



CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE UMA ESPUMA CERÂMICA SUSTENTÁVEL

Brites Fontoura Rangel

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadores: Luís Marcelo Marques Tavares

Jo Dweck

Rio de Janeiro
Setembro de 2015

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE UMA ESPUMA CERÂMICA
SUSTENTÁVEL

Brites Fontoura Rangel

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ
COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM
CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Luís Marcelo Marques Tavares, Ph D.

Prof. Jo Dweck, Dr. Eng.

Prof. Marcus Vinícius de Araújo Fonseca, Dr. Eng.

Prof. Francisco Rolando Valenzuela Diaz, Dr. Eng

Prof. Alex Neves Júnior, Dr. Eng

Prof. Paula Mendes Jardim, D. Sc.

RIO DE JANEIRO – RJ - BRASIL

SETEMBRO DE 2015

Rangel, Brites Fontoura

Caracterização tecnológica de uma espuma cerâmica sustentável / Brites Fontoura Rangel - Rio de Janeiro: UFRJ / COPPE, 2015

XXVII, 192 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Luís Marcelo Marques Tavares
Jo Dweck

Tese (doutorado) – UFRJ / COPPE / Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2015.

Referências bibliográficas: p. 171-181

1. Caracterização de espuma cerâmica. 2. Utilização de resíduo de xisto. 3. Porosidade. 4. Flutuabilidade. 5. Expansão térmica. 6. Análise térmica. 7. Condutividade térmica. 8. Propriedades mecânicas. I. Tavares, Luís Marcelo Marques *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

AGRADECIMENTOS

Há tanto e tantos a agradecer!

Sempre faltará alguém numa lista, mas nunca na lembrança...

Agradeço à prof. Mônica Salgado, que me indicou ao prof. Eriksson Almendra, o qual me conduziu ao prof. Tsuneharu, e ainda me brindou com um livro de química, o Russel, exemplar que se mostrou um grande companheiro de estudo.

Agradeço ao prof. Tsuneharu Ogasawara, mentor de várias gerações de pesquisadores da área de materiais cerâmicos. Tive o privilégio de fazer parte do último grupo formado por este grande educador e incansável pesquisador.

Diversos membros deste grupo fizeram parte desta jornada, fornecendo apoio, orientação, dividindo dúvidas. Emilena Silva Moraes, organizada, competente e prestativa; Ronaldo Soares Serafim, tão criativo e inteligente; George Gomes Júnior, grande conhecedor de DRX, que tanto me auxiliou na análise dos resultados obtidos; Edilberto Sanches; todos sempre muito prestativos nas mil pequenas coisas necessárias ao sucesso de um trabalho deste porte.

Agradeço à orientação do prof. Luís Marcelo Marques Tavares, que gentilmente me adotou como orientada, na ausência súbita do prof. Tsuneharu, e encontrou paciência e forças para revisões primorosas de tantas e tantas versões de texto, muito embora o assunto do estudo estivesse razoavelmente distante de sua especialidade.

Agradeço à Prefeitura Universitária da UFRJ, em especial a Ivan Carmo, a Ênio Kaippert e a Solange Verri, bem como aos meus colegas de setor, que tornaram possível este sonho.

Agradeço a tantos colegas e técnicos que me forneceram suporte nas mais diversas áreas e das mais diversas maneiras. Francisco, da Secretaria; Renan, do Labest; Lígia Mara Gonzaga, Yemcy Calcina Flores, Francis Capilla, do LTM; ao Átila de Paiva, do Laboratório de Instrumentação Nuclear da COPPE/UFRJ, que encontrou tempo para dividir conhecimentos e executar ensaios essenciais ao estudo.

Muito especialmente agradeço a Rangler dos Santos Irineu, do LTM, incansável administrador do laboratório, sempre apoiando, orientando e facilitando meu trânsito dentro do laboratório e do CT.

Agradeço ao meu eterno professor de cerâmica, Tito Tortori, pelo apoio nos passos iniciais desta especialidade tão instigante.

Agradeço ao prof. Romildo Dias Toledo Filho, por disponibilizar equipamentos e técnicos do Labest para execução dos ensaios de resistência mecânica.

Agradeço ao prof. Marcus Vinícius de Araújo Fonseca, que acompanhou o tortuoso desenrolar das mudanças de tema, e forneceu precioso apoio logístico, técnico e material.

Agradeço ao prof. Alex Neves Júnior, pelo desprendido suporte na análise dos resultados de resistência mecânica, muito embora tenha lhe custado um tempo precioso.

Agradeço ao Marcelo Mendes Viana, e especialmente a Maria Teresa Scalzer, técnica do Labat, que forneceu companhia, suporte e cuidados das mais variadas maneiras.

Agradeço aos meus amigos e amigas, que suportaram minha ausência e distração, quando demasiado absorvida pelos estudos e mesmo assim forneceram o alento necessário em momentos difíceis.

Agradeço a todos os que atrapalharam, desdenharam, complicaram, sabotaram, enfim, àqueles que, na verdade, me fizeram conhecer minhas verdadeiras forças e capacidade de superar obstáculos.

Agradeço do fundo do meu coração ao prof. Jo Dweck, que me aceitou, não apenas como orientada, mas como amiga. Demonstrou paciência imensurável e uma incrível capacidade de transformar qualquer assunto em objeto de conhecimento acessível. Tornou-se mentor, professor, amigo, alma irmã. Ministra conhecimento técnico e conhecimento de vida aos seus alunos e colegas. Mantém a curiosidade de um menino mesclada com a experiência de anos de estudo e pesquisa, sempre distribuindo as preciosas dádivas da sua sabedoria. E quando algo não sabe, nada o impede de procurar saber, e é esta, justamente, a mais valiosa lição que ele nos fornece. Obrigada, querido professor Jo!

Agradeço profundamente aos meus filhos, Ariel Fontoura Rangel e Mikhael Fontoura Rangel, pelo carinho, pela paciência, pela compreensão, pelo tempo precioso furtado a eles no correr deste estudo. Que esta vivência traga-lhes a força e o desejo necessários para perseguir seus objetivos e ideais ao longo da vida.

Agradeço, enfim, acima de tudo, à minha mãe, Nelcí Fontoura Dias, por me haver proporcionado a visão de que estudar é diversão e de que ler é sempre o melhor remédio...

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D. Sc.)

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE UMA ESPUMA CERÂMICA SUSTENTÁVEL

Brites Fontoura Rangel

Setembro/2015

Orientadores: Luís Marcelo Marques Tavares
Jo Dweck

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Um novo material cerâmico foi previamente desenvolvido a partir do resíduo sólido de xisto industrialmente pirolizado. Trata-se de um sólido poroso, constituído majoritariamente por poros fechados, os quais são produzidos durante o processamento térmico do resíduo de xisto pirolizado em ar a temperaturas de até 1140° C, tornando-o um material potencialmente adequado para o isolamento térmico e acústico. Esta tese apresenta os resultados de DRX e FRX, porosimetria, microscopia de aquecimento, dilatometria, análise térmica, condutividade térmica e de resistência mecânica a partir de análises efetuadas com este material, os quais revelam a composição, estrutura, densidade, condutividade térmica, rigidez, além de alterações morfológicas e de fase que ocorrem a partir de 400 para 1400 ° C. O trabalho ainda propõe uma nova metodologia para cálculo do coeficiente de expansão térmica a partir das imagens de microscopia de aquecimento na faixa de temperatura durante a qual o material apresenta-se em fase sólida, antes de perder a sua forma. A elevada porosidade proporciona características de fluabilidade e de isolamento térmico. As análises de TG, DTG e DTA demonstraram sua muito boa estabilidade térmica a temperaturas até 1100° C, além de uma mudança significativa no seu calor específico entre 600 e 1100° C. A condutividade térmica baixa associada com a estabilidade a alta temperatura indica o material como isolante térmico e permite a sua utilização mesmo em temperaturas elevadas.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc)

TECHNOLOGICAL CHARACTERIZATION OF A SUSTAINABLE CERAMIC FOAM

Brites Fontoura Rangel

September/2015

Advisors: Luís Marcelo Marques Tavares
Jo Dweck

Department: Metallurgical and Materials Engineering

A new ceramic material was previously developed from industrially pyrolyzed shale solid residue. It is a porous solid with mainly closed pores, that is produced during the thermal processing of the pyrolyzed shale residue in air at temperatures of up to 1100 °C, making it a potentially good material for thermal and acoustic insulation. This thesis presents DRX and FRX, porosimetry, heating microscopy, dilatometry, thermal analysis, thermal conductivity and mechanical resistance results from analysis of this material, which shows the composition, structure, density, thermal conductivity, rigidity, besides morphological and phase changes that happen from 400 to 1400 °C. The work further proposes a method to estimate the thermal expansion coefficient on the basis of information from heating microscope images at the temperature range, during which it presents a solid phase, before losing its shape. TG, DTG and DTA analyses performed demonstrate its very good thermal stability at temperature up to 1100 °C, and a significant change on its specific heat between 600 and 1100 °C. The high porosity provides buoyancy and thermal insulation characteristics. The low thermal conductivity associated with high temperature stability indicates the material as thermal insulation and allows its use even in high temperatures.

SUMÁRIO

RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
LISTA DE FIGURAS	xii
LISTA DE TABELAS	xxii
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	xxiv
1 – INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	1
2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 – ASPECTOS DA TECNOLOGIA CERÂMICA	4
2.1.1 - <i>Matérias primas cerâmicas básicas</i>	5
2.1.2 - <i>Etapas do processamento cerâmico</i>	8
2.1.3 - <i>Variações dimensionais no processamento</i>	17
2.1.4 - <i>Cerâmicas celulares</i>	19
2.2 - XISTO E MATERIAIS CERÂMICOS DERIVADOS	29
2.2.1 – <i>Xisto e seu processamento industrial no Brasil</i>	29
2.2.2 - <i>Produtos cerâmicos desenvolvidos a partir do xisto</i>	30
2.2.3 – <i>VIKAFLEX®</i>	35
3 - MATERIAIS E MÉTODOS	42
3.1 – MATERIAIS	42
3.2 – MÉTODOS	47
3.2.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA	47
<i>Difratometria de raios x</i>	48
<i>Fluorescência de raios x</i>	48
<i>Espectrometria de energia dispersiva de raios x</i>	48

3.2.2 – <i>ESTRUTURA, MORFOLOGIA E FLUTUABILIDADE</i>	49
<i>Massa específica por picnometria a gás hélio</i>	49
<i>Densidade e porosidade aparentes</i>	49
<i>Absorção de água</i>	52
<i>Porosidade por microtomografia</i>	53
<i>Porosidade por intrusão de mercúrio</i>	54
<i>Flutuabilidade</i>	54
<i>Microscopia ótica</i>	54
<i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	55
3.2.3 – <i>PROPRIEDADES TÉRMICAS</i>	55
<i>Microscopia de aquecimento</i>	55
<i>Análises dilatométricas</i>	58
<i>Análises térmicas</i>	61
• <i>Análises termogravimétricas</i>	63
• <i>Análises térmicas diferenciais</i>	63
• <i>Calor específico</i>	64
<i>Condutividade térmica</i>	65
3.2.4 – <i>PROPRIEDADES MECÂNICAS</i>	66
<i>Ensaio de compressão</i>	67
<i>Ensaio de flexão</i>	68
<i>Tenacidade</i>	70
<i>Análise dínamo-mecânica</i>	71
4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	77
4.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA	77
<i>Fluorescência de raios x</i>	77
<i>Difração de raios x</i>	77
<i>Espectrometria de energia dispersiva de raios x</i>	78

4.2 – ESTRUTURA, MORFOLOGIA E FLUTUABILIDADE	83
4.3 – PROPRIEDADES TÉRMICAS	100
4.3.1 - MICROSCOPIA DE AQUECIMENTO	100
4.3.2 – ANÁLISES DILATOMÉTRICAS	109
<i>Dilatometria por microscopia de aquecimento</i>	109
<i>Dilatometria por dilatômetro</i>	114
4.3.3 – ANÁLISES TÉRMICAS	121
Vikaflex®	121
• <i>Análises termogravimétricas (TG e DTG)</i>	122
• <i>Análises térmicas diferenciais</i>	124
• <i>Calor específico</i>	126
<i>Gesso acartonado</i>	129
4.3.4 – CONDUTIVIDADE TÉRMICA	133
4.4 – PROPRIEDADES MECÂNICAS	136
4.4.1 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	136
4.4.2 - RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO	142
<i>Tensão de tração na flexão</i>	142
<i>Tenacidade</i>	149
4.4.3 - ANÁLISE DÍNAMO-MECÂNICA	150
5 – CONSIDERAÇÕES FINAIS	166
6 – SUGESTÕES PARA FUTUROS ESTUDOS	170
7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	171
8 – ANEXOS	182

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Abundância relativa dos elementos na crosta terrestre, baseado em NORTON (1973).	6
Figura 2.2 – Diagrama pseudo-ternário para os produtos cerâmicos, proposto com base nos principais tipos de matérias-primas (RANGEL, 2002).	8
Figura 2.3 – Curvas de queima para produtos cerâmicos consagrados. Adaptado de BRUGUERA (1986) e TORTORI (2000).	16
Figura 2.4 – Preparação de espuma cerâmica pelo método de réplica.	22
Figura 2.5 – Preparação de espuma cerâmica pelo método de incorporação de aditivo de sacrifício.	23
Figura 2.6 – Preparação de espuma cerâmica pelo método de incorporação de espuma aquosa.	25
Figura 2.7 – Preparação de cerâmica porosa pelo método de geração de bolhas.	27
Figura 2.8 – Processamento da argila expandida.	28
Figura 2.9 – Processamento do Vikaflex [®]	39
Figura 3.1 – Cortadora a disco diamantado cortando lâminas de 3 mm de espessura de uma peça íntegra do material (A). Aspecto geral de uma peça íntegra (B). Aspecto geral de uma peça lixada (C).	42
Figura 3.2 – Amostra em formato de cubo de 2mm de lado (A). Cadinho ao lado de amostra em formato de cubo de 2mm de lado (B). Cadinho com amostra previamente submetida a análise térmica até sua completa fusão e resfriada, resultando em um vidro (C).	43
Figura 3.3 - Peças em forma de lâminas medindo 5x1x0,3 cm para ensaios de DMA e de resistência à flexão.	44
Figura 3.4 – A - Peças sobrepostas enforadas para queima visando a adesão entre as peças, criando blocos do material. B - Blocos e peças após corte com serra copo diamantada para a retirada de amostras cilíndricas para ensaios de resistência à compressão.	45
Figura 3.5 – A - Peças cilíndricas cortadas dos blocos com uso de furadeira e serra copo diamantada, antes do corte das extremidades para adquirirem a	

extensão necessária ao ensaio. B - Amostra pronta para ensaio de resistência à compressão.	45
Figura 3.6 – Jarra de porcelana com corpos moedores após moagem do Vikaflex (A); separação entre pó e corpos moedores (B) e material para peneiramento após a moagem (C).	47
Figura 3.7 - Dispositivo de medição de fluutuabilidade: dispositivo de medição vazio acoplado à balança de precisão durante a tara do sistema (A); Amostra inserida no dispositivo de medição de haste rígida (B) e Desenho esquemático do dispositivo de medição de haste rígida (C).	51
Figura 3.8 - Suporte de amostra e entrada do forno (A). Canhão de luz, termopar, suporte de amostra e forno (B). Canhão de luz, forno, microscópio de aquecimento e medidor de temperatura (C). Microscópio e câmera (D). Estação de trabalho com leitor digital de temperatura (E). Termopar (F).	57
Figura 3.9 – Imagem original de uma amostra por MA (A). A mesma imagem após segmentação, pronta para mensuração pelo software Image J (B).	58
Figura 3.10 – Corte de peça mantendo a proporção entre gesso e papel do gesso acartonado (A). Amostra para análise térmica cortada com proporção de gesso e papel equivalente à da placa de gesso acartonado posicionada no cadinho (B). Cadinho com resíduos de gesso e papel ao lado após análise (C).	62
Figura 3.11 – Sensor com resistência em espiral (A) e unidade de aferição do analisador de condutividade térmica (B).	66
Figura 3.12 – Figura esquemática com as dimensões utilizadas para o cálculo de tensão de tração na flexão.	70
Figura 3.13 – Diagrama esquemático de um analisador dínamo-mecânico modelo DMA 242 da Netzsch, com determinação das principais partes de que é constituído.	72
Figura 3.14 – Diagrama esquemático da relação entre a aplicação de uma força senoidal e a resposta, em termos de deformação, para um sólido ideal e para um líquido ideal, ou seja, para materiais 100% elásticos e para materiais 100% viscosos.	73

- Figura 3.15** – Diagrama esquemático das tensões e deformações que ocorrem em um material real e do módulo complexo E^* ; bem como de suas componentes real (E') e imaginária (E''). 74
- Figura 3.16** – Corpo de prova posicionado no equipamento Netzsch, sendo preparado para ensaio de DMA, com carregamento de flexão em três pontos (A). Corpo de prova posicionado no equipamento servo-controlado Shimadzu, sendo preparado para ensaio de resistência convencional à tração na flexão pelo método de três pontos (B). 76
- Figura. 4.1** – Espectro de difração de raios X do Vikaflex[®]. Os principais minerais presentes foram identificados através dos picos de maior intensidade. A ondulação suave da linha base preconiza amorfismo. 78
- Figura 4.2** – Imagem obtida por MEV com uma amplificação de 5.000 vezes do material pulverizado. É possível observar pequenas partículas apoiadas sobre a superfície de outra partícula de dimensões bem maiores. 79
- Figura 4.3** – Espectro de EDS da amostra no ponto 1, assinalado em azul na Figura 4.2. 80
- Figura 4.4** - Espectro de EDS da amostra no ponto 2, assinalado em verde na Figura 4.2. 80
- Figura 4.5** - Espectro de EDS da amostra no ponto 3 assinalado em laranja na Figura 4.2. 81
- Figura 4.6** – Imagem obtida por MEV com uma amplificação de 7.500 vezes. 81
- Figura 4.7** - Espectro de EDS da amostra no ponto 1, assinalado em azul na Figura 4.6. 82
- Figura 4.8** - Espectro de EDS da amostra no ponto 2, assinalado em laranja na Figura 4.6. 82
- Figura 4.9** - Imagem ao microscópio ótico mostrando a superfície externa do Vikaflex[®]. É visível a presença do filme vítreo que recobre a peça. Podem ser identificados poros remanescentes de bolhas que vieram à superfície expelindo o gás que pressionava por sua liberação na atmosfera do forno. 85
- Figura 4.10** – Imagem de microscópio ótico proporcionando a visão do interior do Vikaflex[®] a partir de um corte transversal numa peça. Podem ser

vistos poros de dimensões variáveis e a grande proporção de fase vítrea existente na superfície interna dos poros. Estes poros foram formados por decomposição térmica, gerando um gás que permaneceu aprisionado em seu interior pela impermeabilidade conferida pela película constituída pela fase vítrea.	85
Figura 4.11 – Reconstrução tridimensional a partir dos dados obtidos por microtomografia computadorizada das amostras P1 (A) e C2 (B).	86
Figura 4.12 – Cortes gerados na mesma altura da peça C2 por microtomografia computadorizada. A – Visão da fase sólida, mais difícil de ser atravessada pelos raios X. As nuances de tonalidade possivelmente se devem a uma maior concentração de Fe_2O_3 nas áreas mais claras, devido à sua maior resistência aos raios X. B – Visão dos poros encontrados, separados por cor. Os poros de determinada dimensão recebem cores iguais. Embora se tratem de amostras diferentes, o efeito do filtro é visível na acuidade de percepção das hastes separadoras de poros.	87
Figura 4.13 – Distribuição acumulativa percentual em volume dos poros em função do diâmetro da esfera de volume equivalente ao do poro, obtida por microtomografia computadorizada.	87
Figura 4.14 – Distribuição cumulativa de volume de mercúrio introduzido nos poros em função da pressão exercida.	89
Figura 4.15 – Distribuição cumulativa do volume de mercúrio introduzido nos poros em função do diâmetro dos poros.	90
Figura 4.16 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras passantes em peneira malha 200 ABNT. A – Partícula com visível intrusão de Fe_2O_3 (mancha clara na superfície inferior direita), determinada por EDS. B – Partículas distribuídas sobre o suporte. C – Partícula de maiores dimensões com outras menores aderidas à sua superfície. D – Amplificação da partícula apresentada em C.	91
Figura 4.17 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras passantes em peneira malha 200 ABNT previamente metalizadas. A – Partículas de diferentes dimensões. B – Partículas distribuídas sobre o suporte. C – Partícula de maiores dimensões com outras menores aderidas à sua superfície. D – Amplificação da partícula apresentada em C.	92

Figura 4.18 – Distribuição de volume acumulativo de mercúrio intrudido em função do diâmetro dos poros para madeira de eucalipto (<i>E. Globulus</i>). Baseado em MOURA (2002).	94
Figura 4.19 – Valores de densidade de fluabilidade, isto é, densidade da parte constituída pelo volume da fase sólida somado ao volume dos poros fechados. Estes valores de densidade preconizam a fluabilidade do material.	96
Figura 4.20 – Imagens por microscopia de aquecimento da amostra T5 de Vikaflex [®] obtidas em diferentes temperaturas (em graus Celsius sob cada imagem), indicativas de pontos característicos por mudanças específicas de fase ou de forma.	101
Figura 4.21 – Sequência de imagens de microscopia de aquecimento acompanhando a evolução da amostra T5 do Vikaflex [®] paralelamente à evolução de uma amostra de gesso acartonado ao longo de um tratamento térmico até 1050° C.	105
Figura 4.22 – Sequência de imagens de microscopia de aquecimento acompanhando a evolução da amostra T5 do Vikaflex [®] paralelamente à evolução de uma amostra de gesso acartonado ao longo de um tratamento térmico, de 1151 até 1285° C.	106
Figura 4.23 – Sequência de imagens de microscopia de aquecimento acompanhando a evolução da amostra T5 do Vikaflex [®] paralelamente à evolução de uma amostra de gesso acartonado ao longo de um tratamento térmico, de 1350 a 1365° C.	107
Figura 4.24 – Amostras após o ensaio de MA sobre a lâmina de platina que protege o suporte (A – Vikaflex e B – gesso acartonado). A amostra de gesso provocou a aderência da platina ao suporte cerâmico. Na imagem C pode ser visto lateralmente o suporte com marcas de escorrimento sob a platina a ele aderida.	108
Figura 4.25 – Área medida da seção reta de três amostras de Vikaflex [®] em função da temperatura entre 400 e 1200° C, mostrando o limite superior de 1050° C para o cálculo do coeficiente de expansão térmica.	110

- Figura 4.26** – Média da área medida da seção reta de três amostras (T5, T6 e T9) de Vikaflex[®] em função da temperatura entre 400 e 1200° C, mostrando as faixas de temperatura em que ocorre expansão ou contração do material. 111
- Figura 4.27** – Lado do quadrado de área equivalente em função da temperatura para a amostra T9 de Vikaflex[®] da temperatura ambiente até 1200° C. O gráfico apresenta também as linhas de tendência para as faixas de 14 a 1050° C e de 1050° C até 1200° C, com suas respectivas funções e fator de correlação. 112
- Figura 4.28** – Imagens de microscopia de aquecimento da amostra T5, acompanhando a etapa de colapso da peça, logo antes da fusão total. 114
- Figura 4.29** – Curva de expansão térmica linear em relação à dimensão inicial L_0 para os valores obtidos por dilatômetro durante a primeira corrida da amostra. Linhas de tendência com fator de correlação para o aquecimento e para o esfriamento. 115
- Figura 4.30** – Curva de expansão térmica linear em relação à dimensão inicial L_0 para os valores obtidos por dilatômetro durante a segunda corrida da amostra. Linhas de tendência com fator de correlação para o aquecimento e para o esfriamento. 116
- Figura 4.31** – Expansão térmica linear em relação à dimensão inicial L_0 para os valores obtidos por dilatômetro durante as duas corridas da amostra, efetuadas uma em sequência à outra. 117
- Figura 4.32** – Curvas do coeficiente de expansão térmica α_m ($\Delta L/L_0$) em função da temperatura (T) a cada 50° C da amostra T9 e da primeira corrida do dilatômetro. 118
- Figura 4.33** – Curva do logaritmo neperiano (ln) da dimensão linear (L) em função da temperatura (T) da primeira corrida do dilatômetro e de T9 (MA), com linhas de tendência e funções calculadas para duas faixas de temperatura: até 400° C e de 400 a 950° C. 119
- Figura 4.34** – Coeficiente de expansão térmica linear num ponto (α) em função da temperatura para as amostras T9 e para a amostra de Vikaflex[®] submetida à primeira corrida de dilatômetro em duas faixas de temperatura, até 400° C e de 400 a 950° C. 120

Figura 4.35 – Coeficiente de expansão térmica linear num ponto (α) em função da temperatura, até 400° C, para a amostra de Vikaflex [®] submetida à primeira corrida de dilatômetro e para a amostra T9, submetida a MA.	121
Figura 4.36 – Cadinhos em seu suporte com amostra de Vikaflex [®] , prontos para inserção no forno do equipamento de análise térmica (A). Cadinho com vidro formado a partir do mesmo material (B).	122
Figura. 4.37 – TG, DTG e DSC de Vikaflex [®] na forma de cubo de 2,5x2,5x2,5 mm e do vidro obtido por sua fusão.	124
Figura. 4.38 – DSC do Vikaflex [®] em forma de peça irregular, do branco e do disco padrão de Safira.	127
Figura 4.39 – Calor específico (c_p) em função da temperatura até 1075° C do Vikaflex [®] em diferentes formatos: placa fina irregular, cubo com 2 mm de lado e cubo com 3 mm de lado.	128
Figura 4.40 - c_p médio em função da temperatura, calculado a partir das mensurações das análises térmicas do Vikaflex [®] nos formatos de placa fina irregular, cubo com 2 mm de lado e cubo com 3 mm de lado. O gráfico apresenta ainda as linhas de tendência das faixas entre 50 e 400° C e de 400 até 1075° C.	129
Figura 4.41 - TG e DTG do gesso acartonado hidrófugo, acompanhadas por TG e DTG do gesso hidratado e do papel Kraft que o compõem, em base à massa total.	130
Figura 4.42 – TG, DTG e DSC do gesso que forma o miolo da chapa de gesso acartonado hidrófugo.	131
Figura 4.43 – Amostra posicionada na unidade de aferição do analisador de condutividade térmica. A – Amostra centralizada. B – Amostra com extremidade diagonal sobre o sensor.	134
Figura 4.44 – Amostras após ensaios de resistência à compressão.	137
Figura 4.45 – Curvas da tensão em função da deformação, calculadas a partir dos ensaios de resistência a compressão uniaxial até o valor de deformação de 0,06.	138
Figura 4.46 – Variação do módulo de elasticidade na compressão E_c , ou módulo de Young, em função da deformação para o corpo de prova CP3.	139

Figura 4.47 – Tensão de tração na flexão em função da deformação das amostras AC1, AC2 e AC3.	142
Figura 4.48 – Tensão de tração na flexão em função da deformação das amostras AI1, AI2 e AI3.	143
Figura 4.49 – Tensão de tração na flexão em função da deformação das amostras AP1, AP2 e AP3.	143
Figura 4.50 – Tensão de tração na flexão em função do deslocamento para as amostras AC2, AI2 e AP3.	147
Figura 4.51 – Ampliação da parte inicial do gráfico da tensão de tração na flexão em função do deslocamento das amostras AC2, AI2 e AP3.	147
Figura 4.52 – Curvas de tensão à flexão em função da deformação com as respectivas áreas indicativas da tenacidade dos corpos de prova AC2, AI2 e AP3. Os valores de tenacidade estão expressos em J/mm^2 .	150
Figura 4.53 – Ensaio DMA 1 – Curvas das forças estática e dinâmica aplicadas e da temperatura, em função do tempo.	151
Figura 4.54 – Ensaio DMA 1 – Média, por segmento, do módulo de armazenamento e da força total aplicada, para as frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).	152
Figura 4.55 – Ensaio DMA 1 - Média, por segmento, do módulo de armazenamento e da deformação, para as frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).	153
Figura 4.56 – Ensaio DMA 1 - Médias do módulo de perda, por segmento, em função da força total aplicada, nas frequências de 1, 2,5 , 5, 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).	154
Figura 4.57 – Ensaio DMA 1 - Médias do módulo de perda, por segmento, em função da deformação, nas frequências de 1, 2,5 , 5, 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).	155
Figura 4.58 – Ensaio DMA 1 - Curvas de módulo armazenamento E' (1 Hz) e de módulo de Perda E'' (1 e 10 Hz) em função do tempo, acompanhadas pela curva da $\tan \delta$ em função do tempo, a partir das médias de cada um dos 9 segmentos iniciais à temperatura ambiente.	156

Figura 4.59 – Ensaio DMA 1 - Tensão de tração na flexão em função da deformação nas frequências de 1, 2,5 , 5, 10 e 20 Hz , a partir das médias de cada um dos 9 segmentos iniciais à temperatura ambiente.	157
Figura 4.60 – Ensaio DMA 1 - Curvas da força total sob a frequência de 1 Hz e do deslocamento em função do tempo, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo na faixa entre 135 e 185 minutos de ensaio.	158
Figura 4.61 – Ensaio DMA 2 – Condições gerais de ensaio: Curvas de força estática e de força dinâmica média em função do tempo, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo, na frequência de 1 Hz.	159
Figura 4.62 – Ensaio DMA 2 – Curvas de módulo de armazenamento em função do tempo nas frequências de 1, 2,5 , 5, 10 e 20 Hz, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo.	160
Figura 4.63 – Ensaio DMA 2 – Curvas de módulo de perda E'' em função do tempo nas frequências de 1, 2,5 , 5, 10 e 20 Hz, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo.	161
Figura 4.64 – Ensaio DMA 2 - Módulo de armazenamento E' (1 Hz) e módulo de perda E'' (1 e 10 Hz) em função do tempo, acompanhados pela curva da temperatura em função do tempo.	162
Figura 4.65 – Ensaio DMA 2 - Deslocamento e temperatura em função do tempo.	163
Figura 4.66 – Ensaio DMA 2 - Módulo de armazenamento (1 Hz), de deslocamento e temperatura em função do tempo.	164
Figura 4.67 – Ensaio DMA 2 - Módulo de perda (1 Hz), de deslocamento e da temperatura em função do tempo.	165
Figura 8.1 – Curvas com os valores de diâmetro do círculo de área equivalente em função da temperatura para três amostras de Vikaflex® entre 400 e 1.050° C.	184
Figura 8.2 – Gráfico com as curvas do diâmetro do círculo de área equivalente e do lado do quadrado de área equivalente em função da temperatura.	185

Figura 8.3 – Curvas sobrepostas das áreas do círculo equivalente, do quadrado equivalente e da média das áreas medidas diretamente através das imagens dos ensaios. 186

Figura 8.4 – Curvas com os valores de força em função do deslocamento obtidas através dos ensaios de compressão uniaxial das oito amostras. Os ensaios foram realizados com velocidade de carregamento de 0,1 e de 50 mm/min. 190

Figura 8.5 – Curvas com os valores de força em função do deslocamento obtidos nos ensaios de compressão uniaxial. Este gráfico, similar ao da Figura 8.4, teve o eixo x interrompido em 3 mm, para proporcionar melhor visualização das curvas mais curtas. 191

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Transformações correntes na queima de corpos cerâmicos triaxiais (argila, feldspato, quartzo)	12
Tabela 2.2 – Xisto retornado da formação de Irati: Composição química elementar e óxidos equivalentes	30
Tabela 2.3 – Composição química do xisto retornado e do xisto calcinado por difratometria de raios X	36
Tabela 2.4 – Seleção de aplicações adequadas às características do Vikaflex [®] sugeridas pelo fabricante	41
Tabela 4.1 – Composição química do Vikaflex [®] e do gesso acartonado hidrófugo obtida por FRX	77
Tabela 4.2 - Composição mineral quantitativa do Vikaflex [®] obtida pelo método de Rietveld a partir de DRX	78
Tabela 4.3 - Valores de volume e densidade aparentes, de porosidade aberta, volume de fase sólida, porosidade fechada e porosidade total das amostras intactas (A) e das amostras lixadas (B) para densidade específica a gás hélio de 2,6929 g/cm ³	84
Tabela 4.4 – Valores de porosidade para amostras sem cobertura vítrea identificados pelos diferentes métodos e as respectivas faixas de diâmetro de poros	93
Tabela 4.5 – Valores de parâmetros diferenciados para amostras lixadas e intactas, submetidas a 2 hs de imersão em água a 100° C ou a 24 hs de imersão em água à temperatura ambiente (26° C)	95
Tabela 4.6 – Valores de densidade de diversos materiais e do Vikaflex [®]	98
Tabela 4.7 – Valores de parâmetros para amostras de gesso acartonado hidrófugo submetidas a 2 hs de imersão em água à temperatura ambiente (23° C)	99
Tabela 4.8. – Temperaturas características de transformação de materiais selecionados da literatura, e temperaturas medidas para o Vikaflex [®]	102
Tabela 4.9 – Composição química do gesso que compõe o miolo da placa de gesso acartonado hidrófugo, obtida a partir de análise térmica	133

Tabela 4.10 – Condutividade térmica média do Vikaflex [®] em formatos diversos e sua média geral	134
Tabela 4.11 – Condutividade térmica média do gesso acartonado	135
Tabela 4.12 – Condutividade térmica de diversos materiais e do Vikaflex [®]	136
Tabela 4.13 – Valores de tensão máxima, de deformação axial na tensão máxima e de módulo de Young obtidos para as amostras submetidas a ensaio de compressão uniaxial com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min	140
Tabela 4.14 – Valores de módulo de elasticidade de diversos materiais tabelados, incluindo os valores obtidos experimentalmente para o Vikaflex [®]	141
Tabela 4.15 – Valores de tensão máxima e de deformação na tensão máxima das amostras submetidas a ensaio de resistência à tração na flexão com velocidade de carregamento de 0,3 mm/min	145
Tabela 4.16 – Resistência à tração na flexão para diversos materiais tabelados, e incluindo os valores obtidos experimentalmente para o Vikaflex [®]	148
Tabela 4.17 – Aplicações consideradas adequadas às características do Vikaflex [®] a partir da caracterização do material	168
Tabela 8.1 - Valores de massa, volume, densidade aparente, porosidade aberta e absorção de água das amostras intactas (A) e das amostras lixadas (B)	187
Tabela 8.2 – Valores obtidos através de picnometria por gás hélio	188
Tabela 8.3 – Porosidade média obtida por microtomografia de raios X	188
Tabela 8.4 – Condutividade térmica do Vikaflex [®] em formatos diversos, medidas individuais e suas médias	189
Tabela 8.5 – Valores de tensão máxima, de deformação axial na tensão máxima e de módulo de Young obtidos para as amostras submetidas a ensaio de compressão uniaxial com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min e respectivos valores médios	192

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

A – área

A_0 - área da seção transversal original

AA – absorção de água

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

Al - alumínio

Al_2O_3 – óxido de alumínio

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

AT – análise térmica

b - dimensão horizontal

c - distância do centro à superfície externa

C – carbono

Ca – cálcio

CaO – óxido de cálcio

CMC – compósitos de matriz cerâmica

Co - cobalto

CO – monóxido de carbono

CO₂ – gás carbônico

c_p – calor específico

Cr - cromo

CV – coeficiente de variação

d_a – densidade aparente

DMA – análise dínamo-mecânica

DRX – difratometria de raios x

DSC – análise térmica diferencial

DTA – análise térmica diferencial

DTG – derivada da curva de análise termogravimétrica

E' – módulo de elasticidade

E'' – módulo de perda

E^* - módulo complexo

E_c – módulo de elasticidade na compressão

EDS – espectrometria de energia dispersiva de raios x

EPS – poliestireno expandido
 F_c - força aplicada por compressão
 F_f – força aplicada por flexão
Fe - ferro
 Fe_2O_3 – óxido de ferro III
 F_f - carga aplicada na flexão
FRX – fluorescência de raios x
 h - altura
 h – diferença entre medidas de DSC
HCl – ácido clorídrico
 H_2S – ácido sulfídrico
 I - momento de inércia
 k – condutividade térmica
K - potássio
 $KAlSi_2O_6$ – leucita
 K_2CO_3 – carbonato de potássio
 K_2O – óxido de potássio
 L -distância entre apoios
 L – lado
 l_0 - dimensão original
 m - massa
 M - momento fletor
MA – microscopia de aquecimento
 m_d – massa seca
MDF - *Medium-Density Fiberboard*
MEV – microscopia eletrônica de varredura
Mg – magnésio
MgO – óxido de magnésio
Mn – manganês
MnO – óxido de manganês
 m_w – massa úmida
Na – sódio
 Na_2CO_3 – carbonato de sódio

Na_2O – óxido de sódio
NBR – norma brasileira registrada
 NH_4OH – hidróxido de amônio
 O_2 – oxigênio
P - fósforo
 P_2O_5 – óxido de fósforo
 P_c – porosidade fechada
 P_o – porosidade aberta
 P_t – porosidade total
S – enxofre
Si – silício
SiC – carbeto de silício
 SiO_2 – dióxido de silício ou anidrido silícico
 SO_3 – óxido sulfúrico ou anidrido sulfúrico
SrO – óxido de estrôncio
 t - tempo
 T – temperatura
T - tenacidade
TG - termogravimetria
Ti – titânio
 TiO_2 – óxido de titânio
 V – volume de poros
 V_a – volume aparente
 V_c – volume de poros fechados
 V_o – volume de poros abertos
 V_s – volume da fase sólida
 V_w – volume de água deslocada
Zr - zircônio
 ZrO_2 – dióxido de zircônio ou zircônia cúbica

Símbolos gregos

α – coeficiente de expansão térmica linear

α_L - coeficiente de expansão térmica em um ponto

α_v - coeficiente de expansão térmica volumétrica

$\alpha_{\Delta L}$ – coeficiente de dilatação térmica linear entre o ponto inicial e um ponto

ρ_a – densidade aparente

ρ_f – densidade de flutuabilidade

ρ_w – massa específica da água

Δl - variação de deslocamento

ΔL – variação de comprimento

ΔT – variação de temperatura

ε – deformação

$\bar{\sigma}$ – tensão

$\bar{\sigma}_c$ – tensão na compressão

$\bar{\sigma}_f$ - tensão de tração na flexão

$\bar{\sigma}_r$ – tensão de ruptura

\emptyset - diâmetro

1 – INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

A produção de resíduos sólidos é característica da atividade humana. A visão tradicional de que os resíduos e rejeitos não são parte da produção industrial e a despreocupação sobre o seu impacto ambiental, têm conduzido aos altos níveis de poluição que a sociedade enfrenta hoje. O aumento da quantidade de resíduos descartados promove o desafio de proteger a humanidade das consequências de sua própria atividade (SEADON, 2010, VERGARA, TCHOBANOGLOUS, 2012).

A atividade industrial está permanentemente sendo pressionada para reduzir custos e preço final de produtos e processos, aumentar a qualidade e inovar. Mais recentemente vem sendo também pressionada para manter sua produção nos limites da sustentabilidade. O componente ambiental já está sendo posicionado como elemento fundamental e determinante para o sucesso no competitivo ramo industrial, levando a avanços no conceito da eliminação de rejeitos, bem como na produção de resíduos reutilizáveis. O aumento da conscientização sobre a importância de todas as etapas produtivas, com a inclusão da disposição final dos produtos e rejeitos, transformou a estabilização e solidificação de rejeitos em ações meramente aceitáveis do ponto de vista ambiental. A escalada da produção de rejeitos ou subprodutos e o alto custo para sua destinação vêm incentivando a pesquisa para desenvolvimento de produtos que imobilizem e aproveitem resíduos diversos, atendendo às premissas da Agenda 21 e, desta forma, reduzindo o passivo ambiental industrial. Paralelamente, a progressiva exaustão dos recursos naturais em virtude da atividade da indústria mineral oferece um vasto campo ao desenvolvimento de produtos e processos inovadores, que criem opções para o acesso popular aos bens básicos e a uma melhor qualidade de vida a partir da otimização desta indústria, especialmente pelo uso do que é hoje considerado como refugo da atividade (SEADON, 2010, VERGARA, TCHOBANOGLOUS, 2012, RAUPP-PEREIRA, *et al.*, 2006, FONSECA, 1990).

Nota: Segundo a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), em vigor a partir de 2014, o termo resíduo sólido trata de materiais que podem ser submetidos a conserto, reutilização ou reciclagem; enquanto o termo rejeito corresponde a um tipo específico de resíduo sólido que não aceita mais reaproveitamento ou reciclagem e cujo destino é o aterro sanitário ou incineração.

Neste sentido, materiais cerâmicos vêm sendo desenvolvidos para suprir necessidades oriundas da densificação das cidades e do avanço nos padrões de qualidade e conforto. O isolamento térmico e acústico é cada vez mais valorizado, e o espaço disponível para obtê-lo, cada vez mais exíguo. As espumas cerâmicas estão entre os materiais com estrutura propícia ao isolamento termo acústico, entretanto sua obtenção a baixo custo e em formatos predefinidos é ainda tema de pesquisas.

No Brasil, desde 1987 o Ministério da Ciência e Tecnologia incentiva a pesquisa de materiais cuja produção envolva o uso de resíduos industriais como parte do chamado “desafio dos novos materiais” (BRASIL, 1987). Tal incentivo propiciou pesquisas voltadas para uma destinação produtiva dos resíduos da industrialização do xisto pirobetuminoso, uma vez que seu retorno à mina provoca liberação de dióxido de enxofre e sua exposição às intempéries provoca a geração de água acidificada. O rejeito da industrialização do xisto é descartado em volume expressivo em São Mateus do Sul (PR), onde funciona uma usina da Petrobrás que produz óleo combustível a partir do folhelho pirobetuminoso da formação Irati. Este complexo industrial processa 7.800 toneladas de xisto betuminoso por dia, produzindo cerca de 4.000 barris de óleo combustível, 120 toneladas de gás combustível, 90 toneladas de nafta, 75 toneladas de enxofre utilizado em produtos agrícolas e 45 toneladas de gás liquefeito (SANTOS, 2010). O processo, chamado “Petrosix”, produz óleo de xisto através de sua retortagem em atmosfera redutora na faixa de 480 a 590° C, gerando cerca de 80 a 90 % do volume da matéria prima utilizada em matriz inorgânica do xisto descartável. Um volume de rejeitos da ordem de 6.500 toneladas de xisto retortado é gerado por dia (FONSECA, 1986, FONSECA, 1990, SANTOS, 2010).

Diversos materiais cerâmicos têm sido desenvolvidos a partir do processamento térmico do xisto. Blocos, placas, filtros, telhas, vidros e vitrocerâmicos vêm sendo pesquisados e produzidos a partir do xisto, como pode ser visto no item 2.2.2. Importantes pesquisas vêm sendo desenvolvidas no Brasil, visando a caracterização e uso de resíduos de xisto. Os pesquisadores buscam a criação de vidros e cerâmicos de baixo custo, possuidores de propriedades das cerâmicas avançadas. Entre os novos produtos estão materiais leves para construção, vidros e vitrocerâmicas.

Argilas piroexpansíveis já são comercializadas na forma de argila expandida, a qual é utilizada na produção hidropônica e no paisagismo, como substrato e como material de acabamento poroso; a argila expandida é igualmente utilizada na forma de agregado

leve em concretos e na fabricação de jeans desbotados (*stonewashed*). É importante notar que este tipo de produto não precisa de controle dimensional, apenas aproveitando a piroexpansão descontrolada característica do material durante a sua queima. O Vikaflex[®] é uma espuma cerâmica produzida a partir de um tratamento específico aplicado a argilas piroexpansíveis presentes no xisto pirolisado. O material é moldado e sinterizado de forma a tirar partido de sua expansibilidade natural, mas dentro de um processo controlado. Esta tecnologia de fabricação possibilita o desenvolvimento de características importantes para o produto, tais como porosidade e formato final pré-programados. Sua baixa densidade pode proporcionar redução do custo da construção, no que concerne ao montante total de concreto e ferro utilizados (FONSECA, 2011, FONSECA, 2014).

Representando um novo produto e com características promissoras para diferentes aplicações ele ainda não foi objeto de qualquer investigação sistemática de suas características, de maneira a melhor embasar seu uso. Assim, o presente trabalho visa caracterizar a espuma cerâmica, denominada Vikaflex[®], a qual é fabricada a partir de xisto pirobetuminoso retornado da Usina de São Mateus do Sul (PR), Brasil. Após uma caracterização química e mineralógica, é analisada a sua estrutura porosa, bem como sua potencial fluotabilidade em água. A fim de avaliar seu comportamento quando sujeito a altas temperaturas, é analisada sua resposta ao tratamento térmico, tendo sido determinadas as temperaturas características de transformação de forma e de fase. É ainda estudado o processo de geração de poros através de piroexpansão propiciada por sua fase vítrea e determinados os valores de calor específico em função da temperatura através de calorimetria diferencial de varredura (DSC), tendo ainda sido efetuada a medida de sua condutividade térmica e de seu coeficiente de expansão térmica em função da temperatura. As propriedades mecânicas, importantes para sua aplicação mesmo sem ser elemento estrutural, são também analisadas por meio de ensaios de flexão, compressão e análises dínamo-mecânicas.

2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – ASPECTOS DA TECNOLOGIA CERÂMICA

A cerâmica é uma das mais antigas artes. Do ponto de vista da arte pela arte, sofre do pecado original de ter tido conotação utilitária... Isto porque nos primórdios do homem, o barro se amoldava gentilmente à vontade dele, indo pela sua mão ao encontro da sua necessidade.

Veja-se uma comparação entre o barro e o metal, simbolizando a paz e a guerra, o serviço e a traição, a vida e a morte. Um era usado para resolver os problemas da sobrevivência: a casa, a panela, o prato; o outro nasceu para cortar, dilacerar, conquistar, punir. (CIDRAES, 1987)

O termo “produto cerâmico” tem um dos significados mais abrangentes dentre os produtos das diversas áreas industriais.

Uma associação imediata nos remete à louça doméstica. Neste campo podemos listar os serviços de jantar, de chá e café, os utensílios de processamento pré-cozimento e de apresentação de refeições, e, ainda, os utensílios para cozimento, propriamente, como pirex, panelas e formas. Podemos acrescentar, também, artefatos de decoração e peças de arte e artesanaria.

Entretanto a indústria cerâmica abrange produtos como tijolos, pisos, azulejos, peças de banheiro, utensílios para laboratórios, próteses dentárias, eletro cerâmicas, revestimento de foguetes, espelhos para telescópios, cápsulas para material radioativo, sendo estes últimos incluídos no campo das cerâmicas avançadas.

Os produtos cerâmicos tradicionais são usualmente compostos por uma base, ou corpo, em massa cerâmica, e por um revestimento, que pode se constituir de um engobe, de uma camada de vidrado sobreposta a um engobe ou apenas de um vidrado. O corpo cerâmico providencia a forma e estabilidade do produto, sendo a característica primeira para diferenciação entre as diversas qualidades de produtos cerâmicos.

Estes corpos cerâmicos podem ser densos ou porosos, sendo que os corpos cerâmicos considerados densos podem ainda ser divididos entre coloridos (por exemplo, aqueles que contêm óxido de ferro) e brancos.

Os corpos porosos compreendem a cerâmica comum, a terracota, a majólica (faiança) e as espumas. Os corpos densos abrangem os grés e as porcelanas, as cerâmicas de cordierita (*fireproof ware*) e as vitrocerâmicas (RADO, 1988).

As cerâmicas celulares se constituem numa variedade altamente porosa, que tira partido desta porosidade para os mais diversos fins.

Os vidros comerciais se constituem, em sua maioria, por vidro alcalino, vastamente utilizado na indústria do vidro plano e na do engarrafamento e frascaria. Composição semelhante, com adição de óxido de bário, é utilizada para o vidro de serviço de mesa. Vidros com grande proporção de óxido de chumbo formam os cristais, ou cristais de chumbo. Altos teores de sílica proporcionam vidros resistentes aos choques térmicos, tipo pirex. As fibras necessitam de vidros isentos de álcalis. Os vidros óticos possuem composições as mais diversas, eventualmente incluindo a adição de terras raras ou fluoretos. Vidros especiais abrangem uma vasta diversidade de formulações e usos, especialmente decorrentes do aprofundamento científico na área das cerâmicas avançadas. Os vidros e vidrados recobrem grande parte das peças cerâmicas, e estão igualmente presentes na composição final de alta percentagem destes produtos (NORTON, 1973).

2.1.1 - MATÉRIAS PRIMAS CERÂMICAS BÁSICAS

Uma característica interessante dos materiais cerâmicos tradicionais é o fato de que eles são produzidos a partir de poucos componentes, sendo os mesmos relativamente abundantes na crosta terrestre (Figura 2.1).

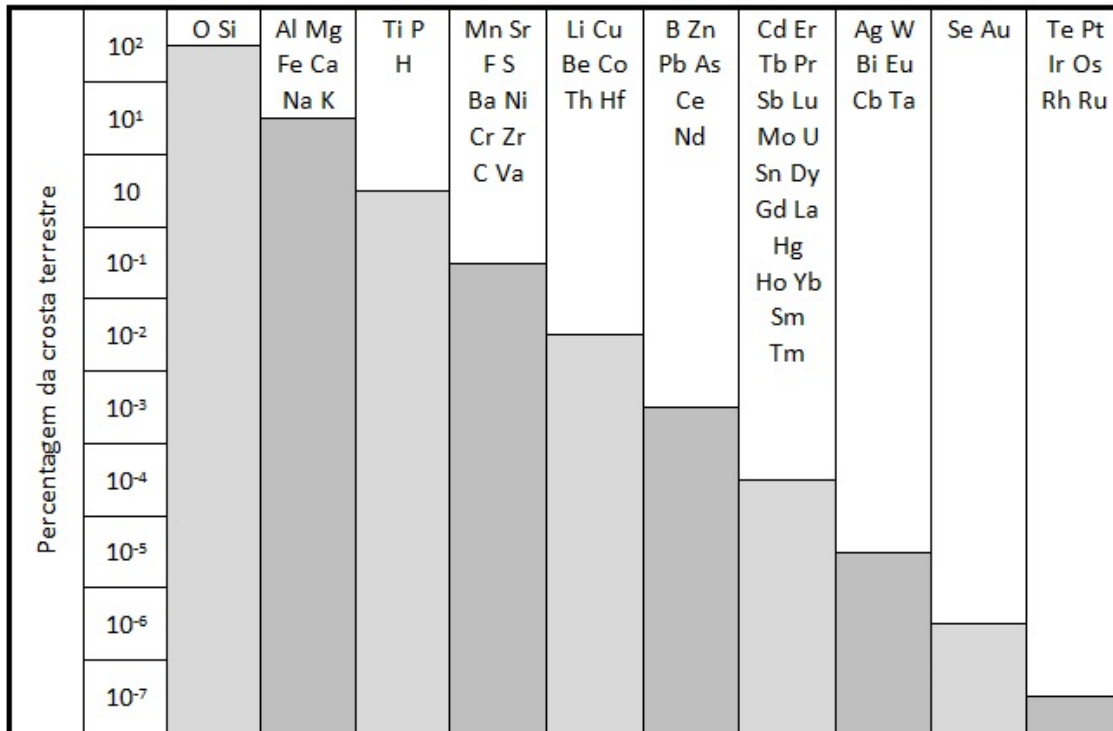


Figura 2.1 – Abundância relativa dos elementos químicos em função da porcentagem da crosta terrestre, baseado em NORTON (1973).

ARGILA

Argilas constituem-se majoritariamente de sílicatos e alumina, sendo a base dos corpos cerâmicos por sua capacidade de ser moldada quando da adição de água, retendo uma forma permanente, e adquirindo a resistência mecânica adequada ao seu uso a partir de sua sinterização. Na composição das argilas há uma série de impurezas, em decorrência de seu processo particular de formação. Tais impurezas podem consistir de minerais ou matéria orgânica.

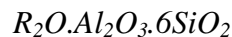
As argilas possuem duas características diferenciadas em relação a outros materiais: podem ser conformadas a frio, mantendo sua forma, e, após tratamento térmico adequado, podem manter a forma em que foram conformadas. Daí, portanto, a origem do moderno termo cerâmica, que deriva do grego “coisa queimada”, *keramos*, que hoje abrange desde peças de cerâmica tradicional a produtos vítreos obtidos a partir de processos cerâmicos avançados (NORTON, 1973, GIARDULLO, 1987).

SÍLICA

O dióxido de silício (SiO_2) constitui cerca de 59% da composição da crosta terrestre, tratando-se do mais importante dentre os óxidos formadores de vidro. Encontra-se presente na grande maioria dos produtos cerâmicos, em especial na forma de quartzo, quartzito ou areia (NORTON, 1973, MAIA, 2003).

FELDSPATO

Os feldspatos estão entre as substâncias mais utilizadas na composição dos materiais cerâmicos, especialmente dos vidrados. Seu custo é baixo, sua composição é razoavelmente constante, possui baixa contaminação por ferro e outros elementos indesejáveis e são utilizados como fundentes nas massas e vidros, como fonte de alumínio nos vidros, e como fonte de álcalis insolúvel em água em vidrados e esmaltes. Seus óxidos constituintes possuem ação vitrificante (SiO_2), estabilizante (Al_2O_3) e fundente (K_2O e/ou Na_2O). Sua fórmula geral é:



Mas são encontrados em diferentes composições (MAIA, 2003):

- Feldspato Misto: $0,4\text{Na}_2\text{O} \ 0,6\text{K}_2\text{O} \ \text{Al}_2\text{O}_3 \ 6\text{SiO}_2$
- Feldspato Sódico: $\text{Na}_2\text{O} \ \text{Al}_2\text{O}_3 \ 6\text{SiO}_2$
- Feldspato Potássico: $\text{K}_2\text{O} \ \text{Al}_2\text{O}_3 \ 6\text{SiO}_2$
- Feldspato Plagioclásio: $\text{CaO} \ \text{Al}_2\text{O}_3 \ 4\text{SiO}_2$

As argilas, os minerais de sílica e o feldspato constituem o tripé sobre o qual repousa a grande maioria dos produtos cerâmicos tradicionais.

A Figura 2.2 apresenta um diagrama pseudo-ternário com a composição genérica de diversos produtos cerâmicos, o qual foi baseado no diagrama triaxial com as composições genéricas de vários corpos de cerâmica branca de NORTON (1973). A figura mostra os produtos cerâmicos a partir de 100% dos três grupos de componentes essenciais: sílica, argila e feldspato. São visíveis as variações graduais em suas composições, com os produtos incorporando propriedades uns dos outros, gerando uma

vasta zona de interseção em que convivem produtos com diferentes usos, porém com formulação básica similar (RANGEL, 2002).

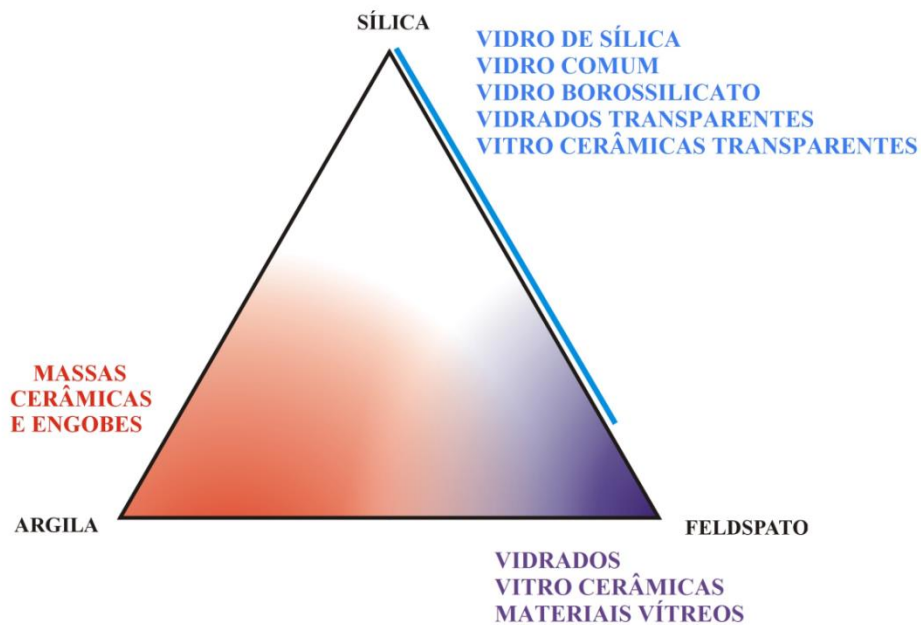


Figura 2.2 – Diagrama pseudo-ternário para os produtos cerâmicos, proposto com base nos principais tipos de matérias-primas (RANGEL, 2002).

2.1.2 - ETAPAS DO PROCESSAMENTO CERÂMICO TRADICIONAL

Para que uma massa seja transformada em peça cerâmica por tratamento térmico tradicional é necessário que seja submetida a uma sequência de etapas que visam criar e preservar o formato desejado para a função que vai exercer. Uma massa previamente composta e preparada deve ser conformada, densificada, ter sua resistência mecânica aumentada e sua forma final estabelecida pela sinterização para se transformar em uma peça cerâmica. O processo utilizado para conformação pode ter cunho artesanal ou industrial, e pode ser escolhido entre: modelagem, prensagem a seco, extrusão, moldagem plástica e colagem (NORTON, 1973). Em seguida procede-se à secagem e à queima do corpo verde.

A queima é a etapa em que uma peça verde, recém-conformada e seca, ainda sem resistência mecânica, torna-se um produto durável e mecanicamente resistente. Nesta operação podem manifestar-se defeitos de fabricação não observados anteriormente. Por outro lado, produtos cerâmicos fabricados sem defeitos podem também adquiri-los durante a etapa de queima, se a mesma não for adequadamente programada e/ou

conduzida (PENNISI, 1991) Uma característica dos produtos cerâmicos é a importância da curva de queima específica para cada produto. Caso se trate de um composto envolvendo mais de um destes produtos, é necessária a busca de uma curva de queima que contemple as rampas e patamares ideais para os dois materiais (FUNK, 1982, AMORÓS, *et al.*, 1996)

Esta etapa é constituída por uma fase inicial de pré-queima, seguida pela fase de sinterização e pelo resfriamento. Durante a pré-queima ocorrem transformações com perda de massa e as matérias-primas podem ser termicamente decompostas. No caso das argilas, estas podem ser desidroxiladas ou, no caso de componentes orgânicos, os mesmos podem ser queimados propriamente, restando apenas componentes inorgânicos após a queima. Durante a sinterização, a qual é, usualmente, a etapa posterior à das decomposições térmicas e último processo a que a massa é submetida antes do resfriamento da peça acabada, as altas temperaturas aplicadas promovem reações em estado sólido entre os óxidos inorgânicos formados na pré-queima, com simultânea densificação do meio. Esta densificação dá-se pela ligação entre partículas dos produtos formados, seja através de uma fase líquida ou por um processo de transferência de massa entre partículas, com conseqüente diminuição da porosidade do meio. A taxa de sinterização pode sofrer influência da densidade inicial, da dimensão das partículas, da temperatura, do tempo, da taxa de aquecimento e da atmosfera do forno (GERMAN, 1991).

Ainda na fase de pré-queima, à medida que é elevada a temperatura, ocorrem as reações preliminares: o material orgânico é decomposto e carbonatos e sulfatos podem ser decompostos durante sua calcinação. A 573° C o quartzo sofre uma transformação reversível na estrutura cristalina de quartzo alfa para quartzo beta, que é acompanhada por uma dilatação de até 2% de seu volume. Os processos com decomposição são geradores de gases que buscam um caminho para a superfície da peça através dos poros ainda interconectados e de uma eventual camada externa de vidro em pó (caso da monoqueima). Estes processos podem gerar, juntamente com outras transformações cristalinas que possam ocorrer sem liberação de gases, uma série de variações dimensionais que exigem procedimentos de queima cuidadosos, tanto no aquecimento quanto no esfriamento (FERRARI, *et al.*, 2000, KINGERY, *et al.*, 1975, RADO, 1988). No início do processo de sinterização por transferência de massa há a formação de ligações entre as partículas. Estas ligações ocorrem a partir do crescimento de pescoços

nos pontos de contato entre elas. No caso de formação de fases vítreas, a sinterização se dá pela ação da fase líquida respectiva, que, a altas temperaturas, atua como ligante das substâncias sólidas presentes. Esta é a origem das importantes mudanças de propriedade associadas à sinterização, tais como dureza, tenacidade, transparência, resistência e porosidade (GERMAN, 1991, RADO, 1988). Mecanismos de transporte diversificados, com destaque para os processos difusivos, provocam o crescimento destes pescoços devido ao movimento de massa. Os processos difusivos são ativados termicamente, o que significa que é necessário haver uma quantidade mínima de energia para induzir átomos ou íons a se liberar do local de origem para outros espaços disponíveis. A tendência da sinterização é buscar a redução da área de contorno de grãos, reduzindo a tensão superficial. Durante a sinterização as ligações entre partículas vão se transformando. Inicialmente são geradas ligações entre as partículas soltas, num estágio em que os vazios entre as mesmas estão interconectados, iniciando a redução do volume dos poros. A partir de então há redução do volume dos poros. Embora ainda permaneça a conexão entre eles, contornos de grãos vão se formando nos contatos, até o ponto de caminharem, comumente no sentido de aumento do tamanho dos grãos. Este movimento pode ser acompanhado pelo isolamento de poros. A distância entre os centros de partículas é reduzida e a estrutura multiparticulada desaparece. Quando a temperatura atinge valores de sinterização por fase líquida, alguns dos produtos minerais presentes começam a interagir e a formar uma fase líquida que atua como ligante e que no resfriamento se transforma em fase vítrea do produto solidificado. Quanto mais a temperatura sobe, mais fase líquida é formada e mais baixa é a sua viscosidade, de modo que ela se torna capaz de começar a ligar os grãos cristalinos uns com os outros, causando a retração da peça e aumento de sua densidade. Paralelamente ao desenvolvimento da fase líquida, a peça deixa de apresentar o comportamento de um sólido rígido, permitindo deformações plásticas a partir da aplicação de um esforço sobre ela. Esta faixa de temperatura é denominada fase pirolástica (FUNK, 1982, GERMAN, 1991, RADO, 1988).

Os produtos cerâmicos são suscetíveis a deformações pirolásticas permanentes nesta faixa de temperatura, as quais podem ter efeito negativo sobre alguns produtos pela alteração no formato final desejado para os mesmos. As deformações pirolásticas agem de forma mais incisiva sobre corpos com alto teor de fase líquida durante a sinterização, caso em que se incluem os produtos que demandam baixa porosidade. Nos casos em

que estas deformações comprometam a qualidade do produto final, a piroplasticidade deve ser controlada. O controle pode ser estabelecido por meio de mudanças na formulação do corpo verde ou através do aumento de sua densidade, permitindo uma redução no volume de fase líquida necessária para a redução da porosidade, ou, ainda, através do controle do aumento da viscosidade da fase líquida, pelo controle da temperatura de operação.

Nesta etapa são geradas as principais propriedades do corpo compacto. Quando é atingida a proporção de cerca de 8% de porosidade, os poros tornam-se esféricos e já não constituem retardo ao crescimento de grãos. Estes poros isolados e esféricos são sinal de uma sinterização efetiva. A retração decorrente da queima é relativa à densificação, isto é, à eliminação de poros no interior da peça. Se a temperatura permanece subindo e a formação de vidro continua, tal será a proporção da peça transformada em líquido, que ela não mais suportará seu próprio peso, deformando-se e entrando em colapso (GERMAN, 1991, GABBAI, 1987).

É interessante lembrar que a altas temperaturas a sinterização ocorre mais rapidamente, portanto é necessário menos tempo para o decurso destes processos, para atingir um mesmo grau de sinterização (GERMAN, 1991, GABBAI, 1987).

A Tabela 2.1 apresenta as principais reações que usualmente ocorrem durante a pré-queima e a sinterização de corpos cerâmicos tradicionais, suas respectivas faixas de temperatura e a variação aproximada da coloração observada no interior da câmara do forno (CANOTILHO, 2003, GERMAN, 1991).

Tabela 2.1 - Transformações correntes na queima de corpos cerâmicos triaxiais tradicionais (argila, feldspato, quartzo)

Adaptado de CANOTILHO (2003) e GERMAN (1991).

Temp. (° C)	Cor da Mufla	Transformação
100-200		Perda de água absorvida nos poros e água coordenada com cátions trocáveis de argilas.
200-300		A matéria orgânica presente pode iniciar pirólise e combustão, formando produtos residuais carbonosos. A gibsita, quando presente, também inicia sua desidroxilação. Ambas as ocorrências prolongam-se até a próxima faixa de temperatura.
300-400		A estrutura cristalina dos minerais argilosos é alterada pela remoção dos grupos de "OH". Esta desidroxilação de caulinita para metacaolinita é acompanhada por grande aumento de porosidade. A pirofilita exhibe marcante expansão.
400-700		A matéria orgânica na forma de materiais carbonosos começa a oxidar ou entrar em combustão. Continuam as desidroxilações. A pirofilita se expande cada vez mais.
573		Ocorre a inversão de quartzo alfa para quartzo beta. (dilatação ~ 2%)
700-950		A pirofilita atinge a expansão máxima. Os carbonatos se decompõem entre 790 e 870° C. A metacaolinita sofre mudanças e se rearranja como espinélio.
950-1100		Destruição da estrutura da mica. O talco se decompõe em protoenstatita e vidro. O espinélio originado pela metacaolinita se transforma em pequenos cristais de mulita, causando um pico exotérmico. A pirofilita se converte em mulita e vidro.
1100-1200		O feldspato começa a fundir ou promover fusões com outros óxidos. O feldspato potássico se decompõe em leucita ($KAlSi_2O_6$) e vidro, enquanto o feldspato sódico entra em fusão. A argila e a cristobalita se dissolvem em fases líquidas. Conforme o vidro se forma, ele se distribui, aumentando a densificação da microestrutura, com redução da porosidade e aumento do encolhimento.
> 1200		A protoenstatita do talco se transforma em clinoenstatita. A mica se transforma em alumina e vidro. Crescem as agulhas de mulita. A proporção de fase vítrea aumenta enquanto a proporção de quartzo se reduz; a maioria dos poros já se encontra fechada. A porosidade total atinge seu valor mínimo.

