

**ANÁLISE DO EFEITO DA SALINIDADE MARINHA NA DURABILIDADE
DE CERÂMICOS VERMELHOS CALCINADOS EM DIFERENTES
TEMPERATURAS**

MAIRYANNE SILVA SILVEIRA SOUZA

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE
DARCY RIBEIRO – UENF**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JUNHO – 2018**

ANÁLISE DO EFEITO DA SALINIDADE MARINHA NA DURABILIDADE
DE CERÂMICOS VERMELHOS CALCINADOS EM DIFERENTES
TEMPERATURAS

MAIRYANNE SILVA SILVEIRA SOUZA

“Dissertação apresentada ao Centro de
Ciência e Tecnologia da Universidade
Estadual do Norte Fluminense Darcy
Ribeiro, como parte das exigências para
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Civil.”

Orientador: D.Sc. Jonas Alexandre
Co-orientadora D.Sc. Rosane Toledo

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JUNHO – 2018

ANÁLISE DO EFEITO DA SALINIDADE MARINHA NA DURABILIDADE
DE CERÂMICOS VERMELHOS CALCINADOS EM DIFERENTES
TEMPERATURAS

MAIRYANNE SILVA SILVEIRA SOUZA

“Dissertação apresentada ao Centro de
Ciência e Tecnologia da Universidade
Estadual do Norte Fluminense Darcy
Ribeiro, como parte das exigências para
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Civil.”

Aprovada em 11 de Junho de 2018.

Comissão Examinadora:

Prof. José Tavares Araruna Júnior (D.Sc., Engenharia Civil) – PUC/RIO

Prof. Gustavo de Castro Xavier (D.Sc., Ciências de Engenharia) – UENF

Prof^a. Rosane Toledo (D.Sc., Eng. e Ciência dos Materiais) – UENF

Co-Orientadora

Prof. Jonas Alexandre (D.Sc., Ciências de Engenharia) – UENF

Orientador

DEDICATÓRIA

À minha filha Maria Helena, minha vida.

AGRADECIMENTOS

Que tarefa difícil a de resumir todo o sentimento de gratidão que tenho por tantas pessoas! Algumas foram mais presentes, participando diretamente deste período estressante, porém compensador a minha pós-graduação. Outras, no entanto, não puderam estar fisicamente, mas sem dúvida alguma, construíram uma base forte de fé em mim, na minha capacidade de alcançar este objetivo, atuando como combustíveis para que esta conquista se tornasse possível.

“Que todo o meu ser louve ao Senhor, e que eu não esqueça nenhuma das suas bênçãos” (Salmos 103:2). Sou grata primeiramente a Deus pelo dom da vida, pelo seu amor infinito, sem Ele nada sou. Rendo graças a Deus por ter realizado este sonho, frente a tantas dificuldades.

Agradeço ao meu querido avô Sebastião, hoje não mais aqui, e ao meu anjo protetor, minha avó Lúcia Maria, pessoas que me ajudaram a construir o ser humano que sou, me ensinando o real sentido da vida, apresentando-me a riqueza de uma fé capaz de minimizar os limites da minha humanidade. Dedico cada “vírgula” do meu aprendizado como pessoa e profissional, ao carinho e incentivo que nunca deixaram faltar a mim e que, neste momento, são recompensados com uma conquista que devo inteiramente a Deus e a vocês.

Aos meus pais Adilson e Maria Aparecida, pelo apoio e por tudo que sempre fizeram por mim, pela simplicidade, exemplo, amizade e por todo amor dedicado a mim, fundamentais na construção do meu caráter.

Ao meu esposo Lucas, pelo amor, compreensão e apoio incondicional ao longo da elaboração deste trabalho.

À Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), através do Laboratório de Engenharia Civil (LECIV), pela importante oportunidade oferecida a mim, por meio de seu Programa de Pós-graduação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pelos recursos financeiros disponibilizados para o desenvolvimento de parte deste trabalho.

À grande amiga Luana Fontes, por todo incentivo, carinho e amizade.

Ao amigo D.Sc. Niander Aguiar Cerqueira, pelo apoio e incentivo em todo o processo de desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores D.Sc. Jonas Alexandre e D.Sc. Rosane Toledo, pela confiança, paciência, amizade e por compartilharem conhecimentos técnico-científicos, fundamentais para a elaboração desta pesquisa.

Ao amigo Gelcimar, pelo auxílio na realização das mais diversas tarefas ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

À amiga Melissa Oliveira, obrigada por todo apoio!

À Thiara Mourão, por todo incentivo na reta final deste trabalho.

Aos amigos Thalita, Thainá, Euzébio, Markussuel, Melissa, Welligthon e Bruna que sempre estiveram presentes, obrigada por todo incentivo!

Ao Laboratório de Ciências Físicas, pela disponibilidade do equipamento de difração de raios X.

A todos os professores do PPGEC do LECIV-UENF, pelos ensinamentos compartilhados, contribuindo para a minha formação como mestre em Engenharia Civil.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	iv
AGRADECIMENTOS.....	v
LISTA DE FIGURAS.....	ix
LISTA DE TABELAS.....	xi
RESUMO.....	xii
ABSTRACT	xiii
1. INTRODUÇÃO.....	15
1.1 ASPECTOS GERAIS	15
1.2 OBJETIVOS	17
1.3 JUSTIFICATIVAS DE RELEVÂNCIA DA PESQUISA.....	18
1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO	18
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1 CERÂMICOS	20
2.1.1 Materiais Cerâmicos Vermelhos	20
2.1.2 Durabilidade de Materiais Cerâmicos Vermelhos.....	24
2.1.3 O Processo Cerâmico e as Transformações da Matéria-Prima.....	28
2.2 SALINIDADE	34
2.2.1 Aspectos Gerais.....	34
2.2.2 Mecanismos de Penetração.....	37
2.2.3 Interação Salinidade – Materiais de Construções	39
2.2.4 – Ataque químico	43
3 MATERIAIS E MÉTODOS	45
3.1 ASPECTOS GERAIS	45
3.2 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	47
3.2.1 Caracterização Física	48
3.2.2 Análise Química: Fluorescência de Raios X.....	49
3.2.3 Análise Mineralógica	50
3.2.4 Análise Térmica Diferencial (ATD) e Termogravimétrica (ATG)	51
3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CERÂMICOS	52
3.3.1 Propriedades Tecnológicas dos Corpos de Prova.....	52
3.4 METODOLOGIA PARA ALTERAÇÃO SIMULADA EM LABORATÓRIO DAS AMOSTRAS CERÂMICAS	55
3.4.1 Alteração em Laboratório.....	57
3.5 TRATAMENTO DOS DADOS	59
3.5.1 Tratamento Estatístico	59

4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES	63
4.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA.....	63
4.1.1 Análise Química.....	65
4.1.2 Análise Mineralógica por Difração de Raios X	66
4.1.3 Análise Térmica	67
4.2 ANÁLISE DAS AMOSTRAS INTACTAS E APÓS CICLO DE IMERSÃO NA ÁGUA DO MAR SINTÉTICA	69
4.2.1 Propriedades Tecnológicas do Material em Função da Temperatura.....	71
4.3 ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X	79
5 CONCLUSÕES.....	83
5.1 MATÉRIA-PRIMA.....	83
5.2 Propriedades TECNOLÓGICAS.....	83
5.3 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS:	85
REFERÊNCIAS	86
APÊNDICE A – RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA	92
APÊNDICE B – TAMANHO MÍNIMO DO LOTE (TML)	93
APÊNDICE C – CRITÉRIO DE CHAUVENET	97
APÊNDICE D – CORPOS DE PROVA	100
APÊNDICE E – RESULTADOS COMPLEMENTARES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X	111
ANEXO A – DISTRIBUIÇÃO DE STUDENT; COEFICIENTE t	116

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Difractogramas de raios X de algumas argilas de Campos dos Goytacazes/RJ.	23
Figura 2.2 – Degradação em alvenaria em ambiente marinho – São João da Barra/RJ.	26
Figura 2.3 – Degradação em ladrilhos cerâmicos (a e b).	27
Figura 2.4 – Degradação rápida de alvenaria em muros em ambiente marinho (a e b).	27
Figura 2.5 – Degradação rápida de alvenaria por ascensão de águas sulfatadas.	28
Figura 2.6 – Esquema básico típico de processos de fabricação de blocos cerâmicos.	29
Figura 2.7 – Esquema ilustrativo e simplificado das partes de uma extrusora.	30
Figura 2.8 – Esquema de sinterização.	32
Figura 2.9 – Ilustração básica típica do comportamento de um material cerâmico em função da matéria-prima e da temperatura.	34
Figura 2.10 – Porcentagem média dos íons presentes nas águas dos oceanos.	36
Figura 2.11 – Distribuição média dos sais na água do oceano.	36
Figura 2.12 – Cristalização do NaCl.	40
Figura 3.1 – Organograma das etapas de caracterização dos materiais.	46
Figura 3.2 – Equipamento de EDX.	49
Figura 3.3 – Difractômetro de Raios X – (a) difractômetro e (b) geometria Bragg-Brentano. ...	51
Figura 3.4 – Sistemas de análise térmica.	52
Figura 3.5 – Blocos submersos.	53
Figura 3.6 – Prensa servo-hidráulica da marca EMIC.	55
Figura 3.7 – Metodologia para avaliação do efeito da salinidade nas amostras.	56
Figura 3.8 – Recipientes utilizados para os ciclos de imersão (ataque químico).	57
Figura 3.9 – Corpos de prova expostos ao tempo.	57
Figura 3.10 – Medidor de concentração portátil WTW- Profiline OXI 3205.	58
Figura 4.1 – Curva Granulométrica.	64
Figura 4.2 – Difractograma de raios X da massa cerâmica natural.	67
Figura 4.3 – Curva de análise térmica diferencial da argila.	68
Figura 4.4 – Curva termogravimétrica da argila.	68
Figura 4.5 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 600°C.	69
Figura 4.6 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 600°C.	69
Figura 4.7 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 800 °C.	70
Figura 4.8 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 950 °C.	70
Figura 4.9 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 950 °C.	70
Figura 4.10 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 1050 °C.	70
Figura 4.11 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 1050 °C.	71
Figura 4.12 – Absorção de água em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão.	72
Figura 4.13 – Porosidade aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão.	75
Figura 4.15 – Massa específica aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e degradados.	77
Figura 4.16 – Tensão de ruptura à flexão em função da temperatura dos corpos de prova intactos e degradados.	78
Figura 4.17 – Difractogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 600 °C intacto e após ciclo de imersão.	79
Figura 4.18 – Difractogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 800 °C: intacto e após ciclo de imersão.	80

Figura 4.19 - Difratoogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 950 °C: intacto e após ciclo de imersão.	81
Figura 4.20 – Difratoogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 1050 °C: intacto e após ciclo de imersão.	82
Figura E.1 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 600 °C.....	111
Figura E.2 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 800 °C.....	112
Figura E.3 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 950 °C.....	112
Figura E.4 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 1050 °C.....	113
Figura E.5 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 600 °C.....	113
Figura E.6 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 800 °C.....	114
Figura E.7 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 950 °C.....	114
Figura E.8 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 1050 °C.....	115

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Principais ocorrências e reações térmicas no processo cerâmico.....	33
Tabela 3.1 – pH inicial e final de 5 meses das soluções.....	58
Tabela 3.2 – Valores de DR ₀ para diferentes valores de n.....	62
Tabela 4.1 – Índices de consistência.....	65
Tabela 4.2 – Composição química da massa argilosa (% em peso).....	65
Tabela 4.3 – Absorção de água em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão salina.....	72
Tabela 4.4 – Porosidade aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo.....	74
Tabela 4.6 – Massa específica aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo.....	76
Tabela 4.7 – Tensão de ruptura à flexão em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão.....	77
Tabela B.1 – TML para absorção de água dos corpos de prova intactos.....	93
Tabela B.2 – TML para porosidade aparente dos corpos de prova intactos.....	93
Tabela B.3 – TML para massa específica aparente dos corpos de prova intactos.....	94
Tabela B.4 – TML para tensão de ruptura à flexão dos corpos de prova intactos.....	94
Tabela B.5 – TML para absorção de água dos corpos de prova (ciclo).....	95
Tabela B.6 – TML para porosidade aparente dos corpos de prova (ciclo).....	95
Tabela B.7 – TML para massa específica aparente dos corpos de prova (ciclo).....	96
Tabela B.8 – TML para tensão de ruptura à flexão dos corpos de prova (ciclo).....	96
Tabela C.1 – DR – Absorção de água intactos (6 CP).....	97
Tabela C.2 – DR – Porosidade aparente intactos (6 CP).....	97
Tabela C.3 – DR – Porosidade Aparente (5 CP).....	97
Tabela C.4 – DR – Massa específica aparente (6 CP).....	98
Tabela C.5 – DR – Massa específica aparente (5 CP).....	98
Tabela C.7 – DR – Tensão de ruptura à flexão (6 CP) [intactos].....	98
Tabela C.8 – DR – Absorção de água (6 CP) [ciclo].....	99
Tabela C.9 – DR – Porosidade aparente (6 CP) [ciclo].....	99
Tabela C.10 – DR – Massa específica aparente (6 CP) [ciclo].....	99
Tabela D.1 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (600 °C).....	100
Tabela D.2 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (800 °C).....	100
Tabela D.3 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (950 °C).....	101
Tabela D.4 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (1050 °C).....	101
Tabela D.5 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (600 °C).....	102
Tabela D.6 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (800 °C).....	102
Tabela D.7 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (950 °C).....	102
Tabela D.8 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (1050 °C).....	103
Tabela D.9 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (600 °C).....	103
Tabela D.10 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (800 °C).....	103
Tabela D.11 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (950 °C).....	103
Tabela D.12 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (1050 °C).....	104
Tabela D.13 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (600 °C).....	104
Tabela D.14 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (800 °C).....	104
Tabela D.15 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (950 °C).....	105
Tabela D.16 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (1050 °C).....	105

RESUMO

No litoral brasileiro está concentrada a maior parte das construções do país, sendo elas constantemente expostas à salinidade proveniente do oceano, provocando a degradação dos materiais constituintes. Os materiais cerâmicos são corriqueiramente atingidos por esta exposição que provoca perdas das suas características. Desta forma, esse trabalho avaliou a alteração que os materiais sofrem quando expostos ao ambiente marinho. Para isto foram moldados corpos de prova prismáticos pelo processo de extrusão e depois calcinados às temperaturas de 600, 800, 950 e 1050 °C. Após a queima os mesmos foram submetidos ao ataque químico através de ciclos de imersão utilizando água do mar sintética (o tempo do ciclo e a composição da água foram padronizados pela literatura), sendo verificados os efeitos provocados em sua resistência mecânica e características permeáveis. Foram analisadas as propriedades tecnológicas das amostras intactas e das amostras submetidas à salinidade marinha. Verificou-se que o índice de absorção de água reduz substancialmente com o aumento da temperatura de queima, os valores encontrados não atenderam os limites recomendados pela norma. Na absorção de água a salinidade marinha interferiu de maneira superficial. Determinou-se também a porosidade aparente para a os corpos de prova cerâmicos, cujos valores foram reduzidos com o aumento da temperatura de queima, sendo menos afetados pela ação da salinidade marinha, e conseqüentemente pouco degradados. Observou-se o aumento da massa específica aparente com o aumento da temperatura, não havendo influência significativa da salinidade marinha. Assim como a temperatura de queima, a salinidade marinha exerceu significativa influencia na resistência mecânica. Os resultados obtidos mostraram que a tensão de ruptura à flexão dos corpos de prova estão dentro dos limites aceitáveis pela norma. Para identificar e avaliar as possíveis mudanças ocasionadas na estrutura cristalina do material cerâmico após os ciclos de imersão, os corpos de prova foram caracterizados por difração de raios X (DRX) e os resultados mostraram que as fases cristalinas identificadas em todas as temperaturas de queima estudadas foram iguais para as amostras intactas e para as submetidas aos ciclos de imersão, com a diferença apenas da halita (NaCl), proveniente da água do mar sintética.

Palavras-chave: Materiais cerâmicos. Salinidade marinha. Durabilidade. Queima.

ABSTRACT

In the Brazilian coast, most of the country's buildings are concentrated, being constantly exposed to salinity from the ocean, causing the degradation of the constituent materials. Ceramic materials are usually hit by this exposure which causes their characteristics to be lost. In this way, this work evaluated the alteration that the materials undergo when exposed to the marine environment. For this, prismatic specimens were molded by the extrusion process and then calcined at temperatures of 600, 800, 950 and 1050 ° C. After burning, they were submitted to chemical etching using immersion cycles using synthetic sea water (cycle time and water composition were standardized by the literature), and the effects caused by their mechanical resistance and permeable characteristics were verified. The technological properties of intact samples and samples submitted to marine salinity were analyzed. It was found that the water absorption index substantially reduces with the increase of the firing temperature, the values found did not meet the limits recommended by the standard. In the absorption of water the marine salinity interfered in a superficial way. It was also determined the apparent porosity for the ceramic specimens, whose values were reduced with the increase of the firing temperature, being less affected by the action of the marine salinity, and consequently little degraded. It was observed the increase of the apparent specific mass with the increase of the temperature, not having significant influence of the marine salinity. Like the burning temperature, the marine salinity exerted a significant influence on the mechanical resistance. The obtained results showed that the bending rupture stress of the specimens are within the limits acceptable by the standard. In order to identify and evaluate the possible changes in the crystalline structure of the ceramic material after the immersion cycles, the specimens were characterized by X-ray diffraction (XRD) and the results showed that the crystalline phases identified at all the burning temperatures studied were the same for the intact samples and for the immersion cycles, except for the halite (NaCl) from synthetic sea water.

Key words: Ceramic materials. Marine salinity. Durability. Burning.

1. INTRODUÇÃO

1.1 ASPECTOS GERAIS

O mercado se mostra cada vez mais competitivo e as empresas têm sido obrigadas a atender diversas exigências, como qualidade e padronização. Com consumidores mais conscientes e exigentes, a escolha por um produto ou serviço está baseada em variados critérios, dentre os quais se destacam durabilidade, imagem, especificações, segurança, ou seja, fatores que compõem a qualidade de um produto. Esse critério, por sua vez, está diretamente relacionado com a forma com que as atividades são desenvolvidas. O setor cerâmico brasileiro é o principal fornecedor da construção civil, com materiais para alvenaria e cobertura (em torno de 90%) (ANICER, 2017). Trata-se de uma das atividades industriais mais antigas do mundo e ainda utiliza basicamente a argila comum como matéria-prima.

No município de Campos dos Goytacazes/RJ estão situados importantes depósitos de argilas, que em várias décadas vêm sendo explorados pelos ceramistas de maneira empírica. O polo cerâmico de Campos dos Goytacazes é considerado um dos mais importantes do estado do Rio de Janeiro, correspondendo à cerca de 40% da produção e das unidades produtivas (PEDROTI *et al.*, 2011). Geralmente, as unidades produtivas são empresas de pequeno e médio porte, que produzem tijolos, blocos cerâmicos, lajotas e telhas.

Em geral, considera-se que grande parte dos produtos cerâmicos no polo ceramista de Campos dos Goytacazes-RJ seja de baixa qualidade técnica, com padrões que não estão de acordo com as normas técnicas brasileiras. Esse problema é reflexo do desinteresse por parte dos ceramistas, proveniente da falta de fiscalização da qualidade do produto e pela concorrência local do setor de cerâmica vermelha na região.

Nesse contexto, com o intuito de reduzir o custo na produção, os ceramistas da região têm fabricado produtos cerâmicos em temperaturas inferiores às necessárias para obter produtos de melhores propriedades. Dessa forma, esses produtos ficam suscetíveis a sofrer variações de resistência mecânica e porosidade, ocasionando a degradação completa do material quando expostos aos agentes intempéricos, como variação de umidade, vento e temperatura (XAVIER, 2006).

Na construção civil, o estudo da durabilidade dos materiais de construção constitui uma importante linha de pesquisa. Através desse estudo torna-se possível definir a vida útil e adequar a utilização dos materiais de acordo com as características intrínsecas e do ambiente externo. Percebe-se que, alguns materiais, quando permanecem expostos ao meio, tornam-se passíveis em sofrer modificações em suas características, através da exposição aos agentes de degradação, ficando vulneráveis a alterações de suas características pelas ações intempéries, levando ao comprometimento da estabilidade da obra. Entende-se como agentes de degradação, um conjunto de fatores que atuam modificando as características físicas e químicas dos materiais.

Os principais agentes de degradação são de origem climática: umidade do ar, temperatura, vento e outros (SALLES, 2006). De modo particular, os materiais cerâmicos estruturais são frequentemente empregados nas construções em muitos países e, quando expostos à ação do meio em que se encontram, tendem a sofrer algum tipo de alteração, constituindo os processos de deterioração ou envelhecimento.

O problema da durabilidade nos materiais de construção é um fator de grande preocupação. Em parte, esse problema deve-se ao desconhecimento das características físicas, químicas e mecânicas dos materiais em utilização. A alteração nos materiais cerâmicos pode estar diretamente relacionada com as condições ambientais, que variam de acordo com o local.

Nas zonas litorâneas, a existência de substâncias oriundas do mar é frequente, sendo que atualmente, verifica-se nestas zonas elevadas densidades populacionais, resultando no aumento significativo de construções. Assim, torna-se óbvia a interação existente entre a salinidade marinha e os materiais de construção, nomeadamente os cerâmicos estruturais.

A salinidade é considerada um importante agente de alteração que atua sobre materiais de construção de qualquer composição. Sua atividade envolve mecanismos de cristalização e deposição de sal na superfície dos diversos materiais, penetração da solução salina nos poros, fraturas, fissuras e desagregação, o que ocasiona a degradação. As cerâmicas estruturais (tijolos, telhas, ladrilhos, etc.) são sensíveis a esse fenômeno e podem, além dos aspectos citados, apresentarem rapidamente

eflorescências, manchas escuras ou claras provenientes de depósitos salinos formados nas peças.

Há quase vinte anos, tem-se observado um crescente interesse científico com relação aos efeitos da cristalização de sais em variados materiais, uma vez que, este fenômeno de alteração pode levar a consequências estéticas, culturais, arquitetônicas e econômicas de uma edificação (GALHANO & SIMÃO, 2010). Neste sentido, avaliar o comportamento de materiais cerâmicos em condições adversas de salinidade é um indicativo de controle de qualidade.

1.2 OBJETIVOS

O objetivo geral desta dissertação foi avaliar o efeito da salinidade marinha na durabilidade de materiais cerâmicos vermelhos, em função da temperatura de queima, utilizando água do mar sintética, em laboratório.

Os objetivos específicos foram:

- Caracterizar a matéria-prima: física, química (EDX), mineralógica (DRX), por espectroscopia de fluorescência de raios X, análise térmica (ATD e ATG) e difração de raios X.
- Produzir corpos de prova calcinados em quatro diferentes temperaturas (600, 800, 950 e 1050 °C).
- Determinar as propriedades tecnológicas dos corpos de prova produzidos;
- Determinar o comportamento à degradação dos corpos de provas através do comparativo entre as propriedades tecnológicas do material intacto e degradado.
- Identificar e avaliar possíveis alterações da estrutura cristalina, por difração de raios X, das amostras submetidas ao tratamento de imersão, em comparação com o comportamento das amostras intactas.

1.3 JUSTIFICATIVAS DE RELEVÂNCIA DA PESQUISA

A durabilidade dos materiais de construção é um importante parâmetro a ser estudado, pois possibilita um maior conhecimento da variação do comportamento das propriedades físicas, químicas e mecânicas dos materiais quando expostos aos agentes de degradação. A alteração sofrida por esses materiais está diretamente relacionada à variação das condições ambientais nas quais se encontram.

Nas zonas litorais do continente verifica-se que a presença de substâncias oriundas do mar é frequente, contribuindo para a interação constante entre os materiais de construção, nomeadamente os cerâmicos vermelhos, e a salinidade marinha proveniente dos oceanos. Considera-se que esta interação constitui um contínuo problema, que resulta em diversas consequências para estrutura.

A partir dessa interação é possível observar a degradação natural dos materiais cerâmicos, que se deterioram em poucos anos de exposição às condições marinhas. Baseado nessa problemática despertou-se o interesse de se avaliar em laboratório o comportamento desses materiais, definindo suas características funcionais afetadas pela ação da salinidade.

Assim, esta pesquisa avaliou os efeitos da salinidade marinha na durabilidade dos materiais cerâmicos vermelhos em função da temperatura de calcinação. Para este efeito, foi estabelecida uma metodologia experimental de ensaios em laboratório, onde as peças cerâmicas foram submetidas a ensaios acelerados de envelhecimento por imersão em água do mar sintética.

1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho está organizado da seguinte forma:

- Capítulo 1 com uma introdução, objetivos e justificativas.
- No Capítulo 2 apresentam-se considerações gerais relativas à revisão bibliográfica. São abordadas de maneira sucinta, definições, a utilização e as características dos materiais cerâmicos vermelhos. O Capítulo também trata da salinidade marinha e como as cerâmicas são modificadas quando estão expostas nesse ambiente.

- No Capítulo 3 é apresentada uma descrição dos ensaios e métodos experimentais utilizados e indispensáveis para a caracterização da massa argilosa. Além disso, é descrita toda a metodologia utilizada para analisar o efeito da salinidade marinha na durabilidade das cerâmicas.

- O Capítulo 4 contém os resultados experimentais da pesquisa, neste Capítulo é apresentada a caracterização da argila escolhida para a produção dos corpos de prova e os resultados dos ciclos de imersão realizados com os corpos de prova.

- No Capítulo 5 apresentam-se as conclusões da pesquisa e as considerações para sua continuação com indicação de futuros trabalhos.

Seguem-se as Referências consultadas para a elaboração desta dissertação. O texto ainda é complementado por Apêndices e Anexos, que servem de apoio ao entendimento dos resultados da presente pesquisa.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CERÂMICOS

2.1.1 Materiais Cerâmicos Vermelhos

A cerâmica ou materiais cerâmicos são denominados como materiais inorgânicos e não-metálicos, obtidos na maioria das vezes através de elevado tratamento térmico. Eles são considerados materiais frágeis, duros e apresentam pouca tenacidade e ductilidade, rompendo com uma deformação de aproximadamente 0,1% (CALLISTER, 2012).

Diversos fatores como, propriedades, matérias-primas e áreas de utilização, mostram o quão amplo o setor cerâmico é. Desta forma segundo a Associação Brasileira de Cerâmica, este setor pode ser subdividido em (ABC, 2016):

- Cerâmica Vermelha: materiais com coloração avermelhada, empregados na construção civil, em utensílios domésticos e de adorno;
- Cerâmica Branca: materiais com coloração branca e geralmente recobertos por uma camada vítrea e incolor;
- Materiais Refratários: materiais com função de suportar elevadas temperaturas em processos de operação dos equipamentos industriais, por exemplo;
- Materiais de Revestimento (Placas Cerâmicas): materiais usados na construção civil na forma de revestimento;
- Vidro, cimento e cal;
- Isolante Térmico: materiais com elevada resistência térmica;
- Fritas: fritas (vidrado fritado) é um vidro moído, com finalidade de aprimoramento estético, como resultado, torna a peça impermeável e com maior resistência mecânica;
- Corantes: constituídos de óxidos puros ou pigmentos inorgânicos sintéticos. São adicionados aos esmaltes e corpos cerâmicos para fornecer colorações diversas e efeitos especiais;
- Abrasivos: substâncias naturais ou sintéticas utilizadas para desgastar, polir, ou limpar outros materiais;

- Cerâmica de Alta Tecnologia (Cerâmica Avançada): materiais desenvolvidos a partir de matérias-primas sintéticas de altíssima pureza e por meio de processos precisamente controlados.

No Brasil há aproximadamente 7329 unidades produtoras, acarretando uma produção de 4.000.000.000 peças/ano de blocos cerâmicos e 1.300.000.000 peças/ano de telhas. São gerados 293.000 empregos diretos movimentando um faturamento de R\$ 18 bilhões (ANICER, 2017).

De acordo com Smith (1998), os materiais cerâmicos são produzidos a partir de três componentes básicos: minerais argilosos, areia e feldspatos. Os minerais são essencialmente aluminossilicatos hidratados ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{SiO}_2\text{H}_2\text{O}$) com pequenas quantidades de outros óxidos, tais como TiO_2 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O e K_2O . O mesmo autor aponta que esses materiais são classificados como bons isolantes térmicos e elétricos, pois não possuem elétrons de condução. Eles possuem uma elevada temperatura de fusão e uma grande estabilidade química proveniente das suas fortes ligações químicas.

No que se refere à cerâmica vermelha, a argila é um forte componente da matéria-prima. Isto pode ser explicado devido às propriedades que apresentam, como por exemplo, plasticidade, resistência mecânica após queima, possibilidade de aplicação por técnicas de processamento simples e por estar disponível em grande quantidade.

As cerâmicas vermelhas também classificadas como cerâmica tradicional, são materiais empregados na construção civil (telhas, tijolos, blocos, etc.), apresentam uma coloração avermelhada, proveniente do óxido de ferro presente nas argilas. De modo particular os tijolos comuns, onde o material constituinte é conhecido como argila cozida, barro ou barro vermelho, são queimados a temperaturas que podem atingir 900 °C, 1000 °C ou a 1050 °C (CRUZ, 2010). A cor vermelha é atribuída à presença de óxido de ferro nas matérias-primas e à temperatura de queima.

