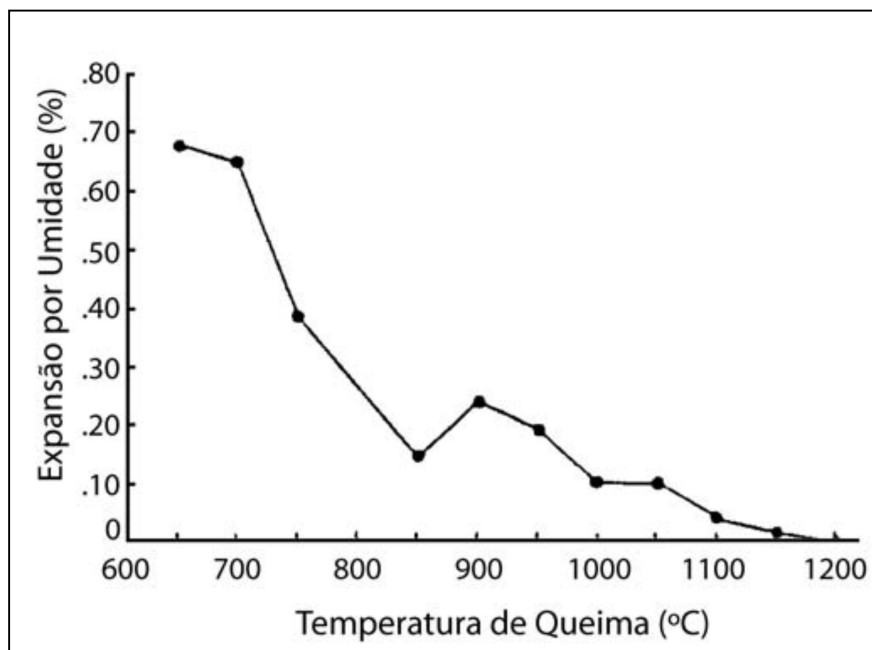


Figura 7: Efeito da temperatura de queima na EPU (em autoclave) [21].

O comportamento da EPU frente à temperatura de queima ainda não é totalmente explicável. Alguns autores atribuem o intervalo com maiores valores de EPU à formação de um espinélio de alumínio e silício com liberação de sílica amorfa a aproximadamente 925°C e à transformação do espinélio em mulita, com mais liberação de sílica amorfa na faixa de temperatura entre 1050 e 1100°C. No entanto a formação da fase espinélio só foi observada em

caulinitas bem cristalizadas. Ao que tudo indica, a única certeza está no fato de haver a formação de uma fase amorfa durante o aquecimento que é responsável pelo pico de EPU [19].

2.4.6 Efeito do ciclo de queima

Juntamente com a temperatura de queima, os ciclos de queima podem influenciar na EPU do material cerâmico, ciclos mais rápidos favorecem o aparecimento de fases amorfas e conseqüentemente aumento nos valores de EPU. Quanto maior o ciclo de queima menor será a EPU, devido ao desenvolvimento de fases cristalinas. Observou-se através de difratogramas de raiosX que com o aumento do ciclo de queima houve o desaparecimento de fases amorfas e o surgimento de fases cristalinas [21].

2.4.7 Efeito da composição química

Os pioneiros [17] na tentativa de correlacionar a EPU com a composição dos corpos cerâmicos observaram uma estreita relação entre os aditivos utilizados nas pesquisas e a EPU, com destaque para os carbonatos de cálcio e magnésio, que propiciaram redução da EPU.

Em seguida, em estudos [18] analisando a influência da composição química de argilas na EPU do corpo cerâmico quando submetido a ensaio em autoclave, observou-se que as variações de dimensões eram bem mais acentuadas em corpos que continham feldspato como uma de suas matérias-primas, do que em corpos cujas matérias-primas eram apenas argilas. Sendo enfatizado ainda, que, a composição do corpo cerâmico é uma consideração mais importante que sua absorção de água quando se requer indicações do comportamento da EPU, após autoclavagem. Estas observações foram ratificadas posteriormente [30], chegando-se a conclusões semelhantes ao se estudar mais detalhadamente a adição de feldspato à massa cerâmica. Com a

continuidade das pesquisas, evidenciou-se [31] haver um efeito aditivo na EPU quando várias argilas eram incorporadas na formulação da massa cerâmica, provavelmente devido às suas composições químicas e formação de eutéticos. Após os estudos iniciais, vários outros foram realizados objetivando analisar sistematicamente a influência de adições à massa cerâmica sobre a EPU dos produtos. Nesta linha o primeiro foi realizado em 1958 [19], sendo analisado o efeito da adição dos carbonatos de sódio, potássio, bário e cálcio a corpos cerâmicos autoclavados, verificando que a EPU aumentou quando da adição de carbonato de sódio e/ou potássio à massa, atribuindo esse efeito à formação de fase vítrea em baixas temperaturas. Neste estudo foi observada também, a formação de nefelina ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), nas composições contendo sódio, e a presença de feldspato potássico ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) e anortita ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), nas composições em que foram adicionados carbonatos de potássio e cálcio respectivamente. E que a adição de CaCO_3 provoca uma redução da EPU, tal como observado anteriormente [17], sendo esse efeito creditado a formação da fase cristalina anortita.

Influência da adição de CaCO_3 e MgCO_3

Posteriormente em vários outros estudos foi detalhada a influência da adição de Ca, bem como de Mg, na EPU, evidenciando os seus efeitos com relação à temperatura de queima e percentual utilizado, ressaltando que o grau de influência está também muito relacionado com a formulação da massa cerâmica e com as características das matérias-primas e de processamento. Assim, por exemplo, uma dada percentagem de carbonato de cálcio (ou de magnésio) pode alterar de formas diferentes a EPU de uma dada massa cerâmica, podendo aumentar ou diminuir a EPU do corpo cerâmico [19, 32]. Pesquisadores [33] observaram que a adição de calcita (15%) à massa cerâmica praticamente eliminou a EPU, todavia, a utilização de elevados teores (20 e 25%) conduzia a um aumento da EPU, provavelmente devido à presença de CaO livre, que ao reagir com a água, se hidrata e expande. Verificaram também que composições contendo mais que 5% de calcita, não apresentaram variações significativas da EPU com a temperatura de queima. A análise por

difração de raios-X indicou a presença de mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) e quantidade crescente de anortita de acordo com o teor de CaO, e a partir de 10%, gehlenita ($2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$) e wollastonita ($\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$). A formação de fases de cálcio, como guelenita, anortita e a wollastonita afeta significativamente a EPU, pois estas fases resultam na reação do óxido de cálcio, proveniente da decomposição da calcita, com as fases amorfas provenientes das transformações do material argiloso durante o aquecimento, fases essas, principais responsáveis pela EPU. Em outros estudos foi evidenciado que a diminuição da EPU com a adição de CaCO_3 , é mais significativa em temperaturas elevadas (1200°C), em virtude do aumento da proporção das fases cristalinas mulita e anortita com a elevação da temperatura de queima. Assim, um produto final mais cristalino, com menos fases amorfas e vítreas explicaria a menor EPU nestes corpos [34]. Analisando a influência do MgCO_3 , foi indicado que na faixa de temperatura de 1050 a 1125°C ocorre um aumento da EPU com o aumento do MgCO_3 . Quando submetido a temperaturas mais elevadas (1200°C) há uma diminuição da EPU com o aumento do MgCO_3 . A constituição mineralógica dos corpos de prova com adição de MgCO_3 era formada, antes da queima, de caulinita, quartzo, mica muscovita, e magnesita. Após a queima observou-se a presença de quartzo, mulita, periclásio (MgO) e a 1200°C a presença de uma pequena quantidade de safirina ($4\text{MgO} \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$).

Em outros trabalhos [35] também é indicada a presença de fosterita ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$). As novas fases são oriundas da reação do MgO com a metacaulinita e com o quartzo, todavia a reação do óxido de magnésio foi muito pequena com os constituintes amorfos para formar fases cristalinas, permanecendo na forma de óxido livre, passível de hidratação e de expansão. Uma maior proporção da fase mulita e a presença de safirina a 1200°C explica o fato de ocorrer uma menor EPU nesta temperatura [34].

À semelhança dos estudos mencionados acima, outros autores [36] observaram que há uma expansão devido a reação entre a água e o CaO e o MgO e que esta expansão provoca microtrincas no material, destruindo sua elasticidade e a capacidade de recuperar as suas dimensões com o

reaquecimento e perda da água adsorvida, chegando a produzir expansões maiores que a própria EPU. 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 os constituintes das matérias-primas, durante a queima, consumam todo o carbonato adicionado. A calcita geralmente perde o CO_2 por volta de 900°C e a dolomita (composta por CaCO_3 e MgCO_3) entre 700 e 900°C . Entretanto as temperaturas nas quais essas decomposições ocorrem e a velocidade com que as reações com os demais constituintes da massa se processam dependem, dentre outros fatores, do grau de cristalinidade, da granulometria, da proximidade da mistura (com as demais matérias-primas que compõem a massa), do grau de compactação, da atmosfera do forno e do ciclo de queima [24]. Devendo-se então levar em conta não apenas a temperatura de queima, mas sim, todas as possíveis variáveis da cinética de reação. Outro ponto que pode ser mencionado com relação à utilização dos carbonatos de cálcio e magnésio é o fato de poderem propiciar elevada porosidade a peça (dependendo da temperatura de queima), e uma peça porosa é muito acessível à água, hidratando-se as fases amorfas e vítreas presentes, o que pode causar um aumento de tamanho da peça queimada, e originar curvaturas ou gretamentos 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 [37].

Esta condição foi comprovada em estudos [35] que mostraram que peças com elevada porosidade podem apresentar EPU menor que peças com baixa porosidade, em virtude da presença das fases cristalinas oriundas da adição de carbonatos de cálcio e magnésio à massa cerâmica.

Influência da adição de álcalis e das relações alumina/sílica e álcalis/alumina

A influência da composição química de caulins sobre a EPU, bem como o comportamento da EPU frente à adição de álcalis e quartzo aos caulins foram

profundamente analisados em 1959 [21]. O estudo indicou haver correlações entre a EPU e a composição química dos caulins (ressaltando que os autores trabalharam com um valor fixo de 8% de absorção de água) conforme ilustrado nas Figuras 8 e 9.

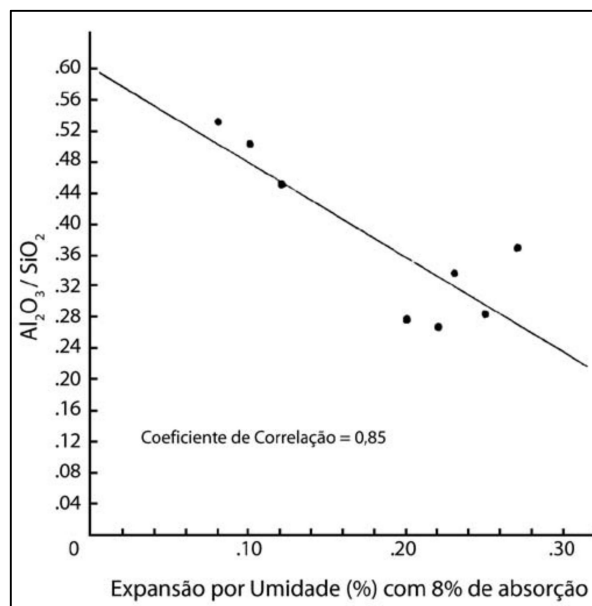


Figura 8: Efeito da composição na EPU [21].

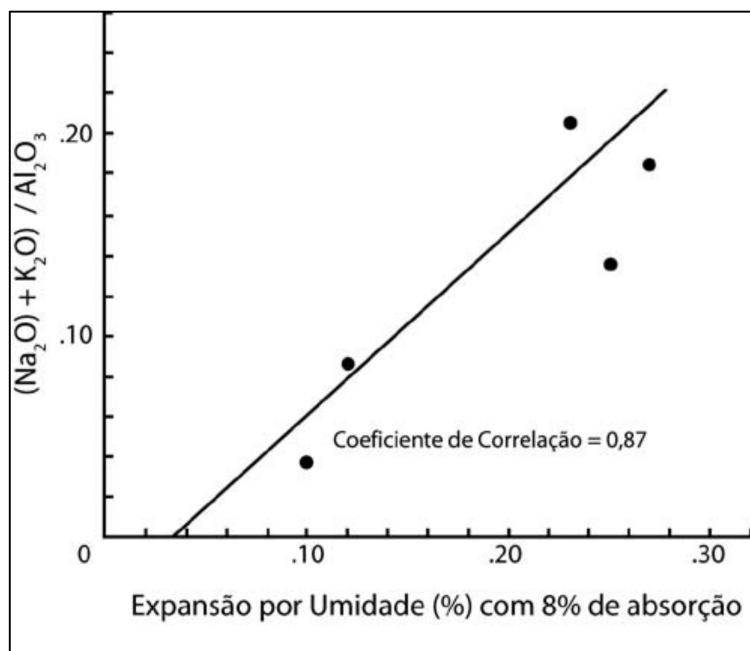


Figura 9: Efeito da composição na EPU [21].

Observa-se que conforme a razão alumina/sílica aumenta há um decréscimo da expansão e que com o aumento da relação álcalis/alumina há uma elevação da EPU, sendo esta última relação confirmada em outros trabalhos [38].

Quanto à influência da adição de álcalis, a Figura 10 ilustra os resultados obtidos [21], utilizando sódio e potássio em proporção equimolar. Pode-se observar um aumento acentuado da expansão com a elevação do teor de alcalinos e a intensificação de um máximo de expansão a 1000°C conforme se aumenta a quantidade de álcalis, provavelmente devido à formação de uma grande proporção de fase vítrea [19] (o que provoca uma maior expansão quando do ensaio em autoclave).

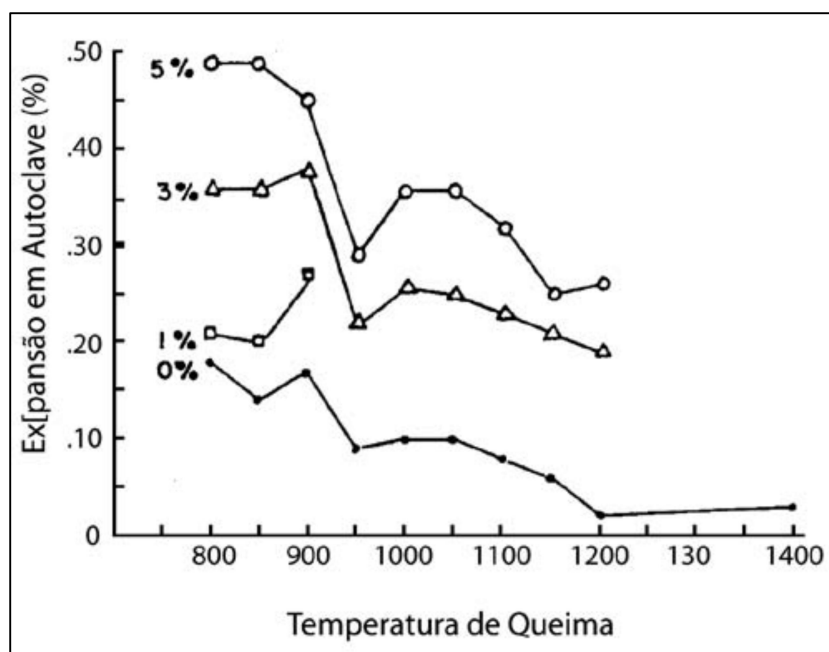


Figura 10: Efeito da temperatura de queima na EPU (autoclavagem) de caulins com adições de álcalis [21].

A adição de quartzo finamente moído [21] conduziria a um pequeno aumento da expansão, todavia desprezível se comparado com a expansão provocada pelo sódio e potássio. O comportamento individual dos álcalis sobre o caulim também foi estudado [21] e é ilustrado na Figura 11. Verifica-se que as séries (por série entenda-se conjunto de valores de EPU associada à adição de um elemento) do sódio (N) e do potássio (K) têm uma EPU muito mais

intensa que a série padrão (P) (sem adição de sódio, potássio ou lítio). Isto pode ser devido à dificuldade dos aluminossilicatos de sódio e potássio cristalizar, não se observando por meio da difração de raios-X nenhum pico referente a essas fases. Já a série do lítio (L) apresenta a menor EPU, devido possivelmente ao desenvolvimento de mulita e um silicoaluminato de lítio (eucryptita) cristalino logo nas primeiras horas, havendo uma presença de mulita bem mais intensa na série do lítio que nas outras. Como o silicoaluminato cristaliza-se, não há mais fases amorfas e vítreas e a falta dessas reduz a expansão.

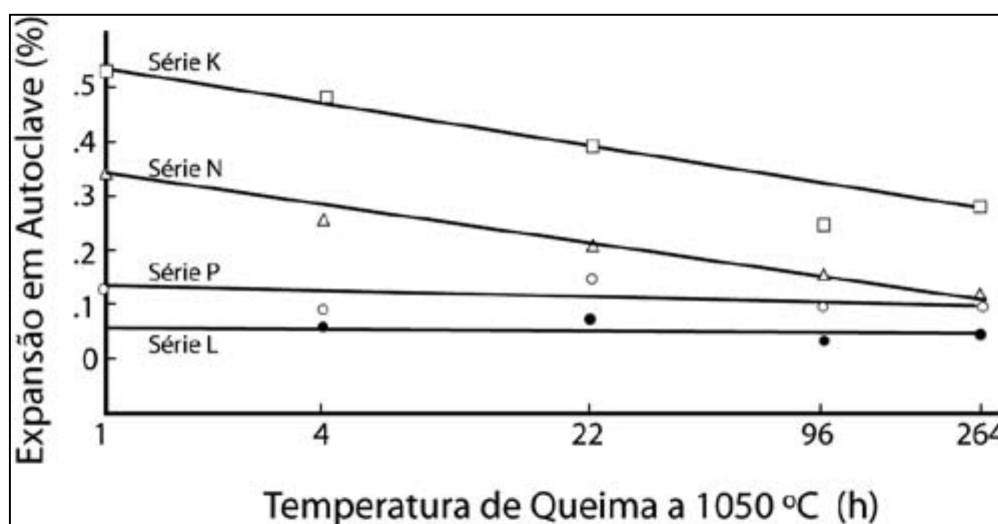


Figura 11: Efeito do tempo de queima a 1050°C na EPU de caulim com e sem adição de álcalis [21].

O aumento do tempo de queima reduz a expansão provavelmente devido ao desenvolvimento de cristalinidade (que é comprovado por difração de raios X). Nesse sentido vale salientar que estudos [39] observaram que o lítio favorece a formação da fase cristalina eucryptita, além de atuar favoravelmente sobre a transformação da metacaulinita em mulita. Nesse estudo concluiu-se que tanto o lítio, como os elementos alcalino-terrosos tendem a produzir novos compostos cristalinos e atuam no sentido de diminuir a EPU. Os materiais naturais, em especial as argilas, têm uma composição mineralógica complexa além de possuir várias impurezas o que dificulta em muito a análise da influência de cada fase na EPU. Por isso pesquisadores [40] utilizaram géis puros de sílica e alumina, bem como géis de sílica e alumina coprecipitados,

para simular argilas naturais livres da presença de impurezas. O efeito da composição química dos géis coprecipitados e da temperatura de queima está ilustrado na Figura 12. Independentemente da temperatura, pode-se observar que há um mínimo de expansão na razão sílica/alumina de 0,67, composição da mulita. Entre as composições da sílica pura e mulita e entre as composições de mulita e alumina ocorrem máximos de expansões em razões de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ próximas de 1,5 e 0,3, possuindo assim, grande semelhança com os resultados obtidos anteriormente [21], no que se refere à influência da razão alumina/sílica no comportamento da EPU.

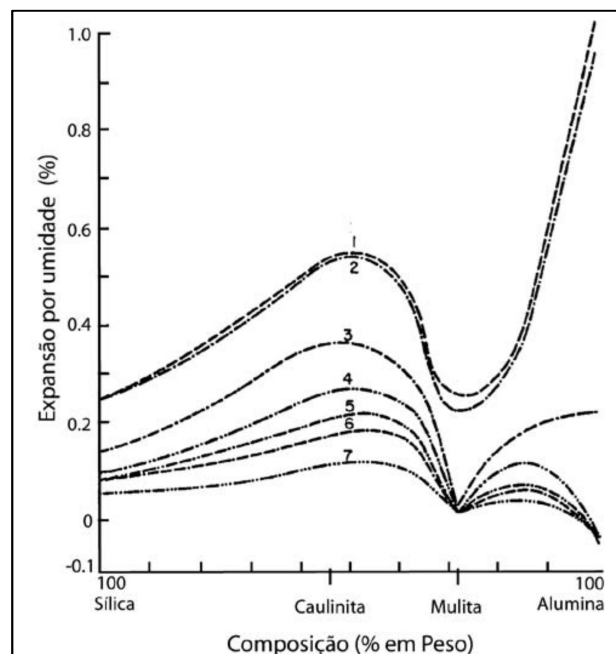


Figura 12: Efeito da composição sobre a EPU de géis coprecipitados de sílica e alumina a (1) 850°C, (2) 900°C, (3) 950°C, (4) 1000°C, (5) 1050°C, (6) 1100°C, (7) 1200°C [40].

Existem algumas tentativas de correlacionar a razão $(\text{CaO} + \text{MgO})/(\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O})$ e a EPU, todavia, enquanto alguns trabalhos encontram relações crescentes entre a referida razão e a EPU, outros autores [38] encontram coeficientes de correlação extremamente baixos, desacreditando essa relação. A influência de outros óxidos também foi estudada [41], sendo relatado que o óxido férrico e o dióxido de titânio melhoram a resistência à umidade devido à formação de fases estáveis a semelhança do observado com a adição de cálcio, magnésio e lítio. Muitas argilas da indústria cerâmica australiana e de

vários outros países são compostas essencialmente por misturas de caulinita, mica e quartzo em variadas proporções [42]. Em virtude disso, vários estudos foram realizados em composições com percentuais variados de caulinita, mica e quartzo a fim de correlacionar a composição com a EPU, principalmente no que se refere aos teores de mica. Assim, observou-se que com o aumento do conteúdo de mica e da temperatura, o total de material cristalino diminuiu, havendo um aumento da fase vítrea. O aumento na fase vítrea com o aumento da quantidade de mica reflete-se nas propriedades cerâmicas que apresentam um aumento de retração e uma diminuição da porosidade [43]. Todavia, o que chama mais atenção para a análise de corpos contendo alto teor de mica são os resultados aparentemente contraditórios que podem ser obtidos quando da medição da EPU sofrida pelo produto, dependendo da sua temperatura de queima. Estudos mostraram que corpos cerâmicos com 30% de mica (matéria-prima) quando aquecidos a 500°C como tratamento térmico de requeima, para eliminar a água adsorvida, perdiam peso e contraíam, todavia nesta mesma temperatura de requeima aqueles que foram inicialmente queimados em baixas temperaturas (600-900°C) mostraram uma expansão com a perda de água que não era reversível até temperaturas de requeima bem mais elevadas. A magnitude dessa expansão dependia da temperatura original de queima, e era zero apenas em temperaturas originais de queima superiores a 950°C, ou seja, quando a mica desidroxilada (anhydrous) é totalmente destruída. Assim, a expansão foi associada com a desidroxilação da mica, já que a mica pode se regenerar a partir da mica desidroxilada através de um processo de adsorção de água após a queima inicial [44]. Este fenômeno deve-se ao fato que a mica expande 1 a 2% na direção *c* quando desidroxilada acima de 500°C e retrai quando íons hidroxilas são readsorvidos pela estrutura da mica desidroxilada [45, 46].