Paralelamente às transformações químicas, os materiais cerâmicos experimentam transformações de forma e dimensão durante o tratamento térmico, especialmente se as temperaturas ultrapassarem o limite da sinterização, e estas transformações funcionam como sinalizadores de importantes etapas do processamento. O formato típico destes pontos de transformação tem sido identificado, analisado e mensurado com o auxílio de microscópios de aquecimento. Entretanto há poucos métodos normativos para este tipo de análise, o que faz com que continuem sendo baseados em metodologia originalmente destinada à avaliação das temperaturas características de deformação, esfera, semiesfera e fusão de cinzas, as quais possuem composição muito parecida com a dos produtos cerâmicos. A mais antiga referência a temperaturas características é encontrada na norma alemã DIN 51730, que precedeu as normas ASTM D 1857 e ISO 5540.

Para reduzir o grau de retração durante o processo de sinterização é comum a introdução de uma percentagem de chamote na formulação de alguns produtos cerâmicos. Chamote é o termo utilizado para materiais cerâmicos já queimados, residuais de algum processo anterior, que são recuperados e utilizados em processos cerâmicos depois de submetidos a uma moagem adequada (TORTORI, 2000). A redução do grau de retração por ele obtido decorre do fato de se tratar de um produto cerâmico previamente sinterizado, não sofrendo, portanto, retração adicional ao voltar a ser submetido às mesmas condições de temperatura (DWECK, 2014).

Os corpos cerâmicos podem ser submetidos a processos de mono ou de bi-queima. Neste último, o processo de primeira queima atinge uma faixa de temperatura entre 800 e 1000° C, e gera o vulgarmente chamado “biscoito”. Biscoito é o corpo cerâmico queimado a uma temperatura suficiente para adquirir tenacidade ou resistência mecânica que permita seu manuseio para a aplicação de vidrado cerâmico, mas que não se aproxime do ponto de sinterização o bastante para uma excessiva redução da porosidade. O biscoito deve estar limpo, seco e apresentar porosidade suficiente para absorver a água da suspensão no momento da esmaltação, de forma que as substâncias formadoras do vidrado fiquem depositadas na superfície da peça. O vidrado cerâmico, ou esmalte, é um recobrimento de natureza vítrea, usualmente aplicado sobre a peça em ponto de biscoito, após seu resfriamento, sob a forma de suspensão.

Para promover a vitrificação do esmalte é necessária uma segunda queima da peça cerâmica, que permita que os minerais formadores do vidrado alcancem o ponto de fusão. Entretanto é importante que a viscosidade não seja demasiado reduzida, de forma

que o vidrado se mantenha na peça, sem escorrimento, transformando-se, assim, numa cobertura contínua e impermeável. A segunda queima atinge temperaturas entre 1050 e 1400° C, variando esta temperatura em função do ponto de sinterização da massa utilizada. O vidrado deve ser formulado para que seu ponto de fusão ideal coincida com a temperatura de sinterização da massa cerâmica que vai servir-lhe de suporte.

No caso da mono-queima, mais utilizada em fabricação industrial de pisos e azulejos, o vidrado é aplicado no corpo verde antes da única etapa de queima a que será submetido, e deve ser formulado para que seu ponto de fusão se situe acima da temperatura de pré-queima, para evitar deformações superficiais, pela ação dos gases evolidos.

O ponto de sinterização é uma característica marcante das diferentes variedades de massas cerâmicas. As massas são classificadas em grupos, de acordo com a faixa de temperatura em que este se encontre. Também os vidrados e engobes podem ser classificados de acordo com as mesmas faixas de queima em que se inserem. O uso da classificação dos produtos cerâmicos em três faixas de temperatura é atualmente o mais comum. As faixas de temperatura que determinam a classificação dos produtos cerâmicos são (BRUGUERA, 1986, TORTORI, 2000).

- Baixa Temperatura – Queima entre 940 e 1050° C.
- Média Temperatura – Queima entre 1050 e 1200° C.
- Alta Temperatura – Queima acima de 1200° C.

Os corpos cerâmicos densos necessitam de temperaturas de queima acima de 1200° C para adquirirem a baixa porosidade que os caracteriza.

As queimas também podem variar em função do tipo de atmosfera gerada na câmara do forno durante o processo.

As queimas cerâmicas típicas podem ocorrer em dois tipos de atmosfera:

- Atmosfera oxidante, que é rica em O₂ (oxigênio) e CO₂ (gás carbônico) gerado pela combustão dos componentes orgânicos das peças ou de carbonatos decompostos termicamente.
- Atmosfera redutora, aquela da qual foi retirado o O₂, usualmente por meio da inserção de material combustível no interior da câmara do forno e fechamento da chaminé. A atmosfera redutora na câmara do forno promove formação de CO (monóxido de carbono), que reage com óxidos metálicos presentes que possam

ser reduzidos. A retirada de O₂ tem por consequência alterações em vários óxidos colorantes, que se transformam de óxidos em metais, ou em óxidos dos respectivos metais com menor grau de oxidação.

Cada produto cerâmico possui um ciclo de queima apropriado às transformações termoquímicas geradas pela combinação de componentes determinados de cada produto e catalisadas pelo calor, as quais ocorrem em temperaturas específicas, como pode ser visto na Figura 2.3.

O objeto de interesse do presente trabalho, o Vikaflex[®], é sinterizado a 1140° C, encontrando-se, portanto, inserido na faixa de queima dos produtos cerâmicos de média temperatura, sendo que sua queima ocorre em atmosfera oxidante. No que tange às matérias primas, ele é composto pelo resíduo da exploração de óleo combustível; trata-se de um subproduto da retortagem do xisto betuminoso. No que concerne ao seu processamento como matéria prima para produção do Vikaflex[®], o minério residual da retortagem é moído até atingir uma distribuição granulométrica específica sendo, então, conformado por moldagem sob pressão. O corpo verde deve possuir a compactação adequada à geração de uma estrutura de espuma cerâmica através da aplicação do tratamento térmico adequado à sua piroexpansão e sinterização.

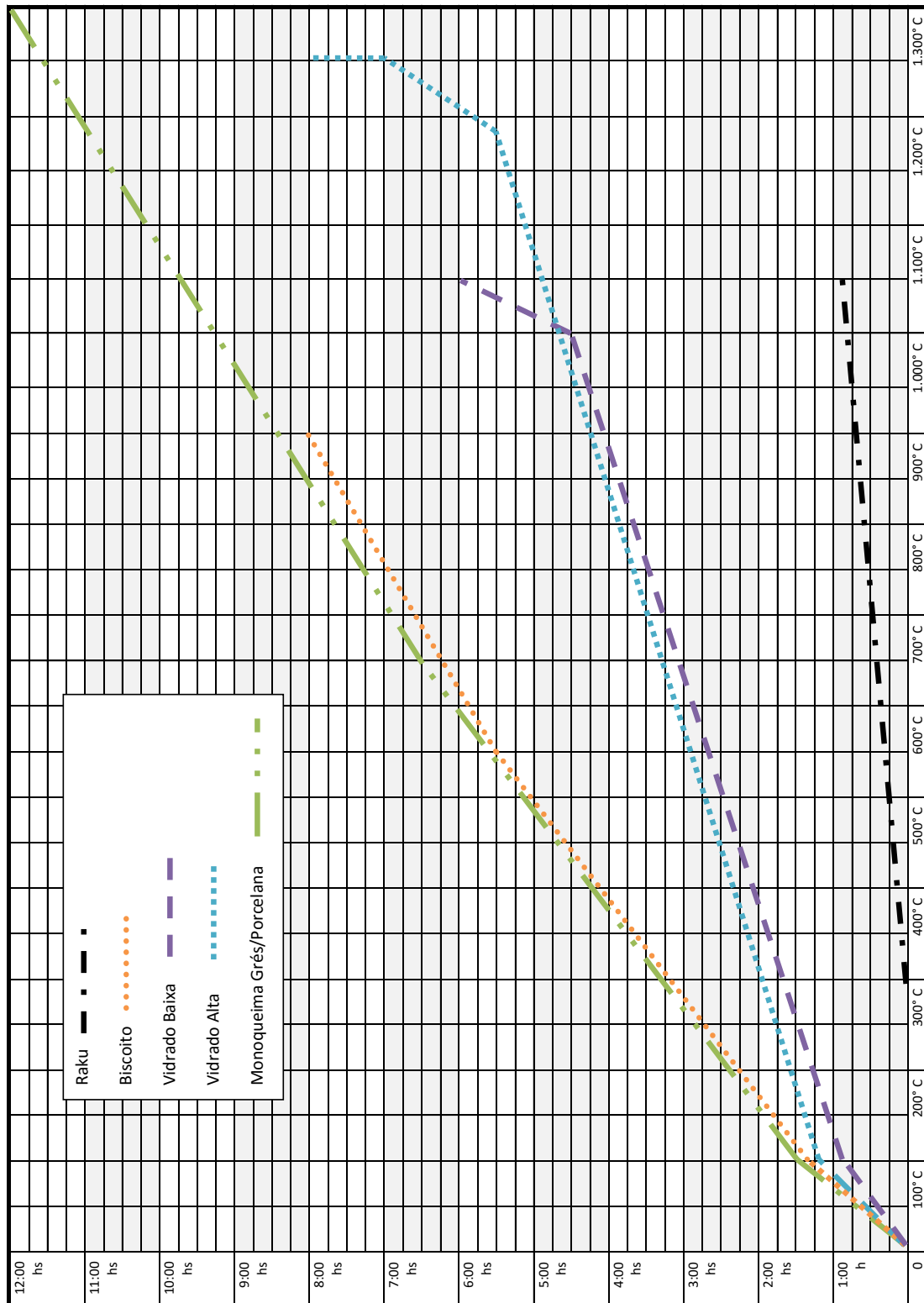


Figura 2.3 – Curvas de queima para produtos cerâmicos consagrados. Adaptado de BRUGUERA (1986) e TORTORI (2000).

2.1.3 – VARIAÇÕES DIMENSIONAIS NO PROCESSAMENTO

Eventuais variações térmicas impostas aos materiais são regularmente acompanhadas por variações dimensionais reversíveis ou não (NORTON, 1973, KINGERY et al., 1975, HAMMETTER, 1991). A expansão térmica reversível decorre de um aumento na amplitude das vibrações do átomo em relação a uma posição média, a qual provoca um maior espaçamento médio entre os átomos. As energias atrativas e repulsivas variam de forma assimétrica com o maior distanciamento entre os átomos, sendo que é observada uma mudança mais significativa na componente de repulsão. Portanto este aumento da amplitude de vibração entre posições energeticamente equivalentes conduz a um aumento da separação atômica, o qual proporciona uma expansão geral da rede. (KINGERY et al., 1975, HAMMETTER, 1991, MARINO, 1997, LEE et al., 2008).

Variações dimensionais diferenciais ou muito intensas ao longo da queima podem provocar defeitos nas peças, e o surgimento de defeitos decorrentes da queima frequentemente varia com as taxas de aquecimento e esfriamento utilizadas. A técnica de determinação de uma curva de queima ideal para porcelanas foi detalhada por FUNK (1982). A partir dos dados obtidos pelas curvas reversível e irreversível, observados em conjunto com a análise térmica diferencial (DTA) do material, o pesquisador propôs um método de geração de curvas de queima com variações na taxa de aquecimento em fases críticas como a desidroxilação (500-550° C), que provoca contração da argila enquanto o feldspato permanece em dilatação, e durante a transformação de quartzo α em β (573° C), que causa um grande incremento na expansão (FUNK, 1982, AMORÓS, 2001b).

A fim de se obter curvas dilatométricas de um material podem ser quantificadas a variação térmica volumétrica ou a variação térmica linear. Usualmente a relação matemática entre estes coeficientes de expansão térmica é expressa na equação E-1:

$$\alpha_v = 3\alpha \quad (E-1)$$

sendo α_v o coeficiente de expansão térmica volumétrica e α o coeficiente de expansão térmica linear (SHELBY et al., 1991, MARINO, BOSCHI, 1998).

Tradicionalmente as curvas dilatométricas são construídas a partir dos valores de coeficiente de expansão linear, que foi adotado neste estudo com a finalidade de facilitar a leitura e o entendimento comparativo com dados da literatura em geral.

A expansão térmica é uma propriedade cuja magnitude varia de acordo com o eixo cristalográfico, depende da espécie de ligação entre os átomos e de seu arranjo espacial. Cristais com simetria cúbica possuem dilatação isotrópica, enquanto cristais assimétricos apresentam dilatação diferenciada, de acordo com o eixo cristalográfico, o que gera tensões internas. Estes cristais tendem a uma maior isotropia à medida que é elevada a temperatura. Entretanto, a maior parte das aplicações se encontra direcionada para a mudança de volume de materiais policristalinos ou vidros amorfos. No caso dos materiais policristalinos, as medições resultam em uma espécie de média da magnitude da expansão nos diversos eixos. Os vidros, não sendo materiais cristalinos, apresentam expansão isotrópica (KINGERY et al., 1975, HAMMETTER, 1991, MARINO, 1997, RUSSEL, 1994, MARINO, BOSCHI, 1998).

O comportamento dilatométrico dos vidros pode ser dividido em duas faixas separadas por uma terceira e mais curta, denominada transição vítrea. Os materiais vítreos comportam-se como sólidos elásticos até esta faixa de transição vítrea. Nesta condição sólida são chamados vidros. Acima da faixa de transição vítrea comportam-se como fluidos viscosos. Dentro da faixa intermediária, os materiais vítreos apresentam um comportamento viscoelástico, intermediário (SHELBY et al., 1991, MARINO, BOSCHI, 1998).

Por simplicidade, é usual a utilização do coeficiente de expansão térmica medido experimentalmente, por meio do uso de dilatômetro, como referência de caracterização de um material sob este aspecto. Entretanto este coeficiente é determinado para uma faixa de temperatura restrita, geralmente entre 20 e 300° C. No caso dos produtos cerâmicos tradicionais compostos de base cerâmica e revestimento vítreo, o estudo dilatométrico oferece outros desafios. Tendo em vista o comportamento diferenciado destes dois materiais, um cristalino e outro amorfo, é necessário o acompanhamento de ambos os materiais ao longo de toda a curva de queima, tanto no aquecimento como no esfriamento, muito acima da faixa mais comum de mensuração. É, portanto, necessária a obtenção e estudo das curvas de dilatação reversível e irreversível dos mesmos para o estudo de compatibilização dos dois materiais. Desta forma será possível determinar a temperatura de acoplamento efetivo, além de outros pontos característicos da curva dilatométrica, tais como ponto de amolecimento e ponto de transição vítrea (MARINO, 1997, MARINO, BOSCHI, 1998).

A microscopia de aquecimento é uma excelente ferramenta para determinação dos pontos de perda de estabilidade da forma (*softening point*), de esfera, de semi esfera e de fusão. A possibilidade de visualização da amostra ao longo do tratamento térmico facilita a observação destas alterações de forma especialmente clara, além de permitir a obtenção da curva dilatométrica da amostra sem a interferência da pressão exercida pela haste dos dilatômetros. A microscopia de aquecimento viabiliza, ainda, a medição de diferentes dimensões da amostra, e em direções diversas, durante o tratamento térmico, o que possibilita a determinação de eventual anisometria em suas variações dimensionais (AMORÓS, 2001a, MARINO, BOSCHI, 1998a). Esta técnica permite, também, a mensuração de amostras com grande proporção de fase líquida, já que os ensaios são efetuados com a amostra apenas pousada sobre uma fina lâmina de platina, sem contato direto com o equipamento, evitando danos ao mesmo, o que faz possível o acompanhamento do comportamento do material até sua fusão completa.

2.1.4 - CERÂMICAS CELULARES

Quando o homem constrói grandes estruturas ele usa sólidos densos como aço, concreto e vidro. Porém, quando a natureza faz o mesmo, ela geralmente usa materiais celulares como madeira, ossos e corais. Deve haver boas razões para isto. Os materiais celulares permitem a otimização simultânea da rigidez, resistência e massa de uma dada aplicação. (ASHBY, 1983)

As cerâmicas celulares são materiais cerâmicos dotados de alta porosidade. Constituem-se por arranjos de células ocas, os quais podem ser bidimensionais, como as que formam o grupo das colmeias, ou podem ser tridimensionais, como as que formam o grupo das espumas cerâmicas. Este último é de nosso interesse especial, pois é onde se situa a espuma cerâmica que é o objeto do presente estudo (ASHBY, 1983).

Espumas cerâmicas

As espumas cerâmicas possuem elevada fragilidade, bem como elevada área superficial. Sua morfologia promove baixa resistência mecânica, enquanto sua composição provê alta resistência química. Outras qualidades típicas das cerâmicas celulares são a alta

refratariedade, a baixa condutividade térmica, a baixa densidade e a massa reduzida (ORTEGA *et al.*, 2003, DONADEL *et al.*, 2008).

As espumas cerâmicas podem ser fechadas, no caso das paredes das células permanecerem íntegras; podem ser abertas, quando existem apenas arestas das células; ou podem ser parcialmente abertas ou fechadas, caso esse em que sua permeabilidade varia de acordo com a maior ou menor conectividade existente entre os poros de que se constituem (DONADEL *et al.*, 2008).

Existe uma grande variedade de aplicações para as espumas cerâmicas. Entre elas podem ser citadas (FONSECA, 1990, NORTON, 1973, DONADEL *et al.*, 2008).

- filtros para altas temperaturas,
- isolantes térmicos,
- suportes para catalisadores,
- materiais biocerâmicos e
- compósitos de matriz cerâmica (CMC).

Existe, igualmente, uma grande diversidade de espumas cerâmicas, que variam em composição, porosidade, formato e interconectividade, ou não, de poros. Cada espécie de espuma cerâmica se coaduna com uma gama de usos. Para tanto, as variantes de produção são adequadas a estes usos, de forma a que se possa obter o máximo proveito do potencial que este material oferece. Além de sua composição, o método de conformação é decisivo para sua adequação ao uso (Fonseca, 2013). As espumas cerâmicas podem ser produzidas por uma diversidade de métodos. Os principais métodos de processamento utilizados são:

- Réplica,
- Incorporação de aditivos de sacrifício,
- Gelcasting de espumas cerâmicas,
- Incorporação de espuma aquosa,
- Geração de bolhas e
- Piroexpansão

- *Réplica*

O método de réplica é constituído pela impregnação de uma espuma pirolisável orgânica sólida, através de sua imersão em uma suspensão cerâmica aditivada. Esta espuma conformará o corpo cerâmico, e pode proporcionar a produção de corpos cerâmicos com níveis de porosidade entre 40 e 95%, e poros com dimensões entre 200µm e 3mm. O processo funciona como uma colagem de barbotina na espuma, de forma que, ao ser pirolisada a espuma original, sua réplica em material cerâmico permaneça íntegra, formando uma espuma cerâmica similar à original, como pode ser visto na Figura 2.4. Diversos materiais celulares, sejam sintéticos ou naturais, podem ser utilizados como modelo para este método. Um inconveniente é a contaminação da atmosfera pelos gases decorrentes da queima da espuma, no caso mais comum das esponjas poliméricas. Outro problema é a grande irregularidade das paredes dos poros, decorrente principalmente de danos à sua estrutura causados pela diferença entre o coeficiente de expansão térmica das fases orgânica e inorgânica. Este método é considerado um precursor da produção deliberada de cerâmicas macro porosas e é hoje largamente utilizado na produção de filtros para metal fundido, vem sendo também pesquisado para uso como suporte para fotocatalisadores (STUDART *et al.*, 2006, FALK, 2013, DONADEL *et al.*, 2008, HIRSCHMANN, 2008, MONTANARO *et al.*, 1998, FORMANSKI *et al.*, 2007, SILVEIRA *et al.*, 2007).



Figura 2.4 – Preparação de espuma cerâmica pelo método de réplica.

Etapas da produção:

- Escolha de espuma precursora;
 - Preparação de suspensão cerâmica;
 - Impregnação da suspensão na espuma;
 - Remoção do excesso e secagem;
 - Extração do material precursor por pré-calcinação, gerando microestrutura semelhante à da espuma precursora e.
 - Sinterização da estrutura cerâmica.
- *Incorporação de aditivos de sacrifício*

O método de incorporação de aditivos de sacrifício consiste na preparação de uma massa ou suspensão cerâmica à qual é posteriormente incorporada uma espécie de aditivo sólido com características adequadas ao tipo e porte da porosidade da espuma que se deseja produzir. Normalmente são adicionados materiais orgânicos pirolisáveis, de maneira que apenas a fase cerâmica permaneça após a finalização da queima. Desta forma o espaço originalmente ocupado pelo aditivo se transformará em poro na espuma

pronta, como pode ser visto na Figura 2.5, gerando um material poroso adequado ao uso como isolante térmico, inclusive na forma de pisos com dupla camada (NOVAIS *et al.*, 2014).

Uma grande variedade de materiais de sacrifício tem sido utilizada na formação de poros, a qual inclui orgânicos naturais e sintéticos, sais, líquidos, metais e compostos cerâmicos. O uso de aditivos líquidos como água, óleo ou fases sólidas de fácil sublimação (como naftaleno, ou naftalina), evita a contaminação da atmosfera pelos gases decorrentes da queima de orgânicos, eventuais tratamentos térmicos extraordinariamente longos e o risco de fissuras na estrutura durante a pirólise. Aditivos de sacrifício como sais e partículas cerâmicas e metálicas são usualmente extraídos por meios químicos, tais como lavagem em água ou ataque ácido. Este método possibilita a produção de cerâmicas porosas com estrutura mais regular e resistente que o método de réplica, com uma distribuição de tamanhos de poros hierárquica ou não, sendo que sua porosidade se encontra na faixa de 20 a 90%, enquanto seus poros podem apresentar dimensões entre 1 e 700 μm (STUDART *et. al.*, 2006, FONSECA, 2013, HIRSCHMANN, 2008).

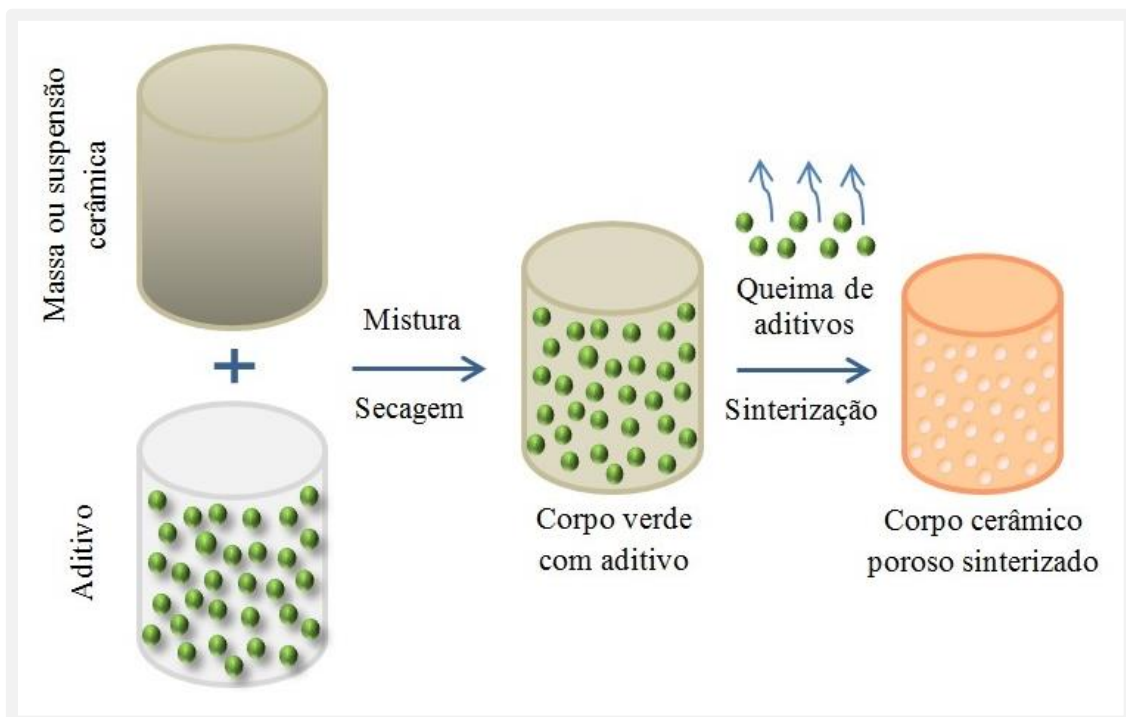


Figura 2.5 – Preparação de espuma cerâmica pelo método de incorporação de aditivo de sacrifício.

Etapas da produção:

- Escolha de aditivo adequado à porosidade desejada;
 - Preparação de massa ou suspensão cerâmica;
 - Incorporação de aditivo de sacrifício e secagem;
 - Extração do aditivo por pirólise, gerando porosidade proporcional ao material adicionado e
 - Sinterização da espuma cerâmica.
-
- *Gelcasting de espumas cerâmicas*

Este método parte de uma suspensão cerâmica previamente preparada com dispersantes à qual são adicionados monômeros orgânicos e agente espumante, e produz espumas com poros abertos e interconectados. Esta suspensão é submetida a aeração, transformando-se em uma espuma. A polimerização dos monômeros orgânicos é efetuada *in situ*, o que leva a espuma cerâmica a se estabilizar num reticulado tridimensional. Os radicais livres formados durante a polimerização reagem com o oxigênio, o que provoca a limitação do processo em presença do mesmo. O material, já na forma de esponja, é gelificado e retirado do molde, sendo então procedida a secagem e o tratamento térmico, produzindo um material adequado para uso como filtro de metais fundidos e de gases quentes, e como suportes catalíticos. Este processo pressupõe algumas desvantagens: os monômeros utilizados são tóxicos, e podem, eventualmente, tratar-se de agentes cancerígenos, e a polimerização *in situ* do material dificulta o controle do volume dos poros. O método produz espumas com poros abertos e interconectados, com tamanhos que podem variar de 10 a 2.000 μm (SOUSA *et al.*, 2009).

Etapas da produção (SOUSA *et al.*, 2009):

- Produção de suspensão cerâmica com argila em pó, água e dispersantes;
- Adição de monômeros orgânicos e de agente espumante com posterior aeração da suspensão, transformando-a em espuma;
- Polimerização *in situ* dos monômeros orgânicos;
- Estabilização da espuma cerâmica num reticulado tridimensional;

- Reação dos radicais livres formados durante a polimerização com o oxigênio, limitando o processo em sua presença;
- Secagem e tratamento térmico após a gelificação do material.

- *Incorporação de espuma aquosa*

Trata-se de um aperfeiçoamento do método de obtenção de espumas cerâmicas por *gelcasting*. A geração de espuma *in situ*, como efetuada no *gelcasting*, possui a desvantagem de dificultar o controle do tamanho dos poros. No caso da incorporação de espuma aquosa, isto é, de uma espuma constituída por um aglomerado de bolhas de ar ou gás formadas por películas de água, a espuma é produzida em separado, em condições controladas, e posteriormente inserida em uma suspensão cerâmica, como pode ser visto na Figura 2.6. Este método produz espumas adequadas ao uso em filtros de metais fundidos, queimadores de gás, suporte para catalizadores, membranas, isolantes térmicos, sensores, materiais biocerâmicos. Esta suspensão é formada inicialmente por amido e água, aos quais são adicionados alumina, alginato e agente dispersante, todos eles atóxicos. A suspensão é consolidada através da alteração no valor da força iônica e do seu pH, sem necessidade de controle de atmosfera (ROMANO, PANDOLFELLI, 2006).

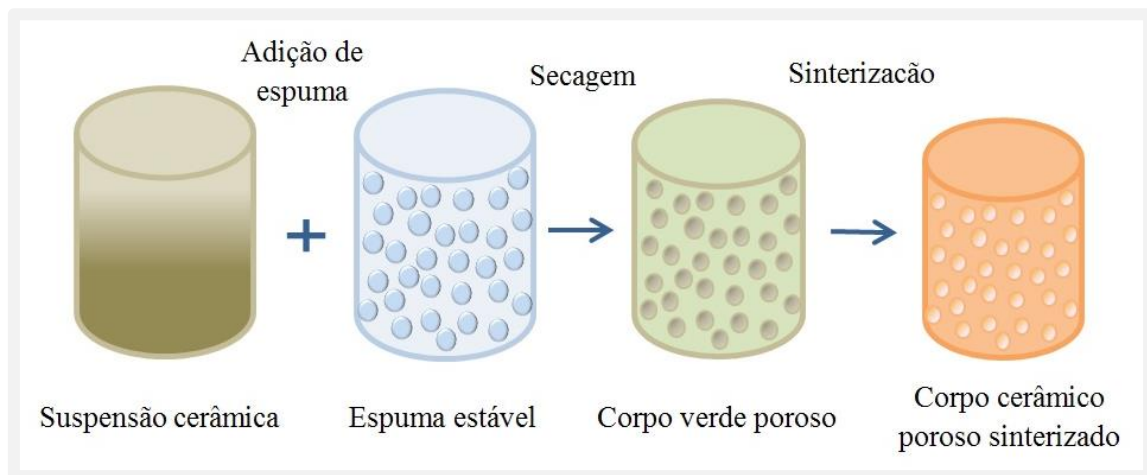


Figura 2.6 – Preparação de espuma cerâmica pelo método de incorporação de espuma aquosa.

Etapas da produção:

- A espuma é produzida separadamente e adicionada à suspensão.
 - Mistura-se água e agente espumante por agitação;
 - Após a adição de estabilizante e viscosificante, obtém-se uma espuma estável.
 - Após a dissolução de amido em água, adição de alumina, alginato e dispersante, formando a suspensão cerâmica;
 - Adição da espuma à suspensão;
 - Adiciona-se o agente consolidador;
 - Consolidação da suspensão devido a alteração no valor da força iônica e no pH; e
 - Secagem e sinterização.
 - Processamento sem aditivos tóxicos.
-
- *Geração de bolhas*

Este método aproveita o potencial de desprendimento de gás de alguns materiais para transformar suspensões cerâmicas em espumas com qualidades isolantes térmicas, adequadas ao uso como divisórias em construções e no preenchimento leve para lajes. Inicia-se pela produção de uma suspensão cerâmica de composição adequada ao corpo cerâmico desejado. A esta suspensão são adicionados materiais que evoluam gás, criando a estrutura porosa de uma espuma. A suspensão é submetida ao tratamento necessário ao desprendimento do gás. Algumas das substâncias propelentes são o carbetto e o hidróxido de cálcio, o sulfato de alumínio e o peróxido de hidrogênio. Metais que evoluem hidrogênio, isto é, metais que liberam hidrogênio em decorrência de sua reação química com um ácido, formando um sal correspondente, podem ser adicionados a uma suspensão ácida (Mg, Ca, Cr, Mn, Fe e Co), enquanto o alumínio (Al) é adequado ao uso em meio básico. Para obter uma espuma homogênea devem ser adicionados agentes espumantes. A espuma formada deve ser curada e depois pirolisada, sendo, por fim, efetuada a sinterização do corpo cerâmico assim conformado, obtendo-se uma espuma cerâmica, como pode ser acompanhado através da Figura 2.7. Esta técnica permite a produção de espumas cerâmicas com células de pequenas

dimensões e com porosidade fechada, o que não é possível obter, por exemplo, pelo método de réplica (HIRSCHMANN, 2008, MONTANARO et al., 1998, BERNARDIN et al., 2007, PENG et al., 2000, SEPULVEDA, BINNER, 1999, DAGOSTIM, 2008)

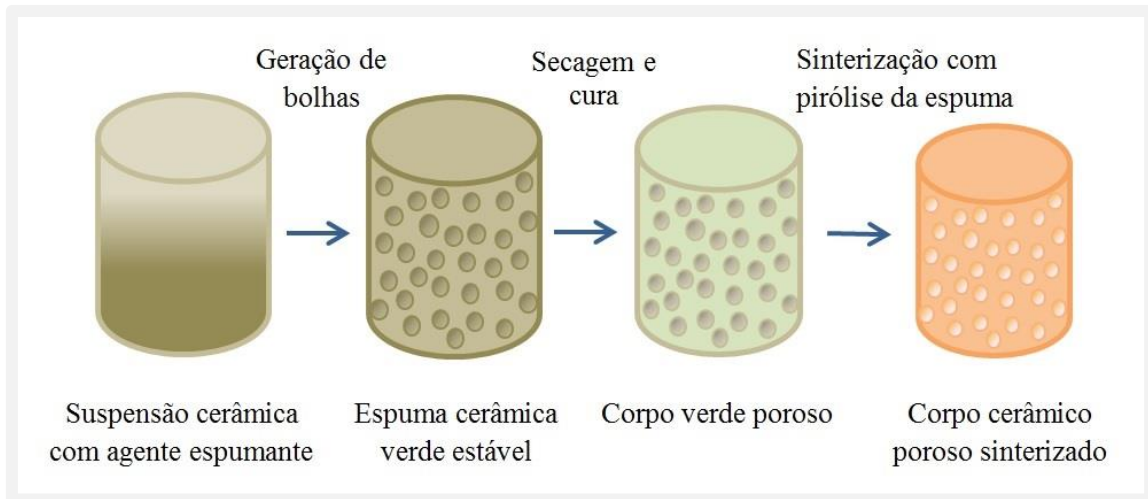


Figura 2.7 – Preparação de cerâmica porosa pelo método de geração de bolhas.

Etapas da produção:

- Produção de suspensão cerâmica com os constituintes desejados;
- Tratamento da suspensão de modo a evolver um gás, criando bolhas, tornando o material esponjoso;
- Podem ser misturadas argilas a diversos propelentes como carbetos e hidróxido de cálcio, sulfato de alumínio e peróxido de hidrogênio, sendo que em meio ácido podem ser utilizados metais que evoluem hidrogênio, como Mg, Ca, Cr, Mn, Fe e Co; em meio básico normalmente é utilizado Al;
- Agitação, cura e pirólise da espuma; e
- Sinterização do esqueleto cerâmico.

- *Piroexpansão*

Trata-se de um processo de produção de cerâmicas porosas por geração de poros que se utiliza do potencial de piroexpansão natural de alguns materiais. As argilas piroexpandidas são produzidas por este processo, como pode ser visto na Figura 2.8.

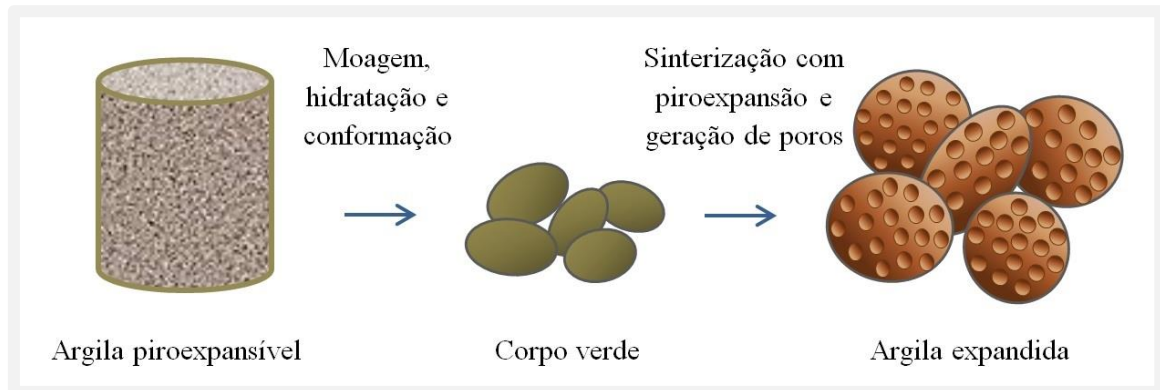


Figura 2.8 – Processamento da argila expandida.

Etapas da produção:

- Produção da massa com características piroexpansíveis;
- Conformação das peças (usualmente por extrusão); e
- Sinterização com piroexpansão.

O Vikaflex[®], objeto do presente trabalho, também adquire uma estrutura porosa em consequência da composição de sua matéria prima. Seu processamento utiliza a piroexpansão característica do xisto retornado, a geração de poros é decorrente de processos térmicos específicos de sua composição original, conforme descrito no item 2.2.3.

2.2 – XISTO E MATERIAIS CERÂMICOS DERIVADOS

2.2.1 – XISTO E SEU PROCESSAMENTO INDUSTRIAL NO BRASIL

O xisto oleífero da Formação de Irati, particularmente na região de São Mateus do Sul, PR, se apresenta em duas camadas bem definidas com uma espessura média de 5,5m e 3,5m, respectivamente, com teor de matéria orgânica médio de 10% a 15%, intercaladas por um depósito rico em carbonatos de cálcio e magnésio.

No processo Petrosix executado pela Petrobrás é utilizada uma carga de xisto com diâmetros de 12 mm a 75 mm, composta pela “homogeneização” das duas camadas oleíferas. Dessa forma, o xisto retornado obtido continuamente no processo Petrosix apresenta homogeneidade aceitável para ser considerado como matéria prima. (FONSECA, 1990)

O xisto retornado é basicamente composto por argilominerais em sua fração inorgânica, na forma de minerais cristalizados. Após a retortagem persiste uma parcela reduzida de matéria orgânica, apenas carbono em sua forma elementar (FONSECA, 1990).

Segundo FONSECA (1990), a composição do xisto não sofre alterações qualitativas apreciáveis decorrentes do processo de retortagem, já que as partículas que alimentam o processo possuem grandes dimensões, causando diferença significativa entre a temperatura interior e a temperatura superficial das pedras de minério durante o aquecimento. Foi verificado por difração de raios x que os argilominerais localizados no interior das pedras foram preservados, enquanto os minerais presentes na faixa mais externa sofreram desorganização sob o efeito do calor. A sua composição é apresentada na Tabela 2.2 (FONSECA, 1990).

Este material já deu ensejo a diversos estudos efetuados no intuito de desenvolver materiais comercializáveis a partir de resíduos. Materiais cerâmicos, vítreos e vitro cerâmicos, agregados leves, carga para compósito, porcelanato, meios porosos para suporte catalítico, catalizador $\text{SO}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{S}$ e aproveitamento de quartzo, de feldspato, de pozolana, a partir do xisto retornado, foram pesquisados com resultados positivos (FONSECA, 1990, MARINO, BOSCHI, 1998a).

Tabela 2.2 – Xisto retortado da formação de Irati: Composição química elementar e óxidos equivalentes

Baseado em FONSECA (1990).

Elemento	Xisto retortado	Óxido equivalente	Xisto retortado
	% (peso)		% (peso)
Si	27,0	SiO ₂ anidrido silícico	57,4
Al	6,4	Al ₂ O ₃ óxido de alumínio	12,1
Fe	5,8	Fe ₂ O ₃ óxido de ferro	8,3
Ti	0,36	TiO ₂ óxido de titânio	0,60
Mn	0,05	MnO óxido de manganês	0,07
Ca	1,1	CaO óxido de cálcio	1,5
Mg	1,0	MgO óxido de magnésio	1,6
Na	1,1	Na ₂ O óxido de sódio	1,5
K	1,7	K ₂ O óxido de potássio	2,0
P	0,18	P ₂ O ₅ óxido de fósforo	0,43
S	3,7	-	-
C	3,8	Perda ao fogo	14,7

2.2.2 - PRODUTOS CERÂMICOS DESENVOLVIDOS A PARTIR DE XISTO

Diversos materiais vêm sendo desenvolvidos a partir do xisto, utilizando-se de uma grande variedade de agregados.

Exemplos dos materiais cerâmicos produzidos a partir dele, são:

- Blocos de construção foram produzidos com o uso de resíduos de argila em pó (2 a 25%), xisto em pó (10 a 35%), lama de fundo de rio (5 a 15%), partículas cerâmicas e outros resíduos processados e sinterizados, os quais se adequam à construção de paredes de alta resistência e com bom isolamento termo acústico, reduzindo gastos com energia (XU, LI *et al.*, 2013).
- Um tijolo aerado foi composto por resíduos de xisto betuminoso (20 a 30%), cinzas volantes (25 a 30%), cimento, pó de mica, resíduos de fabricação de produtos cerâmicos e outros, de baixo custo e alto isolamento térmico. Sua fabricação envolveu as etapas usuais do processamento cerâmico e o tijolo resultante pode ser utilizado para a construção de paredes, sejam elas auto portantes ou não (JIN, CHEN, 2013).
- Placas de espuma cerâmica termo isolante foram criadas a partir de 50 a 80% de xisto, 20 a 40% de clínquer, 10 a 16% de cal, incluindo ainda dolomita, calcita, zircônia e carbetto de silício. O método inclui a remoção do ferro existente nas matérias primas, além de sua trituração, moagem, agitação, homogeneização, remoção de ferro, filtragem, granulação por aspersão, queima a 1200° C e posterior corte para o formato final desejado. O produto permite a reciclagem de rejeitos industriais, reduzindo custos (HOU, MAO, 2013)
- A fabricação de uma espuma cerâmica usou o xisto como sua principal matéria-prima. Sua composição química consiste de SiO₂ (50-70%), Al₂O₃ (10-20%), CaO + MgO (3-8%), Fe₂O₃ (5-10%), K₂O + Na₂O (1-6%), ZrO₂ + SiC + C (1-2%) em percentagem da massa. Seu método de preparação inclui a trituração e mistura de 65 a 95% em xisto, 5 a 35% em matérias primas (areia de rocha, calcita e/ou dolomita) e 0,4 a 5,0% em compostos inorgânicos. A sinterização é seguida por pulverização, granulação por aspersão, secagem, nova pulverização e granulação, adição de água e nova granulação. O material é peneirado volta a ser sinterizado para gerar uma fase vítrea de alta viscosidade. É resfriado lentamente e, depois de desenformado, é cortado para adquirir as dimensões desejadas. Esta espuma cerâmica apresentou grande dureza, resistência à flexão, resistência à compressão e resistência ao choque térmico (JIN, JIN, 2012).

- O xisto de Bornova-Izmir, no oeste da Turquia, sofreu avaliação como uma matéria-prima adequada à produção de cerâmica vermelha sinterizada. Após testes específicos foi escolhida a composição de 98% de xisto de Bornova com adição de 2% de borato concentrador de resíduos de Bogadic sinterizada a 1.100° C como sendo o lote ideal (COLAK, OZKAN, 2011).
- Um tijolo sinterizado, composto por xisto (30-98%), escória residual (0-40%), e agregado leve (2-50%), revelou bom isolamento térmico e reduzido peso específico, podendo ser usado para a fabricação de paredes, sejam autoportantes ou não (WENG, 2009).
- Foi verificada a adequação de várias combinações de xistos e argilas oriundos de resíduos de mineração para a fabricação de telhas e tijolos cerâmicos. Os xistos foram considerados adequados como componente não plástico na composição destes produtos (SHIL'TSINA, SELIVANOV, 1998).

Parte dos estudos tratou da produção de vidros ou vitro cerâmicos a partir do xisto:

- Uma espuma cerâmica vítrea possuindo alta resistência mecânica, peso reduzido, preservação de calor e isolamento térmico foi preparada com resíduo de xisto betuminoso como principal matéria-prima, e adição de materiais auxiliares. Foram utilizados o agente espumante carbonato de cálcio e o agente estabilizante fosfato de sódio a 4% e 6% respectivamente. As condições ideais obtidas para o processo de tratamento térmico foram: temperatura de formação de espuma a 1080° C, tempo de formação de espuma de 15 minutos, e taxa de aquecimento de 14° C/min. A formação de espuma e o processo de cristalização das amostras ocorrem após o tratamento térmico que inclui pré-aquecimento, sinterização, formação de espuma, estabilização e recozimento (FENG *et al.*, 2008).
- Foi desenvolvida uma espuma vítrea que utiliza o xisto como matéria-prima à qual é adicionada a proporção adequada de agente espumante (pós de carbetto de silício) e de agente estabilizante no cadinho. A espuma de vidro é obtida por formação de poros a altas temperaturas. O produto revela baixa condutividade térmica, propriedades mecânicas adequadas e elevada estabilidade química. Esta espuma vítrea apresenta densidade entre 0,15 e 0,5 g/cm³, condutividade térmica

entre 0,23 e 0,60 W/mK, além de resistência à compressão entre 0.5 e 5 MPa (LI, LIU, 2014).

- Um vidro com bolhas foi fabricado por meio de um processo que envolve o preenchimento de um molde com xisto piroexpansível na forma de pós finos e grossos. Antes da queima pode ser adicionada ao xisto uma percentagem adequada de substâncias geradoras de gás, de pó de carvão, de fundentes, de bórax, de Na_2CO_3 , de K_2CO_3 , ou de frita. O produto pode ser utilizado na construção civil (TAKADA *et al.*, 1989).
- Foi inventado um material de vedação leve, formado por espuma cerâmica vítrea, composta por basalto e xisto (65-80%), argila cerâmica (20-35%) e argila de baixa temperatura, com a possível adição de outros materiais inorgânicos. Sua produção envolve a dosagem adequada de matérias-primas, trituração, granulação, sinterização e corte para o tamanho adequado ao uso (JIN, JIN, 2014).

Alguns materiais utilizam uma pequena parcela de xisto, alguns se adequam aos mais diversos usos:

- Foi inventada uma placa de absorção sonora e isolamento térmico para piso. Ela possui baixo custo e um processo simples de fabricação, exigindo reduzida intensidade de trabalho e trazendo benefícios econômicos e sociais. O material é composto por cimento, cinzas volantes, xisto, agente redutor de água, agente espumante e água (YANG *et al.*, 2014).
- Foi criada uma cortina suspensa de material filtrante que utiliza o xisto como matéria prima. O produto funciona como biofilme para tratamento de esgoto, bem como para tratamento biológico de fontes de água contaminadas por micro poluição (LU, YANG, 2013).
- Foi inventada uma placa de vedação formada por camadas de base e de superfície, sendo cada parte separadamente preparada por cura. Entre as matérias primas utilizadas encontram-se o xisto e resíduos sólidos municipais. É um produto verde com benefícios sociais, possuindo bom desempenho no uso (WANG, 2008).
- Outra invenção trata de um agente formador de espuma composto por pó de xisto, pó cerâmico, peróxido de hidrogênio, óleo de coco, emulsão de resina de silicone, óleo de silicone modificado e água. Este agente possui boa capacidade de

formação de espuma, promovendo alta expansividade com a formação de grande volume de espuma fina, homogênea e contínua, permitindo uma elevada velocidade de desmoldagem. O produto preparado a partir deste agente espumante tem ação na preservação do calor, no isolamento térmico e no isolamento acústico, apresenta funções de purificação do ar e é adequado para a produção de placas e paredes leves e de material para redução de ruído (XU *et al.*, 2013).

- Foram desenvolvidos tijolos cerâmicos verdes permeáveis, com alta resistência e baixo custo, através da mistura de resíduos de cerâmica e de xisto com um aglutinante de alta temperatura. Sua queima se situa entre 1100 e 1200° C, produzindo um tijolo permeável à água (Wu *et al.*, 2008).

Importantes pesquisas foram desenvolvidas no Brasil, visando a caracterização e uso de resíduos de xisto pirobetuminoso, a fim de reduzir os seus depósitos e de criar materiais vítreos e cerâmicos com baixo custo e propriedades avançadas. Algumas destas pesquisas deram origem a materiais para construção, vidros e vitro-cerâmicas entre outros (FONSECA, 1990, SANTOS, 2010, FONSECA, 2014, ZAKON, 1991).

- A reciclagem de resíduos sólidos industriais foi estudada com vista ao desenvolvimento de vidros e materiais vitrocerâmicos a partir de resíduos industriais de xisto betuminoso (Formação de Irati - São Mateus do Sul - PR). Os resultados mostram a viabilidade tecnológica da produção destes materiais com uso de xisto betuminoso retornado misturado com outros resíduos da etapa de mineração do processo Petrosix (FONSECA, SANTOS, 1991b).
- Foi desenvolvida uma vitrocerâmica a partir da cristalização controlada de um vidro produzido a partir da fusão de xisto betuminoso retornado com outros resíduos decorrentes do processo PETROSIX. Foi igualmente efetuada sua caracterização química e mineralógica e foram medidos densidade, resistência à abrasão, dilatação térmica, coeficiente de durabilidade química e resistividade elétrica do vidro e da vitrocerâmica (FONSECA, SANTOS, 1991a).
- Foi relatada produção de um pó de sílica micro porosa com elevado grau de pureza a partir da lixiviação ácida de vidros com tamanho de poro médio de cerca de 2,5 nm e área superficial de 420 m²/g. Foram empregados vidros originados pela fusão de dois tipos de resíduos do processamento industrial de xisto betuminoso

brasileiro (xisto betuminoso retornado e minério da fração superior da camada intermediária da formação de Irati). Após lixiviação é obtido um gel de sílica ou um pó, dependendo da proporção dos dois resíduos empregados na formulação dos vidros (PERRUSO *et al.*, 1998).

- Dois materiais vítreos foram obtidos através da fusão de diferentes proporções de resíduos de xisto retornado e de rocha dolomítica. Por lixiviação destes materiais com HCl (ácido clorídrico) a 90° C, foram gerados dois diferentes tipos de sílicas (em pó e gel, ambos amorfos) com área superficial atingindo até aproximadamente 420 m²/g. Estas sílicas foram submetidas a um tratamento de envelhecimento em NH₄OH a 80° C. O processo eliminou quase completamente os micro poros. As sílicas obtidas foram avaliadas como enchimento para reforço da borracha de estireno-butadieno SBR-1502. O emprego de uma das sílicas modificadas deu origem a um composto com melhores propriedades mecânicas do que as exibidas por aquele com sílica não tratada. A superfície de fratura do composto revelou um bom molhamento desta sílica pela matriz elastomérica (PERRUSO *et al.*, 2001).

Entre os materiais criados a partir das pesquisas para aproveitamento dos rejeitos do processo Petrosix encontra-se o Vikaflex[®]. Trata-se de um produto igualmente derivado do xisto betuminoso retornado; revela-se, entretanto, um material diferenciado, por ser produzido exclusivamente a partir deste rejeito, e por possuir uma rota de produção simples, com reduzida intensidade de trabalho e que não gera rejeitos. Além disto, o produto já é obtido nas dimensões adequadas ao seu uso, eliminando a conformação pós-sinterização. Mesmo os resíduos de um eventual retrabalho, tais como corte, perfuração, lixamento ou entalhe, podem ser incorporados a outros produtos que aproveitem sua atividade pozolânica (FONSECA, 2011, FONSECA, 2014).

2.2.3 - VIKAFLEX[®]

Esta espuma cerâmica foi criada a partir de estudos iniciados em 1981 por pesquisadores do Projeto Xistoquímica, do Instituto de Química da UFRJ, os quais exploravam possibilidades de aproveitamento dos rejeitos do processo Petrosix, implantado no Paraná. A usina da Petrobrás em São Mateus do Sul processa a retortagem do xisto pirobetuminoso oriundo da formação de Irati (FONSECA, 1989, FONSECA, 1990). O rejeito sólido decorrente da retortagem, da ordem de 80-90% da

carga de alimentação do processo, possui razoável homogeneidade e baixo custo, além de já haver sofrido mineração e britagem. Esta carga é composta por material de duas camadas definidas de xisto oleífero encontradas na região de São Mateus do Sul, que são homogeneizadas e cominuídas para dimensões entre 7,5 e 12 mm, o que lhe dá um padrão aceitável para seu uso como matéria prima. O material assim preparado compõe a carga que sofrerá retortagem a 480-590° C. A presença de matéria orgânica no xisto retortado é bem reduzida, consistindo apenas de carbono em sua forma elementar. O xisto retortado é composto de matéria inorgânica, em parte sob a forma de minerais cristalizados e em parte sob a forma não cristalina (FONSECA, 1986).

O resultado da análise química do xisto retortado e do xisto calcinado, efetuada por FONSECA (1986), pode ser vista na Tabela 2.3:

Tabela 2.3 – Composição química do xisto retortado e do xisto calcinado por difratometria de raios X (FONSECA, 1986)

Óxido	Composição química (%)	
	Xisto retortado	Xisto calcinado
SiO ₂	57,4	67,3
Al ₂ O ₃	12,1	14,2
Fe ₂ O ₃	8,3	9,7
K ₂ O	2,0	2,3
MgO	1,6	1,9
CaO	1,5	1,8
Na ₂ O	1,5	1,8
TiO ₂	0,60	0,70
P ₂ O ₅	0,43	0,50
MnO	0,07	0,08
Perda ao fogo	14,7	-

O resultado da análise por difração de raios X (DRX) do xisto retortado e do xisto calcinado indicou não existirem alterações significativas em sua composição em decorrência do processo de retortagem.

Resultados de ensaios de desagregabilidade com água, efetuados com xisto calcinado, indicaram a existência de cimento orgânico associado a outro, de natureza silícica (ácido silícico coloidal e/ou sílica criptocristalina), material que seria responsável,

juntamente com uma parcela de argilominerais, pela formação de uma metáfase a partir de 500° C, com maior relevância a partir de 800° C. Em consequência ocorre uma redução de porosidade acompanhada por importante retração do material, proporcionando alta resistência mecânica (FONSECA, 1986).

Ensaio de queima do xisto pirolisado demonstraram que o mesmo sofre transformações a temperaturas mais baixas do que seria esperado. Esse fato foi creditado a um aumento pontual de temperatura provocado pela combustão do carbono e do enxofre, o que causaria uma elevação de temperatura interna ao material acima da temperatura da câmara do forno.

As características deste resíduo direcionaram os estudos para seu aproveitamento na produção de cerâmica vermelha (tijolos e pisos) e de cerâmica leve. Foi considerada tecnicamente viável a produção de tijolos para alvenaria (925-950° C), lajotas (950° C), peças para piso (975° C) e agregados leves para concreto (1100-1150° C), todos a partir do xisto retornado (FONSECA, 1986).

O maior impulso para a pesquisa foi dado pela perspectiva de produção de um novo material. Ensaio determinaram 1100 a 1120° C, durante 10 minutos, como a faixa de temperatura de piroexpansão do xisto retornado, e este novo material passou a ser denominado “espuma cerâmica”, sendo uma extrapolação do conceito de agregado leve. O aprofundamento do estudo foi efetuado, desenvolvendo as qualidades mais interessantes para o novo produto: baixa densidade, elevada resistência mecânica, incombustibilidade, isolamento térmico e acústico e imputrescibilidade. Uma etapa importante da pesquisa ocorreu com o projeto, construção e operação de uma usina piloto, com capacidade de produção de 2 toneladas por dia de agregados leves tendo como matéria prima o xisto retornado de São Mateus do Sul. Esta usina, montada no Polo de Xistoquímica do Instituto de Química da UFRJ, foi composta por: armazenamento, britagem, moagem, classificação granulométrica, umidificação, extrusão e queima (FONSECA, 1986).

Posteriormente o desenvolvimento da produção industrial desta espuma cerâmica obteve espaço na Incubadora de Empresas da UFRJ, no período de 2013-2015. Neste período foi possível avaliar algumas das condições de fabricação mais adequadas ao resultado final do produto, tais como: distribuição granulométrica, pressão de moldagem, curva de queima e, mesmo, a composição dos gases liberados durante a queima.

Através de todas estas etapas de estudo, os resíduos apresentaram qualidades vidro formadoras, adequadas para seu uso na produção de vidros e vitrocerâmicas. Os rejeitos também demonstraram propriedades de piroexpansão, próprias para a fabricação de espumas cerâmicas, visto que sua composição promove a geração de gases quando submetida a altas temperaturas. Os gases assim gerados ficam aprisionados no interior da peça pelo desenvolvimento de uma fase vítrea de alta viscosidade nas paredes dos poros e, muito especialmente, na superfície exterior da peça, em virtude de sua maior exposição ao calor. A combinação destas duas características, portanto, causa um aumento apreciável em seu volume quando o material é submetido a um adequado tratamento térmico. A alta porosidade das peças cerâmicas assim confeccionadas proporciona leveza e resistência, além de isolamento térmico e acústico. Estas características são compartilhadas com as argilas piroexpandidas em geral. Por outro lado, exatamente como estas argilas, o xisto retornado submetido a altas temperaturas pode sofrer inchamento descontrolado, que chega a até sete vezes seu volume inicial, limitando sua utilização (FONSECA, 1986, FONSECA, 2014, MARINO, BOSCHI, 1998a).

A piroexpansão já foi fartamente estudada, sendo utilizada na fabricação da argila expandida, material de uso diversificado. Entretanto esta propriedade tem ficado restrita ao uso secundário dos materiais particulados em que é tradicionalmente empregada. A dificuldade para empregá-la em usos mais nobres encontra-se em sua característica falta de controle dimensional (FONSECA, 2014).

Como discutido anteriormente, através da sinterização um material facilmente desagregável é transformado em peça íntegra e durável. Isto ocorre em virtude da ação do calor sobre as partículas a ele submetidas, as quais interagem formando pontes, reduzindo distâncias, contornos de grãos, volume de poros, gerando fase líquida e, finalmente, consolidando-se com menos de 8% de porosidade num corpo cerâmico pronto para uso. A geração de poros durante o processo de queima é decorrente de diversos fatores de processamento, tendo como destaque a composição, o tamanho de partículas e sua distribuição, a pressão de compactação durante a conformação e as variáveis de tempo e temperatura a que são submetidos os corpos verdes durante a queima. As deformações pirolásticas, deformações permanentes que ocorrem durante a queima, incidem mais intensamente nos produtos cerâmicos com elevado teor de fase vítrea. Na queima das argilas piroexpansíveis inicialmente ocorre a contração típica da

sinterização, normalmente associada à formação de fase líquida; entretanto em seguida inicia-se a intensa formação de gases entre as partículas, provocando o inchamento descontrolado da peça. As partículas, portanto, aproximam-se e afastam-se em seguida, promovendo expansão significativa na peça (FONSECA, 2014).

No caso desta espuma cerâmica foi empregada uma técnica nova para aproveitar a criação de poros, paralelamente mantendo o processo sob controle, como pode ser visto na Figura 2.9. Os aspectos tradicionais que condicionam o comportamento dos corpos verdes durante a queima, tais como composição, homogeneidade, densidade, porosidade, características e distribuição de tamanhos de partículas foram cuidadosamente determinados, assim como a programação das rampas e condições de queima. Desta forma foi alcançado o desenvolvimento de um material cerâmico piroexpandido com uma adequada previsão das dimensões acabadas do produto, preenchendo uma lacuna existente para peças em espuma cerâmica possuidoras de formatos predeterminados (FONSECA, 2014).

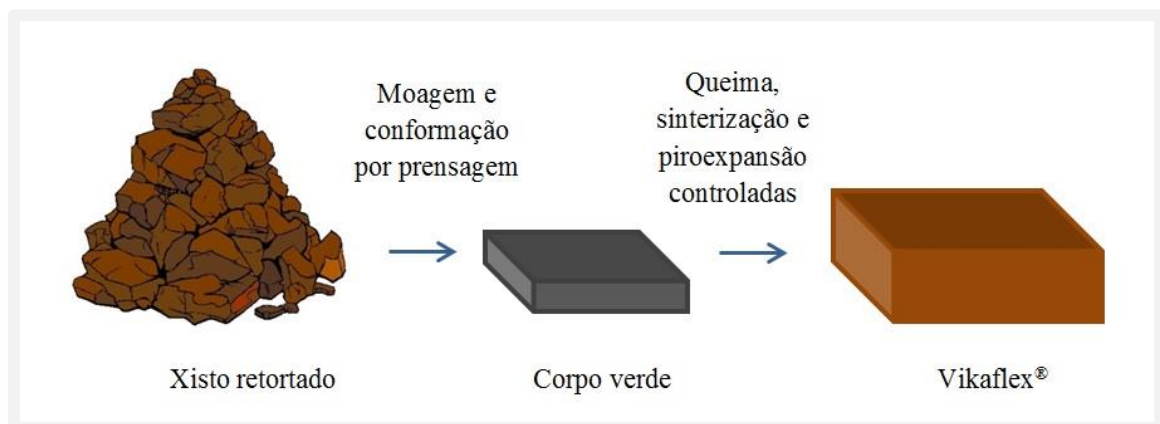


Figura 2.9 – Processamento do Vikaflex®.

Para sua produção o xisto retortado, é britado e cominuído até um tamanho de partícula inferior a 0,175mm, conformado por moldagem de pó por pressão a úmido e, em seguida, sinterizado a 1140° C, gerando uma cerâmica porosa por piroexpansão controlada (FONSECA, 1990, FONSECA, 2014).

Segundo o fabricante do produto, com a finalidade de combater a deformação causada pela intensa expansão inter partículas, foram criadas estruturas porosas com dimensões nanométricas no interior das partículas na fase anterior à conformação final das peças. Desta forma os gases gerados ao longo da queima ficam em grande parte armazenados

em poros internos às partículas, mantendo uma distribuição de gases e de porosidade mais adequada. Como o calor atinge as peças e partículas a partir do exterior, a geração de fase líquida ocorre na superfície da partícula, o que assegura sua impermeabilidade aos gases simultaneamente formados. Este procedimento reduz o deslocamento das partículas e a decorrente deformação do material expandido, possibilitando o controle do processo de piroexpansão, mas preservando a leveza, as qualidades termo acústicas e, paralelamente, proporcionando o controle dimensional do novo material cerâmico (FONSECA, 2014).

Como pode ser visto na Tabela 2.4, a combinação de resistência e leveza com qualidades termo acústicas, somadas à impermeabilidade, incombustibilidade e imputrescibilidade, propicia tanto usos tradicionais dos materiais cerâmicos quanto outros novos, que exigem características específicas deste material.

Tabela 2.4 – Seleção de aplicações adequadas às características do Vikaflex[®] sugeridas pelo fabricante

Baseado em FONSECA (2013)

Uso	Formato
Vedação interna e externa	Placas para sistema <i>steel framing</i> , <i>uso geral</i>
Vedação interna e externa	Placas para sistema <i>wood framing</i> , <i>uso geral</i>
Vedação de áreas molhadas	Placas leves impermeáveis e imputrescíveis
Laje seca	Placas sobre estrutura <i>steel framing</i>
Escadas	Placas sobre estrutura <i>steel framing</i>
Estrutura - Telhados	Substituição de madeiramento tradicional
Platibandas e forros para beiral	Substituição elementos convencionalmente utilizados em madeira
Forros	Proteção acústica e ignifugante
Portas simples e corta-fogo	Fechamento de escadas
Portas de uso geral	Fechamento interno e externo
Rodapés	Arremate de pisos impermeável
Pisos antiderrapantes	Áreas externas e/ou molhadas
Pisos e rodapés industriais	Pisos e paredes resistentes a agentes agressores
Pisos acústicos	Contra piso promovendo isolamento de lajes
Pisos atérmicos	Áreas externas
Painéis acústicos	Revestimento isolante
Divisórias acústicas e ignifugantes	Fechamento com estrutura metálica convencional
Blocos intertravados	Pavimentação externa
Tijolos estruturais	Construção civil em geral
Mobiliário	Chapas para confecção de móveis

3 - MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 – MATERIAIS

VIKAFLEX[®]

O Vikaflex[®] é uma espuma cerâmica fabricada a partir do resíduo da pirólise industrial do xisto pirobetuminoso processado na Usina de São Mateus do Sul, Estado do Paraná, Brasil.

O xisto retornado é pulverizado, moldado e sinterizado a 1140° C, permitindo a produção de peças em diversos formatos e dimensões tais como blocos, placas e telhas. Como o material não possui alta plasticidade, sua conformação dá-se pelo método de prensagem do pó.

As amostras de Vikaflex[®] analisadas neste trabalho foram retiradas de peças de 5x5x1 cm fornecidas pelo fabricante (Figura 3.1 B). Como o material foi processado em laboratório pode apresentar variações de composição e estrutura. As peças sem cobertura vítrea foram lixadas em lixadeira Struers, modelo DPU-10 (Figura 3.1 A). Este processo mostrou-se mais rápido e preciso que o corte, para este caso (Figura 3.1 C).



Figura 3.1 -- Cortadora a disco diamantado cortando lâminas de 3 mm de espessura de uma peça íntegra do material (A). Aspecto geral de uma peça íntegra (B). Aspecto geral de uma peça lixada (C).

Por se tratar de um material frágil, foi utilizada uma cortadora com disco diamantado, de precisão limitada para dimensões muito reduzidas (Figura 3.1 A). Foi necessário o

uso de resina para colar peças previamente cortadas em uma base de alumínio que pudesse servir de fixação no equipamento, de forma a alcançar uma precisão de corte razoável para as peças com menores dimensões. Entretanto, resíduos da resina utilizada causaram alterações em algumas corridas de análise térmica, as quais tiveram que ser descartadas.

Nas análises por microtomografia computadorizada foram utilizadas 4 amostras, duas na forma de cubos de 2,2 mm de lado e duas em forma de cilindro com 2,54 cm de diâmetro e 1 cm de altura.