O termo “argila” não possui um consenso na literatura científica, mas pode ser empregado em duas formas mais usais de classificação.

- Do ponto de vista granulométrico: fração fina de sedimentos (com diâmetro inferior a 2 μm);

- e da ótica mineralógica: grupo de minerais que são silicatos hidratados de alumínio.

As argilas são classificadas como materiais constituídos por partículas finamente divididas formadas essencialmente por argilominerais, um material natural, terroso, de granulação fina, que quando hidratada adquire certa plasticidade. Compreendem as partículas do solo de diâmetro inferior a 2 μm , das quais podem fazer parte diferentes tipos de minerais como: silicatos hidratados de alumínio e ferro (filossilicatos) e ainda conter certo teor de elementos alcalinos e alcalinos terrosos, além de matéria orgânica, sais solúveis (impurezas) e partículas de quartzo, dolomita, calcita e outros minerais residuais cristalinos ou mesmo amorfos (BERGAYA; THENG; LAGALY, 2006; TEIXEIRA-NETO, E ; TEIXEIRA-NETO, A, 2009; MURRAY, 2007).

Os tipos de argilas mais comuns são formados de folhas tetraédricas (T) de silício e octaédricas (O) de alumínio, e, com menor frequência, de magnésio e/ou ferro. As folhas tetraédricas (T) de silício e octaédricas (O) de alumínio encontram-se agrupadas nas unidades nas proporções 1:1 (TO) ou 2:1 (TOT). As argilas resultam de processos metamórficos, magmáticos, hidrotermais, diagenéticos e intempéricos, de outros silicatos principalmente feldspatos e feldspatóides (SHREVE & BRINK, 1977).

Segundo Motta *et al.* (2001), a argila em sua maior parte é constituída por argilominerais, entretanto pode também conter outros minerais como, quartzo, mica, pirita, hematita, matéria orgânica, entre outras impurezas. Os principais argilominerais são caulinita, illita e esmectita ou montmorilonita.

Na argila, o composto de maior abundância é o óxido de silício (SiO_2 — sílica), seguido pelo óxido de alumínio (Al_2O_3 — alumina) como o segundo de maior predominância. A concentração de alumina em uma argila é um indicativo da quantidade de argilominerais e da sua plasticidade (PEÇANHA JUNIOR, 2006).

Vários pesquisadores (ALEXANDRE, 1997; HOLANDA e SOUZA, 1999; VIEIRA, 2001), dentre outros, já estudaram detalhadamente e caracterizaram as argilas do município de Campos dos Goytacazes. Todos os resultados obtidos foram semelhantes e apontaram como principais características a predominância da caulinita, conforme mostram os difratogramas da Figura 2.1.

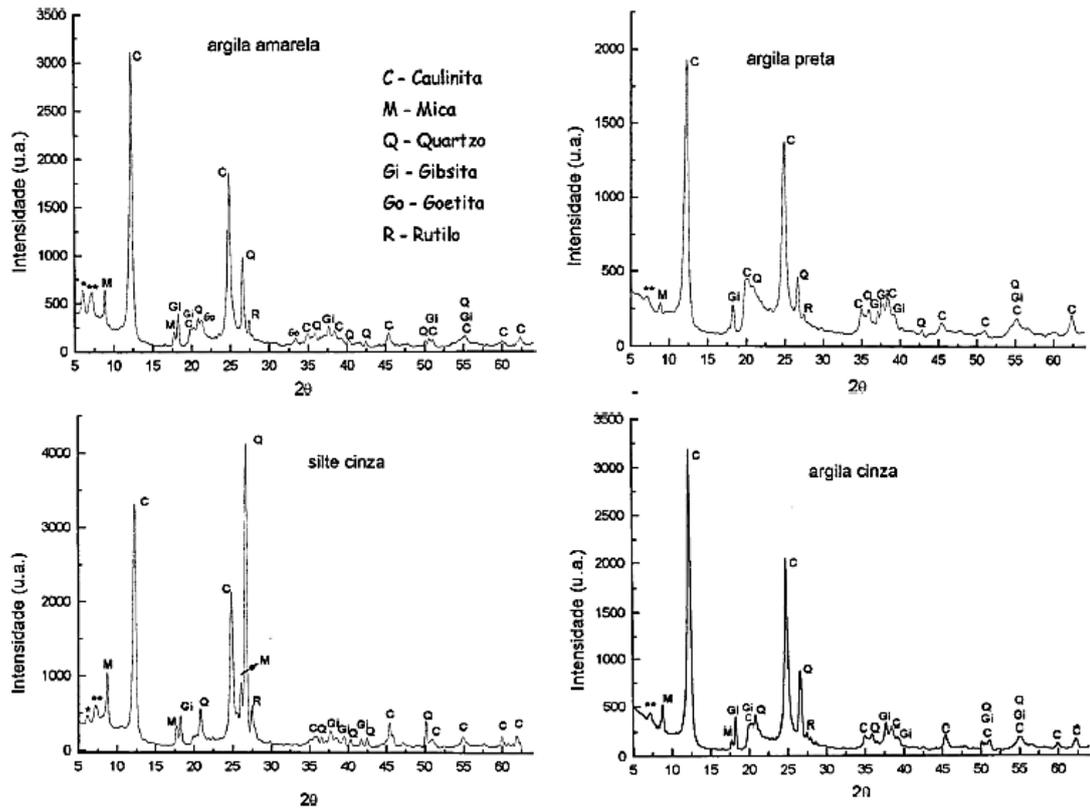


Figura 2.1 – Difratogramas de raios X de algumas argilas de Campos dos Goytacazes/RJ. (Fonte: Vieira, 2001)

Além da natureza caulínica das argilas, as massas cerâmicas de Campos dos Goytacazes ainda são caracterizadas pelos seguintes fatores: alto teor de fração argila, o que provoca alta plasticidade e, conseqüentemente, aumento de porosidade; baixo teor de óxidos fundentes, o que não contribui na redução da temperatura para formação de fase líquida prejudicando a sinterização; e a presença da gibbsita, que também contribui para o aumento da perda ao fogo, bem como o aumento da refratariedade da massa cerâmica, necessitando de mais energia para consolidar as partículas (MONTEIRO et al., 2004).

Segundo Pedroti (2011), as propriedades apresentadas por certas argilas como suportar sem se deformar altas temperaturas e também ataques corrosivos, proporcionam ao material cerâmico, uma grande e vasta área de estudo. Tais observações foram feitas nos diferentes tempos da história, em que esses materiais revestiam fornos, habitação ou eram usados como utensílios domésticos. Atualmente, o material cerâmico é usado também em foguetes, motores, satélites, entre tantas outras aplicações.

2.1.2 Durabilidade de Materiais Cerâmicos Vermelhos

A indústria da cerâmica vermelha vem buscando, cada vez mais, a obtenção de materiais duráveis, proporcionando a ampliação do mercado e o crescimento do valor agregado ao produto final, propiciando confiabilidade ao mesmo (PEDROTI, 2007). Dessa forma, todos os materiais envolvidos numa construção devem apresentar as características adequadas para que seja possível o correto desempenho sob condições previstas durante o seu tempo de vida útil (CHAVES, 2009).

De acordo com a norma NBR 15575-1 (2013), define-se vida útil como o período em que uma construção e/ou seus sistemas se prestam às atividades para as quais foram projetados e construídos.

A durabilidade pode ser definida como a capacidade que uma construção e seus elementos possuem para manter determinadas características, de forma a permitir o seu desempenho sob condições previstas durante um determinado período de tempo. Por isso, é fundamental que o método construtivo adotado seja o mais adequado.

Pretende-se então que as construções e seus componentes apresentem uma durabilidade adequada, de modo que a sua vida útil seja a prevista. Apenas desta forma é possível que os materiais resistam às ações que lhes são impostas ou pelo menos para que as consequências dessas ações sejam minimizadas, aumentando o tempo de vida da construção e minorando os gastos necessários para sua reabilitação (FONSECA, 2012).

Segundo Xavier (2006), o processo de degradação nos materiais cerâmicos através do contato com as condições atmosféricas. Segundo Salles (2006), dentre os problemas construtivos ocasionados pela degradação destacam-se geralmente a desagregação, a decomposição, a desintegração e a oxidação.

Frasca (2005) aponta os agentes atmosféricos ou de intemperismo que agem diretamente nos materiais cerâmicos, tais como:

- Umidade na forma de chuva, névoa e umidade relativa do ar;
- Insolação e resfriamento sazonais: responsáveis pelos movimentos de dilatação e contração térmicos;

- Temperatura do ar: tende a acelerar as reações químicas;
- Vento: energia cinética que promove a ação abrasiva sobre as paredes.

Os materiais cerâmicos, quando expostos a condições climáticas locais apresentam diversos problemas. Xavier (2006) afirma que esses problemas ocorrem pelo fato das edificações não possuírem proteção mecânica externa nas paredes. A degradação manifesta-se através da redução de resistência mecânica, por exemplo. Nos cerâmicos os mecanismos de degradação atuantes são similares aos que agem nos processos intempéricos naturais.

Neste trabalho são estudados os efeitos provocados pelos agentes químicos e físicos. O agente físico provoca dilatação e contração térmica, ocasionando tensões internas na peça cerâmica. No que se referem aos agentes químicos, eles penetram nas fissuras e poros dos materiais, diminuindo a coesão e alterando os materiais constituintes. De acordo com Xavier (2006), a umidade e outros componentes que são transportados na solução podem propiciar novas cristalizações decorrentes de reações químicas, em especial quando sais solúveis estão presentes.

A ação dos sais tem sido responsável pela degradação de construções em algumas regiões costeiras e é objeto deste estudo. Os sais podem ser dissolvidos e levados para a superfície quando a umidade do ar é absorvida pela peça, ocasionando o manchamento da mesma. Quando ficam na parte interna, os sais se cristalizam e se expandem prejudicando a peça. Já na superfície a cristalização dos sais pode provocar eflorescência ocasionando a queda do revestimento.

Nas proximidades dos oceanos, em ambientes litorâneos, ocorre deposição de sais nos materiais, que dependendo da sua composição podem provocar ações mecânicas através da cristalização e eventuais ações químicas. As Figuras 2.2, 2.3, 2.4 e 2.5, mostram respectivamente alguns problemas observados quando as edificações não possuem uma proteção mecânica externa.

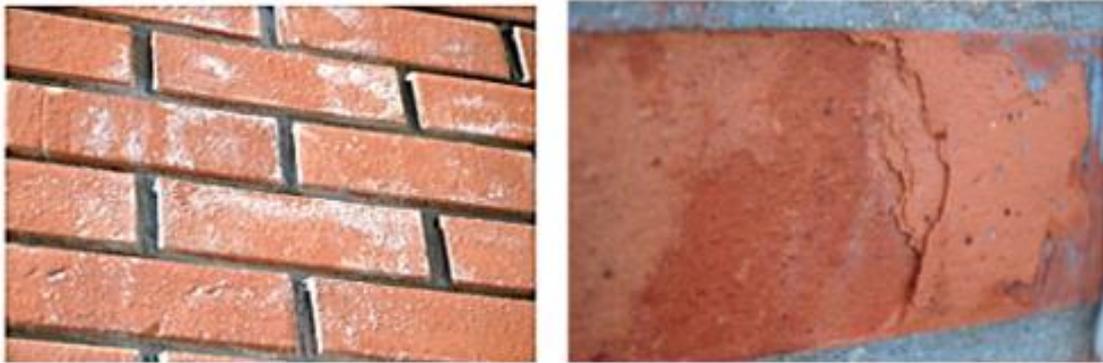
A Figura 2.2 mostra um exemplo de degradação na alvenaria de um muro próximo a um ambiente marinho; trata-se de uma construção em um condomínio residencial, localizado no município de São João da Barra-RJ.



Figura 2.2 – Degradação em alvenaria em ambiente marinho – São João da Barra/RJ.
(Fonte: acervo da autora)

A Figura 2.3 (a) ilustra um exemplo de eflorescência ocasionada por uma secagem lenta de uma solução com sais no interior do material cerâmico, resultante de infiltrações ou do solo. Esta secagem leva a precipitação de sais na superfície da estrutura através da evaporação; conforme já comentado, a cristalização de sais quando acontece perto da superfície pode gerar forças que promovem uma desagregação granular e escamação da peça.

A Figura 2.3 (b) mostra um exemplo de lascagem, fenômeno que está associado à acumulação de sais no interior do material cerâmico. A acumulação de sais provoca o descamamento superficial, resultando na perda do material. Este problema inicialmente se apresenta sob forma de escamação.



(a) Eflorescência em ladrilhos cerâmicos (b) Lascagem em ladrilho cerâmico

Figura 2.3 – Degradação em ladrilhos cerâmicos (a e b).
(Fonte: Fonseca, 2012)

Xavier (2006) cita a degradação rápida dos cerâmicos vermelhos gerada pela agressividade do ambiente marinho, provocando a completa decomposição das peças (Figura 2.4 a e b).



(a) Degradação rápida em alvenaria em ambiente marinho – Grussaí-RJ

(b) Degradação rápida em alvenaria em ambiente marinho – Grussaí-RJ

Figura 2.4 – Degradação rápida de alvenaria em muros em ambiente marinho (a e b).
(Fonte: Xavier, 2006)

O mesmo autor ainda mostra o efeito da ascensão por capilaridade de águas sulfatadas (Na_2SO_4), o resultado é a degradação das primeiras fiadas de blocos, mesmo contendo proteção (chapisco, emboço e pintura) (Figura 2.5).

As patologias observadas nas estruturas apresentadas nas ilustrações estão relacionadas a diferentes fatores: proteção mecânica baixa, clima tropical, etc.; entretanto, a má qualidade dos produtos pode ser considerada o fator primordial.



Figura 2 5 – Degradação rápida de alvenaria por ascensão de águas sulfatadas.
(Fonte: Xavier, 2006)

Na cerâmica vermelha o processo de degradação tem uma intensidade que depende das condições atmosféricas em que as peças estão inseridas e também do nível de tratamento térmico a elas imposto. Os efeitos provocados por essa degradação são absorção de água, aumento da porosidade, perdas relacionadas à resistência e à variação de dimensão por retração ou expansão.

2.1.3 O Processo Cerâmico e as Transformações da Matéria-Prima

2.1.3.1 Processo de Fabricação

Os processos utilizados para a fabricação dos materiais cerâmicos são parcialmente ou totalmente similares e se diferem de acordo com o tipo de peça ou material desejado. De modo geral, o processo de fabricação dos materiais cerâmicos é composto por uma série de etapas, as quais podem ser visualizadas na Figura 2.6 e resumidas na seguinte sequência:

- Preparação das matérias-primas: extração, beneficiamento e formulação;
- Conformação dos produtos: extrusão e/ou prensagem;
- Tratamento térmico: secagem e queima.

A Figura 2.6 ilustra a sequência básica característica dos processos de fabricação dos blocos cerâmicos.

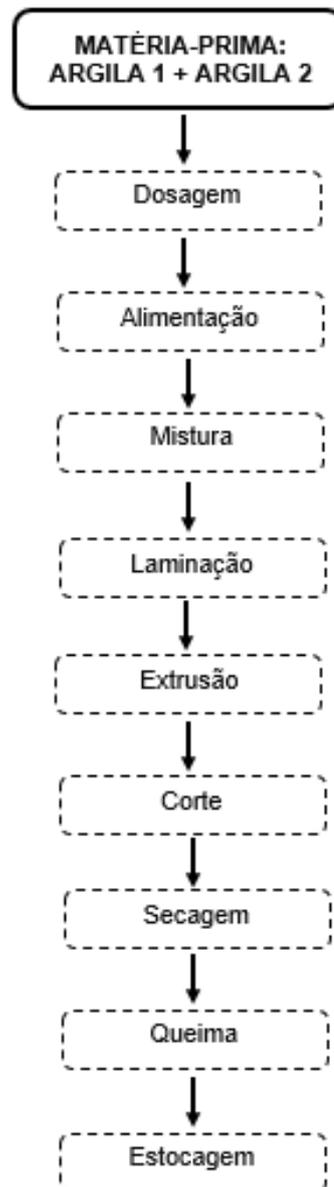


Figura 2.6 – Esquema básico típico de processos de fabricação de blocos cerâmicos.
(Fonte: elaboração própria)

Conforme mostra o esquema representado na Figura 2.6, primeiramente faz-se a preparação da massa cerâmica com um ou mais materiais argilosos. De modo geral, mistura-se uma argila mais plástica com uma menos plástica (no jargão dos ceramistas: “gorda” e “magra”, respectivamente). A argila “magra” apresenta menor plasticidade e é rica em quartzo. Já a argila “gorda” é caracterizada por sua alta plasticidade, granulometria fina e composição basicamente de argilominerais (MOTTA *et al.*, 2001).

Após a mistura, todo material é laminado e realiza-se a conformação da peça cerâmica; neste trabalho a conformação foi realizada por extrusão. Na indústria da

cerâmica vermelha a extrusão é o método mais utilizado, por ser mais econômico, entretanto gera um produto de menor valor. A extrusão é uma técnica de produção associada à elevada produtividade, principalmente para produtos de seção transversal constante (RIBEIRO *et al.*, 2003).

Na etapa de extrusão a massa cerâmica é forçada, previamente desaerada, através de uma dada matriz (boquilha), utilizando um êmbolo ou um parafuso (BOCH e NIÈPCE, 2007), adquirindo assim a forma pré-determinada pela matriz projetada para a peça. A extrusora (maromba) é o equipamento encarregado pela condução, compactação e extrusão da massa cerâmica. A Figura 2.7 apresenta um esquema da máquina de extrusão do tipo parafuso (maromba), sendo esta a mais utilizada.

Vale ressaltar que a etapa de extrusão deve apresentar alguns cuidados e as proporções devem ser estudadas, afim de evitar empenos ou distorções, escamação, fissuras, segregação e inclusões.

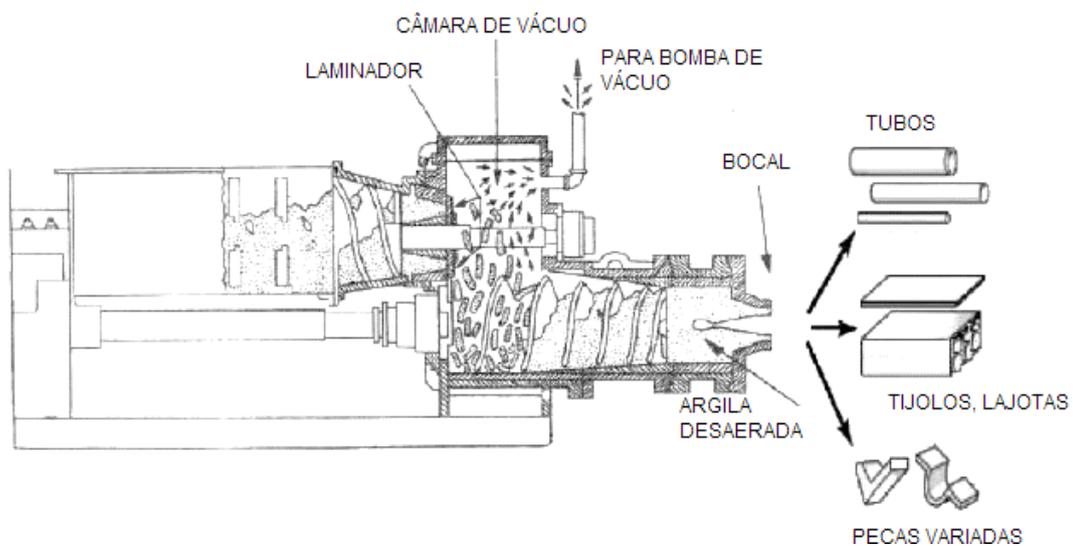


Figura 2.7 – Esquema ilustrativo e simplificado das partes de uma extrusora.
(Fonte: BEQ, 2016)

Após a extrusão se faz o corte das peças e o material é levado para secagem naturalmente ou através de processo mecânico, a secagem é uma etapa importante na maioria dos produtos cerâmicos, cujo objetivo primordial é uma adequada eliminação do excesso de umidade.

As peças após a secagem estão aptas para serem queimadas. A etapa de queima é considerada a mais importante, além de representar a maior parcela do

custo industrial; é neste estágio que as peças adquirem as propriedades necessárias para sua utilização (DUTRA, 2007).

De acordo com Fonseca (2012), as transformações que ocorrem durante o processo de queima apresentam grande complexidade e resultam da composição química e mineralógica do material de partida, que podem ocasionar alterações da dimensão e da massa dos produtos. Por isso, os parâmetros de queima devem ser determinados conforme a composição do material. Após todas as etapas descritas anteriormente o produto é estocado.

2.1.3.2 Transformações Térmicas e Comportamento de Algumas Matérias-Primas

No processamento dos produtos cerâmicos, como destacado anteriormente, a queima é considerada uma das etapas mais importantes, quando o material sofre as reações e as transformações químicas e físicas necessárias para propiciar ao produto final, microestruturas com propriedades desejadas. Para Boch e Nièpce (2007), é a ação da temperatura sobre a massa cerâmica que transforma esta mistura granular dispersa em um corpo sólido de elevada resistência.

Nos produtos cerâmicos ocorrem reações durante todo o processo de queima que variam de acordo com o tipo de argila utilizada, cujas transformações térmicas são basicamente: evaporação da água livre, desidroxilação, oxidação, vitrificação e sinterização da peça cerâmica.

Segundo Reed (1995), o processo de queima se resume em três etapas: pré-sinterização, sinterização e resfriamento.

A sinterização é considerada a etapa mais complexa do processo, a qual, para se alcançar as propriedades desejadas, é necessário um significativo conhecimento do material e do processo utilizado. Entretanto a pré-sinterização e o resfriamento não devem ser desconsiderados.

De acordo com Más (2005), na fase crua, as partículas estão conectadas pela plasticidade. Acima de 700 °C, os fundentes (os óxidos de potássio, sódio e ferro, entre outros) formam líquido de alta temperatura, ou seja, vitrificam e consolidam as partículas.

Más (2005) compara a sinterização do corpo cerâmico, por fase líquida, como a formação de "soldas internas" entre as partículas do composto cerâmico (Figura 2.8). Conforme o corpo vai se resfriando, o líquido entre as partículas sólidas internas forma "pontos de solda". Quanto mais elevada é a temperatura de queima, maior é a quantidade de líquido que se forma e a malha dos pontos de solda internos se torna cada vez mais densa.

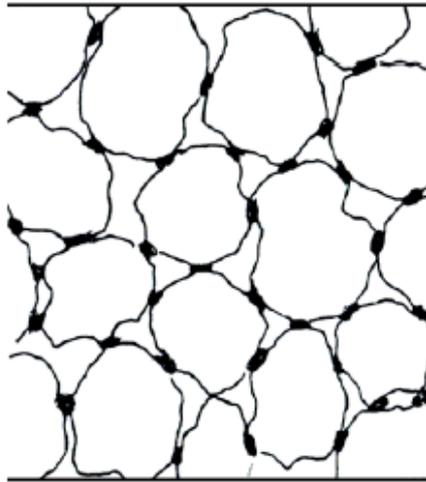


Figura 2.8 – Esquema de sinterização.
(Fonte: Más, 2005)

O processo de queima envolve fundamentalmente quatro fenômenos: consolidação, densificação, crescimento ou decréscimo de alguns grãos ou desaparecimento de outros e reações físico-químicas no material granular e depois no material consolidado (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Segundo Toledo (2003), o comportamento da massa cerâmica sofre algumas oscilações na presença das transformações térmicas, sobretudo por envolverem matérias-primas naturais, cujas composições possuem heterogeneidade, diversidade de concentração de seus constituintes e diversas impurezas. Na Tabela 2.1 estão resumidas as principais transformações que ocorrem nos materiais argilosos em decorrência da temperatura, essas transformações são esquematizadas na Figura 2.9.

Tabela 2.1 – Principais ocorrências e reações térmicas no processo cerâmico.

Temperatura (°C)	Efeitos Térmicos
Até ≈ 150	Evaporação de águas de plasticidade, de amassamento e de capilaridade - águas não ligadas, presentes nos poros e preenchendo vazios.
≈ 100 – 400	Liberação contínua de água zeolítica (presente entre as moléculas de alguns tipos de argilas).
≈ 280	A gibbsita $[Al(OH)_3]$ sofre desidroxilação.
300 – 360	Reação da desidroxilação da goethita $[FeO(OH)_3]$ considerando: <ul style="list-style-type: none"> ▪ 320 °C – com substituição isomórfica por Al^{3+} (muito próximo da gibbsita); ▪ 360 °C – sem substituição por Al^{3+}.
200 – 600	Oxidação de matéria orgânica.
450 – 600	Em caulinitas ocorre uma rápida saída de água, processo de desidroxilação, transformando-a na fase amorfa metacaulinita. Nesta etapa os gases formados a partir de outros materiais são liberados. É importante que a atmosfera do forno seja oxidante para que ocorram reações completas das liberações gasosas.
≈ 573	Inversão polimorfa do quartzo $(SiO_2)\alpha \leftrightarrow \beta$; provoca alterações de volume ± 2 (expande no aquecimento).
≈ 600 – 800	Impurezas solúveis (sais) que se precipitam dos interstícios das partículas fundem-se formando um filme líquido preenchendo poros capilares, estabelecendo pontos de contato entre partículas (uma espécie de pseudosinterização das argilas).
700 – 950	Ocorre a desidratação química contínua (perda da água de constituição das moléculas pelos processos de desidroxilação) dos minerais micáceos (ilita e muscovita), cujo efeito máximo ocorre em torno de 850 °C.
≈ 675 – 950	Decomposição da calcita: $CaCO_3$
≈ 800 – 900	Argilas reagem com fluxos tais como impurezas tipo carbonatos (ex.: K_2CO_3) para fornecerem uma fase líquida viscosa nos interstícios das partículas.
> 950	Ocorre a vitrificação seguida da cristalização.
980	Nucleação da mulita.
1050	Sílica amorfa proveniente dos argilominerais inicia a formação da cristobalita.
1050 – 1200	Feldspatos presentes na massa iniciam fusão, dissolvem a sílica e alguns outros materiais, favorecem a formação de uma fase vítrea da cerâmica com o fechamento de poros e rápido decréscimo da porosidade. Presença de mulita e cristobalita, dependendo da matéria-prima.

(Fonte: Toledo, 2003)

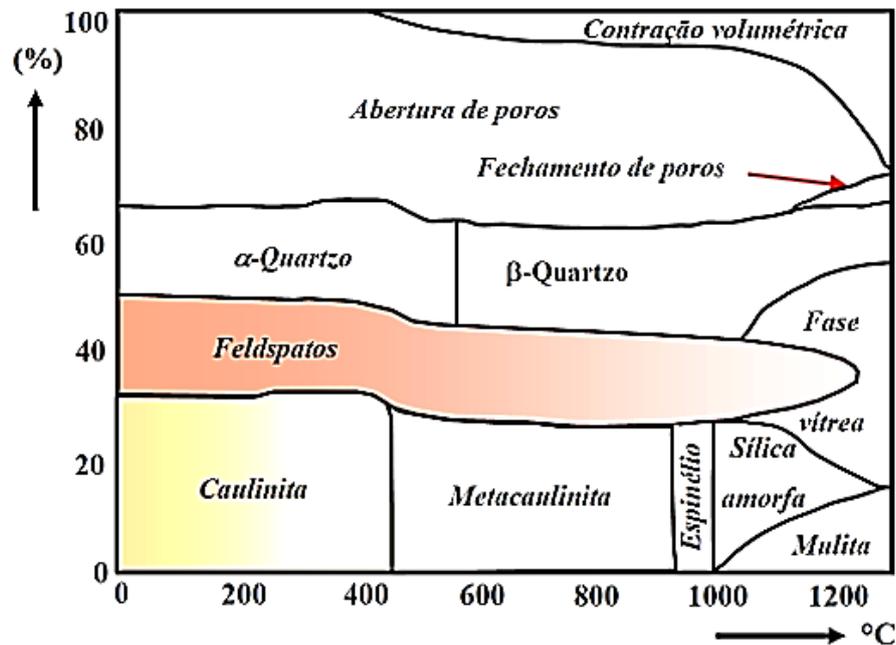


Figura 2.9 – Ilustração básica típica do comportamento de um material cerâmico em função da matéria-prima e da temperatura.
(Fonte: Toledo, 2003)

2.2 SALINIDADE

2.2.1 Aspectos Gerais

O Brasil está situado no continente americano e ocupa a parte centro-oriental da América do Sul, tem a maioria de suas terras localizadas nas latitudes mais baixas do globo, o que lhe atribui as características de país tropical. Apresenta uma linha costeira que se estende pelo Oceano Atlântico, uma das maiores do mundo, com extensão de 7.367 km (IBGE, 2016).

A maior parte da população brasileira reside em área litorânea, determinando a forte presença de construções nestas áreas. Pode-se então afirmar que grande parte das construções existentes está localizada próxima à zona costeira, fazendo com que exista uma interação constante entre os ambientes marinhos e as edificações urbanas.