Continuando o estudo de corpos compostos por misturas de caulinita, quartzo e mica, foi observada uma diminuição do conteúdo de quartzo com o aumento de mica muscovita, devido a reação entre o quartzo e a fase vítrea presente (associada, em muito, à presença de potássio, oriundo da mica). A fase vítrea formada nessa reação parece ser uma mistura de silicatos amorfos

de ferro, alumínio e potássio e encontra-se circundando as partículas de quartzo [47]. A matriz vítrea circundante das partículas de quartzo tem uma expansão térmica diferente da expansão das partículas de quartzo e isso leva a tensões durante o resfriamento, chegando a haver a separação entre o quartzo e a matriz, provocando a formação de microtrincas ao redor do quartzo [48]. Assim, o fenômeno de adsorção de umidade pelo material amorfo é influenciado pela possibilidade de formação de microtrincas no produto, o que permitiria uma penetração mais intensa da água, aumentando o grau de EPU. Então, tem-se que a cinética e a extensão do fenômeno de EPU dos corpos cerâmicos depende em muito da composição mineralógica das matérias primas que compõem a massa cerâmica. Todavia, deve-se ter em mente que há uma estreita relação entre a composição do corpo, a temperatura e o tempo de queima, no que se refere aos seus efeitos sobre a EPU. Já que, se a composição cerâmica não for submetida a um tempo suficiente de maturação e a uma correta temperatura de queima, as reações, ditadas pelo equilíbrio, não irão se completar e o corpo resultante estará propenso a uma elevada porosidade, grande quantidade de fases vítreas e/ou amorfas e fases residuais reativas com a água [49].

2.4.8 Porosidade e área específica

A ação da umidade depende diretamente da sua disponibilidade no ambiente, da temperatura, do tempo de contato com o corpo cerâmico e da sua estrutura. A relação entre EPU e porosidade aparente é uma correlação de “trabalho” muito conveniente, por ser a porosidade um elemento estrutural importantíssimo, muito difícil de ser eliminada completamente do corpo cerâmico e fácil de ser determinada. Todavia a porosidade pode vir a ser um indicador muito insensível em relação à EPU, já que esta não tem, necessariamente, uma relação diretamente proporcional com a porosidade [24]. Dentro do intervalo comumente praticado de queima das indústrias cerâmicas de revestimento e tijolos têm-se observações, para a maioria dos

corpos, que a EPU é diretamente proporcional à área específica [12, 50], e que a extensão com que as reações de “hidratação” ocorrem depende da acessibilidade da água aos compostos reativos. A acessibilidade da água e o número de zonas potencialmente “hidratáveis” são determinados em grande parte pelos poros e pela área específica dos corpos [51], ficando evidente que a contribuição mais importante, oriunda da microestrutura do material, sobre a EPU é o efeito combinado de porosidade e área específica.

A porosidade e a área específica de corpos cerâmicos, quando sob a ação da água, não permanecem constantes com o decorrer do tempo (dezenas de anos), o que dificulta a correlação entre essas características e a EPU. Alguns possíveis motivos destas variações com o tempo são: a característica de autogeração de certa porção de volume de microporos, devido às forças de expansão provocadas pela água adsorvida, que promovem a abertura de poros anteriormente fechados, aumentando o volume total de poros; e a corrosão da fase vítrea pela água, aumentando a energia superficial da fase vítrea e abrindo poros antes fechados [20, 39, 52]. Deve-se ressaltar que esse aumento da estrutura aberta da fase vítrea pela água é o que explica a contínua EPU por longos períodos de tempo, o que não pode ser explicado apenas em termos da atividade superficial [53].

Outro ponto que dificulta a comparação entre a porosidade e a EPU é a variação na temperatura e tempo de queima, já que esses fatores podem modificar a composição das fases e a estrutura de um corpo cerâmico, o que se faz, ainda mais evidente quando se deseja fazer correlações em largos intervalos de queima [19]. Uma das maiores dificuldades em comparar a EPU de corpos cerâmicos com suas áreas específicas está em diferenciar entre a superfície interna que está associada às superfícies ativas e aquela que não está associada às superfícies ativas, dentro das condições de exposição. Assim, é interessante analisar a distribuição das áreas específicas de acordo com a distribuição de tamanho de poros, buscando relacionar estas distribuições com a EPU.

Com base na Figura 13 pode-se observar que com o aumento da temperatura de queima há uma redução da área específica, devido à

vitrificação do corpo cerâmico, ao passo que a expansão inicialmente se eleva e em seguida decresce com o aumento da temperatura.

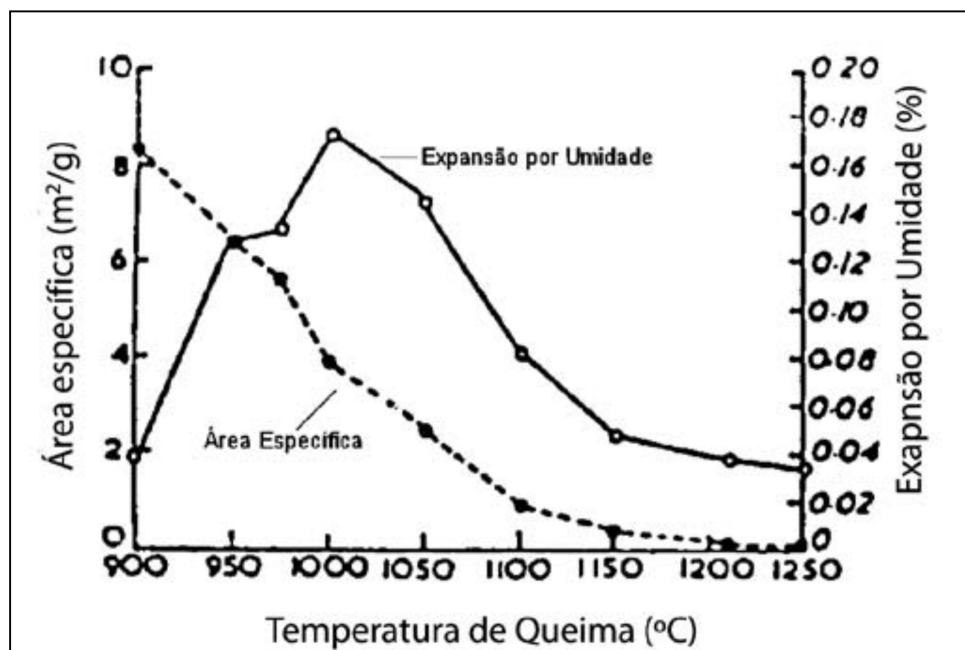


Figura 13: Relação entre a EPU (autoclave - 0,5 h e 344,5 kPa (50 lb/in²)), área específica e temperatura de queima de cerâmica branca [19].

Acredita-se que o aumento da EPU deve-se a modificações da composição mineralógica que resultam em fases potencialmente mais expansivas, enquanto o decréscimo está relacionado com a diminuição da área específica [19].

Estes dados vêm ao encontro às observações realizadas em um dos primeiros trabalhos [19] a verificar a influência da vitrificação dos corpos sobre a sua EPU, que indicou que a vitrificação, ao provocar uma menor absorção de água gera corpos cerâmicos com menor EPU. Note-se que mesmo sem o efeito da modificação composicional, a diminuição da área específica em virtude de uma maior vitrificação não deve ser necessariamente encarada como fator redutor da EPU, já que o efeito de corrosão da fase vítrea, cuja severidade depende em 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 ilustradas na Figura 13 nas temperaturas de 900 e 1150°C, onde, mesmo após uma redução altamente significativa da área

específica, a EPU a 1150°C é pouco 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.

2.4.9 Absorção de água

A absorção de água é a quantidade de água que um corpo pode absorver em contato com umidade. O valor da absorção é expresso em porcentagem do aumento de massa do produto em relação à sua massa seca. A capacidade de absorção de água de uma peça cerâmica fornece um indicativo da porosidade aberta do produto, ou seja, o volume total de poros comunicados com o exterior e susceptíveis de serem preenchidos com um fluido à pressão atmosférica. A absorção de água também pode indicar o grau de queima e de compactação interna do produto cerâmico e, por consequência, suas características mecânicas [54].

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

Os primeiros autores a evidenciar que havia certa relação entre a EPU (após autoclavagem) e o ganho de peso (absorção de água), indicaram que essa não se apresentava necessariamente na forma de uma correlação linear, sendo sua forma, muito dependente da temperatura de queima e da composição do corpo cerâmico [17, 18]. Todavia, em pesquisas posteriores [19], com corpos basicamente cauliniticos, observou-se que havia uma correlação linear entre a EPU (após autoclavagem) e a absorção de água. Outros autores [21], também estudando a EPU de corpos compostos por

argilas predominantemente caulínicas (EPU após autoclavagem), observaram que a correlação entre a EPU e a absorção não era necessariamente tão proporcional, como observado anteriormente [19], havendo uma proporcionalidade acentuada apenas para temperaturas maiores que a temperatura de máxima EPU, concluindo que a absorção não era um bom indicativo da EPU potencial. A Figura 14 ilustra esses resultados.

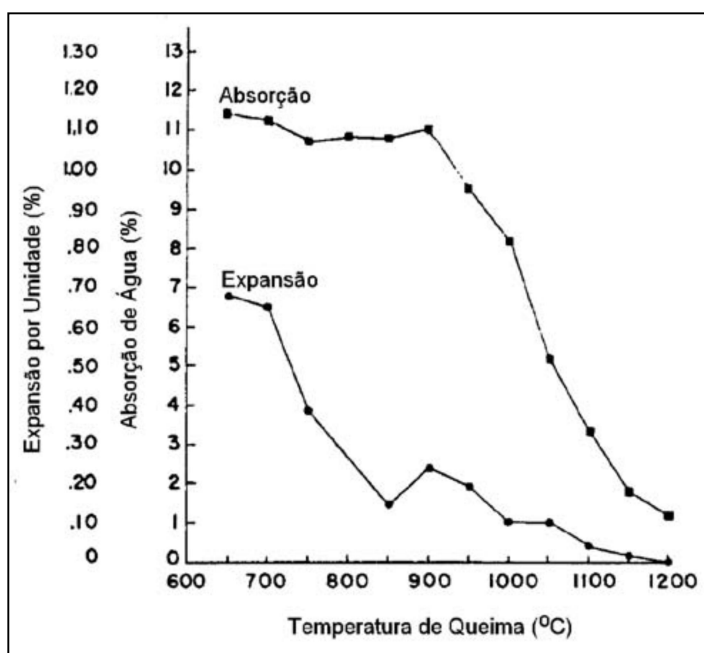


Figura 14: Efeito da temperatura de queima na EPU e a absorção de água [21].

A partir desses dados pode-se concluir que ao analisar a absorção deve ser dada especial ênfase ao tipo de tratamento ao qual o corpo foi submetido e, se possível, ter em mente o tipo de cinética que o tratamento envolve (taxa de absorção, valor da absorção inicial, etc.).

2.5 Medidas de expansão por umidade

O fenômeno de expansão por umidade vem sendo estudado desde o início do século XX, porém ainda há muita discordância no que se diz respeito em como medir e prever esse fenômeno em materiais cerâmicos.

A avaliação da expansão por umidade de uma placa cerâmica envolve, basicamente, duas situações:

- EPU ocorrida

Avaliação da expansão por umidade ocorrida na peça desde o momento da fabricação até o momento do ensaio: considera-se que é possível eliminar a expansão por umidade já ocorrida através de processo de requeima, que é um tratamento de reaquecimento com a finalidade de remover a água adsorvida. A medida da EPU ocorrida é, portanto, obtida através de medidas das dimensões da peça antes e depois do tratamento térmico;

- EPU potencial

Avaliação da expansão por umidade potencial: adoção de processo de envelhecimento acelerado com a finalidade de reproduzir a hidratação total, logo expansão total, que o produto cerâmico vai sofrer ao longo dos anos. A EPU potencial é, normalmente, obtida pela diferença entre as dimensões da peça após o tratamento de envelhecimento por umidade e o tratamento térmico de requeima.

2.5.1 Requeima

O tratamento térmico visa remover a água adsorvida no interior do corpo cerâmico. Existem duas vertentes, uma que defende a requeima a altas temperaturas e outra a baixas temperaturas.

Ao se fazer requeimas a temperaturas elevadas pode-se dar início a sinterização e criação de novas fases. O problema de se requeimar material policristalino heterogêneo e anisotrópico é que com frequência o material não volta ao seu estado original. Entretanto, existem outros fatores complicadores. Durante a exposição ao 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 podem também induzir a expansão [26]. 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 o recozimento das microfissuras, que os sais podem atuar como catalisadores para contração e que temperaturas muito elevadas podem induzir ao início da sinterização e outras reações.

Outra complicação é que peças cerâmicas geralmente contêm alto teor de quartzo, e podem ocorrer variações dimensionais na passagem pela temperatura da inversão do quartzo, 573°C. Corpos relativamente porosos contendo quartzo graúdo são mais propensos a essas variações [55].

A requeima em temperaturas mais baixas pode ser mais favorável em alguns aspectos como a possibilidade de realizar o ensaio em peças esmaltadas além de se evitar variações dimensionais causadas pelos fatores já citados.

Outro fator complicador é que o processo de adsorção começa tão logo os produtos começam a resfriar ainda no interior do forno [56]. Portanto deve se estabelecer um ponto de referência para o início da medida que permita prever a expansão por umidade, ou para a avaliação final da expansão passada. Isso exige, em essência, que as unidades sejam submetidas a um tratamento de reaquecimento padronizado, e que, em um determinado estágio, sejam retiradas do forno e deixadas resfriar até a temperatura ambiente em condições controladas antes de se fazer a medida inicial pós-reaquecimento.

Não há um consenso sobre qual é a melhor forma de se realizar a requeima de peças cerâmicas para a determinação da EPU ocorrida, sendo que cada norma adota um procedimento e muitas vezes a determinação da EPU ocorrida é negligenciada. A Tabela 1 apresenta um resumo das normas sobre requeima.

Tabela 1: Resumo de procedimentos para requeima das placas cerâmicas segundo algumas normas técnicas [56]

Norma	Requeima	Observações
NBR 13.818/97	Velocidade de aquecimento: 150°C/ h Requeima: 550°C / 2 horas Resfriamento: na mufla até atingirem (70±10)°C seguido de dessecador até a leitura do comprimento.	Determinação da EPU em peças esmaltadas e não esmaltadas. Apesar de executar a requeima, a norma não prevê a quantificação da expansão por umidade ocorrida.
Projeto de Norma Brasileira 02:002.10-013/95	Velocidade de aquecimento: 150°C/ h Requeima: 550°C / 4 horas Resfriamento: na mufla até atingirem (70±10)°C seguido de dessecador até a leitura do comprimento.	Determinação da EPU em peças esmaltadas e não esmaltadas. Prevê a determinação da EPU ocorrida.
ASTM C370-88	Não prevê a requeima dos corpos de prova, avaliando apenas a expansão por umidade a acontecer	Peças não esmaltadas
EN 155	Velocidade de Aquecimento: 50°C/h Requeima: 600°C / 4 horas Resfriamento: na mufla por, pelo menos, 20 horas, retirando-as quando a temperatura atingir 70°C, aguardando, pelo menos, 20 horas, no dessecador, antes da leitura do comprimento.	Peças não esmaltadas e com absorção de água superior a 6%. Apesar de executar a requeima, a norma não prevê a avaliação da expansão por umidade ocorrida.
ISO 10545	Velocidade de aquecimento: 150°C/ h Requeima: 550°C / 2 horas Resfriamento: na mufla até atingirem (70±10)°C.	Determinação da EPU em peças esmaltadas e não esmaltadas. Apesar de executar a requeima, a norma não prevê a quantificação da expansão por umidade ocorrida.

2.5.2 Reidratação

A determinação da expansão por umidade potencial é um assunto bastante polêmico. Aqui também são verificadas duas correntes principais com posições diferentes sobre o método mais preciso para avaliar, de forma acelerada, a expansão por umidade das placas cerâmicas: fervura ou autoclave.

O método da fervura consiste em deixar as placas submersas em água fervente por um determinado período de tempo, enquanto que, com a utilização da autoclave, as peças estão posicionadas acima da água sujeitas à pressão de vapor especificada durante um tempo estabelecido.

A análise dos trabalhos realizados, apresentada na Tabela 2, sobre o assunto mostra claramente as duas correntes de opinião. Uma que afirma que as condições de envelhecimento acelerado em autoclave, e mesmo por fervura, podem superestimar a EPU natural e outra que mostra, através de resultados de ensaios, que a EPU ocorrida obtida para as placas produzidas há anos, de modo geral, é maior que a EPU potencial obtida para as mesmas placas cerâmicas. Além disso, encontram-se informações que indicam que, dependendo do tempo de atuação do método de envelhecimento, podem ser obtidos resultados semelhantes e que placas cerâmicas com características diferentes podem se comportar de forma diferenciada quando submetidas ao mesmo tratamento de envelhecimento acelerado.

Tabela 2: Algumas normas para determinação da expansão por umidade de placas cerâmicas para revestimento [56].

Norma	Tratamento de Envelhecimento Acelerado	Observações
NBR 13.818/97	Água fervendo por 24 horas	Peças esmaltadas e não esmaltadas
Projeto de Norma Brasileira 02:002.10-013/95	Autoclave a 500 kPa por 2 horas	Peças esmaltadas e não esmaltadas
ASTM C370-88	Autoclave a 1000 kPa por 5 horas	Peças não esmaltadas
EN 155	Água fervendo por 24 horas	Peças não esmaltadas e com absorção de água superior a 6%
ISO 10545	Água fervendo por 24 horas	Peças esmaltadas e não esmaltadas

2.5.3 Valores de referência para a expansão por umidade

A definição de um valor de expansão por umidade de referência, como limite aceitável para que as placas cerâmicas não provoquem problemas de acúmulo de tensões em sistemas de revestimento, é bastante controversa. Encontram-se posicionamentos que consideram que “a EPU dos revestimentos cerâmicos só tem causado problemas muito raramente de modo que em instalações normais é desnecessária qualquer precaução especial” [26]. Por outro lado, tem-se, por exemplo, o Ceramic Tile Institute [56] que coloca que “a expansão por umidade em placas cerâmicas é uma característica frequentemente negligenciada. Alguns tipos de cerâmicas de revestimento estão sujeitas a significativa expansão por umidade. Este fenômeno é diferente da expansão térmica uma vez que, a cerâmica tendo sofrido a expansão por

umidade, ela não retorna ao seu tamanho original. Consequências potencialmente desastrosas podem ocorrer se esta expansão não for prevista”.

A NBR 13.818/97 [57] (Placas cerâmicas para revestimento - Especificação e métodos de ensaio) especifica que a expansão por umidade de placas cerâmicas, conformadas por prensagem e com absorção de água compreendida entre 3% e 10%, deve ser menor ou igual a 0,6 mm/m. Para as demais placas, coloca que a expansão por umidade é negligenciável e que não contribui para problemas nos revestimentos cerâmicos quando corretamente instalados, mas que, em condições de instalação insatisfatórias ou em determinadas condições climáticas, uma expansão por umidade acima de 0,6 mm/m pode contribuir para problemas.

Consideração similar é encontrada na norma ISO (norma de referência para a brasileira) [12, 58]. A norma de especificação americana ANSI não faz qualquer referência sobre o valor limite aceitável [59], enquanto que as normas espanholas especificam apenas para alguns grupos de absorção e para cerâmicas não esmaltadas o valor máximo de 0,6 mm/m [60-64]. No que diz respeito ao posicionamento de associações relacionadas aos revestimentos cerâmicos, a ANFACER (Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica) recomenda que as placas cerâmicas apresentem expansão por umidade menor ou igual a 0,6 mm/m [65] e o Ceramic Tile Institute que recomenda que ela não exceda 0,4 mm/m [66].

Nos diversos trabalhos e normas consultadas, observa-se que, após mais de 80 anos desde a publicação dos primeiros trabalhos, não existe um consenso sobre como avaliar a expansão por umidade ocorrida e sobre as melhores condições para reproduzir o envelhecimento natural de forma acelerada. A normalização, em geral, tem consolidado a utilização de requeima em baixas temperaturas e fervura para a avaliação das EPU's ocorrida e potencial, respectivamente, mas ainda persistem questionamentos sobre a eficiência destes procedimentos. Acredita-se necessária utilização de análises térmicas, análises da microestrutura (microscopias ótica e eletrônica, difração de raiosX) e de ensaios complementares (absorção de água, porosidade e área superficial, determinação de coeficiente de dilatação térmica) para avaliar os

fenômenos que estão ocorrendo no material cerâmico durante os processos, permitindo uma utilização mais consciente dos resultados obtidos em um ensaio de determinação da expansão por umidade.

3 MÉTODOS DE HIDRATAÇÃO E DE QUANTIFICAÇÃO DA EPU

Neste capítulo serão apresentados os resultados da caracterização dos revestimentos cerâmicos coletados.

Foram coletadas amostras de revestimentos cerâmicos de fachadas de diversos fabricantes e as mesmas foram caracterizadas comparativamente em laboratório para a identificação de suas principais diferenças. Os resultados foram de grande valia para a continuidade do projeto, pois uma vez identificadas as principais diferenças entre as amostras, foi possível identificar algumas das variáveis a serem estudadas na sequência do trabalho para avaliar o método proposto.

3.1 OBJETIVOS DO CAPÍTULO

O objetivo dessa parte do estudo foi avaliar a influência de diferentes métodos de hidratação (autoclave e fervura) e quantificação da expansão por umidade (paquímetro e dilatômetro).

3.2 MATERIAIS E MÉTODOS

3.2.1 Coleta de amostras

Foram coletadas 23 amostras de revestimentos cerâmicos de fachada, utilizados especialmente para o recobrimento de fachadas de edificações, assim identificadas:

Tabela 3: Amostras coletadas para a realização da parte I do estudo.

Amostra	Tamanho Nominal
EN01	24 x 12 cm ²
EN02	24 x 12 cm ²
EN03	24 x 12 cm ²
EN04	24 x 12 cm ²
EN05	24 x 12 cm ²
EN06	24 x 12 cm ²
EN07	24 x 12 cm ²
EN08	24 x 12 cm ²
EN09	24 x 12 cm ²
EN10	24 x 12 cm ²
EN11	24 x 12 cm ²
EN12	24 x 12 cm ²
EN13	24 x 12 cm ²
EN14	24 x 12 cm ²
EN15	24 x 12 cm ²
EG01	20 x 20 cm ²
EG02	9,5 x 9,5 cm ²
PG01	24 x 11,5 cm ²
PG02	15 x 15 cm ²
PG03	5 x 15 cm ²
PG04	45,7 x 45,7 cm ²
PG05	30,7 x 60,4 cm ²
PG06	5 x 5 cm ²

Legenda:

E = extrudado; P = prensado; G = esmaltado; N = não esmaltado

3.2.2 Ensaio realizados e preparação de amostras

As amostras foram caracterizadas através das seguintes análises:

3.2.2.1 Absorção de água e porosidade aparente

De cada amostra coletada foram escolhidas aleatoriamente cinco peças. Com o auxílio de um disco de corte diamantado retirou-se da região central de cada peça. Os corpos de prova foram secos em estufa elétrica à 110°C por duas horas. Após a retirada da estufa foram resfriados até a temperatura ambiente.

A determinação da absorção de água foi realizada de acordo com o procedimento descrito pela norma NBR 13.818, onde se determina o ganho de massa percentual dos corpos de prova após um período de duas horas de imersão em água fervente. Os valores de absorção de água (AA) foram obtidos a partir da Equação 3.1. Também foram determinadas as porosidades aparentes (PA) fazendo-se uso de procedimento baseado no princípio de Arquimedes. Os valores foram obtidos de acordo com a Equação 3.2, onde M_u é a massa dos corpos de prova após duas horas de imersão em água fervente, M_s é a massa dos corpos de prova secos e M_i é a massa dos corpos de prova após duas horas de imersão em água fervente, pesados imersos em água, em dispositivo apropriado para tal finalidade em balança de precisão de 0,001 g.

$$AA (\%) = \frac{M_u - M_s}{M_s} 100 \quad (3.1)$$

$$PA (\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} 100 \quad (3.2)$$

3.2.2.2 Expansão por umidade: avaliada através de dois métodos distintos

• NBR 13.818:1997 (EPU_{NBR}): A expansão por umidade nas peças foi determinada de acordo com a NBR 13.818, em laboratório acreditado pelo INMETRO. As medidas são realizadas com paquímetros com exatidão de 0,01 mm. As peças são previamente secas em estufa elétrica por 24 horas à 110°C para eliminação da umidade natural dos corpos de prova. Então são acomodadas em uma mufla e requeimadas, a uma taxa de aquecimento de 150°C/hora até atingir temperatura de 550°C sendo mantidas nessa temperatura por duas horas. Os corpos de prova são resfriados dentro da mufla até 70°C, depois retirados e deixados em dessecador até a realização da medida de comprimento em milímetros (l_0).