Para a microscopia de aquecimento e para as análises térmicas as amostras foram cortadas no formato de cubos de 2 a 3 mm de lado (Figura 3.2 A e B). Também foi utilizada uma amostra em forma de lasca fina e irregular. No caso da análise térmica, foi efetuada a análise tanto do Vikaflex[®] como do vidro derivado da sua fusão. Essa última foi obtida aquecendo a amostra em formato de cubo até o ponto de completo amolecimento a temperaturas de 1.400° C e, após resfriamento, o vidro resultante foi submetido a uma nova análise térmica no cadinho de alumina utilizado para a análise original (Figura 3.2 C). Também foi utilizada uma amostra em pó passante na peneira 200 da ABNT (0,074).

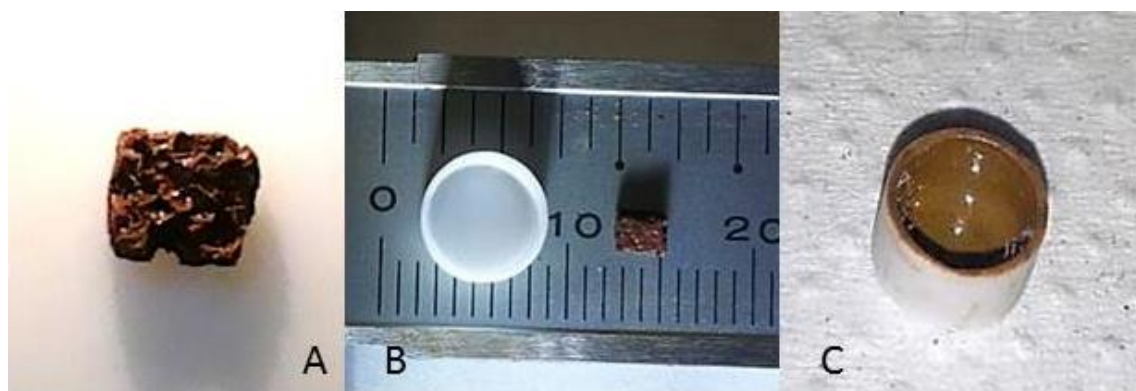


Figura 3.2 – Amostra em formato de cubo de 2mm de lado (A). Cadinho ao lado de amostra em formato de cubo de 2mm de lado (B). Cadinho com amostra previamente submetida a análise térmica até sua completa fusão e resfriada, resultando em um vidro (C).

Para as análises de resistência à flexão e análises por DMA (análise dínamo-mecânica) foram cortadas amostras no formato de 5x1x0,3 cm. No manuseio das peças já cortadas foi observada a existência de certa variação de porosidade, decorrente de seu

processamento ainda em escala laboratorial. Foram identificadas peças mais compactas e outras mais porosas, como pode ser visto na Figura 3.3.



Figura 3.3 - Peças em forma de lâminas medindo 5x1x0,3 cm para ensaios de DMA e de resistência à flexão.

Para as análises de resistência à compressão foram necessárias amostras de formato cilíndrico. Como as amostras existentes mediam aproximadamente 5x5x1 cm, para obter a altura necessária para corte do cilindro foi utilizada a propriedade de auto adesão sob tratamento térmico de peças já prontas. Estes corpos de prova cilíndricos devem medir 1” (2,54cm) de diâmetro por uma altura aproximada de 5cm, portanto não poderiam ser extraídos de uma única amostra. Foi necessário lixar as faces de maior dimensão das amostras originais utilizadas, para aumentar e homogeneizar a superfície de contato entre as peças. As peças preparadas foram, então, cuidadosamente superpostas na câmara do forno em grupos de 4 e submetidas ao processo de queima a

1140° C. Nesta queima as peças se uniram como um bloco único através do amolecimento da superfície de contato entre as peças, possibilitando o corte por serra copo diamantada no formato cilíndrico após seu esfriamento. Posteriormente foi efetuado o corte e lixamento das extremidades dos cilindros assim obtidos, para que cada peça pudesse atingir as dimensões adequadas ao ensaio. Para corte com serra copo diamantada foi utilizada uma furadeira industrial de parede da Person Bouquet.

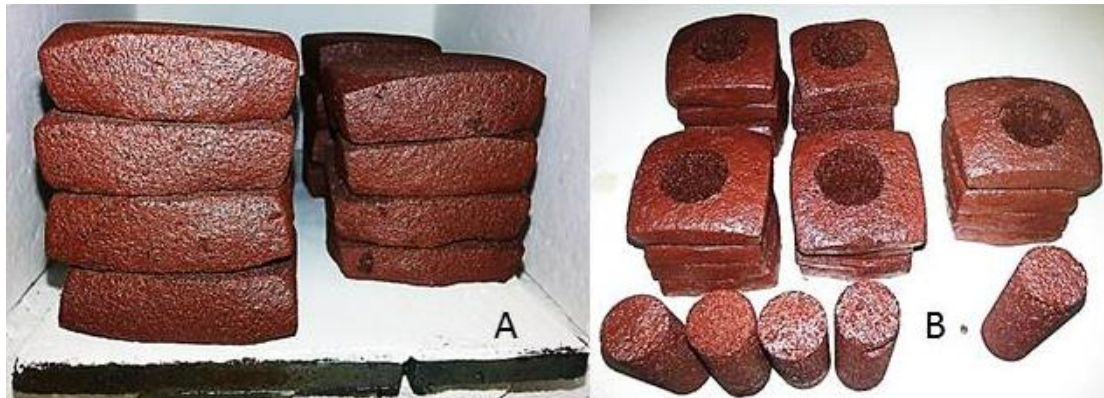


Figura 3.4 – Peças sobrepostas enfiadas para queima visando a adesão entre as peças, criando blocos do material (A). Blocos e peças após corte com serra copo diamantada para a retirada de amostras cilíndricas para ensaios de resistência à compressão (B).

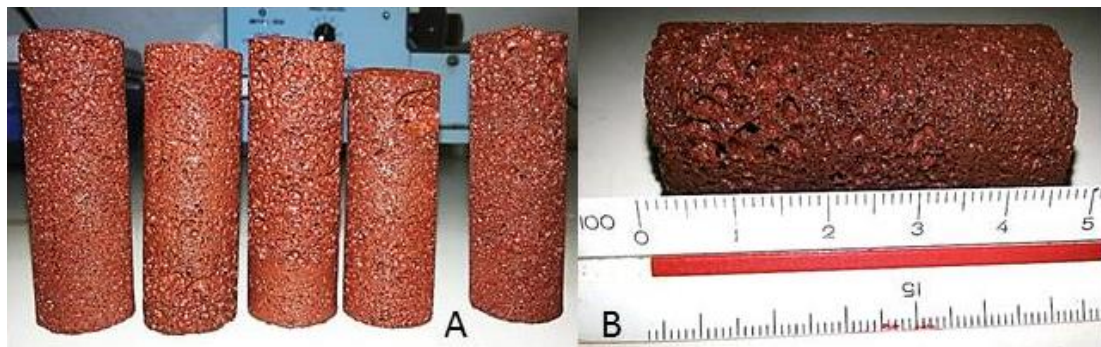


Figura 3.5 – Peças cilíndricas cortadas dos blocos com uso de furadeira e serra copo diamantada, antes do corte das extremidades para adquirirem a extensão necessária ao ensaio (A). Amostra pronta para ensaio de resistência à compressão (B).

De forma a estabelecer uma comparação entre Vikaflex[®] e outros materiais, também foram apresentadas análises de microscopia de aquecimento com outros materiais cerâmicos e geológicos utilizados no processamento de cerâmica. O fonolito da

Chapada dos Índios e o granito de Jundiá são rochas brasileiras que foram investigadas para aplicação como fundentes em massas cerâmicas (AUMOND, SCHEIBE, 1996). Os vidros alcalinos VM-1, VM-2 e VM-3 foram formulados de maneira a aproveitar resíduos de mineração em sua fabricação, uma forma de proceder à sua imobilização e reutilização (ARANCIBIA *et al.*, 2013).

PAINÉIS DE GESSO ACARTONADO

O uso da chamada construção seca, isto é, a construção de elementos arquitetônicos com base em sistemas pré-fabricados para montagem, tem crescido no Brasil, especialmente em virtude da redução de rejeitos e ruídos, da maior organização e menor espaço requerido pelo canteiro de obras. Esta modalidade construtiva envolve também uma menor interferência nas atividades de um imóvel em reforma. Prazos, custos e desperdício de materiais são minorados. A criação e manutenção de instalações embutidas são facilitadas (CHAVES, CUNHA, 2009).

O gesso acartonado encontra-se entre os painéis pré-moldados de vedação com função de promover a separação entre espaços diversos, eventualmente atuando como isolante para a ação das intempéries.

Trata-se de um material composto, formado basicamente por um miolo constituído de gesso e aditivos, e revestido por cartão nas duas superfícies. As chapas de gesso acartonado são fabricadas por laminação contínua segundo as normas NBR 14715:2001, NBR 14716:2001 e NBR 14717:2001.

Este material possui limitações por sua reduzida impermeabilidade e elevada fragilidade, o que restringe sua utilização em espaços úmidos ou molhados e em fechamentos externos.

No intuito de permitir uma visão comparativa dos resultados obtidos por ensaios realizados com o Vikaflex[®], foram realizados os ensaios similares passíveis de serem repetidos com este material, já que algumas das possibilidades de uso do Vikaflex[®] possuem escopo próximo ao do uso do gesso acartonado.

3.2 – MÉTODOS

3.2.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA

As caracterizações por difratometria de raios x e por fluorescência de raios x são efetuadas a partir de uma amostra na forma de pó. Para pulverizar o material foi inicialmente efetuada a lavagem da jarra e dos corpos moedores necessários do Laboratório de Tecnologia Mineral. A jarra foi colocada para secar ao tempo e os corpos moedores colocados para secar na estufa a 80 °C por 24 hs.

Foi usada marreta para britar uma peça e os pedaços de Vikaflex[®] foram colocados na jarra juntamente com os corpos moedores, sendo feita a moagem pelo período de 1:30 h, como pode ser visto na Figura 3.6.

O material foi retirado do moinho, tendo sido separado dos corpos moedores com uso de peneira grossa e posteriormente passado por peneira com malha 200 ABNT (0,074 mm), sendo então ensacado para posterior uso em análise de difratometria de raios x e de fluorescência de raios x. O mesmo material foi utilizado para o procedimento de análise de densidade por picnometria a hélio.

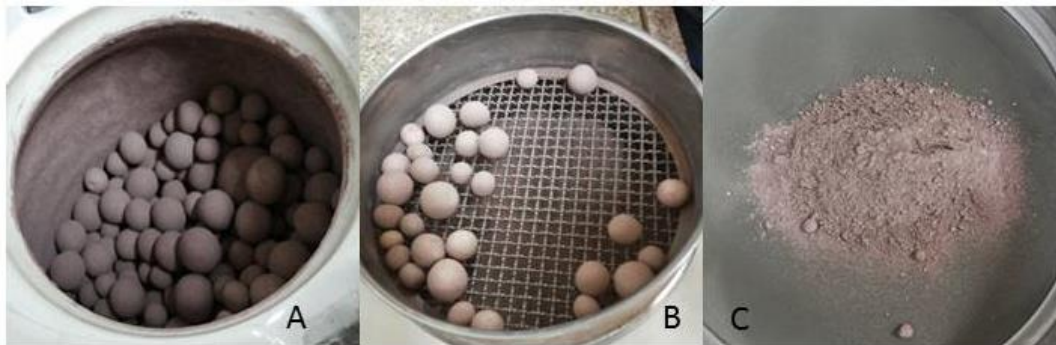


Figura 3.6 – Jarra de porcelana com corpos moedores após moagem do Vikaflex (A); separação entre pó e corpos moedores (B), e material para peneiramento após a moagem (C).

A técnica de fluorescência de raios x foi igualmente utilizada para analisar a parcela de gesso do gesso acartonado resistente à água.

Difratometria de raios x

A difratometria de raios x (DRX) tem por propósito a identificação das fases cristalinas presentes num material. As amostras em pó fino e com partículas orientadas aleatoriamente são expostas a um feixe de raios x polarizado. A interferência construtiva dos feixes difratados por dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, e que virá a identificar esta estrutura, varia de acordo com a diferença do caminho percorrido pelos raios x e com o comprimento de onda da radiação incidente, como expresso pela lei de Bragg. A partir dos dados de ângulo e intensidade dos raios difratados pela rede cristalina é gerada uma curva cujos picos são analisados por comparação com picos de materiais tabelados, o que permite sua identificação (RUSSEL, 1994).

Os dados de difração raios-X foram obtidos no Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do PEMM/UFRJ, em um equipamento Shimadzu XRD-6000, utilizando radiação $K\alpha$ (30kV, 30 mA), com uma velocidade de varredura do goniômetro de 2° min^{-1} , a partir de $2\theta = 10^\circ$ até 80° .

Fluorescência de raios x

A análise por fluorescência de raios x (FRX) permite a determinação da composição química qualitativa e quantitativa de uma amostra através de sua exposição a um feixe de raios x, o qual provoca a excitação de radiação fluorescente característica de cada elemento. A espectrometria de fluorescência de raios x apresenta grande acuidade na detecção de elementos leves como Cloro, Enxofre, Fósforo, Silício, Alumínio, Magnésio, Sódio, Flúor, Oxigênio, Carbono e Boro.

A análise de fluorescência de raios x foi realizada em um equipamento EDX-720 em vácuo no Laboratório de Microscopia Eletrônica do PEMM, UFRJ, usando o Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo JEOL JSM-6460LV.

Espectrometria de energia dispersiva de raios x

A espectrometria de energia dispersiva de raios x (EDS) é uma técnica acessória da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Quando o feixe de elétrons do MEV incide sobre o material excita os elétrons mais externos dos átomos e provoca uma mudança

em seus níveis energéticos. A energia adquirida é liberada no retorno às suas posições iniciais, e emitida em comprimento de onda no espectro de raios x. A determinação dos elementos químicos presentes num determinado ponto é possível pela identificação da energia específica dos elétrons de cada átomo; desta forma é possível reconhecer os minerais que constituem a amostra. O reduzido diâmetro do feixe de elétrons incidente permite a determinação da composição de uma região de uma amostra de dimensões inferiores a 5µm, funcionando como uma análise quase pontual. Desta forma é possível o mapeamento da distribuição de elementos químicos na amostra, fornecendo informações sobre a homogeneidade, ou não, da composição do material.

As análises de EDS foram efetuadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica do PEMM, UFRJ, usando o Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo JEOL JSM-6460LV.

Para esta análise a amostra, em forma de pó passante em peneira malha 200 da ABNT, foi espalhada sobre uma película apropriada para o ensaio, revestida de carbono.

3.2.2 – *ESTRUTURA, MORFOLOGIA E FLUTUABILIDADE*

Massa específica por picnometria a gás hélio

A massa específica do Vikaflex[®] foi medida por meio da picnometria a gás hélio, usando uma amostra em pó 100% passante em malha 200 ABNT (0,074mm). O ensaio foi efetuado no Laboratório de Estruturas (LabEst) da COPPE/UFRJ, em equipamento AccuPyc[®] 1340 da Micrometics.

Densidade e porosidade aparentes

Os ensaios efetuados para determinação de densidade aparente e porosidade pelo método de Arquimedes, ou método gravimétrico, seguiram a NBR 15270 3:2005 da ABNT, tendo sido realizados no Laboratório de Análises Térmicas da Escola de Química da UFRJ.

As amostras foram pesadas a seco e a úmido em balança analítica Marte[®] com precisão de milésimo de grama e capacidade de 500g. As medições foram efetuadas em cinco amostras intactas e cinco amostras lixadas para retirada da camada vítrea superficial.

A massa seca (m_d) de cada amostra, previamente aquecida em estufa a 100° C, foi pesada com intervalos de 1 h, até apresentar massa constante.

Para a mensuração da massa úmida (m_w), as amostras foram colocadas em Becker com água destilada mantida à temperatura de 100° C por duas horas.

Após o resfriamento das peças em água destilada, a água excedente foi retirada de suas faces com o uso de um pano úmido para medição de sua massa úmida (m_w).

A mensuração de massa úmida foi posteriormente refeita com um novo jogo de três amostras lixadas e uma íntegra (já que não haviam mais amostras disponíveis em decorrência de seu uso para ensaios destrutivos). Para esta segunda mensuração as amostras foram imersas em água à temperatura ambiente por 2 hs.

Procedeu-se também a uma terceira mensuração, para a qual as amostras foram submetidas a 24 hs de imersão em água à temperatura ambiente. A intenção foi averiguar se a variação de procedimento provocaria variação no resultado da mensuração no caso do material em estudo.

A medição do volume aparente (V_a) de cada peça foi realizada por imersão em água destilada utilizando o princípio de Arquimedes com o dispositivo de medição de haste rígida mostrado na Figura 3.7. Este dispositivo de medida permite a determinação direta da força de empuxo de peças de baixa densidade através da balança de precisão, já que esta força é igual ao peso (m_w) da água deslocada (V_w). Este volume de água é igual ao volume aparente (V_a) da amostra molhada, que tem os poros abertos saturados por água (DWECK, ALMEIDA, 1996).

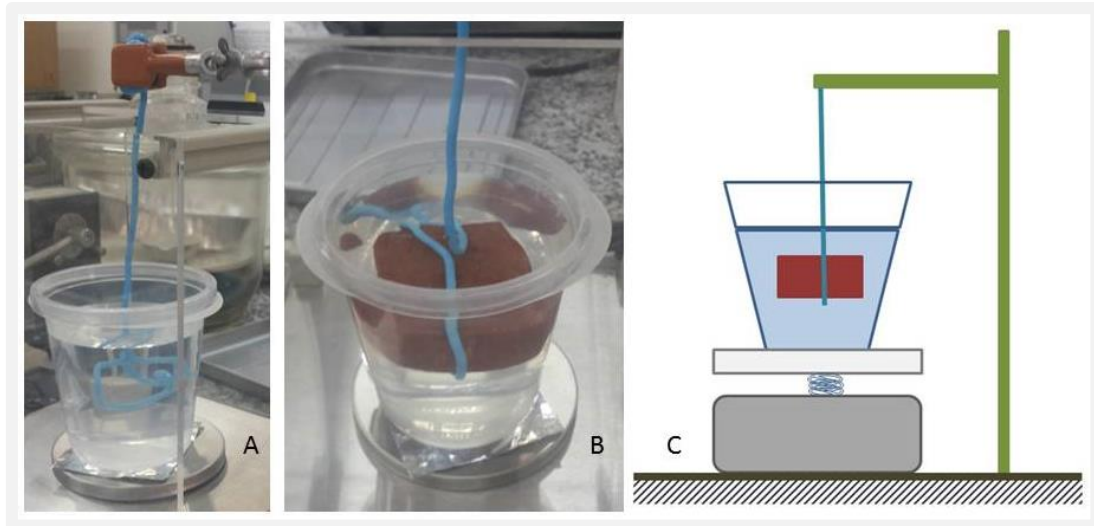


Figura - 3.7 - Dispositivo de medição de fluatuabilidade: dispositivo de medição vazio acoplado à balança de precisão durante a tara do sistema (A); Amostra inserida no dispositivo de medição de haste rígida (B) e Desenho esquemático do dispositivo de medição de haste rígida (C).

O volume aparente da amostra pode então ser determinado a partir da equação E-2:

$$V_a = m_w / \rho_w = m_w \quad (E-2)$$

onde:

m_w = massa da água contida em V_w

ρ_w = massa específica da água = $1 \text{ g. (cm}^3\text{)}^{-1}$

Como a balança indica apenas a massa m_w (já que são calibradas para dividir a força pela aceleração da gravidade), e $\rho_w = 1 \text{ g. (cm}^3\text{)}^{-1}$, o valor numérico de m_w em gramas é igual a V_w em cm^3 , o que é igual a V_a .

A partir da diferença entre os valores obtidos para massa seca e massa úmida foi calculado o volume de poros abertos, através da equação E-3:

$$V_o = m_w - m_d \quad (E-3)$$

sendo:

V_o = Volume de poros abertos

m_w = Massa da amostra úmida

m_d = Massa da amostra seca

A porosidade aberta (P_o) foi calculada por meio de:

$$P_o = V_o \cdot 100 / V_a \quad (E-4)$$

Enquanto a densidade aparente (ρ_a) foi calculada por:

$$\rho_a = m_d / V_a \quad (E-5)$$

A porosidade fechada, isto é, a porosidade não acessível à penetração da água quando a peça de Vikaflex[®] está imersa, é obtida pelo seguinte procedimento:

O volume aparente (V_a) de um determinado espécime de massa seca m_d é dado por E-6:

$$V_a = V_o + V_s + V_c \quad (E-6)$$

onde:

V_s = volume da fase sólida

V_c = volume de poros fechados

O volume da fase sólida é calculado a partir da massa m_d de um espécime de massa seca e da massa específica medida por picnometria a gás hélio. Assim, rearranjando a equação E-6, o volume de poros fechados pode ser estimado por:

$$V_c = V_a - (V_o + V_s) \quad (E-7)$$

E a porosidade fechada pode ser calculada por:

$$P_c = V_c \cdot 100 / V_a \quad (E-8)$$

Absorção de água

Os valores de absorção de água das amostras foram calculados a partir de valores obtidos nos ensaios de determinação de densidade aparente pela equação E-9:

$$AA = (m_w - m_d) / (m_d / 100) \quad (E-9)$$

sendo:

AA = absorção de água

m_w = massa úmida

m_d = massa seca

A aferição de absorção de água foi posteriormente refeita com três outras amostras lixadas, para verificar eventual variação de valores entre as mensurações efetuadas após 2 hs de imersão em água a 100° C (medidas tomadas com as 5 amostras iniciais) e as mensurações efetuadas após 2 hs de imersão em água à temperatura ambiente e após 24 hs de imersão em água fria. Note-se que a NBR 15270 – 3 Blocos cerâmicos estruturais preconiza que as análises sejam feitas após 2 hs de imersão em água a 100° C ou 24 hs de imersão em água à temperatura ambiente, admitindo, portanto, ambos os procedimentos.

Porosidade por microtomografia

Foram feitos ensaios de microtomografia computadorizada de raios x de quatro amostras, sendo duas no formato cilíndrico e duas no formato poligonal. Esta análise foi efetuada em equipamento Skyscan/Bruker 1173, com potência de 8W, do Laboratório de Instrumentação Nuclear da COPPE/UFRJ. Foi utilizada uma resolução de 18 µm/pixel.

A microtomografia de raios x permite estimar a porosidade total do material, bem como avaliar a distribuição de tamanhos e a esfericidade dos poros visíveis para uma dada resolução. A técnica permite obter imagens das amostras, sejam elas na forma de cortes planos, seja pela reconstrução matemática em 3D dos dados obtidos para uma peça (LIMA *et al.*, 2007).

Para maior facilidade de compreensão, os valores de volume de poros obtidos por microtomografia computadorizada foram transformados em valores lineares através do cálculo do diâmetro da esfera de volume equivalente com o uso da equação E-10, assunto melhor desenvolvido no item 3.2.3:

$$\phi = \sqrt[3]{6 \cdot V/\pi} \quad (E-10)$$

sendo:

\emptyset = Diâmetro do poro de volume equivalente

V = Volume do poro

Porosidade por intrusão de mercúrio

A análise de porosidade por intrusão de mercúrio foi efetuada no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, LCT-EPUSP, incluindo a determinação da porosidade e distribuição de tamanho médio de poros.

O ensaio foi realizado no equipamento AutoPore IV da Micromeritics, conforme norma ISO 15901-1/2005. A tensão superficial do mercúrio foi considerada como sendo 0,485 N/m, com ângulo de contato de 130°. A pressão de enchimento utilizada foi 0,1378 MPa, sendo que a pressão máxima chegou a 275,7 MPa. O volume máximo de intrusão de mercúrio foi de 0,06 ml/g.

Flutuabilidade

O cálculo da densidade da parte da amostra composta pelo volume de sua fase sólida somado ao volume dos poros fechados foi efetuado através da equação:

$$\rho_f = m_d / (V_s + V_c) \quad (E-11)$$

onde:

ρ_f = densidade da parte constituída pelo volume da fase sólida somado ao volume dos poros fechados, ou densidade de flutuabilidade

m_d = massa seca

V_s = volume da fase sólida

V_c = volume dos poros fechados

Microscopia ótica

As imagens de microscopia ótica das superfícies externas e seccionadas de peças de Vikaflex[®], utilizadas para avaliar a morfologia dos poros do material, foram obtidas à

temperatura ambiente usando o microscópio óptico Olympus SZH10, com imagens captadas por uma câmera Canon Power Shot SD1200 IS Digital Elph.

Microscopia eletrônica de varredura

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram efetuadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica do PEMM, UFRJ, no Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JSM-6460LV. Parte das amostras foi submetida à metalização, o que será indicado na respectiva imagem. As imagens produzidas por MEV são resultado da interação da superfície da amostra com um feixe incidente de elétrons de diâmetro reduzido utilizado para mapear sua superfície, diversamente das imagens do microscópio ótico, obtidas por radiação da luz. Os elétrons e fótons produzidos por esta interação são recebidos por um detector que transforma este sinal em imagem (ou sinal de vídeo), através da variação de intensidade de brilho de um monitor.

Paralelamente à obtenção de imagens por MEV, foram efetuadas análises por espectrometria de energia dispersiva de raios x (EDS), como anteriormente explanado no item 3.2.1.

3.2.3 – PROPRIEDADES TÉRMICAS

Microscopia de aquecimento

O microscópio de aquecimento consiste de um forno cilíndrico horizontal aberto em suas extremidades, tendo de um lado uma janela graduada onde se situa o microscópio, e através do qual pode ser observada uma amostra ao longo de um processamento térmico programado. A amostra, em forma de cubo ou de cilindro e com razão diâmetro/altura igual a 1, é colocada sobre um suporte que será inserido no interior do forno (Figuras 3.8-A e 3.8-B). A amostra é iluminada por um canhão de luz situado no lado oposto do forno (Figura 3.8-C). Na prática é visualizada a imagem gerada pela seção reta da amostra, que impede a transmissão completa do feixe gerado pelo canhão de luz, de forma similar aos microscópios de transmissão. A imagem é visível para o microscópio através da janela graduada, e captada por uma câmera fotográfica digital,

que salva as imagens capturadas em um microcomputador, em tempo real (Figuras 3.8-D e 3.8-E).

A temperatura do forno é medida por termopar e controlada por um sistema adequado a programações dinâmicas de temperatura (Figura 3.8-F).

A temperatura é indicada por sistema digital através do programa de processamento de análises Captura Frames, por meio de um visor numérico visível abaixo da imagem da amostra.

As imagens captadas são gravadas sequencialmente na estação de trabalho informatizada. Pode-se também acompanhar a evolução da temperatura a partir da estação de trabalho, através de um leitor digital. (Figura 3.8-E)

As análises por microscopia aquecimento (MA) foram obtidas utilizando um microscópio de aquecimento Leitz Wetzlar acoplado a uma câmera Samsung, SDC 415 modelo ND. A aquisição das imagens foi realizada por meio da interface microprocessadora Captura Frames 1.5, desenvolvida no Núcleo de Computação Eletrônica (NCE) da UFRJ. Imagens das amostras em análise foram obtidas automaticamente e salvas em tempo real, com uma frequência de seis quadros por minuto para posterior análise. As amostras foram aquecidas em ar estático com uma taxa de aquecimento de $10^{\circ} \text{C} \cdot \text{min}^{-1}$. Desta forma as imagens permitiram a identificação de fase e alterações morfológicas, bem como de pontos característicos dos materiais cerâmicos.

Além disto, as imagens geradas por MA, permitiram a determinação quantitativa das variações dimensionais da amostra durante o aquecimento, conforme demonstrado em trabalho anterior realizado por DWECK et al. (2009). Estes autores mediram as alterações dimensionais dos lados de um cubo durante a etapa de sinterização de outro material cerâmico a partir das respectivas imagens amplificadas num monitor de grandes dimensões (DWECK et al., 2009).

Neste trabalho foi proposto um novo método de mensuração das variações dimensionais a partir de imagens obtidas por microscopia de aquecimento, conforme descrito no item 3.2.3 sobre análise dilatométrica.



Figura 3.8 – Suporte de amostra e entrada do forno (A). Canhão de luz, termopar, suporte de amostra e forno (B). Canhão de luz, forno, microscópio de aquecimento e medidor de temperatura (C). Microscópio e câmera (D). Estação de trabalho com leitor digital de temperatura (E). Termopar (F).

Análises dilatométricas

A dilatométrica é uma técnica que permite o estudo do comportamento dimensional de uma amostra em função da temperatura. As análises dilatométricas foram efetuadas utilizando dois equipamentos:

- Microscópio de aquecimento (MA)
- Dilatômetro

No presente trabalho, devido ao formato irregular das amostras, a medição de sua variação dimensional por MA foi realizada através da mensuração da área de sua seção reta. Como em cada imagem é visível a escala graduada, na qual a soma de três lados de quadrados subsequentes correspondem a 1 mm, foi possível o cálculo da área da seção transversal visível do espécime a uma determinada temperatura utilizando o software Image J. Este software permite uma precisa determinação da silhueta da amostra através do aumento de segmentação automática da imagem, como pode ser visto na Figura 3.11, possibilitando a medição do número de pixels correspondentes à área de interesse e então transformando este valor em mm^2 (DWECK et al., 2009).

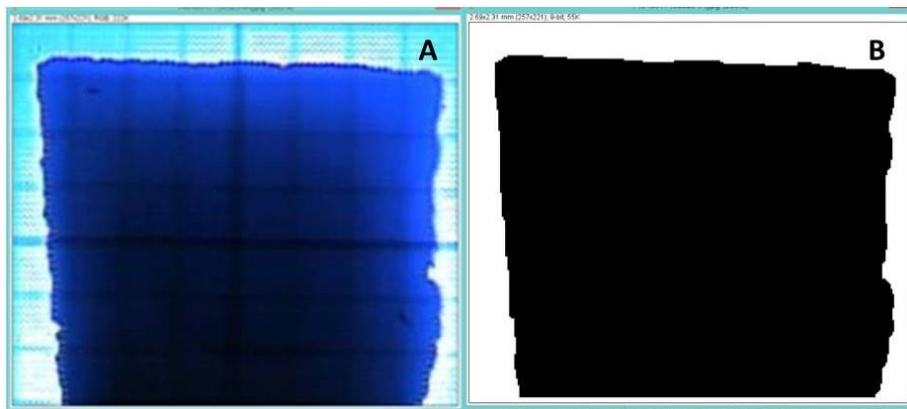


Figura 3.9 – Imagem original de uma amostra por MA (A). A mesma imagem após segmentação, pronta para mensuração pelo software Image J (B).

O uso do MA para mensuração das variações dimensionais do Vikaflex[®] neste trabalho, além do uso do dilatômetro, que é o método mais utilizado, é justificado pelos seguintes argumentos:

- A aplicação do dilatômetro torna-se impossível acima da temperatura em que a amostra já apresenta um alto teor de fase líquida, por impossibilidade de, nessas

condições, a amostra ser mantida na posição adequada, sujeita à compressão da haste de medição, dentro do forno do dilatômetro. Como demonstrado no presente estudo, este é o caso do Vikaflex[®], o qual começa a gerar fase líquida a partir dos 400 °C, inicialmente de forma reduzida, mas sempre crescente, especialmente a partir dos 900° C, como será visto no item 4.3.3 sobre análise térmica.

- A imagem da amostra ensaiada visível por MA consiste da sombra delimitada pelas faces perpendiculares à lente da câmera, e que inclui os pontos extremos destas faces. Desta forma qualquer possível erro de medição devido à irregularidade das faces também ocorreria em dilatometria convencional, na qual a face disponível para medição tem sempre os seus pontos extremos, em contato com a haste móvel de aferição de medidas.
- O cálculo da área total da seção transversal visível da amostra reduz erros comuns na avaliação dilatométrica de materiais com variações dimensionais anisométricas, além de permitir medir sua variação volumétrica livre da ação da compressão a que fica sujeita a amostra em um dilatômetro (DWECK et al., 2009, VENTURELLI, 2013, KARAMANOV *et al.*, 2013, SIGHINOLFI, 2011, PAGANELLI, VENTURELLI, 2009).

O material apresenta comportamento isotrópico até 1050° C, portanto o coeficiente de expansão térmica por MA foi estimado até esta temperatura, a partir da qual ocorrem mudanças de massa da amostra, bem como grandes variações de forma.

Em geral, no caso de análise de partículas por imagens efetuadas através da mensuração de área, estima-se o diâmetro de um círculo de área equivalente para a obtenção do coeficiente de expansão térmica linear do Vikaflex[®]. Como foram utilizadas amostras no formato cúbico, as quais projetam uma sombra de forma inicial próximo ao quadrado, este cálculo foi efetuado com os mesmos valores obtidos para este ensaio, mas utilizando a área medida para obter o lado do quadrado de área equivalente, obtendo-se, como esperado, a mesma função para o coeficiente de expansão térmica linear em função da temperatura.

O método para obtenção do coeficiente de dilatação linear a partir da área da seção reta das amostras medidas (RANGEL *et al.*, 2015), consistiu de:

1. Medição da área A visível da amostra através do uso do programa Image J (metodologia de mensuração no Anexo 1).
2. Cálculo do lado do quadrado de área equivalente (comparativo de métodos no Anexo 2).

$$L = \sqrt{A} \quad (E-12)$$

onde:

L = lado do quadrado de área equivalente a uma determinada temperatura T

3. Execução do gráfico de $\Delta L/L_0$ em função da temperatura T , obtendo a função matemática $\Delta L/L_0(T)$ mais indicada, que apresente menor soma dos quadrados de seus desvios (“método dos mínimos quadrados”), utilizando ferramenta específica do software Excel.
4. No gráfico de $\Delta L/L_0$ versus T é mostrada a curva $\Delta L/L_0(T)$ assim obtida, a expressão da função matemática e o respectivo coeficiente de correlação com os dados experimentais.
5. O coeficiente de expansão térmica linear (α) pode ser expresso por:
 - a) Um coeficiente de expansão térmica linear médio (α_m) entre o ponto inicial de dimensão L_0 à temperatura T_0 e um determinado ponto com dimensão L à temperatura T :

$$\alpha_m = \Delta L / L_0 \cdot \Delta T \quad (E-13)$$

onde:

$$\Delta L = L - L_0$$

$$\Delta T = T - T_0$$

- b) Ou por um coeficiente de expansão térmica pontual, a uma dada temperatura T e dimensão L :

$$\alpha = 1/L \cdot dL/dT \quad (E-14)$$

como:

$$dL/L = d(\ln L) \quad (E-15)$$

o coeficiente de expansão térmica linear (α) em um ponto pode ser calculado através da derivada, em cada ponto, da função do logaritmo neperiano de L em função de T, ou seja, por:

$$\alpha = d(\ln L)/dT \quad (E-16)$$

Portanto, calculando-se o logaritmo neperiano dos valores de L obtidos, e sendo $\ln(L)$ uma função de T, que pode ser obtida pela função matemática mais indicada no gráfico de $\ln(L)$ versus T, a derivada desta função expressa o coeficiente de expansão térmica linear pontual do Vikaflex[®] em função de T.

A curva completa foi dividida em faixas de temperatura de acordo com o comportamento dilatométrico do material, e o coeficiente de expansão térmica foi calculado para cada uma destas seções. As faixas estudadas foram:

- α_1 = até 400° C
- α_2 = de 400 a 950° C

Além do método de medição de área de imagens obtidas em microscópio de aquecimento, foi utilizado um dilatômetro convencional, equipamento que permite a mensuração das variações dimensionais ocorridas em uma amostra através de uma haste sensível ao deslocamento. Esta haste mede a variação de dimensão da amostra na direção de seu eixo, porém em condições de pequena carga de compressão sobre a amostra, para mantê-la fixa em posição horizontal. Os ensaios foram efetuados num dilatômetro Netzsch DIL-402 C da Pontifícia Universidade Católica (PUC-RJ). O tratamento térmico se estendeu de 25 a 950° C, para preservar o equipamento de ser contaminado por fase líquida. A taxa aquecimento utilizada foi de 10° C/min, em ar.

Análises térmicas

Análise térmica (AT) é um termo que abrange um grupo de técnicas nas quais uma propriedade física ou química de uma substância, ou de seus produtos de reação, é monitorada em função do tempo ou da temperatura, enquanto a amostra, sob uma

pressão específica, é submetida a um tratamento térmico controlado. Esta técnica foi utilizada para uma melhor compreensão dos resultados obtidos pela microscopia de aquecimento.

As análises térmicas (AT), tanto do Vikaflex[®], quanto do vidro obtido por sua fusão, foram efetuadas em equipamento de TG/DSC simultâneos SDT-Q600 da TA Instruments. O gás de arraste foi ar, a uma vazão de 100 mL.min⁻¹, e foi usada uma razão de aquecimento de 10° C.min⁻¹. No caso de condições operacionais diferentes, as mesmas estarão citadas junto aos resultados.

Foram usadas amostras de dimensões similares àquelas utilizadas para microscopia de aquecimento, no intuito de obter resultados comparativos.

Os cadinhos utilizados, embora compostos por α -alumina, apresentaram perda de água, sinal de uma porosidade que não deveria existir. Por este motivo os cadinhos usados nestes ensaios foram previamente sinterizados a 1.400° C, por um período de 3 hs, de forma a garantir a transformação da alumina em α -alumina, evitando uma possível interferência deste material nos resultados das análises.

Além das análises com Vikaflex[®], foram efetuadas análises térmicas do gesso acartonado, isto é, do compósito, bem como do gesso e do papel, isoladamente, para fins comparativos.

As análises térmicas do compósito do gesso acartonado foram realizadas com uma amostra composta por metade da espessura da placa de gesso e sua respectiva parcela de papel, como pode ser visto na Figura 3.10:

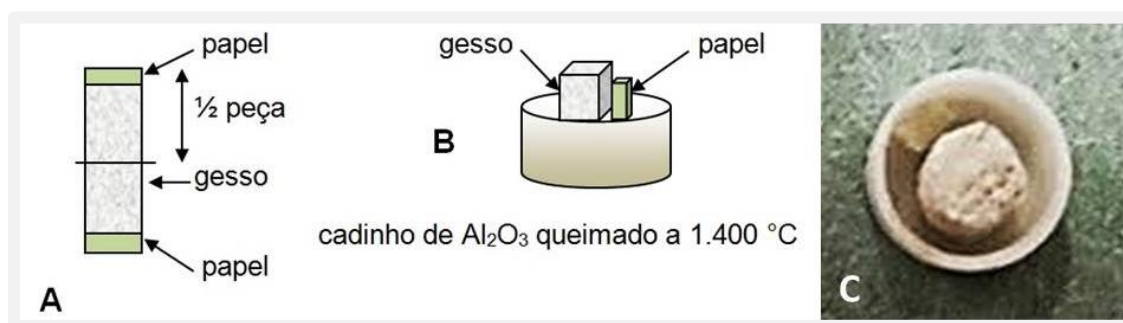


Figura 3.10 – Corte de peça mantendo a proporção entre gesso e papel do gesso acartonado (A). Amostra para análise térmica cortada com proporção de gesso e papel equivalente à da placa de gesso acartonado posicionada no cadinho (B). Cadinho com resíduos de gesso e papel ao lado após análise (C).

A mesma conformação foi utilizada para a amostra submetida à microscopia de aquecimento, na qual a cobertura de papel foi mantida com sua adesão original no topo da amostra.

Análises Termogravimétricas

A termogravimetria (TG) acompanha o comportamento da massa de uma amostra ao longo de um programa de aquecimento controlado, organizando os dados obtidos em função do tempo ou da temperatura. A curva gerada a partir destes dados permite a determinação da temperatura de ocorrência de alterações químicas ou físicas com variação de massa do material, as quais indicam transformações como desidratação, desidroxilação, volatilização, oxidação, dessorção, adsorção combustão e decomposição.

A derivada desta curva, ou DTG, facilita a visualização dos pontos críticos das variações acima descritas.

Análises Térmicas Diferenciais

A Análise Térmica Diferencial, ou *Differential Scanning Calorimetry* (DSC), é uma técnica na qual a diferença de temperatura entre uma substância e um material de referência é medida em função do tempo, enquanto a substância e o material de referência são submetidos a uma programação controlada de temperatura.

A DSC permite a determinação do ponto em que ocorrem transformações importantes durante os tratamentos térmicos, tais como a temperatura de transição vítrea, a temperatura de fusão, a região de solidificação, além de transições de fase que acompanham a cristalização e a decomposição, e que são igualmente identificáveis através de DSC (SOARES *et al.*, 1998)

Durante uma análise por DSC a amostra e o material de referência são submetidos à mesma programação de aquecimento monitorada pelos sensores de temperatura, geralmente termopares. A referência pode ser alumina em pó, ou simplesmente o cadinho vazio. Ao longo do aquecimento as temperaturas da amostra e da referência se mantêm equivalentes até que ocorra alguma alteração física ou química na amostra. Se a reação for exotérmica, a amostra irá liberar calor, ficando por um curto período de

tempo com uma temperatura maior que a da referência. Do mesmo modo, se a reação for endotérmica, a temperatura da amostra será temporariamente menor que a da referência. Mudanças na amostra tais como fusão, solidificação e cristalização são então registradas sob a forma de picos.

A principal função da DSC é monitorar as variações térmicas ocorridas na amostra, registrando-as como curvas num gráfico, de forma que possam ser analisadas e determinadas as temperaturas iniciais, máximas e finais das transformações, além de qualitativamente caracterizá-las como endotérmicas ou exotérmicas. Ocorre uma exceção no que se refere à temperatura de transição vítrea, que se caracteriza por uma variação na linha base da curva de DSC. Os gráficos gerados usualmente apresentam a temperatura (° C) como abscissa enquanto a ordenada mostra a diferença de temperatura da amostra para a da referência em unidades de temperatura ou de microvoltagem (μV) devido ao uso de termopares em sua medição. As informações obtidas fazem deste método uma ferramenta particularmente valiosa na determinação de diagramas de fase.

Calor específico

O cálculo do calor específico (c_p) das amostras do Vikaflex[®] ($c_{p \text{ Vikaflex}}$) até 1.075° C, a uma taxa de aquecimento de 10° C.min⁻¹, foi efetuado a partir dos dados das curvas de DSC efetuadas em ar de amostras de Vikaflex[®] na forma de cubo de 3x3 mm, de cubo de 2x2 mm e na forma de uma placa fina irregular, a fim de verificar se o formato da amostra influiria no resultado obtido. Como material de referência foi utilizado um disco de safira padrão. Para o cálculo do c_p , além dos dados das análises citadas, foram também utilizados dados das curvas das corridas de branco, obtidos nas mesmas condições operacionais das corridas do material de referência e das corridas das amostras, mas utilizando cadinhos de alumina vazios. O calor específico foi obtido de acordo com a norma *ASTM internacional*, a diferentes temperaturas, a cada 25° C, através da equação E-17 (ASTM INTERNATIONAL, 2005):

$$c_{p \text{ Vikaflex}} = \frac{h_{\text{vikaflex}} \cdot m_{\text{safira}} \cdot c_{p \text{ padrão safira}}}{m_{\text{vikaflex}} \cdot h_{\text{safira}}} \quad (E-17)$$

onde:

$c_{p \text{ padrão safira}}$ = valor de literatura do calor específico do padrão de safira a uma dada temperatura T (DITMARS *et. al.*, 1982)

h = diferença entre a medida de DSC em mW do branco e da amostra de Vikaflex[®], ou de safira, a uma dada temperatura T

m = massa do disco padrão de safira ou da amostra de Vikaflex[®]

Condutividade térmica

Em um corpo sólido o deslocamento do calor de áreas com temperaturas mais elevadas para áreas com temperaturas mais baixas é diretamente proporcional à área de transmissão ortogonal à direção do fluxo, e inversamente proporcional à distância entre as referidas áreas. A constante de proporcionalidade que correlaciona a área de transmissão com a área e distância de transmissão define-se como sendo a condutividade térmica (k) do material.

Cada material apresenta um valor de condutividade térmica particular, tanto mais elevado quanto maior for facilidade de transmissão de calor em seu interior (caso dos dissipadores térmicos) e vice versa (caso dos isolantes térmicos) (CALLISTER, 1991).

A condutividade térmica foi medida com o uso de um analisador de condutividade térmica C-Therm, da TCI no Laboratório de Análise Térmica da Escola de Química. Este equipamento possui um sensor com uma resistência em espiral que gera um pulso de calor da ordem 2° C. A temperatura da interface entre a amostra e o sensor é medida e, desta forma, determinadas as propriedades térmicas da amostra, através do software do equipamento. Quanto maior a temperatura da interface, menor quantidade de calor foi absorvido pelo material, portanto menor é sua capacidade de absorver calor, ou sua condutividade térmica. A Figura 3.13 mostra a unidade de aferição do analisador de condutividade térmica.

Para a realização dos ensaios de condutividade térmica o material sólido, com faces planas paralelas, é colocado sobre a área verde com uma espiral (sensor), devendo cobrir esta área totalmente. A análise só pode ser realizada após a estabilização da temperatura de análise, que é medida por termopar interno do próprio equipamento. Para os ensaios de condutividade térmica à temperatura ambiente foi utilizada uma amostra íntegra de 5x5x1cm e efetuadas três medidas em cada uma de suas três extremidades diagonais que apresentaram superfície suficientemente regular para promover contato eficiente entre a amostra e o sensor. Foram efetuadas, também, cinco

medidas no centro da peça. Foram utilizadas também uma amostra lixada no formato 2x2x1cm e outra na forma de placa fina com 2x1x0,6cm.

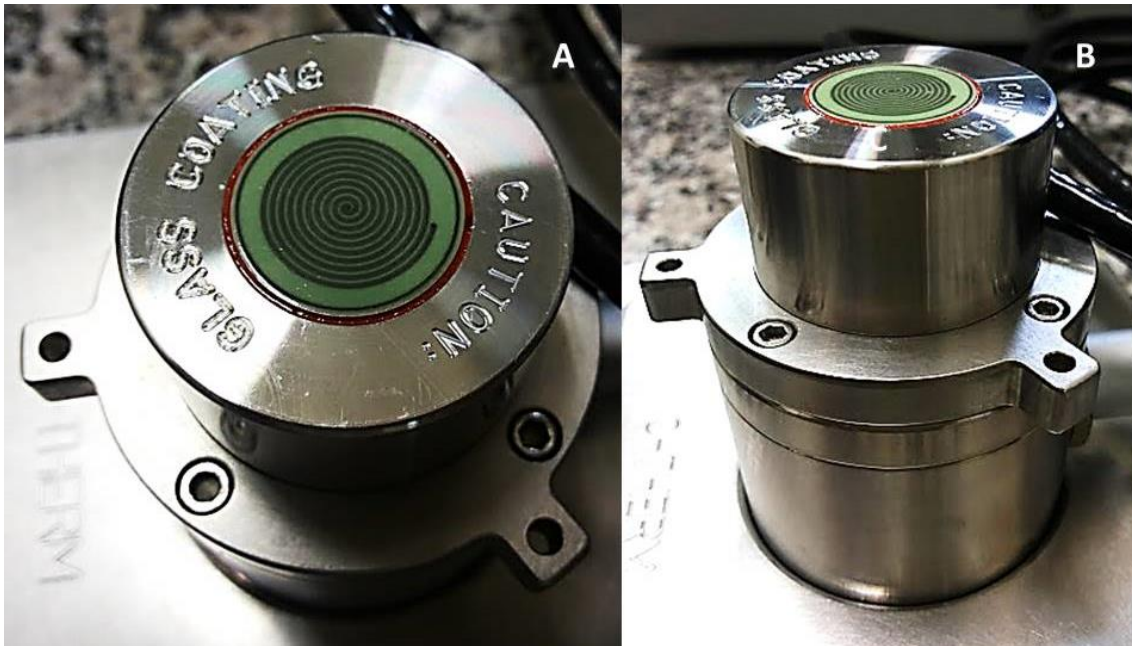


Figura 3.11 – Sensor com resistência em espiral (A) e unidade de aferição do analisador de condutividade térmica (B).

Além dos ensaios com o material em estudo, foram efetuados testes com amostras de gesso acartonado, com finalidade comparativa.

3.2.4 – PROPRIEDADES MECÂNICAS

O conhecimento das propriedades mecânicas dos materiais é fundamental para o embasamento de suas possibilidades de utilização. Estas propriedades são conhecidas a partir de ensaios já tradicionais.

Os ensaios mecânicos destrutivos visam à determinação dos limites de resistência do material a uma tensão ou deformação constante, ou a uma tensão ou deformação que se modifique a uma taxa constante.

Os ensaios dínamo-mecânicos visam à mensuração da resposta do material a uma tensão ou deformação aplicada de forma cíclica, com baixa frequência.

Os materiais cerâmicos são relativamente frágeis, não se deformando plasticamente à temperatura ambiente. Irregularidades, falhas e poros são agentes que atuam fortemente na resistência mecânica. Especificamente no caso dos poros, eles atuam como agentes

concentradores de tensão e como redutores da área da seção transversal da fase sólida do corpo cerâmico. Aumentos de porosidade são usualmente acompanhados por uma diminuição da resistência mecânica nestes materiais. No caso das espumas cerâmicas, a reduzida espessura da película que circunda os poros oferece pouco volume sólido em oposição aos esforços mecânicos, o que tende a baixar sua resistência.

Foram efetuados ensaios de compressão uniaxial, de flexão em três pontos e de análise dínamo-mecânica por flexão em três pontos.

Ensaio de compressão

Os ensaios de resistência à compressão uniaxial foram efetuados à temperatura ambiente, em equipamento para ensaios universais da Shimadzu, modelo AGX - 100 KN, com célula de carga de 10 toneladas, no Laboratório de Estruturas (LabEst) da COPPE/UFRJ. Foi utilizada a velocidade de carregamento de 0,1 mm/min nos quatro ensaios (CP1, CP2, CP3 e CP5),

Os corpos de prova cilíndricos com 5 cm de altura foram cortados em furadeira industrial Person Bouquet com uso de serra copo de 1” de diâmetro. Estes blocos foram formados por adesão a quente de quatro peças de 5x5x1, fornecidas pelo laboratório fabricante. As peças foram lixadas e enfiadas sobrepostas e, então, submetidas a queima a 1.100° C, conforme explicitado no item 3.1.

Os resultados foram obtidos em valores de força (kN) em função do deslocamento (mm), e permitiram o cálculo da resistência à compressão, ou da tensão na compressão, em função do deslocamento. A tensão é definida como a relação entre a força aplicada e a área original da seção transversal original do corpo de prova. O resultado foi expresso na forma do gráfico da tensão (MPa = N/mm²) em função da deformação ϵ .

$$\sigma_c = \frac{F_c}{A_0} \quad (E-18)$$

sendo:

σ_c = tensão na compressão (MPa)

F_c = força aplicada (kN)

A_0 = área da seção transversal original do corpo de prova (mm²)

A tensão de ruptura foi obtida através da equação E-18, com o uso da força máxima aplicada.

O módulo de Young, ou módulo de elasticidade (E_c), traduz a rigidez do material, isto é, sua capacidade de resistir a deformações permanentes, ou plásticas. Seu cálculo foi efetuado pelo uso da equação E-19:

$$E_c = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{F/A}{\Delta l/l_0} = \frac{F.l_0}{A.\Delta l} \quad (E-19)$$

sendo:

ε = deformação

Δl = variação de deslocamento

l_0 = dimensão original do corpo de prova

Ensaio de flexão

A determinação de resistência à tração de materiais frágeis, como os materiais cerâmicos, não é usualmente efetuada por meio de ensaios de tração, pela dificuldade de execução dos mesmos com a requerida perfeição para este gênero de material. Portanto, neste caso, são normalmente utilizados os ensaios de flexão em três pontos.

Os ensaios para determinação do comportamento do material submetido à tração na flexão foram efetuados à temperatura ambiente, em prensa universal Shimadzu, modelo AGX - 100 KN, com célula de carga de 10 toneladas, no Laboratório de Estruturas (LabEst) da COPPE/UFRJ.

Foram utilizados corpos de prova no formato de paralelogramos com medidas aproximadas de 5x1x0,3 cm.

Foi utilizado o método de flexão em três pontos, sendo o vão livre entre os apoios estabelecido em 3 cm. Foi utilizada a velocidade de carga de 0,03 mm/min em todos os ensaios, nos quais as amostras receberam carregamento ortogonal progressivo até o ponto de ruptura. O equipamento fornece os valores de deslocamento do punção.

Para este ensaio foram utilizadas 9 amostras, que foram previamente medidas com paquímetro, sendo que largura e espessura foram medidas em dois locais diferentes, e utilizada a média destas medidas para os cálculos. Uma amostra posicionada para ensaio pode ser vista na Figura 3.18 - B.

Os resultados foram obtidos em força F_f (N) por deslocamento (mm) e pelo tempo.
Como:

$$\sigma_f = M \cdot c / I \quad (E-20)$$

e como:

$$M = F_f \cdot L / 4 \quad (E-21)$$

e:

$$c = h / 2 \quad (E-22)$$

e:

$$I = b \cdot h^3 / 12 \quad (E-23)$$

sendo:

σ_f = tensão de tração na flexão (MPa)

M = momento fletor

c = distância do centro à superfície externa da seção transversal do corpo de prova

I = momento de inércia da seção transversal do corpo de prova

F_f = carga aplicada (N)

L = distância entre os apoios (mm)

b = dimensão horizontal do corpo de provas (mm)

h = altura da seção do corpo de provas (mm)

como pode ser visto na Figura 3.14.

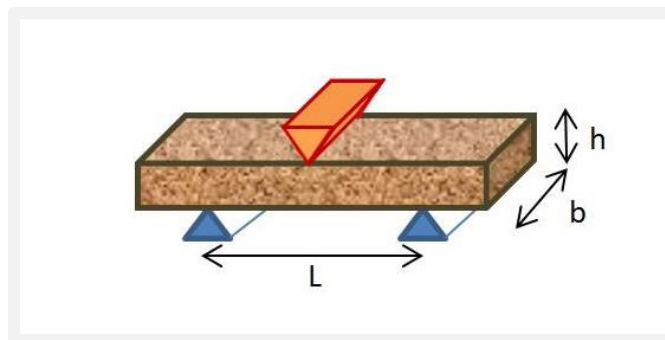


Figura 3.12 – Figura esquemática com as dimensões utilizadas para o cálculo de tensão de tração na flexão.

A tensão de tração na flexão foi calculada através da expressão E-24:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F_f \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (E-24)$$

Tenacidade

A tenacidade é uma propriedade característica de cada material; trata-se da capacidade de deformação plástica de um espécime antes que o mesmo chegue à ruptura. A fim de proceder à sua avaliação, é calculada a quantidade de energia que o material é capaz de absorver antes e durante o processo de fratura. Materiais tenazes são capazes de absorver grandes quantidades de energia antes de sua ruptura; materiais frágeis possuem baixa capacidade de absorção de energia e pouca, ou nenhuma, elasticidade. A fragilidade, isto é, a tendência à fratura total associada à baixa absorção de energia, é considerada uma desvantagem para o uso dos materiais cerâmicos frente aos materiais metálicos, por exemplo (CALLISTER, 1991, CASTRO, 2013).

Não existem normas brasileiras para cálculo da tenacidade de materiais cerâmicos. Diversas normas para concreto prescrevem corpos de prova com entalhes ou ranhuras, ou o uso de transdutores ou suportes metálicos durante a determinação dos valores de tenacidade. No caso do Vikaflex[®] não foram programados ensaios específicos para esta mensuração, que exige forma de carregamento e geometria de corpos de prova especiais. Entretanto, no caso de pequenas deformações, que sugerem situações estáticas ou quase estáticas, a tenacidade pode ser considerada como sendo a área sob a

curva da tensão em função da deformação até o ponto de ruptura do ensaio de tração. Assim sendo, foram escolhidos os mais representativos dentre os resultados dos ensaios de resistência à tração na flexão para cálculo da área sob o gráfico.

A seleção das curvas mais representativas eliminou resultados com valores muito díspares dos demais, depois, dentre as curvas que apresentaram comportamento semelhante, foram escolhidas três, uma dentre os valores mais altos, outra dentre os valores medianos e a terceira dentre os valores mais baixos.

A tenacidade do material (T) foi obtida com auxílio do programa Origin, utilizado para efetuar o cálculo da integral das curvas de tensão em função da deformação selecionadas para esta finalidade. Foi considerada a área desde o ponto inicial até o colapso da peça, e este valor foi expresso em energia em função de unidade de área (J/mm^2) (CALLISTER, 1991, CASTRO, 2013, VITORINO, 2012).

Análise dínamo-mecânica

As análises dínamo-mecânicas constituem uma variedade de ensaios não destrutivos que submetem o material a tensões oscilantes em frequências pré-programadas, usualmente baixas. A Figura 3.15 mostra um diagrama esquemático do equipamento Netzsch DMA 242 utilizado nos ensaios, no qual são indicadas suas principais partes constituintes. Através do diagrama é possível observar que a força oscilante tem direção vertical e que seu sinal é registrado pelo software de operação, o qual registra igualmente o deslocamento da peça quando sujeita a uma dada força, através da mensuração do deslocamento da haste. O deslocamento da haste, por sua vez, é medido por um sensor de deslocamento situado na região superior do equipamento, o qual permanece à temperatura ambiente ao longo das análises, assim como o sensor de força aplicada em função do tempo t .

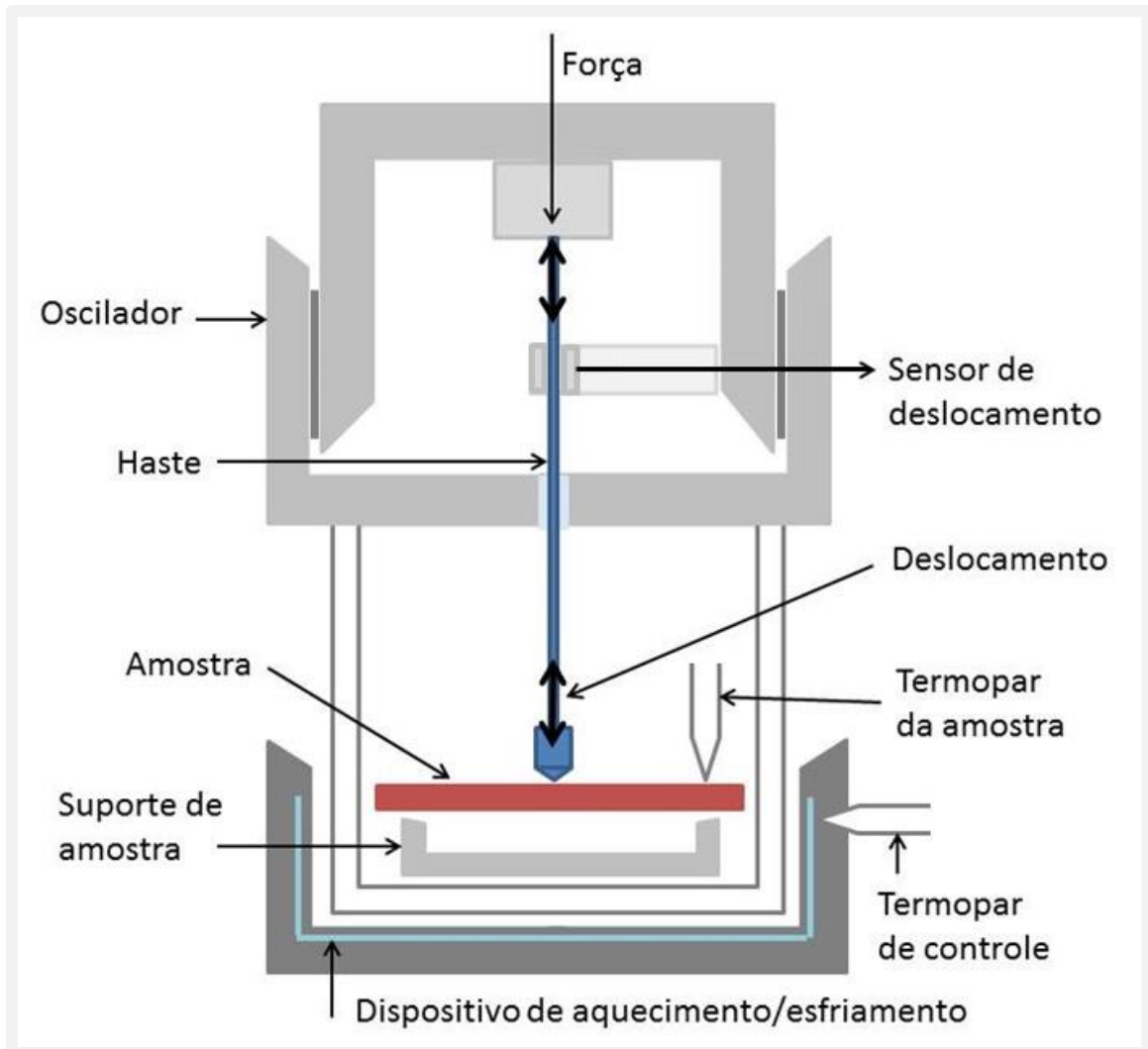


Figura 3.13 – Diagrama esquemático de um analisador dínamo-mecânico modelo DMA 242 da Netzsch, com determinação das principais partes de que é constituído.

Quando uma força oscilante do tipo senoidal é aplicada com o tempo, é criada uma tensão senoidal sobre a amostra, e esta tensão promove uma deformação, como pode ser visto na Figura 3.14:

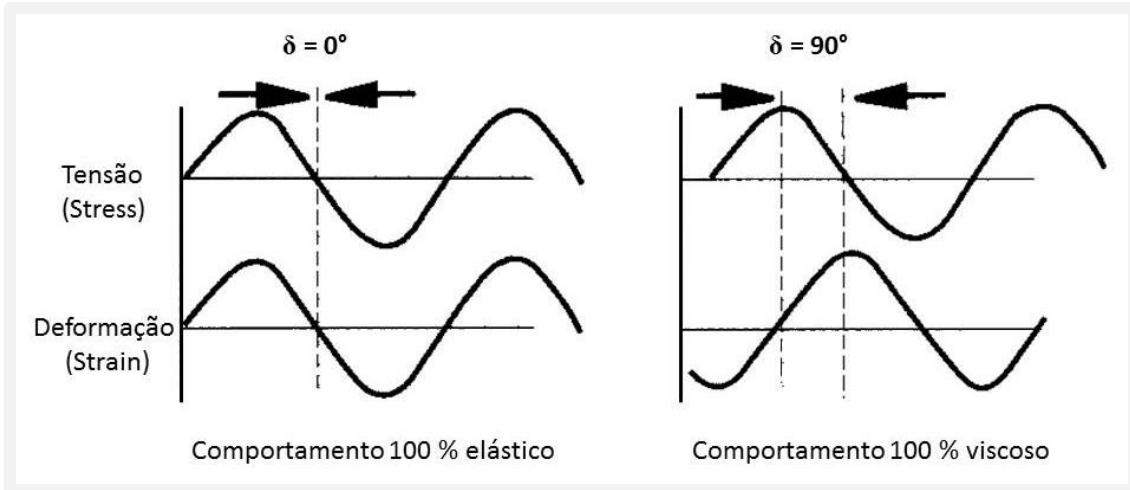


Figura 3.14 – Diagrama esquemático da relação entre a aplicação de uma força senoidal e a resposta, em termos de deformação, para um sólido ideal e para um líquido ideal, ou seja, para materiais 100% elásticos e para materiais 100% viscosos.

No caso dos sólidos ideais, considerados como sendo corpos perfeitamente elásticos, a deformação ocorre em fase com a tensão ($\delta = 0^\circ$). No caso dos líquidos ideais, considerados como sendo corpos perfeitamente viscosos, a deformação observada é igualmente senoidal, porém se encontra defasada por 90° em relação à aplicação da força ($\delta = 90^\circ$). Os corpos reais, entretanto, possuem características viscoelásticas, portanto sua deformação se mostra defasada de δ , sendo $0^\circ < \delta < 90^\circ$.

Portanto o módulo complexo E^* terá uma componente real dada por:

$$E' = E^* \cos \delta \quad (E-25)$$

E uma componente imaginária dada por:

$$E'' = E^* i \sin \delta \quad (E-26)$$

Como pode ser visto na Figura 3.15:

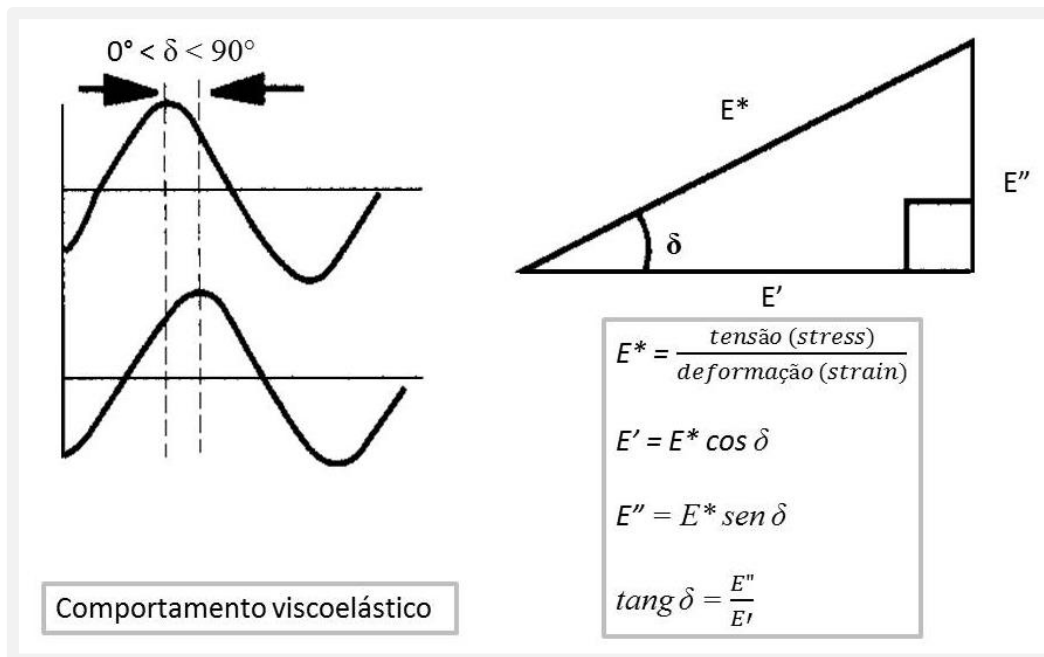


Figura 3.15 – Diagrama esquemático das tensões e deformações que ocorrem em um material real e do módulo complexo E^* ; bem como de suas componentes real (E') e imaginária (E'').

