

CAPÍTULO 5

PREPARAÇÃO DE FRITAS DERIVADAS DO VIDRO SIPPBORAX

5.0 - Introdução

Muitos produtos cerâmicos, como louças, azulejos, isoladores elétricos, materiais de revestimento e outros, recebem uma camada fina e contínua de um material denominado de esmalte ou vidrado, que após a queima adquire o aspecto vítreo. Essa camada vítrea torna a peça impermeável, contribuindo para os aspectos estéticos e higiênicos e melhoria de algumas propriedades mecânicas e elétricas. Muitos materiais também são submetidos a uma decoração, a qual pode ser feita por diversos métodos, como serigrafia, decalcomania, pincel e outros.

Frita é um dos componentes mais usados na formulação desses esmaltes cerâmicos, constituindo aproximadamente 95% nas formulações desses esmaltes. Segundo a ASTM, frita ou vidrado fritado é um vidro pré-fundido e moído, fabricado por indústrias especializadas a partir da fusão da mistura de diferentes matérias-primas. É aplicado na superfície do corpo cerâmico que, após a queima, adquire aspecto vítreo^{1,2}.

A fabricação de fritas no início do século passado era realizada na própria empresa que fabricava azulejos. Na década de 40 esta situação havia se alterado substancialmente, uma vez que, de uma produção que em 1946 era superior a 3700 toneladas, 35% eram fabricados por empresas especializadas. Esta tendência foi se consolidando e motivou a criação de um potente setor industrial. Entretanto, ainda existiam algumas fábricas de azulejos que produziam suas próprias fritas e esmaltes. Atualmente, todas as fritas e pigmentos são fabricados em empresas dedicadas exclusivamente a esta finalidade³. A Figura 5.1 mostra a importância econômica do setor de fritas e de esmaltes na Espanha, cujo faturamento em 1995 atingiu US\$ 300 milhões ao ano. A Figura também apresenta o aumento do mercado de exportação em todo o período considerado.

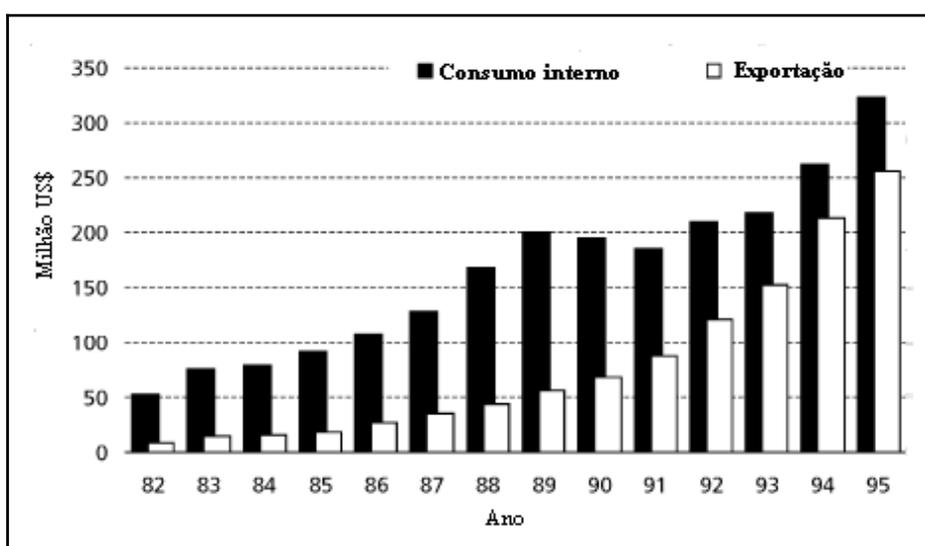


Figura 5.1: Tendência das vendas do setor de fritas, esmaltes e pigmentos cerâmicos na Espanha³.

Os vidrados fritados apresentam certas vantagens sobre os vidrados não fritados que justificam, por um lado, que nos revestimentos se utilizem somente eles, e por outro, a tendência a aumentar o teor de fritas em esmaltes para pavimento. As razões mais importantes^{1,2} são as seguintes:

I) Para uma mesma composição, os vidrados fritados fundem e maturam em temperaturas e/ou tempos de queima menores que os não fritados, e o produto acabado apresenta uma textura superficial mais lisa e brilhante.