Conforme já comentado em tópicos anteriores, na durabilidade dos materiais cerâmicos o efeito do ambiente marinho é um dos fatores de degradação. O nevoeiro salino pode ser arrastado pelo vento desde as zonas costeiras para zonas afastadas da costa; vale ressaltar que a concentração de sais na atmosfera diminui rapidamente com a distância da costa (CRUZ, 2010).

Quando se discutem sobre os principais fatores de degradação de peças cerâmicas em ambientes marinhos, é essencial destacar a água do mar como principal agente de degradação. Mehta & Monteiro (1994) afirmam que no ambiente marinho o principal agente responsável por processos físicos e químicos de degradação é a água salgada.

A salinidade destaca-se entre as propriedades da água, representando um grande perigo para as estruturas. No ambiente marinho a agressividade química é proveniente, principalmente, dos sais que se encontram dissolvidos na água do mar.

Os elementos distribuídos nos oceanos são classificados pelos oceanógrafos em 3 grupos: elementos inorgânicos maiores (Cl, Na, S, Mg, Ca, K), elementos menores (Br, C, Sr, B, Si, F) e elementos traços (N, Li, Rb, P, I, Fe, Zn, Mb). Na água do mar estes elementos estão sempre presentes como componentes de certos compostos químicos. Alguns compostos como os que contêm sódio e potássio são muito estáveis, enquanto outros, que contêm silício e magnésio, são relativamente instáveis (ROSS, 1982).

A concentração de sais presentes na água do mar varia segundo a profundidade, a temperatura e a proximidade da costa. A concentração dos principais componentes da água pode variar devido à ação de diversos processos como a formação e derretimento de geleiras, evaporação e a chuva. Vale observar que estes efeitos sofrem modificações ao longo das estações do ano (LIMA & MORELLI, 2004).

Na água do mar os íons mais abundantes que correspondem aproximadamente 99% dos sais do mar são: Cl^- , Na^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , K^+ . Conforme mostra a Figura 2.10, em média, em cada 1000 g de água do mar, cerca de 35 g são sais (CRUZ, 2010). Fonseca (2012) ressalta que a maioria dos íons que constituem os sais são o cloreto (Cl^-) e o sódio (Na^+), respectivamente com porcentagens médias de 55% e 30,6%, formando o cloreto de sódio (NaCl).

Íon	%	
Cl^- (Cloreto)	55,070	Anión
Na^+ (Sódio)	30,610	Cátion
SO_4^{2-} (Sulfato)	7,720	Anión
Mg^{2+} (Magnésio)	3,680	Cátion
Ca^{2+} (Cálcio)	1,180	Cátion
K^+ (Potássio)	1,100	Cátion
HCO_3^- (Bicarbonato)	0,400	Anión
Br^- (Brometo)	0,190	Cátion
Sr^{2+} (Estrôncio)	0,020	Cátion
Bo_3^- (Borato)	0,010	Anión
F^- (Fluoreto)	0,003	Anión

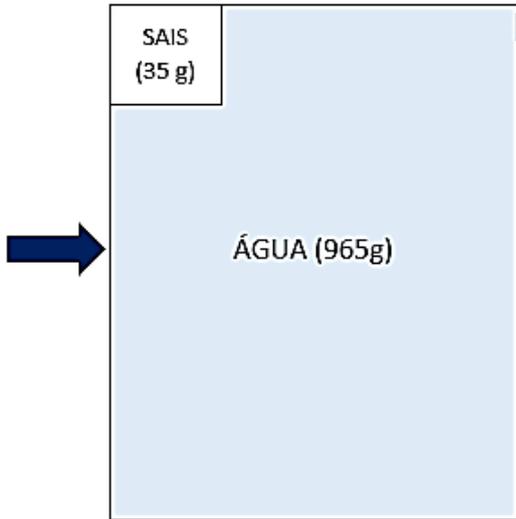


Figura 2.10 – Porcentagem média dos íons presentes nas águas dos oceanos.
(Fonte: Fonseca, 2012)

O cloreto de sódio (NaCl) apresenta grande importância não somente em relação à quantidade presente, conforme pode ser observado na Figura 2.11, mas também no que se refere à agressividade, destacando a corrosão formada a partir dos sais, com incidência frequente.

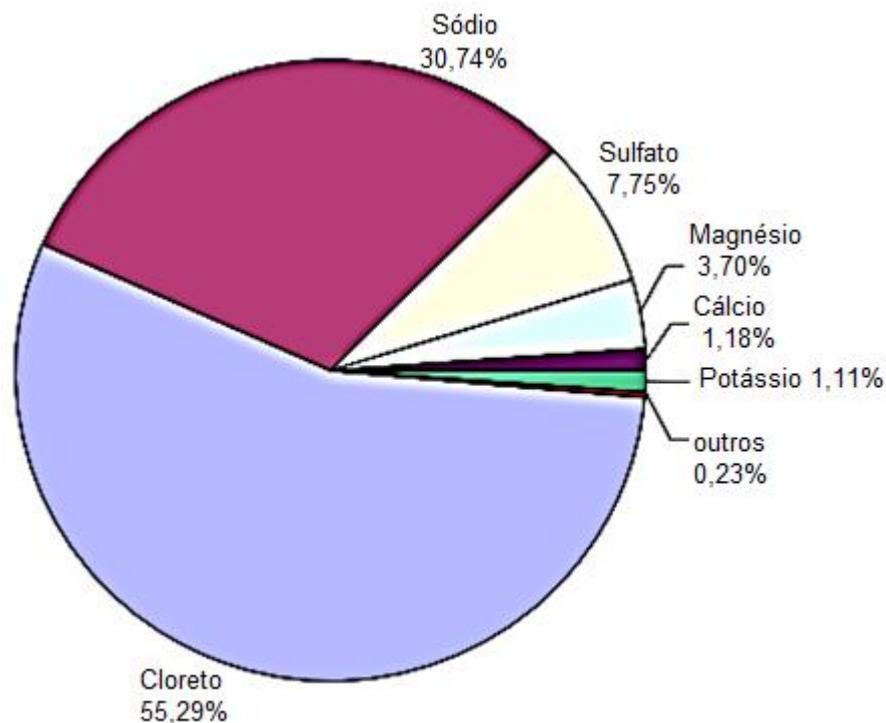


Figura 2.11 – Distribuição média dos sais na água do oceano.
(Fonte: Lima & Morelli, 2004)

A degradação provocada pelo NaCl tem sido estudada em variados materiais através de diversos autores, como por exemplo, em argilas para cerâmica estrutural (GALHANO & SIMÃO, 2010), na degradação de materiais cerâmicos (CRUZ, 2010; FONSECA, 2012), na durabilidade de geossintéticos (SALLES, 2006) e em concretos por Crauss (2010).

2.2.2 Mecanismos de Penetração

A penetração da salinidade pode ocorrer de variadas formas, através da chuva, pela ação do nevoeiro salino oriundo do mar e também quando o material está em contato com o solo. Nessa penetração ocorre o transporte de cloretos para o interior da rede dos poros dos materiais, entretanto é um processo que acontece somente em meio líquido, sendo assim, para os poros que não contiverem água, ou seja, que não estiverem dissolvidos numa solução, a penetração não acontecerá (FONSECA, 2012).

Os mecanismos de transporte para penetração dos sais são: absorção, migração, difusão e permeação. A absorção é um mecanismo de transporte de líquidos que acontece através dos poros capilares devido à tensão superficial do líquido. Nesse mecanismo os cloretos existentes no meio líquido penetram no material. Crauss (2010) explica que a entrada dos cloretos no material depende das características do líquido, como densidade, viscosidade e tensão superficial.

Nos materiais já saturados a absorção não acontece; para que a mesma ocorra é necessário que os poros estejam totalmente ou parcialmente secos. Este tipo de mecanismo se dá quando o material está suscetível a ciclos de molhagem e secagem.

No que se refere à migração, este mecanismo acontece devido à movimentação de substâncias com cargas elétricas presentes no interior da solução, ocasionada pela aplicação de uma diferença de potencial elétrico (CRUZ, 2010).

O mecanismo de migração iônica dos cloretos é um processo eletrolítico governado pela condutividade da solução dos poros, e depende da concentração dos diversos íons presentes na solução. Os íons mais atuantes no processo condutivo são Na^+ , K^+ , Ca^{2+} e OH^- . A condutividade dos íons Na^+ e K^+ é menor do que a condutividade dos íons cloreto. Já a participação do íon Ca^{2+} é bastante reduzida, visto que sua concentração na solução dos poros é muito pequena. Em relação ao íon OH^- , sua condutividade é alta quando comparada aos outros íons (CRAUSS, 2010).

A difusão é um mecanismo de transporte que pode ser definido como o movimento de massa que acontece de uma área de alta concentração para uma área de baixa concentração, em virtude de um gradiente de concentração ou devido à diferença de potencial químico, resultante do deslocamento do sal para o interior dos materiais (CRUZ, 2010). A penetração de cloretos por difusão ocorre na rede de poros dos materiais preenchida com água. Para acontecer a penetração não é necessária a movimentação da água, mas sim um gradiente de concentração de íons entre o interior e a superfície do material.

O transporte de cloretos através do mecanismo de permeação acontece quando a solução atinge toda a estrutura porosa dos materiais, mas somente em materiais já saturados. Nesse mecanismo a solução é transportada devido à diferença de pressão. Costa (1997) afirma que a permeação é considerada apenas em estruturas que estão submetidas a uma pressão hidrostática elevada.

2.2.2.1 Influência da Porosidade

A porosidade é uma característica fundamental para o controle da penetração de soluções e influencia em grande parte na velocidade de degradação dos materiais, tornando-se um importante parâmetro a ser estudado. No caso dos materiais cerâmicos, o tempo, a temperatura máxima de queima e o próprio método de fabricação, estão estreitamente ligados à porosidade final da peça (CRAUSS, 2010).

De acordo com Fonseca (2012), as características de porosidade influenciam diretamente na capilaridade, que é considerada um dos mecanismos de transporte que mais afeta a durabilidade dos materiais. A capilaridade está relacionada com a dimensão dos poros e a conectividade entre eles. Quando não existe uma conectividade a solução não avança e se concentra apenas na superfície do material. Um exemplo é a eflorescência, o mesmo autor ressalta que as eflorescências ocasionadas pela cristalização na superfície dos materiais provocam danos menores, quando comparadas com aquelas que acontecem no interior (sub-eflorescências).

Outro fator a ser considerado é a dimensão dos poros dos materiais, Lubelli (2006) afirma que no caso de poros com pequena dimensão, menores que $0,1 \mu\text{m}$ a absorção é lenta. A faixa que facilita a permeabilidade está entre $0,1 \mu\text{m}$ e $1000 \mu\text{m}$. As características da solução também apresentam grande importância, são elas

viscosidade e densidade. Segundo Fonseca (2012), existem fórmulas teóricas para o cálculo da penetração por capilaridade, onde são consideradas as características porosas do material em conjunto com as características da solução.

2.2.3 Interação Salinidade – Materiais de Construções

2.2.3.1 Mecanismos Físicos (Cristalização dos Sais)

A formação de cristais nas soluções salinas existentes nos poros e fissuras dos materiais é considerada um importante mecanismo na degradação dos materiais de construções. A cristalização é um processo que acontece quando um soluto dissolvido se retira da solução para formar cristais. Para que a cristalização aconteça é necessário que a solução esteja supersaturada, ou seja, deve apresentar uma quantidade de soluto superior à sua solubilidade, o que depende diretamente da quantidade de solvente existente e da temperatura da solução (CRUZ, 2010). A ocorrência da cristalização também pode estar relacionada ao ambiente, e acontece quando a umidade relativa é menor que a umidade relativa de equilíbrio da solução saturada de sal (FONSECA, 2012).

De acordo com Cruz (2010), no caso do cloreto de sódio a solubilidade varia pouco com a temperatura, sendo assim o aumento da concentração salina irá depender da evaporação da água.

O crescimento de cristais provoca ligeiras tensões. Fonseca (2012), em seus estudos, mostrou que além dessas tensões, o crescimento dos cristais provoca uma elevação de cargas (aumento de peso). Vários fatores estão relacionados ao crescimento e aos problemas causados pelos cristais de NaCl, como a supersaturação, a dimensão dos poros e a intensidade das forças repulsivas existentes entre os sais e a parede dos poros (SCHERER, 2004).

O início da cristalização dos sais em uma solução acontece através de um processo de nucleação, onde as moléculas presentes no soluto que se encontram dispersas no solvente se agrupam de maneira organizada (Figura 2.12).

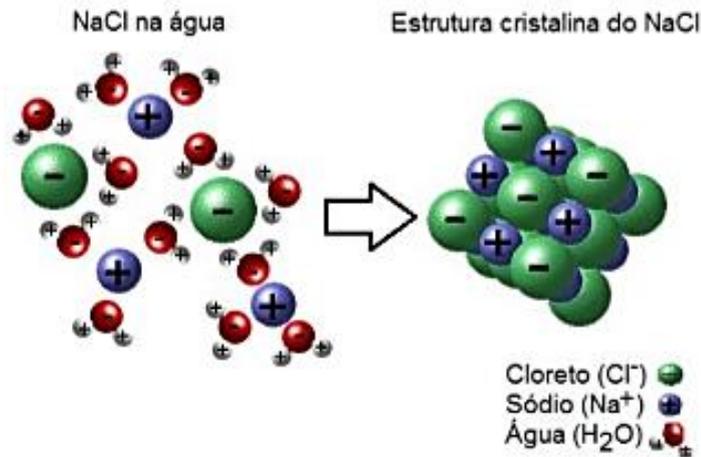


Figura 2.12 – Cristalização do NaCl.
(Fonte: Fonseca, 2012)

A supersaturação é um estado químico de uma solução que contém uma porcentagem de sais maior que a sua capacidade de dissolução. Quanto maior o grau de supersaturação das soluções maior será a velocidade de formação dos cristais.

Os ciclos de molhagem e secagem podem resultar numa supersaturação, já que na evaporação quando o material é molhado pela primeira vez os sais presentes se precipitam e ficam depositados. Num segundo ciclo quando ocorrer novamente a molhagem, a nova solução contendo sais, poderá ou não, dissolver os sais deixados pela primeira solução ocorrendo a evaporação novamente. Esse processo se repete de forma cíclica. Dessa forma, as soluções vão se enriquecendo através da acumulação de sais depositados até ocasionar sua saturação. Vale ressaltar que o cloreto de sódio não atinge altos graus de supersaturação.

Cruz (2010) relaciona a velocidade de formação dos cristais com o nível de degradação dos materiais e observa que a partir das propriedades dos materiais ainda não é possível prever a sua durabilidade, devido à cristalização dos sais solúveis. Ele relata sobre a dificuldade de se obter um ensaio acelerado que ocasione uma degradação equivalente à degradação observada em serviço, e que possibilite estimar a durabilidade desses materiais.

Segundo Cruz (2010), os principais questionamentos relacionados à cristalização seriam em que condições, onde ocorre e por qual motivo a degradação se origina dessa cristalização. De acordo com algumas teorias, a degradação é ocasionada pela pressão de cristalização. Essa pressão acontece quando os cristais se desenvolvem no interior dos poros exercendo pressão em suas paredes.

2.2.3.2 Degradação por Processos Químicos

O processo de alteração dos minerais que constituem os materiais cerâmicos está de alguma forma relacionado com a água. Pinto *et al.* (2006) explicam que a água marinha somente não constitui um agente de alteração química, entretanto sua presença é considerada indispensável, pois a mesma possui diversos sais que exercem uma importante ação química. A agressividade química do ambiente marinho se deve principalmente aos sais que se apresentam dissolvidos na água do mar, são eles: cloreto de sódio, cloreto de magnésio, sulfato de magnésio, sulfato de cálcio, cloreto de cálcio, cloreto de potássio, sulfato de potássio e bicarbonato de cálcio.

A degradação dos materiais é proveniente de uma série de reações químicas. Fonseca (2012) relata que interação entre a água e os materiais resulta nos fenômenos de dissolução, oxidação-redução e hidrólise. O mesmo autor aponta que quando se consideram ações químicas, a água é um importante agente.

Nas áreas urbanas conforme já mencionado, podem estar presentes compostos como o cloreto de sódio (NaCl), que modifica as propriedades naturais da água que apresenta um pH de 7. A água dos oceanos é classificada como alcalina e possui um pH que pode variar entre 7,4 e 8,5. Essa variação é baixa devido às reações relacionadas ao gás carbônico que tendem a manter o equilíbrio do pH (CRUZ, 2010).

O pH é controlado pela concentração de H^+ existente na água; quando essa concentração é alta, a água é classificada como ácida, entretanto quando se tem uma baixa concentração, a água é alcalina (água do mar, por exemplo).

Na hidrólise os íons H^+ substituem os cátions presentes nos minerais ocasionando sua alteração. Segundo Fonseca (2012), o tipo de ligação química é outro fator que influencia o grau de alterabilidade. A ligação química se estabelece quando átomos reagem entre si e ocorre entre os elétrons da camada mais externa da eletrosfera (camada de valência).

As ligações entre os elementos dependem da afinidade que os mesmos apresentam entre si, sendo definida pela menor ou maior distância entre os elementos na tabela periódica. A ligação existente entre os elementos de grupos distantes apresenta uma fragilidade maior, ao contrário dos elementos que se encontram mais próximos, estes formam ligações mais resistentes. Assim, nos materiais cujos

elementos não apresentam afinidade, existe uma maior probabilidade de ocorrer a separação por meio da ligação iônica, que se baseia na atração eletrostática entre íons de cargas opostas.

O ganho ou a perda de elétrons num átomo é denominada de oxidação ou redução. O termo oxidação está relacionada à perda e redução ao ganho de elétrons. Numa transformação química quando o número de elétrons se mantém constante, a oxidação e a redução ocorrem de forma simultânea.

O átomo para perder elétrons, é necessário a presença de outro que os possa aceitar, e vice-versa. Na natureza os elementos estão presentes sob variados estados de oxidação. A tendência que o elemento tem de perder ou ganhar elétrons depende do seu valor potencial padrão.

Na atmosfera as águas existentes, como exemplo, as partículas resultantes da agitação marinha se enquadram nos ambientes denominados oxidantes, em virtude do seu contato com o oxigênio existente na atmosfera. Assim, a maioria dos elementos que têm contato com esse tipo de água apresentará uma perda maior de elétrons. Para que aconteça a oxidação de um elemento, um composto oxidante deve estar presente, ou seja, com um valor de potencial padrão maior (FONSECA, 2012).

O potencial padrão nas águas é maior quando as concentrações de sais são maiores. Assim, quando se conhece os valores de potencial padrão para elementos e compostos diferentes é possível averiguar quais possuem maior propensão à redução ou oxidação, tomando como base os valores dos agentes constituintes da alteração, sais e água, que quanto mais distantes dos valores de referência, mais favorável será a ocorrência das reações de redução e oxidação.

2.2.4 – Ataque químico

Este ensaio buscou simular em laboratório a agressão sofrida pela cerâmica através do meio ambiente. No procedimento de alteração em laboratório os corpos de prova cerâmicos foram submetidos a ataques químicos utilizando água do mar sintética com o objetivo de avaliar o potencial dano causado pela exposição aos principais agentes intempéricos que proporcionam alterabilidade nos materiais cerâmicos vermelhos.

Conforme já discutido, os materiais cerâmicos apresentam alguns problemas quando expostos às condições ambientais, os ensaios tratados neste tópico simulam os problemas abordados no Item 2.1.2 que degradam os materiais cerâmicos vermelhos. O'Farrell *et al.*(1999) e O'Farrell *et al.* (2000) em seus trabalhos concluíram que a argamassa empregada para assentamento de alvenaria cerâmica sofre uma expansão proveniente da reação química dos sulfatos e cloretos quando estão em conjunto com a portlandita (Ca(OH)_2) e a brucita (Mg(OH)_2), ocasionando em 562 dias a falência do material.

No que se refere aos sulfatos, O'Farrell *et al.* (1999) analisou cerâmicas que sofreram ataques por água sulfatada presente nos solos, fenômeno frequente em regiões de clima tropical. Essas águas transportam sulfatos através dos capilares das peças depositando-os nos poros. Devido à variação de umidade e temperatura, ocorre a recristalização e expansão dos sulfatos resultante da reação química, ocasionando a degradação das peças.

Segundo Xavier (2006), as construções apresentam uma infraestrutura que geralmente não são impermeabilizadas, possibilitando a ascensão de água sulfatada pelos capilares da estrutura e da alvenaria, modificando a coesão entre as partículas do material cerâmico.

Em relação aos cloretos, O'Farrell *et al.* (2000) trabalhou com o ataque químico devido à solução de água do mar sintética de acordo com a norma CEN (1995). Este ensaio tem por objetivo simular o ataque químico nos cerâmicos causado por um ambiente marinho.

Xavier (2006) aponta que a agressão nos cerâmicos resultante da água do mar sintética é semelhante ao ataque por solução de sulfato de sódio. Os compostos químicos utilizados para produzir a solução da água do mar sintética para agressão

aos corpos de prova são apresentados na Tabela 2.2, a composição química segue as prescrições da norma CEN (1995).

Tabela 2.2 – Composição da água do mar sintética.

Composto Químico (Sal)	Quantidade (g/L)
Cloreto de Sódio P.A. – NaCl	30,0
Cloreto de Magnésio P.A. – MgCl ₂ .6H ₂ O	6,0
Sulfato de Magnésio P.A. – MgSO ₄	5,0
Sulfato de Cálcio P.A – CaSO ₄	1,5
Carbonato Potássico Hidrogenado P.A. – KHCO ₃	0,2

Fonte: CEN (1995)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste Capítulo são descritos os materiais utilizados e a metodologia empregada nesta pesquisa, envolvendo as amostras desde a coleta, caracterização da matéria-prima, até a conformação e queima dos corpos de prova. O Capítulo trata também dos ciclos de imersão na água do mar sintética (ataque químico), além dos aspectos e condições experimentais utilizadas para investigar o comportamento dos cerâmicos quando submetidos à salinidade.

3.1 ASPECTOS GERAIS

No desenvolvimento deste trabalho foram realizados ensaios para determinar as características da matéria-prima (massa argilosa), sendo apresentado na Figura 3.1 um organograma simplificado com a indicação das etapas envolvidas para a preparação das amostras e para posterior caracterização da matéria-prima.

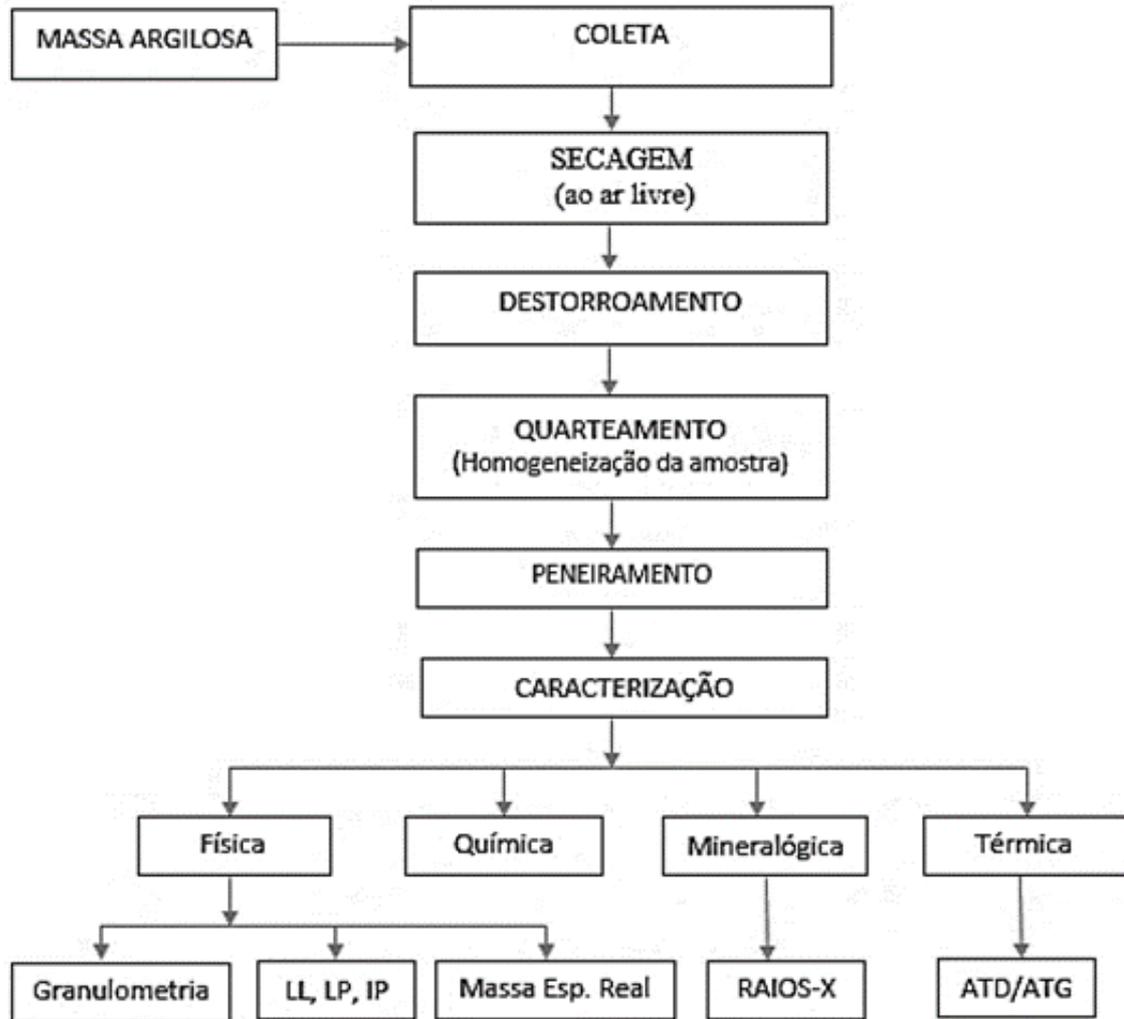


Figura 3.1 – Organograma das etapas de caracterização dos materiais
(Fonte: elaboração própria)

Após as caracterizações físicas, químicas, mineralógicas e térmicas do material, foram confeccionados corpos de prova cerâmicos moldados pelo processo de extrusão. A extrusão é o método mais utilizado na indústria da cerâmica vermelha, por ser mais econômico, apesar de gerar um produto de menor valor.

As Figuras 3.2 (a, b, c) a seguir ilustram o processo utilizado na confecção dos blocos.

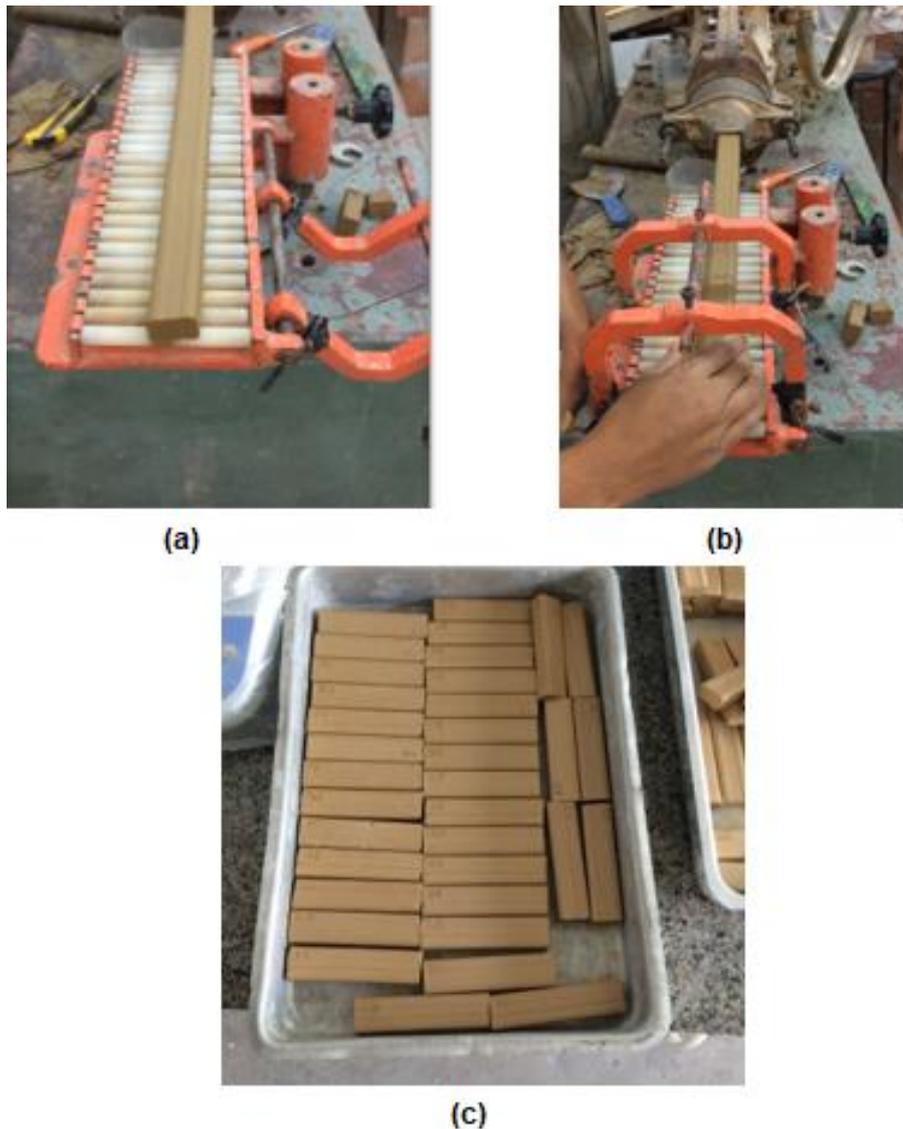


Figura 3.2 – Processo de fabricação dos corpos de prova cerâmicos.
(Fonte: acervo próprio)

3.2 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

No desenvolvimento deste trabalho foi utilizada como matéria-prima argila, denominada, amarela. A matéria-prima foi coletada e encaminhada ao Laboratório de Engenharia Civil – LECIV/UENF para devidas análises. Esta argila é frequentemente utilizada na confecção de tijolos maciços, revestimentos rústicos e tijolos aparentes pela Indústria Arte Cerâmica Sardinha, localizada no distrito de São Sebastião, pertencente ao município de Campos dos Goytacazes/RJ. Após coleta o material foi colocado em sacos para que a umidade característica fosse mantida. No laboratório todo material foi seco ao ar livre, destorroado, homogeneizado e quarteado para que pudesse ser utilizado nos ensaios, segundo a ABNT NBR 6457 (1986).