Numa determinada amostra a deformação total em um instante t é igual à soma de duas parcelas: a elástica (reversível) e a inelástica, ou plástica (irreversível), e estes valores irão variar de acordo com as características viscoelásticas específicas da referida amostra. Ao cessar a ação da força, a amostra mantém apenas a deformação total permanente adquirida ao longo do ensaio.

O módulo real E' , também denominado módulo de armazenamento, é a componente que representa as características de comportamento elástico do material, e expressa a capacidade de armazenamento de parte da energia aplicada pela força oscilante na forma de energia potencial, enquanto ocorre a parcela de deformação elástica reversível da amostra.

O módulo imaginário E'' , também denominado módulo de perda, é a componente que representa as características viscosas do material, e expressa a capacidade de “perda” de parte da energia aplicada pela força oscilante na realização do trabalho que promove a parcela de deformação permanente da peça durante sua ação (DWECK, J., 2015).

As tensões aplicadas ao longo dos ensaios de DMA são constituídas por uma componente estática (permanente) e por uma componente dinâmica (oscilatória), e podem variar em intensidade ao longo do ensaio, sendo a força estática sempre ao

menos ligeiramente superior à força dinâmica, de forma a manter o contato entre o punção e o corpo de prova. Também é possível inserir variações de temperatura, positivas e negativas na programação.

Com o uso desta técnica é possível obter valores de resistência mecânica, além de conhecimentos sobre fadiga, que é a perda de resistência mecânica do material decorrente de sua fissuração e degradação gradual quando submetido a esforços repetidos.

Os ensaios de Dynamic Mechanical Analysis (DMA), ou análise dínamo-mecânica, foram efetuados no equipamento Netzsch DMA 242. Foram utilizados corpos de prova de geometria similar aos utilizados nos ensaios convencionais para aferição de resistência à tração na flexão em três pontos, isto é, no formato de paralelepípedo com medidas aproximadas de 5x1x0,3 cm. Uma comparação de posicionamento e de características de montagem das amostras feita entre o formato utilizado pelo equipamento de DMA e o utilizado pelo equipamento para ensaios de resistência à tração na flexão em três pontos pode ser vista na Figura 3.18 - A.

O DMA é usualmente utilizado para avaliação de polímeros. Não foi encontrada literatura ou normas para sua utilização para materiais cerâmicos. Portanto os ensaios foram efetuados de forma exploratória, buscando a obtenção de parâmetros que pudessem comparar e/ou complementar dados obtidos através de outras técnicas.

Os ensaios de DMA foram efetuados nas frequências de 1, 2,5, 5, 10 e 20 Hertz, na faixa entre as temperaturas de 100° C negativos e os 400° C positivos, sempre com uso de uma taxa de esfriamento ou aquecimento de 10° C/min. A força total máxima aplicada foi de 14,2 N.

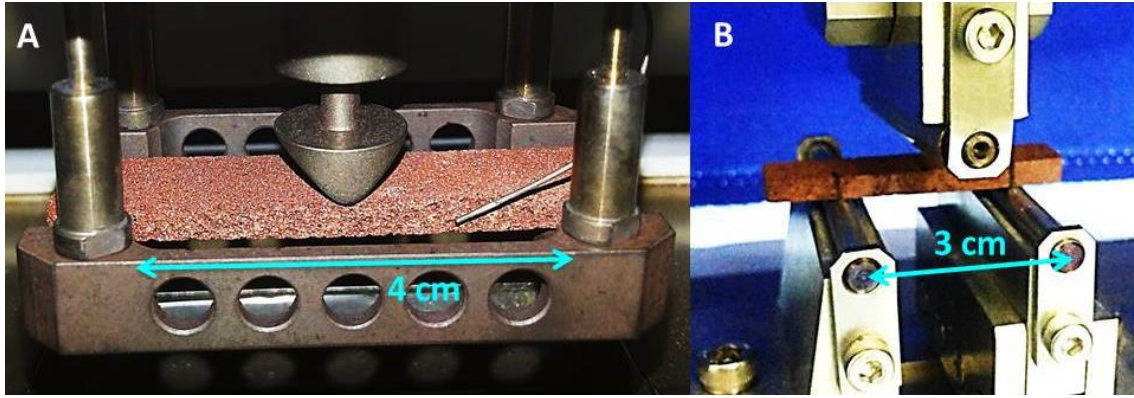


Figura 3.16 – Corpo de prova posicionado no equipamento Netzsch, sendo preparado para ensaio de DMA, com carregamento de flexão em três pontos (A). Corpo de prova posicionado no equipamento servo-controlado Shimadzu, sendo preparado para ensaio de resistência convencional à tração na flexão pelo método de três pontos (B).

4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA

Fluorescência de raios x

Conforme descrito no item 3.1, foram efetuados alguns ensaios tanto com o Vikaflex[®] como com o gesso acartonado, para fins comparativos. A composição química do Vikaflex[®], bem como do gesso que constitui o componente central do gesso acartonado comercial hidrófugo, foi determinada por FRX. O resultado se encontra na Tabela 4.1, e mostra que enquanto a espuma cerâmica se compõe predominantemente por silício e óxido de ferro, o gesso tem grande parcela de sua composição formada por óxido de cálcio e de enxofre, ou seja, gipsita.

Tabela 4.1 – Composição química do Vikaflex[®] e do gesso acartonado hidrófugo obtida por FRX

Composição química	Vikaflex	Gesso
	%	%
SiO ₂	50,22	1,38
Fe ₂ O ₃	31,14	0,16
Al ₂ O ₃	13,32	0,26
K ₂ O	2,48	0,07
CaO	1,61	34,84
SO ₃	0,47	41,25
ZrO ₂	0,31	-
MgO	-	0,14
SrO	-	0,14
Perda ao fogo	0,45	21,68

Difração de raios x

O difratograma de raios x (DRX) do Vikaflex[®] pode ser visto na Figura 4.1.

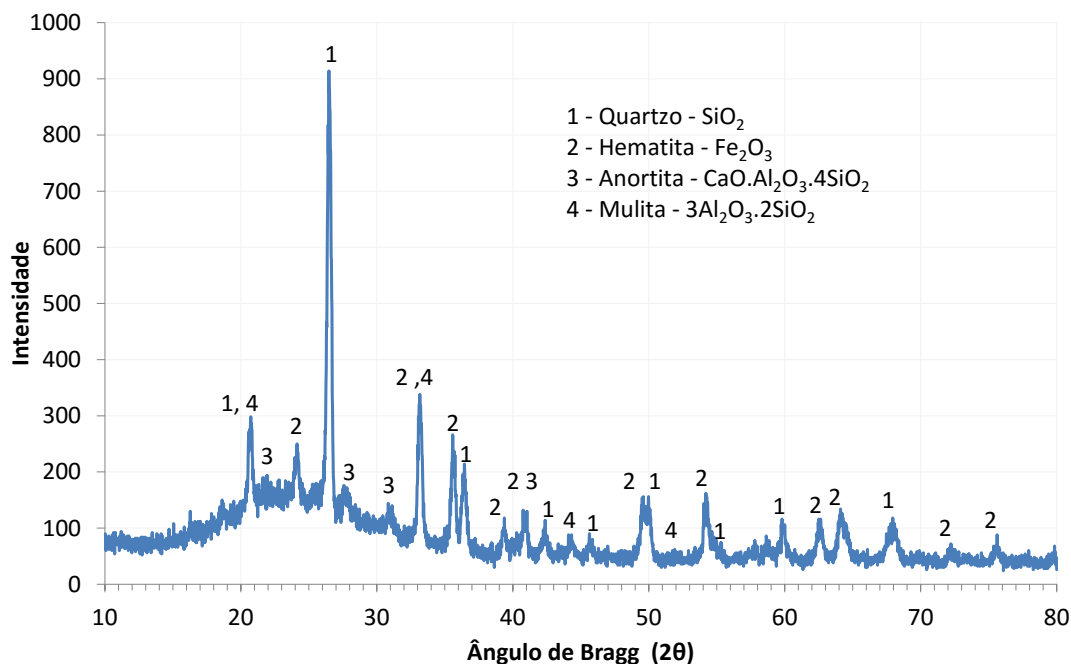


Figura. 4.1 – Espectro de difração de raios x do Vikaflex[®]. Os principais minerais presentes foram identificados através dos picos de maior intensidade. A ondulação suave da linha base preconiza amorfismo.

O difratograma de raios x (DRX) do Vikaflex[®] pode ser visto na Figura 4.1. Através da aplicação do método de Rietveld, foi possível estimar quantitativamente sua composição mineral, que é acompanhada por reduzida percentagem de fase amorfa, como pode ser visto na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Composição mineral quantitativa do Vikaflex[®] obtida pelo método de Rietveld a partir de DRX

	Quartzo SiO ₂	Hematita Fe ₂ O ₃	Anortita CaO.Al ₂ O ₃ .4SiO ₂	Mulita 3Al ₂ O ₃ .2SiO ₂
%	51,7	24,6	16,0	7,65

Espectrometria de energia dispersiva de raios x

Como detalhado no item 3.2.1, os elétrons mais externos dos átomos, atingidos por um feixe de elétrons que incide em sua superfície, dão origem à emissão de uma energia característica que permite sua identificação. Por este motivo as amostras utilizadas nas

análises por EDS não são metalizadas. As imagens abaixo foram obtidas através de MEV em baixo vácuo.

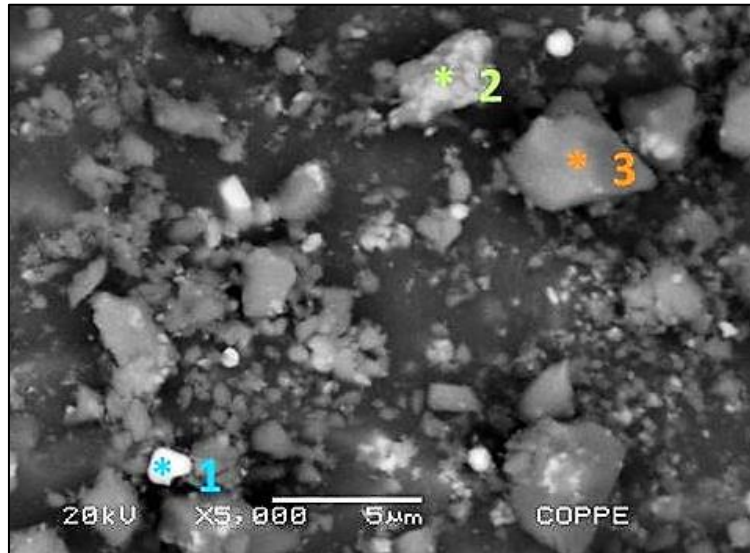


Figura 4.2 – Imagem obtida por MEV com uma amplificação de 5.000 vezes do material pulverizado. É possível observar pequenas partículas apoiadas sobre a superfície de outra partícula de dimensões bem maiores.

As Figuras 4.3 a 4.5 se referem à composição encontrada por EDS para os pontos identificados na Figura 4.2.

O intenso pico de silício apresentado pela Figura 4.3 é típico de materiais cerâmicos com alto teor de quartzo. O pico de ferro era esperado no Vikaflex[®], já que o mesmo contém elevadas proporções de hematita em sua composição. Na Figura 4.4 são visíveis os picos de silício e de ferro, presentes na forma de quartzo e de hematita nesta partícula da amostra. O intenso pico de silício e alumínio é visível na Figura 4.5, enquanto nesta partícula da amostra o ferro se encontra quase ausente.

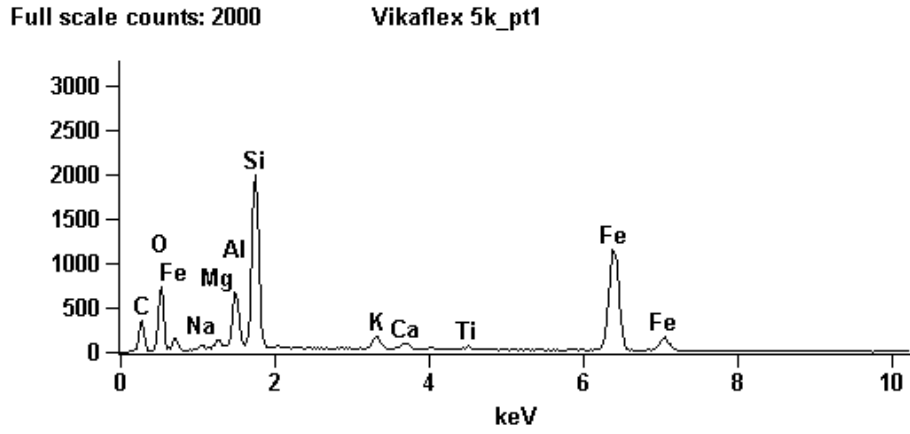


Figura 4.3 – Espectro de EDS da amostra no ponto 1, assinalado em azul na Figura 4.2.

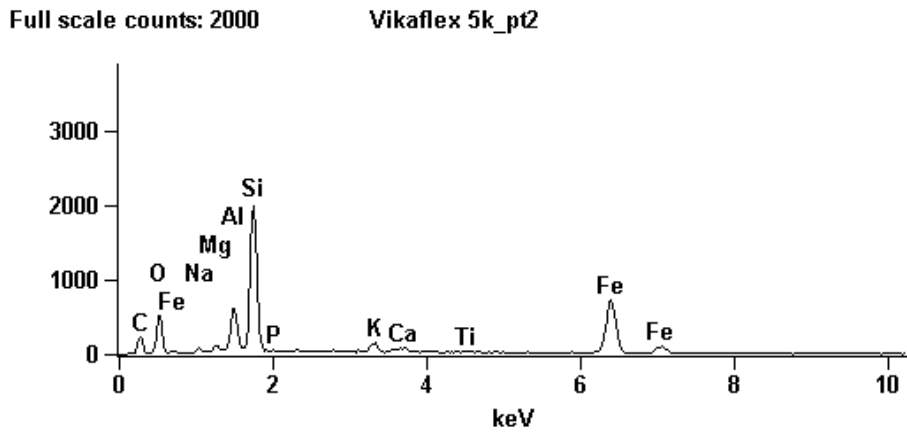


Figura 4.4 - Espectro de EDS da amostra no ponto 2, assinalado em verde na Figura 4.2.

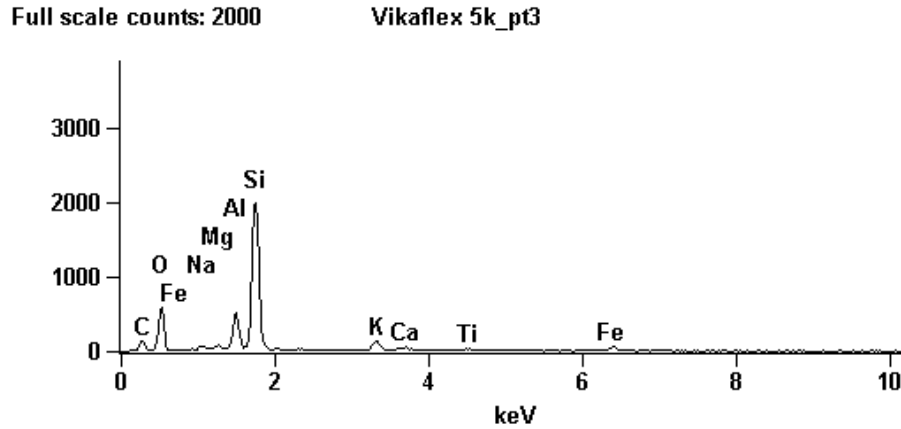


Figura 4.5 - Espectro de EDS da amostra no ponto 3 assinalado em laranja na Figura 4.2.

A Figura 4.6 permite observar variações de composição numa mesma partícula através das diversas intensidades de resposta ao feixe de elétrons.

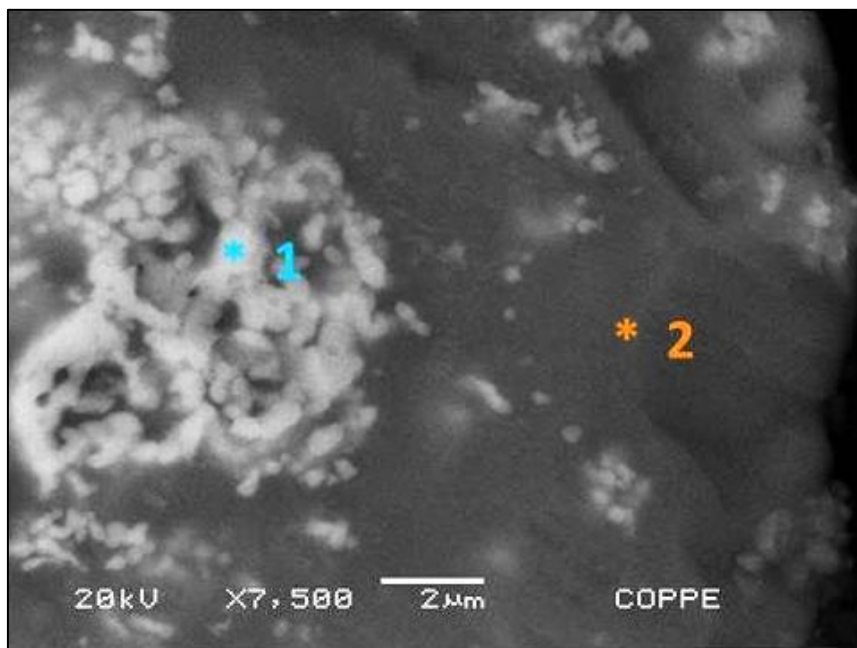


Figura 4.6 – Imagem obtida por MEV com uma amplificação de 7.500 vezes.

As Figuras 4.7 e 4.8 se referem à composição encontrada por EDS para os pontos identificados na Figura 4.6.

O intenso pico de ferro visível na Figura 4.7 identifica a intrusão deste metal no corpo da partícula em análise, mostrando que a composição do Vikaflex não é homogênea em

relação a um reduzido raio de análise, característica já esperada em se tratando de um material multifásico.

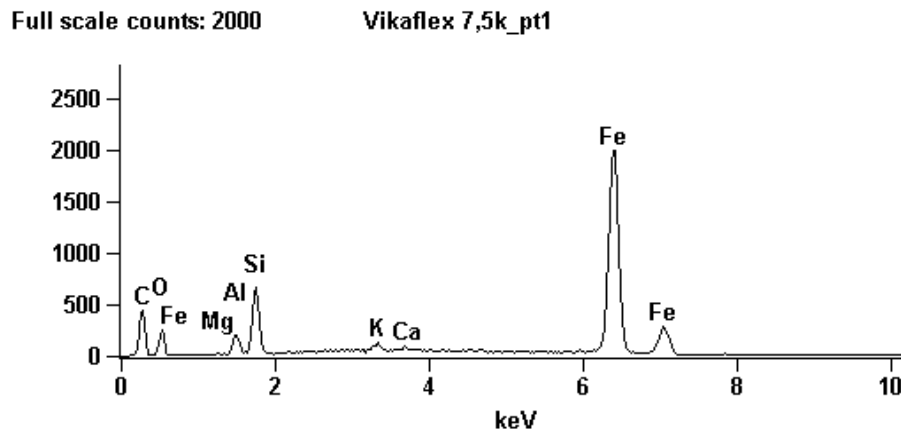


Figura 4.7 - Espectro de EDS da amostra no ponto 1, assinalado em azul na Figura 4.6.

A Figura 4.8 mostra que o ponto 2 da Figura 4.6 assinala a forte presença de sílica e de alumínio na composição básica da partícula, oriundos do quartzo, anortita e mulita.

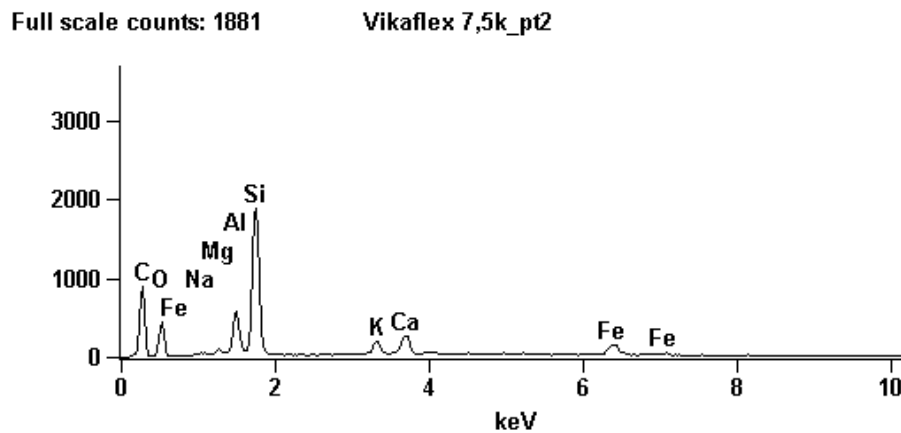


Figura 4.8 - Espectro de EDS da amostra no ponto 2, assinalado em laranja na Figura 4.6.

4.2 – ESTRUTURA, MORFOLOGIA E FLUTUABILIDADE

O Vikaflex[®], sendo uma espuma cerâmica, possui grande parcela de vazios distribuída no material. A proporção de vazios presentes, ou sua porosidade, foi obtida medindo-se a massa seca e a massa úmida, bem como o peso de água deslocado, ou volume aparente (V_a), para cada uma das cinco amostras intactas (A) e cinco amostras lixadas (B), para fins comparativos. Como as amostras lixadas perdem parte de seu volume e massa com a retirada da camada superficial vítrea, a média dos valores de massa seca (m_d) para as amostras intactas foi de 42,8 g, enquanto para as amostras lixadas a média foi de 28,9 g. Já no caso das amostras úmidas, quando os poros abertos se encontram preenchidos com água, a média dos valores de massa úmida (m_w) para amostras intactas foi maior que a média das amostras lixadas. Foi também possível observar que, embora as amostras intactas permaneçam recobertas pela camada vítrea, ainda são passíveis de sofrer a intrusão de água. De fato a camada vítrea também apresenta poros aleatoriamente distribuídos, como pode ser visto na Figura 4.9. Por outro lado, as amostras lixadas, desprovidas desta camada vítrea superficial que funciona como um filme selante nas faces externas das peças íntegras, absorveram uma elevada proporção de água em seus poros abertos, visíveis na Figura 4.10.

O volume de poros abertos (V_o) foi calculado a partir das massas seca e úmida. A porosidade aberta (P_o) foi calculada a partir destes valores, quantificando-se como 26,7 % o aumento de porosidade aberta decorrente da retirada da película superficial vítrea de amostras com estas dimensões.

A obtenção destes dados possibilitou o cálculo da densidade aparente (d_a). Os valores de volume de fase sólida (V_s), o volume de poros fechados (V_c), a porosidade fechada (P_c) e a porosidade total (P_t), foram calculados utilizando-se a densidade específica de 2,6929 g/cm³ obtida por picnometria a gás hélio, bem próxima à da sílica (2,65 g/cm³), seu principal componente.

Foram igualmente calculados os valores de absorção de água (AA), cuja variação demonstra que a alta percentagem de poros abertos das amostras lixadas provoca um aumento importante em sua capacidade absorptiva, como pode ser visto na Tabela 4.3 (valores das medições nos Anexos 3 e 4). As amostras com superfícies intactas preservam-se da intrusão de água através da película vítrea que as recobre.

Tabela 4.3 - Valores de volume e densidade aparentes, de porosidade aberta, volume de fase sólida, porosidade fechada, porosidade total e absorção de água das amostras intactas (A) e das amostras lixadas (B) para densidade específica a gás hélio de 2,6929 g/cm³ (coeficiente de variação entre parênteses)

Amostras	Volume Aparente	Densidade Aparente	Porosidade Aberta	Volume de Fase Sólida	Volume de Poros Fechados	Porosidade Fechada	Porosidade Total	Absorção de Água
	V_a	d_a	P_o	V_s	V_C	P_c	P_t	AA
	cm ³	g/cm ³	%	cm ³	cm ³	%	%	%
Média A (%)	52,543	0,815	11,74	15,896	30,479	57,93	69,69	14,41
	(4,56)	(5,32)	(18,68)	(0,77)	(9,24)	(5,33)	(2,31)	(18,34)
Média B (%)	42,106	0,687	38,43	10,735	15,191	35,83	74,39	55,97
	(8,67)	(9,47)	(7,70)	(6,77)	(22,33)	(14,81)	(3,25)	(3,27)

As imagens obtidas à temperatura ambiente por microscopia ótica de uma amostra intacta e de uma amostra seccionada, visíveis nas Figuras 4.9 e 4.10, permitem uma observação acurada da estrutura física de uma peça de Vikaflex[®]. A superfície externa, que foi exposta a temperaturas mais elevadas, exhibe uma camada vítrea irregular e com poros esparsos, reduzidos e arredondados, vestígios de bolhas que afloraram ao exterior pela pressão do gás gerado por decomposições térmicas, conforme explicitado no item 4.3.3. O corte transversal permite a observação da porosidade interior da peça. A fase líquida visível na superfície interna dos poros fechados mantém o gás decorrente de decomposições em seu interior, e este gás auxilia na resistência mecânica das peças, mantendo a rigidez das paredes dos poros através de pressão interna, como ocorre com a película superficial de um balão inflado. Pode ser observada a existência de poros de diversas dimensões, variando de poros medindo 7 milímetros de diâmetro até micro poros com diâmetro de 0,005 µm, estes últimos apenas identificáveis através de porosimetria por intrusão de mercúrio.

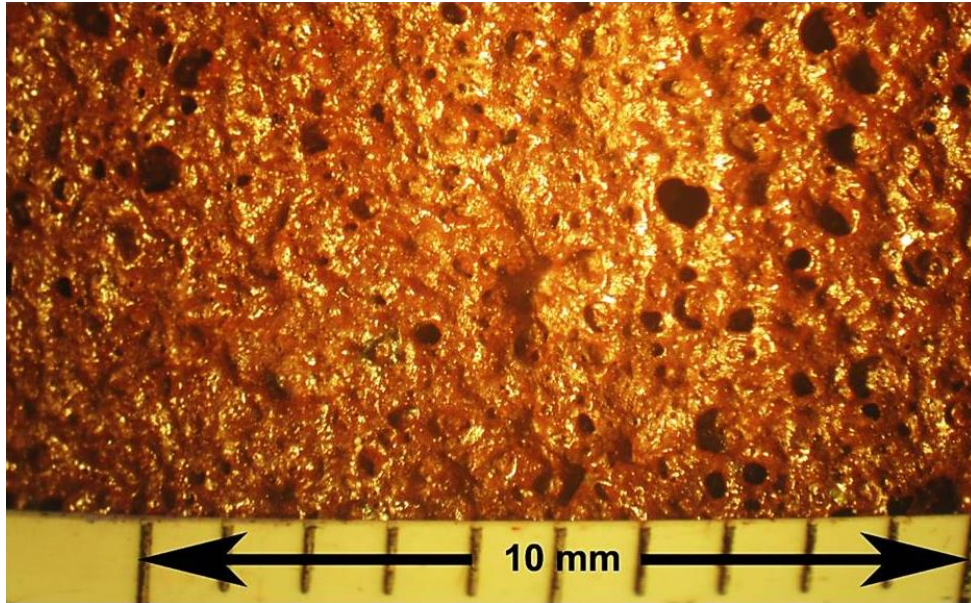


Figura 4.9 - Imagem ao microscópio óptico mostrando a superfície externa do Vikaflex[®]. É visível a presença do filme vítreo que recobre a peça. Podem ser identificados poros remanescentes de bolhas que vieram à superfície expelindo o gás que pressionava por sua liberação na atmosfera do forno.

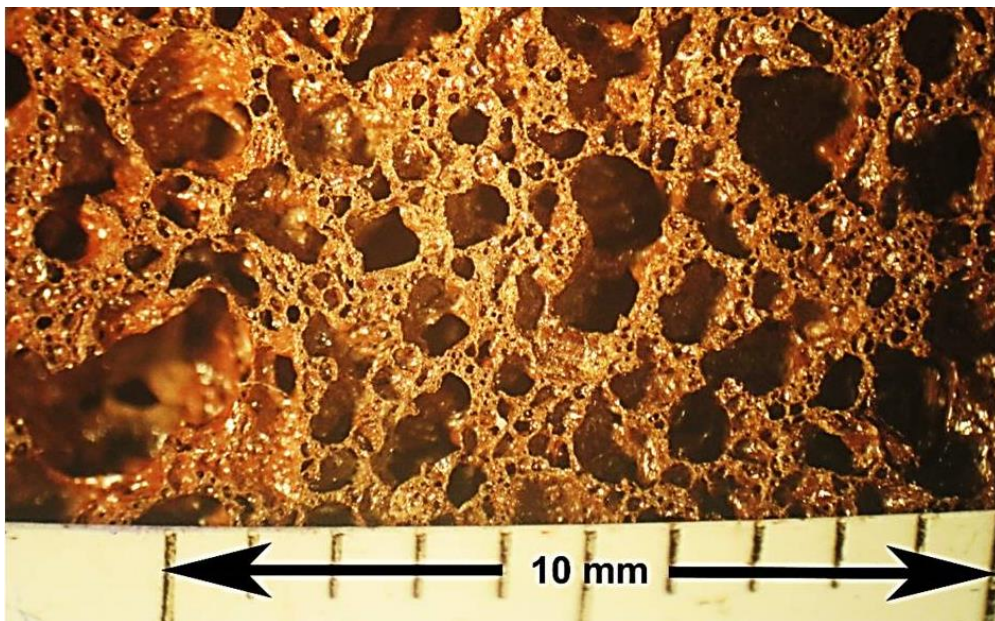


Figura 4.10 – Imagem de microscópio óptico proporcionando a visão do interior do Vikaflex[®] a partir de um corte transversal numa peça. Podem ser vistos poros de dimensões variáveis e a grande proporção de fase vítreo existente na superfície interna dos poros. Estes poros foram formados por decomposição térmica, gerando um gás que permaneceu aprisionado em seu interior pela impermeabilidade conferida pela película constituída pela fase vítreo.

A Figura 4.11, oriunda de microtomografia computadorizada, mostra as imagens resultantes da reconstrução computadorizada da amostra poligonal P1 (A) e da amostra cilíndrica C2 (B), obtidas a partir dos dados dos cortes transversais feitos pela projeção de radiação de raios x sobre as amostras de Vikaflex[®] (LIMA *et al.*, 2007).

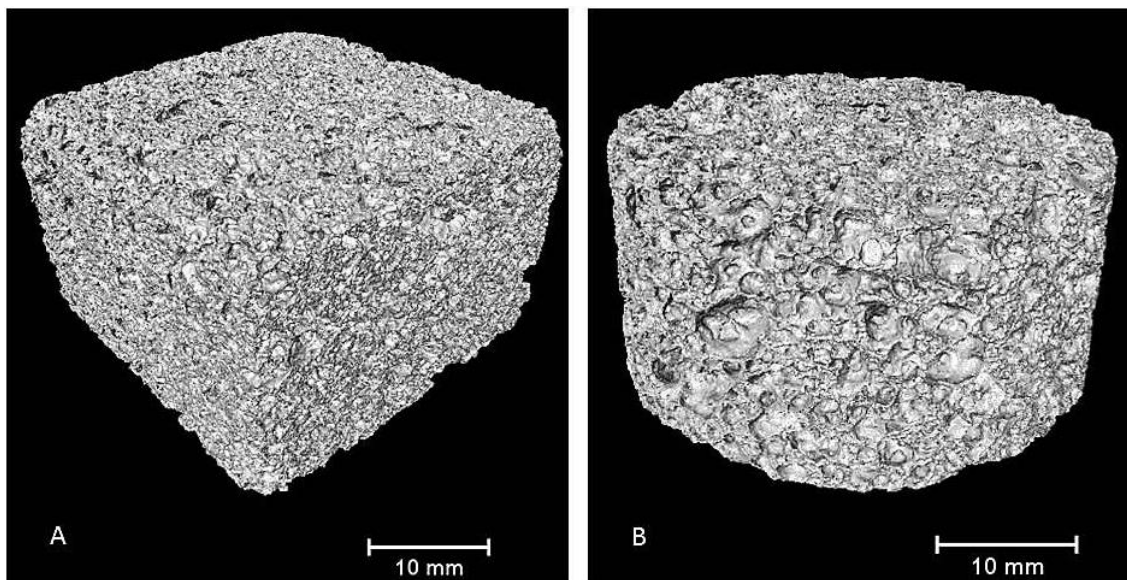


Figura 4.11 – Reconstrução tridimensional a partir dos dados obtidos por microtomografia computadorizada das amostras P1 (A) e C2 (B).

Na Figura 4.11 ambas as amostras exibem intensa porosidade e grande variação de volume de poros, confirmando estas características anteriormente observadas no material através das imagens de microscopia ótica e através dos ensaios de densidade e porosidade aparentes de amostras lixadas.

Inclusive, um poro de grandes dimensões foi encontrado nas quatro amostras ensaiadas, reforçando a hipótese de que uma falha na leitura das imagens tenha provocado uma falsa interconexão de poros. Por este motivo as imagens foram submetidas a um filtro, sendo retirado o ruído das imagens. Em decorrência do uso do filtro foi encontrada uma nova distribuição de poros, mais gradual e, portanto, mais de acordo com o observado nas peças, como pode ser visto nas imagens da Figura 4.12. A imagem A foi obtida antes do uso do filtro, sendo um corte que passa no mesmo ponto em que passa o corte da imagem B, que apresenta os poros separados por cor de acordo com sua dimensão, já após o uso do filtro (REIS NETO *et al.*, 2011).

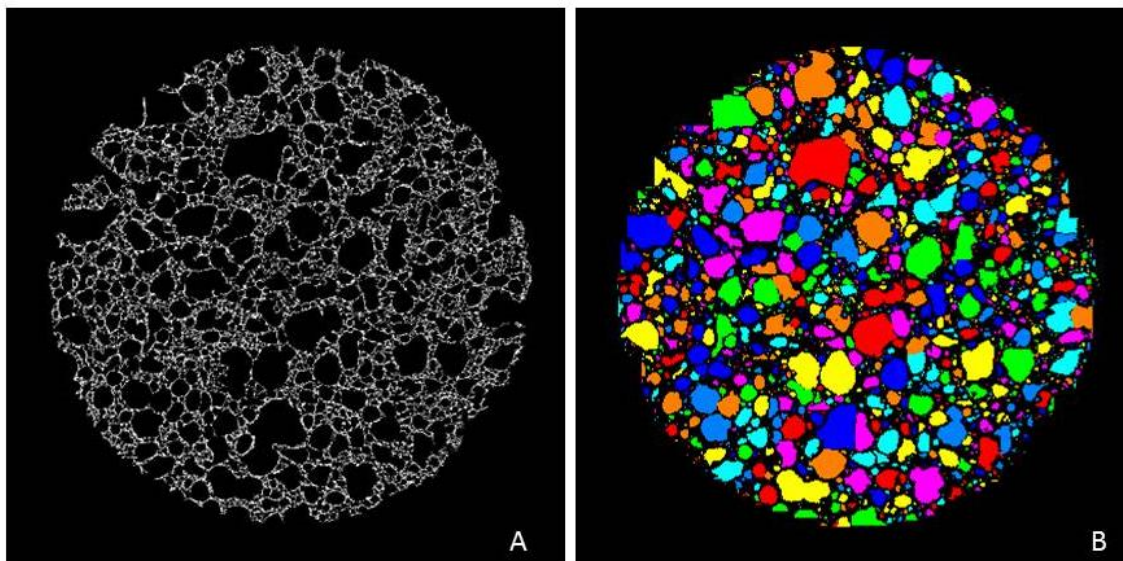


Figura 4.12 – Cortes gerados na mesma altura da peça C2 por microtomografia computadorizada. **A** – Visão da fase sólida, mais difícil de ser atravessada pelos raios x. As nuances de tonalidade possivelmente se devem a uma maior concentração de Fe_2O_3 nas áreas mais claras, devido à sua maior absorção dos raios x. **B** – Visão dos poros encontrados, separados por cor. Os poros de determinada dimensão recebem cores iguais. Embora se tratem de cortes em alturas diferentes, o efeito do filtro é visível na acuidade de percepção das hastes separadoras de poros.

A distribuição acumulativa de poros em função do diâmetro da esfera de volume equivalente, obtida através de microtomografia computadorizada após o uso do filtro, pode ser vista na Figura 4.13. Pode-se notar certa variação nessa distribuição entre as amostras, possivelmente decorrente de sua fabricação em nível laboratorial. É visível a limitação de leitura deste ensaio para dimensões inferiores de poros, já que apenas foram identificados poros com valores superiores a 0,12 mm (119,8 μm) para o diâmetro de uma esfera de volume equivalente.

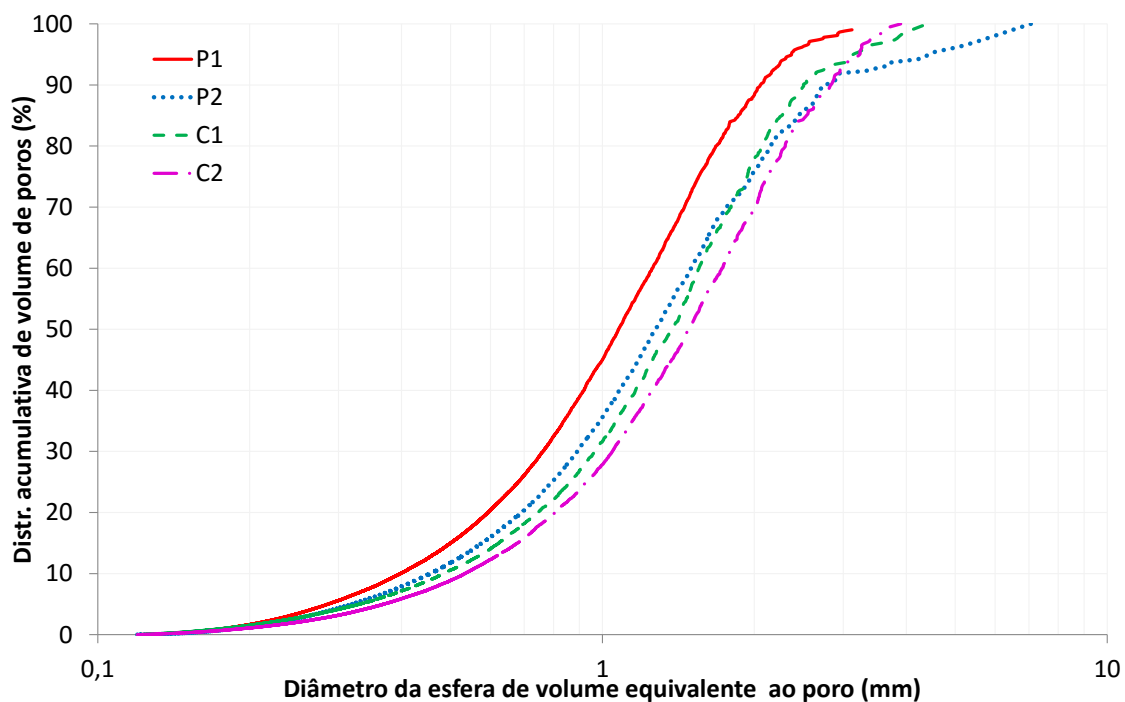


Figura 4.13 – Distribuição acumulativa percentual de volume dos poros em função do diâmetro da esfera de volume equivalente ao do poro, obtida por microtomografia computadorizada.

Através da microtomografia de raios x de quatro amostras foi obtido o valor de porosidade total média de 55,6 %. Como o valor de porosidade total média para amostras sem cobertura vítrea (como é o caso destas utilizadas para a microtomografia), obtido pelo método de Arquimedes, foi de 74,3 %, pode-se concluir que os poros com valores de diâmetro equivalente inferiores a 0,12 mm (120 μm) contabilizam uma parcela não insignificante da porosidade total, consistindo de, aproximadamente, 18,7 % deste total.

Para confirmar a existência destes poros de menores dimensões e determinar seus valores de volume, foi realizada a análise de porosimetria por intrusão de mercúrio. Para que os poros em questão pudessem ser atingidos de forma representativa, uma amostra intacta foi moída e passada em peneira com malha de 1 mm. Desta forma buscou-se preservar a porosidade de menores dimensões, colocando-a, ao mesmo tempo, suficientemente exposta ao agente intrusor para permitir sua mensuração adequada.

O ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio fornece as medidas de diâmetro de poro e de volume de mercúrio que penetra os poros a cada valor de pressão e volume de mercúrio introduzido na amostra. A Figura 4.14 torna visível que um conjunto de poros

correspondente à primeira seção linear da curva é inicialmente preenchido. Conforme a pressão aumenta, a curva apresenta uma inflexão que pode corresponder ao preenchimento de espaços inter-partículas, acompanhado pelo preenchimento de poros. Entretanto os dados obtidos não possibilitam a distinção entre volume de poros e de espaço entre partículas (CORDEIRO *et al.*, 2011).

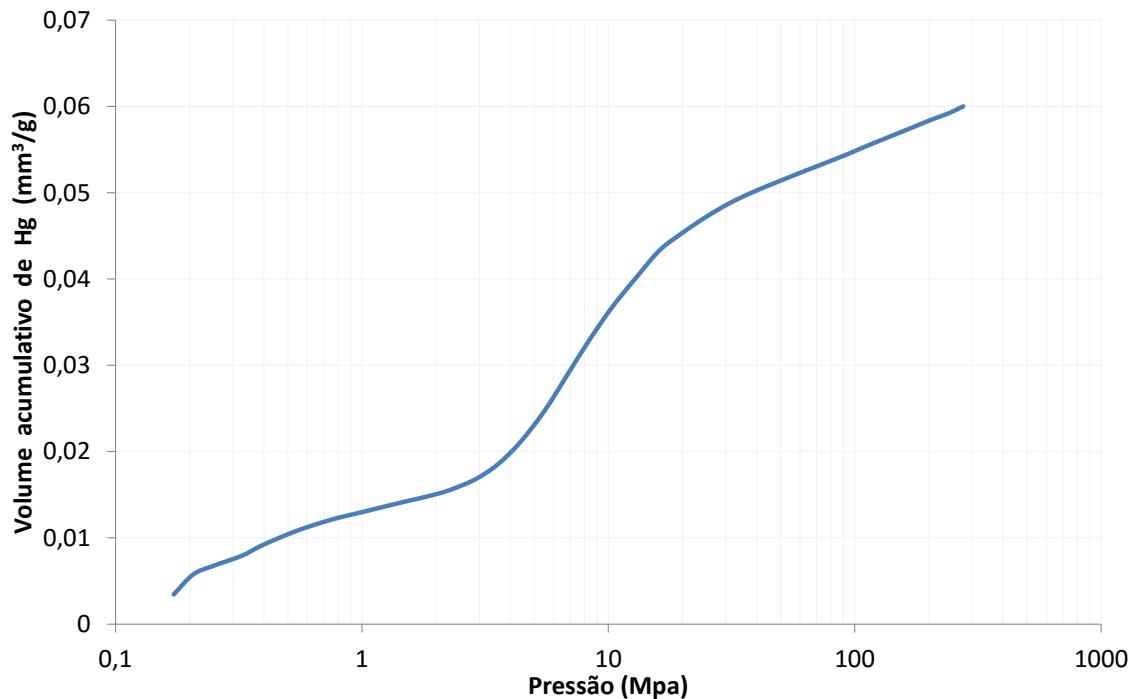


Figura 4.14 – Distribuição cumulativa de volume de mercúrio introduzido nos poros em função da pressão exercida.

Os valores da curva da Figura 4.15 complementam as informações sobre porosidade representadas pela Figura 4.13, apresentando a distribuição de volume de poros de valores mais baixos que os determinados por microtomografia. A inflexão da curva pode, conforme anteriormente comentado, corresponder ao preenchimento de espaços entre as partículas. Por este ensaio foi obtida a massa específica aparente de $2,15 \text{ g/cm}^3$ e a porosidade de 12,9%, com o diâmetro mediano de poros de $0,1733 \text{ }\mu\text{m}$. Este valor de massa específica aparente relativamente próximo à massa específica ($2,693 \text{ g/cm}^3$) mostra que a transformação da amostra em partículas passantes em malha de 1 mm reduziu sensivelmente sua porosidade.

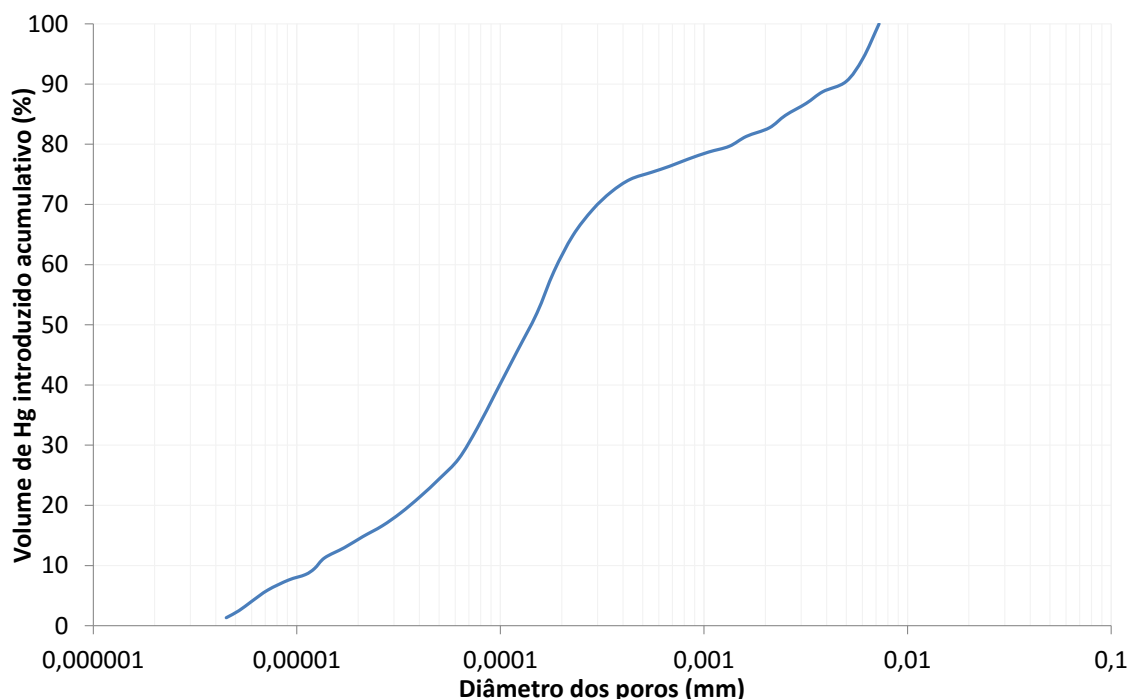


Figura 4.15 – Distribuição acumulativa do volume de mercúrio introduzido nos poros em função do diâmetro dos poros.

As Figuras 4.16 e 4.17 apresentam imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras de Vikaflex[®] moído passante em peneira 200 ABNT (0,74 mm) dispersas em água e espalhadas no suporte de carbono. A Figura 4.16A mostra a mesma partícula que foi submetida a espectrometria de energia dispersiva (EDS), visível na Figura 4.6, quando foi identificada a mancha clara irregular como uma intrusão de Fe₂O₃. A partícula mostra fraturas de formato conchoidal, típicas de vidros. A Figura 4.16B mostra partículas de dimensões menores distribuídas no suporte. É possível observar a grande variação dimensional entre as partículas em ambas as imagens. Nos grãos maiores é possível identificar as mesmas fraturas conchoidais de A.

A Figura 4.17 apresenta imagens de MEV de amostras previamente metalizadas, sendo que suas imagens A, B e C mostram aglomerados de partículas, possivelmente decorrentes da ação das forças de Van der Waals. As imagens C e D mostram uma mesma partícula de maiores dimensões, a qual apresenta grãos menores aderidos à sua superfície. Podem ser observadas as mesmas fraturas conchoidais, assim como inclusões de ferro, na partícula maior.

Entretanto não há indícios de porosidade em nenhuma das partículas passantes em malha 200 (0,074 mm), visíveis nas imagens obtidas por MEV. Portanto uma parcela do

mercúrio introduzido a maiores pressões possivelmente foi inserido no espaço interpartículas, enquanto outra parcela foi introduzida na porosidade existente nas partículas maiores da amostra utilizada para porosimetria por intrusão de mercúrio, constituída por partículas passantes em peneira com malha de 1 mm, que possuem dimensões suficientemente avantajadas para abrigar micro poros com as dimensões de diâmetro obtidas pelo ensaio.

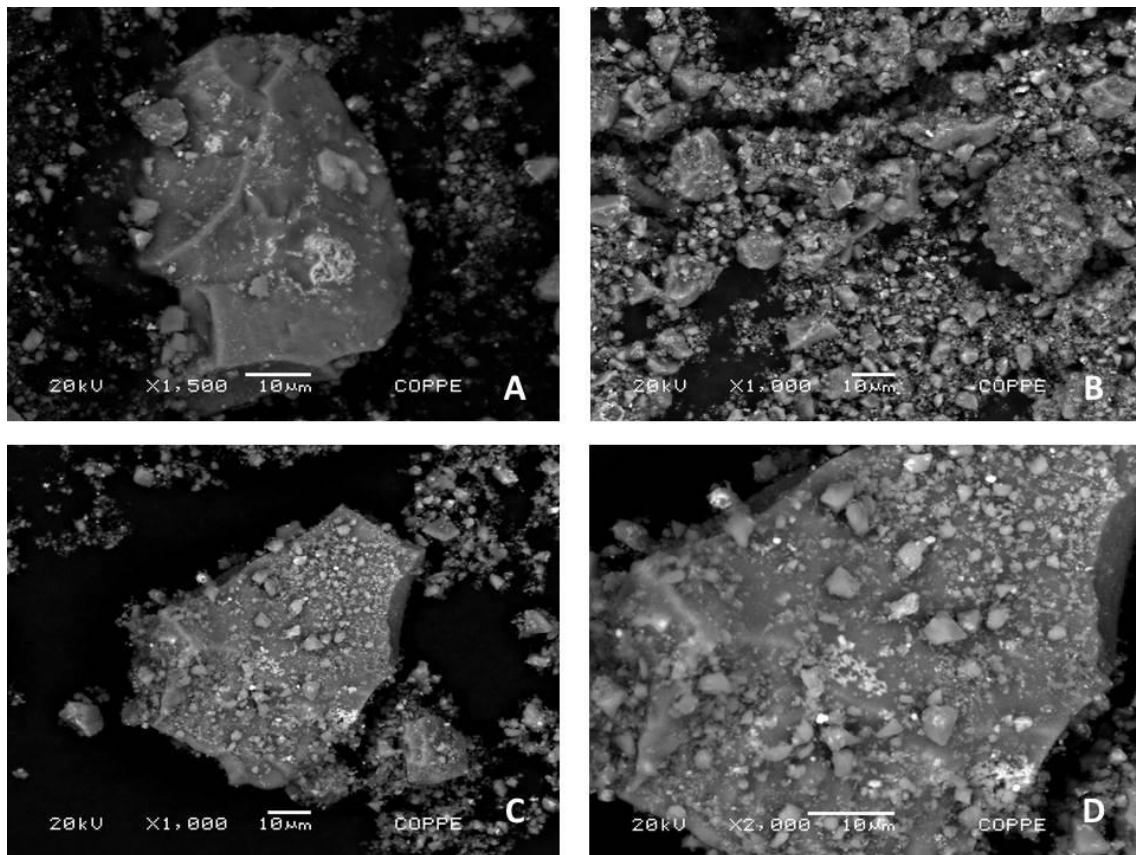


Figura 4.16 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras passantes em peneira malha 200 ABNT. A – Partícula com visível intrusão de Fe_2O_3 (mancha clara na superfície inferior direita), determinada por EDS. B – Partículas distribuídas sobre o suporte. C – Partícula de maiores dimensões com outras menores aderidas à sua superfície. D – Ampliação da imagem da partícula apresentada em C.

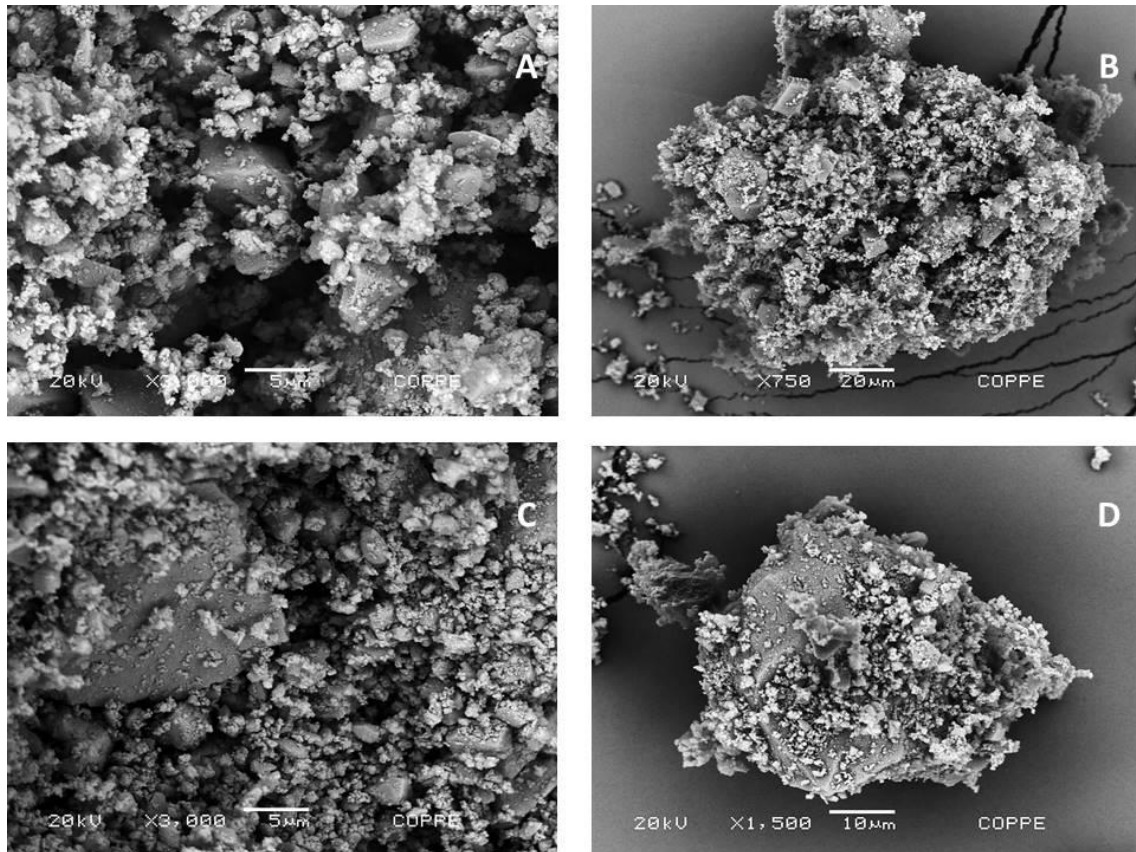


Figura 4.17 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras passantes em peneira malha 200 ABNT previamente metalizadas. A – Partículas de diferentes dimensões. B – Partículas distribuídas sobre o suporte. C – Partícula de maiores dimensões com outras menores aderidas à sua superfície. D – Ampliação da imagem da partícula apresentada em C.

É possível observar que existe uma faixa intermediária de tamanho de poros que não foi mensurada por nenhuma das duas técnicas. Como a amostra utilizada para o ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio foi submetida a desagregação para a obtenção de partículas menores que possibilitassem o acesso aos poros de menores dimensões, neste processo podem ter sido degradados os poros da faixa intermediária em questão. Levando em conta a porosidade total de 74,3 % obtida pelo método de Arquimedes para peças sem revestimento vítreo, foi elaborada a Tabela 4.4, que apresenta a faixa de tamanho de poros que não pode ser lida pelas técnicas utilizadas, com as respectivas amostras.

Tabela 4.4 – Valores de porosidade para amostras sem cobertura vítrea identificados pelos diferentes métodos e as respectivas faixas de diâmetro de poros

Ensaio	Faixa de tamanho de poros (ϕ em μm)	Porosidade (%)
Arquimedes	Todas	74,3
Microtomografia	Acima de 120	55,6
Lacuna entre métodos	Entre 120 e 6	5,8
Intrusão de mercúrio	Abaixo de 7,24	12,9

Portanto, embora existindo uma faixa de diâmetro de poros que não foi identificada pelos métodos capazes de proporcionar sua distribuição de volume, a porosidade incluída nesta faixa é de reduzida monta, mantendo a confiabilidade dos resultados alcançados.

As Figuras 4.15 e 4.18 (tendo sido esta última inserida para fins comparativos, tendo em vista a possibilidade de utilização deste material em substituição à madeira em portas, móveis, divisórias, pisos) mostram curvas obtidas por porosimetria por intrusão de mercúrio do Vikaflex[®] e da madeira de eucalipto (*E. Globulus*). Embora a Figura 4.18 mostre o total de poros da madeira enquanto a Figura 4.15 apresente apenas os poros de diâmetro inferior a 6 μm do Vikaflex[®], é possível notar que a madeira apresenta uma distribuição menos homogênea de tamanho de poros, sendo os mesmos concentrados em dois patamares: um correspondente aos tamanhos maiores (140 a 10 μm), referentes aos vasos da madeira, e outro correspondente aos tamanhos menores (0,3 μm), referentes à pontuação das fibras do eucalipto (ou pontos de acesso ao interior destas fibras) (MOURA, 2002).

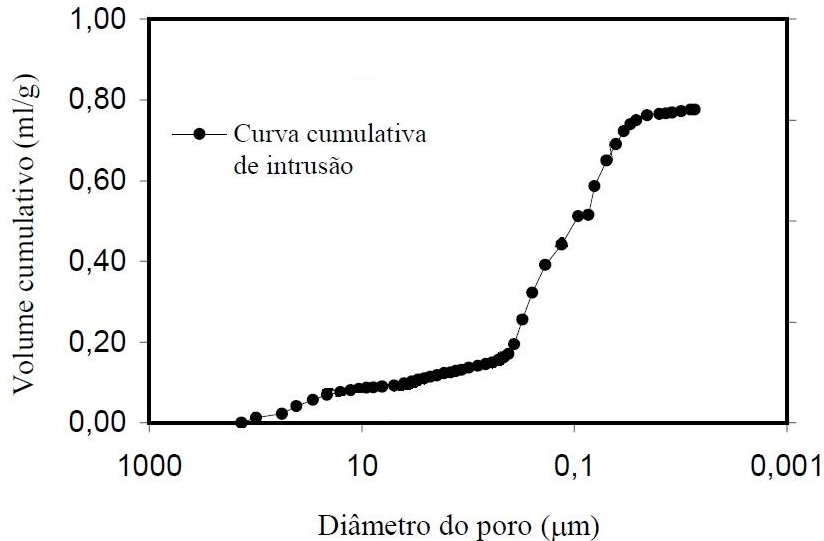


Figura 4.18 – Distribuição de volume acumulativo de mercúrio intrudido em função do diâmetro dos poros para madeira de eucalipto (*E. Globulus*). Baseado em MOURA (2002).

O Vikaflex[®], por sua vez, apresenta uma distribuição mais homogênea, tanto no que concerne aos poros menores, apresentados na Figura 4.14, quanto no que concerne aos poros maiores apresentados na Figura 4.13. Nesta figura pode ser observado que as amostras apresentam entre 55 e 72 % (da parcela de 74 % de poros acima de 120 µm) de seus poros com dimensões acima de 1 mm. Os poros de maiores dimensões podem chegar, numa amostra especialmente porosa, a 7 mm de diâmetro da esfera de volume equivalente, entretanto as maiores dimensões de poro das demais amostras tendem a se restringir à faixa situada entre 3 e 4 mm.

Entre 0,5 e 2 mm concentra-se a maior percentagem de poros identificados por microtomografia, sendo que 66,5 % dos poros com diâmetros maiores que 0,12 mm situam-se nesta faixa. O Vikaflex[®] apresenta uma variação de tamanho de poros de forma distribuída em uma grande variedade de dimensões, mas com formatos que, embora irregulares, tendem ao esférico, como pode ser visto nas Figuras 4.9, 4.10, 4.11 e 4.12.

Amostras intactas e lixadas, submetidas a 2 hs de imersão em água a 100° C ou a 24 hs de imersão em água à temperatura ambiente foram observadas em becker com água pelo período de semanas. As amostras lixadas submetidas a 2 hs de imersão em água a 100° C foram as únicas a afundar.

Esta observação demonstra que o Vikaflex[®] apresenta comportamento diferenciado para as duas formas de ensaio preconizadas pela ABNT NBR 15270 3: 2005, direcionada

para blocos cerâmicos para a construção civil, geralmente sinterizados a temperaturas mais baixas e com uma reduzida proporção de fase vítrea. Esta observação é coerente com estudos anteriores sobre polímeros, onde foi observado que a cinética de absorção varia com a temperatura da água. Portanto a avaliação da capacidade de flutuação do material foi efetuada levando em consideração ambas as formas de ensaio, frisando-se que as condições mais frequentes de uso dos materiais que constituem embarcações, veículos submarinos ou plataformas de petróleo e aos quais, portanto, mais interessa a propriedade da flutuabilidade, se dão à temperatura ambiente usual ou a baixas temperaturas de água. Foi efetuado o cálculo da densidade da parte da amostra composta pelo volume de sua fase sólida somado ao volume dos poros fechados, ou densidade de flutuabilidade, sendo os valores inferiores à densidade da água, que é igual a 1, aqueles que indicam a flutuabilidade de um material (BOUCHONNEAU *et al.*, 2010). Os resultados são apresentados na Tabela 4.5, bem como na Figura 4.16.

Tabela 4.5 – Valores de parâmetros diferenciados para amostras lixadas e intactas, submetidas a 2 hs de imersão em água a 100° C ou a 24 hs de imersão em água à temperatura ambiente (26° C)

Parâmetro	Vikaflex® Lixado		Vikaflex® Intacto	
	26° C/24 hs	100° C/2 hs	26° C/24 hs	100° C/2 hs
Porosidade aberta P_o (%)	5,0	38,4	1,59	11,7
Porosidade fechada P_c (%)	64,8	35,8	65,6	57,9
Absorção de água AA (%)	5,8	56,0	1,80	14,4
Densidade aparente ρ_a (g/cm ³)	0,832	0,687	0,883	0,815
Densidade de flutuabilidade (volume fase sólida + volume poros fechados) ρ_f (g/cm ³)	0,870	1,115	0,897	0,923

As amostras lixadas, quando submetidas à imersão em água a 100° C, permitem uma absorção de água 50,1 % maior do que quando submersas em água à temperatura ambiente. Este aumento de absorção possivelmente deve-se à difusão do ar em razão da temperatura de 100° C, com sua substituição pelo mesmo volume de água no interior dos poros abertos, aumentando a penetração do líquido em poros menores e através de interconexões entre poros maiores. As amostras intactas também apresentaram um

aumento da absorção de água da ordem de 12,6 %, o que destaca a importância da proteção da película vítrea em seu desempenho em termos de absorção de água. Por outro lado, a densidade mais alta desta camada vítrea superficial faz com que as peças intactas destas dimensões não tenham o melhor desempenho em termos de flutuabilidade, a qual permanece apenas ligeiramente mais alta que a das amostras lixadas e imersas em água nas mesmas condições.