II) O uso de fritas permite minimizar problemas de toxicidade e solubilidade associados com materiais como chumbo ou cádmio, possibilitando o emprego desses em fritas de composição adequada.

III) É reduzida a tendência à sedimentação e/ou segregação apresentada por vidrados crus que contêm materiais de tamanho de partícula e densidade muito diferentes entre si.

IV) Durante o processo de preparação da frita, ao se reduzir a temperatura e/ou o tempo de queima dos vidrados, possibilita o emprego de composições com teores de SiO_2 e Al_2O_3 mais elevados. Isto permite a obtenção de vidrados com melhores propriedades mecânicas e químicas.

V) Os vidrados obtidos a partir de fritas que contêm ZrO_2 em sua composição são de melhor qualidade e mais opacos que os obtidos através da adição de uma quantidade equivalente de silicato de zircônio durante a moagem do esmalte.

Para a fabricação de fritas cerâmicas são empregadas matérias-primas muito diferentes, tanto no que diz respeito à composição como quanto às características físicas e mineralógicas. Os critérios mais importantes que podem ser empregados na escolha das matérias-primas que participam da composição de uma frita são¹:

- Custo global da formulação;
- Impurezas que depreciam a qualidade da frita;
- Características físico-químicas e mineralógicas que determinam o comportamento da mistura durante a fusão e a qualidade da frita obtida;
- Homogeneidade e continuidade da qualidade e do fornecimento.

As fritas podem ser classificadas em diferentes categorias: em função de sua composição química, de suas características físicas (opacas, transparentes, etc.), de seu intervalo de fusão, entre outros critérios. Na atualidade, tem-se desenvolvido uma série de fritas destinadas a determinados processos de produção, que englobam uma variedade de características, o que torna mais difícil a classificação das fritas cerâmicas¹.

Os vidrados cerâmicos são obtidos através da queima de uma frita cerâmica modificada por adições feitas durante a moagem. As fritas e as adições homogeneizam-se e acondicionam-se do ponto de vista granulométrico por moagem em meio aquoso ou via seca.

As fritas com base em vidros de silicato de múltiplos óxidos são as principais matérias-primas das composições de esmaltes empregados na fabricação de peças cerâmicas. Esta etapa do trabalho tem como objetivo principal estudar a viabilidade do vidro SIPPBORAX como frita cerâmica, já que é um vidro borosilicato, derivado do SIPP e borato de sódio. O SIPP é formado basicamente de óxido de silício, que é a base dos esmaltes, e por óxidos de metais alcalinos e alcalino terrosos. O SIPPBORAX, por ser um vidro borosilicato, reduz a temperatura de fusão do esmalte.

5.1 - Experimental

O vidro SIPPBORAX preparado com uma razão em massa SIPP:Borax de 1:1 em uma temperatura de 1450 °C, conforme mencionado no capítulo 4, após caracterizado foi submetido a um processo de trituração em um almofariz e posterior peneiração em peneira # 325 MESH (44 µm). Esse vidrado foi aplicado em um suporte cerâmico cru com uma espátula, e queimado a 1100°C durante duas horas. A superfície vidrada dos corpos-de-prova foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (JEOL - JSM - Scanning Electron Microscope), acoplado a um microanalisador XEDS (espectroscopia de dispersão de energia por raios-X). A microdureza (Hv) do vidrado foi determinada por meio de um microscópio óptico Reicher com acessório para microdureza (Marca Reicher). A resistência química foi realizada de acordo com o procedimento descrito no European standard “Ceramic tiles - Determination of chemical resistance - Glazed tiles” (EN 1982). As soluções usadas foram:

Ácidos: Ácido clorídrico 3% (V/V)

Ácido cítrico, 100 kg m⁻³

Base: Hidróxido de potássio, 30 kg m⁻³

As fritas cerâmicas foram mantidas nas diferentes soluções por 7 dias em ácido clorídrico e hidróxido de potássio, e por 6 horas em ácido cítrico.

Testes para estudar a estabilidade da frita sobre a cerâmica após imersão em água foram realizados, através da imersão dos corpos-de-prova em água a temperatura ambiente durante 21 dias.