Após a requeima e a determinação do comprimento inicial é realizada a reidratação das peças, submergindo-as em água fervente, mantendo no mínimo 5 cm de coluna de água acima dos corpos de prova e evitando que entrem em contato entre si ou com as paredes do recipiente. Após 24 horas os corpos de prova são retirados da fervura e deixados por 3 horas em temperatura ambiente para que seja atingido o equilíbrio térmico e então se mede o comprimento em milímetro (l_1). Os resultados são expressos em mm/m e calculados de acordo com a equação 3.3:

$$EPU = \frac{l_1 - l_0}{l_0} 1000 \quad (3.3)$$

• Método autoclave-dilatômetro (EPU_{AC-D}): Os corpos de prova foram extraídos do centro de 03 placas distintas de cada amostra de modo que os resultados apresentados representam a média entre esses corpos de prova. Tais corpos de prova foram usinados em disco de corte diamantado para a obtenção das dimensões (50 x 5 x 5 mm³) necessárias para inserção em termodilatômetro. Os corpos extraídos das placas foram hidratados em autoclave a 5 atm de pressão, durante 2 horas. As expansões sofridas na

hidratação foram determinadas em termodilatômetro BP Engenharia, modelo RB3000, onde é realizada a requeima das amostras até 550°C, seguida de resfriamento no próprio equipamento. Os comprimentos dos corpos de prova foram monitorados do início (estado hidratado) até o final do ensaio (recuperação do estado original) para o cálculo da expansão por umidade que é feito de acordo com a equação 3.3.

A principal diferença entre o método da NBR e o método autoclave-dilatômetro é que neste último as medidas iniciam-se com as amostras hidratadas e a variação no comprimento durante a desidratação é acompanhada através do software do equipamento. No método da NBR as amostras são requeimadas, medidas, reidratadas e medidas novamente.

3.2.3 Efeitos do tempo de hidratação em autoclave:

Visando identificar os limites de hidratação dos produtos avaliados, foram selecionadas algumas das amostras para avaliação da EPU de corpos de prova submetidos a ciclos com 0, 2, 4, 6 e 10 horas de hidratação, em autoclave, mantendo-se fixa a pressão de 5 atm. A EPU dos corpos hidratados foi determinada em termodilatômetro, com a requeima realizada a 550°C neste equipamento. Para cada tempo de hidratação foram preparados três corpos de prova como descrito anteriormente no item 3.2.2.2.

3.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Tabela 4 resume os resultados numéricos obtidos com as análises de absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e expansão por umidade determinada pelos dois métodos anteriormente descritos (EPU_{NBR} e EPU_{AC-D}).

Tabela 4: Resultados da caracterização efetuada com as amostras coletadas.

Amostras	AA	PA	EPU_{NBR}	EPU_{AC-D}
EN01	0,5	1,3	0,19	0,05
EN02	1,2	2,9	0,18	0,24
EN03	1,3	3,1	0,21	0,35
EN04	1,9	4,5	0,19	N/D*
EN05	2,2	5,0	0,16	0,34
EN06	2,2	5,1	0,17	N/D*
EN07	2,4	5,7	0,15	0,35
EN08	4,1	9,2	0,15	0,31
EN09	4,8	11,0	0,23	1,30
EN10	4,9	11,2	0,25	1,38
EN11	3,6	8,1	0,33	0,50
EN12	5,0	10,9	0,33	0,78
EN13	3,5	8,0	0,25	0,38
EN14	2,4	5,6	0,16	0,26
EN15	2,9	7,0	0,05	0,25
EG01	5,8	12,8	0,23	0,37
EG02	6,5	14,2	0,33	1,02
PG01	12,5	24,5	0,56	1,36
PG02	14,2	26,5	0,15	0,05
PG03	3,1	7,0	0,05	0,11
PG04	0,5	1,4	0,11	0,01
PG05	16,5	30,1	0,22	0,26
PG06	1,6	3,6	0,08	nula

* N/D = valor indeterminado, pois os corpos de prova perderam a integridade dentro do dilatômetro, em função da elevada presença de coração negro

3.3.1 Absorção de água e Porosidade aparente

A figura 15 apresenta os valores de absorção de água e porosidade aparente das amostras coletadas. Os resultados foram apresentados em ordem

crecente de absorção/porosidade para facilitar a visualização e interpretação dos resultados.

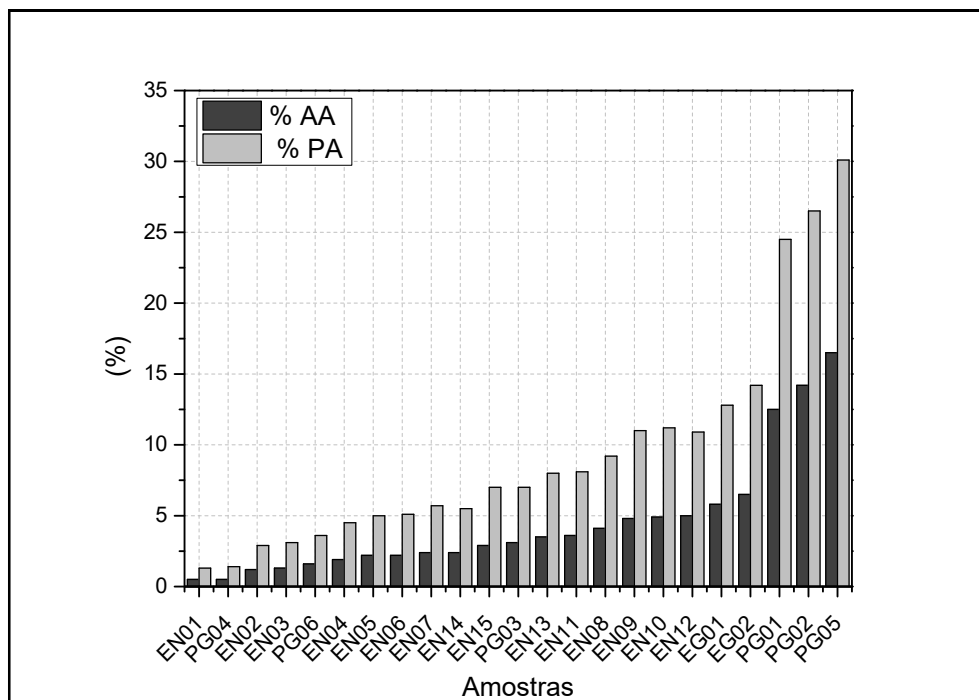


Figura 15: Absorção de água e porosidade aparente dos produtos caracterizados.

Pode-se observar que as absorções de água variam de 0,5% a 16,5% o que representa, comercialmente, desde os porcelanatos até as monoporosas. Absorção de água e porosidade aparente possuem uma relação linear, como pode ser observado na Figura 15, sendo as duas medidas indicativas de propriedades físicas dos corpos cerâmicos.

Essa ampla gama de produtos é bastante interessante para a validação do trabalho, tendo em vista que alguns estudos apontam para a correlação entre EPU e porosidade aberta, pois poros comunicados ao exterior da peça são susceptíveis de serem preenchidos com fluídos, além de indicar o grau de queima da peça, fatores esses que podem interferir na EPU de acordo com a literatura.

3.3.2 Expansão por umidade

A figura 16 apresenta os valores de expansão por umidade obtidos através de dois métodos distintos descritos na seção 3.2.2.2. Assim como na figura 15 os resultados foram apresentados em ordem crescente de absorção/porosidade para facilitar a interpretação dos resultados.

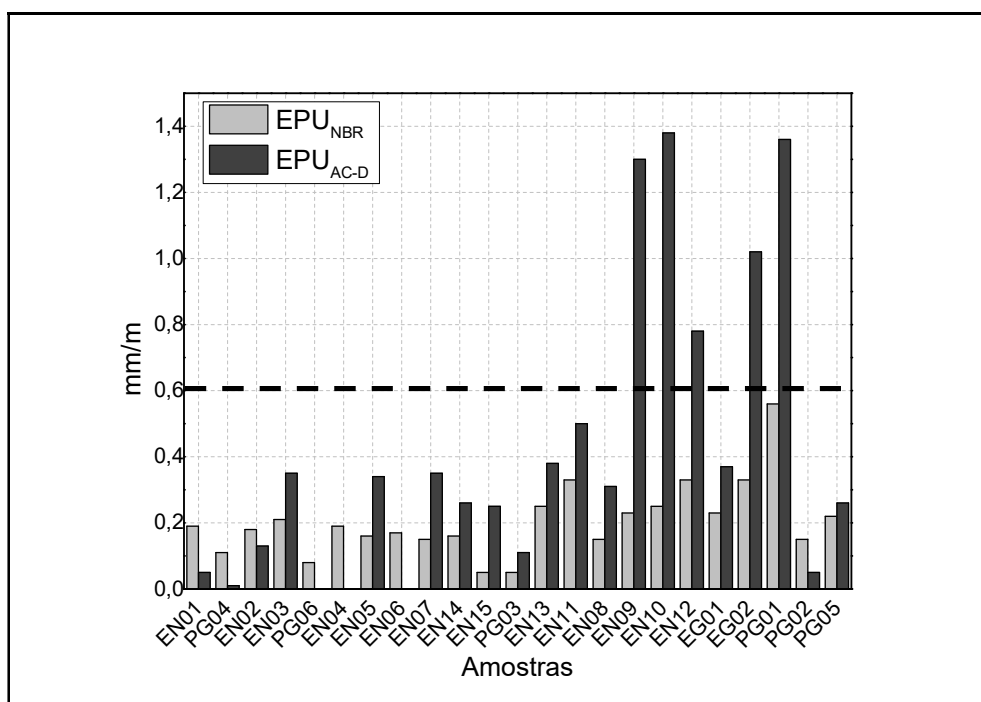


Figura 16: Expansão por umidade medida de acordo com a norma NBR13.818 e método autoclave-dilatômetro dos produtos caracterizados.

As análises de expansão por umidade geraram resultados bastante diferentes em função do procedimento adotado. Considerando os procedimentos descritos pela norma NBR 13.818, todos os produtos apresentam EPUs semelhantes entre si e valores bastante abaixo do valor máximo da recomendação especificada na referida norma, que é de 0,6 mm/m. Desse modo, esses resultados podem representar ou a adequação à referida norma de todos os produtos analisados ou a baixa sensibilidade do procedimento para captar variações que possam existir entre os produtos.

Os resultados das análises de EPU realizadas com hidratação em autoclave e medição em dilatômetro geraram resultados diferentes, com variações compreendidas entre 0,05 e 1,38 mm/m. Tais resultados são mais coerentes com a variabilidade de absorções de água e porosidades aparentes apresentadas pelas amostras, muito embora deve-se atentar para a severidade da etapa de hidratação realizada em autoclave. Nesse sentido, um dos objetivos do próximo capítulo é avaliar a influência do método de hidratação dos corpos de prova.

Como descrito na seção 2.4.9, a absorção de água fornece um indicativo da porosidade aberta que, em alguns casos, pode ser correlacionada com a EPU, sendo que peças com maior grau de vitrificação, isto é, com menor absorção de água, gera corpos cerâmicos com menor EPU. A expansão, porém, está relacionada com a capacidade de adsorção de água desses poros e sua reatividade, ou seja, se as fases presentes nas paredes do poro são susceptíveis à expansão.

Um bom exemplo de que não apenas a porosidade aberta deve ser levada em consideração é a amostra PG05, que possui a maior absorção de água dentre as amostras coletadas (AA = 16,5%) e uma baixa EPU (0,26 mm/m). Revestimentos cerâmicos com essa faixa de absorção de água são conhecidos como porosos e, geralmente, possuem carbonato de cálcio em sua composição. Como apresentado na seção 2.4.7, o carbonato de cálcio pode diminuir a EPU quando adicionado em determinadas quantidades na massa e as peças queimadas em temperaturas suficientes para formação de fases não expansivas como a anortita e completa eliminação de óxido de cálcio, que é uma fase higroscópica e, portanto, expansiva. Desse modo, uma possível explicação para o comportamento da amostra PG05 seria a presença de cálcio em sua composição em proporções e condições de queima adequados.

Como apresentado na seção 2.4.8, a EPU depende da acessibilidade da água a compostos reativos, sendo assim, a porosidade aparente combinada à área específica podem fornecer bons indicativos de EPU potencial uma das maiores dificuldades em comparar a EPU de corpos cerâmicos com suas áreas específicas está em diferenciar entre a superfície interna que está associada às

superfícies ativas e aquela que não está associada às superfícies ativas, dentro das condições de exposição.

Já a porosidade aparente é um elemento estrutural importante e fácil de ser determinada. As correlações entre os valores de porosidade aparente e os valores de EPU das amostras extrudadas não esmaltadas, obtidos através dos dois métodos são apresentadas nas figuras 17 e 18.

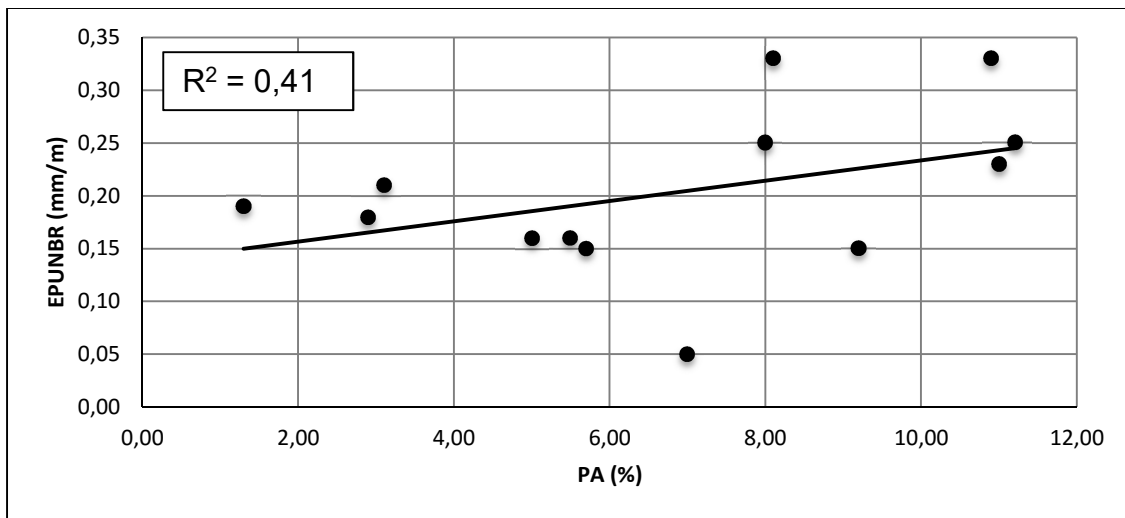


Figura 17: Correlação entre EPU_{NBR} x PA (%)

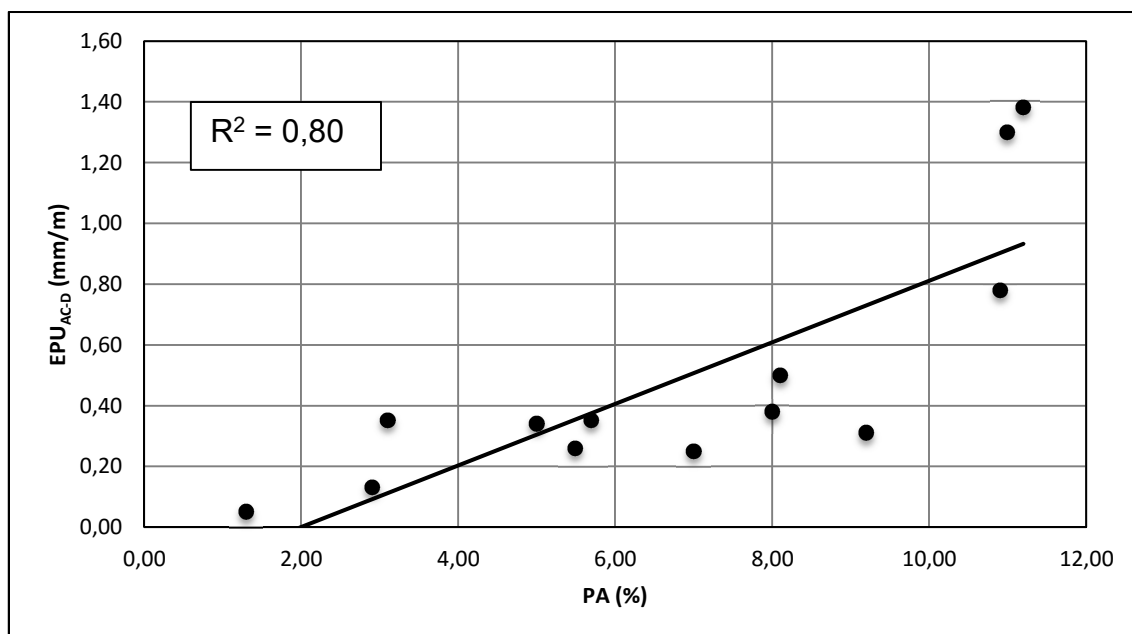


Figura 18: Correlação entre EPU_{AC-D} x PA (%)

A correlação entre porosidade aparente e o método EPU_{NBR} é de 0,41 e entre porosidade aparente e EPU_{AC-D} é de 0,80, indicando uma maior correlação entre as porosidades dos produtos e os resultados das medidas de EPU realizadas por meio do procedimento autoclave-dilatômetro. Esses resultados sugerem que o método proposto é mais sensível às diferenças entre as amostras selecionadas do que o método atualmente utilizado.

3.3.3 Efeitos do tempo de hidratação em autoclave

Com base nos resultados anteriores foram selecionadas seis amostras para a realização dessa parte do estudo, buscando inserir peças que apresentaram valores de EPU de acordo com as especificações da norma NBR 13.818 e também valores acima do limite recomendado, considerando os resultados obtidos no método EPU_{AC-D}. Os resultados da caracterização das amostras selecionadas estão apresentados na tabela 5, em ordem crescente de absorção/porosidade.

Tabela 5: Características das amostras selecionadas para a avaliação dos efeitos do tempo de hidratação em autoclave sobre a expansão por umidade.

Amostra	AA	PA	EPU_{NBR}	EPU_{AC-D}
EN02	1,2	2,9	0,18	0,24
EN14	2,4	5,5	0,16	0,26
EN15	2,9	7,0	0,05	0,25
EN09	4,8	11,0	0,23	1,30
EN12	5,0	10,9	0,33	0,78
EG01	5,8	12,8	0,23	0,37

As amostras selecionadas foram submetidas a diferentes tempos de hidratação em autoclave e suas EPU's medidas em termodilatômetro. Esse método foi escolhido, pois de acordo com a sessão anterior, apresentou maior sensibilidade, sendo assim, para efeito de realizar um estudo comparativo, apresenta-se como a melhor opção. Para a realização da medida em zero hora requemou-se as amostras em uma mufla, a uma taxa de aquecimento de 150°C/hora até atingir temperatura de 550°C sendo mantidas nessa temperatura por duas horas. Os corpos de prova foram resfriados dentro da mufla até 150°C, depois retirados e deixados resfriar em dessecador até a realização da medida de EPU em termodilatômetro. Esta informação – EPU das amostras requemadas e não hidratadas por nenhum procedimento – além de indicar o grau de hidratação das amostras requemadas, também é importante para verificar se a requema que é realizada no dilatômetro através do método AC-D gera erros não previstos nos resultados experimentais. São esperados resultados de EPU muito próximos de zero nas amostras preparadas nestas condições, de modo que a obtenção de valores que se afastam desta previsão poderia indicar a existência de erros associados ao método de medida da EPU. Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 6.

Tabela 6: Efeito do tempo de hidratação em autoclave sobre a EPU das amostras.

Tempo (h)	EN02 (mm/m)	EN14 (mm/m)	EN15 (mm/m)	EN09 (mm/m)	EN12 (mm/m)	EG01 (mm/m)
0	0,02	0,04	0	0,24	0,02	0,07
2	0,24	0,28	0,34	1,30	1,00	0,27
4	0,38	0,28	0,41	1,48	1,28	0,32
6	0,37	0,53	0,43	1,59	1,59	0,53
10	0,48	0,76	0,48	1,75	1,86	0,64

Com exceção da amostra EN09, os valores de EPU medidos sem hidratação são irrisórios, indicando que as expansões medidas nos diferentes tempos de hidratação são um efeito da própria hidratação a que foram submetidos os corpos de prova.

A amostra EN09 apresenta naturalmente uma expansão maior que as outras amostras mesmo sem hidratação prévia, sendo este resultado possivelmente um indicativo de reidratação por adsorção de água ainda sob resfriamento e motivada pelas características desta amostra, relacionadas com as condições de fabricação da peça como composição química, temperatura e ciclo de queima.

Através dos dados numéricos pode-se observar que a EPU aumenta abruptamente nas quatro primeiras horas de hidratação e após esse período segue aumentando a uma taxa muito mais lenta. Esses resultados estão representados graficamente na figura 19.

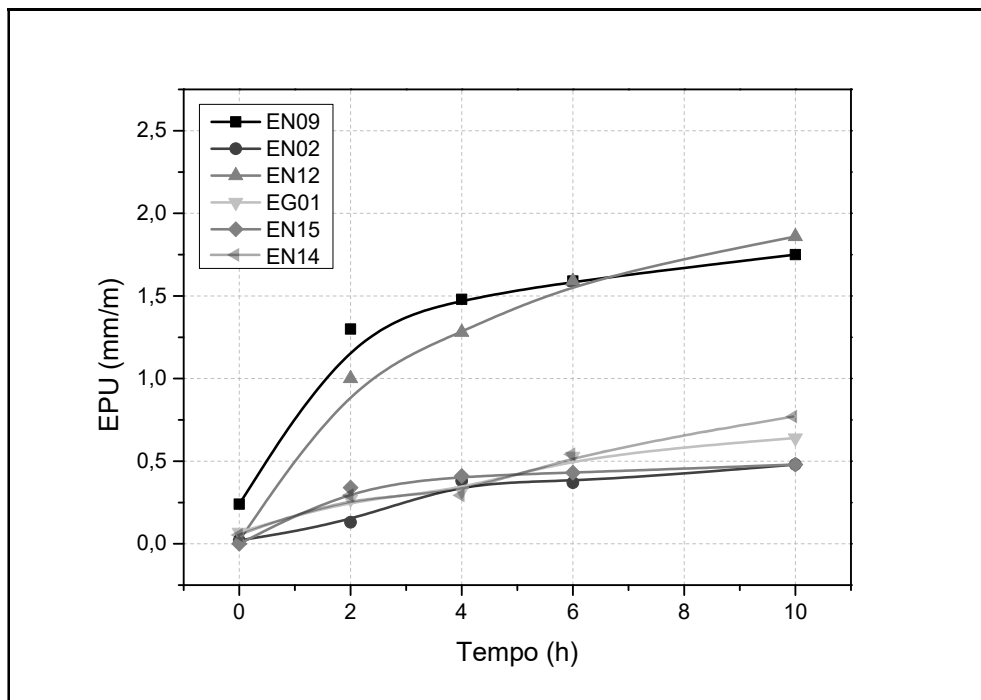


Figura 19: Efeitos do tempo de permanência em autoclave sobre a EPU das amostras.