Com as amostras preparadas, foram realizados ensaios de caracterização da matéria-prima utilizando equipamentos disponíveis no LECIV-UENF e LAMAVUENF, para definir parâmetros importantes para a produção dos corpos de prova.

3.2.1 Caracterização Física

3.2.1.1 Análise Granulométrica

As curvas de distribuição granulométrica da argila foram determinadas segundo a prescrição da norma ABNT NBR 7181 (2016), que consiste na combinação entre o peneiramento do material e sua sedimentação. Como a granulometria influencia diretamente no processamento e nas propriedades finais do material, essa etapa é de suma importância para uma caracterização mais completa da matéria-prima. Os ensaios de análise granulométrica foram realizados no Laboratório de Solos do LECIV/UENF.

3.2.1.2 Limites de Atterberg

Para a utilização da matéria-prima em cerâmica vermelha é imprescindível a avaliação da plasticidade que se desenvolve em sua fase úmida, já que essa plasticidade irá definir a umidade ótima para a conformação da massa.

A determinação da consistência do material define a umidade através de métodos empíricos como limite de liquidez (LL), limite de plasticidade (LP), e índice de plasticidade (IP).

O índice de plasticidade (IP) de Atterberg é dado por:

$$IP = LL - LP$$

Onde o limite de plasticidade (LP) é o teor de água, expresso em % do peso de pasta seca a 110 °C, acima do qual a massa argilosa pode ser moldada em cilindros, com cerca de 3 a 4 mm de diâmetro e 15 cm de comprimento. O limite de liquidez (LL) é o teor de água, expresso em porcentagem do peso da pasta seca a 110 °C, acima do qual a massa argilosa, ensaiada no aparelho de Casagrande, ao receber 25 golpes, consegue juntar os dois lados do sulco formado na massa. Os ensaios para determinação dos Limites de Atterberg foram executados no Laboratório de Solos do LECIV/UENF, de acordo com as prescrições da norma NBR 6459:2016 e 7180 (2016).

3.2.1.3 Massa Específica Real dos Grãos

A determinação da massa específica real dos grãos da amostra da massa argilosa foi realizada de acordo com as normas NBR 6508 (2016) e NBR 6457 (1986). Nas argilas o valor padrão varia entre 2,55 e 2,77 g/cm³, diminui para solos que apresentam elevado teor de matéria orgânica e aumenta para solos ricos em óxidos de ferro, sendo o seu conhecimento importante para complementar a caracterização de solo (CAPUTO, 1988). Este ensaio foi executado no Laboratório de Solos do LECIV/UENF.

3.2.2 Análise Química: Fluorescência de Raios X

No estudo das argilas, a análise química por espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia apresenta grande importância para a identificação dos elementos presentes, auxiliando na posterior identificação mineralógica da amostra (ALEXANDRE, 2000).

A composição química da matéria-prima utilizada foi obtida através de análise realizada na Oficina de Microanálise do Laboratório de Engenharia Civil LECIV/UENF, com o equipamento Shimadzu EDX-700, ilustrado na Figura 3.3. O método consiste numa análise elementar por espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia.

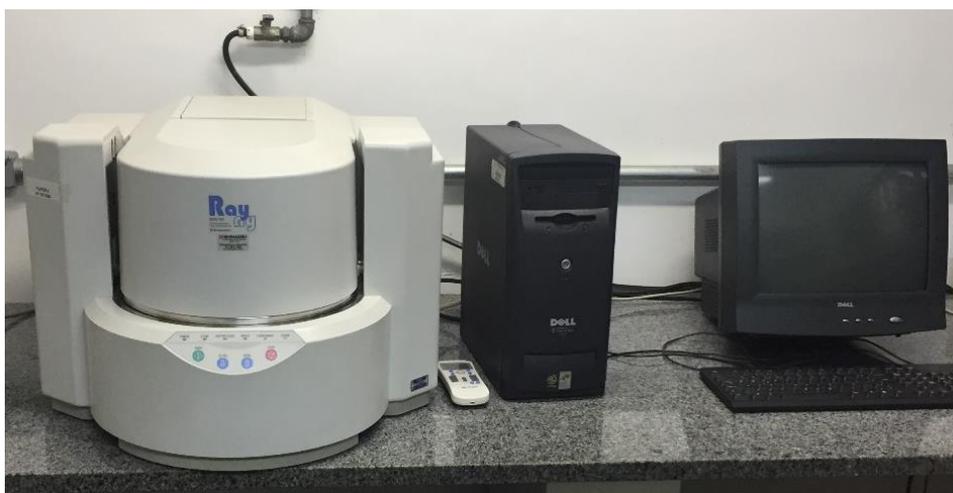


Figura 3.3 – Equipamento de EDX.
(Fonte: acervo da autora)

3.2.3 Análise Mineralógica

A difração de raios X, método do pó, tem sido responsável pelo desenvolvimento de várias áreas da Ciência e Tecnologia. É uma das técnicas mais eficazes nas análises qualitativa e quantitativa de compostos cristalinos em materiais inorgânicos, metálicos e cerâmicos, dentre outros, em várias aplicações.

São análises não-destrutivas em amostras em forma de pó, seção plana de sólidos, filmes finos em substratos, precipitados, resíduos, entre outros. Das informações obtidas incluem natureza e tipos das fases cristalinas presentes, grau de cristalinidade, quantidade das substâncias amorfas, microtensões, tamanho e orientação de cristalitos, distinção entre misturas, medidas precisas dos parâmetros da rede cristalina e expansão térmica (POOJARY, 1997).

O conhecimento da estrutura cristalina de materiais é essencial na investigação de suas propriedades, podendo monitorar o seu comportamento sob várias condições, bem como, desenvolver novos materiais a partir de matrizes conhecidas. No caso de materiais cerâmicos, as mudanças estruturais que ocorrem em função da temperatura podem ser acompanhadas e correlacionadas com o comportamento de outras propriedades importantes, tais como, difusividade térmica, resistência à flexão, retração volumétrica, porosidade aberta, absorção de água, etc. (TOLEDO, 2003).

A análise de difração de raios X (DRX) das amostras foi realizada no Laboratório LCFis/UENF, utilizando um difratômetro modelo Ultima IV, da marca Rigaku (Figura 3.4 a e b), com ótica Bragg-Brentano, com radiação Cu K α (40 kV, 30 mA) e 2θ variando de 3 a 60°, passo de 0,02° e tempo de acumulação de 3 s. Os difratogramas obtidos foram comparados com padrões da base de dados PDF-2 2013 (*Powder Diffraction File*) do ICDD (*International Centre for Diffraction Data*).

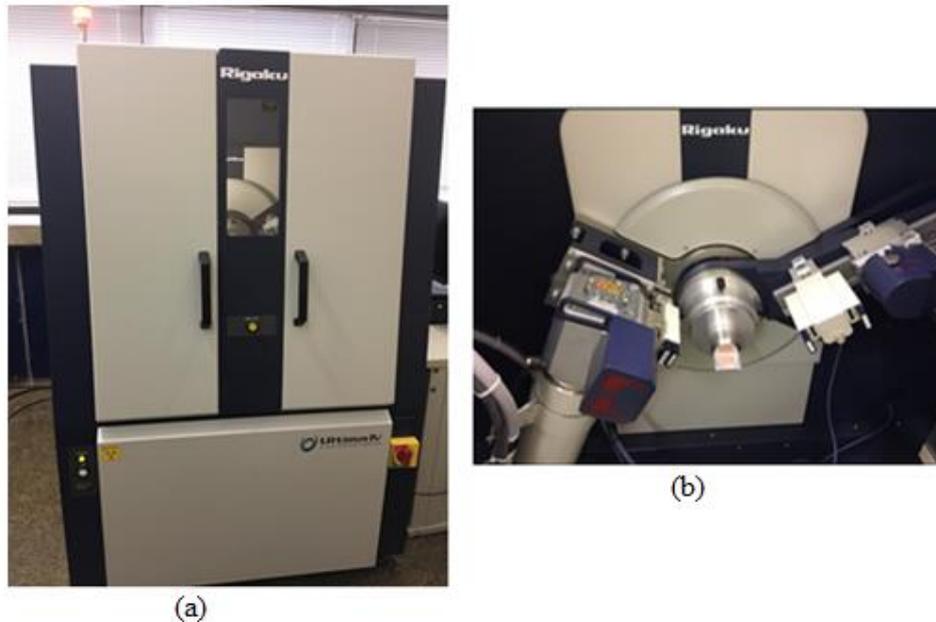


Figura 3.4 – Difratorômetro de Raios X – (a) difratorômetro e (b) geometria Bragg-Brentano.
(Fonte: acervo da autora)

3.2.4 Análise Térmica Diferencial (ATD) e Termogravimétrica (ATG)

No estudo das argilas as técnicas de análise térmica diferencial e termogravimétrica, são altamente aplicáveis para identificar os argilominerais e suas misturas. O procedimento de ATD consiste no aquecimento a uma velocidade constante de uma amostra de argila, em conjunto com uma substância termicamente inerte, geralmente $Al_2O_3-\alpha$, onde as diferenças de temperatura entre a substância inerte e a amostra de argila estudada são registradas. As curvas obtidas a partir dessas análises indicam ocorrência de transformações químicas e físicas, que ocorrem no aquecimento e são apontadas através de curvas (picos) exotérmicas e endotérmicas, causadas pelo tratamento térmico imposto à amostra. Essas curvas aparecem como deflexões que ocorrem com sentidos opostos.

A técnica de ATG também consiste no aquecimento da argila à taxa constante, entretanto, nesta técnica registram-se as variações de massa em função da temperatura, com auxílio de uma balança. Essa técnica é considerada um instrumento de pesquisa importante quando trabalhada em conjunto com a análise térmica diferencial (SANTOS, 1989).

As análises térmicas diferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG) das amostras foram realizadas no Laboratório de Polímeros do LAMAV/UENF, com o auxílio do

equipamento Universal, Modelo V2.6D da TA Instruments, modelo SDT 2960 operando a 10 °C/min., figura 3.5.

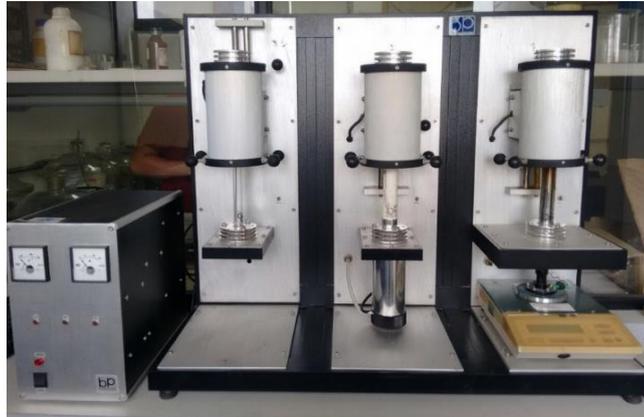


Figura 3.5 – Sistemas de análise térmica.
(Fonte: acervo da autora)

3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CERÂMICOS

3.3.1 Propriedades Tecnológicas dos Corpos de Prova

3.3.1.1 Absorção de Água (AA)

A determinação da absorção de água (AA) dos corpos de prova foi realizada conforme a norma NBR 15270-3 (2005), aplicando a Equação 3.1.

$$AA = \left(\frac{m_u - m_s}{m_s} \right) \cdot 100 \quad (3.1)$$

Em que AA corresponde a absorção de água expressa em porcentagem, m_u é a massa do corpo de prova queimado, úmido, e m_s a massa do corpo de prova queimado, seco, em gramas.

Os corpos de prova passaram por uma secagem em estufa a uma temperatura de 110 °C por período de 24 horas, até que o peso fosse estabilizado, definindo-se a massa seca (m_s), com a finalidade de determinar a taxa de absorção de água nos corpos de prova, de acordo com a norma ABNT NBR 15270-2 (2017) .

Após resfriarem, os blocos foram imersos em água, à temperatura ambiente, por um período de 24 horas (Figura 3.6).



Figura 3.6 – Blocos submersos.
(Fonte: acervo próprio)

Depois de secos para retirar o excesso de água procedeu-se à pesagem dos blocos em balança de precisão e determinou-se sua massa úmida, m_u .

A determinação da absorção de água é de grande importância, pois possibilita prever a durabilidade da peça cerâmica, sendo que quanto menor a infiltração de água, maior será a resistência e a durabilidade ao ambiente ao qual o material é exposto.

3.3.1.2 Massa Específica Aparente (MEA)

No processo cerâmico a massa específica aparente é uma importante propriedade que se relaciona com a resistência à flexão das peças, retração linear e absorção de água. A massa específica aparente das peças secas foi determinada pelo método dimensional, de acordo com a norma ASTM C 373-72 (1977a), calculada pela Equação 3.2.

$$MEA = \frac{M}{V} \quad (3.2)$$

Onde M é a massa da peça cerâmica, V é o volume da peça cerâmica queimada ou seca.

3.3.1.3 Porosidade Aparente (PA)

A porosidade aparente foi determinada para as temperaturas de queima dos corpos de provas, segundo a norma ASTM (1977a), aplicando a Equação 3.3.

$$PA = \left(\frac{m_u - m_s}{m_u - m_i} \right) \cdot 100 \quad (3.3)$$

Onde m_u corresponde em gramas, a massa do corpo de prova queimado úmido, m_s é a massa do corpo de prova queimado seco e m_i é a massa referente ao corpo de prova imerso em água.

3.3.1.4 Tensão de Ruptura à Flexão

A determinação da tensão de ruptura à flexão de 3 pontos dos corpos de prova foi realizada pela Máquina Universal de Ensaio modelo EMIC DL - 30. Com velocidade de aplicação de carga de 1 mm/min. Este ensaio foi baseado nas prescrições da norma ASTM (1977b), onde a tensão de ruptura à flexão é calculada utilizando a Equação 3.4.

$$TRF = \left(\frac{3PL}{2bh^2} \right) \quad (3.4)$$

Onde P refere-se à carga no instante da ruptura, L corresponde à distância entre os apoios do corpo de prova, b é a largura do corpo de prova, e h é a altura do corpo de prova.

A máquina utilizada ilustrada na Figura 3.7 apresenta capacidade para 30 kN (3000 kgf) e pode ser utilizada para ensaios mecânicos de tração, compressão, flexão, entre outros.



Figura 3.7 – Prensa servo-hidráulica da marca EMIC.
(Fonte: acervo próprio)

3.4 METODOLOGIA PARA ALTERAÇÃO SIMULADA EM LABORATÓRIO DAS AMOSTRAS CERÂMICAS

Conforme Xavier (2006) cita em seu trabalho, a alteração da peça cerâmica depende de suas características físico-químicas e mecânicas, das características que se correlacionam com o tempo de alteração e o potencial de degradação causado pela agressão do meio ambiente afetando a durabilidade do material, em especial, os cerâmicos vermelhos.

Este ensaio, também conhecido como potencial de resistência à maresia, visa simular a exposição da cerâmica ao ambiente salino, como ocorre comumente no Brasil, devido a sua extensa costa marítima.

Para a avaliação do efeito da salinidade marinha nos materiais cerâmicos vermelhos calcinados em diferentes temperaturas, utilizou-se a metodologia de pesquisa apresentada no fluxograma da Figura 3.8.

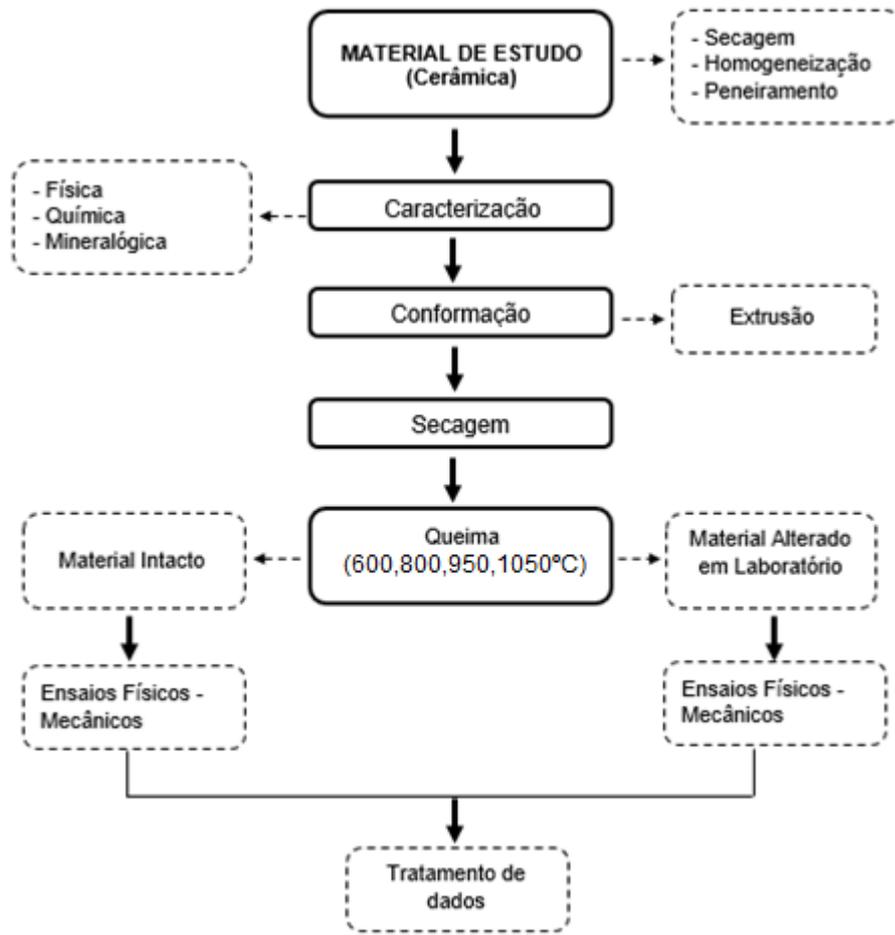


Figura 3.8 – Metodologia para avaliação do efeito da salinidade nas amostras.
(Fonte: elaboração própria)

Foram conformados 30 corpos de prova por extrusão com vácuo, para cada temperatura de queima, totalizando 300 corpos de prova (intactos e alterados em laboratório). Estas amostras foram organizadas e identificadas em conformidade com a metodologia estabelecida (Figura 3.8) para realização dos ensaios tecnológicos e de degradação dos materiais.

Os corpos de prova intactos são aqueles que não sofreram nenhum processo de degradação, foram confeccionados e encaminhados imediatamente para laboratório de ensaios físico-mecânicos. No que se refere às peças cerâmicas vermelhas alteradas em laboratório, foi realizado um processo de alteração acelerada, tendo sido necessário adotar alguns procedimentos descritos a seguir.

3.4.1 Alteração em Laboratório

Este ensaio buscou simular em laboratório a agressão sofrida pela cerâmica através do meio ambiente. No procedimento de alteração em laboratório os corpos de prova cerâmicos foram submetidos a ataques químicos utilizando água do mar sintética com o objetivo de avaliar o potencial dano causado pela exposição aos principais agentes intempéricos que proporcionam alterabilidade nos materiais cerâmicos vermelhos.

O processo de degradação acelerada dos materiais cerâmicos simulando ambiente marinho foi realizado através de ciclos de umidade (molhagem e secagem) num recipiente e secagem no meio ambiente (Figuras 3.9 e 3.10). Todo o ensaio foi realizado na UENF – Campos dos Goytacazes/RJ. No total foram 150 ciclos de 24 horas, sendo 12 horas em laboratório e 12 horas ao tempo. Todo o ensaio teve uma duração de 5 meses, correspondendo a 3600 horas.



Figura 3.9 – Recipientes utilizados para os ciclos de imersão (ataque químico).
(Fonte: acervo próprio)



Figura 3.10 – Corpos de prova expostos ao tempo.
(Fonte: acervo próprio)

Foi utilizada a mesma metodologia de Xavier (2006), o volume da solução em que as peças foram inseridas, apresentou no mínimo quatro vezes o volume das

amostras submetidas ao ensaio. Na metodologia utilizada pelo mesmo autor, as soluções devem ter seu pH controlado, apresentando sempre um valor aproximado a 7. Em relação à temperatura e à umidade, esta deve variar entre $64 \pm 5\%$ e aquela deve ser mantida em $21 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$.

Durante todo o ensaio a solução utilizada foi monitorada através de um medidor de pH periodicamente, de modo que sua basicidade fosse garantida. A cada 15 dias a solução era verificada e a água trocada sempre que $6 \leq \text{pH} \leq 8$. Além do pH, a temperatura do ambiente foi controlada, mantida a $21 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

A Tabela 3.1 apresenta o pH inicial e final das soluções das amostras. Foram necessárias cinco substituições da solução da água do mar sintética durante todo o período de ensaio.

Tabela 3.1 – pH inicial e final de 5 meses das soluções.

BANDEJA	pH inicial	pH final
1 (1050 °C)	7,2	6,58
2 (800 °C)	6,5	6,01
3 (950 °C)	6,8	6,24
4 (600 °C)	7,15	5,97

(Fonte: elaboração própria)

As amostras após o ataque químico foram levadas para ensaios tecnológicos e difração de raios X (DRX) para posterior comparação com as amostras intactas, todos os procedimentos foram realizados no LECIV/UENF e no LCFis/UENF.

Para medir a temperatura da água e a salinidade foi utilizado um pHmetro que consiste em um medidor de concentração portátil WTW – Profiline OXI 3205 ilustrado na figura 3.11.



Figura 3.11 – Medidor de concentração portátil WTW- Profiline OXI 3205.
(Fonte: acervo próprio)

3.5 TRATAMENTO DOS DADOS

3.5.1 Tratamento Estatístico

Os resultados encontrados nos ensaios mecânicos e de durabilidade dos corpos de prova foram tratados estatisticamente de forma a permitirem extrapolações para a população através de verificações em uma quantidade limitada de amostras.

Foram determinados parâmetros estatísticos de medida de posição central (média) e de medida de dispersão (variância, desvio padrão, coeficiente de variação).

Para verificação das hipóteses foi aplicado o teste t, visto que o número de amostras é pequeno. O critério de Chauvenet foi utilizado para eliminação de valores duvidosos.

3.5.1.2 Tamanho Mínimo do Lote (TML)

Segundo Xavier (2006), este critério é empregado para pesquisas que envolvem número limitado de amostras, ou seja, menores que 30 unidades, que é o caso da presente pesquisa. Nele, considera-se que, para um resultado obtido em procedimentos experimentais ser consistente, é necessário que a amostra possa representar, de forma satisfatória, o universo amostral, uma vez que o tamanho do lote é diretamente proporcional à consistência dos dados.

No critério do TML considera-se que a função de frequência acumulada deve ser distribuída em classes e os dados comportam-se como uma distribuição normal com grau de confiabilidade de 95%.

O procedimento de cálculo inclui a determinação do número inicial mínimo do lote (n_0) pela Equação 3.11 que leva em consideração o desvio padrão e o valor tabelado de *t-Student* para $n - 1$ graus de liberdade do conjunto de dados (Anexo B).

$$n_0 = \frac{tS_x}{rx_m} \quad (3.11)$$

Em que:

t é a variável aleatória da distribuição de *Student* para $n - 1$ graus de liberdade (Anexo B);

r é o parâmetro relativo à incerteza aceita (acurácia);

x_m é a média do lote

S_x é o desvio padrão do lote.

Em seguida, calcula-se o tamanho mínimo do lote (n) pela expressão da Equação 3.12.

$$n = \frac{n_0}{1 + \left(\frac{n_0}{N}\right)} \quad (3.12)$$

Sendo:

N : o número de dados do lote.

3.6.1.3 Estimativa da Média Populacional

Para estimar de forma satisfatória o intervalo de confiança da média populacional ($I_{\bar{x}}$) para uma amostragem pequena ($n \leq 30$), desconhecido o desvio-padrão populacional, Rocha (2015) define a expressão (Equação 3.13).

$$I_{\bar{x}} = x_m \pm t \cdot \frac{S_x}{\sqrt{n}} \quad (3.13)$$

Sendo:

t : variável aleatória da distribuição de *Student* para $n - 1$ graus de liberdade (Anexo B);

n : número de amostras;

x_m : média do lote;

S_x : desvio padrão do lote.

Dentro desse intervalo de confiança, 95% das observações têm distribuição normal e próximas à média.

3.6.1.4 Critério de Chauvenet

Este é um método que se fundamenta na teoria da probabilidade, considerando a eliminação racional de dados fora da tendência dominante. Nesse sentido os dados são representados pela função de frequência da distribuição normal, sendo eliminados valores máximos ou mínimos quando surgem dúvidas quanto à variação das medidas realizadas.

A probabilidade de certo valor se desviar do valor da média esperada deverá ser menor que $1/n$, onde n é o número de medições de uma grandeza, que deve ser um valor grande. Os resultados medidos devem seguir uma distribuição gaussiana e permite quantificar um dado fora do padrão esperado para eliminá-lo do conjunto da pesquisa.

O Critério de Chauvenet estabelece que o valor medido pode ser rejeitado se a probabilidade m de obter o desvio em relação à média for menor que $1/2n$. A razão de desvio (DR) entre um determinado valor e a média pode ser calculado, segundo Xavier (2006) pela Equação 3.14.

$$DR = \frac{x - x_m}{S_x} \quad (3.14)$$

Em que:

DR é a razão de desvio entre o máximo desvio ($x - x_m$) e o desvio padrão S_x ;

x é o valor medido;

x_m é o valor médio do lote calculado.

O Critério de Chauvenet na eliminação de valores duvidosos é comparado com valores tabelados de desvio máximo aceitável DR_0 apresentados na tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Valores de DR_0 para diferentes valores de n .

Número de leituras (n)	DR_0
3	1,38
	1,54
5	1,65
6	1,73
7	1,80
10	1,96
15	2,13
25	2,33
50	2,57
100	2,81
300	3,14
500	3,29
1000	3,48

Fonte: Xavier (2006)

As hipóteses utilizadas para o Critério de Chauvenet são:

- H_0 (hipótese inicial): $DR_{\text{máx}}$ (ou DR_{min}) $\leq DR_0 \rightarrow$ aceita-se o valor considerado;
- H_1 (hipótese alternativa): $DR_{\text{máx}}$ (ou DR_{min}) $> DR_0 \rightarrow$ rejeita-se o valor máximo (ou mínimo) e procedem-se novamente os cálculos, desconsiderando-se os pontos eliminados.

4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

Neste Capítulo, são apresentados: a caracterização dos materiais utilizados, as discussões e conclusões pertinentes. O comportamento da cerâmica foi avaliado pelas propriedades físicas (retração linear, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e resistência à flexão) em função da temperatura de queima.

São apresentados também, os resultados do programa experimental para a avaliação da influência da salinidade marinha na durabilidade dos cerâmicos vermelhos, abordando todos os ciclos pelo qual o material foi submetido (ataque químico).

São listados a seguir os ensaios realizados para caracterização física, química, mineralógica e térmica da argila empregada para confecção dos corpos de prova cerâmicos.

4.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

A Figura 4.1 mostra a curva de distribuição granulométrica da argila empregada para a confecção dos corpos de prova, de acordo com a ABNT NBR 7181 (2016). Verificou-se que o material estudado consiste num solo silte de alta plasticidade, segundo o Sistema de Classificação Unificada de Solos (SUCS) como argila siltosa, pouco arenosa, com 64,9% de fração argila, 29% de fração silte, 5% de areia fina e 1,1% de fração areia média.