5.2 - Resultados e Discussões

O tamanho das partículas das matérias-primas influencia consideravelmente na confecção do esmalte. A fusão das partículas começa na superfície e caminha em direção ao centro. Assim, uma partícula grande demorará mais para reagir do que uma menor. Este raciocínio, entretanto, tem uma limitação em função da aglomeração das partículas. Com a diminuição do tamanho das partículas, a tendência à aglomeração aumenta. Aglomerados não fundem eficientemente. Portanto, o tamanho ideal, na maioria dos casos, é de partículas passantes em #325 MESH (44 μm), e que não sejam submicrométricas⁵.

Uma aparência vítrea foi obtida na cerâmica após aplicação das fritas, indicando que houve uma completa dissolução dos óxidos presentes. A Figura 5.2 mostra que o revestimento apresentou boa adesão ao substrato.



Figura 5.2: Aspecto da cerâmica com frita.

As cerâmicas com e sem fritas foram colocadas em água durante vinte e um dias, e o aspecto das mesmas estão apresentado nas imagens das Figuras 5.3 e 5.4.

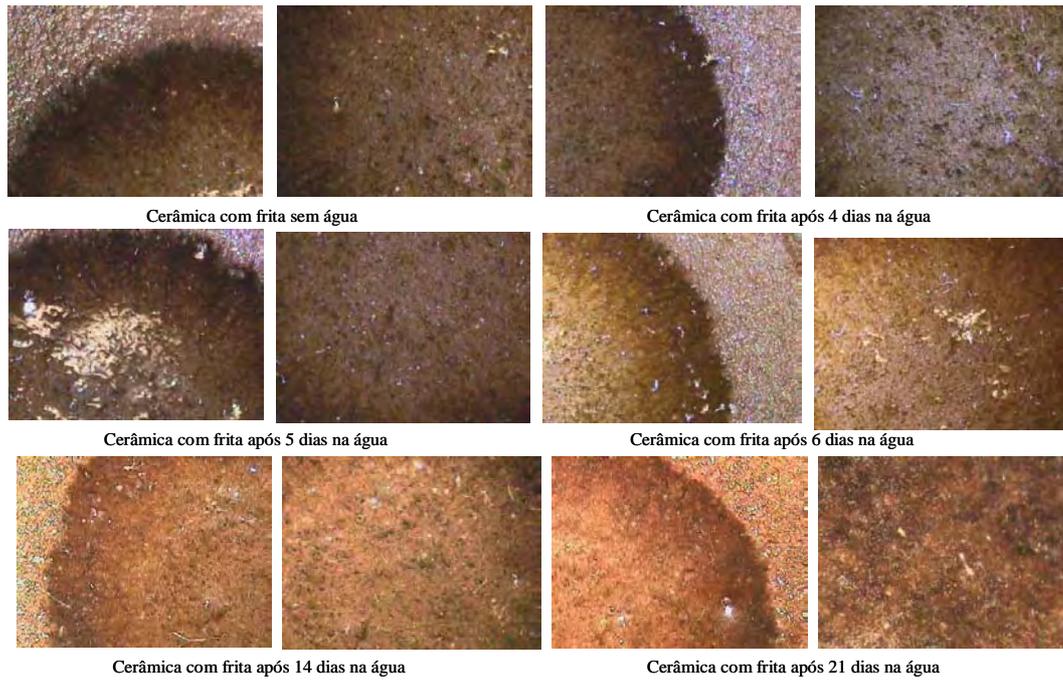


Figura 5.3: Cerâmica com frita, imagens da borda e do centro.



Figura 5.4: Cerâmica sem frita após submetida a água e sem submeter a água.

As imagens mostram que as cerâmicas com fritas não sofreram alterações aparentes após 21 dias na água, apresentando uma boa aderência ao substrato. Durante os ensaios determinou-se os valores de absorção de água para a cerâmica pura e a com frita (Tabela 5.1). Analisando-se a Tabela 5.1, verifica-se que os valores de absorção de água para cerâmica com frita foram semelhantes ao da cerâmica pura. A partir do décimo quarto dia, em meio aquoso a temperatura ambiente, observou-se uma menor absorção para os dois casos, mantendo-se esse comportamento até o vigésimo primeiro dia, quando praticamente não houve absorção de água. Esse fato mostra que a absorção de água a temperatura ambiente não foi alterada em função da aplicação da frita, permitindo concluir que as mesmas podem ser aplicadas sem sofrerem modificações em seu aspecto. O ensaio para medir absorção de água pode resultar em pequenas oscilações nos valores, pois é muito difícil pesar a peça úmida sem ter resquícios de umidade superficial.