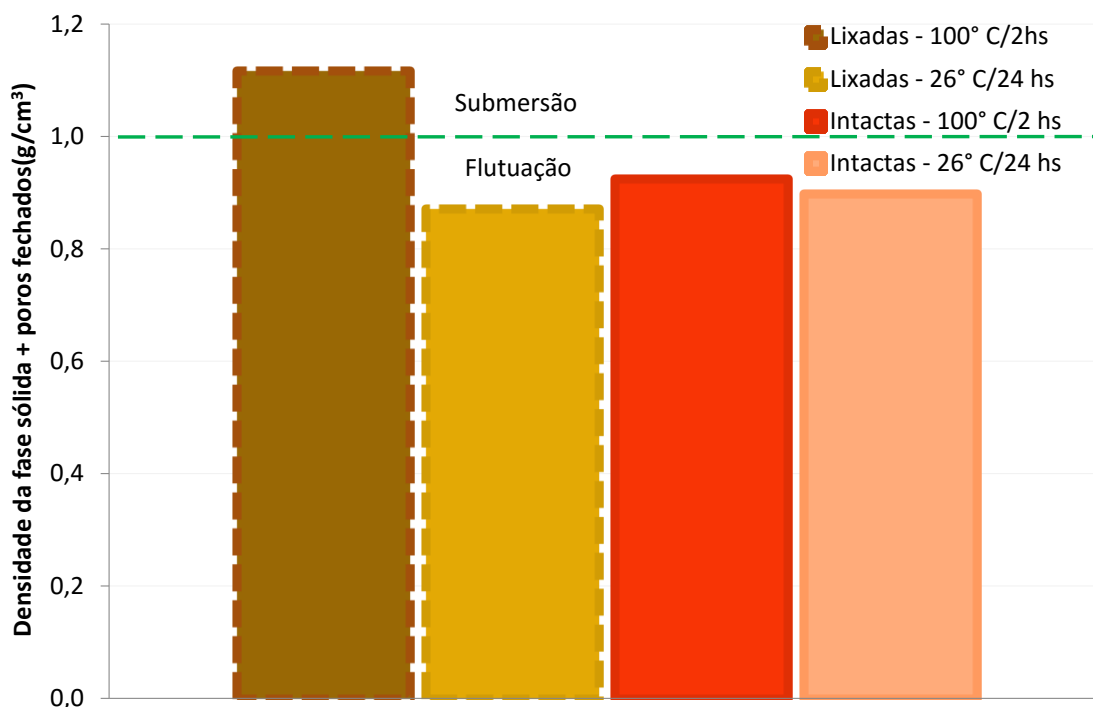


Figura 4.19 – Valores de densidade de flutuabilidade, isto é, densidade da parte constituída pelo volume da fase sólida somado ao volume dos poros fechados. Estes valores de densidade preconizam a flutuabilidade do material.

Como pode ser visto na Tabela 4.3 e na Figura 4.19, apenas as amostras lixadas e submetidas à imersão em água a 100° C por 2 hs apresentam massa específica mais alta que a da água. Como a massa específica do Vikaflex® (isto é, a massa específica de sua fase sólida) é mais alta que a da água, com grande parte dos poros abertos inundados pela água a 100° C as peças destas dimensões afundam. Portanto pode-se afirmar que este material possui flutuabilidade positiva, com exceção do caso de peças sem cobertura vítrea que sejam submetidas a imersão em água a temperaturas superiores a 100 ° C por mais de 2 hs.

Para fins comparativos, a Tabela 4.6 expõe os valores de densidade de diversos materiais. Pode ser observado que determinados itens apresentam valores similares aos do Vikaflex[®] e incluem diversos produtos com base cimentícia, assim como madeira e derivados, e, ainda, o gesso acartonado. Outros itens apresentam densidade inferior, como poliuretano rígido e poliestireno expandido (Isopor[®]), além do compensado. Ainda outros itens apresentam densidade superior, e incluem uma grande variedade de materiais.

O Vikaflex[®], portanto, neste quesito, demonstra características competitivas com outros fechamentos leves disponíveis no mercado.

Tabela 4.6 – Valores de densidade de diversos materiais e do Vikaflex®
 (CALLISTER, 1991, CHAVES, *et al.*, 2009, ABNT NBR 11752: 2007, MENDONÇA, 2005, CAMBRIDGE, 2003, CONSTRUPOR, 2015, ELEOTÉRIO, J.R., 2000, ETERNIT, 2014, MENEGOTTI, 2015)

Material	Densidade mínima	Densidade máxima
	g/cm ³	g/cm ³
1. Vikaflex®	0,687	0,883
2. Tijolo cerâmico	1,9	2,1
3. Bloco de concreto	2,1	2,3
4. Concreto, típico	2,3	3,0
5. Concreto leve com pérolas de Isopor® (EPS)	0,7	1,6
6. Concreto celular	0,4	0,8
7. Gesso acartonado	0,685	0,934
8. Painéis de concreto reforçado (fibras)	-	1,7
9. Pannel Wall	-	0,8
10. Chapas de madeira compensada	0,41	0,55
11. <i>Medium-Density Fiberboard</i> (MDF)	1,54	3,71
12. Madeira, típico (longitudinal)	0,6	0,8
13. Madeira, típico (transversal)	0,6	0,8
14. Vidro alcalino	1,9	2,1
15. Policarbonato	1,14	1,21
16. Poliestireno expandido (EPS) - Isopor®	0,01	0,0325
17. Poliuretano rígido (PU)	0,0064	0,031
18. <i>Polyvinyl chloride</i> (PVC)	1,30	1,58

A Tabela 4.7 apresenta os valores médios obtidos a partir de ensaios com cinco amostras de gesso acartonado resistente à umidade, para porosidade aberta, absorção de água e densidade aparente, para fins comparativos com os valores obtidos para o Vikaflex® lixado.

Tabela 4.7 – Valores de parâmetros para amostras de gesso acartonado hidrófobo submetidas a 2 hs de imersão em água à temperatura ambiente (23° C)

Parâmetro	Unidade	Vikaflex®	Gesso acartonado
		26° C/24 hs	23° C/24 hs
Porosidade aberta	P_o (%)	4,97	12,93
Absorção de água	AA (%)	5,84	7,92
Densidade aparente	ρ_a (g/cm ³)	0,832	1,632

O gesso acartonado apresentou valores mais elevados do que aqueles apresentados pelo Vikaflex® em todos os ensaios, apresentando mais poros abertos, maior absorção de água, embora apresente maior densidade aparente. Estas qualidades impedem sua flutuabilidade positiva.

A ABNT, em suas NBR 15270 1 e 2 de 2005, determina que os blocos cerâmicos, sejam eles do tipo destinado a vedação, sejam eles estruturais, tenham absorção de água entre 8 e 22 %. O índice de absorção de água do produto se situa abaixo da faixa exigida pela norma da ABNT, estando igualmente abaixo dos índices tabelados para alvenaria tradicional e para o gesso acartonado hidrófugo.

A reduzida absorção de água do Vikaflex®, especialmente quando somada à sua imputrescibilidade, o indica para uso em áreas úmidas ou molhadas, pois seu desempenho, neste quesito, se mostra superior ao da alvenaria tradicional, bem como ao do gesso acartonado hidrófugo.

4.3 – PROPRIEDADES TÉRMICAS

4.3.1 - MICROSCOPIA DE AQUECIMENTO

Para fins comparativos, além das amostras de Vikaflex[®], foram também analisadas amostras de gesso acartonado hidrófugo.

Vikaflex[®]

A microscopia de aquecimento (MA) é usualmente utilizada na indústria para determinação de temperaturas de transformação características para materiais cerâmicos, tais como temperatura de amolecimento, de semiesfera, de esfera e ponto de fusão (EXPERT SOLUTIONS ADVANCED THERMAL ANALYSES, 2014a). A MA é especialmente utilizada para testes de novas composições ou de matérias-primas para o fabrico de produtos cerâmicos. A possibilidade de acompanhar as alterações físicas e morfológicas de uma amostra durante variações de temperatura a ela impostas permite uma compreensão bastante acurada do comportamento térmico do material.

A Figura 4.20 mostra as imagens de algumas das alterações morfológicas e de fase do Vikaflex[®] entre 400 e 1400° C obtidas por MA (AUMOND, SCHEIBE, 1996, ARANCIBIA *et al.*, 2013, EXPERT SOLUTIONS ADVANCED THERMAL ANALYSES, 2014a/2014f). São também apresentadas imagens dos pontos característicos de transformação, especificados abaixo. A identificação destes pontos seguiu a norma DIN 51730.

As Figuras 4.20 A, B e C – mostram, respectivamente, imagens da amostra sem mudança de formato, mas com suave expansão ocorrendo de 450 a 900° C, e leve contração ocorrendo entre 900 e 1050° C. Estas variações volumétricas são passíveis de quantificação apenas através do uso de um programa gráfico ou de imagens expandidas. Para este fim foram efetuadas mensurações da área da seção reta visível da amostra para análise dilatométrica até os 1200° C, mas a medida de áreas foi considerada apenas até a temperatura de 1050° C, ou ponto de deformação, porque, como será visto no item 4.3, a partir desta temperatura começam a ocorrer variações de massa que poderiam comprometer a análise do coeficiente de expansão térmica.

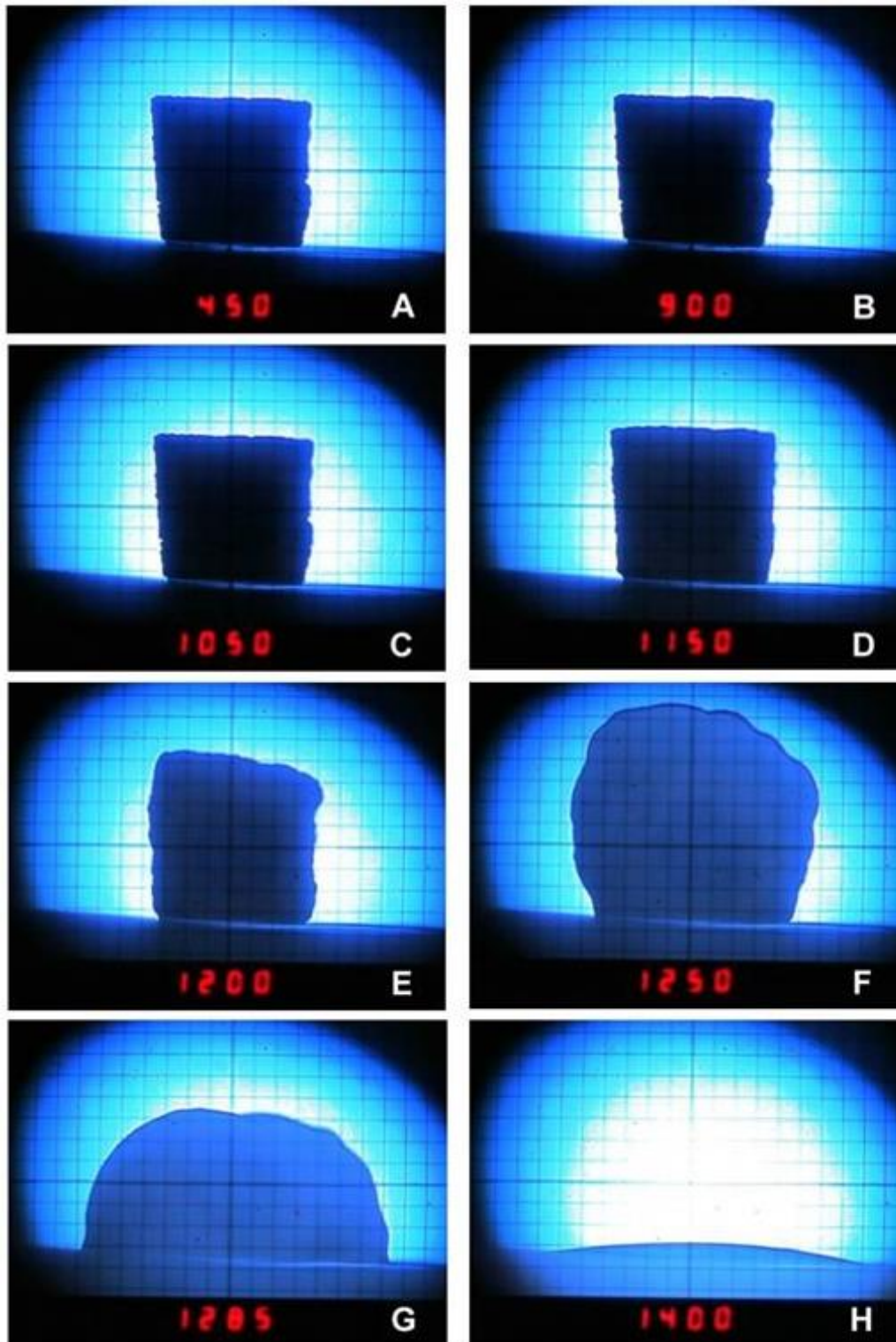


Figura 4.20 – Imagens por microscopia de aquecimento da amostra T5 de Vikaflex[®] obtidas em diferentes temperaturas (em graus Celsius sob cada imagem), indicativas de pontos característicos por mudanças específicas de fase ou de forma.

A Figura 4.20 D - mostra a amostra dilatada aos 1150° C, entre o ponto de deformação (1050° C) e o ponto de amolecimento (1200° C).

A Figura 4.20 E – apresenta o ponto de amolecimento com uma visível expansão anisotrópica a 1200° C.

A Figura 4.20 F - revela o ponto de esfera com o máximo de expansão a 1250° C.

A Figura 4.20 G - mostra o característico ponto de semiesfera a 1285° C.

A Figura 4.20 H - ilustra o ponto de fusão completa do material a 1400° C.

Observando-se esta sequência de imagens é possível traçar o comportamento visualmente identificável da variação dimensional e morfológica do material frente à elevação de temperatura. Pode-se identificar a dilatação isotrópica inicial da amostra, as deformações oriundas da piroexpansão e do colapso da estrutura piroexpandida a altas temperaturas, até a fusão total.

A Tabela 4.8 faz um sumário dos valores das temperaturas características de mudança de forma e fase do Vikaflex[®], comparando-as com os mesmos pontos característicos de outros materiais geológicos e cerâmicos.

Tabela 4.8. – Temperaturas características de transformação de materiais selecionados da literatura, e temperaturas medidas para o Vikaflex[®]

Sendo:[A] RANGEL (2015), [B] AUMOND (1996), [C] ARANCIBIA (2013)

Pontos característicos	Temperatura dos pontos característicos (° C)					
	Vikaflex [®]	Fonolito Chapada dos Índios	Granito Jundiáí	Vidro alcalino VM-1	Vidro alcalino VM-2	Vidro alcalino VM-3
Ponto de amolecimento	1200	1180	1400	1031	1160	1222
Ponto de esfera	1250	1240	1490	1174	1330	1235
Ponto de semiesfera	1285	1280	1560	1179	1400	1425
Ponto de fusão total	1400	1340	1620	1300	1433	1500
Referência	[A]	[B]	[B]	[C]	[C]	[C]

Através da tabela pode-se observar que a temperatura dos pontos característicos de diferentes materiais utilizados na fabricação de produtos cerâmicos varia significativamente de acordo com sua composição. Com efeito, sabe-se existir grande diversidade de comportamento térmico conforme a composição e as condições de produção destes materiais, tais como distribuição de tamanho de partícula das matérias-primas, método de conformação e tratamento térmico utilizado. Como pode ser observado, o Vikaflex[®] apresenta propriedades particulares, diversas dos demais materiais aos quais foi comparado (CALLISTER, 1991, BAGATINI *et al.*, 2007).

Pode-se observar que os vidros alcalinos possuem baixa temperatura de amolecimento, conforme requerido para um método de conformação de baixo custo. O fonolito e o granito foram testados como fundentes locais para a indústria cerâmica, tendo o fonolito sido o escolhido como o mais adequado para este uso em razão de sua baixa temperatura de amolecimento. A Tabela 4.8 mostra que o Vikaflex[®] e o fundente cerâmico fonolito da Chapada dos Índios apresentam temperaturas características similares e que estas temperaturas não estão distantes das médias das temperaturas características dos três vidros alcalinos. O Vikaflex[®] apresentou grande estabilidade térmica, resistindo a altas temperaturas, sugerindo seu uso potencial em espaços habitáveis e em situações que requeiram resistência a altas temperaturas. Além disso, o material mostrou que requer temperaturas de processamento compatíveis com os de outras cerâmicas tradicionais, mantendo os custos de produção em nível competitivo. (AUMOND, SCHEIBE, 1996, ARANCIBIA *et al.*, 2013).

Gesso acartonado

O gesso acartonado, material já com vasta utilização em espaços habitáveis, especialmente em imóveis comerciais, também foi submetido à microscopia de aquecimento com a finalidade de comparar o desempenho dos dois materiais quando submetidos à ação de altas temperaturas. A Figura 3.10 mostra como foi conformada a amostra de gesso acartonado para as análises térmicas, de forma que a mesma fosse formada por uma parcela proporcional de gesso e cobertura de papel. A amostra utilizada para MA foi conformada desta mesma forma, mas com o papel no topo da amostra, mantendo sua adesão original. É este papel que pode ser visto nas imagens, na

parte superior da amostra, se deformando e encolhendo já durante as variações de temperatura iniciais deste ensaio.

A Figura 4.21 mostra paralelamente as sequências de aquecimento do Vikaflex[®] e do gesso acartonado. Os pontos característicos do Vikaflex[®] foram anteriormente identificados na Figura 4.20 por algumas das imagens que também fazem parte desta série. Cada imagem apresenta a temperatura na câmara do forno no momento em que foi obtida, na faixa escura inferior, mas a fotografia registrada à temperatura ambiente mostra 000, pelo fato de ter sido usado um termopar de alta temperatura, que só inicia a leitura a partir dos 400° C.

Nesta sequência pode ser visto que originalmente as amostras possuíam dimensões semelhantes (Figura 4.21 - V1 e G1), mas aos 450° C (Figura 4.21 - V2 e G2), enquanto o Vikaflex[®] mostra a mesma aparência que à temperatura ambiente, o gesso já apresenta encolhimento e deformação, além de grande transformação da parcela de papel. O gesso contraiu-se pela desidratação do sulfato de cálcio dihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), que constitui sua majoritária composição, e queima de alguns orgânicos, possivelmente aditivos, enquanto o papel sofreu com a queima de material orgânico, o que será visto mais detalhadamente no item 4.3.

Até os 1050° C o Vikaflex[®] mantém sua forma, embora sofrendo reduzidas alterações dilatométricas; entretanto, a esta temperatura o gesso já mostra uma redução de volume próxima de 30% (Figura 4.21 - V4 e G4). De fato, aos 1000° C o gesso já havia perdido cerca de 20% de seu volume.

Aos 1150° C já há uma visível expansão do Vikaflex[®], enquanto o gesso mantém aproximadamente o encolhimento anterior. A partir desta temperatura o Vikaflex[®] apresenta a piroexpansão característica do xisto retornado original, expandindo-se desordenadamente, como será melhor descrito no item 4.3.2, a seguir. Sinal de que o material, embora previamente sinterizado, permanece suscetível a decomposições de alguns de seus componentes com conseqüente geração de gases, e deforma-se em virtude da plasticidade crescente, promovida pela maior formação de fase líquida com o aumento de temperatura. Paralelamente o gesso apresenta crescente contração.

Atingindo a temperatura de 1350° C o Vikaflex[®] se encontra quase totalmente fundido e o gesso quase completamente decomposto. Apenas quinze graus acima as amostras apresentam fusão adiantada do Vikaflex[®], que se completará aos 1400° C, e total decomposição do gesso (Figura 4.23 - V11 e G11).

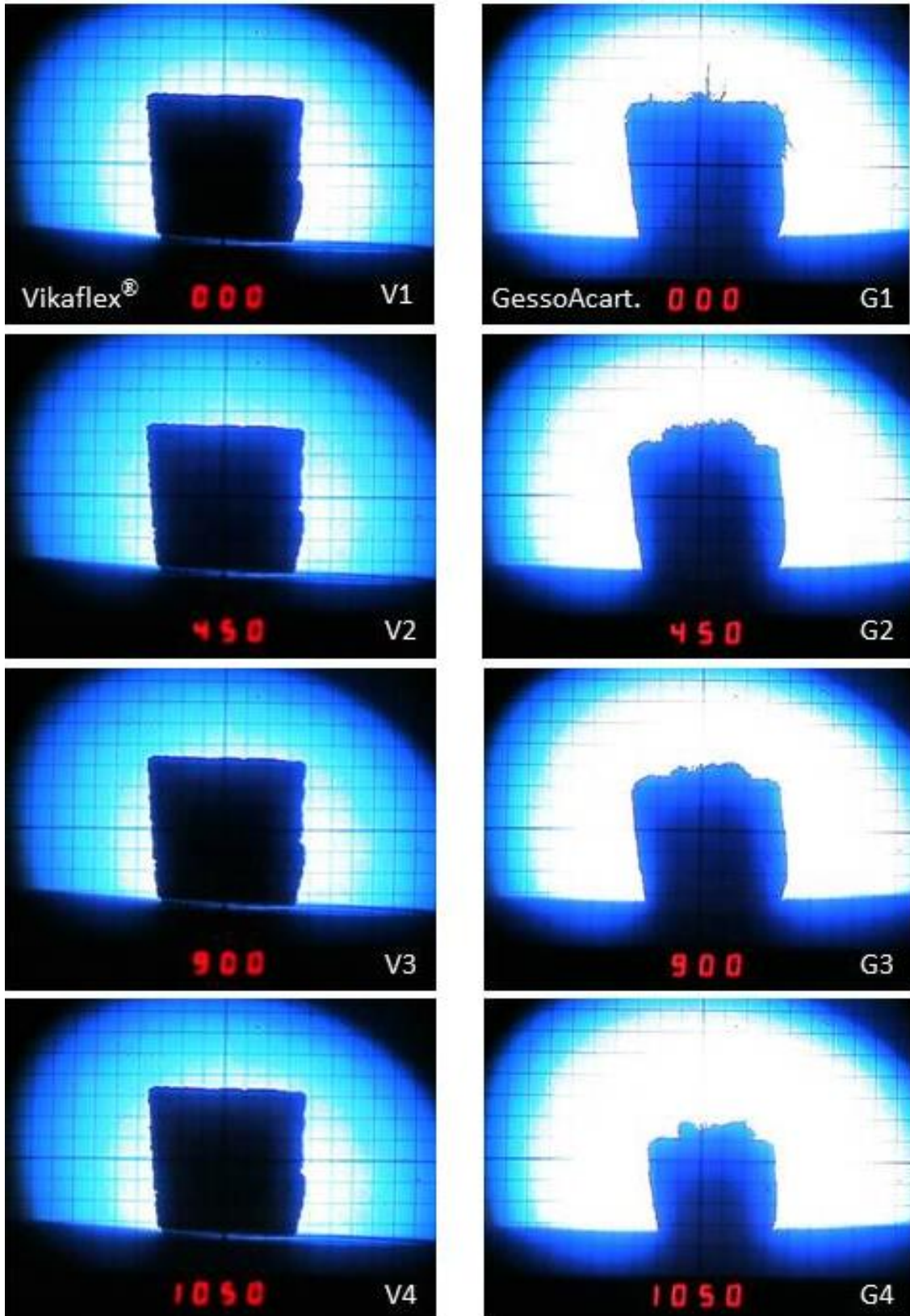


Figura 4.21 – Sequência de imagens de microscopia de aquecimento acompanhando a evolução da amostra T5 do Vikaflex® paralelamente à evolução de uma amostra de gesso acartonado ao longo de um tratamento térmico até 1050° C.

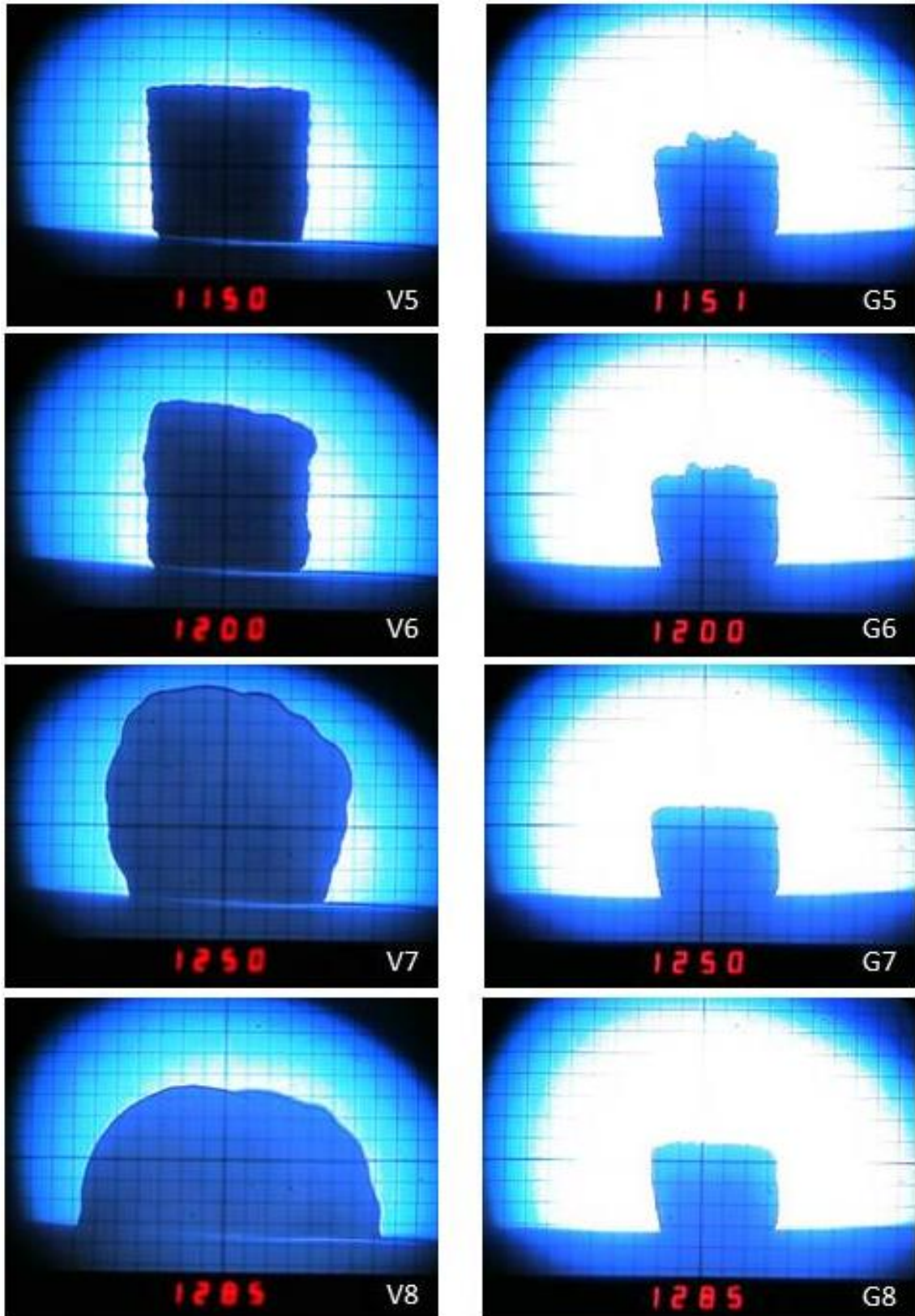


Figura 4.22 – Sequência de imagens de microscopia de aquecimento acompanhando a evolução da amostra T5 do Vikaflex[®] paralelamente à evolução de uma amostra de gesso acartonado ao longo de um tratamento térmico, de 1151 até 1285° C.

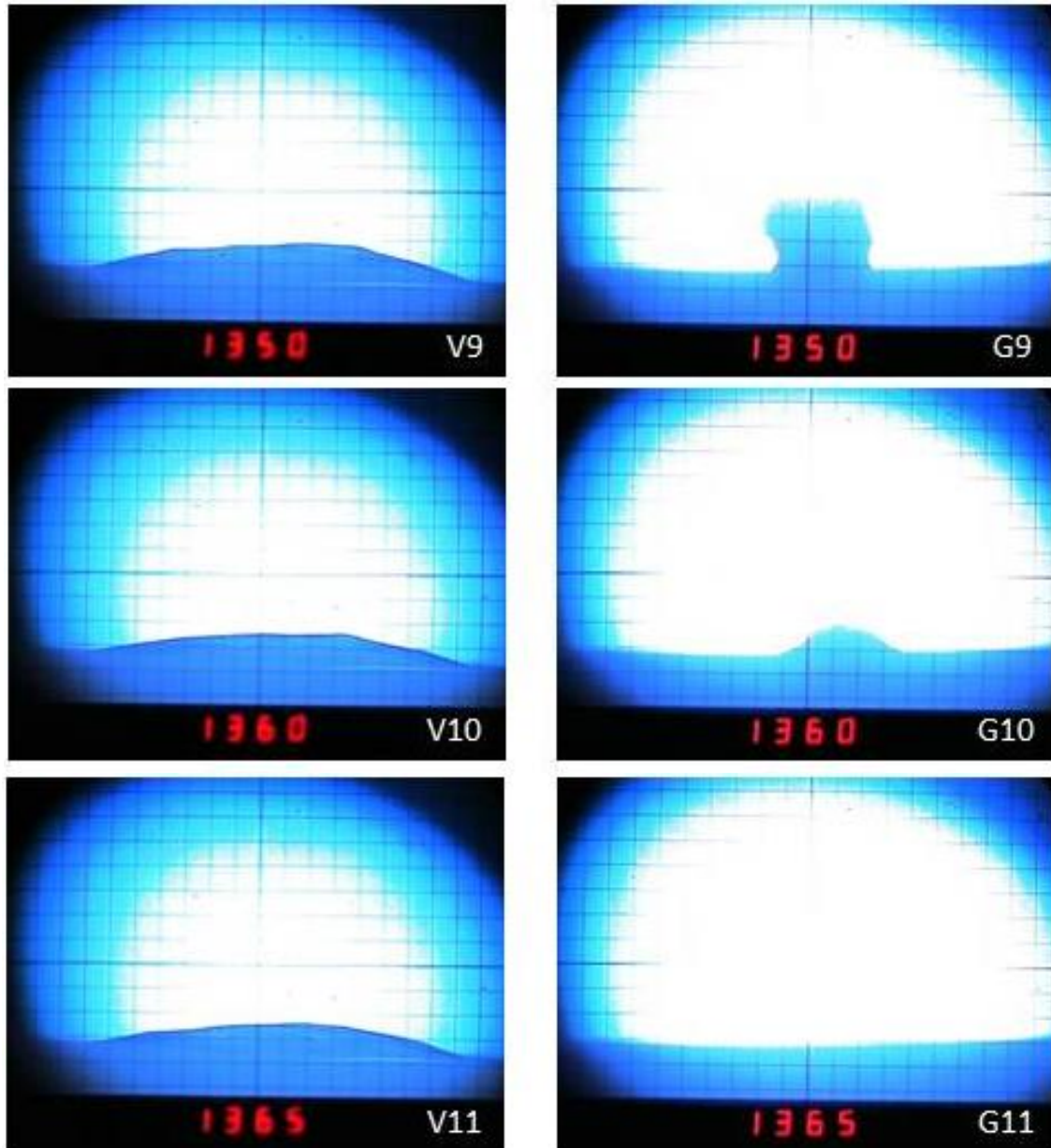


Figura 4.23 – Sequência de imagens de microscopia de aquecimento acompanhando a evolução da amostra T5 do Vikaflex[®] paralelamente à evolução de uma amostra de gesso acartonado ao longo de um tratamento térmico, de 1350 a 1365° C.

A Figura 4.24 permite a visão das amostras de Vikaflex[®] e de gesso acartonado ao fim do ensaio, quando retiradas do forno após o esfriamento.

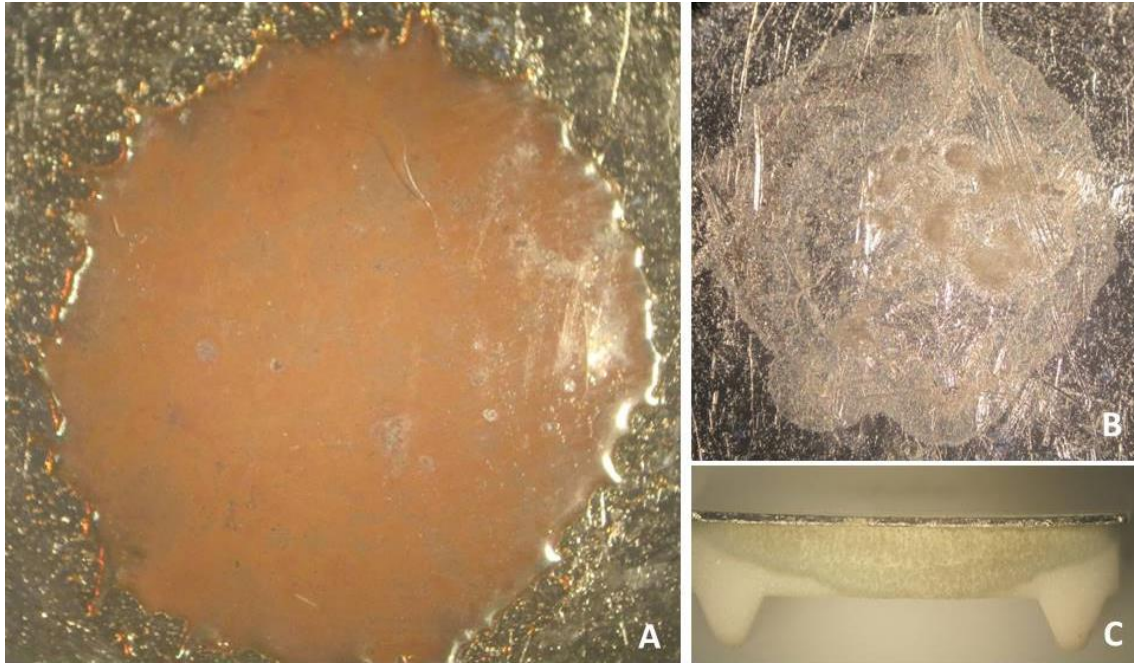


Figura 4.24 – Amostras após o ensaio de MA sobre a lâmina de platina que protege o suporte (A – Vikaflex e B – gesso acartonado). A amostra de gesso provocou a aderência da platina ao suporte cerâmico. Na imagem C pode ser visto lateralmente o suporte com marcas de escorrimento sob a platina a ele aderida.

O Vikaflex[®], depois de ter sido submetido a 1400° C, e ter sido resfriado de forma lenta no microscópio de aquecimento, transformou-se em uma vitro cerâmica, por ter ocorrido cristalização no resfriamento, gerando opacidade dentro da matriz vítrea, espalhada sobre a platina que protege o suporte cerâmico da amostra, em decorrência de sua fusão (Figura 4.24 A). São visíveis algumas bolhas de gás ainda presas no interior do vidro, bem como a coloração ferruginosa decorrente da presença de Fe₂O₃ na fase cristalina formada.

O gesso submetido a tratamento térmico até 1365° C apresentou apenas alguns pequenos aglomerados de resíduos em uma mancha arredondada na platina, a qual se encontrava aderida ao porta-amostras cerâmico (Figura 4.24 B). A vista lateral do suporte cerâmico (Figura 4.24 C) mostra uma mancha de escorrimento de coloração esverdeada, possivelmente resultante de material vítreo formado pela fusão de óxidos resultantes das decomposições térmicas dos componentes minerais presentes no gesso acartonado hidrófugo; o escorrimento deste resíduo deve ter sido igualmente responsável pela adesão entre a platina e o suporte.

A estabilidade térmica do Vikaflex[®] frente a variações de temperatura até 1050° C indica seu uso como material de fechamento de compartimentos habitáveis, mas mais que isto, indica-o como material resistente ao fogo.

O gesso perde parte de seu volume antes mesmo dos 450° C, sendo que à temperatura de 1000° C já havia se reduzido em cerca de 20%, e aos 1050° C já mostrava uma redução de cerca de 30%. O uso de aditivos proporciona melhora em sua estabilidade térmica. Supostamente estes aditivos se fundem de forma imperceptível durante o ensaio e aparecem como manchas de escorrimento esverdeadas nas faces laterais do porta-amostras após o esfriamento.

4.3.2 – ANÁLISES DILATOMÉTRICAS

Dilatometria por microscopia de aquecimento

Na análise dilatométrica realizada a partir de imagens obtidas por microscopia de aquecimento foi medida a área de sombra das amostras até 1200° C, entretanto foram utilizados apenas os valores obtidos a temperaturas inferiores a 1050° C para determinação do coeficiente de expansão térmica, pois acima desta temperatura iniciam-se variações de massa observadas por análise térmica. De fato, até a temperatura de 1050° C observa-se que foi mantido o formato das áreas medidas, com variações similares em todas as dimensões, como mostrado na Figura 4.20 A, B e C. Isto indica que até esta temperatura o material se comporta da maneira isotrópica. Acima dos 1050° C, que é denominada temperatura de deformação (EXPERT SOLUTIONS, 2014a e 2014b) pelo fato de que o formato do espécime não é mais o mesmo, as superfícies externas, mais expostas à temperatura do forno, começam a tornar-se amolecidas, devido à formação de fase líquida sobre elas, e iniciam-se transformações anisotrópicas das peças.

A Figura 4.25 apresenta os resultados da medição da área das amostras T5, T6 e T9. A diferença entre as áreas originais das amostras explica, ao menos em parte, a diferença encontrada entre as três curvas. A medição foi interrompida a 1200° C devido à expansão abrupta e deformação da amostra, que ocorreram acima de aproximadamente 1150° C. A esta temperatura, a proporção de fase líquida aumenta e a viscosidade da camada vítrea que recobre a amostra diminui.

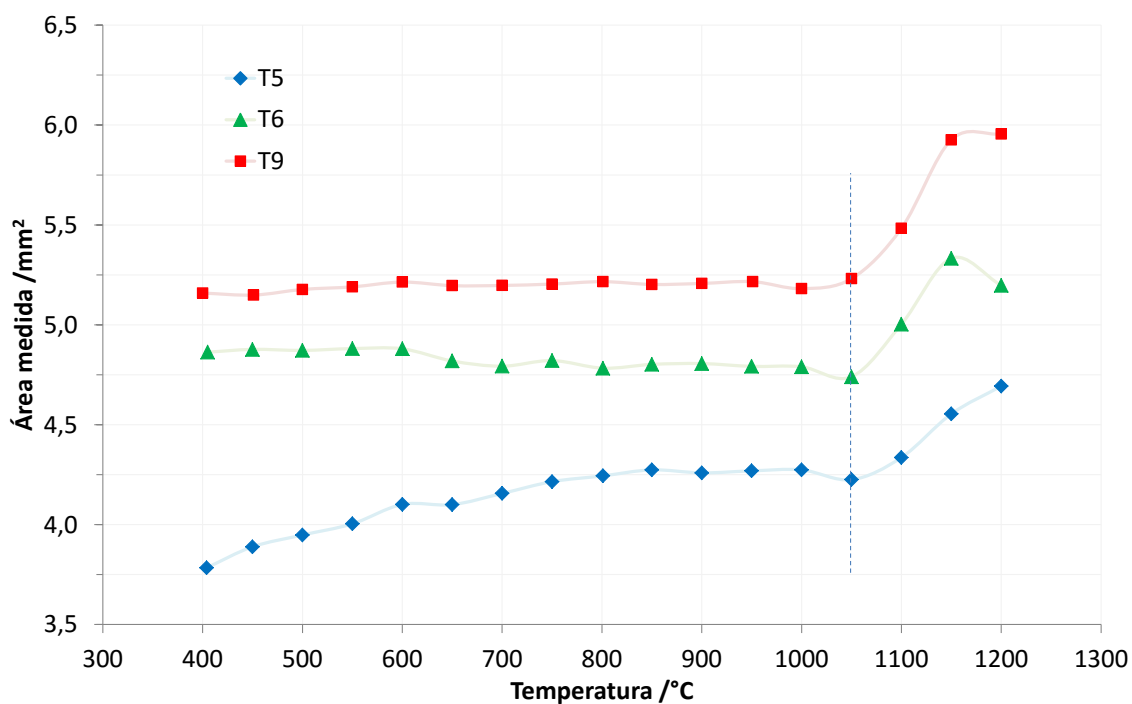


Figura 4.25 – Área medida da seção reta de três amostras de Vikaflex® em função da temperatura entre 400 e 1200° C, mostrando o limite superior de 1050° C para o cálculo do coeficiente de expansão térmica.

Conforme a temperatura e a proporção de fase líquida sobem e a viscosidade da fase vítrea se reduz, aumenta a expansão da amostra, promovida pelo crescimento da pressão dos gases que se formam e se dilatam. Neste quadro torna-se mais fácil o escape dos gases para o ambiente externo, vencendo a resistência da película de vidro viscoso da superfície, e desta forma provocando um súbito encolhimento da amostra. Este efeito aparece intermitentemente entre 1150 e 1250° C, provocando flutuações na área medida em temperaturas superiores às utilizadas em sua queima original de sinterização. Trata-se, portanto, de um material que mantém elementos ainda passíveis de sofrer transformações termoquímicas. Esta é a razão para a perda de massa e para o comportamento irregular das curvas das amostras após os 1050° C, e explica a interrupção do crescimento da média da área da seção transversal das amostras T5, T6 e T9 a partir de 1150° C, como pode ser visto na Figura 4.26. Este gráfico apresenta a média dos valores que formam as curvas da Figura 4.25, permitindo uma melhor visualização do comportamento genérico do Vikaflex® durante o aquecimento.

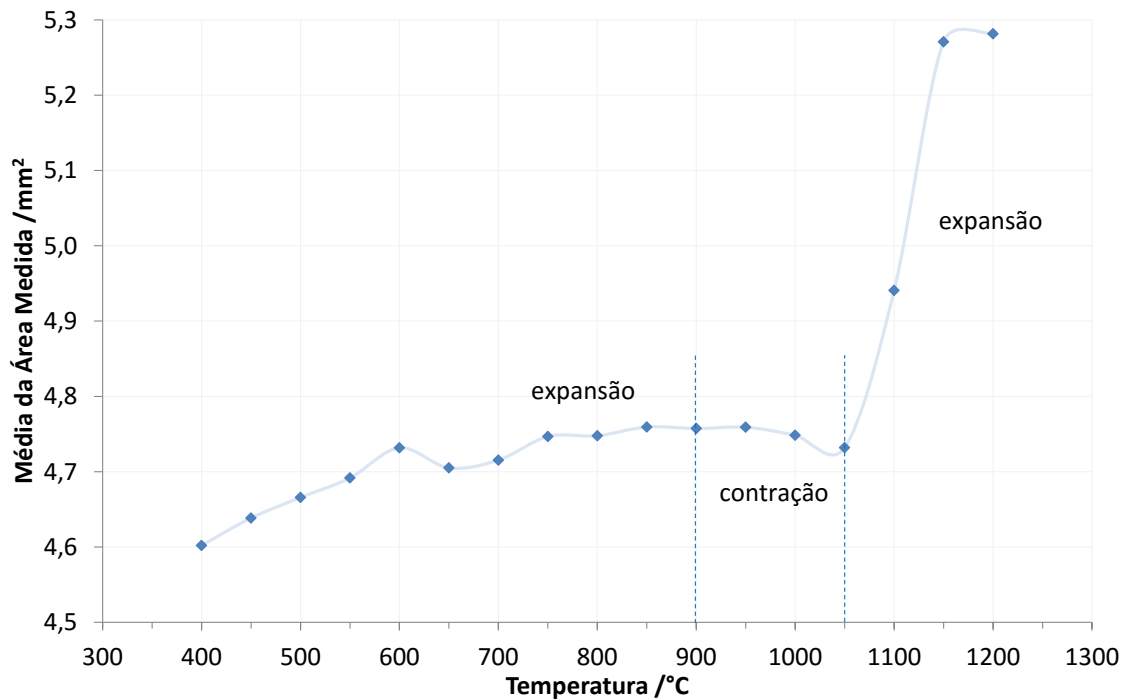


Figura 4.26 – Média da área medida da seção reta de três amostras (T5, T6 e T9) de Vikaflex[®] em função da temperatura entre 400 e 1200° C, mostrando as faixas de temperatura em que ocorre expansão ou contração do material.

A Figura 4.26 mostra a existência uma faixa de dilatação nas temperaturas de até 900° C, após a qual se inicia uma faixa de contração moderada, que se estende até 1050° C. Esta contração é característica da sinterização dos materiais cerâmicos, sendo a expressão macroscópica da coalescência das partículas do precursor sólido. Neste material a sinterização, com simultânea redução de poros, ocorre entre 900 e 1175° C, como pode ser visto no item 4.3.3. Acima desta temperatura ocorre intensa expansão do material, o que é evidente pelo aumento significativo da área visível das amostras (imagens D, E e F da Figura 4.20).

O coeficiente de expansão térmica é tradicionalmente avaliado a partir de valores de expansão linear, portanto as medidas de área, como foi descrito no item 3.2.3, foram transformadas em valores de lado do quadrado de área equivalente (L). A curva com os valores de $\Delta L/L_0$ em função da temperatura calculados para a amostra T9 pode ser vista na Figura 4.27.

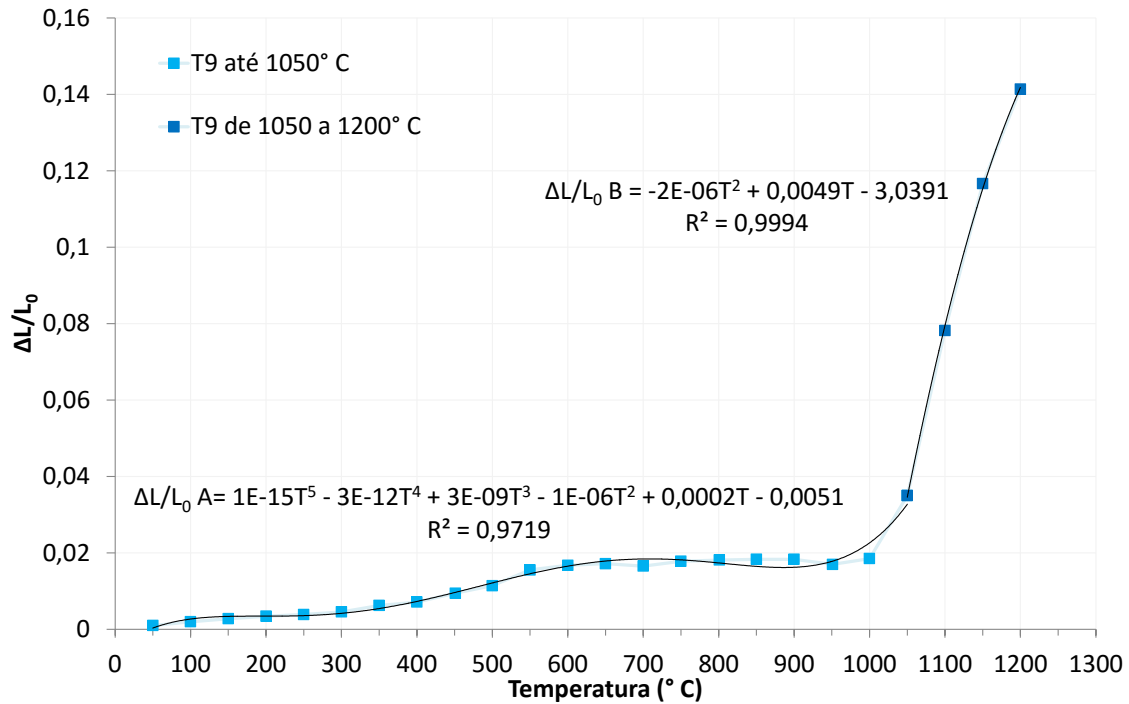


Figura 4.27 – Coeficiente de dilatação α_m ($\Delta L/L_0$) em função da temperatura para a amostra T9 de Vikaflex[®] da temperatura ambiente até 1200° C. O gráfico apresenta também as linhas de tendência para as faixas A (14 a 1050° C) e B (1050° C até 1200° C), com suas respectivas funções e fator de correlação.

Como pode ser visto na Figura 4.27, a diferença de comportamento do material antes e após os 1.050° C é de tal monta que a curva pode ser dividida em duas seções distintas, regidas por funções diversas. Nesta figura são apresentadas também as linhas de tendência para as faixas de 14 a 1050° C e de 1050 até 1200° C, com suas respectivas funções e coeficientes de correlação.

Como tal, o coeficiente de expansão linear em um ponto (α) do Vikaflex[®], em cada uma destas faixas de temperatura, pode ser descrito pelo polinômio que rege sua respectiva seção de curva, isto é:

$$\alpha_1 = -4E - 23T + 2E - 05 \quad (E-27)$$

sendo α_1 o coeficiente de expansão térmico de T9 de 14 a 400° C;

$$\alpha_2 = 5E-07T^2 - 0,0004T + 0,0491 \quad (E-28)$$

sendo α_2 o coeficiente de expansão térmico de T9 de 400 a 1050° C;

e sendo $T =$ temperatura em $^{\circ} \text{C}$.

A faixa inicial, entre 14 e 400°C , apresenta α_1 com comportamento semelhante a uma reta, estando ela quase paralela ao eixo das abcissas. A segunda faixa de temperatura, entre 400 e 1050°C , apresenta α_2 numa curva aberta, com crescimento acentuado.

A retração apresentada na seção inicial da curva de α_2 é em parte decorrente da geração de fase líquida e em parte característica da sinterização.

Acima da temperatura de 900°C , a quantidade de fase líquida formada aumenta significativamente, criando uma camada viscosa que bloqueia a liberação dos gases formados por decomposição a temperaturas mais elevadas. Esta película, pela sua natureza flexível, permite que a amostra se deforme sob a pressão interna dos gases. Estas condições concorrem para que se desenvolva uma piroexpansão intensa e desordenada da estrutura a partir dos 1050°C , o que causa o aparecimento de valores de expansão térmica bem mais elevados que os anteriores.

Depois do ponto de semiesfera, a 1.285°C , com o forno atingindo temperaturas ainda mais elevadas, a quantidade de fase líquida aumenta ainda mais, com diminuição de sua viscosidade, o que permite não só a expansão dos poros onde os gases se encontram, mas também, e principalmente, o escape dos gases através da camada amorfa viscosa superficial. Desta forma passam a ocorrer bruscas reduções de volume em decorrência do escape de bolhas de gás, causando o conseqüente colapso da estrutura entre 1.315 e 1.345°C , como pode ser visto para a amostra T5 na Figura 4.28, e como será melhor exposto no item 4.3.3. Finalmente é alcançada a completa fusão, a 1.400°C .

Apesar de cada amostra apresentar comportamento ligeiramente diverso, esta seqüência ocorre repetidamente, com tipos de transformações morfológicas similares ocorrendo aproximadamente nas mesmas faixas de temperatura. Assim, as variações decorrem da diferença de massa inicial das amostras ensaiadas, estando, eventualmente, ainda associadas à variabilidade de um material produzido em escala laboratorial.

A Figura 4.28 mostra algumas imagens da faixa de temperatura em que ocorre a desestruturação da amostra T5, com seu colapso decorrente do amolecimento do material e perda dos gases que auxiliavam sua estruturação.

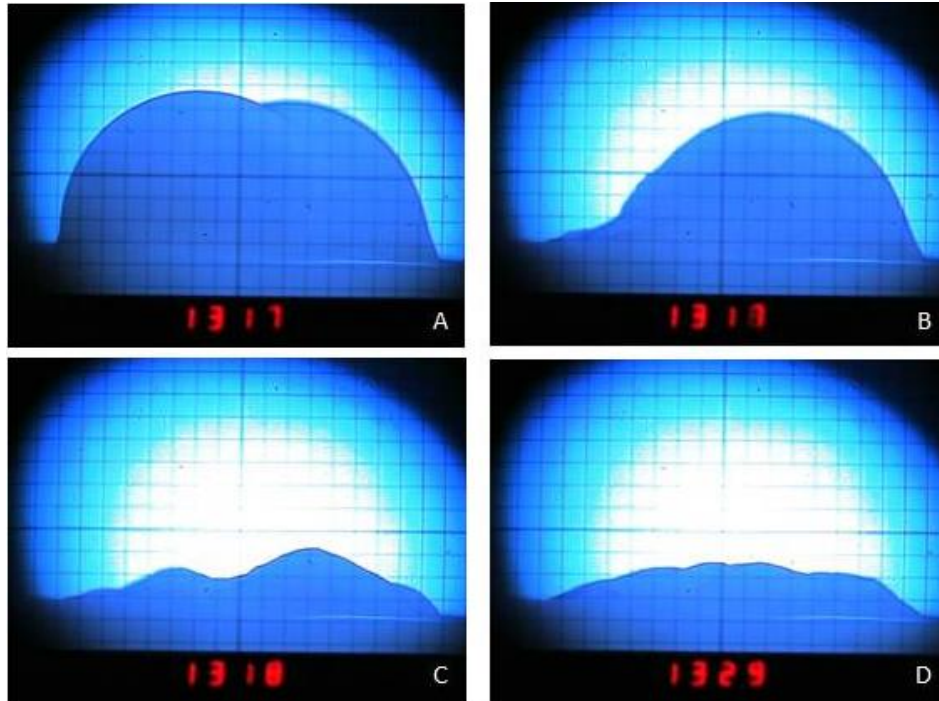


Figura 4.28 – Imagens de microscopia de aquecimento da amostra T5, acompanhando a etapa de colapso da peça, logo antes da fusão total.

Dilatometria por Dilatômetro

Os dilatômetros possuem uma limitação de temperatura máxima de segurança para os ensaios, pois para protegê-los de possíveis danos, os testes são interrompidos em temperaturas anteriores à geração de fase líquida suficiente para provocar o amolecimento da amostra, o que poderia provocar sua adesão à haste ou ao suporte. Além disto, como a haste pressiona a amostra, esta poderia sofrer deformações, comprometendo os resultados assim obtidos. Por este motivo, nos ensaios efetuados com dilatômetro, o aquecimento ao qual a amostra de Vikaflex[®] foi submetida encerrou-se aos 950° C. O esfriamento controlado do equipamento permitiu o acompanhamento dilatométrico da amostra até o retorno à temperatura ambiente.

Foram efetuadas duas corridas seguidas com aquecimento e resfriamento controlados de uma mesma amostra. As análises dimensionais efetuadas por dilatômetro geram dados de variação relativos ao tamanho inicial da amostra. Os resultados de duas corridas realizadas sucessivamente com a mesma amostra após resfriamento podem ser vistos nas Figuras 4.29 e 4.30.

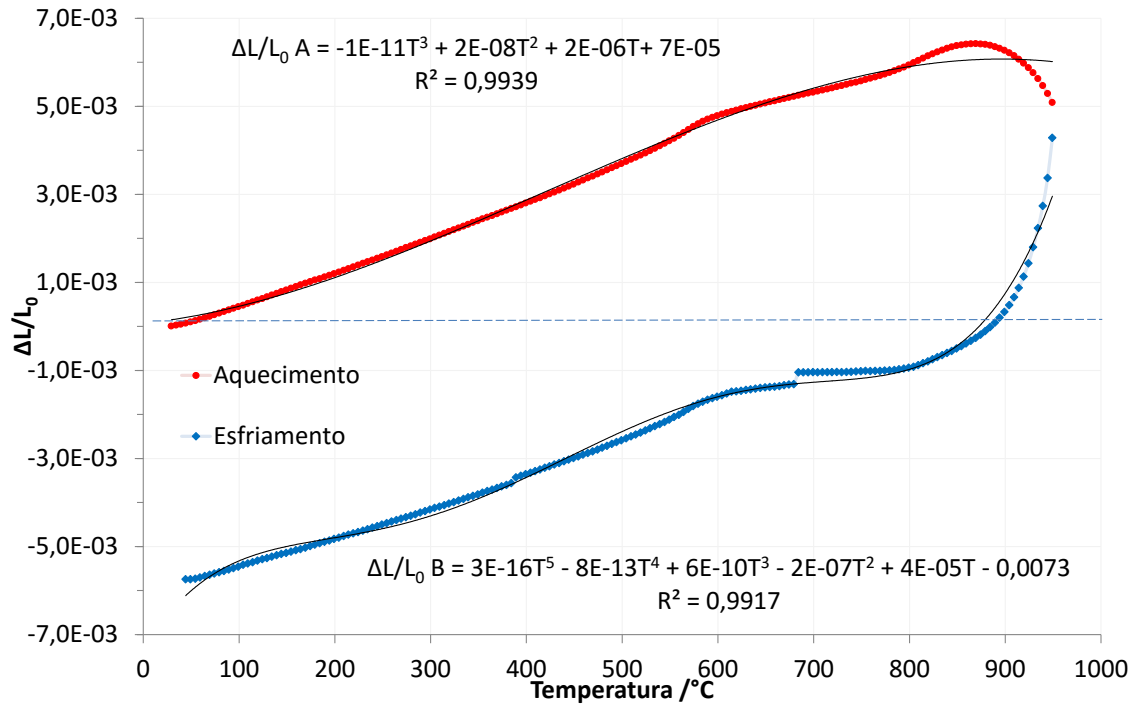


Figura 4.29 – Curva de expansão térmica linear em relação à dimensão inicial L_0 para os valores obtidos por dilatômetro durante a primeira corrida da amostra. Linhas de tendência com fator de correlação para o aquecimento e para o esfriamento.

As Figuras 4.29 e 4.30 apresentam curvas diferentes para a primeira e a segunda corridas. Isto significa que o Vikaflex[®] ainda sofreu transformações físico-químicas com efeito irreversível ao longo da primeira corrida.

As curvas de aquecimento apresentam valores com variação crescente entre as amostras até 500° C, estabilizando numa diferença constante entre os valores de dilatação obtidos em cada corrida entre esta temperatura e 854° C.

A primeira corrida (Figura 4.29) apresenta dilatação até os 869° C, quando se inicia a contração típica da sinterização, a qual se estende até a mesma temperatura no esfriamento. Observe-se que no dilatômetro convencional há uma tensão que mantém a amostra comprimida durante o experimento. Essa compressão contribui com uma força complementar contrária ao sentido de expansão natural da amostra, o que faz com que a retração resultante observada se inicie em temperaturas menores do que em condições sem tensão de compressão, que é o caso das condições de aquecimento no microscópio de aquecimento. Por este motivo, observa-se o início do fenômeno de retração a aproximadamente 30° C abaixo do observado em microscópio de aquecimento.

Esta corrida mostra também uma intensa contração da amostra durante todo o esfriamento, sendo que, quando a temperatura esfria abaixo dos 889° C, a peça começa a encolher progressivamente para valores inferiores ao seu comprimento original.

A segunda corrida (Figura 4.30) apresenta um material mais estável, com menor variação entre os valores obtidos no aquecimento e no esfriamento.

Nesta corrida é possível verificar que ocorre expansão térmica até os 884° C; a partir desta temperatura se inicia a contração referente à sinterização do material. Durante a totalidade do esfriamento ocorre contração, entretanto os valores são mais próximos aos do aquecimento. A partir dos 414° C, durante a contração do esfriamento, a amostra começa a assumir valores inferiores aos do início deste ensaio.

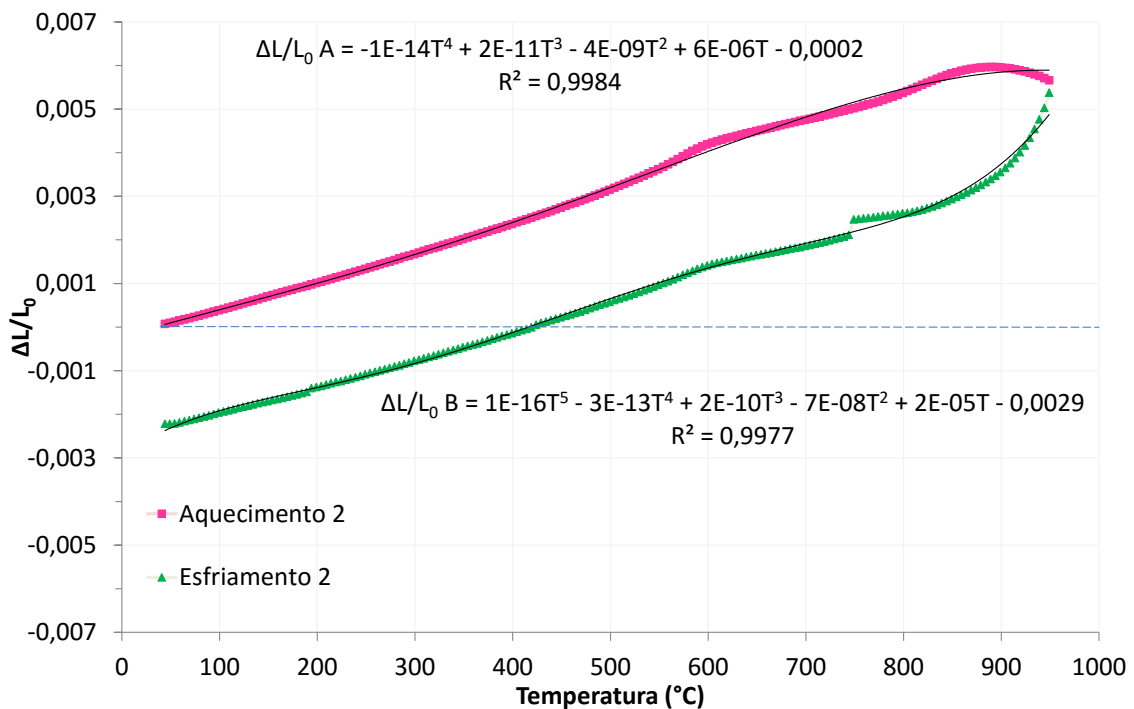


Figura 4.30 – Curva de expansão térmica linear em relação à dimensão inicial L_0 para os valores obtidos por dilatômetro durante a segunda corrida da amostra. Linhas de tendência com fator de correlação para o aquecimento e para o esfriamento.

As diferenças existentes entre as corridas podem ser mais bem visualizadas na Figura 4.31, que apresenta as duas curvas sobrepostas. Através da superposição das curvas é possível ver que a rampa de dilatação do segundo aquecimento apresenta valores mais baixos de expansão térmica no aquecimento que a do primeiro aquecimento. Da mesma forma, é visível a grande diferença de comportamento entre as duas curvas de

resfriamento. O esfriamento da primeira corrida mostra uma contração mais intensa que a referente à segunda corrida. Os valores mais baixos de contração referentes à segunda corrida são decorrentes de processos irreversíveis ocorridos na primeira corrida. A observação deste comportamento remete à queima de formação das peças de Vikaflex[®], quando as curvas de aquecimento e resfriamento devem ter atingido valores mais extremos, já que a maior parcela dos processos irreversíveis ocorreu na matéria prima que compunha a peça verde. O que vemos nos resultados de dilatométrica são reações que atingem a percentagem do material que não chegou a se decompor ou se transformar na sinterização do Vikaflex[®], paralelamente às alterações reversíveis operadas pelo calor.

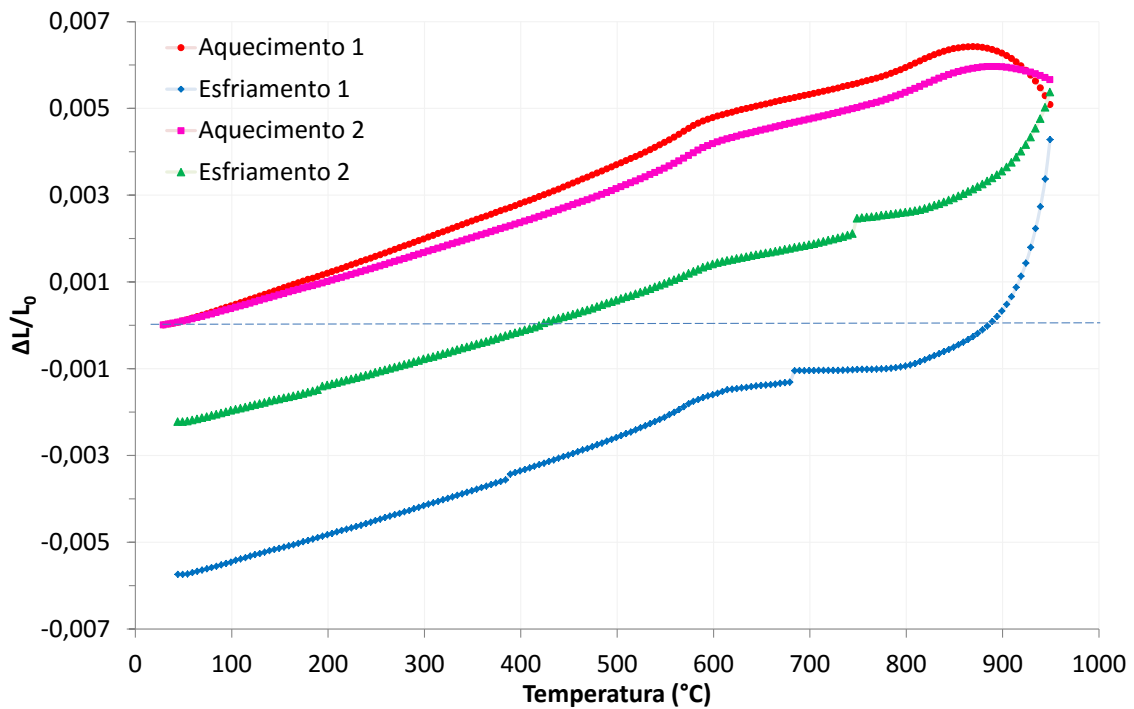


Figura 4.31 – Expansão térmica linear em relação à dimensão inicial L_0 para os valores obtidos por dilatômetro durante as duas corridas da amostra, efetuadas uma em sequência à outra.

Na Figura 4.32 podem ser vistas as curvas de coeficiente de expansão térmica linear α_m ($\Delta L/L_0$) da amostra T9 e da amostra ensaiada por dilatômetro, até a temperatura de 950° C, temperatura máxima do dilatômetro.