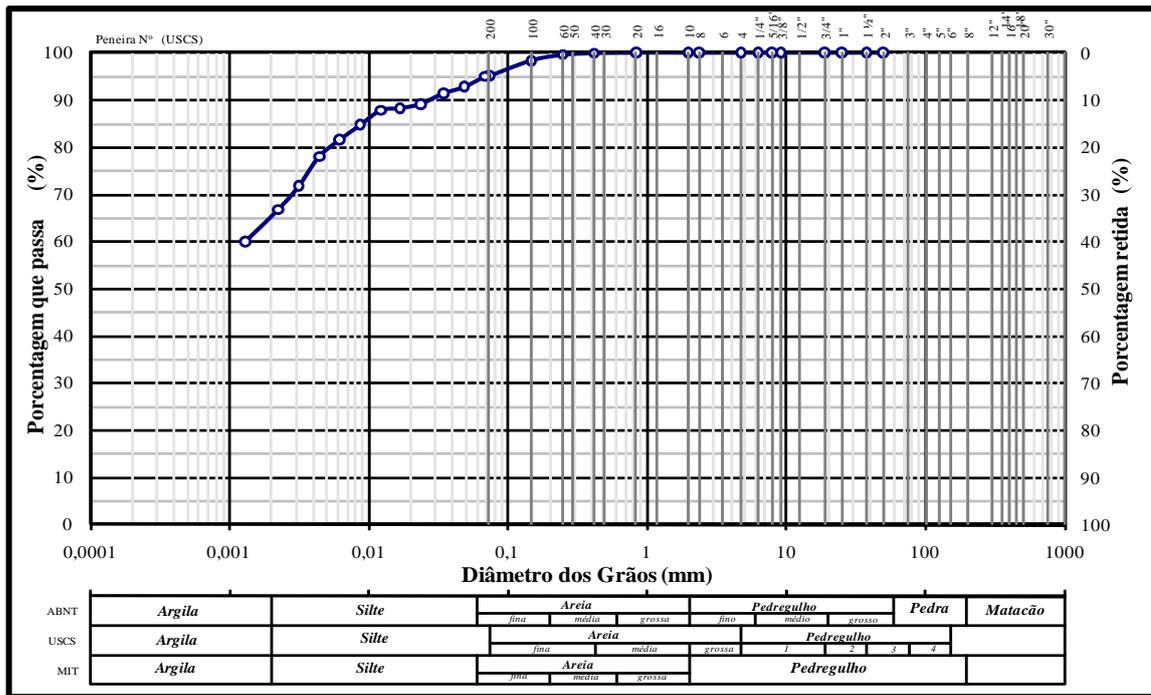


Figura 4.1 – Curva Granulométrica
(Fonte: elaboração própria)

Os resultados encontrados para densidade real dos grãos, umidade higroscópica e atividade coloidal foram de 2,64 g/cm³, 13,6% e 0,62, respectivamente (Apêndice A).

Avaliando a curva de distribuição granulométrica da argila estudada e considerando os resultados obtidos nos trabalhos de Alexandre (2000), Pedroti (2007) e Freitas (2013), conclui-se que a argila analisada possui uma faixa granulométrica adequada para ser empregada na confecção de materiais cerâmicos, uma vez que, o percentual de argila encontra-se na faixa entre 30% a 70% em massa de solo e a densidade real dos grãos no intervalo de 2,55 a 2,77 g/cm³.

Observa-se que o valor encontrado para massa específica real dos grãos está dentro da faixa das argilas da região de Campo dos Goytacazes, conforme estudos já realizados por Alexandre (1997), Alexandre (2000) e Paes Mothé (2004).

Os índices de consistência obtidos são indicados na Tabela 4.1, de acordo com as normas ABNT NBR 6459 (2016) e ABNT NBR 7180 (2016). Na Tabela 4.1 também pode ser observada a umidade de extrusão utilizada (W_{ext}).

Tabela 4.1 – Índices de consistência.

Índice	Valores Obtidos %	$w_{ext} = \left(\frac{LL}{2}\right) + 2\% = 37,74\%$
Limite de Liquidez – LL	74%	
Limite de Plasticidade – LP	33,5%	
Índice de Plasticidade – IP	40,5%	

(Fonte: elaboração própria)

A amostra de argila estudada, segundo a Tabela 4.1, apresenta limites de Atterberg dentro da faixa de valores das massas cerâmicas caulínicas utilizadas na indústria cerâmica do município de Campos dos Goytacazes/RJ (limite de liquidez acima de 50%; limite de plasticidade acima de 25% e índice de plasticidade acima de 29%), sendo o pó padrão uma argila inorgânica de alta plasticidade como observado nos estudos de Alexandre (1997), Alexandre (2000), Xavier (2001), Toledo (2003).

Verifica-se também pelos resultados apresentados, e de acordo com Caputo (1988) que a argila estudada pode ser classificada como altamente plástica, uma vez que, seu IP > 15%. Segundo o mesmo autor, para a cerâmica vermelha, a matéria-prima deve apresentar valores de LL de 30% a 60%, LP de 15% a 30% e de IP de 10% a 30%.

4.1.1 Análise Química

A Tabela 4.2, a seguir, apresenta as composições químicas (em forma de óxidos) semi-quantitativas da argila estudada, obtidas pela análise de espectroscopia de fluorescência de raios X.

Tabela 4.2 – Composição química da massa argilosa (% em peso).

Óxido	Massa (%)
SiO ₂	43,83
Al ₂ O ₃	36,85
Fe ₂ O ₃	11,46
K ₂ O	2,73
TiO ₂	1,95
CaO	0,817

(Fonte: elaboração própria)

Através dos valores indicados na Tabela 4.2 observa-se a predominância dos óxidos SiO₂ (43,83%), Al₂O₃ (36,85%) e Fe₂O₃ (11,46). Conforme já ressaltado por Xavier (2006) e Cerqueira (2017) a significativa quantidade de SiO₂ sugere a presença dos argilominerais caulinita e illita e de óxido livre na amostra total. No que se refere à

quantidade de Al_2O_3 (36,85%) apresenta-se quase totalmente formando argilominerais, podendo também ser devido a hidróxidos como gibbsita. Observa-se que a matéria-prima apresenta um caráter refratário, devido ao valor total de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ que corresponde a 80,68%.

A cor de um produto de argila é influenciada por vários fatores, são eles: o estado de oxidação do ferro, o tamanho das partículas de minerais de ferro, tais como hematita e goethita, a temperatura de queima e o grau de vitrificação. O teor de Fe_2O_3 (11,46%) conduzirá a coloração vermelha que a cerâmica irá apresentar após o processo de queima. Pode-se também sugerir a presença de goethita (FeO.OH) na matéria-prima. O K_2O (2,73%) é um óxido fundente, sua função é contribuir na formação da fase líquida, minimizando a porosidade do material. Deve estar presente em minerais micáceos e feldspatos.

O teor de Ti_2O (1,95%) refere-se a um óxido corante, Toledo (2003) aponta que pode ser devido à presença de anatásio / rutilo (após queima) presente em massas cerâmicas de Campos dos Goytacazes/RJ. Este elemento contribui para a cor amarela da matéria-prima e a refratariedade na queima.

Comparando os resultados da análise química da Tabela 4.2 da argila desta pesquisa com as análises químicas de argilas para cerâmica vermelha estudadas por pesquisadores da região como Vieira (2001), Toledo (2003), Pedroti (2007), Azeredo (2015) e Cerqueira (2017), observa-se que os resultados encontrados são similares.

4.1.2 Análise Mineralógica por Difração de Raios X

A Figura 4.2 apresenta o difratograma de raios X da amostra massa cerâmica natural. Os resultados obtidos mostram que as fases cristalinas identificadas foram: caulinita, quartzo, os minerais micáceos muscovita e illita, gibbsita (óxi-hidróxido de alumínio) e ainda a presença de goethita (óxi-hidróxido de ferro), de ortoclásio (feldspato potássico), de anatásio (óxido de titânio), e do plagioclásio anortita.

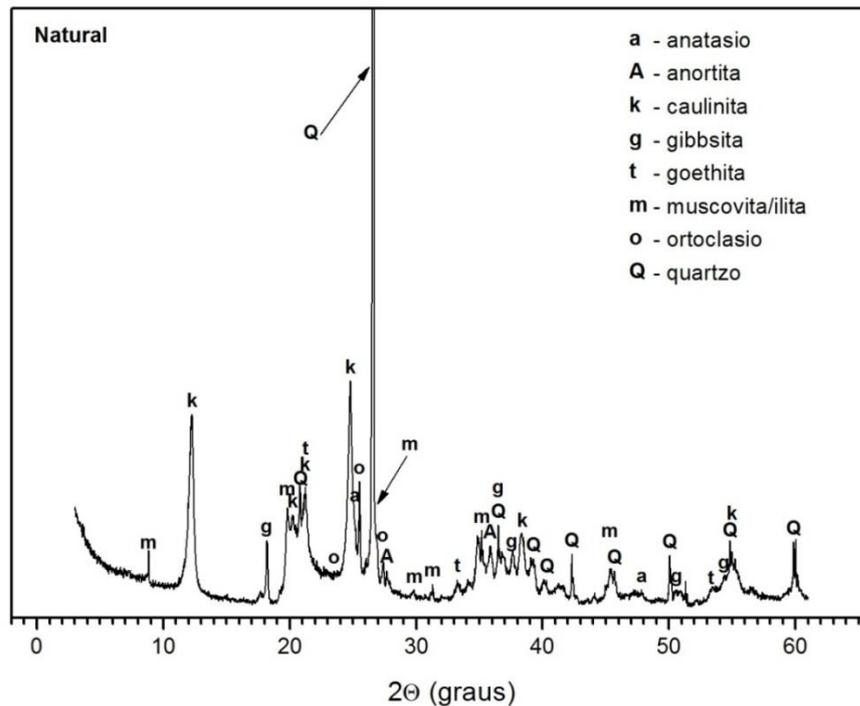


Figura 4.2 – Difratoograma de raios X da massa cerâmica natural.
(Fonte: elaboração própria)

4.1.3 Análise Térmica

A Figura 4.3 mostra a curva de Análise Térmica Diferencial da argila estudada. Esta análise complementa a caracterização mineralógica por difração de raios X da matéria-prima e permite conhecer o comportamento térmico desta. Observando a curva térmica da massa cerâmica, notam-se dois eventos endotérmicos. O primeiro evento com pouca intensidade ocorre aproximadamente em 280 °C, esse pico está relacionado com a desidratação dos hidróxidos de alumínio (gibbsita) e do hidróxido de ferro (goethita).

O segundo evento mais intenso ocorre entre 500 e 600 °C, com pico em aproximadamente 570 °C, provavelmente associado com perda de água de constituição. É nesse ponto que ocorre a desidroxilação total da caulinita, resultando na formação da metacaulinita (fase amorfa), também ocorrem de forma concomitante, a desidroxilação contínua dos minerais micáceos muscovita (mica) e ilita (argilomineral), identificados por DRX e discutidos anteriormente. Na faixa de temperatura entre 900 e 980 °C aproximadamente observa-se um pequeno pico exotérmico, que é característico da formação de novas fases cristalinas de alta

temperatura, que possivelmente está associado à nucleação da mulita que se forma a partir da metacaulinita.

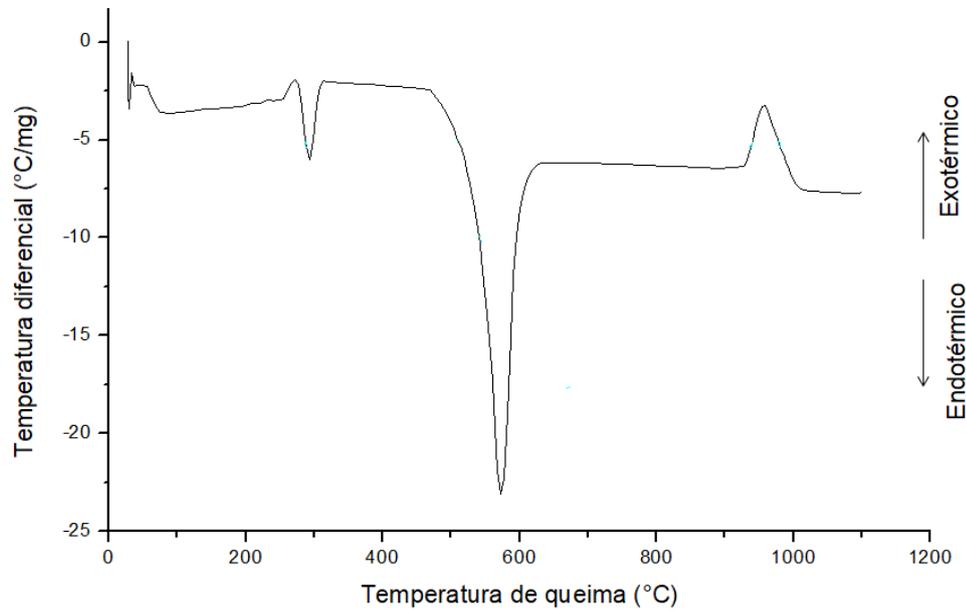


Figura 4.3 – Curva de análise térmica diferencial da argila.
(Fonte: elaboração própria)

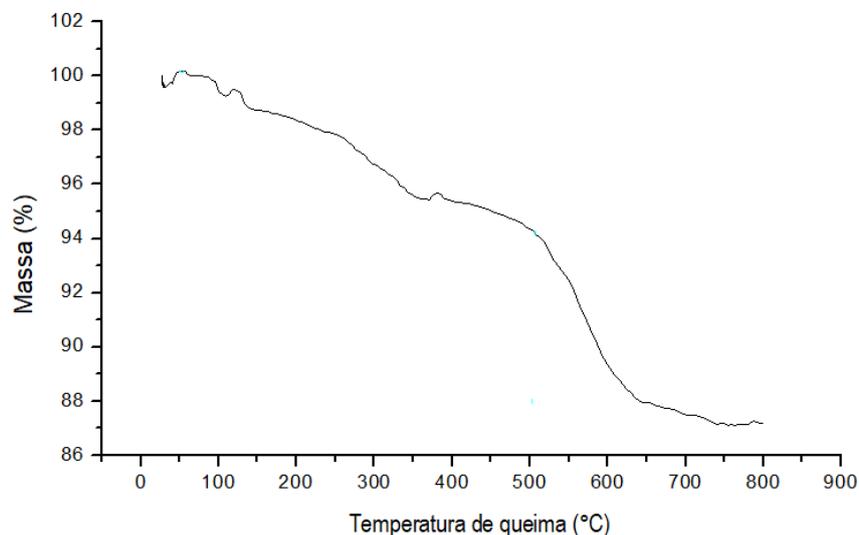


Figura 4.4 – Curva termogravimétrica da argila.
(Fonte: elaboração própria)

Da Figura 4.4, pode-se observar perda de massa contínua até 600 °C, aproximadamente. Inicialmente até 200 °C é decorrente de água adsorvida pelos minerais argilosos e micáceos; entre 200 e 400 °C ocorre a desidroxilação dos óxido-hidróxidos de ferro e alumínio (goethita e gibbsita). Entre 400 e 600 °C há uma grande perda de massa em função da desidroxilação da caulinita, principal mineral

identificado na massa cerâmica, somada ainda à desidroxilação contínua dos minerais micáceos, illita e muscovita, em pequena presença na matéria-prima; neste caso, segue uma discreta perda de massa até aproximadamente 900 °C (TODOR, 1976).

4.2 ANÁLISE DAS AMOSTRAS INTACTAS E APÓS CICLO DE IMERSÃO NA ÁGUA DO MAR SINTÉTICA

Neste Item são apresentadas as curvas das propriedades tecnológicas das amostras intactas e das que foram submetidas ao ensaio de degradação pela água do mar sintética, após queima nas temperaturas estudadas. Foram analisadas absorção de água (AA), massa específica aparente (MEA), retração linear (RL), porosidade aparente (PA) e tensão de ruptura à flexão (TRF). A partir destas curvas, os resultados das amostras consideradas intactas foram tomados como padrão para as devidas comparações com os resultados da alteração em laboratório (ataque químico).

As figuras 4.5 a 4.10 mostram os corpos de prova após serem submetidos à água do mar sintética.



Figura 4. 5 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 600°C
(Fonte: acervo próprio)



Figura 4. 6 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 600°C
(Fonte: acervo próprio)

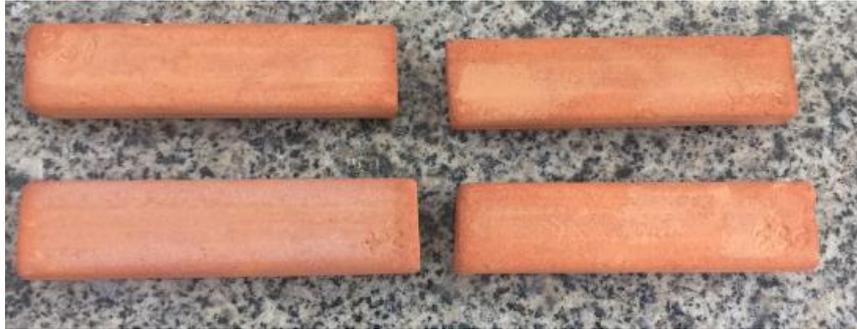


Figura 4.7 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 800 °C
(Fonte: acervo próprio)



Figura 4.8 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 950 °C
(Fonte: acervo próprio)



Figura 4.9 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 950 °C
(Fonte: acervo próprio)



Figura 4.10 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 1050 °C
(Fonte: acervo próprio)



Figura 4.11 – Corpo de prova após ciclo de imersão – temperatura 1050 °C
(Fonte: acervo próprio)

4.2.1 Propriedades Tecnológicas do Material em Função da Temperatura

No Apêndice B constam os resultados após a aplicação do critério do tamanho mínimo do lote (TML) para verificar se o número mínimo de amostras consideradas seria satisfatório. De acordo com os dados apresentados nas Tabelas B -1 à B -10, percebe-se que para consistência de dados seria necessário um valor mínimo de seis amostras, para cada propriedade tecnológica analisada.

No Apêndice C são apresentadas as análises feitas para verificação dos resultados encontrados pela leitura de cada ensaio pelo critério de Chauvenet. Nos casos porosidade aparente (PA) e massa específica aparente (MEA) dos corpos de prova intactos, houve rejeição da hipótese H_0 , sendo os cálculos refeitos sem os corpos de prova rejeitados. Já para as demais propriedades, a hipótese H_0 foi verificada, não havendo, portanto, rejeição de valores, sendo os valores aceitos para a incerteza da medida no nível de probabilidade igual a 5%.

Para os corpos de prova que sofreram o processo de imersão não houve rejeição da hipótese H_0 , em todas as propriedades os valores calculados para DR (máximo e mínimo) ficaram abaixo do valor DR_0 tabelado para o número de amostras consideradas ($n=6$). No Apêndice D são apresentadas as tabelas com os resultados encontrados separadamente para cada ensaio realizado com os corpos de prova.

4.2.1.1 Absorção de Água

A absorção de água (AA) é a capacidade que o material apresenta ao aumentar a sua massa, absorvendo a água que o envolve, o índice de AA representa uma característica indicativa da durabilidade das amostras cerâmicas estudadas.

Foram ensaiados corpos de prova com o objetivo de determinar se houve alguma alteração por ação da salinidade marinha na AA, em função das temperaturas de queima. A Figura 4.12 apresenta graficamente a variação de AA das amostras intactas e das amostras submetidas a cinco meses de ensaio (molhagem na água do mar sintética e secagem ao tempo), calcinadas inicialmente nas temperaturas de 600 °C, 800 °C, 950 °C e 1050 °C.

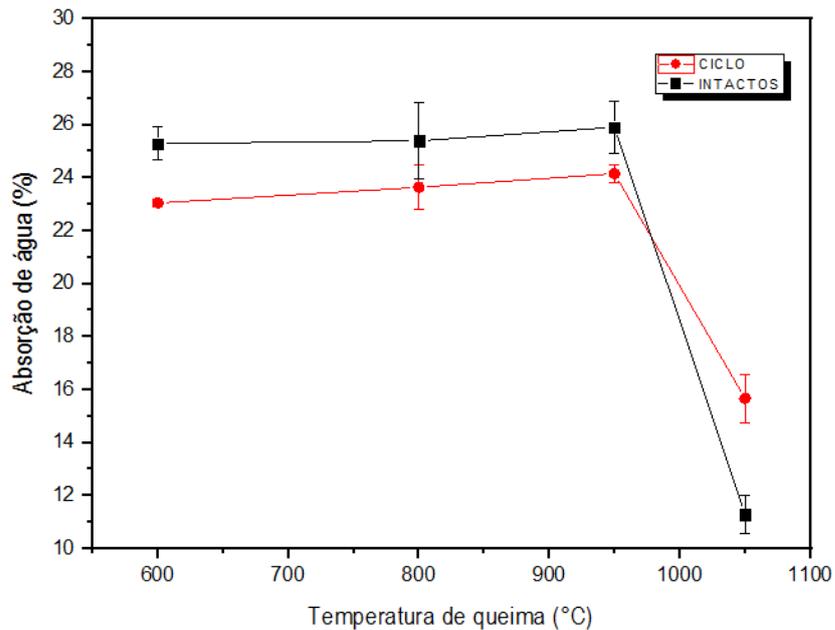


Figura 4.12 – Absorção de água em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão.
(Fonte: elaboração própria)

Na Tabela 4.3 são apresentados os valores de absorção de água e seus respectivos desvios padrões e coeficientes de variação.

Tabela 4.3 – Absorção de água em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão salina.

Temperatura de Queima	600 °C		800 °C		950 °C		1050 °C	
	I	C	I	C	I	C	I	C
AA(%)	25,29	23,05	25,40	23,64	25,91	24,16	11,29	15,97
Desvio Padrão	±0,62	±0,14	±1,46	±0,84	±0,98	±0,34	±0,72	±0,91
Coeficiente de variação	2,46	0,61	5,75	3,54	3,79	1,41	6,38	5,80

(Fonte: elaboração própria)

O comportamento da cerâmica em relação à temperatura ocorreu como esperado. Em 600, 800 e 950 °C nota-se uma maior absorção; são temperaturas que a massa, proveniente dos minerais argilosos, encontra-se em estrutura amorfa, já que passou por um processo de desidroxilação e perdas estruturais. Em 1050 °C já acontece a nucleação da mulita e rearranjos cristalinos, a cerâmica apresenta uma absorção menor.

Os resultados mostraram que com o aumento da temperatura de queima a absorção de água reduz substancialmente, melhorando a qualidade do produto final, sendo os melhores resultados obtidos a 1050 °C. Este fato deve-se aos teores de fundentes existentes na argila, responsável por uma melhor sinterização da peça cerâmica, o que contribui para uma redução do volume de poros, conseqüentemente uma redução da absorção de água e um aumento na resistência mecânica.

A norma prescreve que a taxa de absorção deve apresentar um valor entre 8 a 22%. Analisando as médias dos corpos de prova ensaiados, percebe-se que os corpos de prova calcinados a 600 °C, 800 °C e 950 °C, intactos e após o ciclo de imersão, estão acima do limite e não atendem o valor recomendado pela norma. Como já esperado apenas a temperatura de 1050 °C apresentou uma absorção atendendo a norma.

Os resultados obtidos indicam que a salinidade marinha interferiu de forma superficial na absorção de água das peças cerâmicas, existem poucas diferenças em relação à variação da absorção de água das amostras intactas e das amostras alteradas. A diferença mais significativa pode ser notada na temperatura de 1050 °C, que houve um aumento de aproximadamente 41,4% em relação aos intactos.

4.2.1.2 Porosidade Aparente

A porosidade aparente (PA) determina a quantidade de poros abertos presentes na amostra e quantifica em percentual o volume total desses poros em relação ao volume dos corpos de prova. Na indústria cerâmica a porosidade permite avaliar a qualidade do produto final, visto que peças que possuam menor porosidade certamente apresentarão melhores propriedades técnicas. A porosidade aberta afeta diversas propriedades, tais como resistência mecânica, capacidade de isolamento térmico e acústico, resistência à geada e permeabilidade (HOLANDA E SALEIRO,

2012).

Nos materiais a porosidade é uma característica fundamental para o controle da penetração de soluções e influenciam em grande parte na velocidade de degradação, tornando-se um importante parâmetro a ser estudado. No caso dos materiais cerâmicos, o tempo, a temperatura máxima de queima e o próprio método de fabricação, estão estreitamente ligados à porosidade final da peça (CRAUSS, 2010).

Os resultados obtidos para PA seguem o mesmo padrão de tendência de variação em relação à absorção de água (AA), visto que são duas propriedades que estão diretamente relacionadas. A Tabela 4.4 mostra os resultados da porosidade aparente para os corpos de prova cerâmicos intactos e degradados com desvios padrões e respectivos coeficientes de variação. As temperaturas de 600°, 800° e 950 °C apresentaram maior PA.

Tabela 4.4 – Porosidade aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo

Temperatura de Queima	600 °C		800 °C		950 °C		1050 °C	
	I	C	I	C	I	C	I	C
PA (%)	39,47	36,85	40,27	37,22	41,56	38,94	22,37	27,79
Desvio Padrão	±0,31	±0,79	±1,35	±1,02	±1,29	±0,36	±1,19	±1,54
Coefficiente de variação	0,78	2,15	0,03	2,74	0,03	0,94	0,05	5,54

(Fonte: elaboração própria)

Observa-se que o aumento da temperatura proporcionou uma redução da PA (Figura 4.13), comportamento semelhante à absorção de água. Assim como na absorção de água, a menor PA foi determinada para as amostras tratadas termicamente em 1050°C. Nessa temperatura forma-se uma fase vítrea com início da sinterização na cerâmica com fechamento de poros e decréscimo rápido da porosidade.

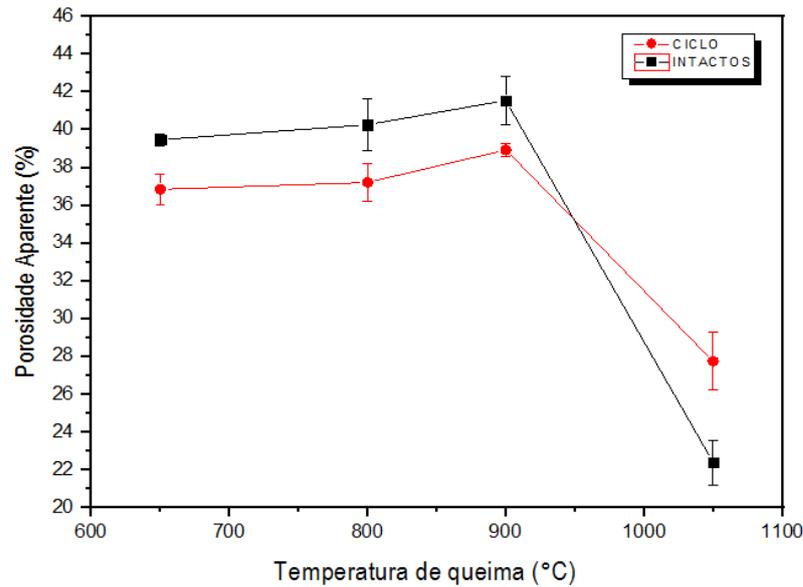


Figura 4.13 – Porosidade aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão.
(Fonte: elaboração própria)

Conforme já abordado no Item 2.2.2.1, a porosidade é uma das principais características para o controle de penetração da solução (solução salina) que influencia diretamente na velocidade de degradação. No entanto, os valores de porosidade aparente obtidos, referem-se apenas aos poros superficiais presentes na peça cerâmica. Com o aumento da temperatura esses poros são selados, mesmo que existam poros maiores dentro da peça, a superfície estará mais fechada impossibilitando a penetração dessa solução.

Através dos resultados obtidos, pode-se sugerir que as cerâmicas calcinadas em menores temperaturas poderão se degradar mais rapidamente, quando comparadas com a temperatura de 1050 °C, decorrentes de maior porosidade e da massa amorfa pelo predomínio da metacaulinita.

Analisando os valores obtidos para os corpos de prova após o ciclo e comparando com os resultados dos intactos, observa-se que o resultado mais representativo que indica uma variação de porosidade em relação ao material intacto, refere-se à temperatura de 1050 °C, apresentando uma variação de ordem de 24,22%. Em 600 °C, 800 °C e 950 °C percebe-se que não há aumento da porosidade, apenas acontece a redução de porosidade aparente em 1050°C. Vale ressaltar que os resultados obtidos até a temperatura de 950 °C apresentam uma menor porosidade,

tal fato justifica-se que até essa temperatura o material encontra-se muito amorfo, em 1050 °C o material é mais cristalino e suscetível ao ataque químico.

4.2.1.3 – Massa Específica Aparente

A massa específica aparente (MEA) é a razão entre o peso do corpo de prova seco e o seu volume aparente. Os resultados obtidos para esta propriedade em função das temperaturas de queima são indicados na Tabela 4.6.

Tabela 4.5 – Massa específica aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo.

Temperatura de Queima	600°C		800°C		950°C		1050°C	
	I	C	I	C	I	C	I	C
MEA (g/cm³)	1,56	1,60	1,59	1,58	1,61	1,62	1,98	1,80
Desvio Padrão	±0,03	±0,03	±0,04	±0,01	±0,06	±0,01	±0,03	±0,02
Coefficiente de variação	1,92	2,15	2,51	0,65	3,73	0,65	1,51	1,34

(Fonte: elaboração própria)

Analisando os valores obtidos para os corpos de prova intactos é notório que o aumento da temperatura provoca um aumento gradativo da MEA. A menor MEA foi verificada na temperatura de 600 °C. Guimarães (2017) ressalta que a baixa MEA garante uma boa oxidação na fase de pré-aquecimento do ciclo de queima e da facilidade na secagem. Em contrapartida, baixa MEA prejudica as propriedades de absorção de água e resistência mecânica.

Dutra (2007) aponta que a perda de massa pode estar relacionada à eliminação de água de constituição e a matérias orgânicas presentes na massa argilosa. O mesmo autor destaca que procedimentos que antecedem à etapa de queima, sobretudo durante a preparação da massa e na conformação da peça, podem intervir em todas as propriedades finais da cerâmica, inclusive na MEA.