Tabela 5.1: Valores de absorção de água da cerâmica e da cerâmica com frita.

Tempo (dias)	Absorção de água (%)	
	Cerâmica	Cerâmica com frita
0	----	----
4	0,67	0,63 ± 0,07
5	0,67	0,63 ± 0,04
14	0,33	0,42 ± 0,09
21	0	0,00 ± 0,00

Essas medidas não avaliam a impermeabilidade da frita, já que a peça foi imersa e a frita só foi aplicada a uma pequena área da superfície da amostra da cerâmica.

A análise microscópica da cerâmica com frita e sem frita após o período de 21 dias na água está mostrada nas Figuras 5.5 e 5.6, respectivamente. As micrografias das cerâmicas sem fritas após 21 dias em água apresentaram o mesmo aspecto da cerâmica sem frita sem exposição em água (Figura 5.5).

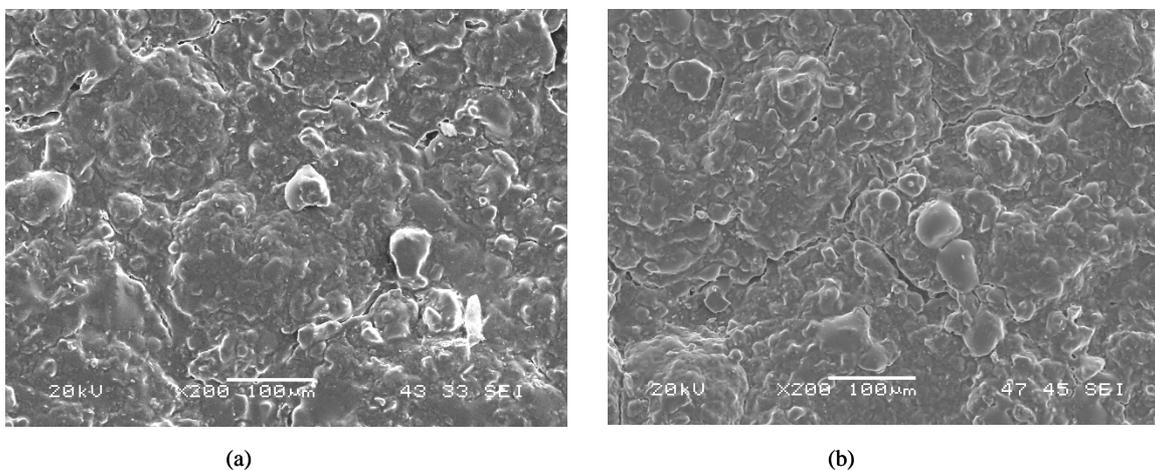


Figura 5.5: (a) Micrografia da cerâmica sem frita; (b) Micrografia da cerâmica sem frita após 21 dias em água.

Na Figura 5.6 se observa a presença de partes claras na cerâmica com frita tanto antes como após o tratamento com água. O aspecto da região vítrea da cerâmica não sofreu alteração após exposição a água.