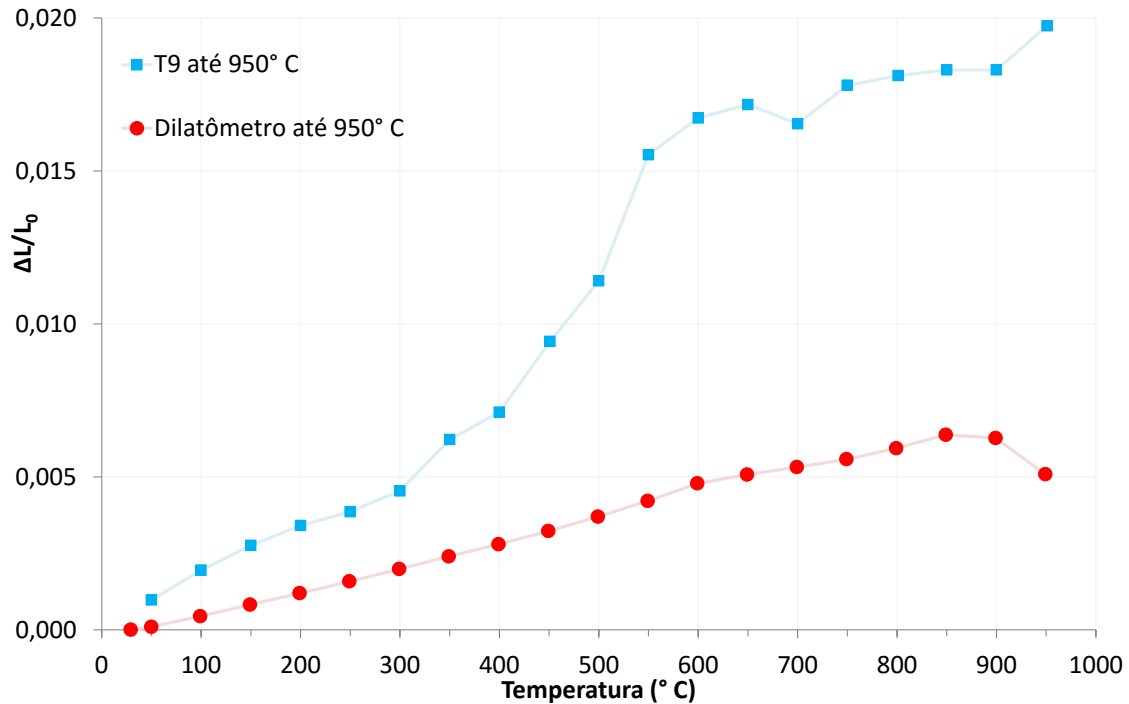


Figura 4.32 – Curvas do coeficiente de expansão térmica α_m ($\Delta L/L_0$) em função da temperatura (T) a cada 50° C da amostra T9 e da primeira corrida do dilatômetro.

Foram utilizados dados obtidos nas mesmas temperaturas através de dilatômetro e através de MA, e estes dados foram tratados pelo mesmo método. Como descrito no item 3.2.3, foi calculado o logaritmo neperiano da variação da dimensão linear e, para efeitos comparativos, foram plotadas as curvas com os valores referentes aos dados obtidos por dilatômetro e aos dados obtidos para a amostra T9 por MA, as quais podem ser vistas na Figura 4.33.

Através do gráfico é possível observar que ambas as curvas apresentaram uma seção inicial com comportamento semelhante ao de uma reta (até 400° C) e a outra seção em curva irregular (entre 400 e 950° C). Para estas duas seções foram determinadas as respectivas linhas de tendência, e as funções que as descrevem dentro de sua faixa de temperatura.

A comparação entre os valores de $\ln(L)$ obtidos por dilatômetro e por MA foram efetuados com a amostra T9, já que esta amostra T9 foi a única avaliada por MA a partir da temperatura ambiente.

Através destes gráficos pode ser observada uma possível influência da haste de mensuração do dilatômetro na amostra, já que o comportamento das amostras medidas através de imagens apresenta maiores variações dimensionais do que o apresentado

pelos dados fornecidos por dilatômetro. Aparentemente, além da variação de estrutura das peças, a pressão da haste influencia a expansão natural deste material, causando alguma variação de resultado.

Pode ser visto que até 400° C as duas curvas apresentam comportamento próximo a uma reta. A partir desta temperatura inicia-se uma maior diferenciação das curvas. Cabe lembrar que, como pode ser visto nas curvas de variação de temperatura do Vikaflex® no item 4.3.3, sobre análises térmicas, o valor de c_p muda sensivelmente a partir dos 400° C, temperatura a partir da qual muda igualmente o comportamento dilatométrico de T9 e do dilatômetro,

As curvas com os valores de $\ln(L)$ versus T obtidas por dilatômetro e por MA foram segmentadas em duas seções, até 400° e de 400 a 950° C na Figura 4.33. Foram determinadas as linhas de tendência e as funções que regem cada uma destas faixas de temperatura.

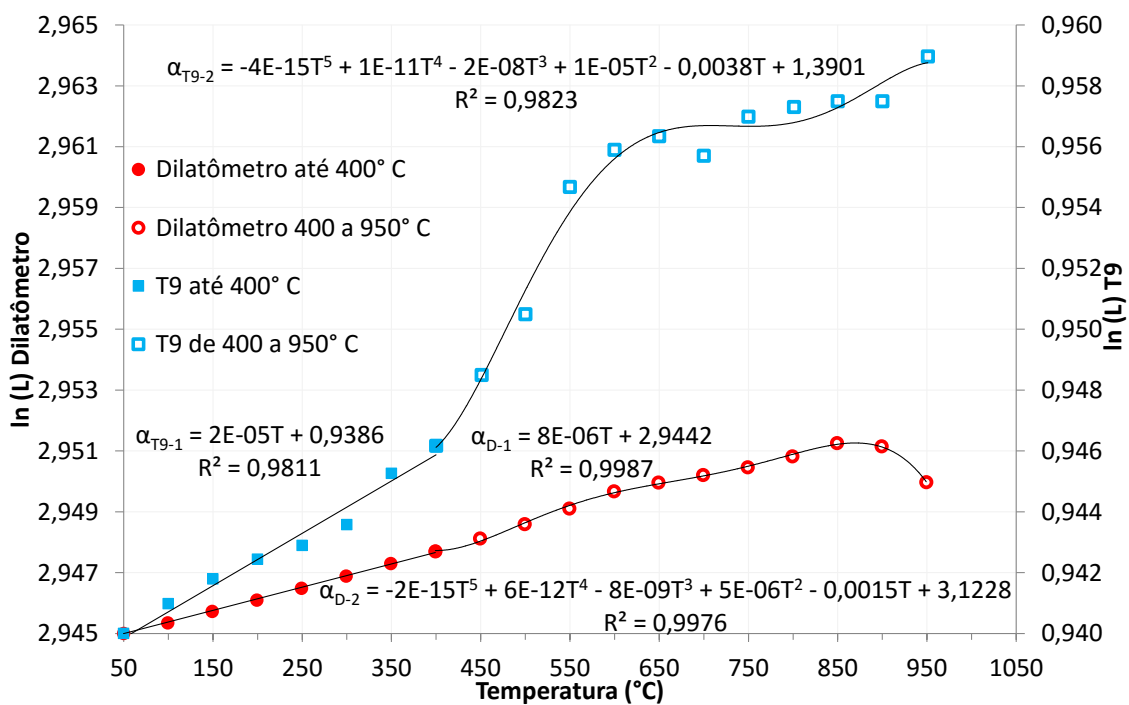


Figura 4.33 – Curva do logaritmo neperiano (\ln) da dimensão linear (L) em função da temperatura (T) da primeira corrida do dilatômetro e de T9 (MA), com linhas de tendência e funções calculadas para duas faixas de temperatura: até 400° C e de 400 a 950° C.

O coeficiente de expansão térmica linear num ponto foi calculado pela derivação destas funções, representativas das duas faixas de temperatura, referentes à curva de $\ln(L)$ em

função da temperatura, conforme a equação E-16 (item 3.2.3). As curvas com os valores de coeficiente de expansão térmica num ponto (α) referentes às faixas de temperatura do gráfico acima podem ser vistas na Figura 4.34, ambas apresentando valores reduzidos.

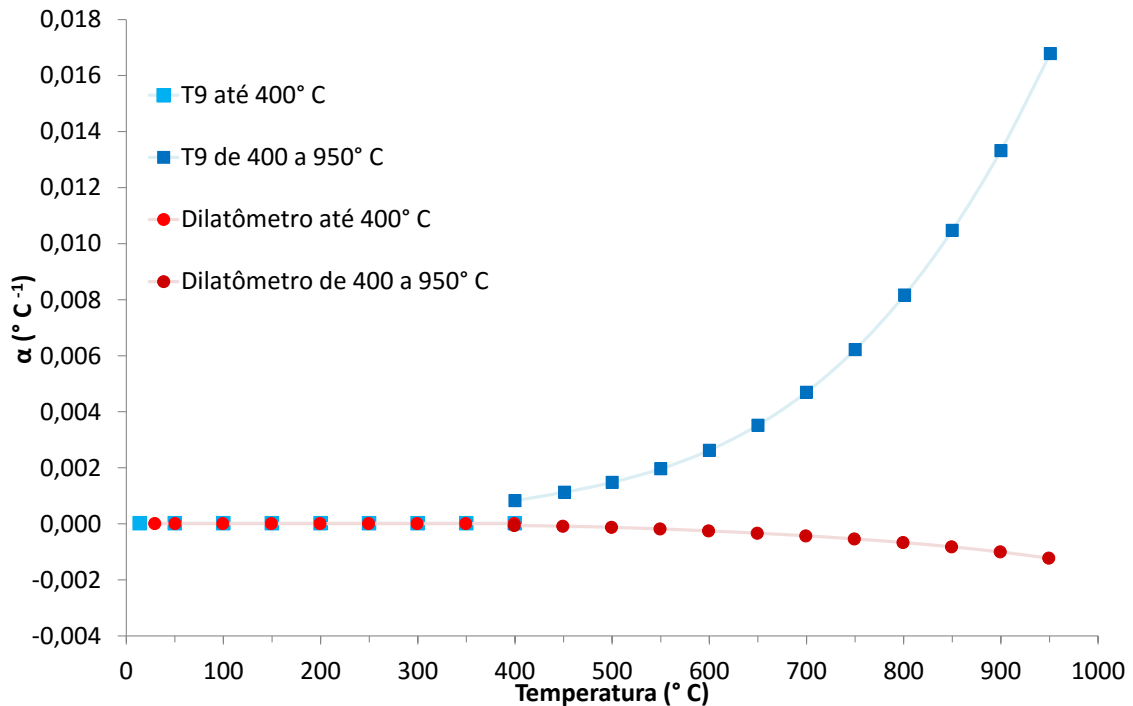


Figura 4.34 – Coeficiente de expansão térmica linear num ponto (α) em função da temperatura para as amostras T9 e para a amostra de Vikaflex[®] submetida à primeira corrida de dilatômetro em duas faixas de temperatura, até 400° C e de 400 a 950° C.

As curvas obtidas por dilatômetro e por MA na faixa até 400° C foram plotadas juntas e podem ser vistas na Figura 4.35. É possível observar que até 400° C ambos os coeficientes de expansão térmica podem ser traduzidos como uma reta paralela ao eixo das abscissas, ambas com valores reduzidos. Este comportamento atesta a estabilidade térmica do material na faixa de temperatura mais importante para sua utilização em espaços habitáveis.

É possível observar que a amostra T9 apresenta expansão térmica superior à amostra ensaiada em dilatômetro, eventualmente em decorrência de sua maior liberdade de expansão em ensaios de MA.

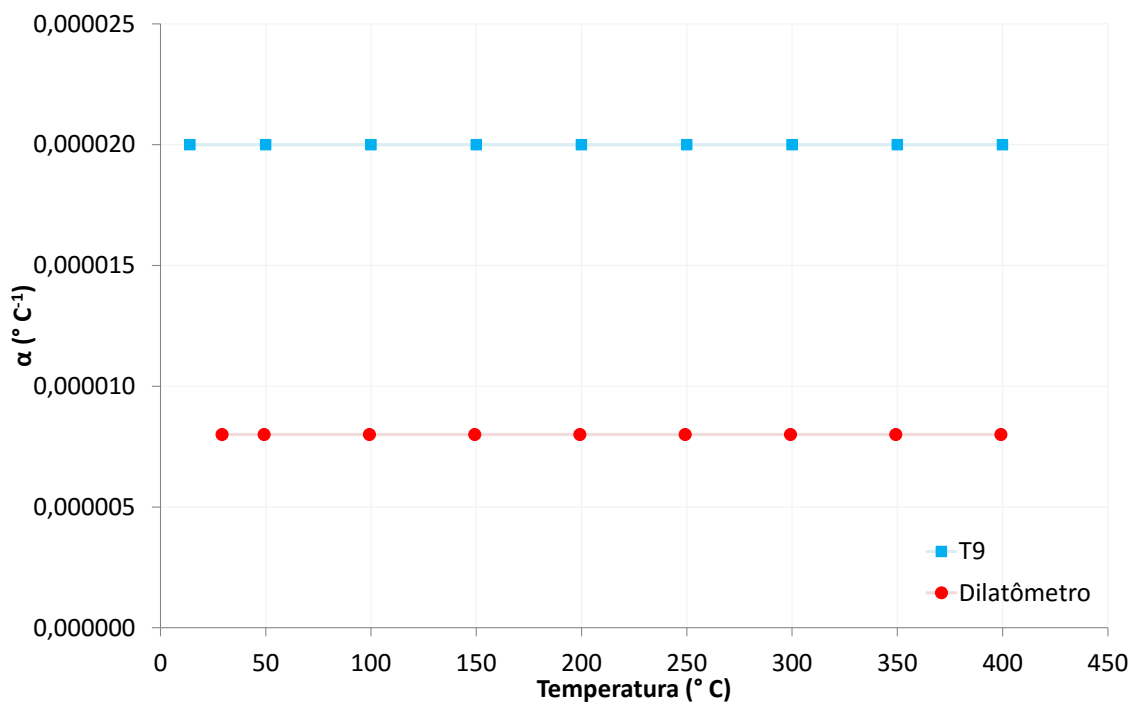


Figura 4.35 – Coeficiente de expansão térmica linear num ponto (α) em função da temperatura, até 400° C, para a amostra de Vikaflex[®] submetida à primeira corrida de dilatômetro e para a amostra T9, submetida a MA.

4.3.3 – ANÁLISES TÉRMICAS

Vikaflex[®]

Os resultados dos ensaios anteriores permitiram a compreensão do efeito do aumento da proporção de fase vítrea e de fase líquida no comportamento térmico da amostra, tornando mais acessível a interpretação dos dados obtidos por análise térmica para o Vikaflex[®]. No intuito de promover uma melhor compreensão do comportamento desta fase amorfa, após a amostra de Vikaflex[®] ter sido transformada em líquido por sua completa fusão durante a análise térmica, ela foi esfriada até a temperatura ambiente no próprio cadinho, resultando em um vidro, o qual foi imediatamente submetido a uma nova análise térmica, igualmente em ar, até 1400° C. A Figura 4.36 apresenta imagens de uma amostra pronta para ser enfiada para ensaio (A) e do cadinho com o material já transformado em vidro por ensaio de AT (B). É possível observar que, embora as amostras tenham sido posicionadas de forma centralizada, o material espalhou-se no cadinho ao longo do tratamento térmico.

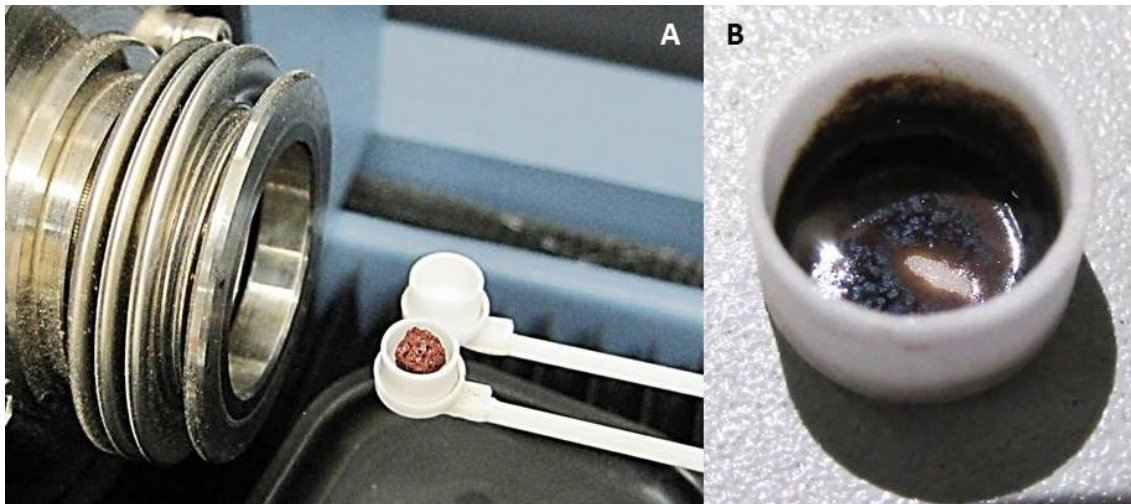


Figura 4.36 – Cadinhos em seu suporte com amostra de Vikaflex[®], prontos para inserção no forno do equipamento de análise térmica (A). Cadinho com vidro formado a partir do mesmo material (B).

As curvas de TG, DTG e DSC do Vikaflex[®] bem como do vidro obtido a partir dele são apresentadas na Figura 4.37.

- *Análises termogravimétricas (TG e DTG)*

A curva de TG apresenta, em primeiro lugar, uma perda de massa muito reduzida (0,24% em peso) entre 250 e 450° C, como resultado da liberação de gases originados por material decomponível previamente preso em seus poros. Esta perda de massa corresponde a um pequeno pico de DTG, com ápice a 375° C. Na mesma faixa de temperatura, a curva termogravimétrica da amostra de vidro mostra um pequeno ganho de massa, possivelmente devido à oxidação de parte do ferro presente no material (possivelmente $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$).

Acima de 400° C a curva de TG do vidro do Vikaflex[®] torna-se estável. Aos 750° C a curva de TG do Vikaflex[®] apresenta uma massa remanescente de 99,55%, isto é, revela que houve perda ao fogo da ordem de 0,45%. A curva de TG do Vikaflex[®] mantém reduzida variação até 1050° C, quando mostra uma pequena perda de massa causada pela decomposição de alguns dos seus constituintes. Esta decomposição gera gases que são liberados na atmosfera do forno, tanto pela abertura de poros periféricos como pela chegada de bolhas à superfície. Este processo decorre do aumento da temperatura com consequente aumento da proporção de fase líquida e redução da viscosidade, e causa a

desestabilização dos poros, provocando o colapso da peça até sua fusão, como discutido anteriormente.

É possível que um dos componentes em decomposição seja o sulfato de cálcio, anteriormente identificado na análise de XRF do Vikaflex[®]. Com efeito, MARCHAL (1926), em seu estudo sobre a decomposição do CaSO₄ a elevadas temperaturas, relatou que a presença de Fe₂O₃ CaSO₄ promove a decomposição pela seguinte reação:



O dióxido de enxofre e o dióxido de oxigénio são, provavelmente, alguns dos gases que promovem a piroexpansão do Vikaflex[®], já que, em ambiente não condicionado, apresentam pressão total de vapor de 0,025 e 0,049 atm a 1040 e 1097° C, respectivamente. Além disso, a ferrita de cálcio (Fe₂O₃.CaO), formada pela reação acima descrita, funde a 1250° C (SOUSA *et al.*, 1994). Assim, dado o elevado teor de Fe₂O₃ do material, esta reação possivelmente causa a antecipação da fusão parcial do Vikaflex[®] para temperaturas menos elevadas, resultando no alcance do ponto de amolecimento a 1.200° C.

A 1280° C, a curva TG Vikaflex[®] mostra uma inflexão, continuando a apresentar perda de massa, mas agora a uma taxa mais elevada, como mostrado pelo respectivo pico de DTG (Figura 4.37). Isto confirma a libertação dos gases gerados por decomposição através da superfície vítrea externa menos viscosa. As variações visíveis nas curvas de TG e de DTG na faixa de temperatura acima de 1200° C são decorrentes do escape irregular destes gases, como comentado anteriormente. As duas amostras ainda perdem massa no final das respectivas curvas de TG, mostrando que as decomposições ainda não foram totalmente concluídas a 1380° C. Isto ocorre mesmo no caso do vidro, sugerindo a presença de bolhas na massa do vidro, as quais ficam evidentes na Figura 4.20 A, eventualmente chegando à superfície e sendo liberadas.

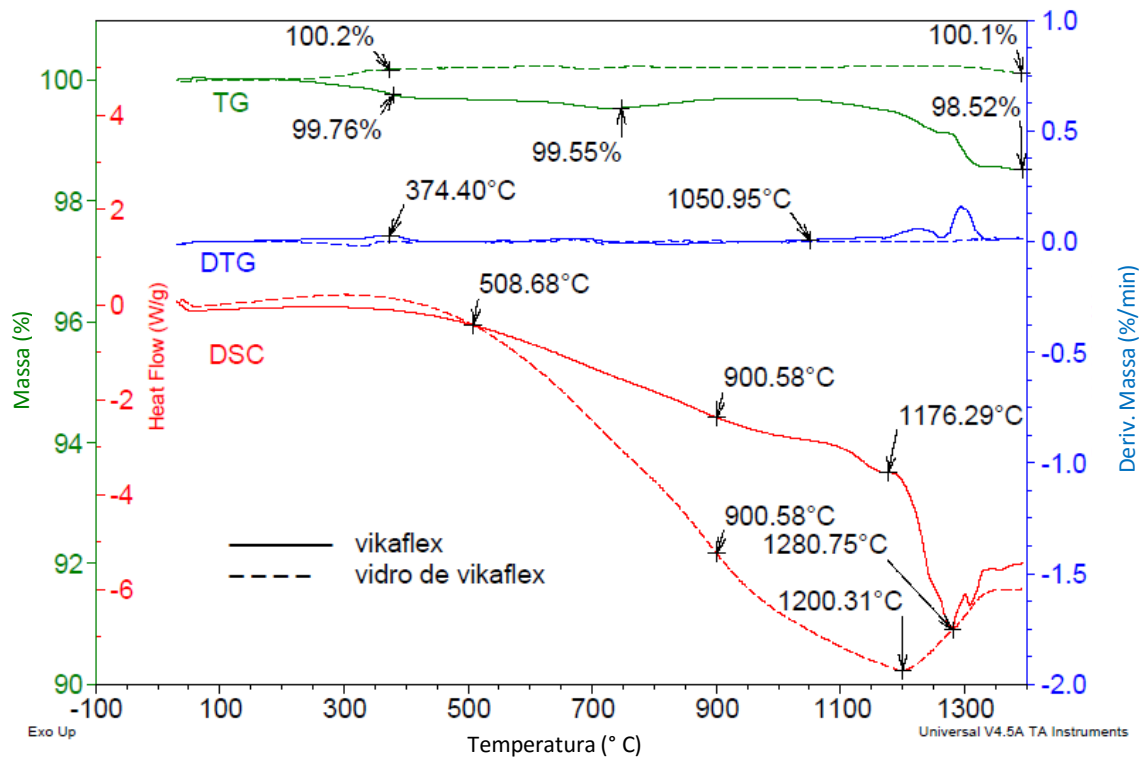


Figura. 4.37 – TG, DTG e DSC de Vikaflex[®] na forma de cubo de 2,5x2,5x2,5 mm e do vidro obtido por sua fusão.

- *Análises térmicas diferenciais*

As curvas de DSC, tanto do Vikaflex[®] quanto do vidro do Vikaflex apresentam um largo pico exotérmico entre 60 e 400° C. Na curva do vidro, como fica visível através da análise de sua curva de TG, este efeito exotérmico é causado pela oxidação de ferro. O mesmo tipo de oxidação ocorre no Vikaflex[®], entretanto, como simultaneamente ocorre uma perda de massa, possivelmente endotérmica, apenas um leve efeito exotérmico pode ser identificado.

A temperatura de transição vítrea típica dos esmaltes e vidros comerciais se encontra entre 430 e 540° C (BEVERIDGE *et al.*, 2004, SOARES *et al.*, 1998). Como este material possui uma parcela de fase amorfa e grande proporção de óxido de ferro, a partir dos 400° C a curva de DSC do Vikaflex já mostra um pico endotérmico que se prolonga em uma curva suave durante seu amolecimento até os 1175° C. Esta curva possui uma inflexão aos 900° C, temperatura em que começa a ocorrer grande aumento da fase líquida, propiciando a sinterização do material através da coalescência de partículas e consequente retração da amostra (SOUSA *et al.*, 1994).

A partir de 1175° C inicia-se a etapa de fusão, identificável por um pico intenso até os 1280° C, quando a necessidade de calor para a fusão do material vai se reduzindo. A esta temperatura a maior parte do material já se encontra desestruturado, propiciando o escape dos gases de decomposição térmica de forma incidental, conforme vão, ou não, sendo liberadas as bolhas de gás. Esta temperatura marca igualmente uma acentuação da perda de massa, melhor identificada na curva de TG.

Assim como ocorre na curva de DSC do Vikaflex[®], o pico de fusão do vidro dele derivado inicia-se aos 400° C. Este pico se prolonga numa curva endotérmica suave até seu ápice, aos 1200° C, já que a fusão de um composto, diferentemente de uma substância pura, ocorre paulatinamente, convivendo fase líquida e fase sólida em proporções variáveis, de acordo com a temperatura. Esta curva apresenta igualmente uma inflexão aos 900° C, temperatura em que a proporção de fase líquida aumenta intensamente, dificultando a propagação do calor e a transformação de fase. Após os 1200° C a necessidade de calor para prosseguimento do processo de fusão se reduz com a grande proporção do material já na fase líquida conduzindo a fusão de alguma fase cristalina remanescente.

Após o fim do pico de fusão do Vikaflex[®] bem como do vidro dele derivado, pode ser verificado que as curvas de DSC se estabilizam, mas em valores inferiores aos da linha base, já que os sólidos possuem calor específico mais baixo que o mesmo material na forma líquida, devido à maior dificuldade de transmissão de calor em meio líquido (SOUSA *et al.*, 1994).

Como pode ser verificado nas curvas de DSC, o calor específico do vidro derivado do Vikaflex[®] passa a apresentar valores mais elevados que o do Vikaflex[®] a partir dos 508° C. Isto significa que a variação de calor específico do Vikaflex[®] está relacionada ao aumento da percentagem de sua fase líquida, quando a mobilidade das moléculas dificulta a transmissão de calor.

Os picos de fusão do Vikaflex[®] e do vidro dele derivado possuem formatos distintos porque possuem diferentes percentagens de fase vítrea (SOUSA, DIEHL *et al.*, 1994).

- *Calor específico (c_p)*

A curva de DSC da análise térmica do Vikaflex[®] evidencia uma acentuada variação de c_p do material a partir dos 600° C. Esta variação de c_p induziu à comparação entre a curva do material e as curvas do branco e do padrão de safira, sendo estas curvas colocadas em mesma base.

A Figura 4.35 apresenta exemplos de curvas de DSC do Vikaflex[®], do disco padrão de safira e do branco, com as suas respectivas variações de c_p , o que demonstra o comportamento atípico do Vikaflex[®] quando comparado ao comportamento dos cadinhos vazios e do disco padrão de safira. Tanto nas temperaturas iniciais como nas finais, em todos os casos, foram programados 10 minutos de isoterma, como é usual na determinação de calor específico.

Na Figura 4.38 é possível observar que durante a isoterma final, a 1100° C, as curvas de DSC do branco e do disco padrão de safira retornam para valores inferiores de fluxo de calor, já que não ocorrem transformações nestes dois casos. Entretanto a curva de DSC do Vikaflex[®] continua descendo, requerendo ainda mais calor, em razão do processo de fusão em curso, como pode ser visto na Figura 4.37, que mostra aquecimento dinâmico após os 1100° C.

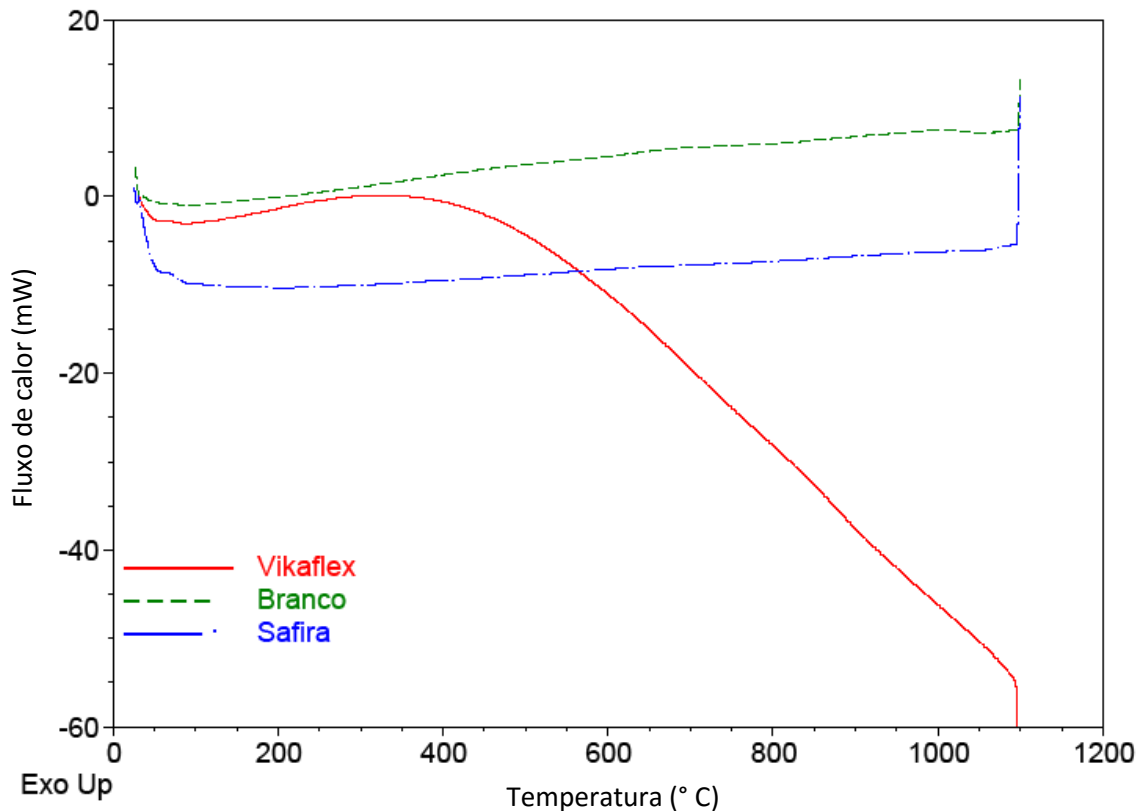


Figura. 4.38 – DSC do Vikaflex[®] em forma de peça irregular, do branco e do disco padrão de Safira.

As curvas da Figura 4.39 mostram que o calor específico do Vikaflex[®] apresenta reduzida variação entre os 50 e os 400° C, sofrendo uma pequena redução inicial para, em seguida, apresentar aumento de valores a partir de 275° C.

Entre os 400 e os 1075° C o valor de c_p de todas as amostras do material aumenta contínua e intensamente. A diversidade de resultados pode ser atribuída à diferença de massa entre as amostras, mas, no presente caso, é mais provável que se deva aos diferentes formatos dos espécimes analisados, com morfologia bastante diversificada, como detalhado em parte anterior deste documento.

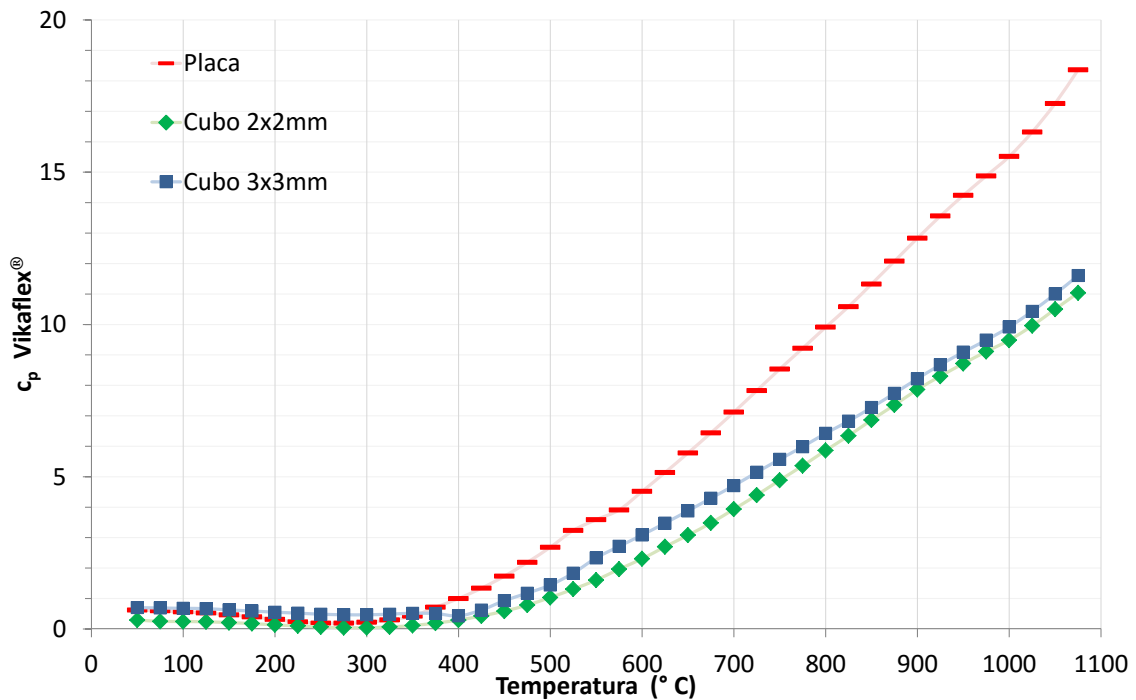


Figura 4.39 – Calor específico (c_p) em função da temperatura até 1075° C do Vikaflex® em diferentes formatos: placa fina irregular, cubo com 2 mm de lado e cubo com 3 mm de lado.

Calculando a média dos valores de c_p do Vikaflex obtidos para diferentes formatos entre os 50 e os 1075° C o comportamento geral do material fica mais claro, como pode ser visto na Figura 4.40. Através da curva da média do calor específico das amostras em formato de placa fina irregular, de cubo com 2 mm de lado e de cubo com 3 mm de lado curva, é possível a visualização das funções que regem o comportamento geral do c_p deste material a cada intervalo de temperatura. As funções para cada um dos dois trechos característicos da curva, obtidas a partir das respectivas linhas de tendência, possuem excelente coeficiente de correlação.

A partir deste gráfico é possível observar que existe um aumento suave do valor médio de c_p a partir de 275° C na temperatura mais baixa do intervalo. No entanto, após a inflexão da curva a 400° C, este aumento passa a ocorrer com grande intensidade, o que pode ser explicado pelo início da formação de uma fase líquida, conforme anteriormente discutido. É importante notar que esta ocorrência não afeta a sua boa estabilidade dimensional até 1050° C, fato determinado pelas medidas efetuadas através de microscopia de aquecimento, conforme já discutido no item 4.3.1 e conforme publicação anterior (RANGEL *et al.*, 2015).

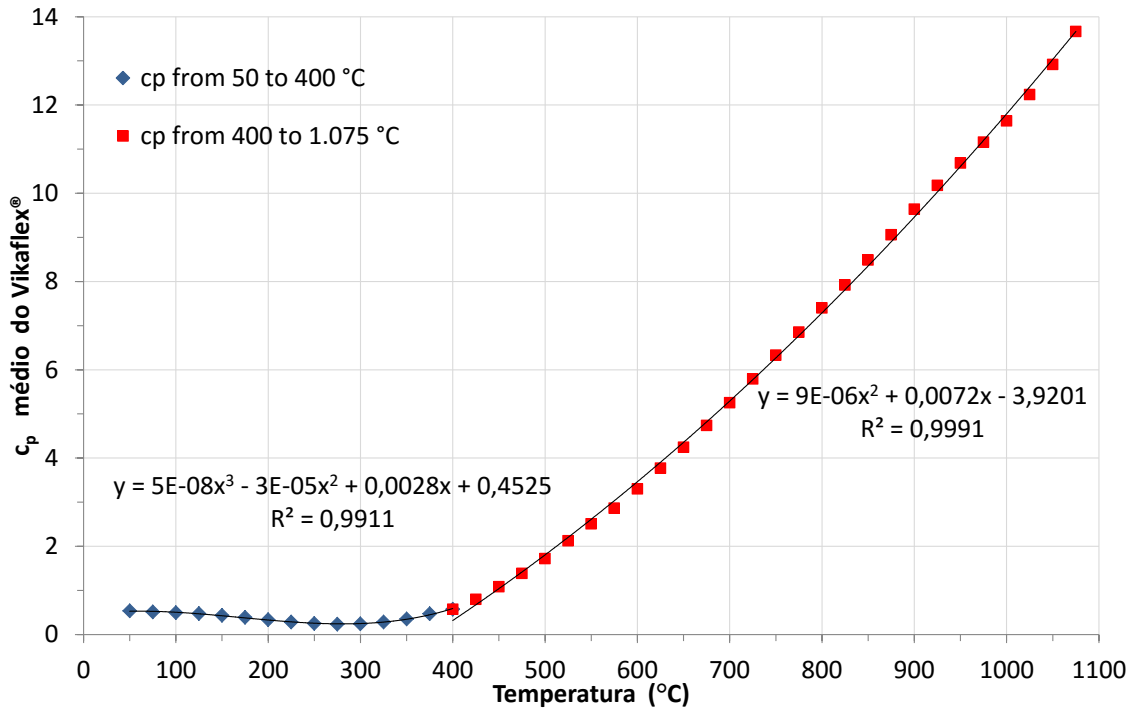


Figura 4.40 - c_p médio em função da temperatura, calculado a partir das mensurações das análises térmicas do Vikaflex[®] nos formatos de placa fina irregular, cubo com 2 mm de lado e cubo com 3 mm de lado. O gráfico apresenta ainda as linhas de tendência das faixas entre 50 e 400° C e de 400 até 1075° C.

Tendo em vista que a partir dos 500° C o c_p do vidro do Vikaflex[®] apresenta valores mais elevados que o c_p do Vikaflex[®], como foi visto no gráfico da Figura 4.37, é possível concluir que o aumento do c_p do Vikaflex[®] sofre influência da ocorrência de aumento de fase líquida, isto é, da transformação do material em vidro líquido.

Este aumento crescente dos valores de calor específico do Vikaflex[®], especialmente em altas temperaturas, sugere seu uso como material de proteção a incêndios bem como para isolamento térmico.

Gesso acartonado

As análises de TG do gesso acartonado hidrófugo e de seus componentes foram efetuadas com massas que correspondem à proporção dos constituintes de uma placa original do compósito comercial, como descrito no item 3.2.3, e auxiliaram na caracterização deste material.

Na Figura 4.41 é possível observar a evolução das curvas termogravimétricas obtidas para o gesso acartonado hidrófugo, o gesso hidratado aditivado e o papel Kraft.

A curva de TG do gesso apresenta uma pequena perda de massa inicial referente à perda de água livre, a qual ocorre até 73° C. Esta mesma perda de água livre pode ser observada na curva do gesso acartonado, e em idênticas proporções. A partir desta temperatura ocorre uma perda de massa significativa, decorrente da desidratação do sulfato de cálcio dihidratado, a qual ocorre até a temperatura de 274° C, correspondendo a 18,06% da massa. Esta intensa perda de massa pode ser igualmente identificada na curva de TG do gesso acartonado. Em seguida é visível uma pequena perda de massa, esta relativa a aditivos presentes até a temperatura de 585° C, quando ocorre a decomposição do carbonato de cálcio presente até 800° C. Também estas duas perdas de massa podem ser acompanhadas na curva termogravimétrica do gesso acartonado.

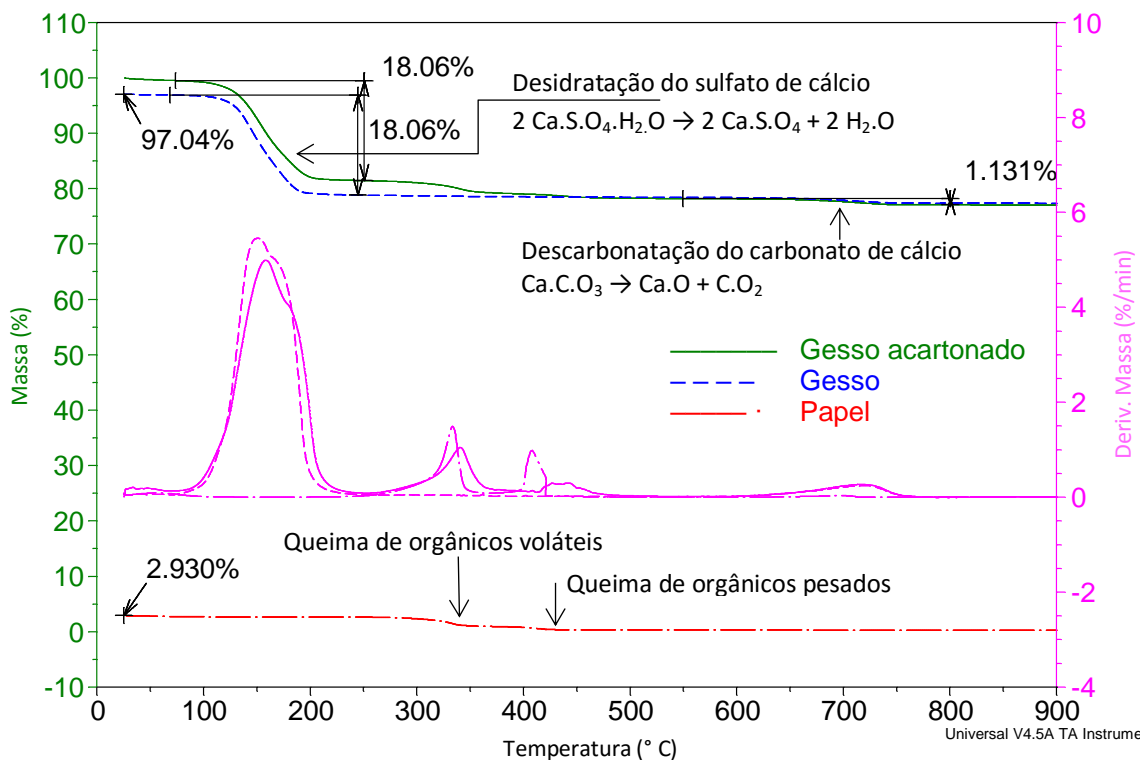


Figura 4.41 - TG e DTG do gesso acartonado hidrófugo, acompanhadas por TG e DTG do gesso hidratado e do papel Kraft que o compõem, em base à massa total.

A curva de TG do papel Kraft que recobre a superfície do gesso acartonado apresenta inicialmente uma perda de água livre que se estende até os 166° C, em seguida pode-se identificar uma acentuada perda de massa até os 377° C, devido à queima de orgânicos voláteis; em sequência há outra perda de massa por queima de orgânicos pesados, a qual se estende até os 573° C.

A diferença observada entre as curvas do gesso e do gesso acartonado corresponde, como esperado, ao comportamento do papel Kraft que recobre o gesso acartonado. São os orgânicos, tanto voláteis como pesados, que mantêm a diferença entre estas curvas até a temperatura de 573° C, quando se igualam.

A Figura 4.42 apresenta curvas de TG, DTG e DSC com a análise da composição do gesso que compõe o miolo da placa de gesso acartonado hidrófugo isoladamente.

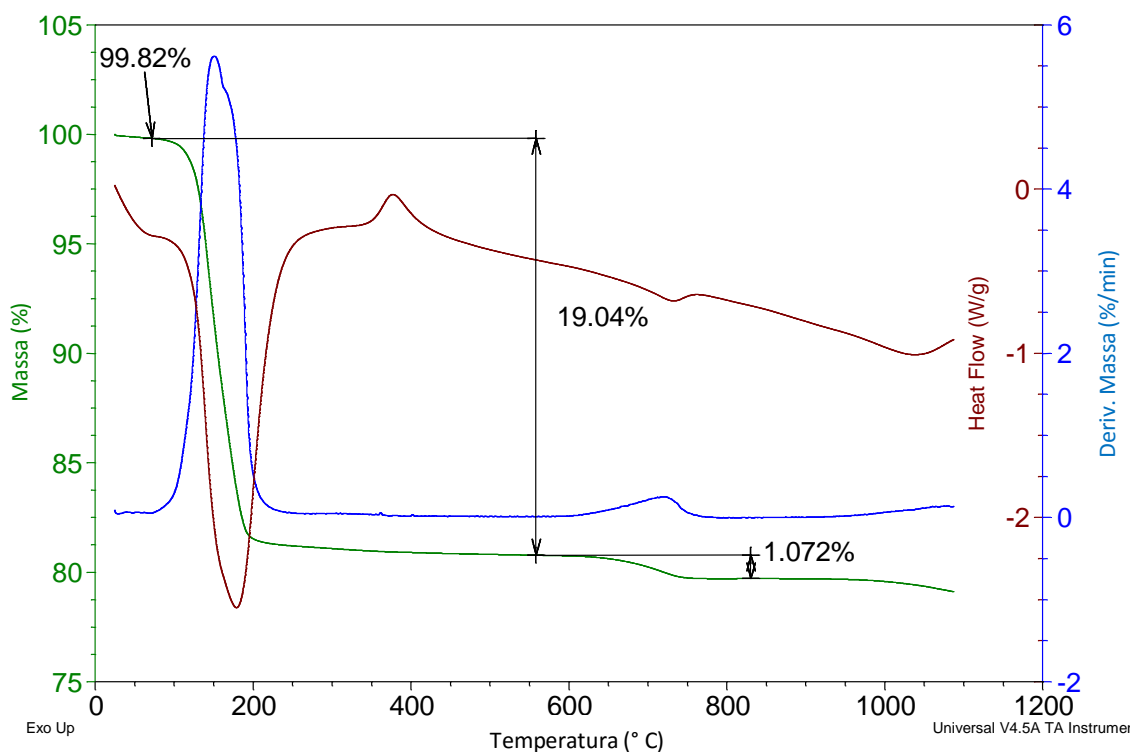


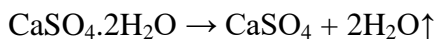
Figura 4.42 – TG, DTG e DSC do gesso que forma o miolo da chapa de gesso acartonado hidrofóbico.

A curva de DSC do gesso que compõe o miolo da chapa de gesso acartonado apresenta inicialmente um pequeno pico endotérmico referente à saída da água livre. Em seguida é visível um intenso pico endotérmico que corresponde à desidratação do sulfato de cálcio dihidratado. Próximo aos 400° C é visível um pequeno pico exotérmico decorrente da transformação de sulfato de cálcio γ em sulfato de cálcio β . A seguir pode ser observado um discreto pico endotérmico correspondente à descarbonatação do carbonato de cálcio. A curva de TG do gesso efetuada isoladamente apresenta perdas de massa similares às anteriormente determinadas. Uma suave perda inicial ocorre pela saída de água livre. Segue-se uma intensa perda de massa de 19,04%, devido à desidratação do sulfato de

cálcio dihidratado. Logo após ocorre a liberação de gás carbônico do carbonato de cálcio, provocando mais uma perda de massa, esta da ordem 1,072%.

Sabendo-se que:

1 - o sulfato de cálcio dihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desidrata-se transformando-se em sulfato de cálcio:



$$(40+32+64+36=172) \rightarrow (40+32+64=136) + (36)$$

Portanto 172 g de sulfato de cálcio dihidratado liberam 36 g de água. Sendo que estes 36 g de água correspondem aos 19,04% que são liberados, dentre o total. Então:

$$\frac{172 \cdot 19,04}{36} = 90,97$$

Ou seja, isto significa que existe 90,97% de sulfato de cálcio dihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) no gesso.

e que:

2 - o carbonato de cálcio (CaCO_3) perde gás carbônico:



$$(40+12+48=100) \rightarrow (40+16) + (12+32=44)$$

Portanto 100 g de carbonato de cálcio liberam 44 g de gás carbônico, sendo que estes 44 g de gás carbônico correspondem aos 1,072% de massa que são liberados, dentre o total. Então:

$$\frac{100 \cdot 1,072}{44} = 2,44$$

Conclui-se que existem 2,44% de carbonato de cálcio (CaCO_3) no gesso.

Isto significa que o gesso que compõe o miolo da placa original comercial de gesso acartonado hidrófugo, sem o papel Kraft, possui a composição que pode ser vista na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Composição química do gesso que compõe o miolo da placa de gesso acartonado hidrófugo, obtida a partir de análise térmica

Composição	H ₂ O	CaSO ₄ .2H ₂ O	CaCO ₃	Inertes
Quantidade em massa (%)	0,18	90,97	2,44	6,41
Total em massa (%)	93,59			6,41

4.3.4 – CONDUTIVIDADE TÉRMICA

A condutividade térmica foi medida em amostras com diferentes formatos, para verificação de possíveis variações de desempenho do material.

Foram efetuadas cinco medidas de condutividade térmica no centro de uma amostra íntegra de Vikaflex[®] de 5x5x1cm (Vikaflex[®] íntegro centro). Foram também efetuadas três medidas em cada uma das extremidades diagonais desta mesma amostra (Vikaflex[®] íntegro extremidades), sendo que uma das extremidades não apresentou superfície suficientemente regular para uma medição confiável.

A amostra íntegra posicionada no equipamento, durante as medições, pode ser vista na Figura 4.43, sendo que a imagem A mostra a peça centralizada sobre o sensor, enquanto a imagem B mostra uma das extremidades diagonais posicionada sobre o sensor. Sobre a amostra pode ser visto um peso de 500 g, que faz parte dos acessórios do equipamento, e que é utilizado para garantir um contato efetivo entre a superfície da peça e o sensor.

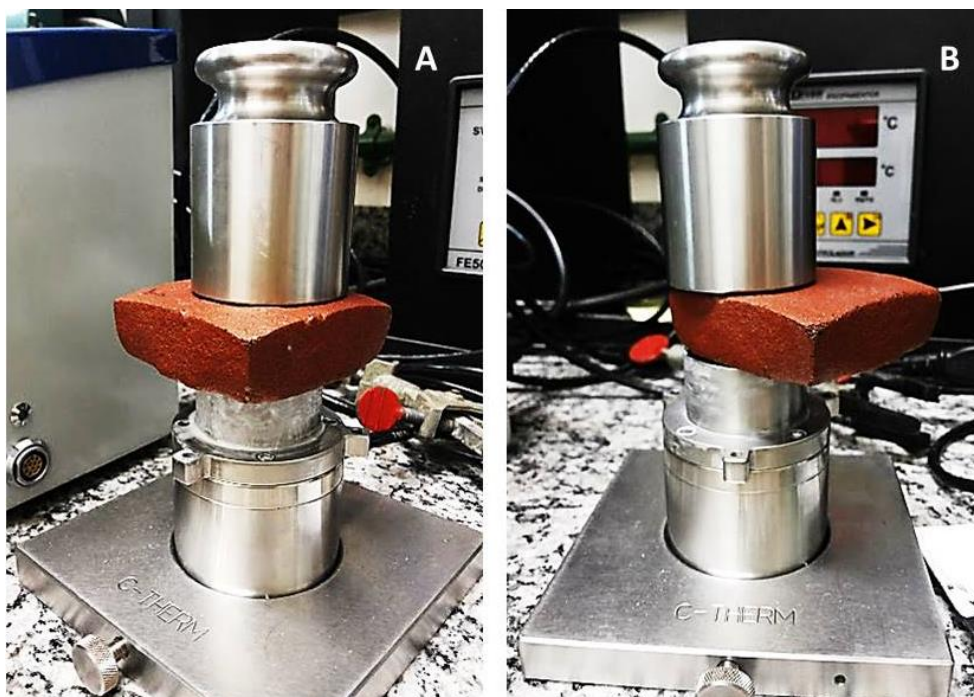


Figura 4.43 – Amostra posicionada na unidade de aferição do analisador de condutividade térmica. A – Amostra centralizada. B – Amostra com extremidade diagonal sobre o sensor.

A condutividade térmica também foi medida, sempre com cinco repetições, em uma amostra lixada no formato de paralelogramo de 2x2x1cm (Vikaflex[®] médio) e em outra na forma de placa de 2x1,8x0,6cm (Vikaflex[®] placa).

Os resultados, na forma de média de cada grupo de ensaios e de média total, podem ser vistos na Tabela 4.10. Os resultados completos podem ser vistos no Anexo 5.

Tabela 4.10 – Condutividade térmica média do Vikaflex[®] em formatos diversos e sua média geral (coeficiente de variação entre parênteses)

Condutividade térmica	Vikaflex íntegro (centro)	Vikaflex íntegro (extremidades)	Vikaflex lixado médio (2x2x1cm)	Vikaflex lixado placa (2x1,8x0,6cm)
k média W/mK (%)	0,0956 (0,67)	0,0961 (9,0)	0,0762 (1,6)	0,1215 (1,5)
k média geral W/mK (%)	0,0971 (16,36)			

Além das mensurações em amostras de Vikaflex[®], foram também efetuadas medidas de condutividade térmica de uma amostra de gesso acartonado comercial, sendo cinco

medidas na face cinza (uso interno) e cinco medidas na face verde (uso externo), para fins comparativos. Os resultados, na forma de médias, podem ser vistos na Tabela 4.11.

Tabela 4.11 – Condutividade térmica média do gesso acartonado (coeficiente de variação entre parênteses)

Condutividade térmica k	Gesso acartonado Face cinza	Gesso acartonado Face verde
k média W/mK (%)	0,2601 (0,55)	0,1823 (0,91)

A Tabela 4.12 apresenta os valores de condutividade térmica de diversos materiais, promovendo uma visão comparativa com os resultados obtidos para o Vikaflex[®] e para o gesso acartonado.

Como pode ser observado, a condutividade térmica do Vikaflex[®] se encontra numa faixa isolada de valores reduzidos. Alguns itens apresentam condutividade térmica inferior, e se constituem apenas de polímeros, o poliuretano rígido e o Isopor[®]. Outros itens, em maior número na tabela, que incluem todos os fechamentos, apresentam condutividade térmica superior, e consistem de uma grande variedade de materiais.

Neste aspecto o Vikaflex[®] demonstra características superiores aos demais fechamentos tradicionais disponíveis no mercado.

Tabela 4.12 – Condutividade térmica de diversos materiais e do Vikaflex®
(CALLISTER, 1991, CHAVES, CUNHA, 2009, GIGLIO, T.G.F., 2005, PROTOLAB, 2015, SILVA, 2014)

Material	Condutividade térmica mín.	Condutividade térmica máx.
	W/mK	W/mK
1. Vikaflex®	0,076	0,096
2. Tijolo cerâmico	0,60	0,70
3. Bloco de concreto	-	1,48
4. Concreto, típico	1,25	1,75
5. Concreto leve com pérolas de Isopor® (EPS)	0,12	0,90
6. Concreto celular	0,35	0,50
7. Gesso acartonado	0,18	0,26
8. Painéis de concreto reforçado (fibras)	-	0,35
9. Painel Wall	-	0,259
10. Chapas de madeira compensada	-	0,17
11. <i>Medium-Density Fiberboard</i> (MDF)	-	0,14
12. Madeira, típico (longitudinal)	0,12	0,29
13. Madeira, típico (transversal)	0,12	0,29
14. Vidro alcalino	-	1,7
15. Policarbonato	-	0,20
16. Poliestireno expandido (EPS) - Isopor®	0,034	0,036
17. Poliuretano rígido (PU)	0,025	0,035
18. <i>Polyvinyl chloride</i> (PVC)	0,15	0,21

4.4 – PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.4.1 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Cada uma das amostras cilíndricas foi composta por quatro peças lixadas e aderidas entre si através do amolecimento da superfície das peças em uma queima a 1100° C, conforme descrito no item 3.1. Os blocos assim formados foram posteriormente cortados no formato cilíndrico requerido pelo ensaio com o uso de serra copo.

O modo de fratura das amostras submetidas a ensaio de compressão uniaxial pode ser verificado na Figura 4.44. Foram observadas fraturas cisalhantes nos fragmentos resultantes dos ensaios.



Figura 4.44 – Amostras após ensaios de resistência à compressão.

A Figura 4.45 mostra as curvas de tensão em função da deformação calculadas a partir dos valores de compressão uniaxial obtidos para quatro amostras ensaiadas com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min. As curvas se encerram por ocasião da ruptura total do corpo de prova. Os gráficos completos podem ser vistos no Anexo 6.

Materiais cerâmicos tradicionais não aceitam deformações elásticas, portanto seus gráficos de força em função do deslocamento, bem como os gráficos de tensão em função da deformação, usualmente se constituem de uma rampa linear de carregamento que se estende até a ruptura do corpo de prova. As deformações elásticas são caracterizadas pela rampa inicial do gráfico da tensão pela deformação, a qual se encerra no ponto em que a tensão provoca uma deformação permanente no corpo de prova.

O Vikaflex[®] apresenta curvas irregulares, com estreita rampa elástica e ampla variação nos valores de resistência ao longo de uma faixa de deformação mais alongada que o esperado para um produto cerâmico.

Conforme anteriormente discutido, o material possui variações de porosidade em virtude de sua fabricação laboratorial. No caso dos corpos de prova para compressão as variações foram acentuadas em razão de sua conformação específica, que inclui uma nova queima, conforme detalhado no item 3.1. A observação do gráfico da tensão *versus* deformação confirma a diversidade de comportamento dos corpos de prova.

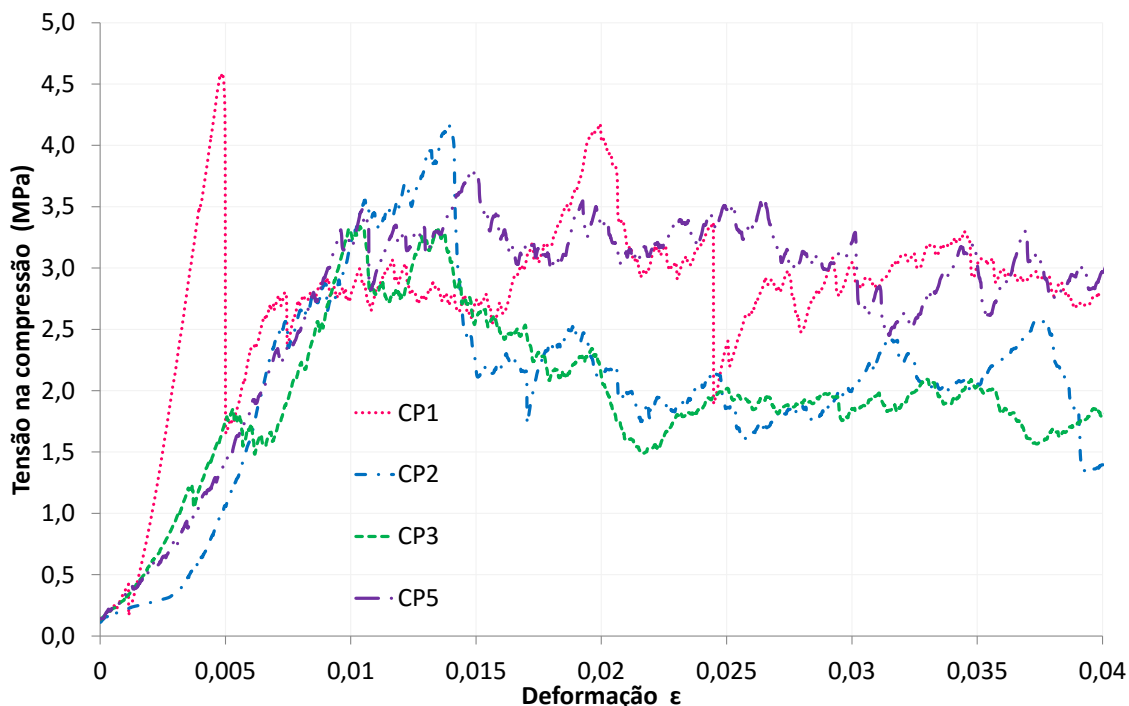


Figura 4.45 – Curvas da tensão em função da deformação, calculadas a partir dos ensaios de resistência a compressão uniaxial até o valor de deformação de 0,04.

De acordo com o observado nos ensaios, o material possui características frágeis e aparenta sofrer fissuras em sequência com o aumento do esforço aplicado, sendo que sua desintegração é obstruída pelo desvio das forças aplicadas a cada nova sequência de poros encontrada no caminho da força. A ruptura total, ou falência do material, ocorre por coalescência de fissuras.

O módulo de elasticidade E_c traduz a rigidez dos materiais na compressão, e reflete a taxa de variação da tensão em função da deformação. Os materiais cerâmicos tradicionais possuem altos valores de módulo de elasticidade. A curva da amostra CP3 foi selecionada como representativa em razão de seu comportamento e valores medianos em comparação com as demais amostras. A curva da variação dos valores de módulo de elasticidade em função da deformação desta amostra pode ser vista na Figura 4.46.

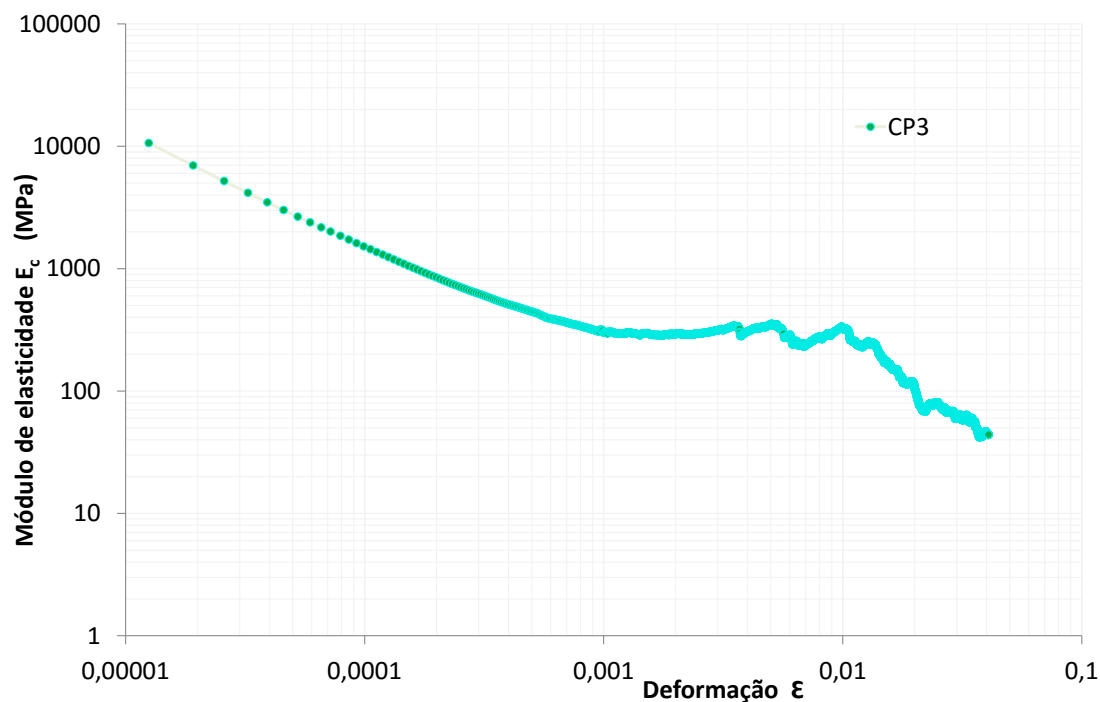


Figura 4.46 – Variação do módulo de elasticidade na compressão E_c , ou módulo de Young, em função da deformação para o corpo de prova CP3.

Como pode ser observado na Figura 4.46, a rigidez da amostra vai se reduzindo à medida que o material sofre deformações decorrentes da força de compressão uniaxial aplicada, até a ruptura completa.

A resistência máxima à compressão, ou tensão de ruptura $\bar{\sigma}_r$, foi calculada a partir da carga máxima aplicada em função da área da seção transversal inicial dos corpos de prova. Os valores obtidos para módulo de elasticidade na compressão E_c para estes corpos de prova se encontram na Tabela 4.13:

Tabela 4.13 – Valores de tensão máxima, de deformação axial na tensão máxima e de módulo de Young obtidos para as amostras submetidas a ensaio de compressão uniaxial com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min (coeficiente de variação entre parênteses)

	Tensão máxima (MPa) $\sigma_{c\text{ máx}}$	Deformação na tensão máxima $\epsilon_{\text{máx}}$	Módulo Young (GPa) E_c
Média (%)	3,97 (11,63)	0,011 (35,68)	28,137 (17,73)

Os valores de coeficiente de variação para a deformação máxima foram altos (35,7%), apresentando-se mais baixos para tensão máxima e para módulo de elasticidade (11,6 e 17,7%, respectivamente). A Tabela 8.5, no Anexo 7, mostra detalhadamente os valores obtidos.

Para fins comparativos, a Tabela 4.14 expõe os valores de módulo de elasticidade (mód. de Young) de diversos materiais. Observando-se os valores expostos na Tabela 4.14 nota-se que o vidro alcalino (bem como os vidros em geral) apresenta altos valores de módulo de elasticidade. Valores medianos são encontrados para o tijolo cerâmico, o concreto típico, o Vikaflex[®] e os blocos de concreto, ficando os valores para o concreto leve com EPS em patamar imediatamente abaixo. Os demais materiais listados formam um grupo com reduzidos valores de módulo de elasticidade.