Durante o processo de queima, os corpos de cerâmica vermelha passam por diversos processos tais como decomposição/transformações de fase e sinterização. Com o aumento da temperatura de queima, espera-se uma maior densificação das peças cerâmicas, principalmente a partir de 950 °C devido à presença de fase líquida durante o processo de sinterização.

A Figura 4.15 indica a tendência de aumento da MEA para as peças cerâmicas

intactas e para as submetidas ao ataque químico. Comparando os valores obtidos, percebe-se que não houve influência significativa da salinidade nos resultados.

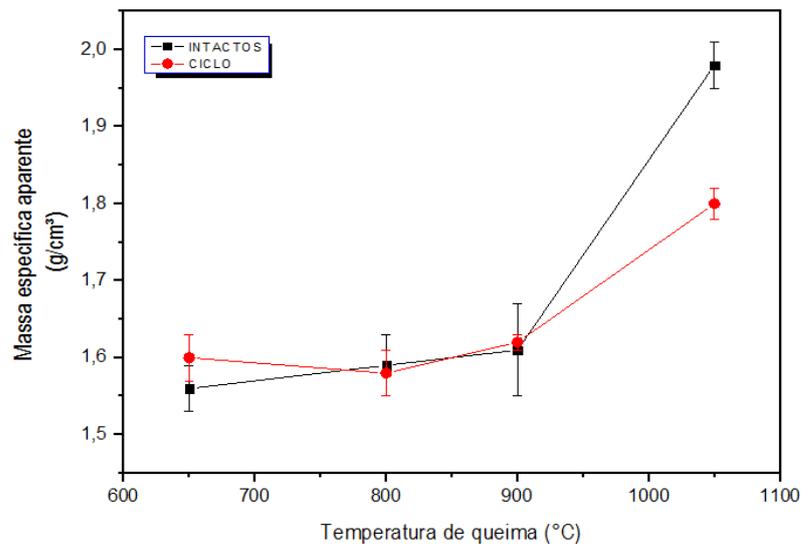


Figura 4.14 – Massa específica aparente em função da temperatura dos corpos de prova intactos e degradados.
(Fonte: elaboração própria)

4.2.1.4 Tensão de Ruptura a Flexão

A resistência mecânica do corpo de prova indica a capacidade de suportar esforços exercidos por cargas que possam levar a rupturas, esmagamento ou quebras. A Tabela 4.7 e a figura 4.16 apresenta os resultados obtidos por meio de ensaio de resistência à flexão por três pontos e foi calculada através de equações que envolvem a força máxima aplicada e as dimensões das peças das cerâmicas estudadas neste trabalho.

Tabela 4.6 – Tensão de ruptura à flexão em função da temperatura dos corpos de prova intactos e após ciclo de imersão.

Temperatura de Queima	600 °C		800 °C		950 °C		1050 °C	
	I	C	I	C	I	C	I	C
TRF (MPa)	7,50	5,38	7,26	6,38	9,70	9,60	20,86	13,90
Desvio Padrão	±0,59	±0,63	±0,94	±0,13	±0,68	±0,42	±2,53	±0,58
Coefficiente de variação	7,91	11,75	12,93	2,03	6,09	4,39	11,17	4,18

(Fonte: elaboração própria)

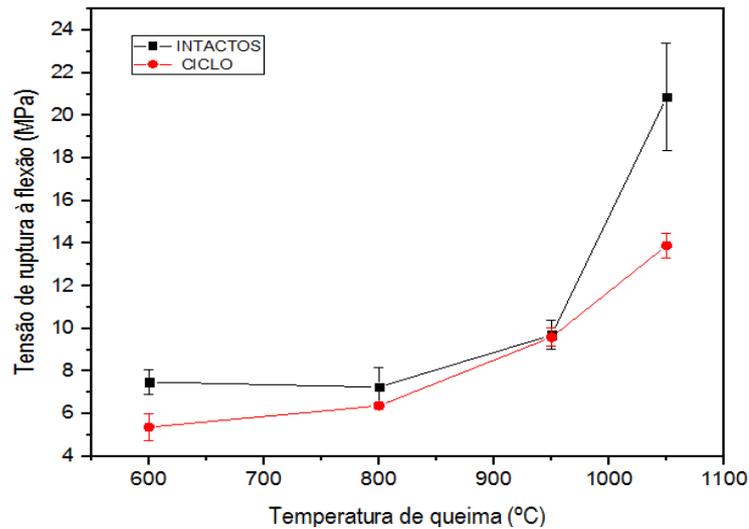


Figura 4.15 – Tensão de ruptura à flexão em função da temperatura dos corpos de prova intactos e degradados.
(Fonte: elaboração própria)

Comparando os resultados da TRF em relação à absorção de água, pode-se observar que o aumento da TRF coincide com a redução da absorção de água e com o aumento da temperatura de queima. Isto é um indicativo que a principal razão para o aumento da resistência mecânica foi a redução da porosidade aberta na peça cerâmica.

Segundo Holanda e Pinheiro (2010), o efeito deletério da absorção de água sobre a resistência mecânica das peças cerâmicas está fundamentalmente relacionado aos seguintes fatores: i) os poros reduzem a área da seção cruzada na qual a carga é aplicada; e ii) os poros atuam como concentradores de tensão.

Analisando os resultados até a temperatura de 800 °C, observa-se proporcionalidade na relação AA-TRF, a partir desta temperatura apenas as peças queimadas a 1050 °C mantiveram o aumento de TRF com a redução de AA.

Nota-se, pelos valores obtidos, que o aumento da temperatura e a salinidade marinha influenciaram na resistência mecânica das peças. De acordo com a literatura a TRF das cerâmicas estudadas encontra-se dentro dos limites aceitáveis (4 a 30 MPa).

Comparando os valores obtidos para TRF das peças intactas com os valores das peças que sofreram a ação da salinidade, percebe-se que houve diferenças significativas, já que as peças intactas apresentaram maior TRF, sendo a maior referente à temperatura de 1050 °C. Dessa forma, pode-se afirmar que a degradação

reduziu a resistência mecânica das peças, é possível sugerir que com a degradação o volume de poros no interior da peça tenha aumentado, uma vez que a degradação faz com que a estrutura da peça cerâmica fique desorganizada, com maior quantidade de poros interiores, tornando a peça menos resistente.

4.3 ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Para as amostras cerâmicas calcinadas em 600 °C (Figura 4.17), foram identificados: quartzo, muscovita, ilita, com presença de ortoclásio, anatásio, anortita e hematita; esta proveniente da desidroxilação da goethita, entre 250 e 360 °C (TODOR, 1978; MOORE; REYNOLDS, 1997).

a - anatásio; A - anortita; h - halita; H - hematita; m - muscovita/ilita; o - ortoclásio; Q - quartzo

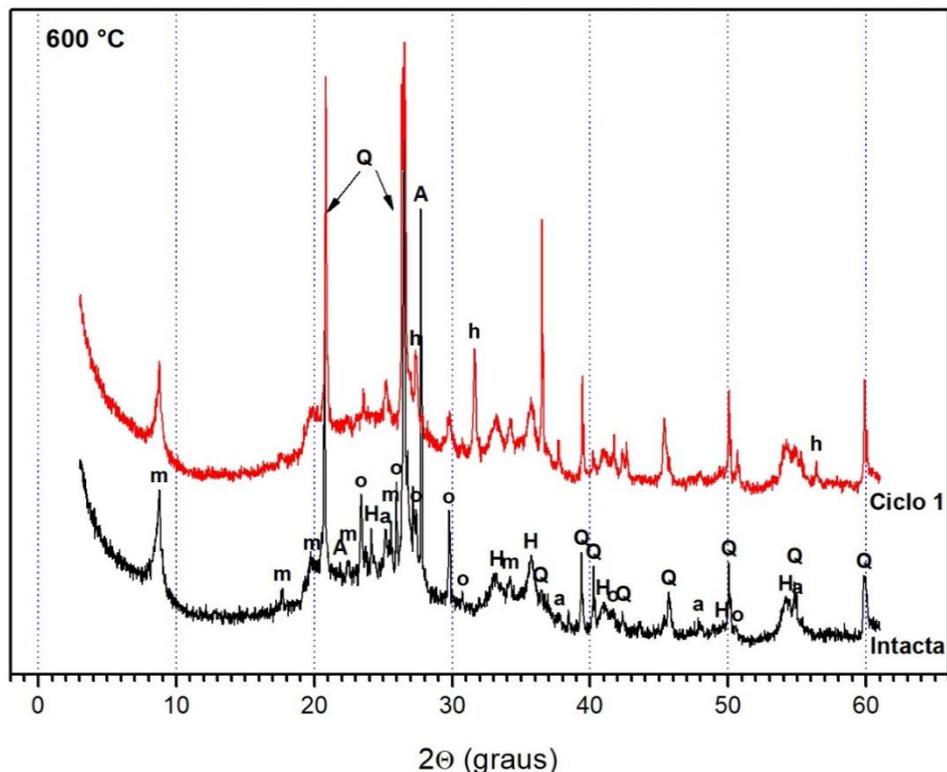


Figura 4.16 – Difratoogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 600 °C intacto e após ciclo de imersão.
(Fonte: elaboração própria)

Em 800 °C (Figura 4.18), os minerais identificados foram: quartzo, muscovita, ilita, ortoclásio, anortita, hematita e rutilo; este oriundo da transformação polimorfa sofrida pelo anatásio (TiO_2).

A - anortita; h - halita; H - hematita; m - muscovita/ilita; o - ortoclásio; Q - quartzo; R - rutilo

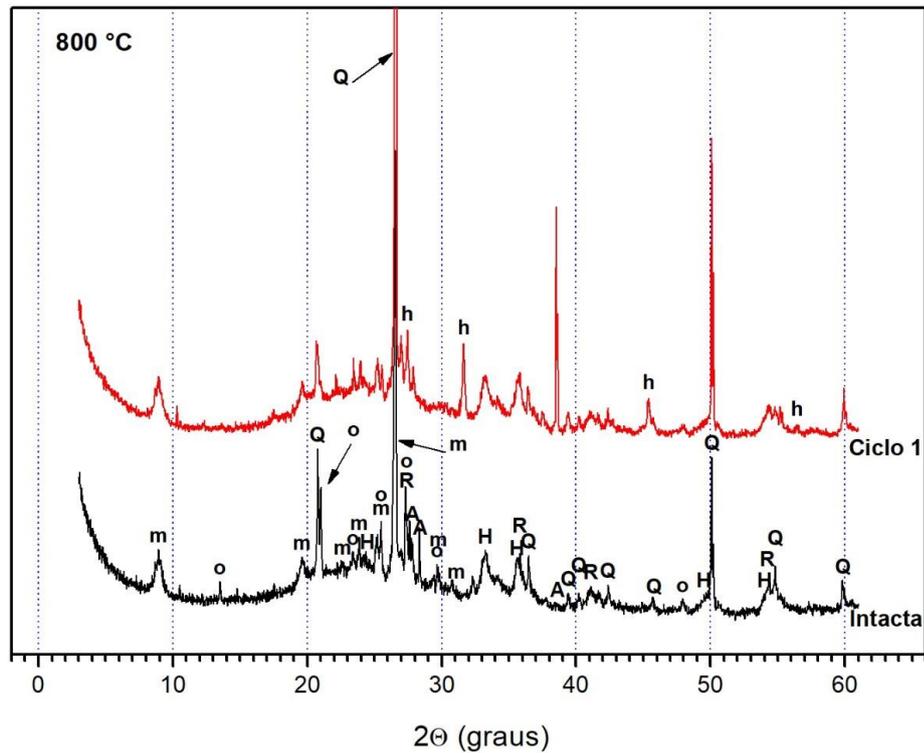


Figura 4.17 – Difractogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 800 °C: intacto e após ciclo de imersão.
(Fonte: elaboração própria)

A 950 °C (Figura 4.19), foram identificadas as fases cristalinas dos minerais: quartzo, muscovita, ortoclásio, anortita, hematita e rutilo. Vale observar a ausência da ilita; apesar da superposição dos picos difratados para ilita e muscovita, que apresentam estrutura cristalina similares, segundo Todor (1978), entre 400 e 900 °C, a ilita perde hidroxilas continuamente, mantendo a sua estrutura cristalina até a faixa entre 850 e 900 °C, passando para uma fase espinélio (amorfa) por volta de 910 °C, enquanto a muscovita sofre a expulsão contínua das suas hidroxilas entre aproximadamente 750 e 950 °C, sendo ainda identificada pela difração de raios X.

A - anortita; h - halita; H - hematita; m - muscovita; o - ortoclásio; Q - quartzo; R - rutilo

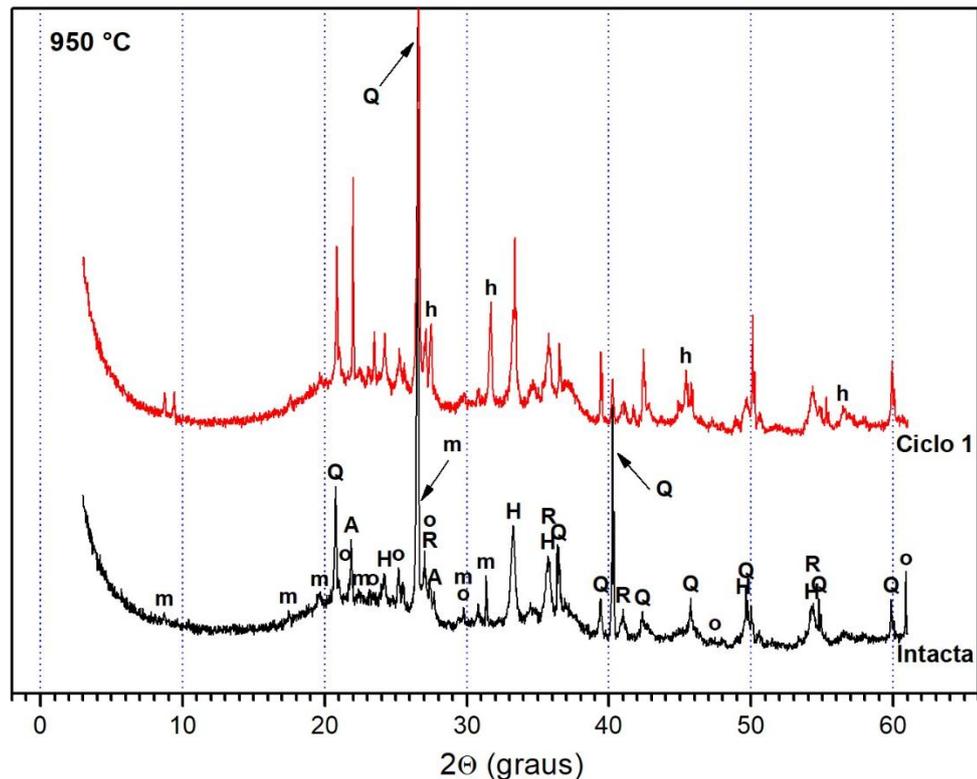


Figura 4.18 - Difratoigramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 950 °C: intacto e após ciclo de imersão.

(Fonte: elaboração própria)

Em 1050 °C (Figura 4.20), foram identificados: quartzo, hematita, rutilo, mulita e tridimita. Entre 450 e 600 °C, a caulinita sofre desidroxilação (perda das hidroxilas), com colapso da estrutura cristalina, formando a fase amorfa metacaulinita, mantendo-se amorfa até temperaturas próximas de 1000 °C, iniciando a nucleação de uma nova fase cristalina, a mulita. Segundo Todor (1976), no aquecimento, o quartzo sofre uma transformação polimorfa em torno de 870 °C passando à forma tridimita, porém parte do quartzo se mantém até aproximadamente 1200 °C.

Analisando os difratogramas obtidos e representados das Figuras 4.10 à 4.13, conclui-se que as fases cristalinas identificadas em todas as temperaturas investigadas foram iguais para as amostras intactas e para as amostras que receberam tratamento de imersão (ciclo de molhamento salino e secagem natural), com a diferença da presença da halita (NaCl), proveniente da água do mar sintética.

h - halita; H - hematita; m - mulita; Q - quartzo; R - rutilo; T - tridimita

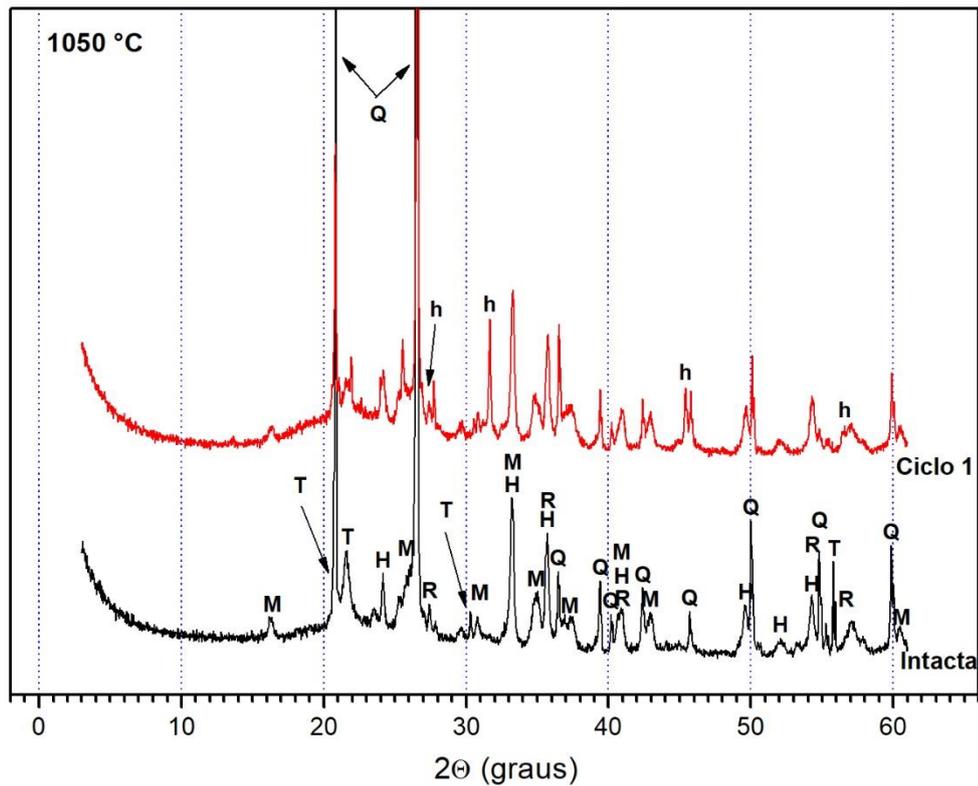


Figura 4.19 – Difratoogramas de raios X dos corpos de prova queimados na temperatura de 1050 °C: intacto e após ciclo de imersão.
(Fonte: elaboração própria)

Vale destacar que todos os difratogramas individuais são apresentados no Apêndice E, para uma melhor identificação das fases cristalinas presentes em todas as amostras cerâmicas, tanto as intactas quanto as degradadas após os tratamentos térmicos em 600, 800, 950 e 1050 °C.

5 CONCLUSÕES

Neste Capítulo são apresentadas as principais conclusões obtidas com as discussões dos experimentos deste trabalho. O capítulo está dividido por itens, conforme a definição dos objetivos específicos, sendo ao final sugerido temas para futuras pesquisas dando continuidade aos assuntos desta dissertação.

5.1 MATÉRIA-PRIMA

A matéria-prima (argila) utilizada apresentou características semelhantes às encontradas no polo cerâmico do município de Campos dos Goytacazes – RJ, sendo classificada como argila siltosa pouco arenosa, com presença de 64,9% argila, limite de liquidez de 74% e densidade real dos grãos de 2,64 g/cm³. A umidade de extrusão utilizada para os corpos de prova cerâmicos foi de 37,74%.

A análise da composição química identificou a predominância de sílica e alumina na massa, com 80,68%. A cor avermelhada do bloco após a queima é devida ao teor de 11,46% Fe₂O₃. O teor K₂O de 2,73% que contribui para redução de porosidade do material na queima por ser um agente fundente.

A análise mineralógica da argila mostrou através da difração de raios X a predominância de picos de difração de caulinita, quartzo, minerais micáceos muscovita e illita, gibbsita e ainda a presença de goethita, além de outros argilominerais que foram identificados através de picos de menor intensidade.

As análises térmica diferencial e termogravimétrica mostraram o comportamento térmico da argila estudada.

5.2 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS

O efeito da temperatura de queima foi o de produzir peças de cerâmica vermelha com propriedades mecânicas melhoradas quando submetidas à salinidade marinha. Analisando os resultados obtidos para as amostras intactas e após os ciclos de imersão na água do mar sintética, pode-se concluir que:

Em geral, a absorção de água reduz substancialmente com o aumento da temperatura para os materiais cerâmicos. Os menores resultados de absorção de

água foram obtidos para a temperatura de 1050° C, as demais temperaturas investigadas (600°, 800°, 950 °C) mostram valores que não atendem as exigências estabelecidas pela ABNT NBR 15270-3 (2005). Na taxa de absorção de água a salinidade marinha interferiu de forma superficial. A diferença mais significativa refere-se à temperatura de 1050 °C.

A porosidade aparente reduz com o aumento da temperatura, comportamento semelhante à absorção de água. A menor porosidade aparente foi determinada na temperatura de 1050 °C nas amostras intactas e após os ciclos de imersão na água do mar sintética. As amostras calcinadas em 600°, 800°C e 950 °C apresentaram menor porosidade aparente. A partir dos resultados obtidos conclui-se que cerâmicas calcinadas em temperaturas menores poderão se degradar mais rapidamente, quando comparadas à temperatura de 1050 °C.

A massa específica aparente aumentou gradativamente com o aumento da temperatura de queima. As amostras calcinadas em 600°C apresentaram menor massa específica aparente. A salinidade marinha não influenciou significativamente nos resultados obtidos.

Os resultados para tensão de ruptura à flexão encontram-se dentro dos limites aceitáveis (4 a 30 MPa). O aumento da temperatura de queima contribui para uma melhor resistência dos corpos de prova. Foi observado um aumento de tensão de ruptura à flexão com a redução de absorção de água.

Os corpos de prova intactos apresentaram maior tensão de ruptura à flexão, em relação aos submetidos ao ciclos de imersão, sendo a maior diferença observada na temperatura de 1050 °C. Pode-se afirmar que a degradação reduziu a resistência mecânica das amostras cerâmicas. Conclui-se que a salinidade marinha e a temperatura de queima influenciam diretamente na resistência dos corpos de prova cerâmicos.

Quanto a análise mineralógica que foi realizada para identificar as possíveis alterações que possam ter ocorrido na estrutura cristalina das amostras cerâmicas após os ciclos de imersão, os resultados encontrados pelos difratogramas de raios X mostraram que as fases cristalinas identificadas em todas as temperaturas de queima estudadas foram iguais, com a diferença apenas da halita (NaCl), oriunda da água do mar sintética.

5.3 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS:

Como sugestão para continuidade dessa linha de pesquisa, aprofundando assim o conhecimento adquirido com os resultados dessa dissertação, sugerem-se:

- Realizar uma análise morfológica (microscopia eletrônica de varredura – MEV) da matéria-prima e das amostras cerâmicas intactas para posterior comparação com as submetidas a salinidade;
- Estudar o comportamento das amostras cerâmicas no meio natural para posterior comparação com a alteração realizada em laboratório e amostras intactas;
- Submeter as amostras cerâmicas a um tempo maior de imersão em ambiente salino;
- Confeccionar corpos de prova vazados;
- Realizar porosimetria para avaliar se houve oclusão de poros.

REFERÊNCIAS

ABC (**ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA**) (2009). Disponível em: <www.abceram.org.br>. Acesso em 01 de fevereiro de 2016.

ABC (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA) (2015). **Informações Técnicas – Processos de fabricação**. Disponível em: www.abceram.org.br/site/?area=4&submenu=50 [capturado em 03 de fevereiro de 2016].

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1983). Material metálico revestido e não revestido – Corrosão por exposição à nevoa salina. **NBR 8094**.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1986). Amostras de Solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. **NBR 6457**.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. (2013). Edificações habitacionais – Desempenho – Parte 1: Requisitos gerais. **NBR 15575-1**.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS) (1986). Amostras de Solo – Preparação para Ensaios de Compactação e Ensaios de Caracterização. **NBR 6457**.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 10520**: Informação e Documentação: Citações em Documentos – Apresentação. Rio de Janeiro, 2002.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 10899**: Energia Solar Fotovoltaica – Terminologia. Rio de Janeiro, 2013.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 14724**: Informação e Documentação: Trabalhos Acadêmicos – Apresentação. Rio de Janeiro, 2011.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 6023**: Informação e Documentação: Referências – Elaboração. Rio de Janeiro, 2002.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 6024**: Informação e Documentação: Numeração Progressiva das Seções de um Documento Escrito – Apresentação. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 6027**: Informação e Documentação: Sumário – Apresentação. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS). **NBR 6028**: Informação e Documentação: Resumo – Procedimento. Rio de Janeiro, 2003.

ALEXANDRE, J. (2000). **Análise de Matéria-Prima e Composições de Massa Utilizada em Cerâmica Vermelha**. Tese de Doutorado em Ciências de Engenharia – Campos dos Goytacazes – RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF.

ALEXANDRE, J. **Caracterização das Argilas do Município de Campos dos Goytacazes para Utilização em Cerâmica Vermelha**. Dissertação de Mestrado em Ciências de Engenharia – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Engenharia Civil. Campos dos Goytacazes, 1997.

American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM C 373-14, 1977a. Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired White ware Products, **Ceramic Tiles and Glass Tiles**. 3 p.

ANICER – **Associação Nacional da Indústria Cerâmica**. Disponível em: <www.anicer.com.br> Acesso em: 25/08/2017.

ASTM **C 373** (AMERICAN SOCIETY TECHNOLOGY MATERIALS) (1977a). Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products.

ASTM **C 674** (AMERICAN SOCIETY TECHNOLOGY MATERIALS) (1977b). Standard Test Method for Flexural Properties of Ceramic Whiteware Materials.

BEQ. **Processos: Injeção X Extrusão de Polímeros**. 2016. Disponível em <<https://betaeq.com.br/index.php/2016/04/20/processos-injecao-x-extrusao-de-polimeros/>>. Acesso em: 22/03/2018.

BERGAYA, F.; THENG, B.C.G.; LAGALY, G. **Handbook of clay science. In: General introduction: Clay, clays minerals and clay science**. Amsterdam: Elsevier, 2006. Cap. 1. p. 1-18.

BOCH, P.; NIÈPCE, J. C., Ceramic Materials - Processes, Properties and Applications, **ISTE**, 2007.

CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. São Paulo: LTC, 2012. 8ª edição.

CEN (COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION). (1999) – **Methods of Testing Cement – Part X: Determination of the Resistance of Cements to Attack by Sulphate Solution and by Seawater**, PR ENV 196-X.

CERQUEIRA, A.N. **Parâmetros físicos e mecânicos de blocos prensados e queimados de cerâmica vermelha para uso como alvenaria estrutural**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil – Universidade Estadual do Norte Fluminense, UENF, Campos dos Goytacazes, 2017.

CHAVES, A. (2009) – **Patologia e Reabilitação de Revestimentos de Fachada**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil. Universidade do Minho. Escola de Engenharia. Portugal.

CRAUSS, C.(2010) – **Penetração de cloretos de concretos com diferentes tipos de cimento submetidos a tratamento superficial**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil – Universidade Federal de Santa Maria, UFSM. Rio Grande do Sul, 2010.

CRUZ, C. (2010) – **Comportamento e durabilidade de telhas cerâmicas em ambiente marítimo**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil. LNEC. Lisboa. 398 p.

DUTRA, R. P. S., **Efeito da velocidade de aquecimento nas propriedades de produtos da cerâmica estrutural**, Tese de Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais, UFRN, PPGCEM, Natal/RN, 2007.

FARJALLAT, J. E. S. (1972). Relato sobre o Tema: Desagregabilidade de Rochas e Problemas Relativos à sua Aplicabilidade. **4ª Semana Paulista de Geologia Aplicada**, ABGE, São Paulo, vol. II A, pág. 19-53.

FLAT, R. (2002) – Salt damage in porous materials: how high supersaturation are generated. **Journal of Crystal Growth**. Vol. 242. Pages 435-454.

FONSECA, B. M. S. **Influência do Nevoeiro Salino na Degradação de Materiais Cerâmicos Aplicados em Construções**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Geológica – Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, 2012.

FRASCA, M.H.B.O. (2005). Durabilidade e Alterabilidade em Rochas Ornamentais e para Revestimento. **Revista Rochas de Qualidade**. Edição 180: pág. 178-188.

GALHANO, C. SIMÃO, J. (2010). Efeitos do nevoeiro salino em argilas para cerâmica estrutural (nota preliminar). **Revista Eletrônica de Ciências da Terra Geosciences On-line Journal**, Portugal, v.20, n° 20, 20p. 2010.

GUIMARÃES, O.A.C. **Avaliação do ciclo de queima nas propriedades tecnológicas de cerâmica vermelha**. Dissertação de mestrado em Engenharia Civil – Universidade Estadual do Norte Fluminense, UENF, Campos dos Goytacazes, 2017.