As amostras EN09 e EN12 apresentam as maiores expansões. Como mencionado anteriormente, a amostra EN09 apresenta uma expansão sem hidratação maior que as outras amostras, no entanto após seis horas de hidratação a amostras EN12 apresenta expansões maiores.

O aumento contínuo dos valores de EPU indica que esse fenômeno irá ocorrer durante toda a vida útil da peça, podendo ser atribuído à lixiviação da fase vítrea (troca de íons alcalinos do vidro e íons de hidrogênio da água) produzindo assim uma superfície com estrutura semelhante à da sílica amorfa. Os silicatos amorfos possuem elevada energia superficial e área específica, além disso, as valências insatisfeitas nas superfícies expostas proporcionam uma elevada adsorção de água em relação a materiais cristalinos. A água é atraída por valências livres do tipo Si^+ e SiO^- existentes nas regiões de descontinuidade, ou seja, nas áreas superficiais do sólido, às quais acaba se ligando formando grupos Si-OH e $\text{SiO-H}_2\text{O}$. Após a saturação das valências livres, maior quantidade de água poderá ser adsorvida, agora através das

forças de Van der Waals, com redução da energia superficial. A fase vítrea possui superfície específica e energia superficial bem menores do que as fases amorfas, no entanto, quando submetidas à ação da água sofrem o processo de lixiviação descrito, o qual ainda provoca a abertura de poros que estavam anteriormente selados, aumentando a superfície acessível à água e, por conseguinte, a EPU da peça cerâmica [20, 24, 34].

Do ponto de vista metodológico seria mais interessante se a medida de EPU fosse realizada com quatro horas de hidratação, pois assim qualquer variação no intervalo de tempo de hidratação não surtiria efeito significativo na expansão por umidade, no entanto seriam necessários mais estudos para verificar se esse tempo de hidratação estaria gerando uma EPU que não seria obtida naturalmente.

3.4 CONCLUSÕES PARCIAIS

Os produtos analisados apresentam ampla gama de porosidades e absorções de água, o que é bastante interessante para a validação do trabalho, pois representa as principais tipologias de revestimentos cerâmicos fabricadas atualmente.

As análises de EPU's geraram resultados bastante diferentes em função do procedimento adotado. Ao se utilizar o método descrito pela norma (EPU_{NBR}) todos os produtos apresentaram EPU's semelhantes e valores abaixo do limite máximo recomendado pela referida norma. O método autoclave – dilatômetro (EPU_{AC-D}) gerou resultados diferentes, com variações compreendidas entre 0,05 e 1,38 mm/m

Há uma maior correlação entre as porosidades aparentes dos produtos e os resultados das medidas de EPU realizadas por meio do procedimento autoclave-dilatômetro, em relação às medidas de EPU realizadas pelo procedimento da norma NBR 13.818.

Durante as quatro primeiras horas de exposição dos corpos de prova à pressão de 5 atm em autoclave a expansão por umidade aumenta

abruptamente. A partir de 4 horas dentro da autoclave, a EPU segue aumentando a uma velocidade expressivamente inferior.

Do ponto de vista metodológico, 4 horas de exposição a 5 atm poderia gerar menor dispersão nos resultados em comparação com o padrão usualmente empregado de 2 horas de exposição. Entretanto, estudos com peças em condições reais de aplicação precisariam ser realizados para verificar se tais expansões produzidas em autoclave não são exageradas em comparação com as expansões reais sofridas pelas peças instaladas;

Seriam necessários outros estudos para a melhor compreensão do fenômeno do tempo de hidratação.

4 CONDIÇÕES DE REQUEIMA DAS PLACAS

No capítulo anterior foram abordados os efeitos dos procedimentos de hidratação e quantificação da EPU. Neste capítulo serão apresentados os resultados referentes ao estudo da influência da requeima sobre os valores de EPU, pois como visto no item 2.5.1, existe uma grande discussão relacionada a temperatura de requeima de materiais cerâmicos, sendo que requeimar em temperaturas muito altas pode gerar um rearranjo das fases formadas e temperaturas muito baixas podem não eliminar completamente a água adsorvida.

Inicialmente foi feito uma avaliação da EPU por fervura-dilatômetro sendo possível assim analisar tanto os métodos de determinação da variação dimensional comparando-se com os valores de fervura-paquímetro, quanto os métodos de hidratação, comparando-se com os valores de autoclave-dilatômetro. Em seguida fez-se um estudo da influência da temperatura de requeima sobre os valores de EPU.

Os resultados obtidos indicam que os métodos de hidratação e medida da variação dimensional podem afetar significativamente as medidas da EPUe que temperaturas de requeima menores que 550°C podem ser usadas para a eliminar a água adsorvida pelos materiais cerâmicos.

4.1 OBJETIVOS DO CAPÍTULO

Os objetivos específicos estabelecidos para esse capítulo foram:

- Avaliar a influência do método de determinação da variação dimensional e do método de hidratação nos valores de EPU;
- Avaliar a influência do efeito da temperatura de requeima nos valores de expansão por umidade;

4.2 MATERIAIS E MÉTODOS

4.2.1 Avaliação da Expansão por Umidade por outros métodos:

No capítulo anterior as EPU das amostras selecionadas foram medidas através do método fervura-paquímetro (norma NBR 13.818) e autoclave-dilatômetro (método proposto). Os resultados obtidos diferiram bastante dependendo do método utilizado, no entanto, não foi possível determinar se a diferença obtida nesses valores se deve ao método de hidratação ou de requeima visto que ambos variam nessas medidas.

Com o intuito de avaliar os efeitos isolados do método de requeima e hidratação nos valores de EPU realizou-se um ensaio onde a hidratação ocorreu por fervura e a medida da variação dimensional feita em dilatômetro, assim, comparando com os resultados anteriores, foi possível analisar separadamente o efeito da hidratação e da requeima nos valores de EPU.

Para esse ensaio de fervura-dilatômetro foram selecionadas oito amostras com absorções de água entre 0,5 e 6,5%, o que representa as principais tipologias de revestimentos cerâmicos fabricadas atualmente. As amostras foram preparadas da mesma forma que no item 3.2.2.2.

A Tabela 7 apresenta de forma resumida os métodos descritos nos itens anteriores.

Tabela 7: Resumo dos métodos utilizados.

Método		Hidratação		Medida da Expansão	
		Fervura	Autoclave	Paquímetro	Dilatômetro
1	EPU _{NBR}	X		X	
2	EPU _{AC-D}		X		X
3	EPU _{Ferv-D}	X			X

4.2.2 Efeitos da temperatura de requeima dos corpos de prova:

Há discussões na literatura que indicam que a requeima das peças em temperaturas próximas à temperatura de inversão do quartzo pode gerar alterações nas medidas de EPU devido às variações dimensionais provocadas pela sua transformação alotrópica. A temperatura de requeima determinada por muitas instituições normativas mais comumente utilizada é de 550°C. Nesse sentido, essa etapa do estudo utilizou-se de sucessivas diminuições da temperatura de requeima para avaliar esse efeito. A preparação das amostras foi feita de maneira semelhante à descrita na seção 3.2.2.2 método autoclave-dilatômetro. Os corpos de prova foram hidratados durante 2 horas em autoclave a 5 atm e submetidos à determinação da variação dimensional em termodilatômetro, com a temperatura de requeima variando entre 300°C, 400°C, 500°C e 550°C. Para cada temperatura foram preparados três corpos de prova, sendo que os resultados apresentados se referem à média entre os mesmos. Além da análise dos resultados de EPU obtidos, as curvas obtidas no termodilatômetro foram interpretadas, visando identificar a temperatura em que a água adsorvida é eliminada durante o processo de requeima.

4.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.3.1 Avaliação da Expansão por Umidade por outros métodos:

Tendo em vista que, segundo a literatura especializada, uma das características das amostras que influencia fortemente a EPU é a absorção de água (AA), as amostras foram classificadas e ordenadas segundo essa característica. Na tabela 8 são apresentadas as características das amostras, assim como os valores de EPU medidos através dos três métodos descritos anteriormente.

Tabela 8: Características das amostras e EPU's medida pelas três metodologias.

Amostras	AA (%)	PA (%)	EPU_{NBR}	EPU_{AC-D}	EPU_{Ferv-D}
EN01	0,5	1,3	0,19	0,05	0,18
EN02	1,2	2,9	0,18	0,24	0,23
EN14	2,4	5,5	0,16	0,26	0,22
EN15	2,9	7,0	0,05	0,25	0,13
EN09	4,8	11,0	0,23	1,30	1,02
EN12	5,0	10,9	0,33	0,78	0,92
EG01	5,8	12,8	0,23	0,37	0,25
EG02	6,5	14,2	0,33	1,02	0,61

Para facilitar a interpretação dos resultados obtidos, os mesmos são apresentados de forma gráfica na Figura 20 onde, no eixo X, as amostras foram ordenadas, da esquerda para a direita, em ordem crescente de absorção de água.

Pode-se notar que, para uma mesma amostra, os valores de EPU medidos pelas diferentes metodologias variaram consideravelmente. As diferenças de EPU's entre os produtos analisados foram muito pequenas nas medidas realizadas de acordo com o método EPU_{NBR} e, para todas as amostras, os resultados obtidos por este procedimento foram inferiores ao limite recomendado pela norma, que é de 0,6 mm/m. As EPU's medidas pelas outras metodologias, 2 e 3 na Tabela 7, variaram consideravelmente mais e, de um modo geral, refletiram o efeito da variação da porosidade das amostras. Em alguns casos a EPU ultrapassou significativamente o limite recomendado pela norma.

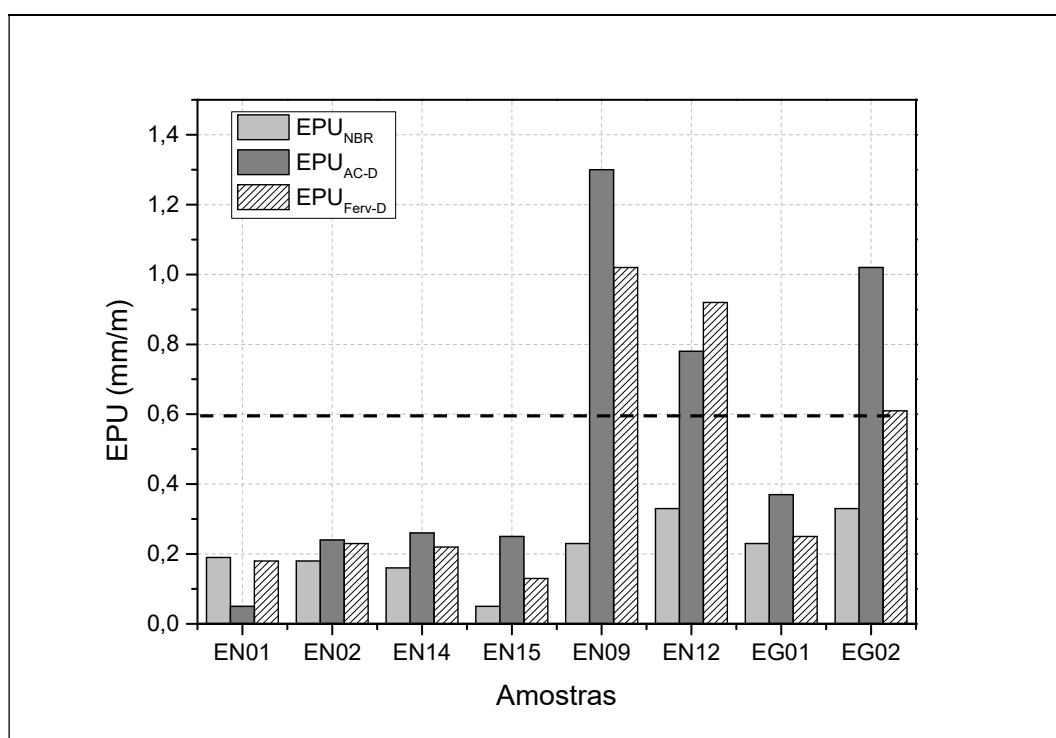


Figura 20: Valores de EPU medidos através das três metodologias descritas na Tabela 7.

4.3.1.1 Influência do Método de medida da variação dimensional

Com o objetivo de determinar a influência do método de medida da variação dimensional sobre o valor de EPU, os resultados obtidos foram analisados comparativamente através dos métodos 1 e 2, (Figura 21) onde a hidratação foi realizada por fervura, como previsto na norma NBR 13.818, e a variação dimensional medida com paquímetro e dilatômetro, métodos 1 e 2, na Tabela 7, respectivamente.

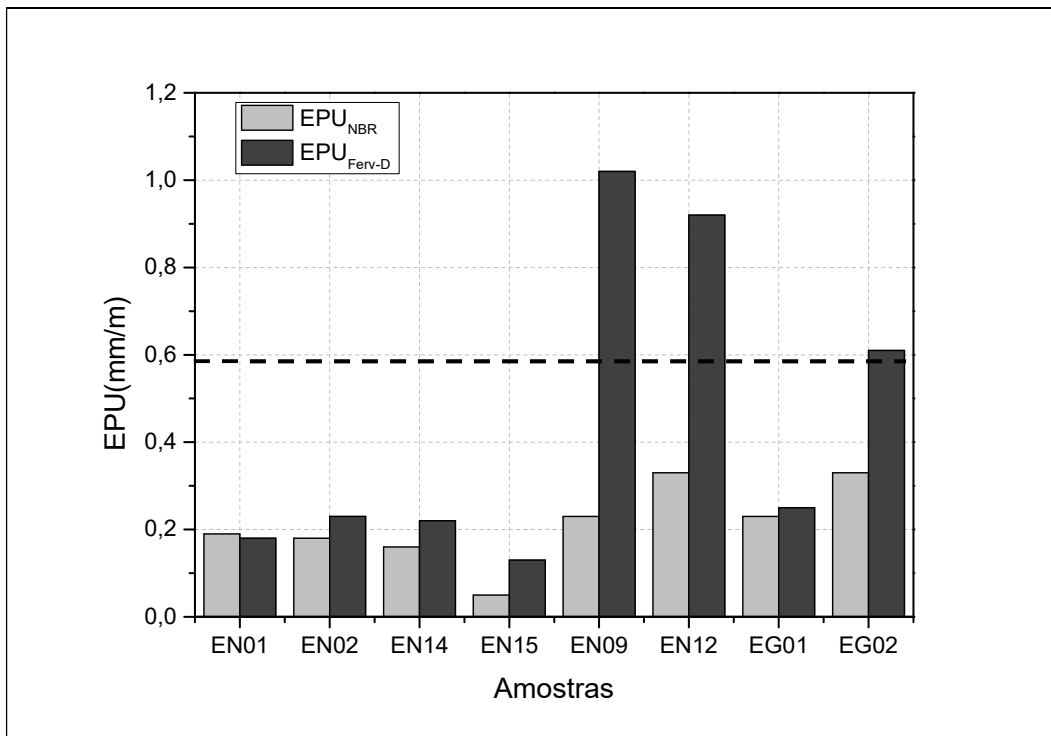


Figura 21: Efeito do método de medida da variação dimensional, paquímetro x dilatômetro, sobre o valor da EPU das amostras hidratadas por fervura

Pode ser observado na Figura 21 que, exceto para a amostra EN01, as EPUs medidas no dilatômetro são sempre maiores que as medidas com paquímetro. Sabendo-se que a porosidade é uma das características que podem influenciar a EPU, era de se esperar que os valores medidos aumentassem com o aumento da AA, ou seja, da esquerda para a direita do gráfico. Nesse sentido, as EPUs medidas no dilatômetro, de um modo geral, principalmente nas amostras com AA > 4,8%, ou seja, nas amostras mais à direita da amostra EN15, as diferenças entre as duas metodologias, e a própria EPU, foram maiores do que as amostras de AA < 4,8%, mais à esquerda. Sob essa ótica, pode-se concluir que as medidas da variação dimensional no dilatômetro foram mais precisas que as feitas com paquímetro. A validade dessa conclusão é questionável, pois, como mencionado, a porosidade é somente uma das características que influenciam a EPU. Ou seja, a EPU não necessariamente aumenta com o aumento da porosidade. Entretanto, os resultados experimentais sugerem que essa correlação existe na maioria dos

casos. Assim sendo, consideramos que os resultados apresentados na Figura 21 evidenciam que, neste trabalho, a medida da variação dimensional no dilatômetro foi mais precisa do que no paquímetro.

A maior precisão das medidas da variação dimensional feitas no dilatômetro, em relação às feitas com paquímetro, pode ser explicada pelo fato de que, além das diferenças de precisão e sensibilidade dos aparelhos, a precisão e reprodutibilidade das medidas das variações dimensionais feitas com o paquímetro dependem da capacidade de se fazer as duas medidas, antes e após a requeima e/ou hidratação, nos mesmos pontos de contato. Esta exigência é consideravelmente dificultada pelo fato de que as superfícies dos revestimentos cerâmicos geralmente apresentam irregularidades. Além disso, a pressão exercida no paquímetro durante as medidas, que varia de operador para operador e ao longo do tempo, pode influenciar a medida. Cabe mencionar que a precisão e reprodutibilidade das medidas com o paquímetro podem ser significativamente melhoradas através do estabelecimento de procedimentos experimentais adequados e da prática do operador. No dilatômetro, a alteração do ponto de contato entre a amostra e o equipamento de medida não ocorre, pois as medidas dos comprimentos iniciais e finais são realizadas a partir do movimento do êmbolo e detectadas pelo transdutor do equipamento durante todo o processo, fornecendo maior precisão da medida. Além disso, o limite de detecção na variação do comprimento da amostra é maior em relação ao paquímetro.

Outro aspecto particularmente importante nas amostras utilizadas neste trabalho é o tamanho. O limite para a EPU, sugerido pela NBR 13.818, é 0,6 mm/m, ou seja, uma expansão de até 0,6 mm para cada metro de amostra seria admissível. Assim sendo, a máxima variação dimensional admissível para duas amostras de 10 cm e 60 cm de comprimento seria de 0,06 e 0,36 mm, respectivamente. Como se nota, especialmente quando pretende-se determinar a EPU de produtos de pequenos formatos, o erro de medição associado ao paquímetro (geralmente 0,01 mm) é bastante expressivo, considerando a magnitude da variação dimensional máxima recomendada para esta propriedade.

4.3.1.2 Influência do Método de hidratação

Com o objetivo de determinar a influência do método de hidratação sobre o valor de EPU, os resultados obtidos foram analisados comparativamente através dos métodos 2 e 3, (Figura 22) onde o método de hidratação, fervura 24 horas x autoclave, foi variado e a requieima e medida da variação dimensional foram feitas no dilatômetro.

Muitos trabalhos sobre esse tema sugerem que o método de hidratação por autoclave é muito severo, resultando em expansões que nunca seriam alcançadas naturalmente.

Em concordância com a literatura, como pode ser visto na Figura 22, as medidas da EPU foram afetadas pelo método de hidratação. Entretanto, os resultados obtidos não apresentam uma tendência. Nesse sentido cabe notar que as EPUs das amostras hidratadas por fervura foram maiores que as hidratadas em autoclave para as amostras EN01, EN02 e EN12, e o inverso, EPUs de amostras hidratadas em autoclave, foi maior que as hidratadas por fervura, para as amostras EN14, EN15, EN09 e EG02.

O fato de que algumas amostras apresentaram EPUs mais elevadas quando hidratadas em água fervente é surpreendente, considerando que a hidratação sob pressão, em autoclave, é reconhecidamente mais severa. Deve-se, entretanto, observar que duas das amostras onde este resultado foi obtido possuem EPUs de magnitudes bastante reduzidas, onde as diferenças entre os resultados obtidos pelos dois métodos devem se aproximar bastante dos limites de detecção das metodologias. A única exceção neste conjunto é a amostra EN12, que possui EPU mais elevada que as demais, mas cujas diferenças entre os resultados obtidos pelos dois métodos de hidratação também são relativamente pequenas.

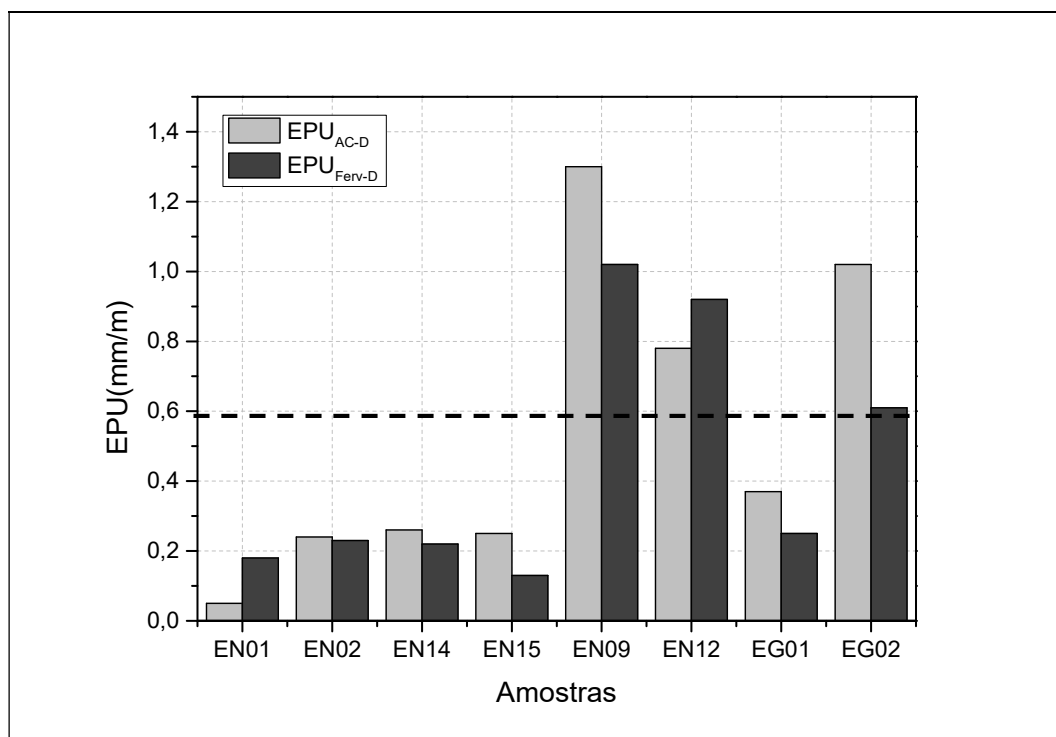


Figura 22: Efeito do método de hidratação, fervura 24 horas x autoclave, sobre o valor da EPU, onde a requieima e as medidas da variação dimensional foram feitas no dilatômetro.

4.3.2 Efeitos da temperatura de requieima dos corpos de prova

Os resultados dos testes de requieima efetuados em diferentes temperaturas encontram-se apresentados na Tabela 9. Para fins ilustrativos, a Figura 23 apresenta os efeitos da temperatura de requieima sobre a EPU das amostras, indicando as diferenças entre as amostras consideradas nesta etapa do trabalho.

Tabela 9: Efeitos da temperatura de requeima sobre a EPU das amostras.

Temperatura (°C)	EN09 (mm/m)	EN02 (mm/m)	PG01 (mm/m)	EG01 (mm/m)	PG02 (mm/m)	EN10 (mm/m)
300	1,20	0,16	1,09	0,18	0,02	1,01
400	1,08	0,19	1,21	0,23	0,10	1,20
500	1,21	0,26	1,45	0,35	0,04	1,39
550	1,30	0,24	1,53	0,29	0,05	1,47

Nota-se através desses resultados que os valores de EPU não variam muito independente da temperatura em que ocorre a requeima.