Tabela 4.14 – Valores de módulo de elasticidade de diversos materiais tabelados, incluindo os valores obtidos experimentalmente para o Vikaflex® (CALLISTER, 1991, CHAVES, CUNHA, 2009, MENDONÇA, 2005, ABNT NBR 11752: 2007, CONSTRUPOR, 2015, CAMBRIDGE, 2003, ELEOTÉRIO, 2000, IPT SP, 2003, CATOIA, 2012, CRAMER, FRIDAY, *et al.*, 2003, BARBOSA, 2004)

Material	Módulo de Young (GPa)	
	mínimo	máximo
1. Vikaflex®	24,5	36,7
2. Tijolo cerâmico	10	50
3. Bloco de concreto	12,9	38,2
4. Concreto, típico	25	38
5. Concreto leve com pérolas de Isopor® (EPS)	9,0	12,2
6. Concreto celular	1,4	2,9
7. Gesso acartonado	1,8	2,5
8. Painéis de concreto reforçado com fibras	6	7
9. Painel Wall	6	7
10. Chapas de madeira compensada	0,4	0,9
11. <i>Medium-Density Fiberboard</i> (MDF)	1,5	3,7
12. Madeira, típico (longitudinal)	6	20
13. Madeira, típico (transversal)	0,5	3
14. Vidro alcalino	68	72
15. Policarbonato	3,5	4,2
16. Poliestireno expandido (EPS) – Isopor®	3	3,4
17. Poliuretano rígido (PU)	0,2	34,5
18. <i>Polyvinyl chloride</i> (PVC)	0,4	0,6

4.4.2 - RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

As amostras utilizadas foram cortadas de peças de Vikaflex[®] medindo aproximadamente 5x5x1 cm fornecidas pelo fabricante, conforme descrito no item 3.1.

Tensão de tração na flexão

A partir dos valores de força aplicada em função do deslocamento de punção, obtidos nos ensaios de flexão em três pontos, foi calculada a tensão de tração na flexão para as nove amostras ensaiadas. As curvas geradas por estes valores podem ser vistas nas Figuras 4.47, 4.48, e 4.49, plotadas em grupos de três curvas por gráfico para melhor visualização.

Estes grupos foram selecionados por sua porosidade a partir de simples exame visual, sendo as amostras AC (amostra compacta) as que apresentaram aspecto mais compacto, as amostras AI (amostra intermediária) as que apresentaram porosidade intermediária e as amostras AP (amostra porosa), aquelas que pareceram mais porosas, embora com porosidade próxima às amostras AI.

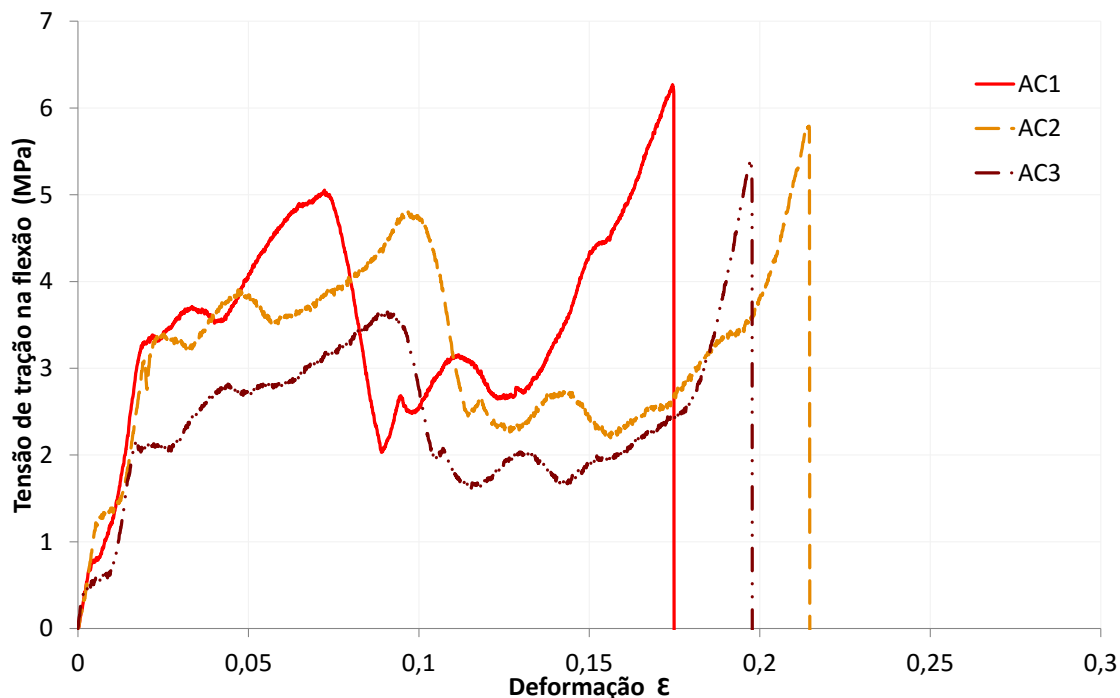


Figura 4.47 – Tensão de tração na flexão em função da deformação das amostras AC1, AC2 e AC3.

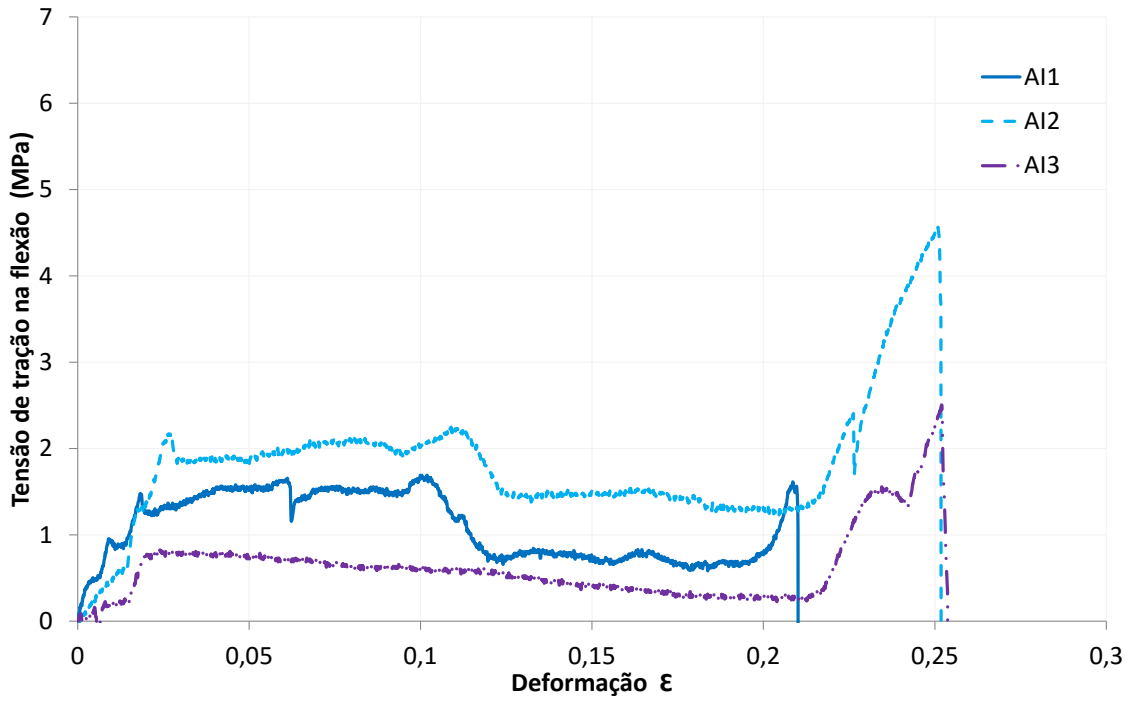


Figura 4.48 – Tensão de tração na flexão em função da deformação das amostras AI1, AI2 e AI3.

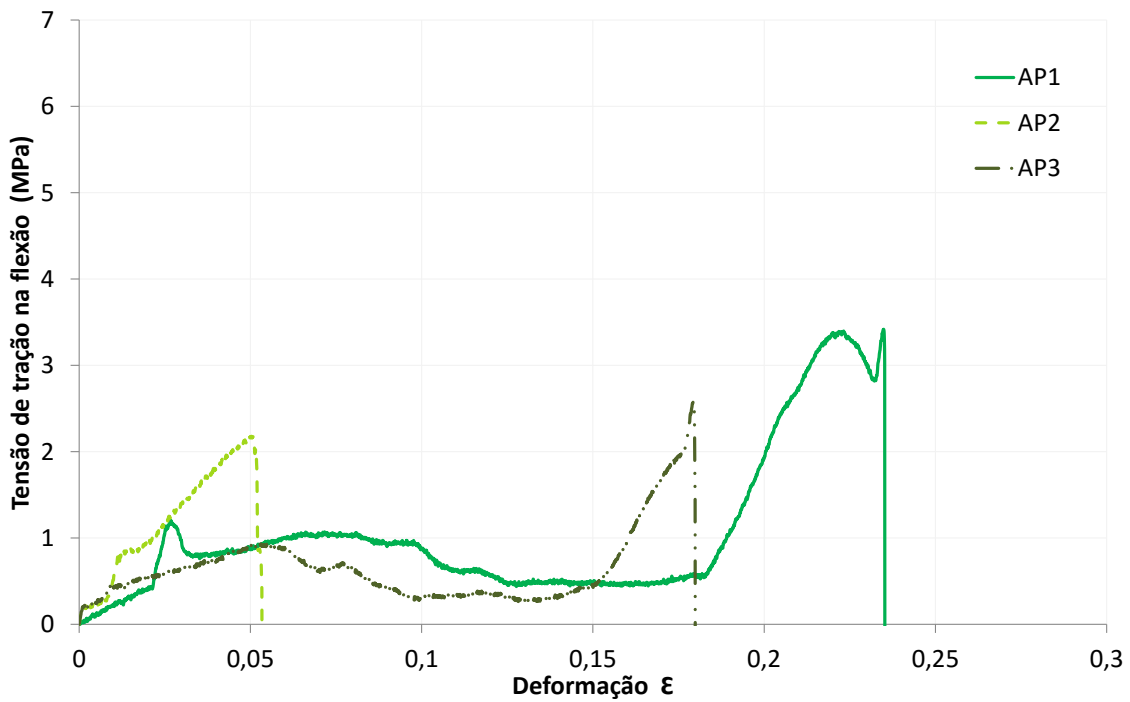


Figura 4.49 – Tensão de tração na flexão em função da deformação das amostras AP1, AP2 e AP3.

Os resultados mostraram variações de comportamento eventualmente decorrentes da fabricação laboratorial do material. É possível observar que as amostras AC1, AC2 e AC3, possuidoras de estrutura mais compacta, isto é, com poros de menores dimensões identificados em simples exame visual comparativo com as demais amostras, conforme pode ser visto na Figura 3.3, apresentaram menores valores de deformação e maiores valores de resistência à flexão.

Como pode ser visto na Tabela 4.15, os corpos de prova AI1 e AP2 apresentaram valores extremos. A amostra AI1 mostrou o valor mais baixo de resistência à tração na flexão e a amostra AP2 mostrou uma curva de formato atípico, eventualmente decorrente de um rompimento prematuro por defeito na peça. Por este motivo foi calculada também a média dos valores de tensão de ruptura e de deformação de ruptura sem levar em conta os resultados de AI1 e AP2, já que a média sem estas amostras se apresenta como mais representativa do comportamento do material.

Tabela 4.15 – Valores de tensão máxima e de deformação na tensão máxima das amostras submetidas a ensaio de resistência à tração na flexão com velocidade de carregamento de 0,3 mm/min (coeficiente de variação entre parênteses)

	Tensão máxima (MPa) $\sigma_{c\text{ máx}}$	Deformação na ruptura ϵ_{rup}
AC1	6,27	0,174
AC2	5,79	0,215
AC3	5,41	0,197
AI1	1,69	0,102
AI2	4,57	0,251
AI3	2,51	0,252
AP1	3,42	0,235
AP2	2,18	0,051
AP3	2,59	0,179
Média total (%)	3,83 (42,32)	0,184 (35,01)
Média representativa (excluídos AI1 e AP2) (%)	4,37 (32,7)	0,214 (13,9)

A análise da tração na flexão de produtos cerâmicos inicia-se quando ocorre uma inflexão na curva, formando uma rampa ascendente que se estende até que seja atingida a tensão máxima de ruptura do corpo de prova. Os ensaios com Vikaflex, entretanto, geraram curvas irregulares, que não apresentam uma rampa direta até o ponto de ruptura. A fim de promover uma melhor observação de seu comportamento, foi plotado um gráfico com as curvas de tensão na tração dos corpos de prova considerados mais representativos dos ensaios de flexão.

Na seleção das curvas mais representativas foram imediatamente eliminadas as curvas AI1 e AP2; a primeira por seus valores de deformação extraordinariamente reduzidos em comparação com os demais, a segunda por seus valores de tensão comparativamente baixos. Dentre as curvas que apresentaram comportamento semelhante foram selecionadas três, uma entre os valores mais altos, uma entre os valores medianos e uma entre os valores mais baixos.

Foram selecionadas as curvas das amostras AC2, AI2 e AP3, que podem ser vistas na Figura 4.50, e ainda mais detalhadamente na Figura 4.51, que apresenta uma ampliação da seção inicial destas curvas.

Como pode ser visto no gráfico da tensão em função da deformação das amostras AC2, AI2 e AP3, representativas do comportamento geral do material, as curvas não apresentam a rampa linear inicial esperada para materiais com o tradicional comportamento linear elástico. São formadas por sequências de fissuramentos desde seu início, impedindo o cálculo da carga de primeira fissura. As amostras AC2 e AI2 apresentam um grande aumento nos valores de resistência à tensão na primeira parte da curva, seguido por uma região irregular, e voltando a crescer até atingir um pico de tensão próximo ao meio da curva, logo seguido por uma forte perda de resistência. A curva da amostra AP3, diversamente, apresenta uma região inicial de lento crescimento da resistência à tensão, a qual se estende até um pico largo, entre 0,04 e 0,065 de deformação, que é seguido por suave e irregular perda de resistência. Após esta região de perda de resistência, as três curvas voltam a apresentar reação ao esforço aplicado em uma faixa de fissuramentos sequenciais, em seguida formando uma nova rampa de tensão crescente que, finalmente, leva ao pico de ruptura por coalescência de fissuras, com o colapso do corpo de prova encerrando o ensaio.

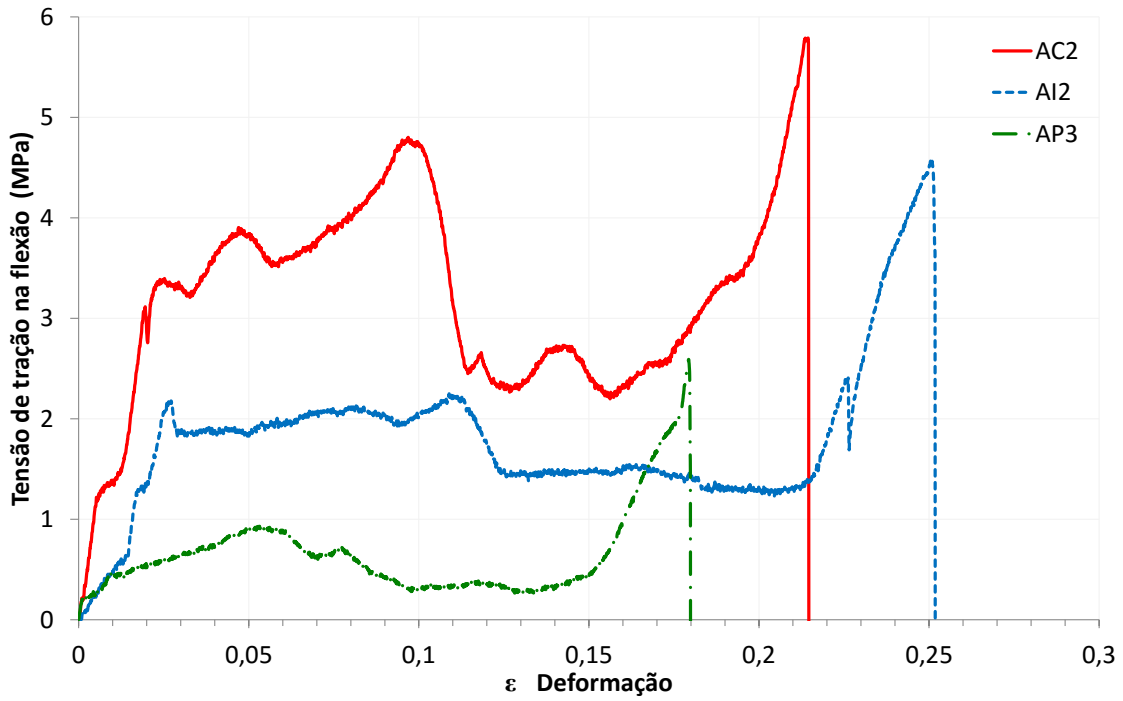


Figura 4.50 – Tensão de tração na flexão em função do deslocamento para as amostras AC2, AI2 e AP3.

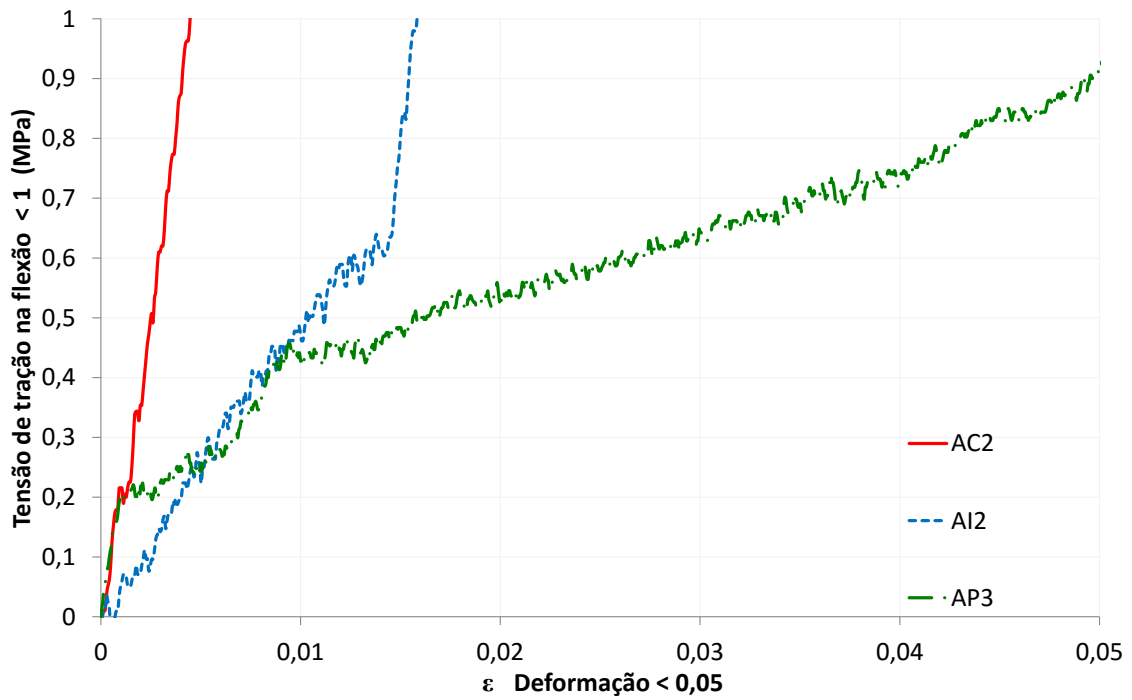


Figura 4.51 – Ampliação da parte inicial do gráfico da tensão de tração na flexão em função do deslocamento das amostras AC2, AI2 e AP3.

Para fins comparativos, a Tabela 4.16 expõe os valores de resistência máxima à tração na flexão de diversos materiais, junto aos valores representativos, máximo e mínimo, do Vikaflex[®]:

Tabela 4.16 – Resistência à tração na flexão para diversos materiais tabelados, e incluindo os valores obtidos experimentalmente para o Vikaflex[®] (CALLISTER, 1991, CHAVES, *et al.*, 2009, ABNT NBR 11752: 2007, CAMBRIDGE, 2003, CONSTRUPOR, 2015, ELEOTÉRIO, J.R., 2000, IPT, 2003, CATOIA, 2012, CRAMER, FRIDAY, *et al.*, 2003, BARBOSA, 2004, REMADE, 2015)

Material	Resistência à tração na flexão (MPa)	
	mínimo	máximo
1. Vikaflex [®]	2,51	6,27
2. Tijolo cerâmico	7	14
3. Bloco de concreto	0,57	2,21
4. Concreto, típico	2	6
5. Concreto leve com pérolas de Isopor [®] (EPS)	0,43	2,74
6. Concreto celular	-	-
7. Gesso acartonado	2,25	3,79
8. Painéis de concreto reforçado com fibras	9	14
9. Painel Wall	-	-
10. Chapas de madeira compensada	14	27
11. <i>Medium-Density Fiberboard</i> (MDF)	0,66	1,13
12. Madeira, típico (longitudinal)	60	100
13. Madeira, típico (transversal)	4	9
14. Vidro alcalino	7	14
15. Policarbonato	60	72,4
16. Poliestireno expandido (EPS) – Isopor [®]	0,05	3,40
17. Poliuretano rígido (PU)	25	51
18. <i>Polyvinyl chloride</i> (PVC)	40,7	65,1

É possível observar que os valores de resistência à tração do Vikaflex são comparáveis aos do concreto típico e da madeira, no sentido transversal, superando por larga margem, o Isopor[®], o MDF, o concreto leve e o concreto celular (para o qual não foram encontrados valores tabelados para tração), encontrando-se, ainda, acima dos valores apresentados para o gesso acartonado.

Tenacidade

Para determinação da tenacidade foram utilizadas as curvas de tensão de tração na flexão dos corpos de prova considerados mais representativos dos ensaios de flexão, que podem ser vistas na Figura 4.48. Neste gráfico também pode ser observado que o ponto de ruptura é seguido por uma imediata e abrupta redução de resistência, típica dos materiais frágeis. O gráfico, com as curvas das amostras AC2, AI2 e AP3 e com a indicação das áreas sob as curvas que caracterizam os valores de tenacidade, pode ser visto na Figura 4.52, sendo que os valores de tenacidade estão expressos em J/mm^2 . A partir deste gráfico é possível observar que a tenacidade do material apresenta valores reduzidos e que existe uma apreciável variação nos valores de tenacidade à tração na flexão. Estas variações, bem como as variações estruturais, possivelmente devem-se à irregularidade de sua produção laboratorial.

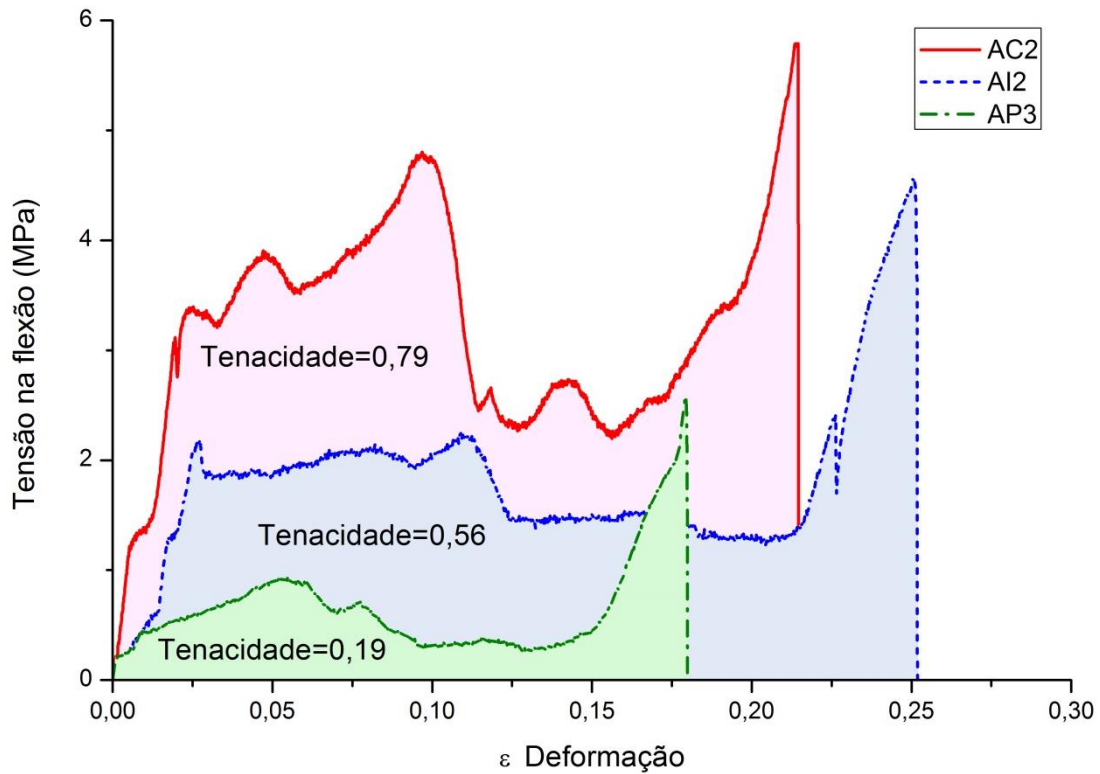


Figura 4.52 – Curvas de tensão na flexão em função da deformação com as respectivas áreas indicativas da tenacidade dos corpos de prova AC2, AI2 e AP3. Os valores de tenacidade estão expressos em J/mm^2 .

4.4.3 - ANÁLISE DÍNAMO-MECÂNICA

Foram efetuados dois ensaios de análise dínamo-mecânica (DMA) com a mesma amostra.

Ensaio 1

O primeiro ensaio foi executado como forma de avaliação do material à temperatura ambiente e em aquecimento dínamico desde temperaturas sub ambientes até $200^{\circ} C$. Este ensaio foi dividido em doze segmentos e contou com forças estática e dínamica de intensidade e frequência diversas, sendo que a temperatura foi inicialmente mantida em $25^{\circ} C$, depois foi reduzida até $100^{\circ} C$ negativos e, então, foi elevada até $200^{\circ} C$ positivos, com razão de aquecimento de $5^{\circ} C.min^{-1}$, como pode ser visto na Figura 4.53.

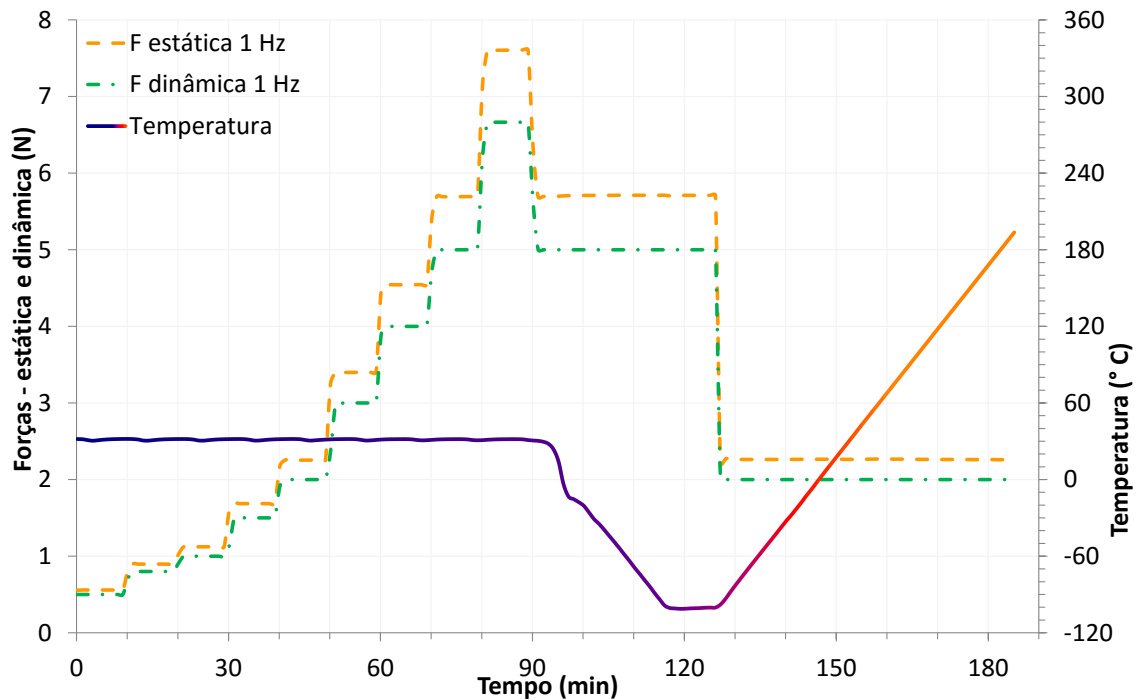


Figura 4.53 – Ensaio DMA 1 – Curvas das forças estática e dinâmica aplicadas e da temperatura, em função do tempo.

A força total aplicada é composta pelas forças estática e dinâmica, e sua ação provocou o deslocamento de punção. O deslocamento do ponto de aplicação da força é medido ao longo do ensaio, proporcionando os valores de deformação do corpo de prova.

Os nove primeiros segmentos do ensaio ocorreram à temperatura ambiente e duraram dez minutos cada, durante os quais os esforços aplicados aumentaram escalonadamente. Ao longo desta fase isotérmica do ensaio é possível observar comparativamente o comportamento do módulo de armazenamento e do módulo de perda do material frente à força aplicada nas diversas frequências. Por este motivo, nas Figuras 4.54 a 4.57, os valores dos módulos de armazenamento e de perda foram plotados pela média de cada segmento.

Os esforços aplicados de forma cíclica e crescente nos nove primeiros segmentos provocaram proporcional variação dos valores de módulo de armazenamento, sem chegar a causar a ruptura da peça. Quanto mais elevada a intensidade da força aplicada, maiores foram os valores de módulo de armazenamento percebidos, o que é uma característica dos materiais elásticos, os quais possuem a capacidade de acumulação de energia.

Nas Figuras 4.54 e 4.55 é possível verificar que o módulo de armazenamento não apresentou variação significativa em função da frequência com que a força foi aplicada. As curvas de módulo de armazenamento são semelhantes para todas as frequências, seja em função da força, seja em função do deslocamento; portanto depreende-se que este material não sofre variações em seu desempenho elástico frente às frequências aqui utilizadas para a aplicação de esforços.

Sabendo-se que a frequência não interfere no módulo de armazenamento, foi determinada a linha de tendência, bem como a função que rege sua respectiva curva, para a frequência de 1 Hz nos gráficos de módulo de armazenamento *versus* força total e *versus* deformação. Através das respectivas linhas de tendência, foram obtidas funções lineares como representativas de ambas as curvas de módulo de armazenamento, ambas com bom fator de correlação, frisando as características elásticas do material.

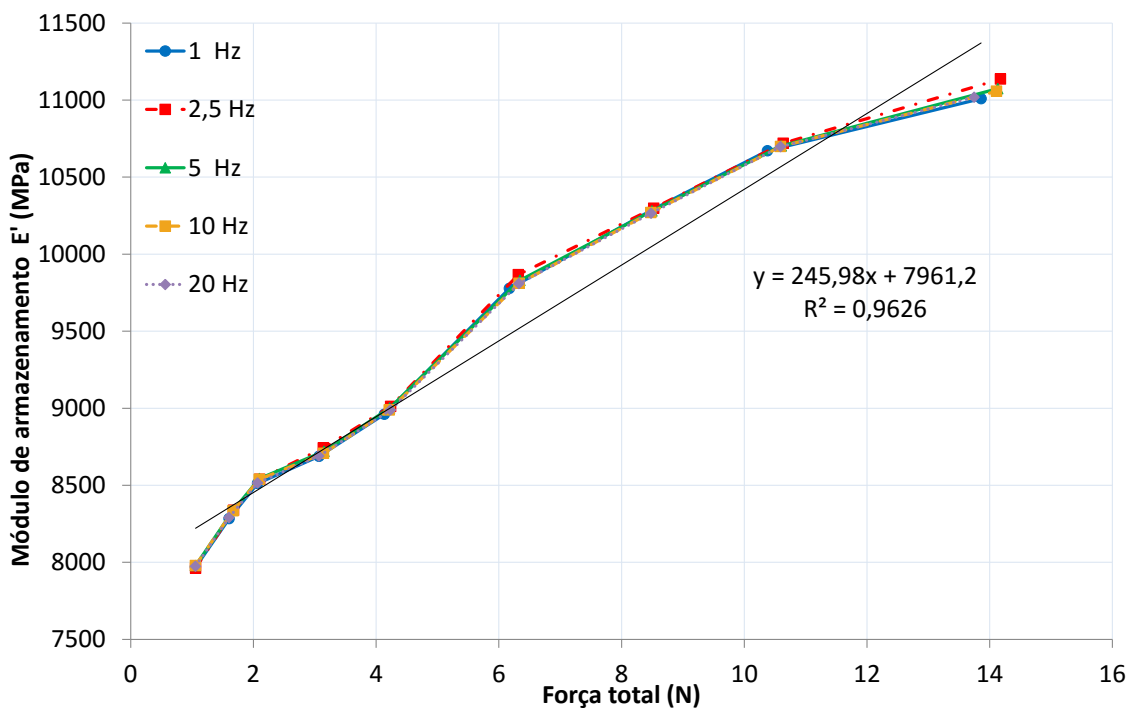


Figura 4.54 – Ensaio DMA 1 – Média, por segmento, do módulo de armazenamento e da força total aplicada, para as frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).

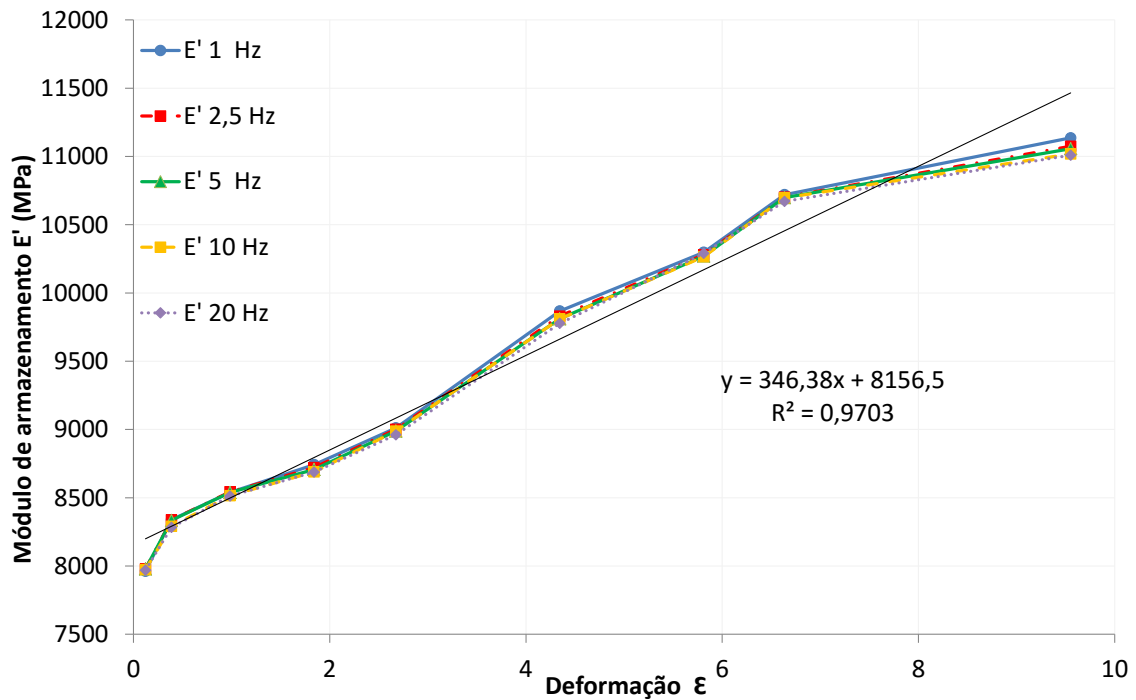


Figura 4.55 – Ensaio DMA 1 - Média, por segmento, do módulo de armazenamento e da deformação, para as frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).

O módulo de perda E'' caracteriza um material quanto à sua capacidade de absorver parte da energia aplicada pela força atuante, para realizar trabalho na formação de deformações permanentes. Como pode ser visto na Figura 4.56, diferentemente do módulo de armazenamento, o módulo de perda E'' apresentou alguma variação de comportamento em função da frequência com que foi aplicada a força. As frequências de 1 Hz e de 10 Hz geraram as curvas formadas pelos menores valores (1 Hz) e pelos maiores (10 Hz) de E''.

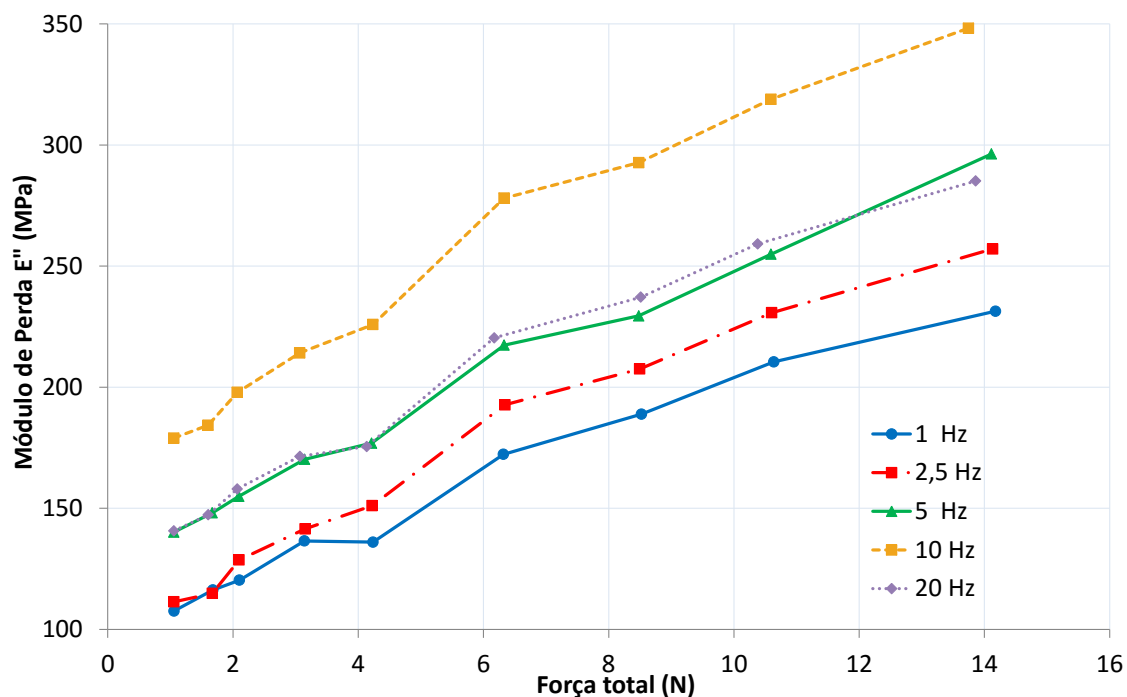


Figura 4.56 – Ensaio DMA 1 - Médias do módulo de perda, por segmento, em função da força total aplicada, nas frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).

Como pode ser visto na Figura 4.57, as curvas de módulo de perda *versus* deformação também apresentaram variações de valores em função da frequência de aplicação dos esforços. Por este motivo o gráfico de módulo de perda *versus* tempo mostra as curvas com os dados extremos, mínimos e máximos, que correspondem às frequências de 1 e de 10 Hz. Estas curvas são apresentadas na Figura 4.58, juntamente com a curva do módulo de armazenamento E' (1 Hz) e com a curva da $\tan \delta$ (1 Hz), todas em função do tempo decorrido de ensaio e referentes à faixa das medidas obtidas à temperatura ambiente, ou seja, durante os nove primeiros segmentos do ensaio.

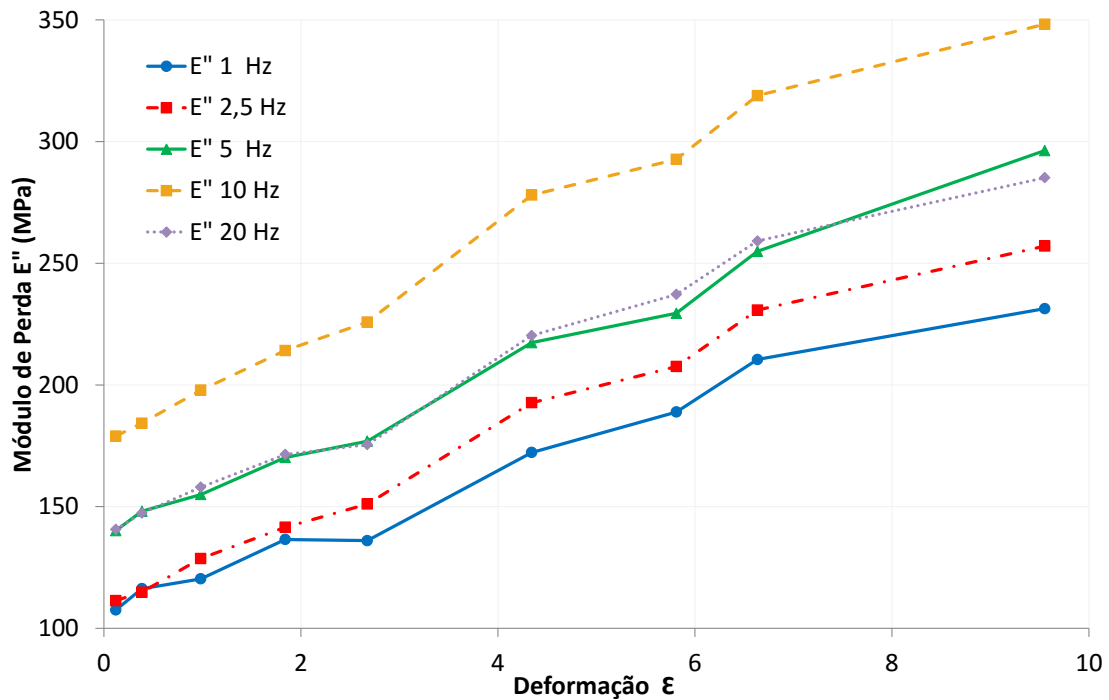


Figura 4.57 – Ensaio DMA 1 - Médias do módulo de perda, por segmento, em função da deformação, nas frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, à temperatura ambiente (9 primeiros segmentos do ensaio).

As frequências de 1 e 10 Hz representam os extremos mínimo e máximo do módulo de perda, entretanto, quando as curvas são colocadas em situação comparativa ao módulo de armazenamento, pode ser observado que se trata de uma variação de pequena monta. Em todas estas frequências encontramos curvas com valores crescentes de módulo de perda o que significa maior dissipação de energia por deformação permanente da peça, nesse intervalo de frequências. Quando a frequência é aumentada de 10 para 20 Hz, observa-se uma pequena diminuição do módulo de perda para uma mesma força aplicada, o que indica que, em razão desse aumento de frequência, que reduz pela metade o tempo de atuação da força, a mesma intensidade de força aplicada passa a provocar menores deformações permanentes no Vikaflex®.

Entretanto, assim como no caso da $\tan \delta$, tratam-se de deformações de valores reduzidos. Estes reduzidos valores de módulo de perda E'' e de $\tan \delta$ confirmam as características mais intensamente elásticas do que viscosas do material.

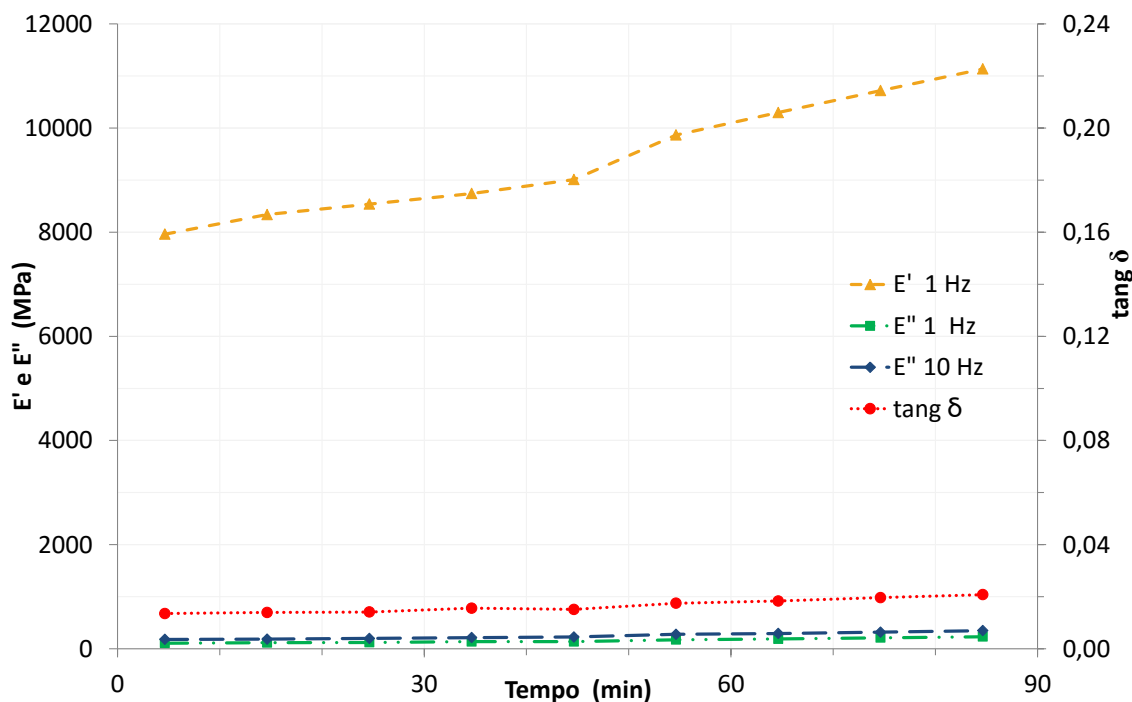


Figura 4.58 – Ensaio DMA 1 - Curvas de módulo armazenamento E' (1 Hz) e de módulo de Perda E'' (1 e 10 Hz) em função do tempo, acompanhadas pela curva da $\text{tang } \delta$ em função do tempo, a partir das médias de cada um dos 9 segmentos iniciais à temperatura ambiente.

A Figura 4.59 mostra que a tensão de tração na flexão apresentou valores crescentes para a faixa da isoterma. O valor máximo de tensão de tração na flexão foi encontrado na frequência de 1 Hz, e corresponde ao valor de 6,19 MPa, com uma deformação de 9,55%. No ensaio de flexão em três pontos, ou ensaio estático (aplicação de força constante), com intensidade crescente (item 4.4.2), a tensão de ruptura por tração na flexão, foi de 6,27 MPa, sendo que a respectiva deformação máxima foi de 0,174%. Portanto é visível que a aplicação de uma força constante e crescente provoca a ruptura em valores de tensão bem próximos àqueles que, se aplicados em baixas frequências, não provocam danos visualmente perceptíveis, tampouco a ruptura completa, mesmo porque o ensaio com aplicação de força constante assemelha-se ao ensaio com aplicação de força cíclica em frequência de 1 Hz. Além disto, pode-se observar que a amostra sofreu deformações mais intensas, mas sem atingir a ruptura, sob a ação de forças aplicadas de forma cíclica, ao contrário do que ocorreu sob a ação de forças aplicadas de forma constante e crescente.

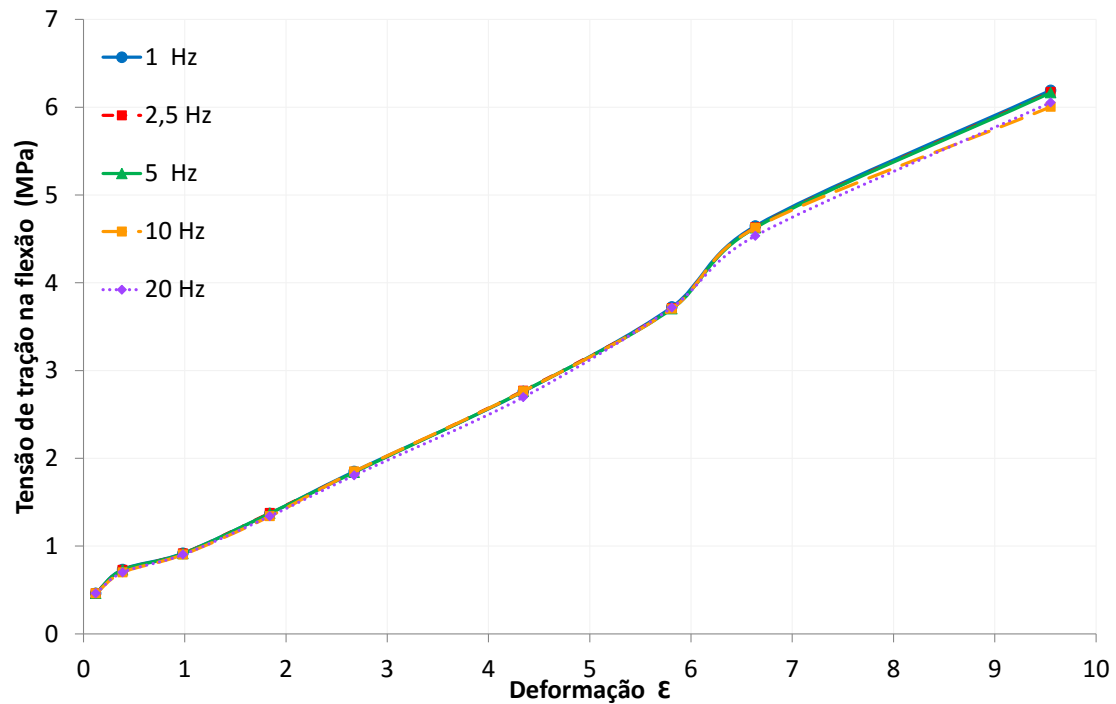


Figura 4.59 – Ensaio DMA 1 - Tensão de tração na flexão em função da deformação nas frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, a partir das médias de cada um dos 9 segmentos iniciais à temperatura ambiente.

Na fase final do ensaio, entre 135 e 185 minutos, a temperatura aumentou gradualmente a 10° C/min enquanto a força total aplicada foi mantida estável. É possível observar na Figura 4.60 que, mesmo sob a ação de forças de intensidade constante, ocorre um deslocamento, embora que de reduzidas proporções.

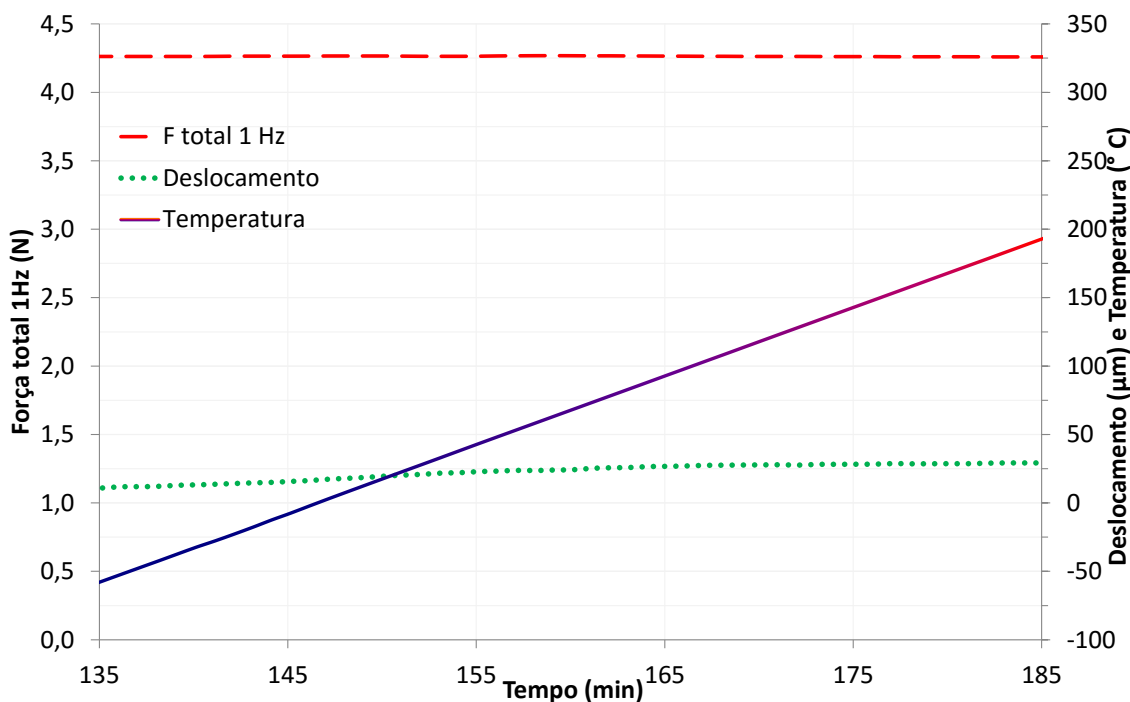


Figura 4.60 – Ensaio DMA 1 - Curvas da força total sob a frequência de 1 Hz e do deslocamento em função do tempo, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo na faixa entre 135 e 185 minutos de ensaio.

Ensaio 2

O segundo ensaio foi composto por dois segmentos. Como pode ser observado na Figura 4.61, o segmento inicial foi programado com a duração de cinquenta minutos em isoterma à temperatura ambiente, enquanto o segundo segmento foi programado com a duração de setenta minutos em aquecimento dinâmico, à taxa de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, até atingir a temperatura de 400°C . A aplicação da força estática permaneceu estável a 7,6 N, enquanto a força dinâmica média manteve seu valor em 6,5 N.

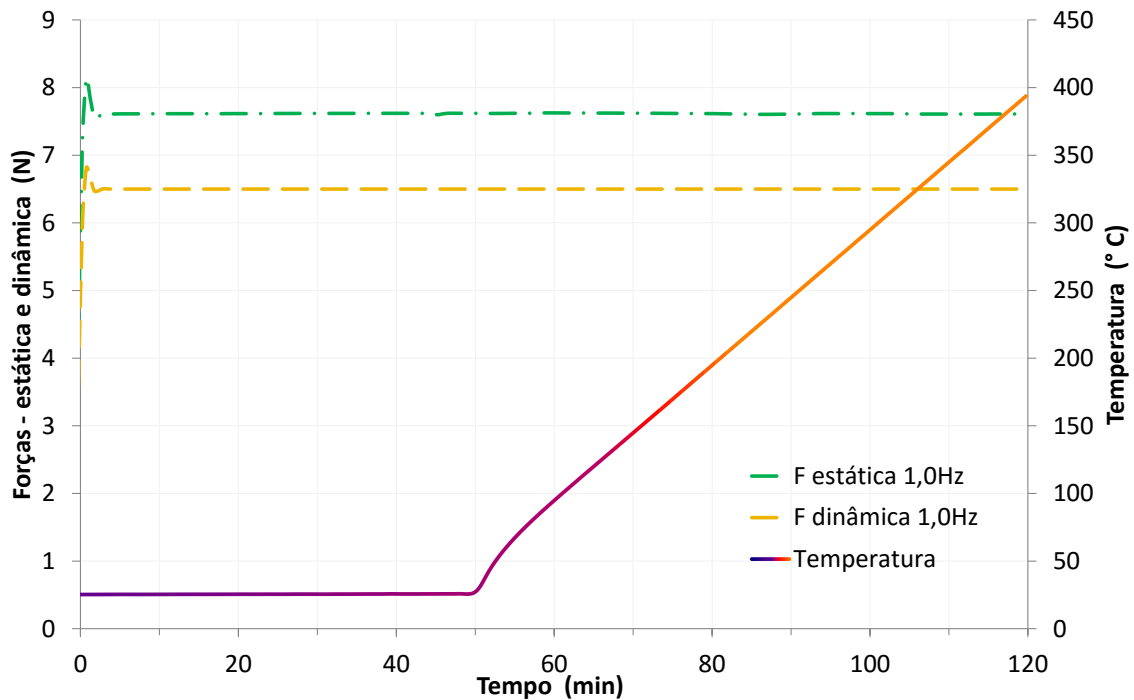


Figura 4.61 – Ensaio DMA 2 – Condições gerais de ensaio: Curvas de força estática e de força dinâmica média em função do tempo, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo, na frequência de 1 Hz.

Através das curvas geradas por estes dois segmentos pode ser observado o comportamento do material tanto à temperatura ambiente quanto quando submetido a variações de temperatura, sempre sob a ação de forças estáticas e dinâmicas médias de intensidade constante.

As curvas de módulo de armazenamento mostraram comportamento e valores similares em todas as frequências ensaiadas, como pode ser visto na Figura 4.62. As curvas apresentaram valores crescentes, embora irregulares, durante a isoterma. Com o aumento da temperatura, as curvas mostraram alterações tanto decrescentes como crescentes até 105° C, quando se inicia uma faixa mais estável.

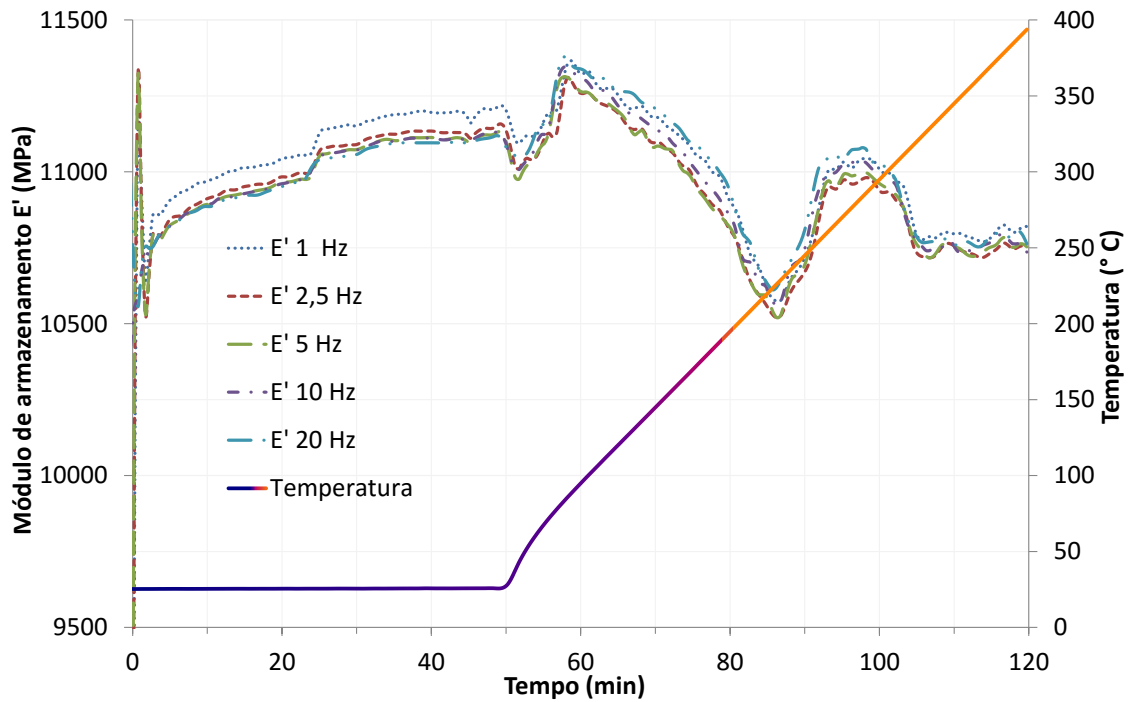


Figura 4.62 – Ensaio DMA 2 – Curvas de módulo de armazenamento em função do tempo nas frequências de 1, 2,5; 5; 10 e 20 Hz, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo.

A Figura 4.63 permite observar que as curvas de módulo de perda apresentaram irregularidades durante a isoterma, bem como durante a fase de temperatura crescente. Durante a isoterma foram verificados valores oscilantes, porém com tendência média decrescente. O incremento de temperatura causou um imediato aumento do módulo de perda, que em seguida volta a apresentar valores irregulares e decrescentes.

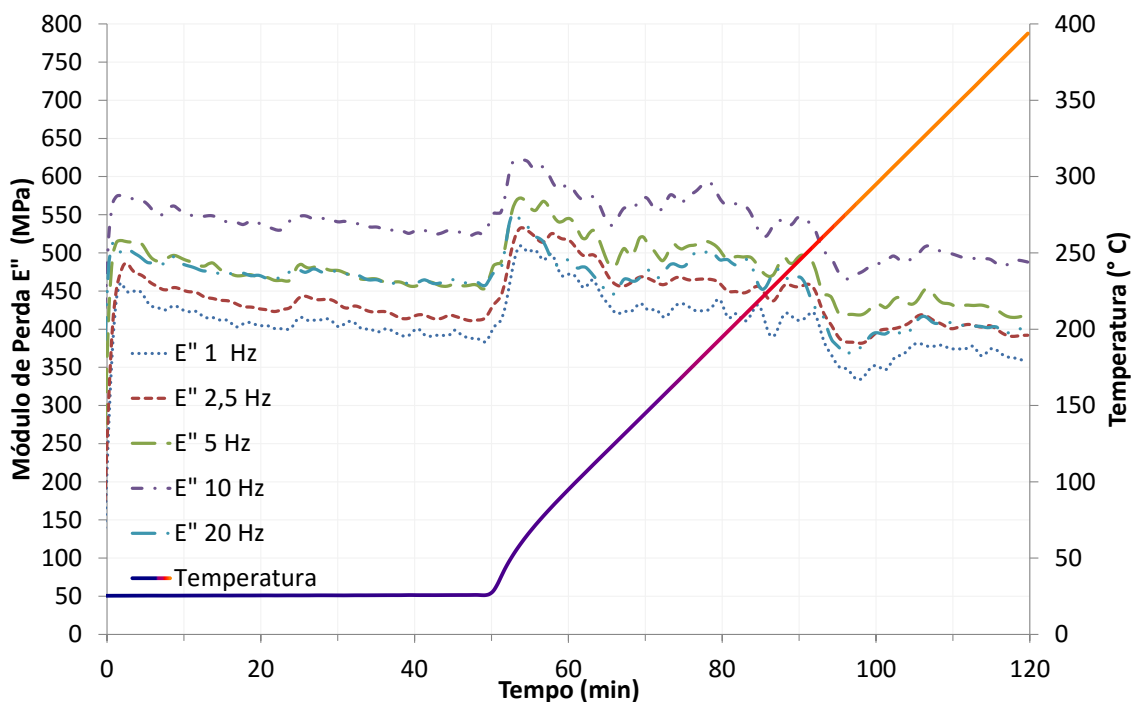


Figura 4.63 – Ensaio DMA 2 – Curvas de módulo de perda E'' em função do tempo nas frequências de 1; 2,5; 5; 10 e 20 Hz, acompanhadas pela curva da temperatura em função do tempo.

Assim como foi visto no ensaio 1, as curvas de módulo de perda E'' *versus* deformação apresentaram variações de valores em função da frequência de aplicação dos esforços. Por este motivo o gráfico de módulo de perda *versus* tempo deste ensaio mostra as curvas com os dados extremos, mínimos e máximos, que correspondem às frequências de 1 e de 10 Hz. Estas curvas são apresentadas na Figura 4.64, juntamente com a curva do módulo de elasticidade E' (1 Hz) e a da curva da $\tan \delta$ (1 Hz), todas em função do tempo, e abrangendo o período completo do ensaio.

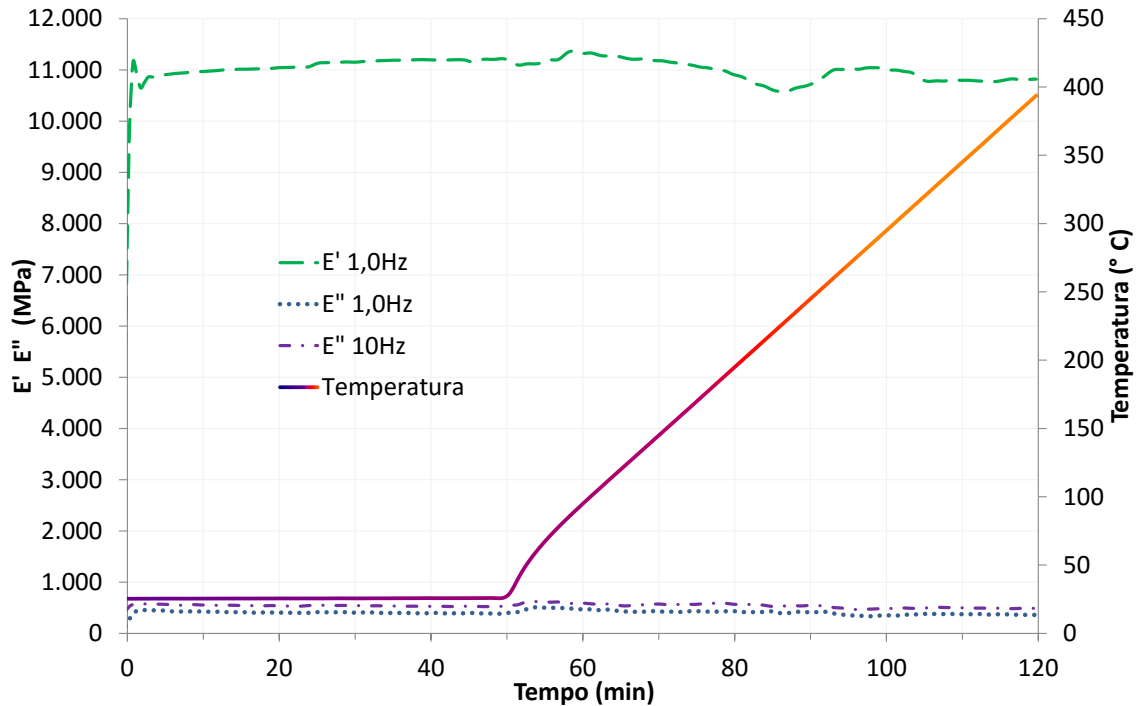


Figura 4.64 – Ensaio DMA 2 - Módulo de armazenamento E' (1 Hz) e módulo de perda E'' (1 e 10 Hz) em função do tempo, acompanhados pela curva da temperatura em função do tempo.