HOLANDA, J. N. F.; PINHEIRO, B. C. A.; Efeito da temperatura de queima em algumas propriedades mecânicas de cerâmica vermelha. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 56, p. 237-243, 2010.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (2016). **Posição e extensão**. Disponível em: <http://www.teen.ibge.gov.br/mao-na-roda/posicao-e-extensao> [capturado em 08 de fevereiro de 2016].

IPCC. Climate Change 2014: Mitigation of Climate Change. 2014. Disponível em: <https://www.ipcc.ch/pdf/assessment-report/ar5/wg3/ipcc_wg3_ar5_full.pdf>. Acesso em: 05 mar. 2016.

LAVALLE, J. (1853) - Recherches sur la formation lente des cristaux à la température ordinaire. **Compte Rend. Acad. Sci.** Vol. 36. Pages 493-495.

LIMA, M. A. B.; NOGUEIRA NETO, J. A.; ARTUR, A. C. (2005). Simulações da Alterabilidade de Granitos em Áreas Litorâneas. **I Congresso Internacional de Rochas Ornamentais**, Guarapari-ES, 8 p.

LIMA, M.G., MORELLI, F. (2004). **Caracterização da agressividade do ambiente marinho às estruturas de concreto.** ITA – São José dos Campos, SP 20 p.

LÓPEZ S. P., Durabilidad del hormigón en ambiente marino. **Cuadernos Intemac** n. 31. INTEMAC, Madrid, 1998, 43p.

MAHESH, A.; SANDHU, K. S. Hybrid Wind/Photovoltaic Energy System Developments: Critical Review and Findings. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 52, p. 1135–1147, 2015.

MAIA, P. C. A. **Avaliação do Comportamento Geomecânico e de Alterabilidade de Enrocamentos.** Tese de Doutorado – Rio de Janeiro, RJ. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2001.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais.** São Paulo, Pini, 1994.

MOORE, D. M.; REYNOLDS, R. C. **X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals.** 2. ed. New York: Oxford University Press, 1997. 378p.

MOTTA, J.F.M.; ZANARDO, A.; CABRAL, M.J. (2001). As Matérias-primas Cerâmicas. Parte I: O Perfil das principais Indústrias Cerâmicas e seus Produtos. **Revista Cerâmica Industrial.** Vol. 6 (2). Março/Abril.

MURRAY, H. H. **Applied clay mineralogy.** 6th ed. Amsterdam: Elsevier, 2007.

O'FARRELL, M.; WILD, S.; SABIR, B. B. (1999). Resistance to Chemical Attack of Ground Brick-PC Mortar Part I. Sodium Sulphate Solution. **Cement and Concrete Research** (Elsevier). 8p.

O'FARRELL, M.; WILD, S.; SABIR, B. B. (1999). Resistance to Chemical Attack of Ground Brick-PC Mortar Part II. Synthetic Seawater. **Cement and Concrete Research** (Elsevier). 8p.

PAES MOTHÉ, L. (2004). **Avaliação das Condições Ideais para a Produção de Metacaulinita através da Análise da sua Atividade Pozolânica**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil – Campos dos Goytacazes-RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF. 86p.

PEÇANHA JUNIOR, L. A. F., **Reformulação de massa cerâmica para telhas do município de Campos dos Goytacazes**, Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual Norte Fluminense Darcy Ribeiro – Campos dos Goytacazes/RJ, 2006.

PEDROTI L.G., ALEXANDRE J., XAVIER G.C.X., MONTEIRO S.N., VIEIRA, C. M. F., BAHIANSE, A.V., MAIA, P.C.A. (2011) Desenvolvimento de massa cerâmica para blocos queimados e prensados, **Cerâmica Industrial**, (16): 25-30.

PEDROTI, L.G. **Desenvolvimento de massa argilosa com uso de resíduo de granito para obtenção de blocos cerâmicos prensados de encaixe de matriz argilosa**. Tese de Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2011.

PEDROTI, L.G. **Estudo de Conformidades em Relação à ABNT de Blocos Cerâmicos Prensados e Queimados**. / Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Engenharia Civil. Campos dos Goytacazes, 2007.

PINTO, A., ALHO, A., MOURA, A., HENRIQUES, A., CARVALHO, C., RAMOS, J., ALMEIRA, N., Mestre, V. (2006) – Manual da pedra natural para arquitetura. **Direção - Geral de Geologia e Energia**. 199p.

Ramos, I. de S. **Os depósitos Silte-Argilosos da Planície de Imundação do Rio Paraíba do Sul em Campos dos Goytacazes-RJ, como Fonte de Materiais para Indústria de Cerâmica Vermelha**. Tese de Doutorado, Campos dos Goytacazes: Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2006.

REED, J. S., **Principles of ceramics processing**. 2ª. Edição, Wiley, New York, 1995

RIBEIRO, M.J., FERREIRA, A.A.L., LABRINCHA, J.A. (2003). Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas cerâmicas vermelhas. **Cerâmica industrial**- Janeiro/Fevereiro. Pág. 37-42.

ROSS, D. A., **Introduction to Oceanography**, 3^o ed., 1982.

SALLES, R. O. **Durabilidade de Geossintéticos em Equipamento de Degradação em Laboratório**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil – Universidade Estadual do Norte Fluminense, UENF. Campos dos Goytacazes, 2006.

SÁNCHEZ, E. Nova **Normalização Brasileira para a Alvenaria Estrutural**. Rio de Janeiro: Interciência, 2013.

SANTOS, P.S. (1989) **Ciência e tecnologia das argilas**, 2ª Ed., São Paulo, Edgard Blucher, v.1, 405p.

SANTOS, P.S. **Tecnologia de argilas**. Vol. 1 Fundamentos. São Paulo: Edgard Blucher, 1975, 340 p.

SCHERER, G. (2004) – Stress from crystalization of salt. **Cement and Concrete Research**. Vol 34. p. 1613-1624.

SHREVE, R. N.; BRINK JR, J. A., **Indústria de Processos Químicos**, Editora Guanabara Koogan S.A., 4ª Edição, p. 122 a 137, Rio de Janeiro/RJ, 1977.

SMITH, W.F. (1998). **Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais**. 3ª Edição, Lisboa-Pt, Ed. Mc GRAW-HILL, 892p.

TEIXEIRA-NETO, E; TEIXEIRA-NETO, A. A. Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado. **Química Nova**. V.32. n.3, p. 809-817, 2009.

TODOR, D. N. **Thermal analysis of minerals**. Abacus press, 1976.

TOLEDO, R., **Técnicas Fototérmicas e de Raios X para o Monitoramento de Sólidos e Gases em Materiais Cerâmicos**. Tese de Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais, UENF, Campos dos Goytacazes/RJ, 2003.

XAVIER, G. C. **Resistência, Alterabilidade e Durabilidade de Peças Cerâmicas Vermelhas Incorporadas com Resíduo de Granito**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil – Universidade Estadual do Norte Fluminense, UENF. Campos dos Goytacazes, 2006.

APÊNDICE A – RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA



UENF
Universidade estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro

Laboratório de Engenharia Civil
LECIV/CCT

Resultados de Ensaio de Caracterização Completa

Interessado: MAIRY
Obra: -
Ponto de Coleta: 1

Data: 6/12/16
Profundidade: -
Amostra: Argila Amarela - Cerâmica Sardinha

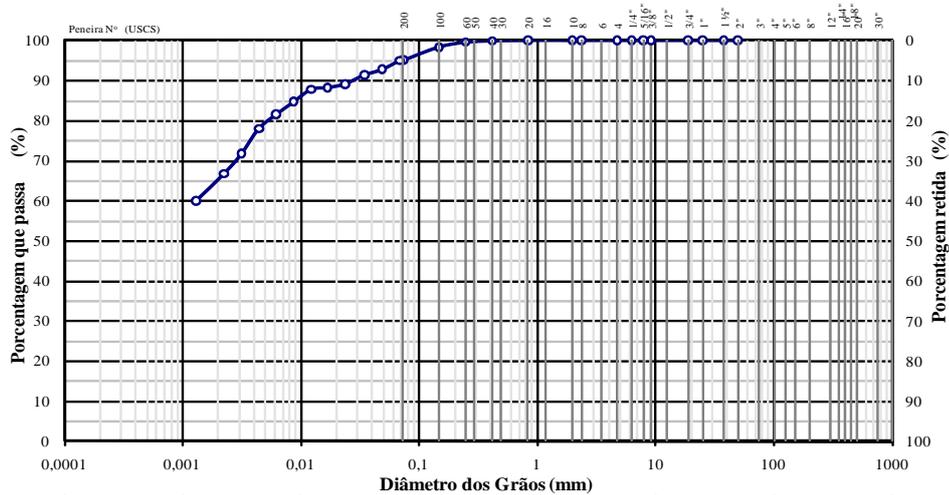
Características Granulométricas

Frações Granulométricas e Classificação Unificada

Pedregulho			Areia			Silte	Argila	Classificação (USCS)
Grosso	Médio	Fino	Grossa	Média	Fina			
-	-	-	-	1,1	5,0	29,0	64,9	CH

Diâmetros Característicos e Coeficientes de Curvatura e Uniformidade

D ₁₀	D ₁₅	D ₃₀	D ₅₀	D ₆₀	D ₈₅	C _c	C _u
-	-	-	-	-	-	-	-



ABNT	Argila	Silte	Areia			Pedregulho			Pedra	Matacão
USCS	Argila	Silte	fina	média	grossa	fino	médio	grosso		
MIT	Argila	Silte	fina	média	grossa	Pedregulho				

Propriedades Físicas

Densidade:
Densidade Real dos Grãos = 2,64 g/cm³

Umidades:
Umidade Natural = - %
Umidade Higroscópica = 13,6 %

Índices de Atterberg:
Limite de Liquidez = 74,0 %
Limite de Plasticidade = 33,5 %
Índice de Plasticidade = 40,5 %
Índice de Consistência = - %

Atividade Skempton:
Atividade Coloidal = 0,62 (inativa)

Limite de Liquidez

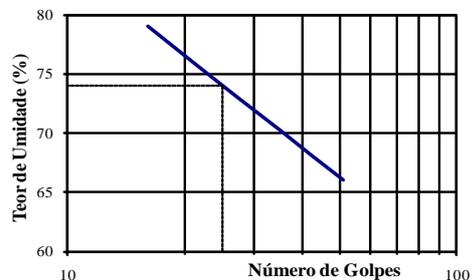


Tabela A.1 – Caracterização física da matéria-prima.

APÊNDICE B – TAMANHO MÍNIMO DO LOTE (TML)

Todos os ensaios realizados nesta pesquisa consideram que as amostras apresentam Distribuição Normal, confiabilidade de 95% ($r=0,05$) e utilizaram a Distribuição de Student (Anexo A).

Nas Tabelas B.1 à B.9 constam os resultados para o TML para os ensaios nos corpos de prova intactos e alterados.

Tabela B.1 – TML para absorção de água dos corpos de prova intactos.

Amostras (CPS)	Valores medidos para AA CPS Intactos			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1	25,31	24,61	25,11	10,66
2	26,11	23,53	24,68	12,08
3	25,28	25,92	25,44	10,74
4	24,52	24,71	26,53	10,58
5	25,84	25,85	26,45	12,12
6	24,68	27,77	27,24	11,54
Xm (média)	25,29	25,40	25,91	11,29
CV (Coeficiente de variação) %	2,46	5,75	3,79	6,38
Sx (Desvio Padrão)	0,62	1,46	0,98	0,72
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	1,60	8,74	3,80	10,76
N	1,42	5,23	2,94	5,89

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.2 – TML para porosidade aparente dos corpos de prova intactos.

Amostras (CPS)	Valores medidos para PA CPS Intactos			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1I	39,69	39,50	43,24	21,10
2I	39,72	38,33	39,61	23,49
3I	39,51	40,88	40,53	21,60
4I	39,34	39,62	41,96	21,25
5I	39,64	41,29	42,13	23,78
6I	38,91	41,98	41,89	22,98
Xm (média)	39,47	40,27	41,56	22,37
CV (Coeficiente de variação) %	0,78	3,36	3,09	5,31
Sx (Desvio Padrão)	0,31	1,35	1,29	1,19
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	0,16	2,97	2,53	7,45
N	0,16	2,42	2,12	4,74

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.3 – TML para massa específica aparente dos corpos de prova intactos.

Amostras (CPS)	Valores medidos para MEA			
	CPS Intactos			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1l	1,57	1,61	1,72	1,98
2l	1,52	1,63	1,61	1,94
3l	1,56	1,58	1,59	2,01
4l	1,60	1,60	1,58	2,01
5l	1,53	1,60	1,59	1,96
6l	1,58	1,51	1,54	1,99
Xm (média)	1,56	1,59	1,61	1,98
CV (Coeficiente de variação) %	1,91	2,55	3,85	1,34
Sx (Desvio Padrão)	0,03	0,04	0,06	0,03
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	0,96	1,72	3,91	0,48
N	0,90	1,52	3,01	0,46

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.4 – TML para tensão de ruptura á flexão dos corpos de prova intactos.

Amostras (CPS)	Valores medidos para TRF em MPa			
	CPS Intactos			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1	7,06	6,65	8,65	25,83
2	8,25	8,3	10,35	19,98
3	7,25	6,88	9,11	23,08
4	8,24	7,89	10,27	20,77
5	6,93	5,87	9,93	25,5
6	7,24	6,8	9,9	20,86
Xm (média)	7,50	7,07	9,70	22,67
CV (Coeficiente de variação) %	0,08	0,13	0,07	0,11
Sx (Desvio Padrão)	0,59	0,88	0,68	2,54
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	16,54	41,40	12,86	33,19
N	3,22	3,65	3,05	3,57

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.5 – TML para absorção de água dos corpos de prova (ciclo).

Amostras (CPS)	Valores medidos para AA CPS 3600 horas			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1	22,94	24,51	23,65	15,48
2	23,05	23,11	24,21	14,00
3	22,90	24,42	24,59	16,52
4	23,16	24,24	24,31	16,36
5	23,00	22,86	24,31	15,67
6	23,27	22,70	23,87	16,00
Xm (média)	23,05	23,64	24,16	15,67
CV (Coeficiente de variação) %	0,61	3,54	1,41	5,80
Sx (Desvio Padrão)	0,14	0,84	0,34	0,91
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	0,10	3,31	0,52	8,89
N	0,10	2,64	0,50	5,28

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.6 – TML para porosidade aparente dos corpos de prova (ciclo).

Amostras (CPS)	Valores medidos para PA CPS 3600 horas			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1	36,28	37,10	38,45	27,90
2	37,05	36,79	39,21	25,28
3	37,66	38,69	39,41	29,27
4	35,85	38,21	39,02	29,26
5	36,44	36,21	38,95	28,24
6	37,83	36,30	38,59	26,80
Xm (média)	36,85	37,22	38,94	27,79
CV (Coeficiente de variação) %	2,15	2,74	0,94	5,54
Sx (Desvio Padrão)	0,79	1,02	0,36	1,54
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	1,23	1,99	0,23	8,10
N	1,12	1,72	0,23	4,99

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.7 – TML para massa específica aparente dos corpos de prova (ciclo).

Amostras (CPS)	Valores medidos para MEA CPS 3600 horas			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1	1,58	1,57	1,63	1,80
2	1,61	1,59	1,62	1,84
3	1,64	1,58	1,60	1,77
4	1,55	1,58	1,61	1,79
5	1,58	1,58	1,61	1,80
6	1,63	1,60	1,62	1,82
Xm (média)	1,60	1,58	1,62	1,80
CV (Coeficiente de variação) %	2,15	0,65	0,65	1,34
Sx (Desvio Padrão)	0,03	0,01	0,01	0,02
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	1,22	0,11	0,11	0,48
N	1,11	0,11	0,11	0,46

(Fonte: elaboração própria)

Tabela B.8 – TML para tensão de ruptura à flexão dos corpos de prova (ciclo).

Amostras (CPS)	Valores medidos para TRF em Mpa CPS 3600 horas			
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C
1	6,29	6,59	10,15	14,32
2	4,85	6,29	9,2	13,46
3	4,6	6,38	9,42	13,19
4	5,55	6,21	9,92	13,53
5	5,84	6,43	9,1	14,21
6	5,17	6,4	9,8	14,66
Xm (média)	5,38	6,38	9,60	13,90
CV (Coeficiente de variação) %	0,12	0,02	0,04	0,04
Sx (Desvio Padrão)	0,63	0,13	0,42	0,58
v (Graus de liberdade)	5	5	5	5
t (valor tabelado)	2,57	2,57	2,57	2,57
r (acurácia - 5%)	0,05	0,05	0,05	0,05
n_0	36,50	1,09	5,09	4,61
N	3,60	0,86	2,24	2,14

(Fonte: elaboração própria)

APÊNDICE C – CRITÉRIO DE CHAUVENET

C.1. DETERMINAÇÃO DO DR

Tabela C.1 – DR – Absorção de água intactos (6 CP).

Valores de extremo	Corpos de prova intactos (AA)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	26,11	25,92	27,24	12,12	±1,73
Valor medido mínimo	24,52	23,53	24,68	10,66	
Xm (média)	25,29	25,40	25,91	11,29	
Sx (Desvio Padrão)	0,62	1,46	0,98	0,72	
Dr mínimo	-1,23	-1,28	-1,25	-0,88	
Dr máximo	1,32	0,36	1,36	1,16	

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.2 – DR – Porosidade aparente intactos (6 CP).

Valores de extremo	Corpos de prova intactos (PA)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	39,72	41,98	43,24	23,78	±1,73
Valor medido mínimo	38,91	38,33	39,61	21,10	
Xm (média)	39,47	40,27	41,56	22,37	
Sx (Desvio Padrão)	0,31	1,35	1,29	1,19	
Dr mínimo	1,81**	1,44	1,51	1,07	
Dr máximo	0,83	1,27	1,31	1,19	

*Da Tabela 3.3, por interpolação para 6 corpos de prova.

** Valor rejeitado – Cálculo refeito e apresentado na Tabela C.3

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.3 – DR – Porosidade Aparente (5 CP).

Valores de extremo	Corpos de prova intactos (PA)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	39,72	41,98	43,24	23,78	±1,73
Valor medido mínimo	39,34	38,33	39,61	21,10	
Xm (média)	39,58	40,27	41,56	22,37	
Sx (Desvio Padrão)	0,16	1,35	1,29	1,19	
Dr mínimo	-1,54	-1,44	-1,51	-1,07	
Dr máximo	0,90	1,27	1,31	1,19	

*Da Tabela 3.3, por interpolação para 5 corpos de prova.

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.4 – DR – Massa específica aparente (6 CP).

Valores de extremo	Corpos de prova intactos (MEA)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	1,60	1,63	1,72	2,01	±1,73
Valor medido mínimo	1,52	1,51	1,54	1,94	
Xm (média)	1,56	1,59	1,61	1,98	
Sx (Desvio Padrão)	0,03	0,04	0,06	0,03	
Dr mínimo	-1,34	-1,87**	-1,10	-1,46	
Dr máximo	1,43	1,02	1,89**	0,97	

* Da Tabela 3.3, por interpolação para 6 corpos de prova.

** Valor rejeitado – Cálculo refeito e apresentado na Tabela C.5

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.5 – DR – Massa específica aparente (5 CP).

Valores de extremo	Corpos de prova intactos (MEA)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	1,60	1,63	1,61	2,01	±1,73
Valor medido mínimo	1,52	1,58	1,54	1,94	
Xm (média)	1,56	1,60	1,58	1,98	
Sx (Desvio Padrão)	0,03	0,02	0,03	0,03	
Dr mínimo	-1,34	-1,37	-1,70	-1,46	
Dr máximo	1,43	1,43	0,88	0,97	

* Da Tabela 3.5, por interpolação para 5 corpos de prova.

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.6 – DR – Tensão de ruptura à flexão (6 CP) [intactos].

Valores de extremo	Corpos de prova intactos (TRF)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	8,25	8,3	10,35	25,83	±1,73
Valor medido mínimo	6,93	5,87	8,65	20,02	
Xm (média)	7,50	7,26	9,70	22,68	
Sx (Desvio Padrão)	0,59	0,94	0,68	2,53	
Dr mínimo	-0,95	-1,48	-1,55	-1,05	
Dr máximo	1,27	1,11	0,96	1,25	

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.7 – DR – Absorção de água (6 CP) [ciclo].

Valores de extremo	Corpos de prova 3600 horas				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	23,16	24,51	24,59	16,52	±1,73
Valor medido mínimo	22,90	23,11	24,21	14,00	
Xm (média)	23,05	23,64	24,16	15,67	
Sx (Desvio Padrão)	0,14	0,84	0,34	0,91	
Dr mínimo	1,10	0,63	-0,16	1,84	
Dr máximo	0,76	1,04	1,28	0,93	

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.8 – DR – Porosidade aparente (6 CP) [ciclo].

Valores de extremo	Corpos de prova 3600 horas				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	37,83	38,69	39,41	29,27	±1,73
Valor medido mínimo	35,85	36,21	38,45	25,28	
Xm (média)	36,85	37,22	38,94	27,79	
Sx (Desvio Padrão)	0,79	1,02	0,36	1,54	
Dr mínimo	1,26	0,99	1,34	1,63	
Dr máximo	1,23	1,44	1,30	0,96	

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.9 – DR – Massa específica aparente (6 CP) [ciclo].

Valores de extremo	Corpos de prova 3600 horas				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	1,64	1,59	1,63	1,84	±1,73
Valor medido mínimo	1,55	1,57	1,60	1,77	
Xm (média)	1,60	1,58	1,62	1,80	
Sx (Desvio Padrão)	0,03	0,01	0,01	0,02	
Dr mínimo	1,41	1,29	1,43	1,38	
Dr máximo	1,21	0,65	1,43	1,51	

(Fonte: elaboração própria)

Tabela C.10 – Tensão de ruptura à flexão (6 CP) [ciclo].

Valores de extremo	Corpos de prova 3600 horas (TRF)				DR ₀
	600 °C	800 °C	950 °C	1050 °C	
Valor medido máximo	6,29	6,59	10,15	14,66	±1,73
Valor medido mínimo	4,6	6,21	9,1	13,19	
Xm (média)	5,38	6,38	9,60	13,90	
Sx (Desvio Padrão)	0,63	0,13	0,42	0,58	
Dr mínimo	1,24	1,34	1,18	1,21	
Dr máximo	1,43	1,60	1,31	1,32	

(Fonte: elaboração própria)

APÊNDICE D – CORPOS DE PROVA

D.1 – ABSORÇÃO DE ÁGUA DOS CORPOS DE PROVA INTACTOS

Tabela D.1 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (600 °C).

Bloco	M_u - Massa úmida (g)	M_s - Massa seca (g)	Absorção de água (%)
1I	98,78	78,83	25,31
2I	101,29	80,32	26,11
3I	98,77	78,84	25,28
4I	96,73	77,68	24,52
5I	100,42	79,80	25,84
6I	97,86	78,49	24,68
7I	99,41	78,57	26,52
8I	100,32	79,26	26,57
9I	95,02	74,94	26,79
10I	99,78	79,36	25,73
11I	98,97	78,36	26,30
12I	100,35	78,81	27,33
13I	98,71	78,76	25,33
Média			25,87
Desvio Padrão			0,83
Coef. Variação (%)			3,23

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.2 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (800 °C).

Bloco	M_u - Massa úmida (g)	M_s - Massa seca (g)	Absorção de água (%)
16I	108,31	86,92	24,61
17I	110,29	89,28	23,53
18I	109,02	86,58	25,92
19I	108,29	86,83	24,71
20I	108,77	86,43	25,85
21I	91,84	71,88	27,77
22I	106,33	84,57	25,73
23I	109,59	87,35	25,46
24I	99,75	78,28	27,43
25I	94,31	73,93	27,57
26I	105,95	84,81	24,93
27I	110,86	89,83	23,41
28I	106,79	85,56	24,81
Média			25,52
Desvio Padrão			1,41
Coef. Variação (%)			5,53

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.3 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (950 °C).

Bloco	M_u - Massa úmida (g)	M_s - Massa seca (g)	Absorção (%)
31I	93,03	74,36	25,11
32I	99,63	79,91	24,68
33I	96,31	76,78	25,44
34I	92,10	72,79	26,53
35I	97,10	76,79	26,45
36I	91,45	71,87	27,24
37I	97,24	77,39	25,65
38I	98,82	78,49	25,90
39I	93,03	73,65	26,31
40I	96,93	77,13	25,67
41I	92,63	73,07	26,77
42I	93,45	73,95	26,37
43I	96,27	76,86	25,25
Média			25,95
Desvio Padrão			0,74
Coef. Variação (%)			2,83

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.4 – Absorção de água para os corpos de prova intactos (1050 °C).

Bloco	M_u - Massa úmida (g)	M_s - Massa seca (g)	Absorção (%)
46I	99,59	90,00	10,66
47I	101,21	90,30	12,08
48I	93,30	84,25	10,74
49I	94,18	85,17	10,58
50I	92,57	82,56	12,12
51I	93,21	83,57	11,54
52I	92,85	83,89	10,68
53I	93,34	84,09	11,00
54I	93,28	84,18	10,81
55I	95,91	85,42	12,28
56I	94,53	85,94	10,00
57I	101,53	90,97	11,61
58I	101,74	91,04	11,75
Média			11,22
Desvio Padrão			0,72
Coef. Variação (%)			6,41

(Fonte: elaboração própria)

D.2 – POROSIDADE APARENTE DOS CORPOS DE PROVA INTACTOS

Tabela D.5 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (600 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _l - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
1I	98,78	78,83	48,52	39,69
2I	101,29	80,32	48,50	39,72
3I	98,77	78,84	48,33	39,51
4I	96,73	77,68	48,30	39,34
5I	100,42	79,80	48,40	39,64
6I	97,86	78,49	48,08	38,91
Média				39,47
Desvio Padrão				0,31
Coef. Variação (%)				0,78

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.6 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (800 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _l - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
16I	108,31	86,92	54,16	39,50
17I	110,29	89,28	55,47	38,33
18I	109,02	86,58	54,13	40,88
19I	108,29	86,83	54,13	39,62
20I	108,77	86,43	54,67	41,29
21I	91,84	71,88	44,29	41,98
Média				40,27
Desvio Padrão				1,35
Coef. Variação (%)				3,35

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.7 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (950 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _l - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
31I	93,03	74,36	49,85	43,24
32I	99,63	79,91	49,85	39,61
33I	96,31	76,78	48,12	40,53
34I	92,10	72,79	46,08	41,96
35I	97,10	76,79	48,89	42,13
36I	91,45	71,87	44,71	41,89
Média				41,56
Desvio Padrão				1,29
Coef. Variação (%)				3,10

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.8 – Porosidade aparente para os corpos de prova intactos (1050 °C).

Bloco	M_u - Massa úmida (g)	M_s - Massa seca (g)	M_i - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
46I	99,59	90,00	54,14	21,10
47I	101,21	90,30	54,76	23,49
48I	93,30	84,25	51,41	21,60
49I	94,18	85,17	51,78	21,25
50I	92,57	82,56	50,47	23,78
51I	93,21	83,57	51,26	22,98
Média				22,37
Desvio Padrão				1,19
Coef. Variação (%)				5,32

(Fonte: elaboração própria)

D.3 – MASSA ESPECÍFICA APARENTE DOS CORPOS DE PROVA INTACTOS

Tabela D.9 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (600 °C).

CP	MEA (g/cm³)
1I	1,57
2I	1,52
3I	1,56
4I	1,60
5I	1,53
6I	1,58
Média	1,56
Desvio Padrão	0,03

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.10 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (800 °C).

CP	MEA (g/cm³)
16I	1,61
17I	1,63
18I	1,58
19I	1,60
20I	1,60
21I	1,51
Média	1,59
Desvio Padrão	0,04

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.11 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (950 °C).

CP	MEA (g/cm³)
31I	1,72
32I	1,61
33I	1,59
34I	1,58
35I	1,59
36I	1,54
Média	1,61
Desvio Padrão	0,06

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.12 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova intactos (1050 °C).

CP	MEA (g/cm³)
46l	1,98
47l	1,94
48l	2,01
49l	2,01
50l	1,96
51l	1,99
Média	1,98
Desvio Padrão	0,03

(Fonte: elaboração própria)

D.4 – TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO DOS CORPOS DE PROVA INTACTOS

Tabela D.13 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (600 °C).

CP	TRF (MPa)
1l	7,06
2l	8,25
3l	7,25
4l	8,24
5l	6,93
6l	7,24
Média	7,50
Desvio Padrão	0,59
Coefficiente de Variação	7,91

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.14 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (800 °C).

CP	TRF (MPa)
16l	6,65
17l	8,3
18l	6,88
19l	7,89
20l	5,87
21l	7,95
Média	7,26
Desvio Padrão	0,94
Coefficiente de Variação	12,93

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.15 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (950 °C).

CP	TRF (MPa)
31l	8,65
32l	10,35
33l	9,11
34l	10,27
35l	9,93
36l	9,9
Média	9,70
Desvio Padrão	0,68
Coeficiente de Variação	6,98

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.16 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova intactos (1050 °C)

CP	TRF (MPa)
46l	25,83
47l	20,02
48l	23,08
49l	20,77
50l	25,5
51l	20,86
Média	22,68
Desvio Padrão	2,53
Coeficiente de Variação	11,17

(Fonte: elaboração própria)

D.5 – ABSORÇÃO DE ÁGUA DOS CORPOS DE PROVA DEGRADADOS

Tabela D.17 – Absorção de água dos corpos de prova degradados (600 °C).