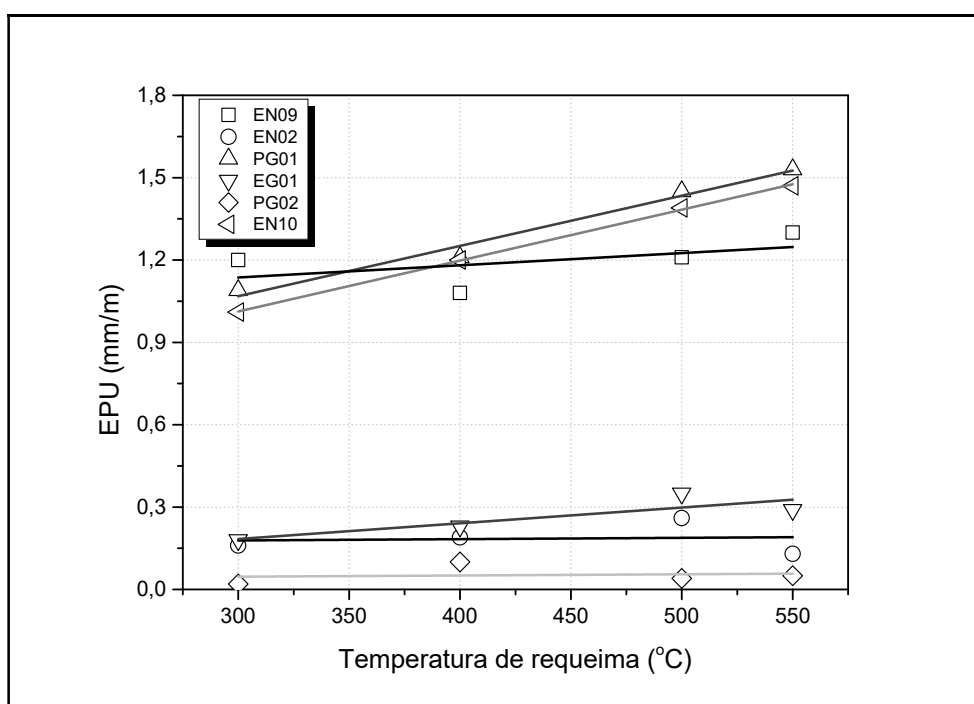


Figura 23: Efeitos da temperatura de requeima sobre a EPU das amostras.

Nas amostras PG01 e EN10 os valores de EPU foram crescentes, no entanto não variaram muito entre si. Esses resultados colocam em dúvida a necessidade de se utilizar temperaturas de requeima elevadas para a eliminação de água adsorvida das peças. Para verificar o intervalo de temperaturas em que ocorre a eliminação da água adsorvida durante a

requieira foram analisadas as derivadas das curvas de aquecimento das amostras, que são mostradas nas Figuras 24 a 29.

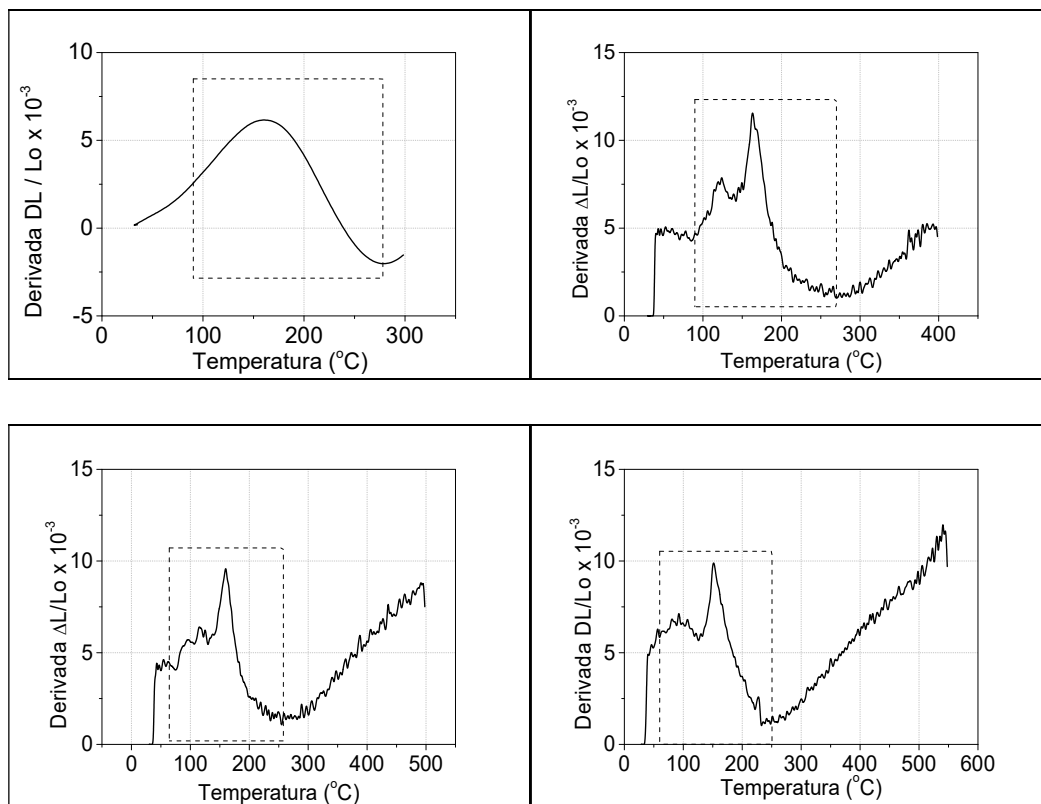


Figura 24: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN09.

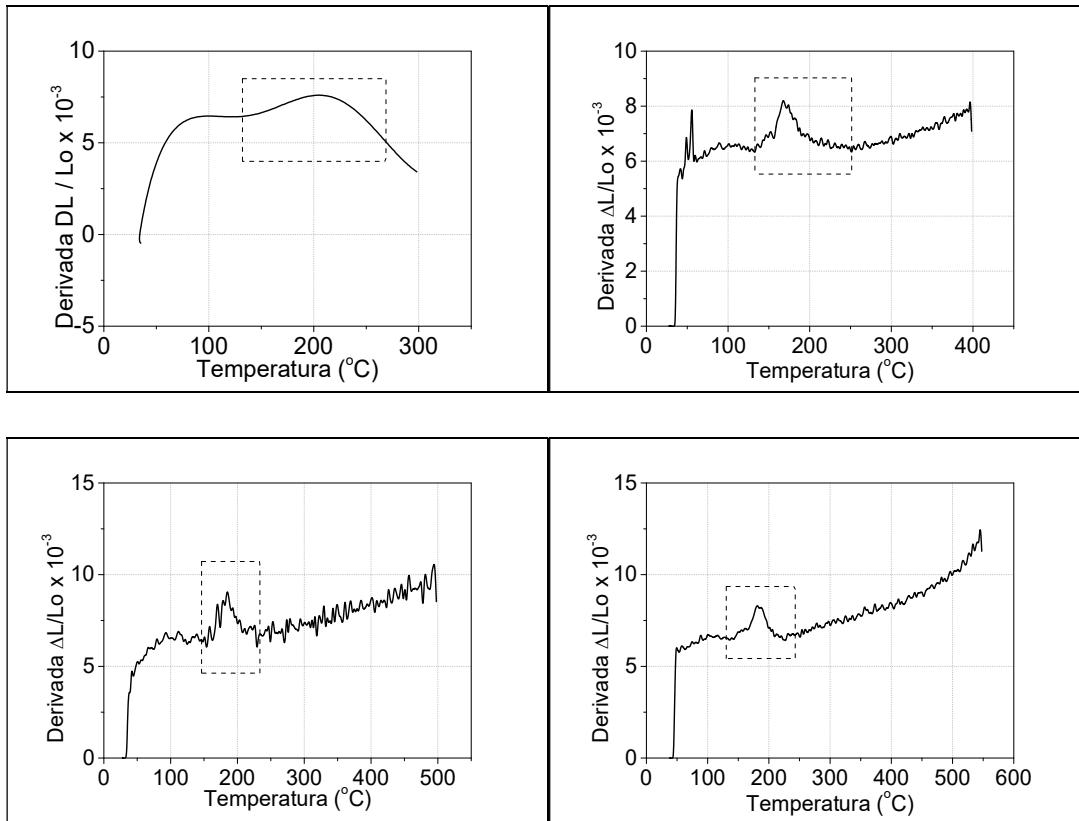


Figura 25: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN02.

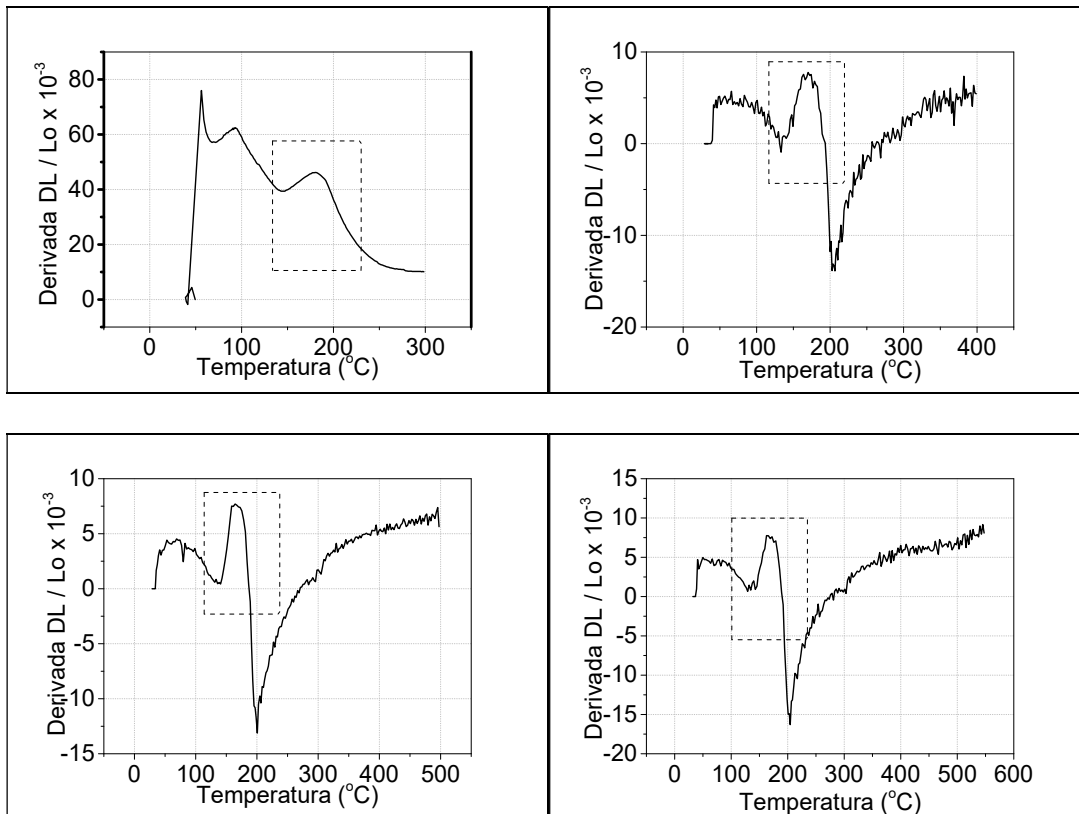


Figura 26: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra PG01.

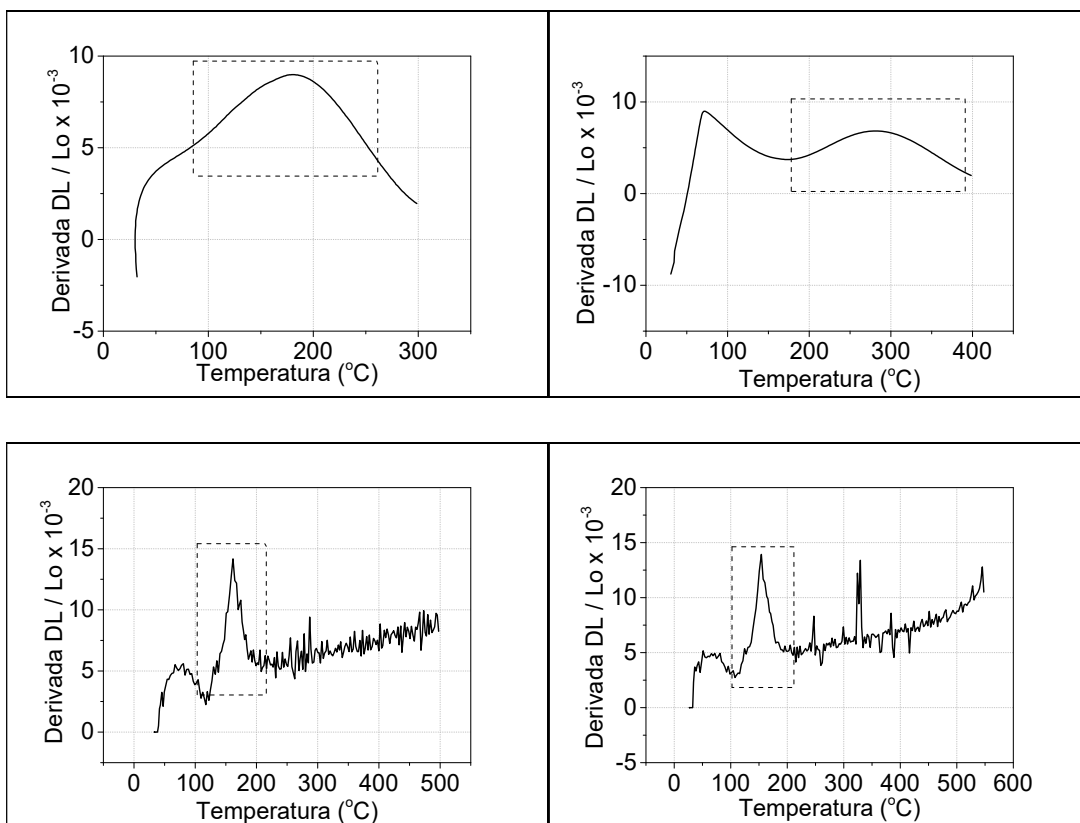
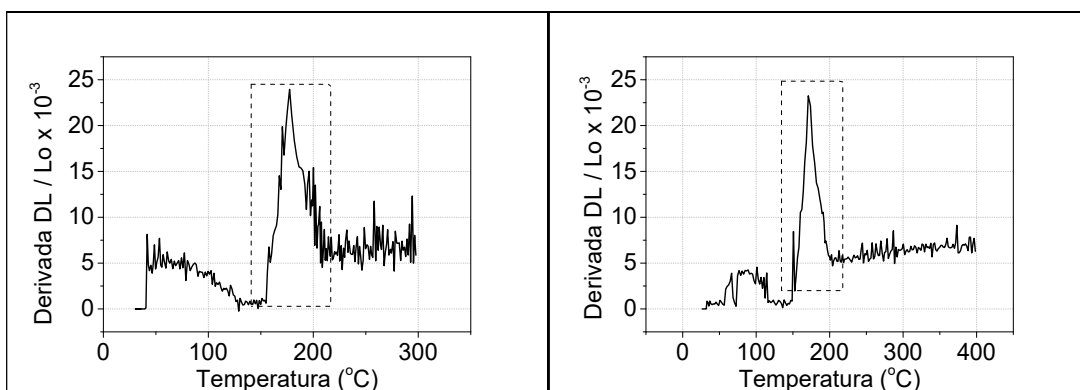


Figura 27: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EG01.



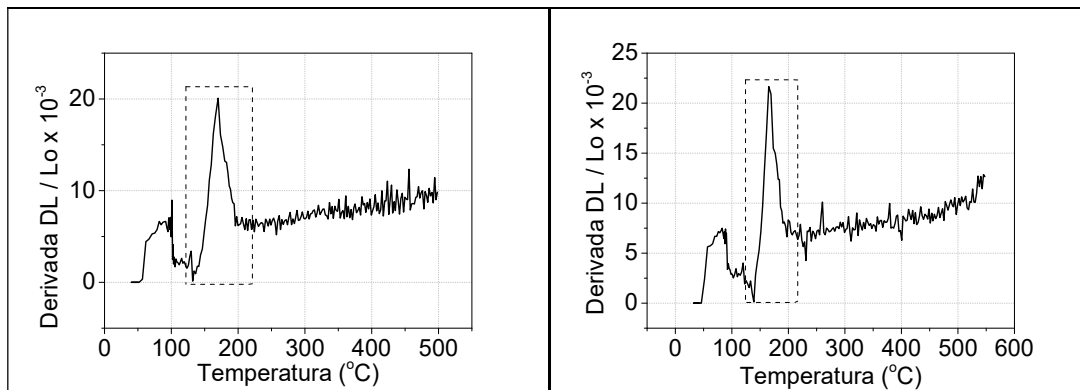


Figura 28: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra PG02.

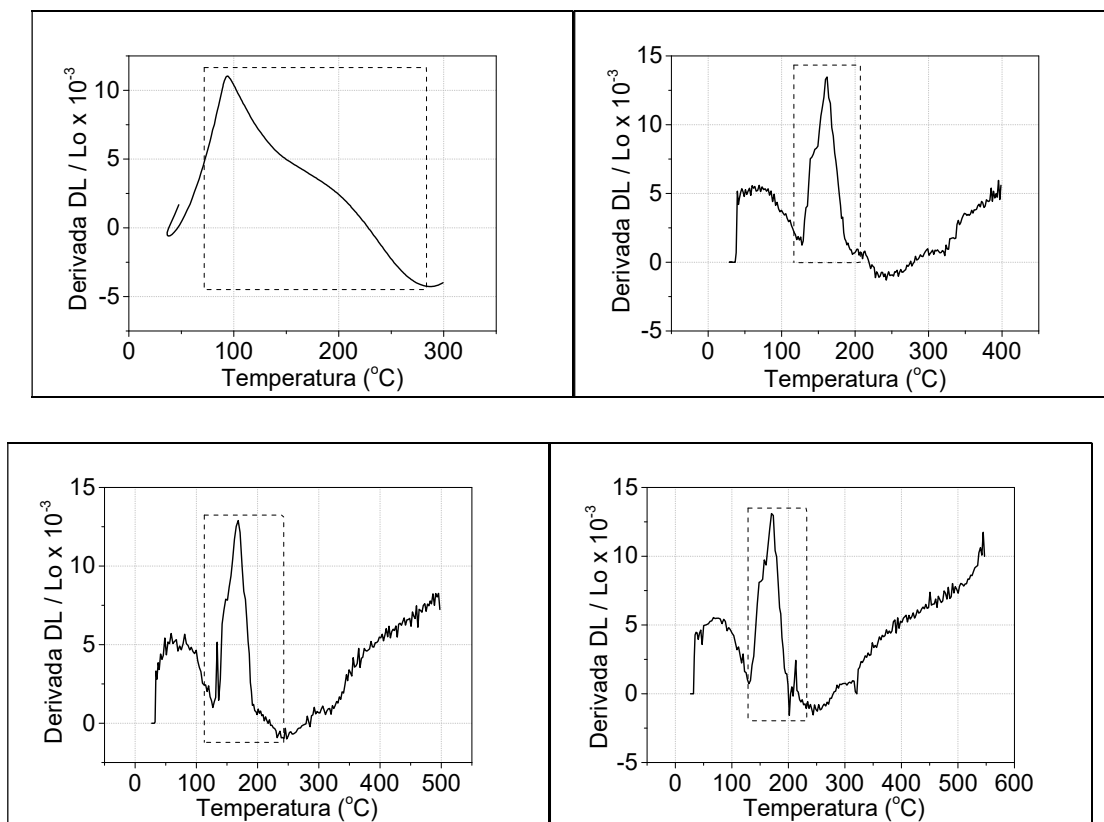


Figura 29: Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN10.

As analisar as derivadas das curvas de aquecimento nota-se uma elevação em torno de 100°C, onde se espera que ocorra a eliminação da água absorvida pela amostra, ou seja a água não quimicamente ligada.

Todas as amostras apresentaram picos entre 100 e 250°C, evidenciando a eliminação de água adsorvida, ou quimicamente ligada, das amostras. Após essa temperatura não há mais inflexões significativas nas curvas, indicando

que todas as eliminações significativas ocorrem até 250°C. De um modo geral os picos de eliminação de água adsorvida ocorrem entre 160°C - 180°C.

Os dados apresentados pelas derivadas das curvas de aquecimento mostram que não é necessário requeimar as peças acima de 350°C para a eliminação da água adsorvida.

Ao se fazer requeimas a temperaturas elevadas pode-se dar início a sinterização e criação de novas fases, utilizando a requeima até 350°C evita-se esse problema, garantindo que a microestrutura da peça não seja alterada e que a água adsorvida seja eliminada completamente.

Outro fator relacionado a requeima é que peças cerâmicas geralmente contêm alto teor de quartzo, e podem ocorrer variações dimensionais na passagem pela temperatura da inversão do quartzo(573°C). A requeima a 350°C garante que a peça não passe pela transição do quartzo e que a variação dimensional medida seja exclusivamente da eliminação da água adsorvida.

A requeima a baixas temperaturas também permite que se realize o ensaio com peças esmaltadas.

Esses resultados se aplicam para produtos de diferentes fabricantes, independentemente das condições de fabricação, método de conformação (prensagem ou extrusão) e porosidade das peças.

4.4 CONCLUSÕES PARCIAIS

Os métodos de hidratação e medida da variação dimensional podem afetar significativamente as medidas da EPU. Nesse sentido, tendo em vista a inevitabilidade da EPU, é de fundamental importância que os laboratórios aprimorem seus métodos de medida, para gerarem resultados mais confiáveis e reprodutíveis, que possam ser utilizados nos projetos construtivos;

Nas medidas de EPU realizadas neste estudo, a escolha do método de medida da variação dimensional, paquímetro x dilatômetro, mostrou-se mais relevante do que o de hidratação acelerada, fervura x autoclave. É importante

ressaltar que essa conclusão se mostrou verdadeira para as amostras analisadas, predominantemente produtos de pequenos formatos para fachadas, e as condições de hidratação e medidas da variação dimensional utilizadas. Nesse sentido, há evidências de que a confiabilidade e reprodutibilidade das medidas dimensionais podem ser consideravelmente melhoradas através de um procedimento experimental bem estabelecido e o treinamento do operador.

A utilização do dilatômetro para quantificar a variação dimensional, além da maior precisão, tem a vantagem de que a medida é feita no mesmo equipamento onde se dá a requeima. Isso permite que a medida da variação dimensional durante a requeima seja feita nos mesmos pontos de contato entre o equipamento de medida e a amostra. Este fator, que sabidamente pode influenciar significativamente os resultados, é praticamente impossível de ser obtido nas medidas com o paquímetro.

Como esperado, na maior parte dos produtos caracterizados, a hidratação sob pressão, em autoclave, produziu expansões mais elevadas das amostras do que a hidratação em água fervente. Há, entretanto, algumas exceções, que apontam para resultados de EPU's bastante semelhantes quando se utilizam os dois métodos de hidratação citados, ou até alguns casos, onde as EPU's foram ligeiramente superiores nos produtos hidratados em água fervente. Estudos de correlação entre as expansões sofridas por peças durante períodos prolongados após a instalação ($EPU_{ocorrida}$) e as expansões determinadas em laboratório por diferentes métodos de hidratação ($EPU_{potencial}$) devem ser publicados futuramente para que conclusões mais definitivas sejam estabelecidas a respeito da influência dos métodos de hidratação para a determinação da EPU dos produtos cerâmicos.

Os testes realizados sobre a temperatura de requeima das amostras indicam que a água adsorvida durante o processo de hidratação é eliminada durante o aquecimento dos corpos de prova em temperaturas compreendidas entre 100 e 250°C. Tais resultados são evidenciados pela presença de picos com cumes ao redor dos 160°C - 180°C, verificados nas derivadas das curvas de aquecimento dos corpos hidratados. Estas conclusões se aplicam para

produtos de diferentes fabricantes, independentemente das condições de fabricação, método de conformação (prensagem ou extrusão) e porosidade das peças;

As requeimas dos corpos de prova em temperaturas superiores a 300°C indicam que os resultados de EPU são pouco alterados, ou em alguns casos, sofrem incrementos de magnitudes relativamente pequenas. Considerando que as derivadas evidenciam que a perda da umidade adsorvida ocorre majoritariamente até 300°C em todas as amostras, é possível que este aumento de magnitude de EPU observado nos testes em que a requeima em dilatômetro é realizada em temperaturas mais altas (especialmente nas amostras PG01 e EN10) sejam decorrentes dos efeitos provocados por alterações microestruturais relacionados com a requeima em temperaturas mais altas.