Assim como ocorreu no ensaio 1, quando as curvas de módulo de armazenamento e de módulo de perda foram colocadas em situação comparativa na Figura 4.58, pode ser observado que a variação de módulo de perda em razão da variação de frequência é, de fato, de pequena monta.

Em todas as frequências encontramos curvas com reduzidas variações nos valores de módulo de armazenamento e de perda. Na Figura 4.64 pode ser observado que o módulo de armazenamento tem valores crescentes até a temperatura de 90°C (55 minutos), depois se inicia uma redução irregular de seus valores. O módulo de perda apresenta uma elevação de valor no início do ensaio, em seguida assumindo valores decrescentes durante todo o segmento à temperatura ambiente. No início da elevação de temperatura ele tem uma súbita elevação, para, em seguida, voltar à irregular redução de valores.

Na Figura 4.65, a curva que apresenta o deslocamento em função do tempo apresenta um intenso deslocamento inicial; por outro lado, mostra um reduzido deslocamento de punção ao longo do primeiro segmento do ensaio, em isoterma e sob carga constante. Com o aumento da temperatura o deslocamento adquire valores crescentes, até serem atingidos os 200°C , aos 80 minutos de ensaio, quando se inicia a redução do

deslocamento do punção, possivelmente em razão do início da dilatação do material. Esta dilatação não pode ser detectada por microscopia de aquecimento, já que a mensuração por MA só foi iniciada a partir dos 400° C, em decorrência da utilização de um termopar de alta temperatura, adequado ao uso somente após esta temperatura.

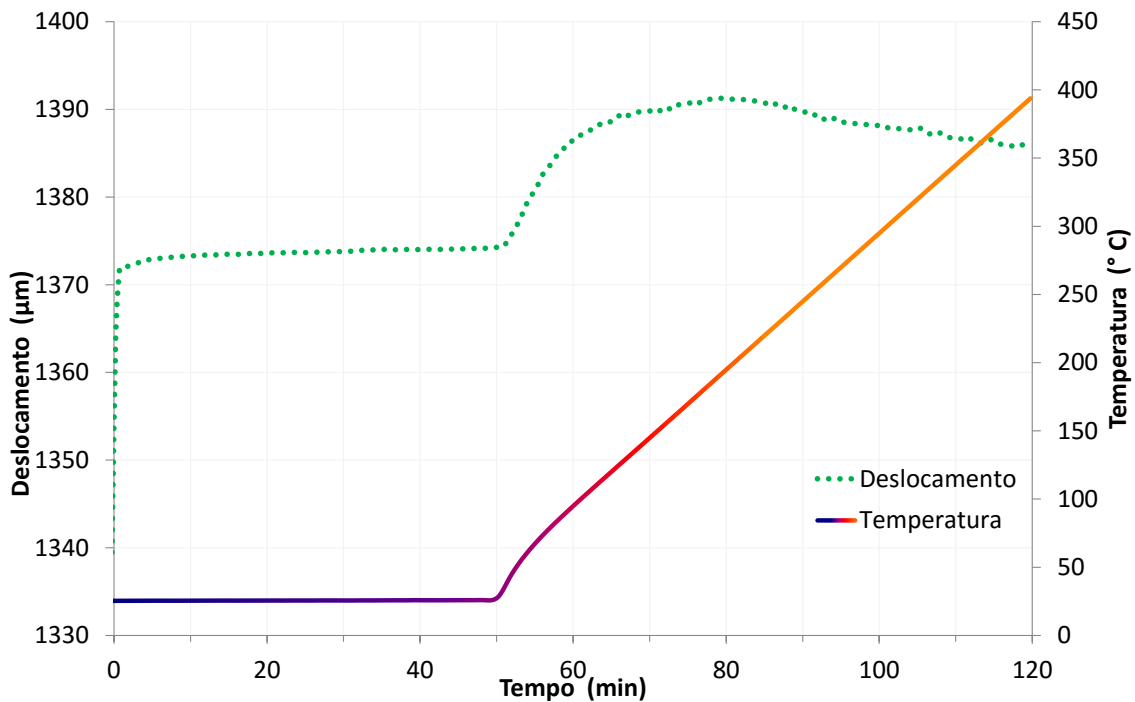


Figura 4.65 – Ensaio DMA 2 - Deslocamento e temperatura em função do tempo.

O deslocamento assumiu valores mais elevados no segundo ensaio, possivelmente em decorrência de danos ocorridos no primeiro ensaio, já que ambos foram efetuados com um mesmo corpo de prova.

As Figuras 4.66 e 4.67 mostram a evolução das curvas de deslocamento, de módulo de armazenamento e de módulo de perda, e da temperatura, todas em função do tempo.

A Figura 4.66 indica que, no instante em que a força é aplicada, no início da etapa isotérmica a 25° C, o deslocamento apresenta um aumento intenso e imediato, o que indica o comportamento característico de um corpo majoritariamente elástico. A seguir observa-se uma reduzida deformação plástica em função do tempo, decorrente da baixa característica viscosa do material. Note-se que nessa etapa, devido às ações das forças oscilantes aplicadas, geradoras destas deformações plásticas, o valor do módulo de

armazenamento foi aumentando, indicando que houve aumento da rigidez do material, promovendo a formação de uma estrutura de maior resistência mecânica.

Na etapa de aquecimento dinâmico, à medida que a temperatura aumenta até os 83° C, um acúmulo de deformações, isto é, de fissurações e acomodações, vai alterando a estrutura interna da peça, resultando num ligeiro aumento de E' e, portanto, da rigidez.

Dos 83 aos 226° C o deslocamento prossegue crescente, porém agora em taxa decrescente, promovendo contínuo decréscimo de rigidez do material.

Entre 226 e os 400° C ocorre contínua retração da estrutura, sob reduzida taxa de variação, apresentando alterações oscilantes no módulo de armazenamento que aparenta estabilizar-se a partir dos 324° C.

Este conjunto de fatos indica que as forças oscilantes aplicadas modificam a estrutura interna do Vikaflex, porém sem afetar substancialmente a sua rigidez.

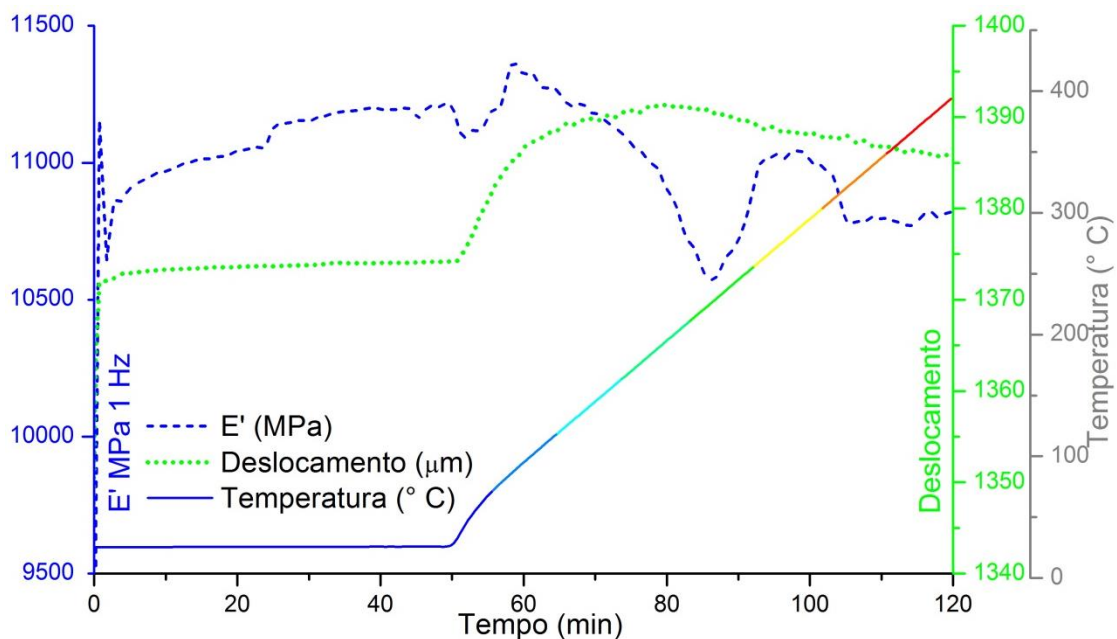


Figura 4.66 – Ensaio DMA 2 - Módulo de armazenamento (1 Hz), de deslocamento e temperatura em função do tempo.

Paralelamente, o gráfico da Figura 4.67 mostra um crescimento súbito inicial do módulo de perda, mas em valores bem inferiores aos correspondentes ao E' , mostrando que já ocorre deformação plástica, embora reduzida, como mostra a curva de deslocamento *versus* tempo. Esta curva prossegue com valores decrescentes até os 50 minutos de

ensaio, mostrando que a perda de energia aplicada vai-se reduzindo ao longo do tempo, até o momento em que se inicia o aquecimento dinâmico.

A elevação da temperatura coincide com a elevação súbita do módulo de perda e com uma elevação dos valores de deslocamento de forma gradual, com aumento da parcela de deformação permanente assim provocada. O pico crescente de E'' decorre das deformações plásticas a que a peça é submetida, e que causam dissipação de energia, e prossegue até os 55°C . A partir desta temperatura os valores de E'' decaem paralelamente à redução da taxa de crescimento do deslocamento, o que prossegue até os 394°C , com o encerramento do ensaio, confirmando que, embora a estrutura da peça sofra pequenas mudanças estruturais permanentes, estas não causam importantes alterações em sua rigidez.

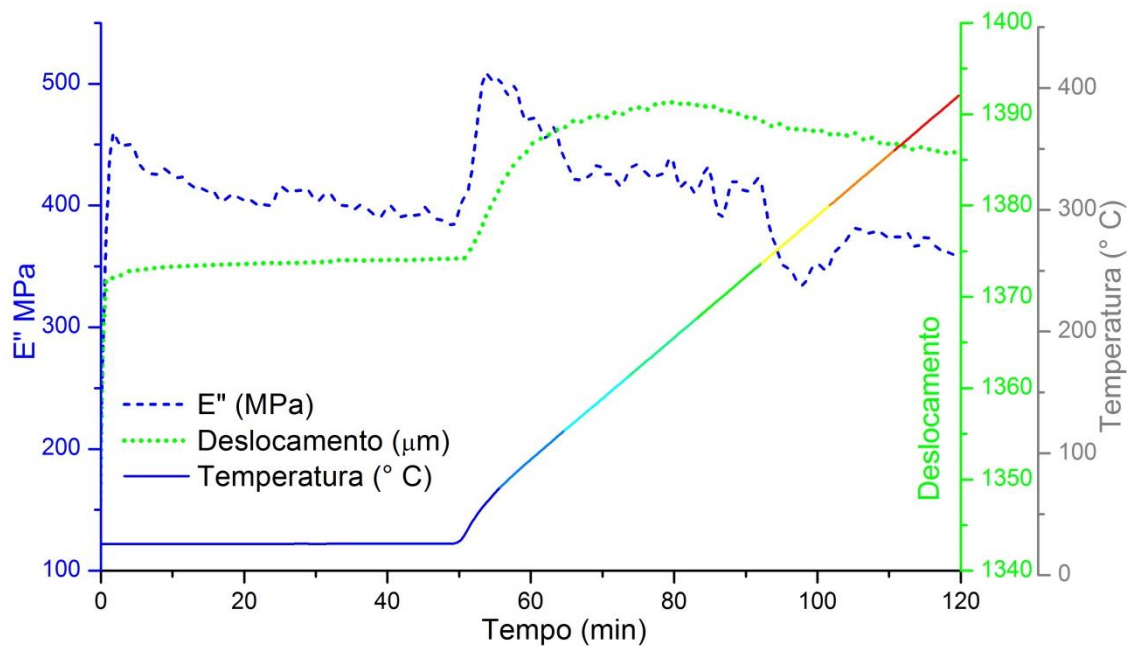


Figura 4.67 – Ensaio DMA 2 - Módulo de perda (1 Hz), de deslocamento e da temperatura em função do tempo.

5 – *CONSIDERAÇÕES FINAIS*

- O Vikaflex[®] é majoritariamente composto por quartzo, hematita, anortita e mulita, apresentando estrutura típica de uma espuma cerâmica com uma camada vítrea superficial praticamente impermeável.
- Trata-se de um material híbrido, pois apresenta componentes cristalinos imersos em uma massa vítrea.
- Possui alto índice de porosidade total, com elevado percentual de poros fechados, proporcionando flutuabilidade positiva de peças lixadas ou íntegras por tempo indefinido em águas à temperatura ambiente ou inferior.
- Peças com a camada superficial íntegra mantiveram a flutuabilidade positiva inclusive em águas a 100° C, um diferencial em termos de materiais de vedação. A flutuabilidade positiva do material permite sua utilização como componente de artefatos destinados ao ambiente aquático.
- O uso de microtomografia de raios-X complementada pela porosimetria de intrusão de mercúrio, mostrou-se essencial para a análise deste material que apresenta grande distribuição de tamanho de poros em diferentes escalas de tamanhos.
- O material apresentou densidade compatível com a de diversos materiais leves para construção civil estabelecidos no mercado, enquanto materiais tradicionais para vedação e estrutura possuem densidade bem mais elevada. Portanto seu uso proporciona redução de cargas estruturais, e, conseqüentemente, redução dos custos na sua aplicação em construções.
- Quando o material é sujeito a aquecimento, observam-se quatro estágios de variação dimensional: expansão térmica progressivamente decrescente até praticamente 900° C, quando se inicia retração por sinterização com fase líquida. Esta é interrompida aos 1050°C, por piroexpansão seguida de perda de estrutura e tamanho, quando da saída dos gases geradores até fusão completa.
- Portanto o material possui estabilidade térmica e comportamento isotrópico até 1050° C, o que propicia sua aplicação em espaços habitáveis, bem como em usos

que requeiram resistência a altas temperaturas, tornando-o mais indicado do que, por exemplo, gesso acartonado, que apresenta cerca de 30% de redução volumétrica àquela temperatura.

- A microscopia de aquecimento pode ser utilizada como técnica de análise dimensional, pela medida da área da seção transversal da amostra em função da temperatura permitindo, mesmo em condições anisotrópicas, a estimativa do coeficiente de expansão térmica em função da temperatura.
- As curvas de expansão térmica livre, obtidas por microscopia de aquecimento, apresentaram maiores variações e valores mais elevados que os das curvas obtidas por dilatômetro, pois neste último caso, mede-se a expansão sob carga.
- Até 400° C o calor específico do material mantém-se estável, quando começa a aumentar progressivamente, enquanto as peças preservam sua estabilidade estrutural até os 1050° C. Estas características tornam propício seu uso em situações que exijam resistência e isolamento térmico a altas temperaturas.
- Devido à sua elevada porosidade, o material apresenta condutividade térmica baixa, comparável à de polímeros isolantes como Isopor[®] e poliuretano rígido (PU), indicando seu uso para isolamento térmico, apresentando resistência à combustão e altas temperaturas.
- Quanto à rigidez, os valores do módulo de Young obtidos em compressão simples foram semelhantes aos tabelados para concreto, bloco de concreto e tijolo cerâmico (mínimo = 24,5 GPa, valor máximo = 36,7 GPa).
- Sua resistência à tração na flexão apresentou valores comparáveis aos do concreto, ultrapassando, em ambos os casos, a resistência da maioria dos materiais tradicionalmente utilizados para isolamento térmico, incluindo o gesso acartonado.
- A resistência mecânica apresentou valores inversamente proporcionais aos valores de porosidade, isto é, quanto maior a porosidade apresentada pela peça, menor a resistência mecânica do material.
- Esta espuma cerâmica aparenta sofrer fissuras com o aumento do esforço aplicado, sendo sua degradação completa parcialmente obstruída pelo desvio das

forças aplicadas a cada nova sequência de poros e de hastes divisoras de poros encontradas.

- Os ensaios de DMA mostraram que o material responde de forma semelhante a esforços aplicados de forma cíclica em diversas frequências abaixo de 20Hz e que tem característica predominantemente elástica.
- A aplicação de esforços em baixas frequências foi capaz de provocar pequenas deformações permanentes na estrutura do material, caracterizando-o como de baixa propriedade plástica, sem afetar substancialmente sua rigidez.
- O material apresentou uma deformação insignificante quando submetido a cargas cíclicas de intensidade constante, nas temperaturas entre -50° e 200° C, demonstrando uma estabilidade dimensional para uso em diversas condições climáticas.
- Por fim, as diversas observações realizadas a partir da caracterização detalhada do Vikaflex[®] por este trabalho permitem revisar as recomendações originalmente apresentadas por FONSECA (2013) sobre as aplicações potenciais dessa espuma cerâmicas (Tabela 4.17).

Tabela 4.17 – Aplicações consideradas adequadas às características do Vikaflex[®] a partir da caracterização do material por este trabalho

Uso	Formato
Isolamento termo acústico	Placas leves e incombustíveis para forros, placas acústicas, vedos, pisos, portas e esquadrias; revestimento para tubulações, fachadas, casas de festa/espetáculo, indústria, geladeiras, fornos, aeronaves, embarcações flutuantes e submersíveis, equipamentos aeroespaciais.
Barreiras de contenção	Boias incombustíveis para retenção de manchas de óleo superaquecidas ou em chamas. Estáveis até 1050° C, calor específico crescente a partir de 400° C.
Portas corta fogo	Peças com estabilidade térmica até 1050° C, calor específico crescente com aumento da temperatura após 400° C.
Cobertura, vedo e piso para abrigos em locais ou climas extremos	Placas leves e termoacústicas, incombustíveis e impermeáveis, imputrescíveis, de fácil transporte e montagem sobre estruturas pré-fabricadas.

Uso	Formato
Vedação - uso náutico	Placas incombustíveis e isolantes termo acústicas para anteparas e outros vedos.
Módulo de flutuabilidade	Robôs submarinos classe <i>ROV (remote, operated vehicle)</i>
Mobiliário para vasos de guerra	Peças e placas leves, impermeáveis e incombustíveis; recortáveis, coláveis e perfuráveis. Dispensam sua retirada em caso de treinamento ou ação efetiva.
Mobiliário naval e geral	Peças e placas leves, impermeáveis e incombustíveis; recortáveis, coláveis e perfuráveis, próprias para pintura ou revestimento.
Decks flutuantes	Placas e blocos leves, flutuantes e imputrescíveis – fácil transporte e estruturação.
Habitáculo para balões	Peças leves e incombustíveis, fácil transporte e estruturação.
Vedação e cobertura - arquitetura efêmera	Placas leves e impermeáveis reutilizáveis.
Escadas e rampas para arquitetura efêmera	Placas sobre estrutura leve.
Vedação leve tradicional	Placas ou blocos, sistema tradicional, Steel framing ou Wood framing.
Base para pisos compostos	Placas termo acústicas para colagem de revestimento fino de pisos diversos, reduzindo peso e custo dos mesmos.
Pisos flutuantes	Placas revestidas sobre estrutura leve, permitindo passagem de instalações secas ou molhadas sob o piso suspenso.
Laje seca	Placas sobre estrutura leve.
Cobertura	Lajes e telhas, planas ou curvas.
Estrutura de cobertura	Peças leves - fácil montagem para suporte de telhamento.
Beirais, platibandas, forros	Placas leves impermeáveis e imputrescíveis.
Vedação leve autoportante	Blocos para montagem de estruturas leves autoportantes.
Rodapés, alisares, aduelas, portas e portais	Peças leves e resistentes próprias para pintura ou revestimento.
Pisos antiderrapantes	Áreas externas e/ou molhadas, quadras, escadas e rampas.
Pisos intertravados leves	Peças encaixáveis revestidas para pisos leves para áreas extensas e/ou externas.

6 – SUGESTÕES PARA FUTUROS ESTUDOS

- *Identificação do gás retido nos poros.*
- *Verificação de eventual interferência em bússolas e equipamentos eletrônicos.*
- *Aferição de condutividade acústica.*
- *Aferição de resistência à abrasão.*
- *Relação entre porosidade e resistência mecânica.*

7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT NBR 11752: 2007, “Materiais celulares de poliestireno para isolamento térmico na construção civil e refrigeração industrial”, **Associação Brasileira de Normas Técnicas**, Br.
- ABNT NBR 15270 1: 2005, “Componentes cerâmicos Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação – Terminologia e requisitos”, **Associação Brasileira de Normas Técnicas**, Br.
- ABNT NBR 15270 2: 2005, “Componentes cerâmicos Parte 2: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural – Terminologia e requisitos”, **Associação Brasileira de Normas Técnicas**, Br.
- ABNT NBR 15270 3: 2005. “Componentes cerâmicos Parte 3: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural e de vedação – Métodos de ensaio”, **Associação Brasileira de Normas Técnicas**, Br.
- AMORÓS, J.L., 2001a, “Vidrados para Pavimentos e Revestimentos Cerâmicos: Evolução e Perspectivas. Parte I”, **Cerâmica Industrial**, v. 06, n. 4, pp. 41-50.
- AMORÓS, J.L., 2001b, “Vidrados para Pavimentos e Revestimentos Cerâmicos: Evolução e Perspectivas. Parte II”, **Cerâmica Industrial**, v. 06, n. 6, pp. 18-27.
- AMORÓS, J.L., NEGRE, F., BELDA, A., *et al.*, , 1996, “Acordo Esmalte-Suporte (I) A Falta de Acordo como Causa de Empenamento”, **Cerâmica Industrial**, v. 01, pp. 6-13.
- ARANCIBIA, J.R.H., ALFONSO, P., GARCÍA-VALLES, M., *et al.*, 2013, “Obtención de vidrio a partir de residuos de la minería del estaño en Bolivia”, **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio**, v. 52, n. 3, pp.143-150.
- ASHBY, M.F., 1983, “The Mechanical Properties of Cellular Solids”, **Metallurgical Transactions**, v. 14A, pp. 1.755-1.769.
- ASTM INTERNATIONAL, 2005 , “Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry”.
- AUMOND, J.J., SCHEIBE, L.F., 1996, “O fonolito de Lajes – SC, um novo fundente cerâmico brasileiro”, **Cerâmica Industrial**, v.1, n. 2, pp. 17-21.

- BAGATINI, M.C., GHIGGI, M.L.F., OSÓRIO, E., *et al.*, 2007, “Estudo da fusibilidade das cinzas de carvões em função da composição química e mineralógica”, **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v.3, n. 4, pp. 52-58.
- BARBOSA, C.S., 2004, **Resistência e deformabilidade de blocos vazados de concreto e suas correlações com as propriedades mecânicas do material constituinte**. Dissertação de MSc, USP SC, São Carlos.
- BERNARDIN, A.M., SILVA, M.J., CARVALHO, E.F.U., *et al.*, 2007, “Cerâmicas Celulares Obtidas a partir de Resíduos de Polimento”, **Cerâmica Industrial**, v. 12, jan/abr, pp. 31-35.
- BEVERIDGE, P., DOMÉNECH, I., PASCUAL, E., 2004, **O Vidro**, 1 ed, Lisboa, Editorial Estampa Lda.
- BOUCHONNEAU, N., CARVALHO, R.A., MACÊDO, A.R.L., *et al.*, 2010, “Análise da Absorção de Água em Dois Polímeros Expandidos: Desenvolvimento do Módulo de Flutuabilidade de um Mini-robô Submarino”, **Polímeros**, v. 20, n. 3, pp. 181-187.
- BRASIL, MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA, 1987, **O desafio dos novos materiais. Programa brasileiro**, Coleção Brasil Ciência, Brasília, DF, Brasil.
- BRUGUERA, J., 1986, **Manual Prático de Cerâmica**, Barcelona, Ediciones Omega SA.
- CALLISTER, W.D.Jr., 1991, **Materials Science and Engineering – An Introduction**, New York, John Wiley & Sons, Inc.
- CAMBRIDGE UNIVERSITY ENGINEERING DEPARTMENT, 2003, **Materials data book**, Cambridge University, UK.
- CANOTILHO, M.H.P.C., 2003, **Processos de Cozedura em Cerâmica**, Bragança, Ed. Instituto Politécnico de Bragança.
- CASTRO, F.R., 2013, **Avaliação do comportamento mecânico e tenacidade a fratura do aço sae/aisi 4140 submetido a tratamento térmico criogênico**. Dissertação de MSc, UENF, Campo dos Goytacazes, Br.
- CATOIA, T., 2012, **Concreto Ultraleve estrutural com pérolas de EPS: caracterização do material e estudo de sua aplicação em lajes**. Tese de DSc, USP EESC, São Carlos, Br.

- CHAVES, L.O.R.C., CUNHA, J., 2009, “Simulação numérica de painéis pré-fabricados em materiais compostos utilizados como elementos de vedação em edificações”, **Horizonte Científico**, v. 3, pp. 1-26.
- CIDRAES, A., 1987, “Opção pela Cerâmica”. In GABBAI, M.B.B., **Cerâmica: Arte da Terra**, 1 ed., São Paulo, Br, Editora Callis.
- COLAK, M., OZKAN, I., 2011, “Sintering properties of the Bornova shale (Turkey) and its application in the production of red fired ceramics”, **Industrial Ceramics**, v. 31, n. 3, pp. 209 – 215.
- CONSTRUPOR, 2015. Disponível em: < <http://construpor.com.br/> > - Acessado em 07 set. 2015, 15:26:10.
- CORDEIRO,G.C., TOLEDO FILHO, R.D., TAVARES, *et al.*, 2011, “Influence of particle size and specific surface area on the pozzolanic activity of residual rice husk ash”, **Cement & Concrete Composites**, v. 33: pp. 529–534.
- CRAMER, S.M., FRIDAY, O.M., WHITE, R.H., *et al.*, 2003, “Mechanical properties of gypsum board at elevated temperatures”, **Fire and Materials**, pp. 33-43.
- DAGOSTIM, B.R., 2008, “Fabricação de pavimentos cerâmicos e cerâmica celular a partir da reutilização de resíduos sólidos - Adequação laboratorial e industrial”, **Cerâmica Industrial**, v. 13 (6), pp. 25-27.
- DITMARS, D. A., *et al.*, 1982, **J. Reserch of the Natural Bureau of Standarts**, v. 87, n. 2, pp. 159-163.
- DONADEL, K, GOMES, J.M., RAMBO, C.R., *et al.*, 2008, “Processamento e caracterização de espumas cerâmicas de microfibras naturais de sílica amorfa obtidas pelo método de réplica”, **Exacta**, v. 6, pp. 41-47.
- DWECK, J., 2014, **Queima e Sinterização de Materiais Cerâmicos**, publicação interna do Curso de Tecnologia Inorgânica Avançada, Pós Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, EQ/UFRJ
- DWECK, J., 2015, **DMA- Análise Dínamo-Mecânica**. Publicação interna do Curso de Análises Térmicas de Materiais e Processos, Curso de Pós-graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, EQ, UFRJ.
- DWECK, J., ALMEIDA, G.W., 1996, “Moldes de Gesso - Método para Estimativa da Espessura da Parede Cerâmica Formada Durante a Colagem de Barbotinas”, **Cerâmica**, Associação Brasileira de Cerâmica, v. 42, n. 278, pp. 799-802.

- DWECK, J., MORAIS, L.C., FONSECA, M.V.A., et al., 2009, “Calcined sludge Sintering Evaluation by Heating Microscopy Thermal Analysis”, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 95, n. 3, pp. 985-989.
- ELEOTÉRIO, J.R., 2000, **Propriedades físicas e mecânicas de painéis de MDF de diferentes densidades e teores de resina**. Dissertação de MSc, USP, Piracicaba, Br.
- ETERNIT, CATÁLOGO TÉCNICO, 2014, “Painel Wall”, **Eternit**, 2014.
- EXPERT SOLUTIONS Advanced Thermal Analyses, Deformation temperature, < <http://www.expertsolutions.com/search-and-documentation/glossary/d/deformation-temperature/> > Accessed 12 abr 2015.
- EXPERT SOLUTIONS Advanced Thermal Analyses, Softening temperature, < <http://www.expertsolutions.com/search-and-documentation/glossary/s/softening-temperature/> > Accessed 15 dec 2014.
- EXPERT SOLUTIONS Advanced Thermal Analyses, Sphere temperature, < <http://www.expertsolutions.com/search-and-documentation/glossary/h/hemisphere-temperature/> > Accessed 15 dec 2014.
- EXPERT SOLUTIONS Advanced Thermal Analyses, Hemisphere temperature, < <http://www.expertsolutions.com/search-and-documentation/glossary/h/hemisphere-temperature/> > Accessed 15 dec 2014.
- EXPERT SOLUTIONS Advanced Thermal Analyses, Flow (Melting) temperature, < <http://www.expertsolutions.com/search-and-documentation/glossary/f/flattening-melting-behaviour/> > Accessed 15 dec 2014.
- FALK, G.S., 2013, **Impregnação de TiO₂ em esponja cerâmica para aplicações fotocatalíticas**. Dissertação de MSc, UNISC, RG, Br.
- FENG, Z., XUE, X., LI, Y., et al., 2008, “Preparation of foam glass-ceramic from oil shale residue”, **Guocheng Gongcheng Xuebao**, v. 8, n. 2, pp. 378–383.
- FERRARI, K.R., FIGUEIREDO F°, P.M., MACHADO, L.A., et al., 2000, “Transformações das Matérias-Primas do Suporte Durante a Queima de Revestimento Cerâmico”, **Cerâmica Industrial**, v. 05, n. 2, pp. 53-58.
- FONSECA, M.V.A., NASCIMENTO, R.S.V., SANTOS, P.S., et al., 1986, “Xisto retornado: Estudos fundamentais com vistas a seu aproveitamento” (partes 1, 2 e 3), **Boletim Técnico da Petrobrás**, vol. 32, jan./jun., pp. 35-39.

- FONSECA, M.V.A., 1990, **Reciclagem de rejeitos sólidos; desenvolvimento, em escala de laboratório, de materiais vítreos a partir do xisto retornado de São Mateus do Sul, PR**. Tese de Dsc., USP, São Paulo, SP, Brasil.
- FONSECA, M.V.A., 2011, **Process for fabrication of low-density ceramic product - lightweight board**, Brasil, Pedido Patente Industrial , BR 2009002611 A2 20110412.
- FONSECA, M.V.A., 2013, **Vikaflex®: Um Novo Material Cerâmico Leve para a Construção Civil**. Projeto para implantação de empresa na Incubadora da Coppe/UFRJ.
- FONSECA, M.V.A., 2014, “Vikaflex: um novo material cerâmico leve para a construção civil”. In STACHIW, R., **Xisto: Pesquisas, Revisões e Ensaios Realizados no Brasil**, 1 ed., capítulo 8, Curitiba, Br, Editora CRV.
- FONSECA, M.V.A., SANTOS, P.S., 1991a, “Characterization and performance of glass and glass-ceramics obtained from recycling of solid wastes from oil-shale processing”. In anais do **III Congresso Brasileiro de Cerâmica , 35 Iberoam. Ceram., Vidrios Refract.**, v. 2, pp. 748-757.
- FONSECA, M.V.A., SANTOS, P.S., 1991b, “Recycling of industrial solid wastes: development of glass and glass-ceramics using retorted oil shale from the Petrosix process”. In anais do **III Congresso Brasileiro de Cerâmica , 35 Iberoam. Ceram., Vidrios Refract.**, v. 2, pp 792-801.
- FORMANSKI, G., MENEGHELA, G., LIMA, H., *et al.*, 2007, “Estudo da Confecção de Cerâmicas Celulares pelo Método da Réplica”, **Cerâmica Industrial**, v.12, n. 6, pp. 42-45.
- FUNK, J.E., 1982, “Designing the Optimum Firing Curve for Porcelains”, **American Ceramic Society Bulletin**, v. 62, n. 6, pp. 632-635.
- GABBAI, M.B.B., 1987, **Cerâmica: Arte da Terra**, São Paulo, Br, Editora Callis.
- GERMAN, R.M., 1991, “Fundamentals of sintering”. In **Ceramics and Glasses**, v. 4, **Engineered Materials Handbook**, ASM International, pp. 260-269.
- GIARDULLO, P., 1987, “Matérias primas Brasileiras”. In GABBAI, M.B.B., **Cerâmica: Arte da Terra**, 1 ed., São Paulo, Br, Editora Callis.
- GIGLIO, T.G.F., 2005, **Avaliação do desempenho térmico de painéis de vedação em madeira para o clima de Londrina – PR**. Dissertação de MSc, Universidade Estadual de Londrina, Londrina, Br.

- HAMMETTER, W.F., 1991, “Thermophysical Properties, in: Testing, Characterization, and NDE”, v. 4, **Engineered Materials Handbook**, ASM International, pp. 610-616.
- HIRSCHMANN, A.C.O., 2008, **Compositos Cerâmicos Porosos de Alumina-Zircônia para Aplicação em Sistemas de Controle Térmico para Satélites: Obtenção e Caracterização**. Tese de MSc. INPE, S. José dos Campos, Br.
- HOU Z, MAO X, LIU D., 2013, **Method for manufacturing foamed ceramic heat-insulating plate from shale and clinker**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 103011786 A 20130403.
- INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2003, **Madeira: uso sustentável na construção civil**, IPT SP.
- JIN J, JIN J., 2012, **Method for preparation of high-performance ultralightweight foam ceramics with shale as main raw material**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 102603347 A 20120725.
- JIN, J., JIN, J., 2014, **Ultra-light vitreous foam ceramic and preparation method thereof by crushing, pelleting, screening, molding sintering and cutting**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 103922791 A 20140716.
- JIN, Y., CHEN, D., 2013, **Oil shale residue aerated brick and manufacture method**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 102875184 A 20130116.
- KARAMANOV, A., DZHANTOV, B., PAGANELLI, M., *et al.*, 2013, “Glass transition temperature and activation energy of sintering by optical dilatometry”, **Thermochimica Acta**, v. 553, pp. 1–7.
- KINGERY, H.D., BOWEN, H.K., UHLMANN, D.R., 1975, **Introduction to Ceramics**. 2 ed, New York, John Wiley & Sons, Inc.
- LEE, W.E., JAYASEELAN, D.D., ZHANG, S., 2008, “Solid-Liquid Interactions: The Key to Microstructural Evolution in Ceramics”, **Journal of European Ceramic Society**, v. 28, pp. 1.517-1.525.
- LI, Y., LIU, C., 2014, **Foam glass prepared from shale, and its preparation method**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 103570245 A 20140212.
- LIMA, I., APPOLONI, C., OLIVEIRA, L., *et al.*, 2007, “Caracterização de materiais cerâmicos através da microtomografia computadorizada 3d”, **Revista Brasileira de Arqueometria, Restauração e Conservação**, AERPA Editora, v. 1 , n. 2, pp. 22-27.

- LU, S., YANG, L., 2013, **Suspended shale ceramsite filtering material for water treatment and fabrication method**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 103304241 A 20130918.
- MAIA, S.B., 2003, **O Vidro e sua Fabricação**, Rio de Janeiro, Br, Editora Interciência.
- MARCHAL, G., 1926, “Recherches sur la decomposition des sulfates metalliques par la chaleur”. **Journal de Chimie Physique**, Fr, v.23, pp. 38–60.
- MARINO, L.F.B., 1997, **Estudo da Expansividade de Revestimentos Porosos Segundo Composição Mineralógica, Pressão de Compactação e Temperatura de Queima**. Dissertação de MSc, UFSCAR, S.P., Br.
- MARINO, L.F.B., BOSCHI, A.O., 1998a, “A Expansão Térmica de Materiais Cerâmicos Parte I: Introdução, Aplicação e Composição da Massa”, **Cerâmica Industrial**, v. 03, Mai/Jun, pp. 17-21.
- MARINO, L.F.B., BOSCHI, A.O., 1998b, “A Expansão Térmica de Materiais Cerâmicos Parte II: Efeito das Condições de Fabricação”, **Cerâmica Industrial**, v. 03, pp. 23-33.
- MENDONÇA, P., 2005, **Habitar uma segunda pele: estratégias para a redução do impacto ambiental de construções solares passivas em climas temperados**. Tese de DSc, Universidade do Minho, Pt.
- MENEGOTTI MÁQUINAS E EQUIPAMENTOS, 2015, **Densidade do Concreto Vibroprensado**. Disponível em <
<http://www.menegotti.net/novo/public/arquivos/ptb/midia/midia-44.pdf> >
 Acessado em 07 set. 2015, 15:34:20.
- MONTANARO, L., JORAND, Y., FANTOZZI, G., *et al.*, 1998, “Ceramic Foams by Powder Processing”, **Journal of the European Ceramic Society**, v. 18, pp. 1339-1350.
- MOURA, M.J.; FIGUEIREDO, M.M., 2002, “Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de *E. globulus*”, **Silva Lusitana**, EFN Ed., v. 10, n. 2, pp. 207-216.
- NORTON, F.H., 1973, **Introdução à Tecnologia Cerâmica**, São Paulo, Br, Editora Edgard Blücher Ltda.
- NOVAIS, R.M., SEABRA, M.P., LABRINCHA, J.A., 2014, “Ceramic tiles with controlled porosity and low thermal conductivity by using pore-forming agentes”, **Ceramics International**, v. 40, pp.11637–11648.

- ORTEGA, F.S., PAIVA, A.E.M., RODRIGUES, J.A., *et al.*, 2003, “Propriedades mecânicas de espumas cerâmicas produzidas via gelcasting”, **Cerâmica**, v. 49, pp. 1-5.
- PAGANELLI, M., VENTURELLI, C., 2009, “The Measurement of Behaviour of Ceramic Materials During Heat Treatment”, **Process Engineering**, v. 6, pp. 37-40.
- PENG, H.X., FAN, Z., EVANS, J.R.G., 2000, “Factors Affecting the Microstructure of a Fine Ceramic Foam”, **Ceramics International**, v. 26, pp. 887-895.
- PENNISI, L., 1991, “The Firing Process”. In **Ceramics and Glasses**, v. 4, **Engineered Materials Handbook**, ASM International, pp. 255-259.
- PERRUSO, C.R., ALCOVER NETO, A., NEUMANN, R., *et al.*, 1998, “Powdered microporous glasses: changing porosity through aging”, **Cerâmica**, v. 44, n. 289, pp.160-165.
- PERRUSO, C.R., ALCOVER NETO, A., NEUMANN, R., *et al.*, 2001, “Oil shale solid waste recycling in the development of new silica fillers for elastomeric composites”, **Journal of Applied Polymer Science**, v. 81, n. 12, pp. 2856-2867.
- PROTOLAB, LABORATÓRIO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS E PROTOTIPAÇÃO, 2015, **Tabela de condutividade térmica de materiais de construção**. Disponível em < <http://www.protolab.com.br/Tabela-Condutividade-Material-Construcao.htm> > Acessado em 23 ago 2015, 14:35:20.
- RADO, P., 1988, **An Introduction to the Technology of Pottery**, 2 ed., Worcester, U. K, Pergamon Press.
- RANGEL, B.F., 2002, **Efeitos Físicos da Conjunção entre Massas Cerâmicas e Vidros Alcalinos para uso na Arquitetura**. Dissertação de MSc, ProArq/UFRJ, Rio de Janeiro, R.J., Br.
- RANGEL, B.F., VIANA, M.M., FONSECA, M.V.A., *et al.*, 2015, “Thermal characterization of a new green ceramic material by heating microscopy, thermogravimetry and differential thermal analysis”, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 121 , n. 1, pp. 115-125.
- RAUPP-PEREIRA, F., HOTZA, D., SEGADÃES, A. M., LABRINCHA, J. A., 2006, “Ceramic formulations prepared with industrial wastes and natural sub-products”, **Ceramics International**, v. 32, pp. 173-179.

- REIS NETO, J.M., FIORI, A.P., LOPES, A.P.; *et al.*, 2011, “A microtomografia computadorizada de raios x integrada à petrografia no estudo tridimensional de porosidade em rochas”, **Revista Brasileira de Geociências**, v. 41, n. 3, pp. 498-508.
- REMADE, 2015, “Propriedades de painéis MDF de Eucalipto”, **Revista da Madeira**. Disponível em <
http://remade.com.br/br/revistadamadeira_materia.php?num=1496&subject=Pain%E9is&title=Propriedades%20de%20pain%E9is%20MDF%20de%20Eucalipto >
 Acessado em 24 mai 2015.
- ROMANO, R.C.O., PANDOLFELLI, V.C., 2006, “Obtenção e propriedades de cerâmicas porosas pela técnica de incorporação de espuma”, **Cerâmica**, v. 52, pp. 213-219.
- RUSSEL, J.B., 1994, **Química geral**, v. 1, 2 ed., São Paulo, Ed. Makron Books.
- SANTOS, M.M., 2010, **Xisto: um estudo de viabilidade econômica para o Brasil**, Tese de Dsc., USP, São Paulo, SP, Brasil.
- SEADON, J. K., 2010, “Sustainable waste management systems”, **Journal of Cleaner Production**, v. 18, pp. 1639-1651.
- SEPULVEDA, P., BINNER, J.G.P., 1999, “Processing of Cellular Ceramics by Foaming and in situ Polymerization of Organic Monomers”, **Journal of the European Ceramic Society**, v. 19, pp. 2059-2066.
- SHELBY, J.E., LACOURSE, W.C., CLARE, A.G., 1991, “Engineering Properties of Oxide Glasses and Other Inorganic Glasses”. In **Ceramics and Glasses**, v. 4, **Engineered Materials Handbook**, ASM International, pp. 844-857.
- SHIL'TSINA, A.D., SELIVANOV, V.M., 1998, “Non-plastic raw material for production of construction ceramics in Khakassia”, **Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Stroitel'stvo**, v. 2, pp. 53 – 56.
- SIGHINOLFI, D., 2011, “Estudo Experimental das Deformações e Estado de Tensão em Materiais Cerâmicos Tradicionais”, **Cerâmica Industrial**, v. 16, pp. 19-24.
- SILVA, C.O., 2014, “Manual de Desempenho – Alvenaria com Blocos de Concreto”, **Associação Brasileira de Cimento Portland - ABCP**, Associação Brasileira da Indústria de Blocos de Concreto – BlocoBrasil, São Paulo.

- SILVEIRA, C.B., ESCOBAR, J.A., QUINTERO, M.W., *et al.*, 2007, “Decomposição Térmica de Espumas De Poliuretano para Fabricação de Vitrocerâmica Celular de $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (LZSA)”, **Química Nova**, v. 30, n. 5, pp. 1104-1107.
- SOARES, R.W., FONSECA, M.V.A., NEUMAN, *et al.*, 1998, “An application of differential thermal analysis to determine the change in thermal properties of mold powders used in continuous casting of steel slabs”, **Thermochimica Acta**, v. 318, pp. 131-136.
- SOUSA, E., RAMBO, C. R., ORTEGA, F.S., *et al.*, 2009, “Espumas vítreas do sistema $\text{Li}_2\text{O-ZrO}_2\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ produzidas pelo processo gelcasting”, **Cerâmica**, v. 55, pp. 157-162.
- SOUSA, J. J. F., DIEHL, L. M. A., VUGMAN, *et al.*, 1994, “Electron paramagnetic resonance and Moessbauer spectrometry of spent oil shale undergoing thermal treatment”, In: **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 6, n. 1, pp. 13-22.
- STUDART, A.R., GONZENBACH, U.T., TERVOORT, E., *et al.*, 2006, “Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review”, **Journal of American Ceramic Society**, v. 89, n. 6, 1771–1789.
- TAKADA, T., SARAI, H., TAKAHASHI, T., *et al.*, 1989, **Manufacture of bubble glass from shale**, Jpn. Kokai Tokkyo Koho, JP 01141839 A 19890602.
- TORTORI, T., 2000, **Curso Prático de Formulação de Esmaltes Cerâmicos**, apostila. Documento não publicado.
- VENTURELLI, C., 2013, “Characterization of ceramic bodies through optical techniques: state of tension and green mechanical properties”, **Suranaree Journal of Science and Technology**, v. 20, n. 1, pp. 11-20.
- VERGARA, S. E., TCHOBANOGLOUS, G. , 2012, “Municipal Solid Waste and the Environment: A Global Perspective”, **Annual Review of Environment and Resources**, v. 37, pp. 277–309.
- VITORINO, F.C., 2012, **Caracterização experimental de pastas cimentícias contendo polímero SBR em pó e microfibras de volastonita**. Dissertação de MSc, COPPE, UFRJ, Rio de Janeiro, Br.
- WANG, L., 2008, **Wallboard and its manufacture method by resource utilization of municipal solid wastes**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 101239811 A 20080813.
- WENG L., 2009, **Shale composite sintered brick for walling and its manufacture**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 101353250 A 20090128.

- Wu, J., Zhu, F., Xu, X., *et al.*, 2008, **Method for production of environment-friendly water-permeable ceramic bricks**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 101328044 A 20081224.
- XU, Q., LI, X., LI W., *et al.*, 2013, **Attapulgite-shale river bottom sludge ceramic particle sintered porous construction block**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 102924056 A 20130213.
- XU, Q., YUAN, X., YUAN, C., *et al.*, 2013, **Shale composite foaming agent**, Faming Zhuanli Shenqing , CN 103274742 A 20130904.
- YANG, J., CHEN, J., TANG, X., *et al.*, 2014, **Method for production of heat- and sound insulating board**, Faming Zhuanli Shenqing, CN 103803897 A 20140521.
- ZAKON, A., 1991, **Reciclagem de Rejeitos Sólidos Industriais: Desenvolvimento de Clinquer para Cimento Portland em Escala de Laboratório a partir de Xisto Retornado do Processo Petrosix (Petrobrás)**. Dissertação de DSc, USP, SP, Br.

8 – ANEXOS

8.1 – Anexo 1

Método utilizado para medição de área através do programa Image J:

- Abrir Image J – abrir imagem – *Straight menu* (botão reta) – medir reta de dimensão conhecida na imagem – *Analyse / Set scale* – preencher janela com valor conhecido + unidade, clicar em *global* (para que a setagem seja aplicada em todas as imagens da sessão)
- *Plugins / Macro / Record* (abre janela que permite salvar macros para serem repetidas em outras imagens)
- *Rectangle* – fazer retângulo que contenha área de interesse a ser medida – *Image / Crop* – salvar macro deste passo para ser repetido em cada imagem que for aberta, obtendo assim medições realmente equivalentes.
- *Image / Adjust / Color Threshold / Original* (fazer retângulo contendo área com variações de cor representativas da área que deve ser medida) – *Sample* – fechar (este passo também pode ser gravado como macro, assim como o seguinte).
- *Image / Type / 8-bit*
- *Process / Binary / Options / Interactions* / preencher opção com 3 na janela / *Ok* (pode ser feito só na primeira vez, pois a opção fica salva nesta sessão do programa).
- *Process / Binary / Close*
- *Process / Binary / Open*
- *Analyse / Analyse particles* – medição feita.
- Obs: em *Analyse* deve-se escolher ,na primeira vez, o formato em que devem ser gravados os arquivos, de preferência em formato compatível com Excel.

8.2 - Anexo 2

Metodologia para obtenção do coeficiente de dilatação linear a partir da área da seção reta das amostras medidas através do cálculo do raio do círculo de área equivalente:

1. Medição da área A visível da amostra através do uso do programa Image J
2. Cálculo do raio do círculo de área A equivalente, através da aplicação da fórmula da área do círculo:

$$A = \pi r^2 \quad \rightarrow \quad r = \sqrt{A/\pi}$$

3. Cálculo do diâmetro do círculo de área equivalente.
4. No gráfico do diâmetro do círculo de área equivalente pela temperatura é identificada a curva formada pelos pontos, e obtida a função que rege sua linha de tendência.

As curvas plotadas a partir do cálculo do diâmetro do círculo de área equivalente até 1.050°C para cada amostra são apresentadas na Figura 8.1.

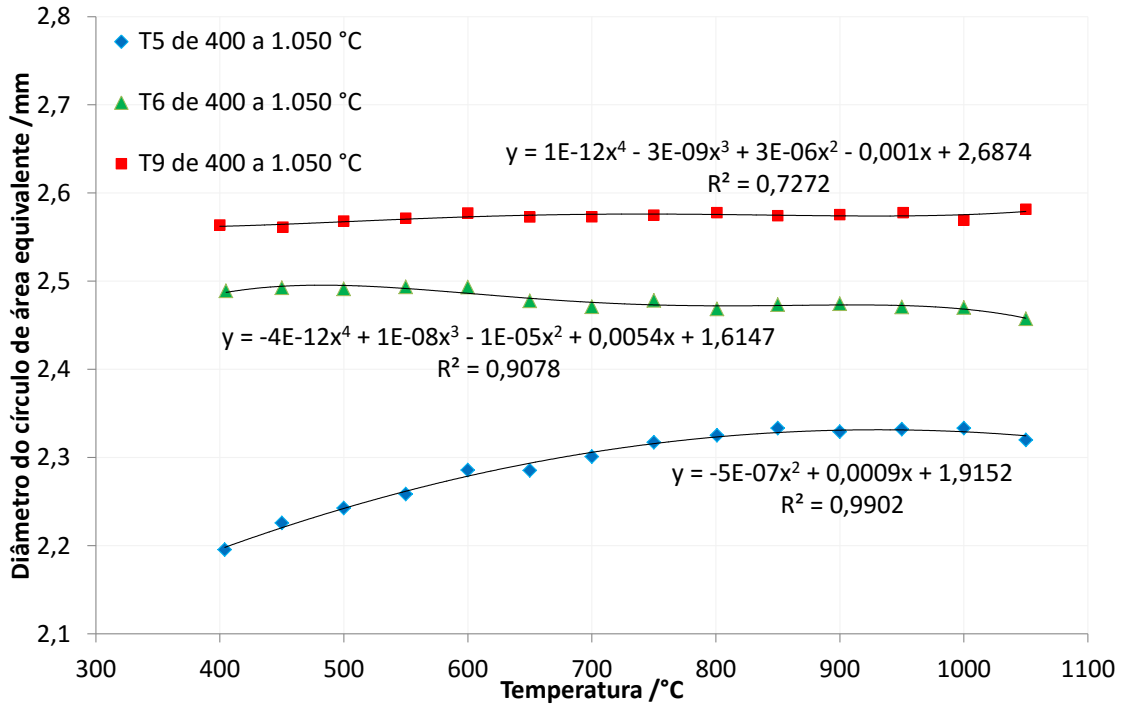


Figura 8.1 – Curvas com os valores de diâmetro do círculo de área equivalente em função da temperatura para três amostras de Vikaflex® entre 400 e 1.050° C.

Para fins comparativos, foi feito o gráfico da Figura 8.2, que mostra as curvas do diâmetro do círculo de área equivalente e do lado do quadrado de área equivalente pela temperatura, e que permite observar que ambas as curvas evoluem de forma similar, tendo por diferença os valores absolutos, uma vez que uma refere-se ao lado de um quadrado de área equivalente e a outra ao diâmetro de um círculo de área equivalente.

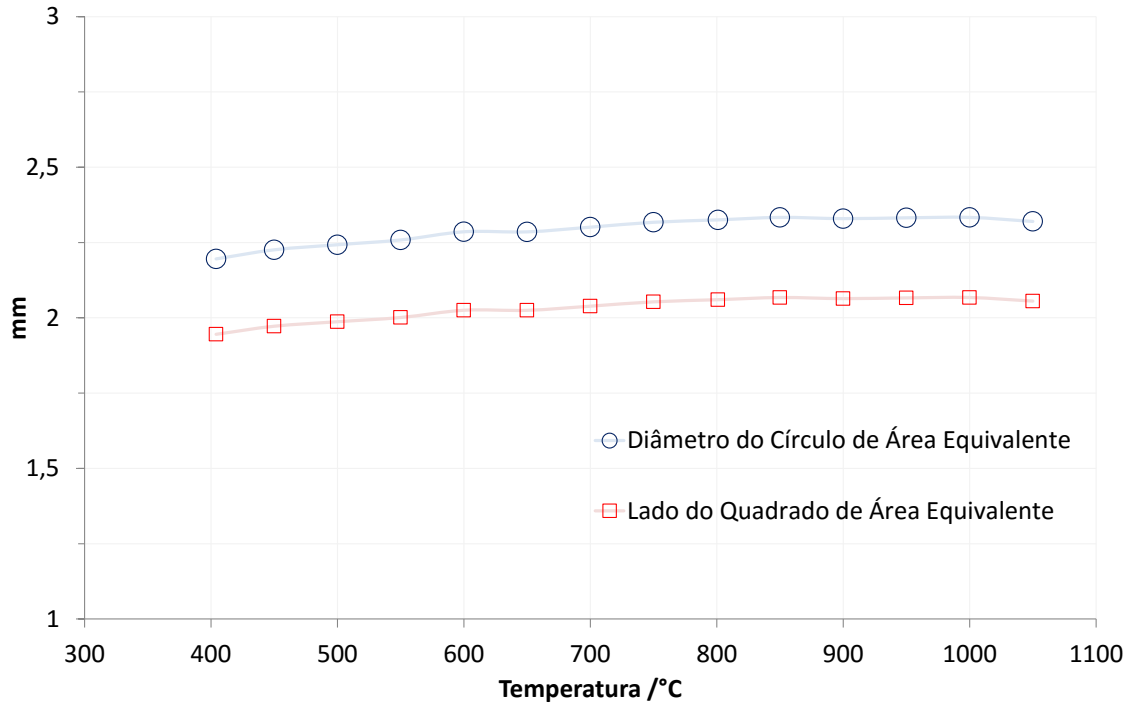


Figura 8.2 – Gráfico com as curvas do diâmetro do círculo de área equivalente e do lado do quadrado de área equivalente em função da temperatura.

Tendo por base os valores obtidos para diâmetro do círculo de área equivalente e para lado do quadrado de área equivalente, foram calculadas as respectivas áreas. Plotando as curvas com estes valores de área e com a média dos valores diretamente medidos nas imagens de microscopia de aquecimento, o resultado são curvas idênticas sobrepostas. Este é um modo simples de verificar estes valores, e estas curvas podem ser vistas na Figura 8.3, a seguir:

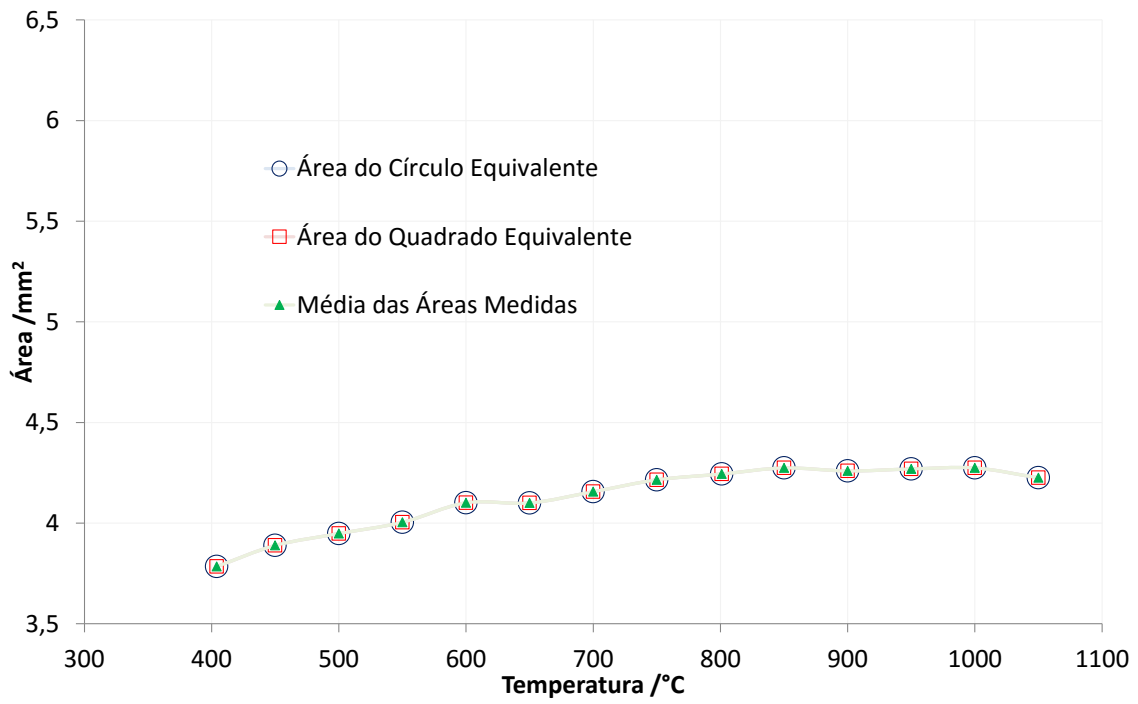


Figura 8.3 – Curvas sobrepostas das áreas do círculo equivalente, do quadrado equivalente e da média das áreas medidas diretamente através das imagens dos ensaios.

8.3 - Anexo 3

Tabela 8.1 - Valores de massa, volume, densidade aparente, porosidade aberta e absorção de água das amostras intactas (A) e das amostras lixadas (B) (Coeficiente de variação entre parênteses)

Amostras	Massa		Volume		Densidade Aparente	Porosidade Aberta	Absorção de Água
	Seca	Úmida	Poros Abertos	Aparente			
	M _d	M _w	V _p	V _a			
	g	g	cm ³	cm ³			
A1	42,933	50,671	7,738	53,387	0,804	14,49	18,02
A2	42,356	46,966	4,610	54,986	0,770	8,38	10,88
A3	42,565	49,197	6,632	54,355	0,783	12,20	15,58
A4	43,134	48,924	5,791	49,921	0,864	11,60	13,42
A5	43,040	49,110	6,069	50,065	0,860	12,12	14,10
Média A (%)	42,805 (0,77)	48,974 (2,70)	6,168 (18,59)	52,543 (4,56)	0,815 (5,32)	11,74 (18,68)	14,41 (18,34)
B1	29,615	45,327	15,712	40,717	0,727	38,59	53,05
B2	26,036	40,749	14,713	38,867	0,670	37,86	56,51
B3	28,353	44,473	16,121	42,158	0,673	38,24	56,86
B4	29,137	46,006	16,869	48,292	0,603	34,93	57,90
B5	31,404	48,889	17,485	40,499	0,775	43,18	55,68
Média B (%)	28,909 (6,77)	45,089 (6,52)	16,180 (6,59)	42,106 (8,67)	0,687 (9,47)	38,43 (7,71)	55,97 (3,27)

Tabela 8.2 – Valores obtidos através de picnometria por gás hélio

Amostra	Densidade (g/cm³)	Desvio Padrão
1	2,6959	0,003
2	2,6934	0,0005
3	2,6916	-0,0012
4	2,6918	-0,0011
5	2,6918	-0,0011

8.4 - Anexo 4

Tabela 8.3 – Porosidade média obtida por microtomografia de raios x

	mm³
Volume total	7.380,06
Volume de poros	4.153,72
Porosidade (%)	56,28

8.5 - Anexo 5

Tabela 8.4 – Condutividade térmica do Vikaflex® em formatos diversos, medidas individuais e suas médias (coeficiente de variação entre parênteses)

Condutividade térmica	Vikaflex íntegro (central)	Vikaflex íntegro (extremidades)	Vikaflex médio (2x2x1 cm)	Vikaflex placa (2x1x0,3cm)
k (W/mK)	0,0948	0,1027	0,0757	0,1200
	0,0959	0,1017	0,0778	0,1239
	0,0949	0,1019	0,0758	0,1213
	0,0961	0,0844	0,0771	0,1228
	0,0961	0,0848	0,0747	0,1197
	-	0,0848	-	-
	-	0,1021	-	-
	-	0,1025	-	-
	-	0,0999	-	-
k média W/mK (%)	0,0956 (0,67)	0,0961 (8,98)	0,0762 (1,63)	0,1215 (1,49)
k média geral W/mK (%)	0,0971 (16,36)			

8.6 - Anexo 6

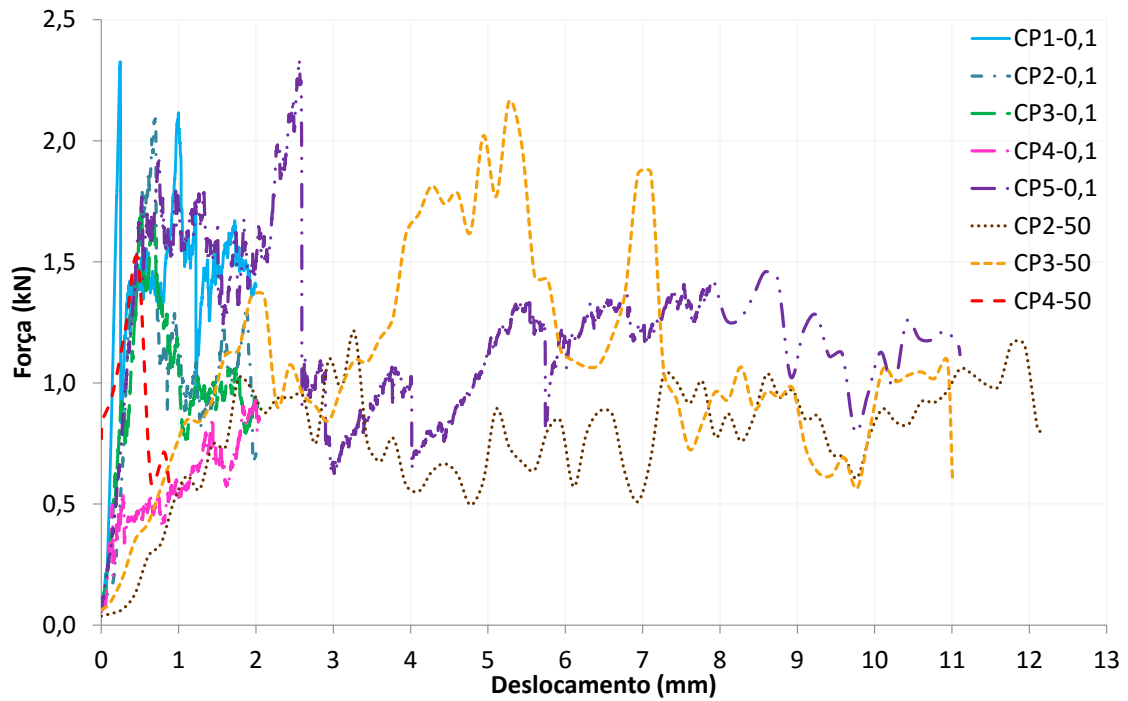
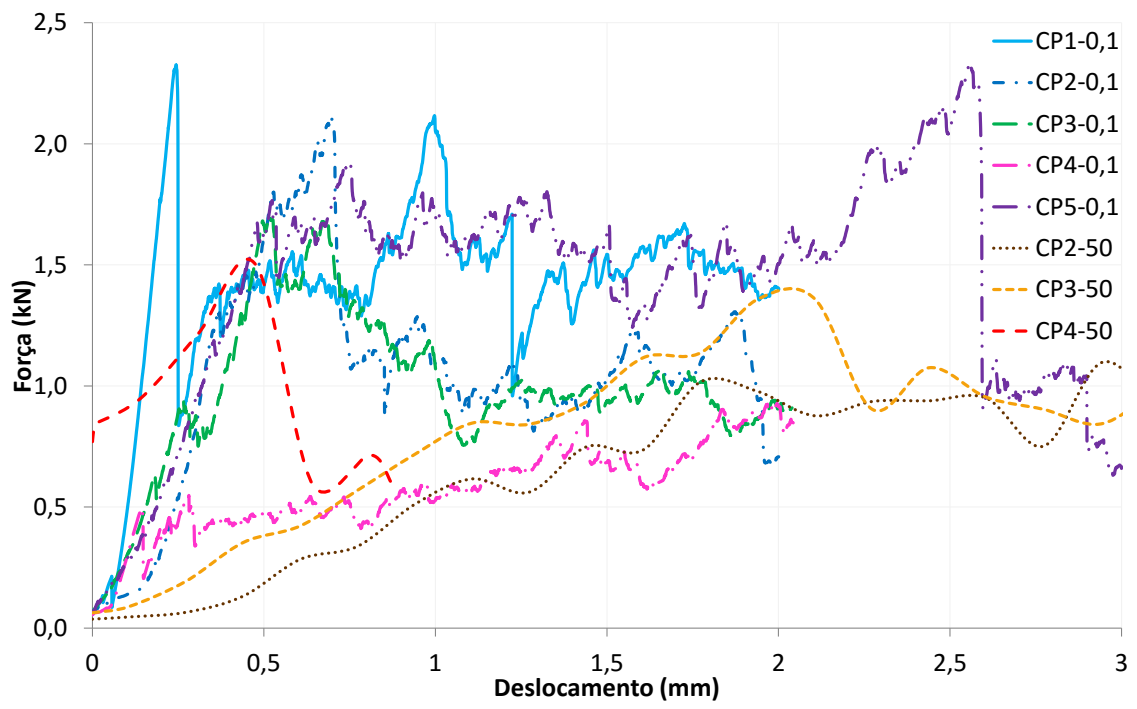


Figura 8.4 – Curvas com os valores de força em função do deslocamento obtidas através dos ensaios de compressão uniaxial das oito amostras. Os ensaios foram realizados com velocidade de carregamento de 0,1 e de 50 mm/min.



7

8.7 - Anexo 7

Tabela 8.5 – Valores de tensão máxima, de deformação axial na tensão máxima e de módulo de Young obtidos para as amostras submetidas a ensaio de compressão uniaxial com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min e respectivos valores médios (coeficiente de variação entre parênteses)

	Tensão máxima (GPa) $\bar{\sigma}_c \text{ máx}$	Deformação na tensão máxima $\epsilon_{\text{máx}}$	Módulo Young (GPa) E_c
CP1	0,005	0,005	24,822
CP2	0,004	0,014	24,460
CP3	0,003	0,010	26,600
CP5	0,004	0,015	36,663
Média (%)	0,004 (11,63)	0,011 (35,68)	28,137 (17,73)