Bloco	M_u - Massa úmida (g)	M_s - Massa seca (g)	Absorção (%)
1C	100,20	81,50	22,94
2C	98,65	80,17	23,05
3C	100,21	81,54	22,90
4C	99,08	80,45	23,16
5C	99,69	81,05	23,00
6C	99,37	80,61	23,27
Média			23,05
Desvio Padrão			0,14
Coef. Variação (%)			0,61

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.18 – Absorção de água dos corpos de prova degradados (800 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	Absorção (%)
11C	94,02	75,65	24,51
12C	100,95	75,19	23,11
13C	98,09	75,03	24,42
14C	98,52	78,15	24,24
15C	99,15	74,95	22,86
16C	100,38	78,16	22,70
Média			23,64
Desvio Padrão			0,84
Coef. Variação (%)			3,54

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.19 – Absorção de água dos corpos de prova degradados (950 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	Absorção (%)
21C	93,54	75,65	23,65
22C	93,39	75,19	24,21
23C	93,48	75,03	24,59
24C	97,15	78,15	24,31
25C	93,17	74,95	24,31
26C	96,82	78,16	23,87
Média			24,16
Desvio Padrão			0,34
Coef. Variação (%)			1,41

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.20 – Absorção de água dos corpos de prova degradados (1050 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	Absorção (%)
31C	100,94	87,41	15,48
32C	99,48	87,47	13,73
33C	100,84	86,54	16,52
34C	101,30	87,06	16,36
35C	101,43	87,69	15,67
36C	99,93	87,09	14,74
Média			15,67
Desvio Padrão			0,91
Coef. Variação (%)			5,80

(Fonte: elaboração própria)

D.6 – POROSIDADE APARENTE DOS CORPOS DE PROVA DEGRADADOS

Tabela D.21 – Porosidade aparente dos corpos de prova degradados (600 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _i - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
1C	100,20	81,50	48,65	36,28
2C	98,65	80,17	48,77	37,05
3C	100,21	81,59	50,64	37,66
4C	99,08	80,45	47,11	35,85
5C	99,69	81,05	48,54	36,44
6C	99,37	80,61	49,78	37,83
Média				36,85
Desvio Padrão				0,79
Coef. Variação (%)				2,15

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.22 – Porosidade aparente dos corpos de prova degradados (800 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _i - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
11C	94,02	75,51	44,13	37,10
12C	100,95	82,00	49,44	36,79
13C	98,09	78,4	48,34	39,69
14C	98,52	79,3	48,22	38,21
15C	99,15	80,70	48,20	36,21
16C	100,38	81,81	49,23	36,30
Média				37,22
Desvio Padrão				1,02
Coef. Variação (%)				2,74

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.23 – Porosidade aparente dos corpos de prova degradados (950 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _i - Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
21C	93,54	75,65	47,01	38,45
22C	93,39	75,19	46,97	39,21
23C	93,48	75,03	46,66	39,41
24C	97,15	78,15	48,46	39,02
25C	93,17	74,95	46,39	38,95
26C	96,82	78,16	48,46	38,59
Média				38,94
Desvio Padrão				0,36
Coef. Variação (%)				0,94

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.24 – Porosidade aparente dos corpos de prova degradados (1050 °C).

Bloco	M _u - Massa úmida (g)	M _s - Massa seca (g)	M _i – Massa imersa (g)	Porosidade Aparente (%)
31C	100,94	87,41	52,44	27,90
32C	99,48	87,47	51,98	25,28
33C	100,84	86,54	51,98	29,27
34C	101,3	87,06	52,63	29,26
35C	101,43	87,69	52,77	28,24
36C	99,93	87,09	52,02	26,80
Média				27,79
Desvio Padrão				1,54
Coef. Variação (%)				5,54

(Fonte: elaboração própria)

D.7 – MASSA ESPECÍFICA APARENTE DOS CORPOS DE PROVA DEGRADADOS

Tabela D.25 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova degradados (600 °C).

CP	MEA (g/cm ³)
1C	1,58
2C	1,61
3C	1,64
4C	1,55
5C	1,58
6C	1,63
Média	1,60
Desvio Padrão	0,03
Coefficiente Variação	2,15

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.26 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova degradados (800 °C).

CP	MEA (g/cm ³)
11C	1,57
12C	1,59
13C	1,58
14C	1,58
15C	1,58
16C	1,60
Média	1,58
Desvio Padrão	0,01
Coefficiente Variação	0,65

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.27 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova degradados (950 °C).

CP	MEA (g/cm ³)
21C	1,63
22C	1,62
23C	1,60
24C	1,61
25C	1,61
26C	1,62
Média	1,62
Desvio Padrão	0,01
Coeficiente Variação	0,65

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.28 – Valores obtidos para MEA dos corpos de prova degradados (1050 °C).

CP	MEA (g/cm ³)
31C	1,80
32C	1,84
33C	1,77
34C	1,79
35C	1,80
36C	1,82
Média	1,80
Desvio Padrão	0,02
Coeficiente Variação	1,34

(Fonte: elaboração própria)

D.8 – TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO DOS CORPOS DE PROVA DEGRADADOS

Tabela D.29 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova degradados (600 °C).

CP	TRF (MPa)
1C	6,29
2C	4,85
3C	4,6
4C	5,55
5C	5,84
6C	5,17
Média	5,38
Desvio Padrão	0,63
Coeficiente de Variação	11,75

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.30 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova degradados (800 °C).

CP	TRF (MPa)
16C	6,59
17C	6,29
18C	6,38
19C	6,21
20C	6,43
21C	6,4
Média	6,38
Desvio Padrão	0,13
Coeficiente de Variação	2,03

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.31 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova degradados (950 °C).

CP	TRF (MPa)
31C	10,15
32C	9,2
33C	9,42
34C	9,92
35C	9,1
36C	9,8
Média	9,60
Desvio Padrão	0,42
Coeficiente de Variação	4,39

(Fonte: elaboração própria)

Tabela D.32 – Valores obtidos para TRF dos corpos de prova degradados (1050 °C).

CP	TRF (MPa)
46C	14,32
47C	13,46
48C	13,19
49C	13,53
50C	14,21
51C	14,66
Média	13,90
Desvio Padrão	0,58
Coeficiente de Variação	4,18

(Fonte: elaboração própria)

APÊNDICE E – RESULTADOS COMPLEMENTARES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Nas Figuras E.1 à E.4, a seguir, são apresentados os difratogramas de raios X individuais dos corpos cerâmicos, em função da temperatura, intactos e de E5 à E8, os difratogramas das amostras queimadas e submetidas aos ciclos de imersão na água do mar sintética.

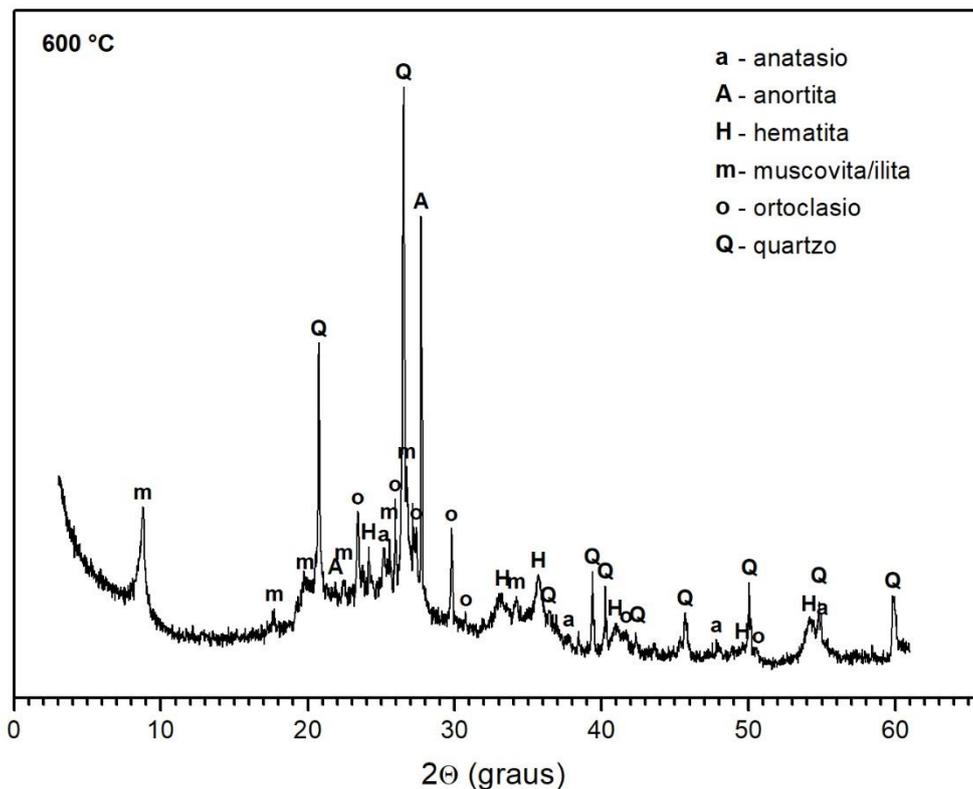


Figura E.1 – Difratograma de raios X amostra intacta – 600 °C.

(Fonte: elaboração própria)

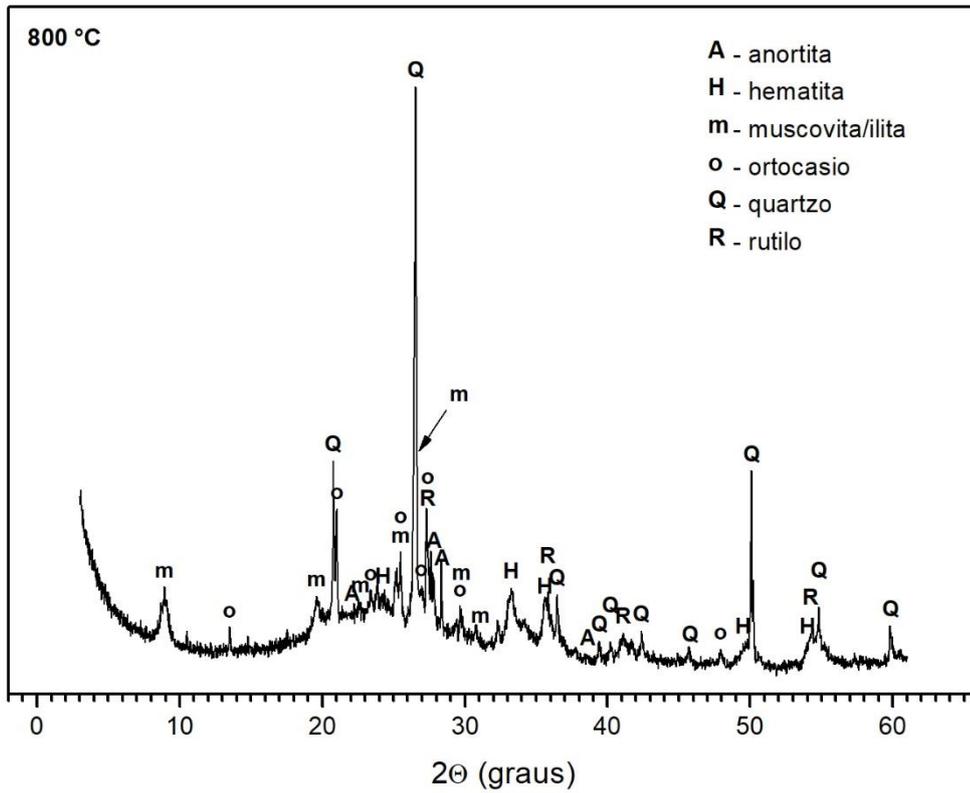


Figura E.2 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 800 °C.
(Fonte: elaboração própria)

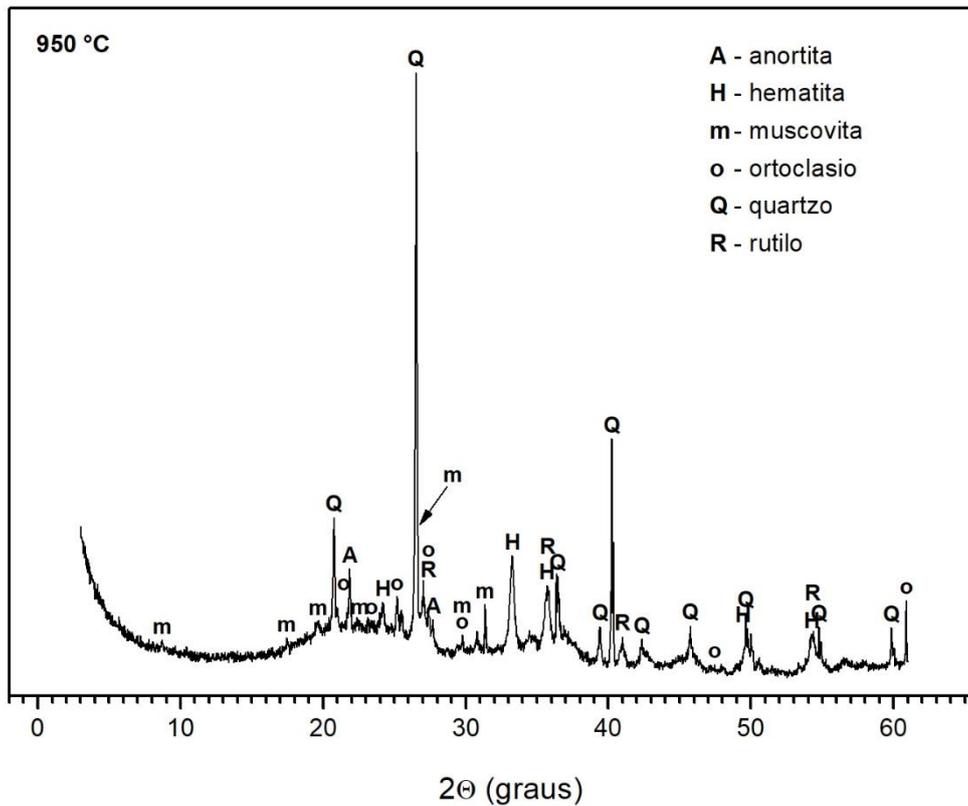


Figura E.3 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 950 °C.
(Fonte: elaboração própria)

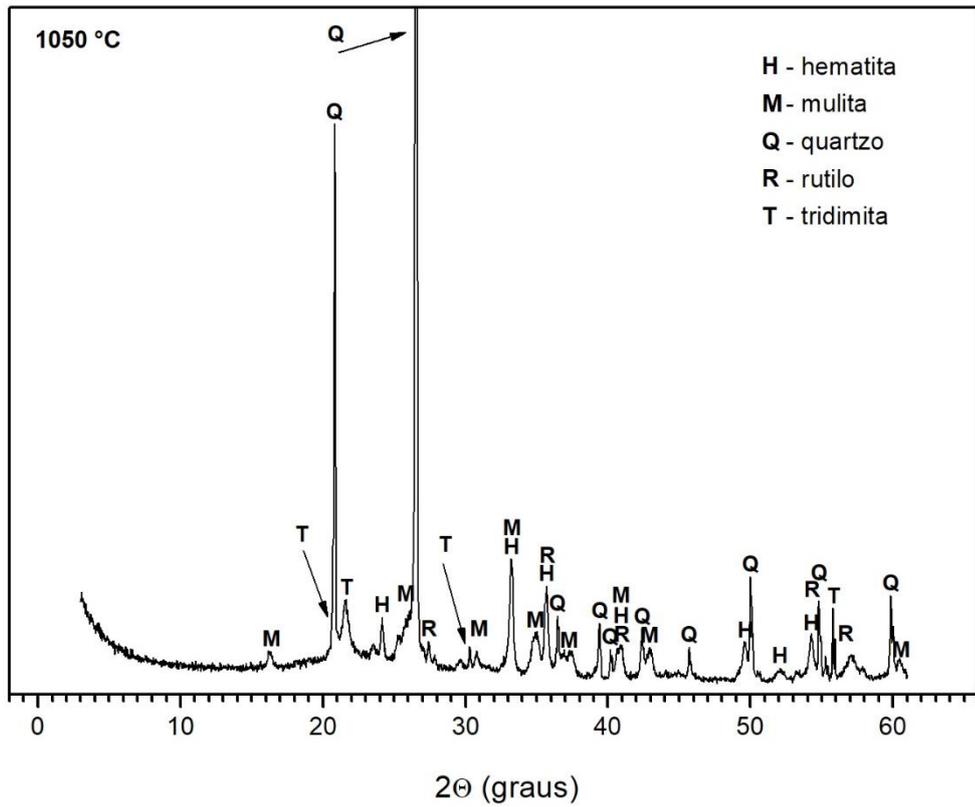


Figura E.4 – Difratoograma de raios X amostra intacta – 1050 °C.
(Fonte: elaboração própria)

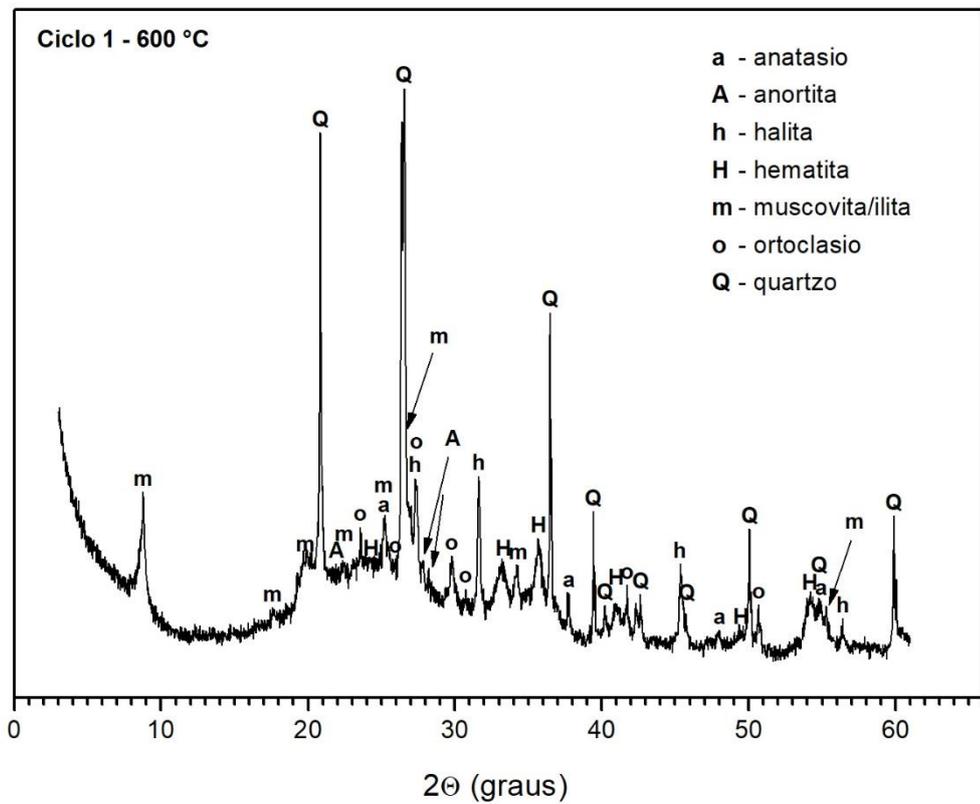


Figura E.5 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 600 °C.
(Fonte: elaboração própria)

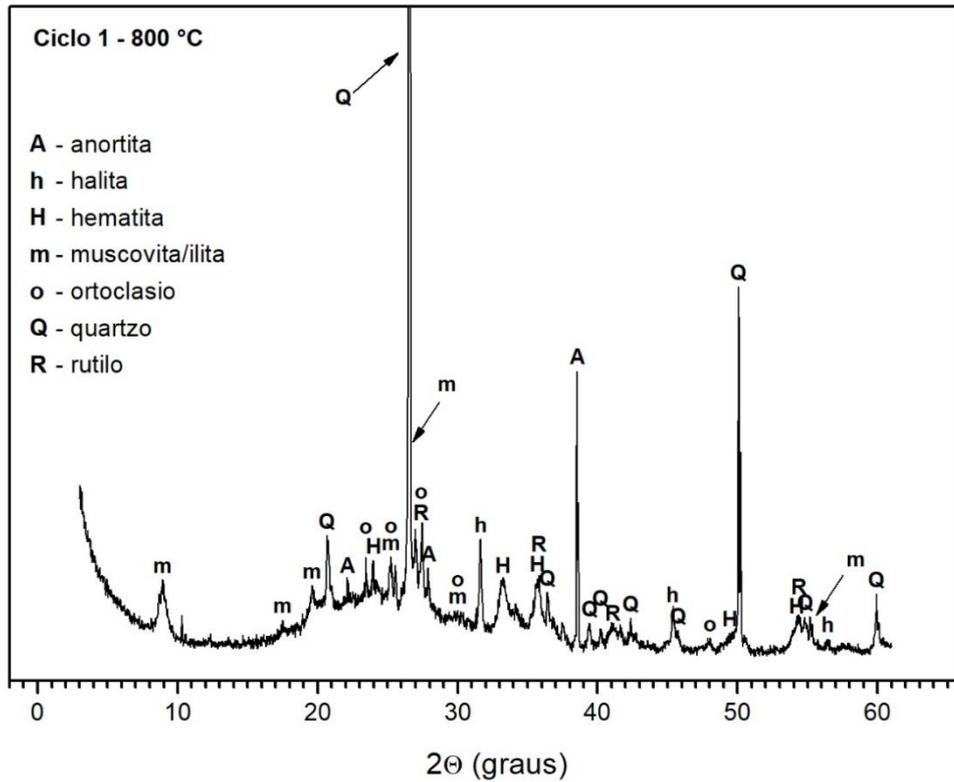


Figura E.6 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 800 °C.
(Fonte: elaboração própria)

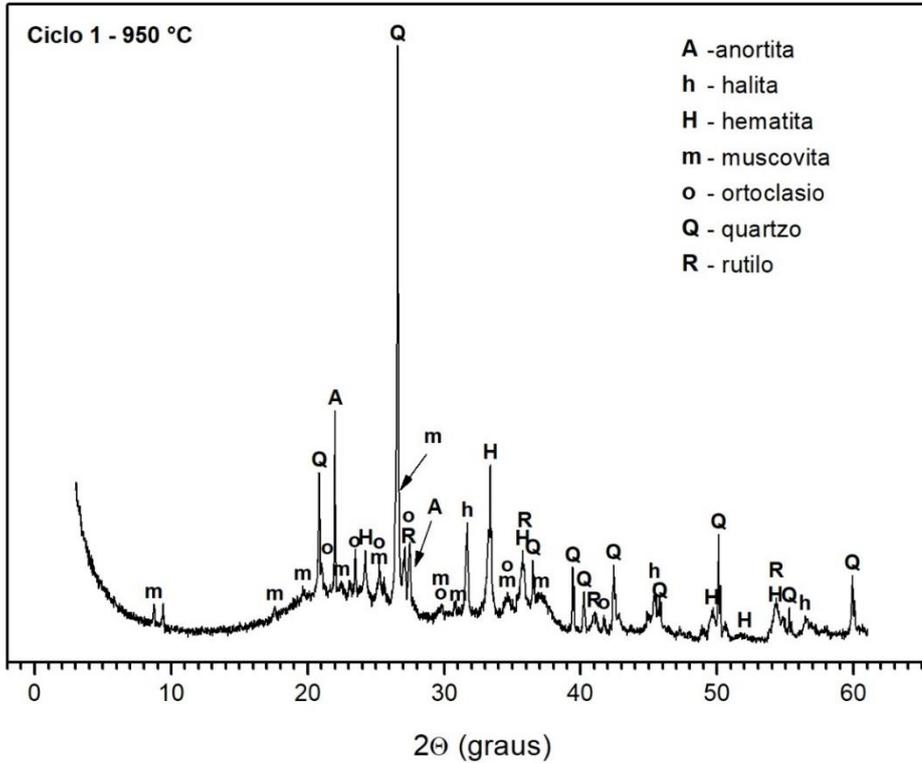


Figura E.7 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 950 °C.
(Fonte: elaboração própria)

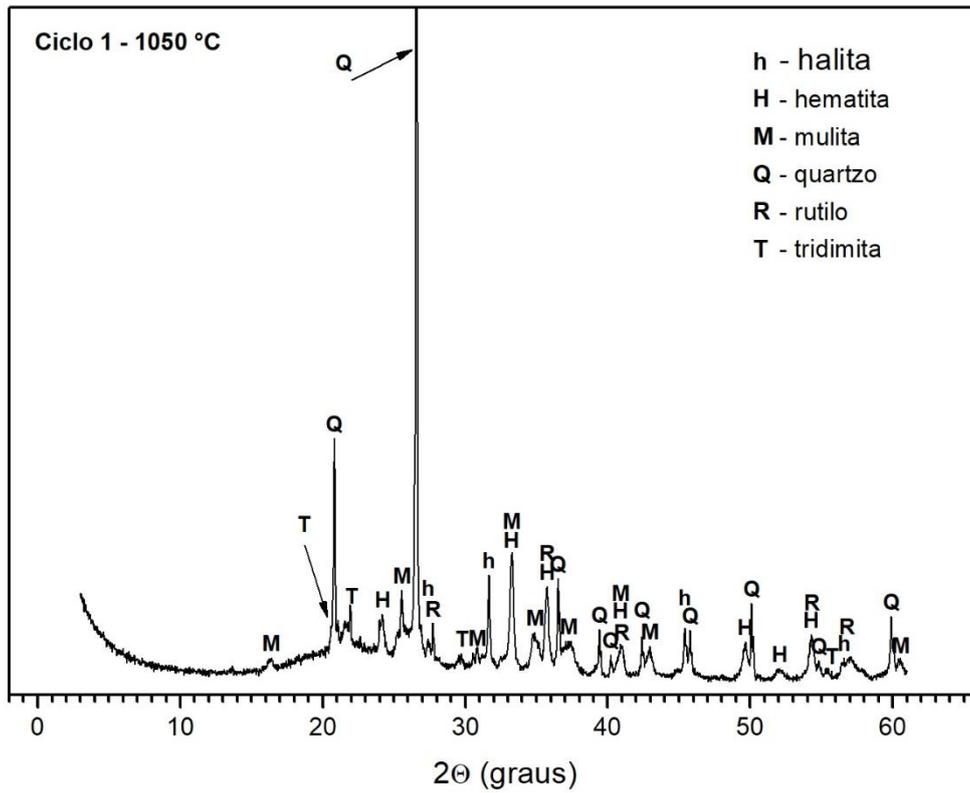


Figura E.8 – Difratoograma de raios X amostra degradada – 1050 °C.
(Fonte: elaboração própria)

ANEXO A – DISTRIBUIÇÃO DE STUDENT; COEFICIENTE t

Distribuição de Student: coeficiente t

Graus de liberdade	10%	5%	2%	1%	0,5%	0,1%
1	6,31	12,71	31,82	63,66	127,32	636,62
2	2,92	4,30	6,97	9,92	14,09	31,60
3	2,35	3,18	4,54	5,84	7,45	12,94
4	2,13	2,78	3,75	4,60	5,60	8,61
5	2,02	2,57	3,37	4,03	4,77	6,86
6	1,94	2,45	3,14	3,71	4,32	5,96
7	1,90	2,36	3,10	3,50	4,03	5,41
8	1,86	2,31	2,90	3,36	3,83	5,04
9	1,83	2,26	2,82	3,25	3,69	4,78
10	1,81	2,23	2,76	3,17	3,58	4,59
11	1,80	2,20	2,72	3,11	3,50	4,44
12	1,78	2,18	2,68	3,06	3,43	4,32
13	1,77	2,16	2,65	3,01	3,37	4,22
14	1,76	2,14	2,62	2,98	3,33	4,14
15	1,75	2,13	2,60	2,95	3,29	4,07
16	1,75	2,12	2,58	2,92	3,25	4,02
17	1,74	2,11	2,57	2,90	3,22	3,97
18	1,73	2,10	2,55	2,88	3,20	3,92
19	1,73	2,09	2,54	2,86	3,17	3,88
20	1,73	2,09	2,53	2,84	3,15	3,85
21	1,72	2,08	2,52	2,83	3,14	3,82
22	1,72	2,07	2,51	2,82	3,12	3,79
23	1,71	2,07	2,50	2,81	3,10	3,77
24	1,71	2,06	2,49	2,80	3,09	3,75
25	1,71	2,06	2,49	2,79	3,08	3,73
26	1,71	2,06	2,48	2,78	3,07	3,71
27	1,70	2,05	2,47	2,77	3,06	3,69
28	1,70	2,05	2,47	2,76	3,05	3,67
29	1,70	2,04	2,46	2,76	3,04	3,66
30	1,70	2,04	2,46	2,75	3,03	3,65
40	1,68	2,02	2,42	2,70	2,97	3,55
60	1,67	2,00	2,39	2,66	2,92	3,46
120	1,65	1,98	2,36	2,62	2,86	3,37
∞	1,65	1,96	2,33	2,58	2,81	3,29

Tabela adaptada do livro Curso de Estatística Experimental (12^a. Ed) de Frederico Pimentel Gomes, 1987.