Neste sentido, a utilização de temperaturas de requeima ao redor de 300 - 350°C poderia ser uma opção mais interessante, tendo em visto que os resultados não devem ser muito diferentes em relação àqueles obtidos com corpos requeimados a 550°C e, nesta temperatura, é menos provável que ocorram rearranjos microestruturais nos materiais que possam afetar a medida de expansão por umidade.

5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS ANALISADAS

Nos capítulos anteriores foram abordados os efeitos dos procedimentos de hidratação, requeima e quantificação da EPU. Neste capítulo serão apresentados os resultados referentes ao estudo da influência da composição química, mineralógica e microestrutural nos valores de EPU.

As amostras selecionadas para essa parte do estudo apresentam porosidades semelhantes, determinadas através dos valores de AA e PA, e diferenças significativas nos valores de EPU. Essas amostras foram selecionadas visando compreender as diferenças entre os valores de EPU através das caracterizações química, mineralógica e microestrutural.

Inicialmente foi feita uma análise da composição química das amostras selecionadas, seguida da quantificação de fases cerâmicas presentes através do método RIR-Rietveld. As amostras selecionadas foram submetidas à análise no MEV com o intuito de identificar diferenças microestruturais que justifiquem as diferenças de EPU medidas.

Os resultados obtidos indicam que a análise da composição química e mineralógica podem ajudar a compreender o fenômeno, porém não o explica por completo. As análises microestruturais não revelaram grandes diferenças entre as amostras selecionadas que possam explicar as diferenças nos valores de EPU obtidos.

5.1 OBJETIVOS DO CAPÍTULO

Os objetivos específicos estabelecidos para esse capítulo foram:

Relacionar a EPU com composição química, mineralógica e microestrutura dos corpos cerâmicos.

5.2 MATERIAIS E MÉTODOS

5.2.1 Composição química e difração de raios X

Nessa parte do estudo foi realizada a análise da composição química e a caracterização microestrutural (quantificação de fases) de cinco amostras.

As composições químicas dessas amostras foram realizadas fazendo-se o uso da técnica de fluorescência de raios X, a partir das amostras previamente desagregadas em almofariz até a passagem completa pela peneira ABNT #80 (177 μ m). Os óxidos dos seguintes elementos foram determinados quantitativamente, expressos na forma de % em peso: Si, Al, Fe, Ti, Ca, Mg, Na, K e Mn.

A quantificação de fases foi realizada através da técnica difração de raios X pelo método do pó (Bruker D8 Advance, abrangendo a faixa entre 10 a 80° para 2 θ , com taxa de escaneamento de 0,02° e 16 segundos por etapa). A interpretação e refinamento dos picos foi realizada pelo método RIR-Rietveld utilizando o programa GSAS-EXPGUI. Tais análises foram conduzidas, visando quantificar as fases presentes nas microestruturas das amostras e utilizar estas informações para interpretar as expansões por umidade apresentadas por cada amostra.

5.2.2 MEV

A caracterização microestrutural das placas foi realizada sob distintas ampliações em microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI modelo Quanta 400. Os corpos de prova foram extraídos do centro das placas de cada amostra, sendo usinados em disco de corte diamantado para a obtenção das dimensões necessárias para inserção no MEV.

Em seguida as amostras foram polidas em politriz Arotec – Aropol 2V com lixa d'água 1200 para a obtenção de uma superfície adequada.

5.3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.3.1 Composição química e difração de raios X

A tabela10 apresenta os resultados da caracterização das amostras selecionadas para esta etapa do trabalho. Vale ressaltar que as amostras EN09 e EG01, assim como PG01 e PG02 apresentam resultados de AA e PA semelhantes e valores de EPU muito distintos. Sendo assim, essas amostras foram escolhidas com o intuito de verificar se suas composições mineralógicas e químicas explicam essas diferenças.

Tabela 10: Caracterização das amostras selecionadas

Amostras	AA (%)	PA (%)	EPU_{AC-D} (mm/m)
EN02	1,2	2,9	0,24
EN09	4,8	11,0	1,30
EG01	5,8	12,8	0,37
PG01	12,5	24,5	1,36
PG02	14,2	26,5	0,05

A Tabela 11 apresenta os resultados da análise química das amostras selecionadas. Pode-se observar que as amostras continham teores elevados de sílica, variando de 55,14% a 66,35%, e quantidades de alumina entre 20,26% e 27,87%.

Tabela 11: Composições químicas dos produtos analisados.

Óxidos (%)	EN02	EN09	EG01	PG01	PG02
SiO ₂	62,64	64,54	66,35	55,14	60,79
Al ₂ O ₃	20,89	22,79	21,26	27,87	20,26
Fe ₂ O ₃	7,17	5,37	3,51	9,41	2,82
TiO ₂	1,32	1,38	1,02	1,3	0,65
CaO	0,17	0,09	0,45	0,59	10,46
MgO	1,05	0,88	3,23	1,96	1,52
Na ₂ O	0,21	0,5	0,53	0,15	0,74
K ₂ O	3,96	4,38	3,5	3,54	2,64
MnO	2,53	0,03	0,03	0,09	0,01

A Tabela 11 mostra também que os teores de óxidos de sódio e potássio situaram-se entre 0,15% (PG01) e 4,38% (EN09) o que, juntamente com as quantidades de óxido de ferro, perfaz um total de óxidos fundentes variando de 3,2% (PG02) a 13,1% (PG01). No entanto, essas quantidades não são equivalentes às porosidades das amostras, ou seja, não se pode dizer, neste caso, que quanto maior o teor total de óxidos fundentes, menor a porosidade, pois outros fatores que determinam essa característica podem preponderar, como por exemplo, as matérias-primas e o ciclo térmico, tendo em vista a diversidade das amostras avaliadas.

A amostra PG02 apresenta quantidade de CaO expressivamente superior as demais amostras. O elevado teor de CaO (10,46%) e a alta absorção de água (14,2%) indicam que esta peça é uma monoporosa, ou seja, um produto produzido por monoqueima com alta porosidade utilizado, principalmente, como revestimento de parede devido à sua alta aderência. Como apresentado no item 2.4.7 a adição de CaCO₃ e as condições de processamento podem favorecer a formação de fases cristalinas, o que explica a baixa EPU apresentada por essa amostra (0,05 mm/m).

Encontram-se na literatura várias tentativas de relacionar a EPU com a composição química dos corpos cerâmicos, sendo a mais conhecida a proposta por Young e Brownell [21], que afirmam que conforme a razão

sílica/alumina aumenta há um decréscimo da expansão. Com o aumento da relação álcalis/alumina há uma elevação da EPU. Consoante ao observado na literatura, essas relações foram calculadas e apresentadas nas figuras 30 e 31.

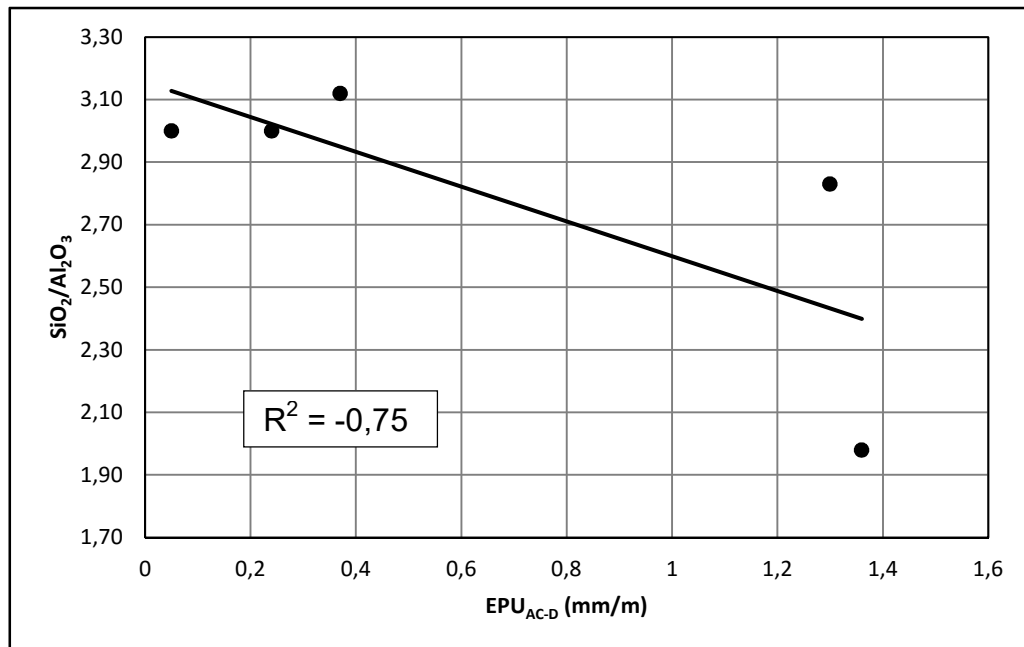


Figura 30: Correlação entre a razão sílica/alumina e EPU.

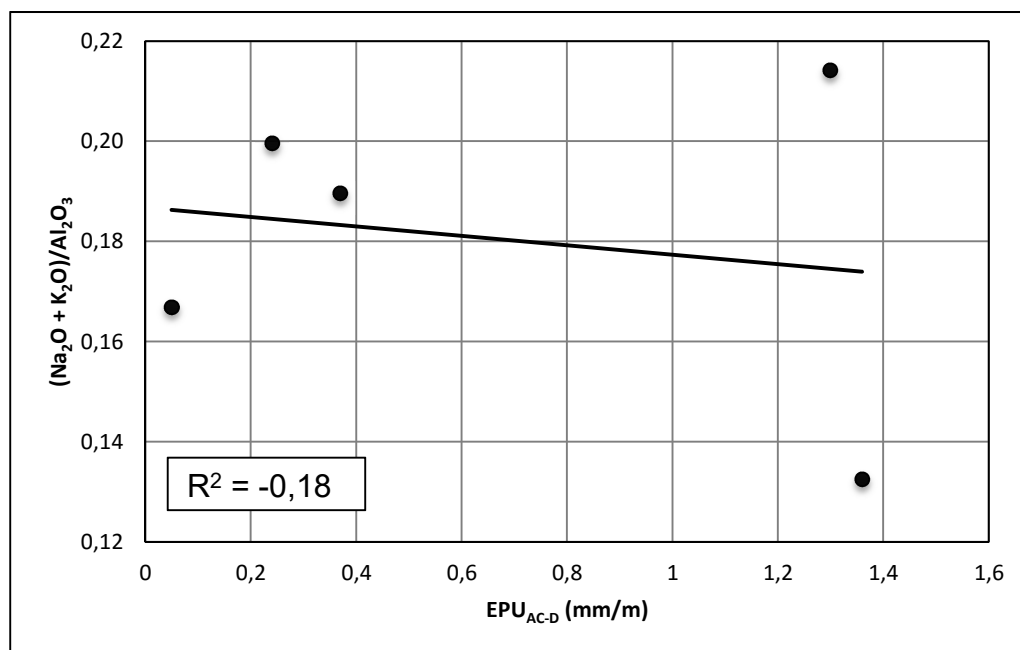


Figura 31: Correlação entre a razão álcali/alumina e EPU.

O gráfico apresentado na figura 30 está condizente com a literatura, pois mostra que quanto maior a razão sílica/alumina, menor a EPU, com boa correlação entre essas variáveis, muito embora os mecanismos de atuação que resultem nessa característica não sejam bem conhecidos.

Segundo a literatura, há um aumento da EPU conforme se aumenta o teor de álcalis do material, pois os álcalis contribuem para o aumento do volume de fase vítrea, a qual sofre lixiviação pela água, ocorrendo a formação de superfícies semelhantes à dos materiais amorfos, fornecendo assim condições para expansão da peça [19, 21 e 24].

No caso das amostras analisadas, a correlação entre EPU e a presença de álcalis na composição química é muito baixa observada a partir da figura 31, mostrando que a influência dos álcalis não é expressiva para as amostras avaliadas neste trabalho e outras variáveis podem interferir mais significativamente nos resultados. De certa forma, esse resultado já era esperado, pois não necessariamente a razão álcalis/alumina representa o volume de fase vítrea, tendo em vista a grande diversidade das amostras coletadas e produzidas em diferentes condições. Outra opção para interpretar

esse fenômeno é que a fração volumétrica de fases amorfas, geralmente relacionada com a elevada participação de alumina nas amostras, é mais determinante para o aumento da EPU que a fração volumétrica de fases vítreas (que se relaciona com a quantidade de elementos alcalinos).

A tabela 12 apresenta as composições quantitativas de fases presentes nos produtos analisados. A amostra que apresenta a maior EPU (PG01) possui a maior quantidade de fase não cristalina. A amostra que apresenta a menor EPU (PG02) possui a menor quantidade de fase não cristalina, resultados que condizem com a literatura. A amostra PG02 apresenta grande quantidade de feldspatos, menor volume de fase vítrea e porosidade bastante elevada, indicando que não atingiu a maturação ótima durante o ciclo térmico, ou seja, é um material poroso, mas não contém fases amorfas que conduzem à elevada EPU, por isso o valor de EPU bastante baixo nessa amostra. Abaixa EPU de PG02 também se deve a formação de fases cristalinas de cálcio, como a anortita (plagioclásio). Esta amostra é a única no conjunto que contém elevada participação de cálcio em sua composição e naturalmente a única a formar plagioclásios.

Ao contrário disso, a amostra PG01, embora muito poroso, apresenta grande quantidade de fase vítrea e baixo teor de feldspato, indicando um maior desenvolvimento da queima promovendo a formação de fases amorfas resultantes da decomposição das fases presentes no corpo cerâmico e formação de fase líquida, o que pode contribuir para o valor elevado de EPU.

Tabela 12: Composições quantitativas de fases presentes nos produtos analisados.

Fases (%)	EN02	EN09	EG01	PG01	PG02
Quartzo	21	25	25	18	22
Feldspato	3	2	3	2	6
Plagioclásio	-	-	-	-	23
Mulita	8	8	8	7	4
Hematita	4	1	2	3	-
Não-cristalinas	64	64	62	70	45
EPU_{AC-D}	0,24	1,30	0,37	1,36	0,05

Avaliando as amostras EN02 e EN09, observa-se diferenças significativas nos valores de EPU, porém com quantidades de fases não cristalinas iguais. Esse fato pode ser explicado ao se atentar para os valores de absorção de água e porosidade aparente. No caso da amostra EN02, com a evolução da queima e a consolidação progressiva do corpo cerâmico, tende a haver uma diminuição da EPU, pois as fases amorfas formadas anteriormente começam a reagir transformando-se em cristalinas e/ou vítreas, além disso, há o aumento da fase líquida no material, que passa a ter um papel significativo na diminuição da porosidade, proporcionando uma menor acessibilidade da água e todos esses fatores mencionados, levam à menor EPU.

Nesse sentido, podemos inferir que as amostras EN09 e PG01 não atingiram uma boa maturação de queima sendo formada por grande quantidade de fases vítreas e amorfas, ao passo que as amostras EN02 e EG01 muito possivelmente referem-se a peças relativamente mais bem consolidadas, com pequeno volume de fase amorfa ou fase líquida suficiente para reduzir a porosidade.

Na tentativa de encontrar uma relação entre a quantidade das fases e os valores de EPU obtidos calculou-se a correlação entre esses valores.

Tabela 13: Correlação entre a quantidade de fases e EPU.

EPU x fases	R²
Quartzo	-0,18
Feldspato	-0,78
Mulita	0,41
Hematita	-0,48
Não-cristalinas	0,70

A maior correlação com a EPU encontrada é do feldspato. No entanto a diferença entre as porcentagens das amostras EN02 e EG01 (menor EPU) e as amostras EN09 e PG01 (maior EPU) é de apenas 1%. Nesse sentido cabem mais estudos para determinar se essa pequena variação realmente afeta a EPU de maneira significativa.

Através de análise química das fases não cristalinas, buscou-se compreender e determinar a influência destas nos valores EPU.

Tabela 14: Composições químicas das fases não-cristalinas presentes nos produtos analisados

Óxidos (%)	EN02	EN09	EG01	PG01	PG02
SiO ₂	52,6	49,9	53,5	43,3	48,6
Al ₂ O ₃	29,4	32,4	30,7	37,2	22
Fe ₂ O ₃	4,2	6,8	2,4	9,2	6,3
TiO ₂	2,1	2,2	1,6	1,9	1,4
CaO	0,3	0,1	0,7	0,8	13
MgO	1,7	1,4	5,2	2,8	3,4
Na ₂ O	0,3	0,8	0,9	0,2	1,6
K ₂ O	5,4	6,3	4,8	4,6	3,6
MnO	4	-	-	0,1	-
EPU _{AC-D}	0,24	1,30	0,37	1,36	0,05

Analisando os óxidos presentes na composição das fases não cristalinas temos uma relação direta entre a alumina e EPU das amostras, ou seja, quanto maior a quantidade de alumina, maior a EPU. O método RIR-Ritveld não consegue diferenciar fase vítrea e fase amorfa, mas na composição das fases não cristalinas é provável que a alumina se encontre de forma mais predominante nas fases amorfas do que nas fases vítreas, o que de acordo com a literatura é o tipo de fase que apresenta maior expansão. Para os outros óxidos não é possível fazer essa relação, visto que eles podem estar presentes como fases amorfas ou vítreas.

Outro óxido que possui variação significativa é o CaO, sendo de 13% para a amostra PG02, que apresenta menor EPU, e em quantidades muito menores para as outras amostras. No entanto nas outras amostras a variação desse óxido é muito pequena e não apresenta relação com a variação de EPU.

Segundo a literatura a adição de CaCO_3 pode reduzir a EPU, desde que a quantidade adicionada e as condições de processamento favoreçam a formação de fases cristalinas.

As fases cristalinas de cálcio são guelenita, anortita e wollastonita. No entanto a presença de CaO na composição das fases não cristalinas deveria surtir efeito contrário pois o CaO livre pode reagir com água, se hidratar e expandir. Como no caso da amostra PG02 que apresenta a menor EPU podemos concluir que esta não está na forma livre.

Comparando as amostras EN02 e EN09, nesse ensaio apresentam uma diferença mais significativa de sílica e alumina, enquanto que os outros óxidos ainda apresentam pouca variação entre as amostras. A razão sílica/alumina da amostra EN02 é de 1,79, enquanto a razão da amostra EN09 é de 1,54, uma diferença de 0,25, enquanto a diferença entre as razões dessas duas amostras na composição química é de 0,17. Talvez esse seja um indicativo de que o que diferencia essas amostras e faz com que elas tenham EPU tão diferentes seja a composição das fases não cristalinas. No entanto seriam necessários mais estudos para se determinar se diferenças de composição dessa magnitude seriam suficientes para causar uma diferença tão grande nos valores de EPU.

A exemplo das análises realizadas com a composição química das amostras, foi feita a correlação entre sílica/alumina e álcalis/alumina com a EPU, na tentativa de se analisar a influência desses fatores agora presentes na composição das fases não cristalinas na EPU das amostras.

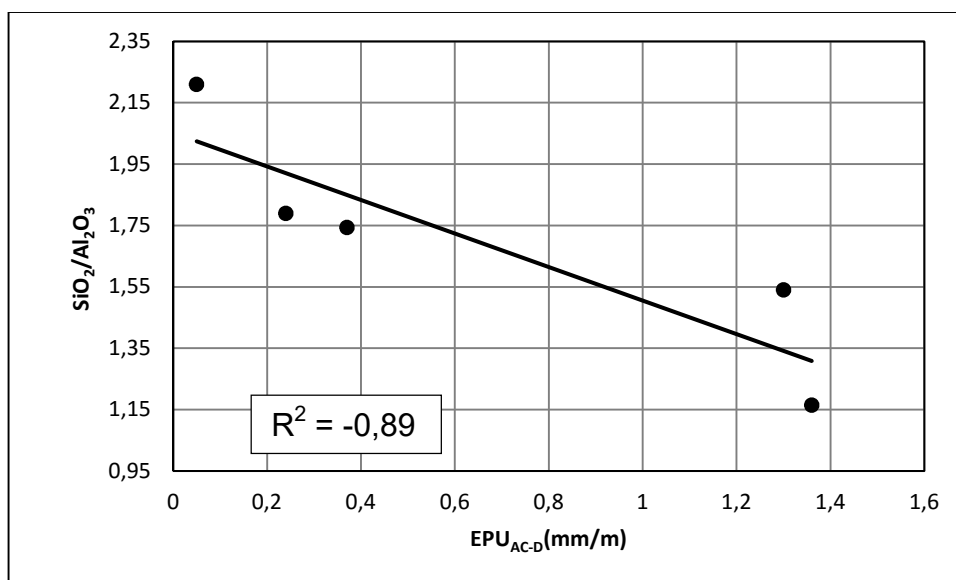


Figura 32: Correlação entre a razão sílica/alumina das fases não cristalinas e EPU.

Novamente a correlação entre a razão sílica/alumina e EPU se mostra de acordo com a literatura, sendo que quanto maior a razão sílica/alumina menor a EPU. Quanto menor a quantidade de alumina, maior será o valor da razão sílica/alumina e menor será a EPU. Isso faz sentido pois, quando se diminui o valor da alumina estamos diminuindo a quantidade de material amorfo dessa razão e quanto menos material amorfo, menor será a EPU. Além disso, a correlação entre a razão sílica/alumina da composição das fases não cristalinas ($R^2 = -0,89$) é maior do que a correlação apresentada pela composição química das peças ($R^2 = -0,75$), também indicando que a composição química da fase amorfa influencia mais a EPU do que a composição química do material.

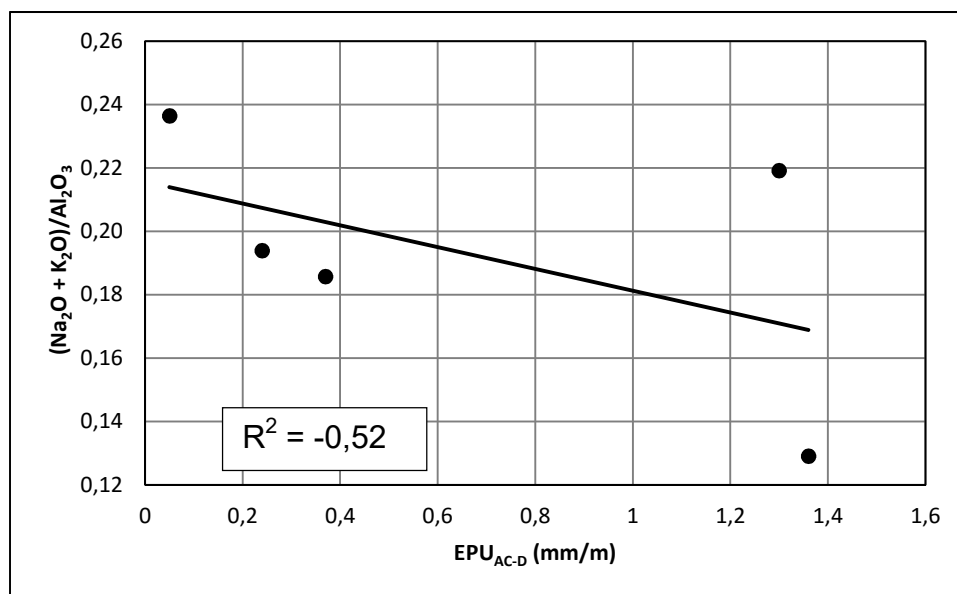


Figura 33: Correlação entre a razão álcali/alumina das fases não cristalinas e EPU.

A literatura diz que quanto maior a quantidade de álcalis, maior a EPU. Nesse caso vemos uma relação invertida, sendo que uma das possibilidades é que a hidratação não tenha lixiviado as fases vítreas formadas por esses compostos, desempenhando assim seu papel inicial de reduzir a EPU. Outra possibilidade é que a fração volumétrica de fases amorfas presente na microestrutura das amostras é um parâmetro mais determinante para a EPU do que a fração de fases vítreas

No entanto mais estudos seriam necessários para a confirmação dessa hipótese.

Um outro ponto interessante é que a correlação entre os álcalis presentes nas fases não cristalinas e a EPU ($R^2 = -0,52$) é maior do que os álcalis presentes na composição química do material estudado ($R^2 = -0,18$). Esses resultados, juntamente com o valor obtido para a relação sílica/alumina ajuda a corroborar a hipótese de que as fases não cristalinas apresentam maior influência na EPU do que a composição química.

5.3.2 MEV

Com o escopo de analisar a influência da microestrutura das amostras nos valores de EPU obtidos, selecionou-se 11 amostras com variação de absorção de água entre 0,5% e 6,5% para a obtenção de imagens no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Essas amostras foram selecionadas pois suas absorções de água representam uma grande parcela dos produtos comercializados atualmente.

Tabela 15: Amostras selecionadas para a análise microestrutural.

Amostras	AA (%)	PA (%)	EPU_{NBR}(mm/m)	EPU_{AC-D}(mm/m)
EG02	6,5	14,2	0,33	1,02
EN01	0,5	1,3	0,19	0,05
EN02	1,2	2,9	0,18	0,24
EN03	1,3	3,1	0,21	0,35
EN04	1,9	4,5	0,19	N/D*
EN05	2,2	5,0	0,16	0,34
EN06	2,2	5,1	0,17	N/D*
EN07	2,4	5,7	0,15	0,35
EN08	4,1	9,2	0,15	0,31
EN09	4,8	11,0	0,23	1,30
EN10	4,9	11,2	0,25	1,38

* N/D = valor indeterminado, pois os corpos de prova perderam a integridade dentro do dilatômetro, em função da elevada presença de coração negro.

As imagens obtidas no MEV das amostras são apresentadas nas Figuras 34 a 44. Os resultados das análises de microscopia eletrônica indicaram que as principais diferenças microestruturais entre os produtos caracterizados estão relacionadas com a porosidade. A presença de grãos grosseiros de quartzo é denotada em praticamente todas as amostras.

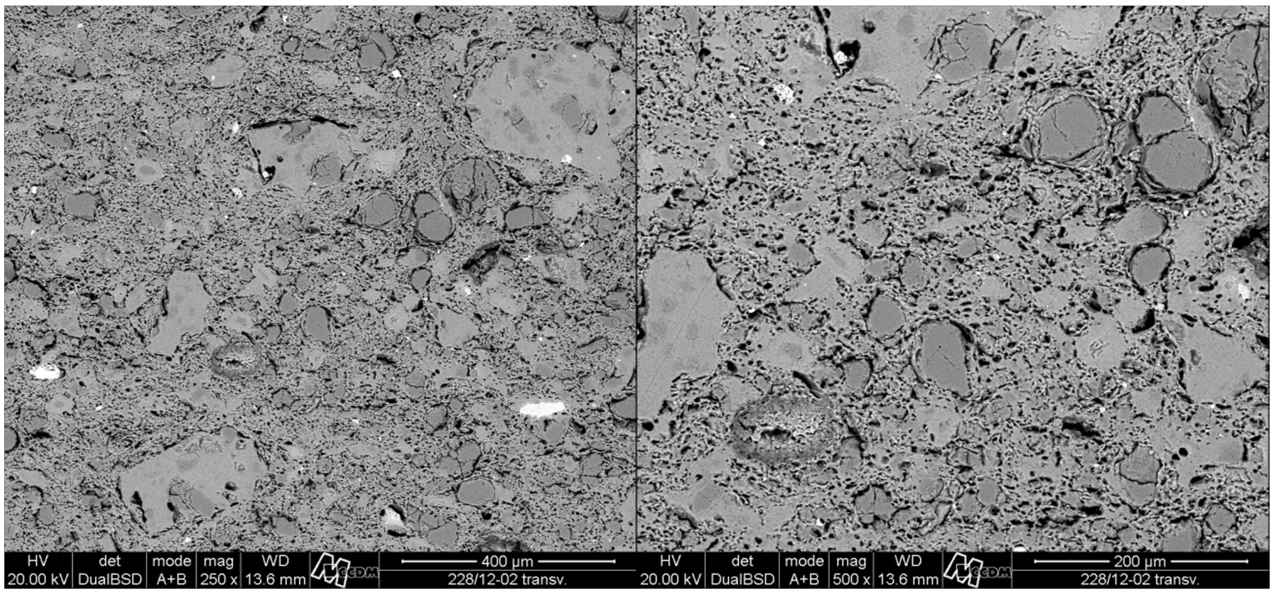


Figura 34: Microestrutura da seção transversal da amostra EG02.

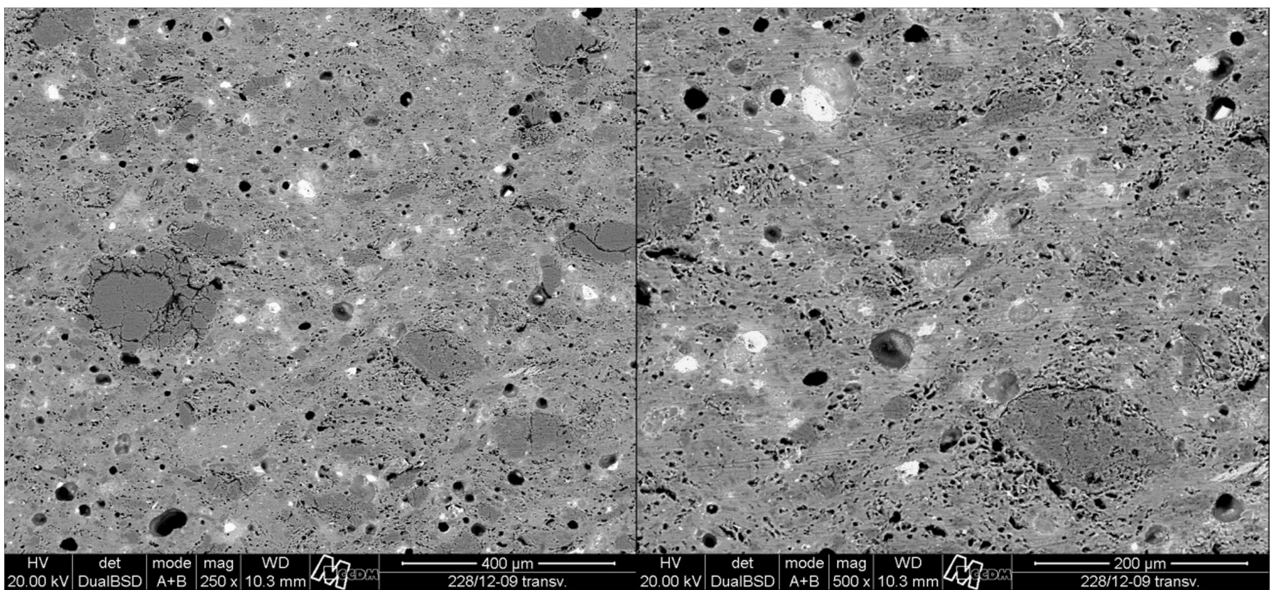


Figura 35: Microestrutura da seção transversal da amostra EN01.

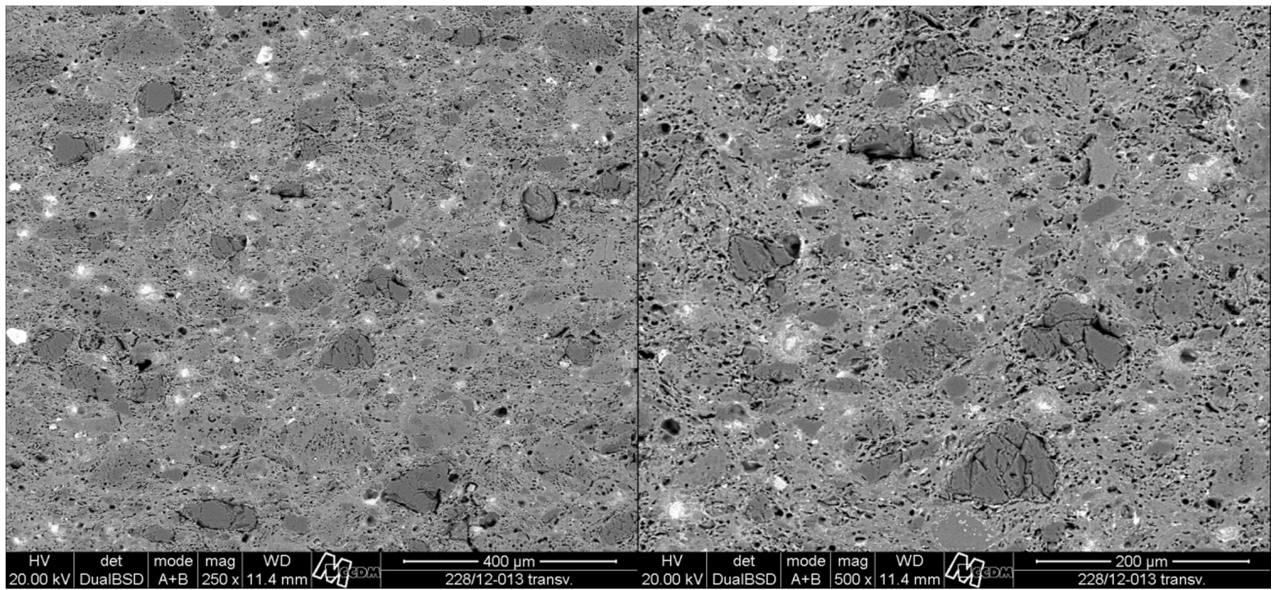


Figura 36: Microestrutura da seção transversal da amostra EN02.

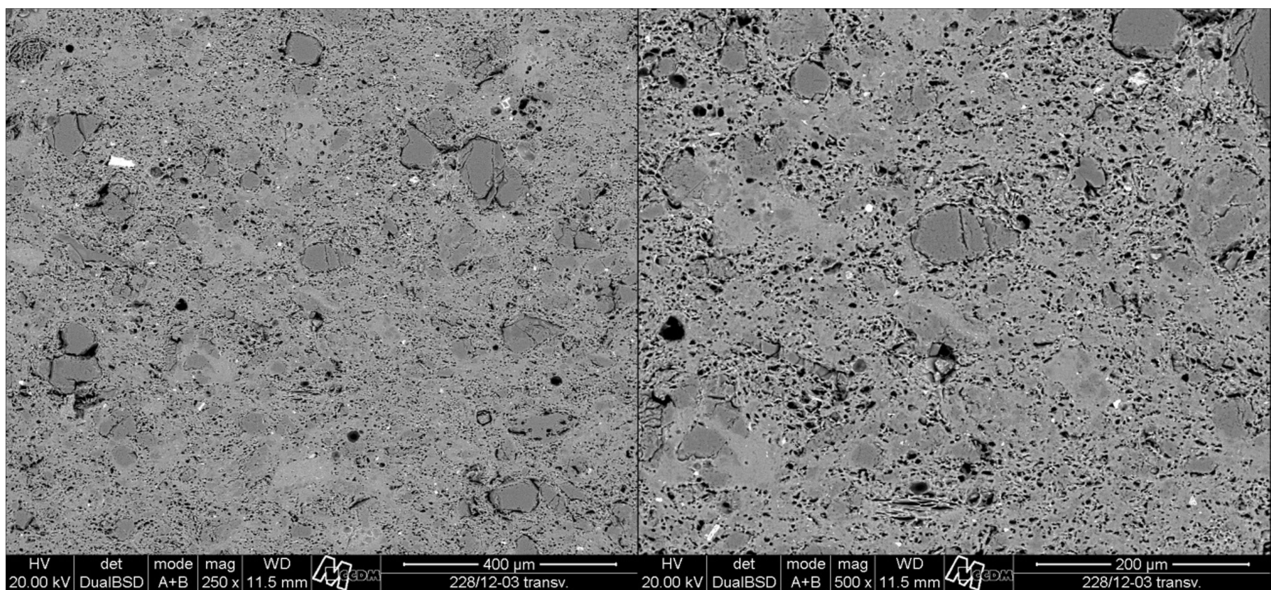


Figura 37: Microestrutura da seção transversal da amostra EN03.

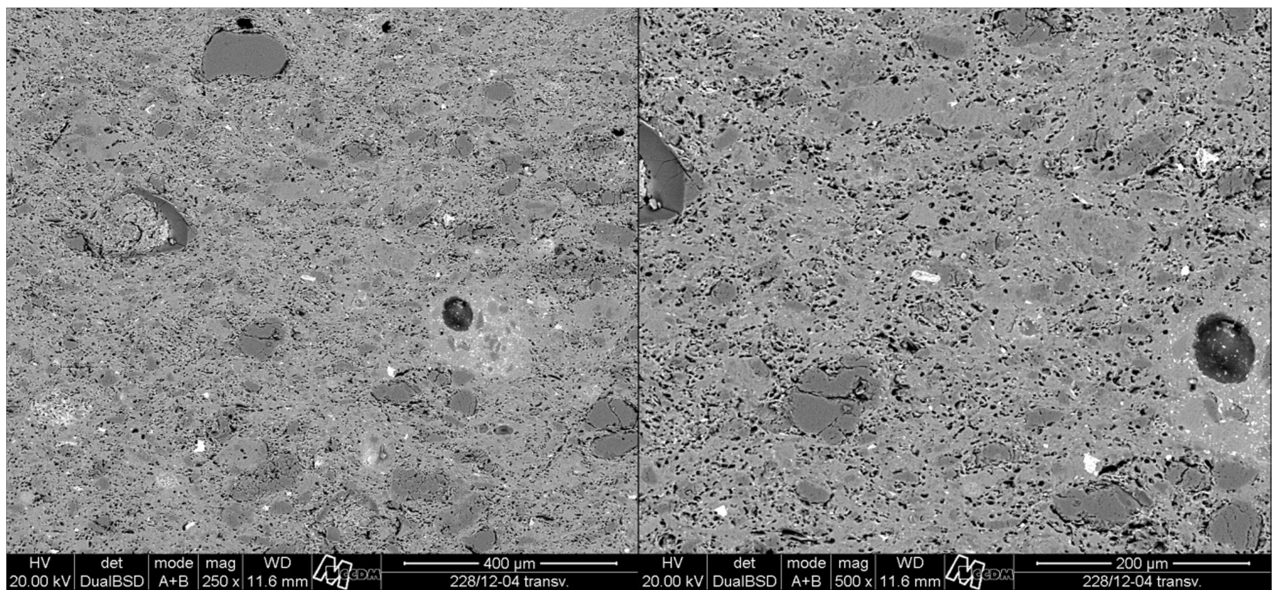


Figura 38: Microestrutura da seção transversal da amostra EN04.

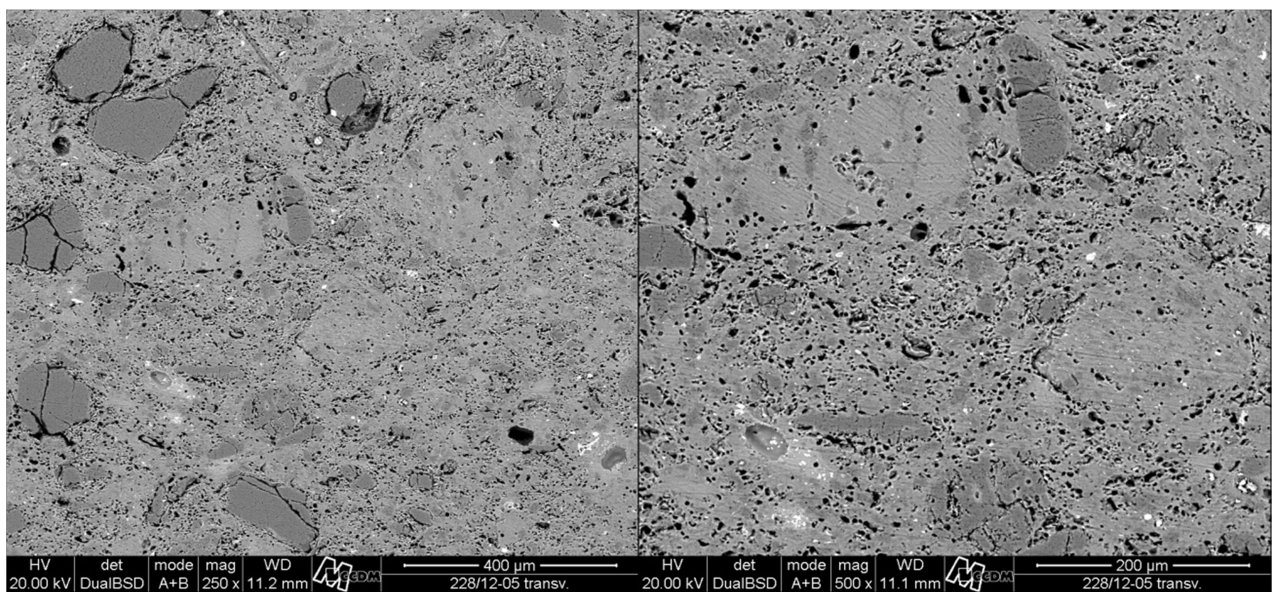


Figura 39: Microestrutura da seção transversal da amostra EN05.

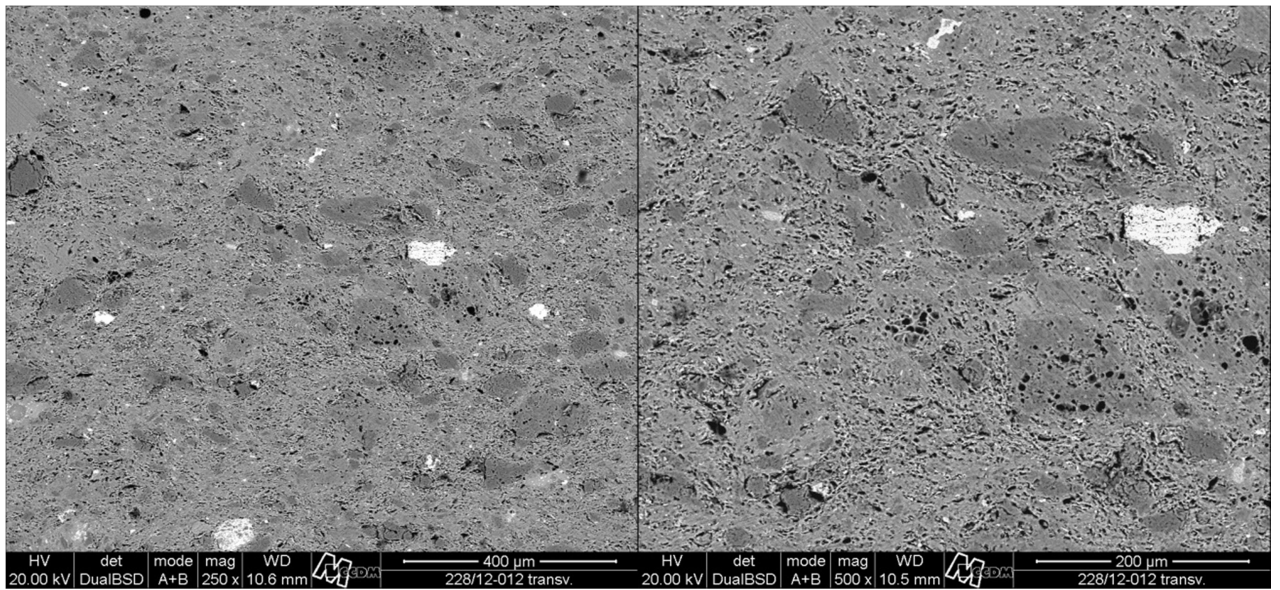


Figura 40: Microestrutura da seção transversal da amostra EN06.

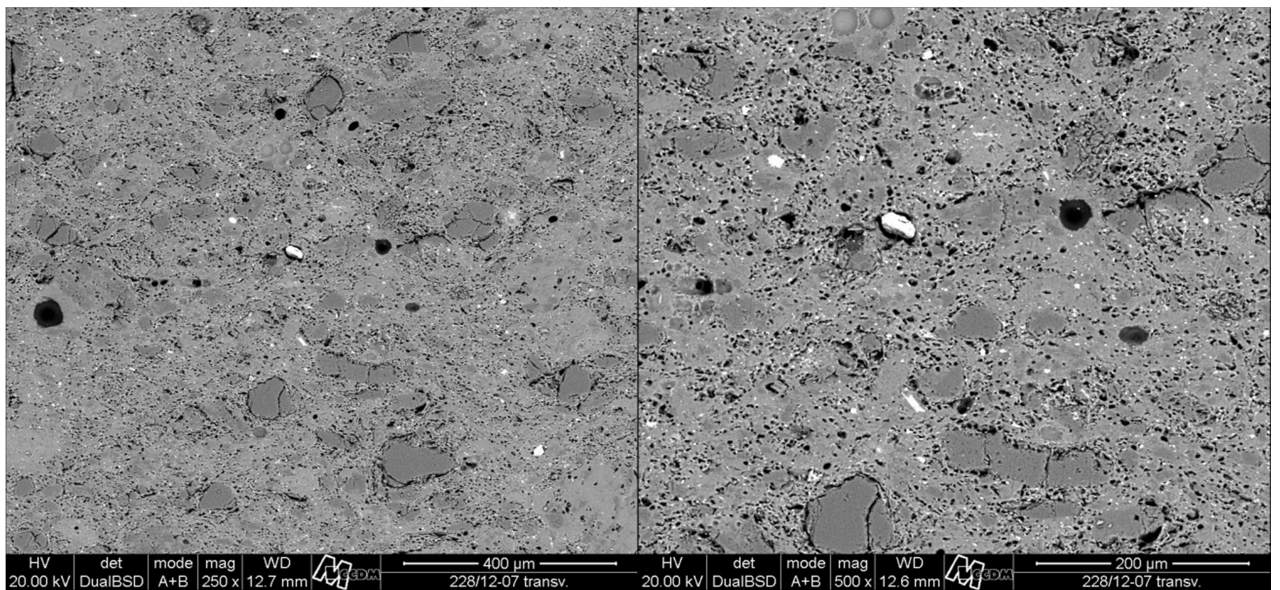


Figura 41: Microestrutura da seção transversal da amostra EN07.

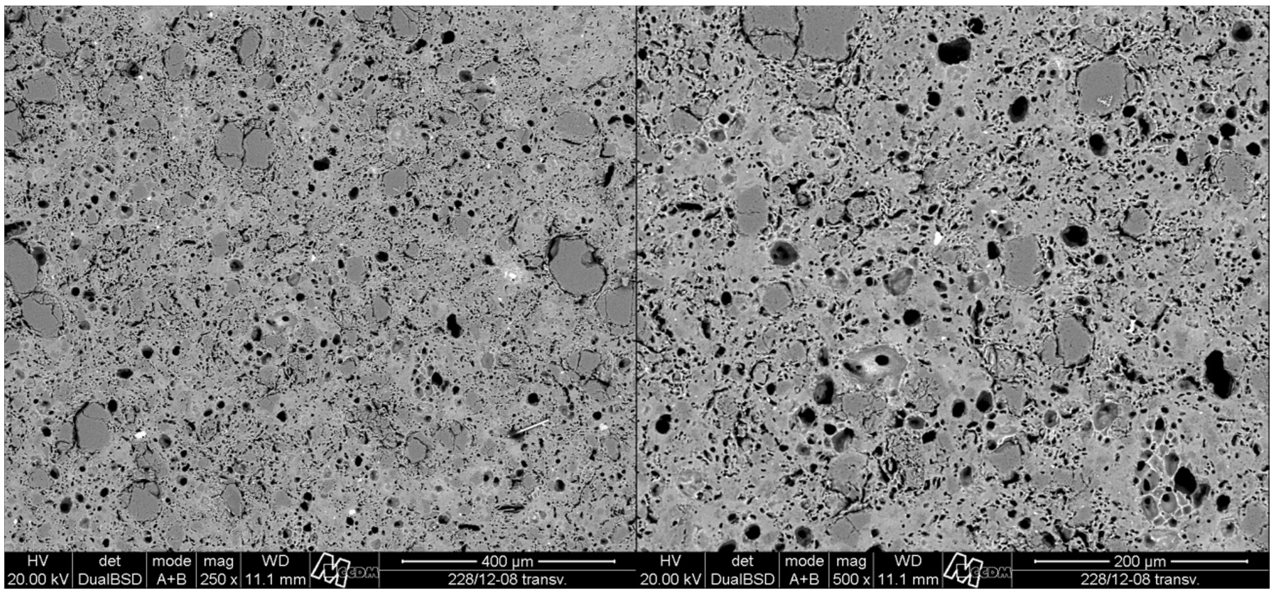


Figura 42: Microestrutura da seção transversal da amostra EN08.

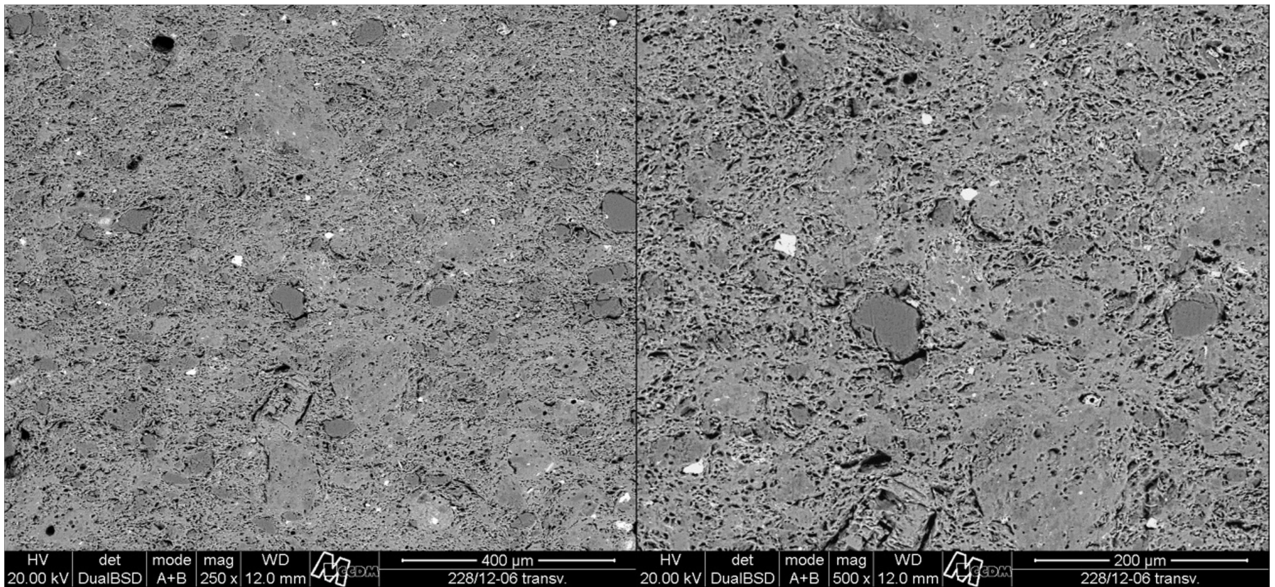


Figura 43: Microestrutura da seção transversal da amostra EN09.

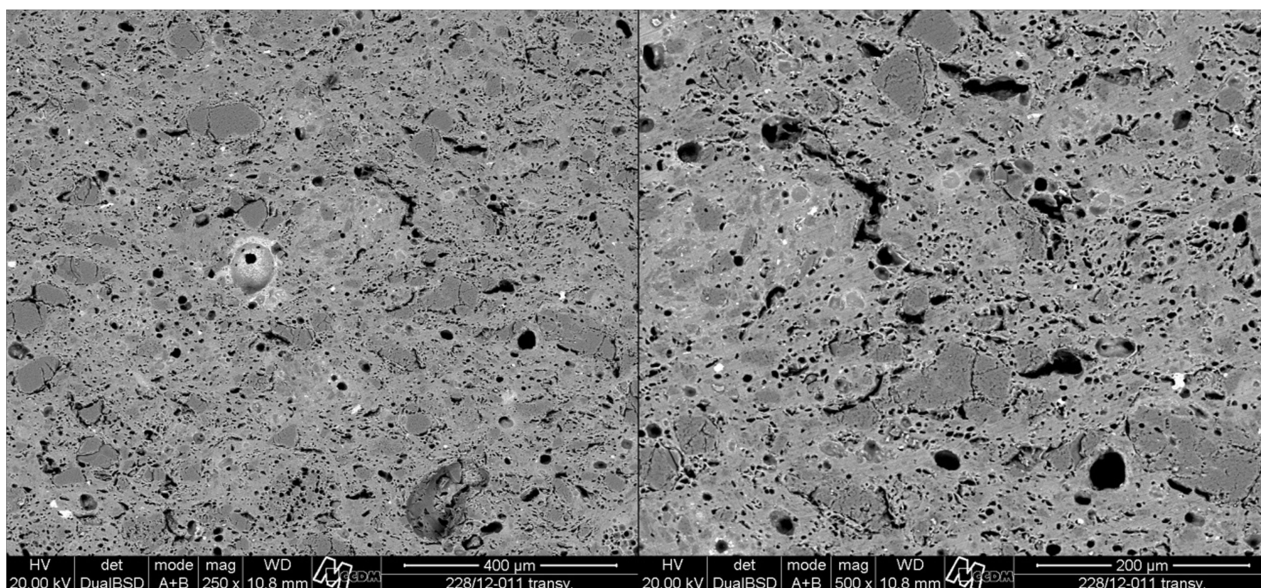


Figura 44: Microestrutura da seção transversal da amostra EN10.

A amostra EG02 apresenta a maior AA do grupo selecionado, enquanto a amostra EN01 apresenta a menor AA. Através da análise das imagens podemos notar que existe entre elas diferenças microestruturais. Como seria esperado, a amostras EG02 apresenta microestrutura porosa e com grãos relativamente grosseiros quando comparada com a amostra EN01.

Comparando as imagens das amostras EN01 e EN10, que apresentam, respectivamente, a menor e a maior EPU é evidente a diferença de porosidade, sendo que a amostra EN10 apresenta grande irregularidade nos tamanhos e formatos dos poros, ao passo que em EN01 nota-se a presença de poros esféricos e de pequenas dimensões. Tais diferenças são evidenciadas pelos valores de absorção de água e porosidade aparente das amostras. Além disso, as diferenças composicionais são evidenciadas pelas manchas brancas presentes em EN01, muito possivelmente indicando a presença de cálcio. Essa microestrutura indica se tratar de uma amostra bem sinterizada, ou seja, o conjunto tempo e temperatura permitiram a diminuição da porosidade e formação de fases cristalinas, fatores esses coerentes com a baixa EPU.

As diferenças microestruturais se relacionam principalmente com a porosidade das amostras. Nesse sentido podem estar relacionadas com a

absorção de água o que sabe-se é um indicativo muito frágil da expansão por umidade. Sendo assim, não foi possível traçar uma correlação direta entre microestrutura e EPU.

5.4 CONCLUSÕES PARCIAIS

A análise química das amostras mostrou que a EPU apresenta boa correlação com a razão sílica/alumina ($R^2 = -0,75$) e correlação muito baixa com a razão álcalis/alumina ($R^2 = -0,18$). Porém, ao se avaliar a composição química das fases não cristalinas e efetuando-se as mesmas correlações, o nível de confiabilidade aumenta, muito possivelmente devido ao fato de que as fases não cristalinas apresentam maior influência na EPU.

A análise da composição quantitativa das fases ilustra bem a alternância do domínio de um dado parâmetro sobre outro no que se refere ao efeito que provocam no comportamento de EPU dos materiais, indicando a influência de dois efeitos principais: mineralógico e estrutural, evidenciada pela porosidade.

A análise microestrutural das amostras selecionadas revelou diferenças nas porosidades dos materiais e a presença de grãos grosseiros de quartzo que, isoladamente, não explicam as diferenças nos valores de EPU, porém quando avaliada em conjunto com outras técnicas, podem auxiliar na interpretação dos resultados.

6 CONCLUSÕES FINAIS

A expansão por umidade vem sendo estudada ao longo de muitos anos, no entanto ainda permanece um fenômeno complexo e mal compreendido. Este trabalho teve como objetivo contribuir para o aprimoramento do método de medida da EPU e identificar as principais variáveis que influenciam o fenômeno nos revestimentos cerâmicos.

Os diferentes métodos de medida e hidratação apresentam grande influência nos valores de EPU obtidos.

As peças hidratadas por autoclave apresentam, em geral, expansões maiores que as hidratadas por fervura 24 horas.

Nas medidas de EPU realizadas neste estudo, a escolha do método de medida da variação dimensional, paquímetro x dilatômetro, mostrou-se mais relevante do que o de hidratação acelerada, fervura x autoclave. É importante ressaltar que essa conclusão se mostrou verdadeira para as amostras analisadas, predominantemente produtos de pequenos formatos para fachadas, e as condições de hidratação e medidas da variação dimensional utilizadas.

Os testes realizados sobre a temperatura de requeima das amostras indicam que a água adsorvida durante o processo de hidratação é eliminada durante o aquecimento dos corpos de prova em temperaturas compreendidas entre 100 e 250°C. Estas conclusões se aplicam para produtos de diferentes fabricantes, independentemente das condições de fabricação, método de conformação (prensagem ou extrusão) e porosidade das peças. Neste sentido, a utilização de temperaturas de requeima ao redor de 300 - 350°C poderia ser uma opção mais interessante, tendo em visto que os resultados não devem ser muito diferentes em relação àqueles obtidos com corpos requeimados a 550°C e, nesta temperatura, é menos provável que ocorram rearranjos microestruturais nos materiais que possam afetar a medida de expansão por umidade.

A análise química das amostras mostrou que a EPU apresenta boa correlação com a razão sílica/alumina ($R^2 = -0,75$) e correlação muito baixa

com a razão álcalis/alumina ($R^2 = -0,18$). Porém, ao se avaliar a composição química das fases não cristalinas e efetuando-se as mesmas correlações, o nível de confiabilidade aumenta, muito possivelmente devido ao fato de que as fases não cristalinas apresentam maior influência na EPU.

A análise da composição quantitativa das fases ilustra bem a alternância do domínio de um dado parâmetro sobre outro no que se refere ao efeito que provocam no comportamento de EPU dos materiais, indicando a influência de dois efeitos principais: mineralógico e estrutural, evidenciada pela porosidade.

A análise microestrutural das amostras selecionadas revelou diferenças nas porosidades dos materiais e a presença de grãos grosseiros de quartzo que, isoladamente, não explicam as diferenças nos valores de EPU, porém quando avaliada em conjunto com outras técnicas, podem auxiliar na interpretação dos resultados.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se como trabalhos futuros:

Estudos do tempo de hidratação, para determinar o que influencia, em termos de composição química, mineralógica e microestrutural o comportamento da EPU em diferentes tempos de hidratação.

Estudo mais aprofundado sobre as características microestruturais e como estas se relacionam a EPU.

Estudos de correlação entre as expansões sofridas por peças durante períodos prolongados após a instalação ($EPU_{ocorrida}$) e as expansões determinadas em laboratório por diferentes métodos de hidratação ($EPU_{potencial}$) para que conclusões mais definitivas sejam estabelecidas a respeito da influência dos métodos de hidratação para a determinação da EPU dos produtos cerâmicos.

8 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

[1] Revista Pesquisa Fapesp. Disponível em <http://revistapesquisa.fapesp.br/2013/03/15/ceramica-mais-sofisticada/>. Acesso em 16/01/2014.

[2] Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos – ANFACER. Disponível em <http://www.anfacer.org.br>. Acesso em 16/01/2014.

[3] MEDEIROS, J. S.; SABBATINI, F. H. **Tecnologia e projeto de revestimentos cerâmicos de fachadas de edifícios: 1999**. Boletim Técnico da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

[4] CTBUH - Council on Tall Buildings and Urban Habitat (1995) http://www.ctbuh.org/Portals/0/Publications/CTBUH_Journal/PDFs/CTBUHJournal_2000-1.pdf. Acesso em 16/01/2014

[5] Roscoe, M. T. **Patologias em revestimentos cerâmicos de fachada**. Trabalho Conclusão de Curso, Escola de Engenharia - Universidade Federal de Minas Gerais, 81 p. Belo Horizonte, 2008.

[6] VERCOZA, E. J. **Patologia das edificações**. Editora Sagra, Porto Alegre, 172p. 1991.

[7] KLEIN, D. L. **Apostila do curso de patologia das construções**. In: Congresso Brasileiro de Engenharia de Avaliações e Perícias, Porto Alegre, 1999.

[8] Centro Cerâmico do Brasil - CCB. Disponível em <http://www.ccb.org.br>. Acesso em 16/01/2014.

[9] Revista Técnica. Disponível em <http://techne.pini.com.br/engenharia-civil/184/fachadas-com-revestimento-ceramico-nao-aderido-286935-1.aspx>.

Acesso em 16/01/2014.

[10] MEDEIROS, J. S. **Tecnologia e projeto de revestimentos cerâmicos de fachadas de edifícios**. Tese de Doutorado – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 457p., São Paulo, 1999.

[11] BAUER, R. J. F. **Patologia em revestimentos de argamassa inorgânica**. In: Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas. Salvador, p. 321-33, 1997.

[12]. Bowman, R. The importance of the kinetics of moisture expansion. **Cerâmica Acta**, v. 5, nº 4-5, p. 37-60, 1993.

[13] MERRITT, G. E.; PETERS, C. G. Interferometer measurements of the thermal dilatation of glazed ware. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 9, n. 6, p. 327–342, 1926.

[14] PALMER, L. A. Volume changes in brick masonry materials. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 14, n. 8, p. 541–561, 1931.

[15] MCNEILLY, T. BRICK EXPANSION - Aspects of the australian experience. **Transactions Journal British Ceramic Society**, v.82, n.1, p. 14, 1983.

[16] SCHURECHT, H. G. Methods for testing crazing of glazes caused by increases in size of ceramic bodies. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 11, n. 5, p. 271–277, 1928.

[17] SCHURECHT, H. G.; POLE, G. R. Effect of water in expanding ceramic bodies of different compositions. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 12, n. 9, p. 596–614, 1929.

[18] HOLSCHER, H. H. Effects of autoclave treatments on ceramic bodies and clays. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 14, n. 3, p. 207–218, 1931.

[19] MENEZES, L. F. et al. Aspectos fundamentais da expansão por umidade: uma revisão. Parte I: Aspectos históricos, causas e correlações. **Cerâmica**, v. 52 p. 1-14, 2006.

[20] SMITH, A. N. Investigations on moisture expansion of porous ceramic bodies. **Transactions Journal British Ceramic Society**, v. 54, nº 5, p. 300-318, 1955.

[21] YOUNG, J. E.; BROWNELL, W. E. Moisture Expansion of Clay Products. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 42, n. 12, p. 571–581, 1959.

[22] CULLEN, G. V.; KLUCIS, E. S.; MCDOWALL, I. C. Accelerated Moisture Expansion in Clay Brick. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 47, n. 8, p. 415–415, 1964.

[23] COLE, W. F. Residual moisture expansion of bricks. **Journal of the Australian Ceramic Society**, v. 22, edição 1, p. 55-58, 1986.

[24] CHIARI, L. C. et al. Expansão por Umidade Parte I: O Fenômeno. **Cerâmica Industrial**, v. 1, nº 1, p. 06-13, 1996.

[25] MARINO, L.F.; BOSCHI, A. O. A Expansão Térmica dos Revestimentos Cerâmicos Parte IV: Efeitos da Adição de Dolomita. **Cerâmica Industrial**, v.5, nº1, p.43-47, 2000.

[26] BERNETT, F. E. Effects of moisture expansion of installed quarry tile. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 55, nº 12, p. 1039–1042, 1976.

[27] GRIMM, C.T. Moistures expansion in brick masonry. **Transactions Journal British Ceramic Society**, v. 82, edição 1, p. 16, 1983.

[28] HOSKING, J. S.; HUEBER, H. V. Permanent Moisture Expansion of Clay Products on Autoclaving. **Nature**, v. 182, n. 4643, p. 1142–1144, 1958.

[29] GELLER, R. F.; CREAMER, A. S. note on moisture expansion of ceramic whiteware in storage and in service. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 24, n. 3, p. 77–79, 1941.

[30] TEIEMECKE, H. Thermal and moisture expansion of kaolins and bodies fired to different temperatures. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 24, n. 2, p. 69–75, 1941.

[31] THIEMECKE, H. Thermal and moisture expansion of ball clays and bodies fired to different temperatures. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 26, n. 6, p. 173–179, 1943.

[32] SMITH, R. G. Moisture expansion of structural ceramics: V. 28 years of expansion. **British Ceramic Transactions**, v. v 92, n 6, p. p 233–238, 1993.

[33] CHIARI, L. C. et al. Expansão por Umidade Parte II: Efeito da Adição de Calcita. **Cerâmica Industrial**, v.1, nº 3, p. 35-37, 1996.

[34] C. LIRA, C. et al. Efeitos da Composição e da Temperatura de Queima na Expansão por Umidade de Corpos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 2, nº 1 / 2, p. 27-30, 1997.

[35] YEKTA, B. E.; ALIZADEH, P. Effect of carbonates on wall tile bodies. , v. 75, n. 5, p. 84–86, 1996.

[36] ROBINSON, G.C. The reversibility of moisture expansion. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 64, nº 5, p. 721, 1985.

[37] SANCHEZ, E. et al. Aspectos a Serem Melhorados nas Características e Homogeneidade de Argilas Vermelhas Empregadas na Fabricação de Placas Cerâmicas. **Cerâmica Industrial** v. 1, nº 3, p. 13-22, 1996.

[38] BOUCHER, P. S. Accelerated Unrestrained Moisture Expansion of Unglazed Split Tile. **Journal of the Australian Ceramic Society**, v. 23, edição 1, p. 27, 1987.

[39] VERDUCH, A. G. Expansión por humedad de los productos cerâmicos. **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio**, v. 4, nº 3, p. 259-284, 1965.

[40] DEMEDIUK, T.; COLE, W. F. Contribution to the Study of Moisture Expansion in Ceramic Materials. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 43, n. 7, p. 359–367, 1960.

[41] INZIGNERI, M. et al. Alcune esperienze di invecchiamento artificiale su paste de terraglia forte. Riduzione degli effetti nocivi mediante l'aggiunta di correttivi. VII International Ceramic Congress, Londres, 1960, p.53.

[42] COLE, W. F.; CROOK, D. N. High-Temperature Reactions of Clay Mineral Mixtures and Their Ceramic Properties: IV, Dimensional and Weight Changes on Refiring and the Pore-Size Distribution of Fired Kaolinite-Muscovite-Quartz Mixtures with 25 Wt% Quartz. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 51, n. 2, p. 79–84, 1968.

[43] BRINDLEY, G. W.; UDAGAWA, S. High-Temperature Reactions of Clay Mineral Mixtures and Their Ceramic Properties: I, Kaolinite-Mica-Quartz Mixtures with 25 Weight % Quartz. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 43, n. 2, p. 59–65, 1960. Acesso em: 15/7/2014.

[44] COLE, W. F. Moisture Expansion Relationships for a Fired Kaolinite-Hydrous Mica-Quartz Clay. **Nature**, v. 192, n. 4804, p. 737–739, 1961.

[45] COLE, W. F. Moisture-Expansion Characteristics of a Fired Kaolinite-Hydrous Mica-Quartz Clay. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 45, n. 9, p. 428–434, 1962.

[46] R. E. Grim, Clay Mineralogy, 2nd Ed., McGraw-Hill Book, New York (1968).

[47] CROOK, D. N.; CLARKE, L. N.; DONALDSON, R. Acoustic emission and moisture expansion of some fired kaolinite-muscovite-quartz bodies. **Proceedings - Australian Ceramic Conference**, p. p 63–67, 1982.

[48] CROOK, D. N. et al. Fired kaolinite-muscovite-quartz bodies: II, scanning electron microscopy, acoustic emission, and moisture expansion. **Journal of the Australian Ceramic Society**, v. 20, edição 1, p. 13-19, 1984.

[49] SEGADÃES, A. M. et al. Using phase diagrams to deal with moisture expansion. **Ceramics Internacional**, v. 29, nº 8, p.947-954, 2003.

[50] MENEZES, R. R.; SEGADÃES, A. M.; FERREIRA, H. S.; FERREIRA, H. C. Análise da expansão por umidade e absorção de água de pisos cerâmicos comerciais em relação à composição química e à quantidade estimada de fase vítrea. **Cerâmica**, v. 49, n. 310, p. 72–81, 2003. Acesso em: 15/7/2014.

[51] HOSKING, J.S. Ceramic bodies and their chemically sorbed water. **Journal of the Australian Ceramic Society**, v. 15, edição 1, p. 1, 1979.

[52] SLYH, J. A. Twenty-year moisture expansion of quarry tile. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 63, edição 12, p.1495, 1984

[53] VAUGHAN, F.; DINSDALE, A. Adsorption and Desorption of Moisture in Fired Ceramic Materials. **Nature**, v. 183, nº 4661, p. 600-601, 1959.

[54] S. I. Marras, et al. A preliminary study of stress-assisted fluid penetration in ceramic bricks. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 20, nº 4, p. 489-495, 2000.

[55] Bowman, R. Melhorando a Precisão das Determinações da Expansão por Umidade. **Cerâmica Industrial**, v. 1, nº 4/5, p. 25-29, 1996.

[56]. Piscitelli, A. A., & Mansur, H. S. (21 de setembro de 2002). Expansão por umidade em placas cerâmicas para revestimento. In **V Congresso de Engenharia Civil** - Juiz de Fora MG, 2002.

[57]. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. Placas cerâmicas para revestimento -Especificação e métodos de ensaio (NBR 13.818). Rio de Janeiro, 1997.

[58] BAUER, R. J. F. et al. Expansão por Umidade de Placas Cerâmicas para Revestimento. **Cerâmica Industrial**, v. 5, nº 3, p. 41 – 45, 2000.

[59]. ANSI - American National Standards Institute. American National Standard Specifications for Ceramic Tile (ANSI A137.1-1998). 1998.

[60]. Norma Europea - Version Española. Baldosas ceramicas prensadas en seco con absorcion de agua $E \leq 3\%$ - Grupo B I (EN 176).

[61]. Norma Europea - Version Española. Baldosas ceramicas prensadas en seco con absorcion de agua $3 < E \leq 6\%$ - Grupo B II a (EN 177).

[62]. Norma Europea - Version Española. Baldosas ceramicas prensadas en seco con absorcion de agua $6 < E \leq 10\%$ - Grupo B II b (EN 178).

[63]. Norma Europea - Version Española. Baldosas ceramicas prensadas en seco con absorcion de agua E >10% - Grupo B III (EN 159).

[64]. Norma Europea - Version Española. Baldosas ceramicas extruidas com absorcion de agua E >10% - Grupo A III (EN 188).

[65]. Carvalho Jr., A. N. Avaliação da performance dos revestimentos cerâmicos em fachadas. Projeto de Pesquisa FAPEMIG, Belo Horizonte, 2001.

[66] Ceramic Tile Institute/Ceramic Tile Institute of America. Ceramic Tile Institute's Tile Manual. Los Angeles, 1991.