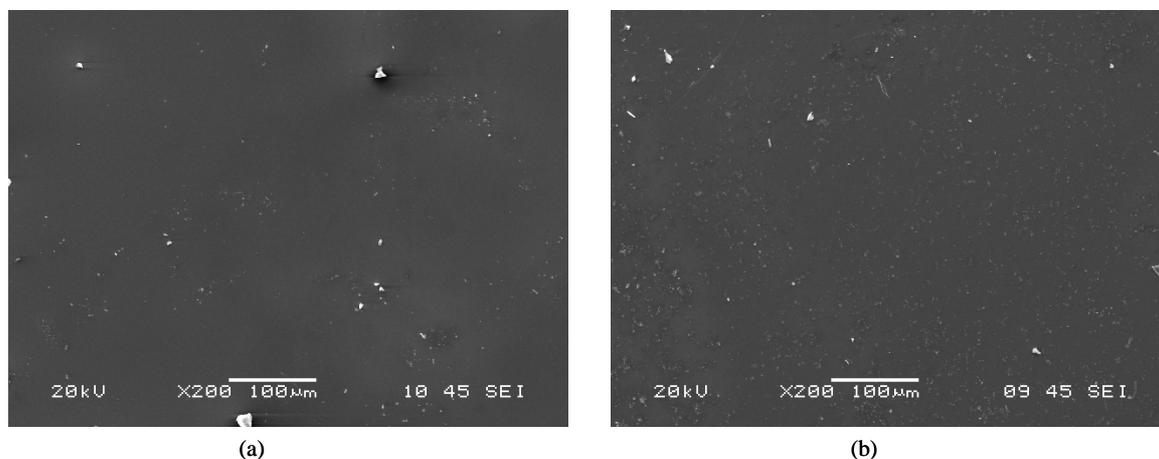
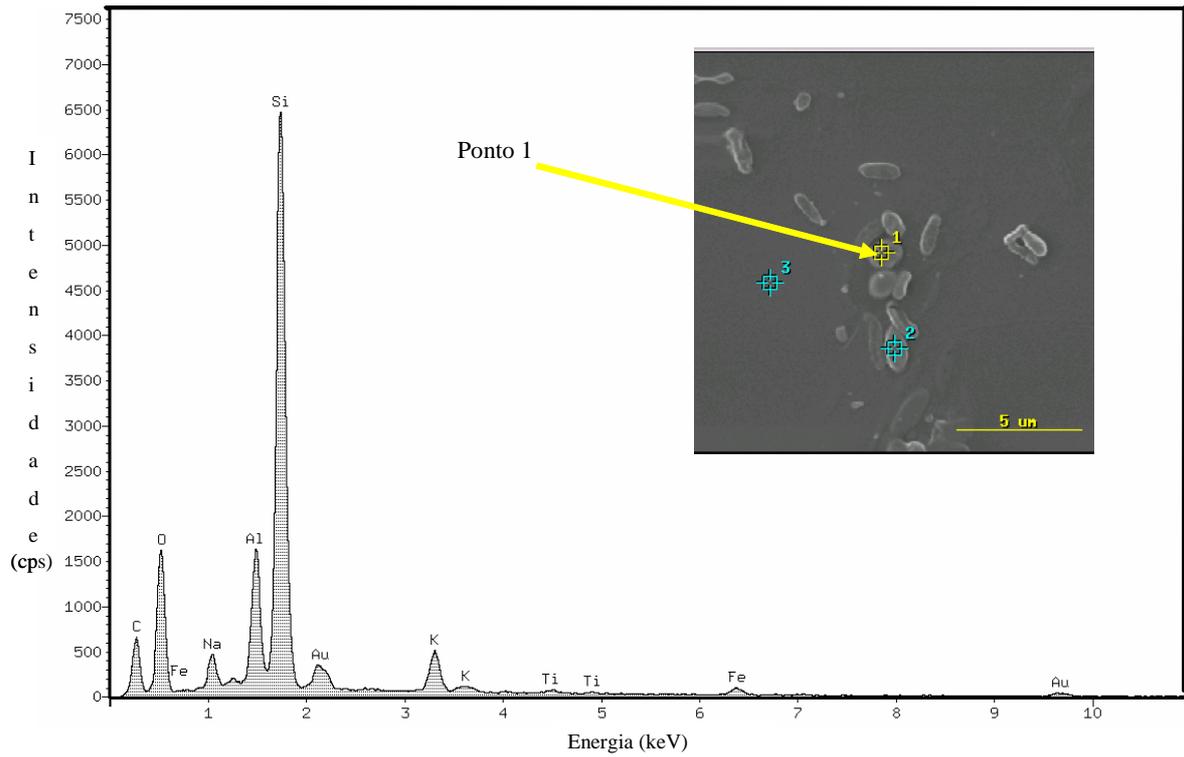


Figura 5.6: (a) Micrografia da cerâmica com frita sem exposição a água; (c) Micrografia da cerâmica com frita após 21 dias em água.

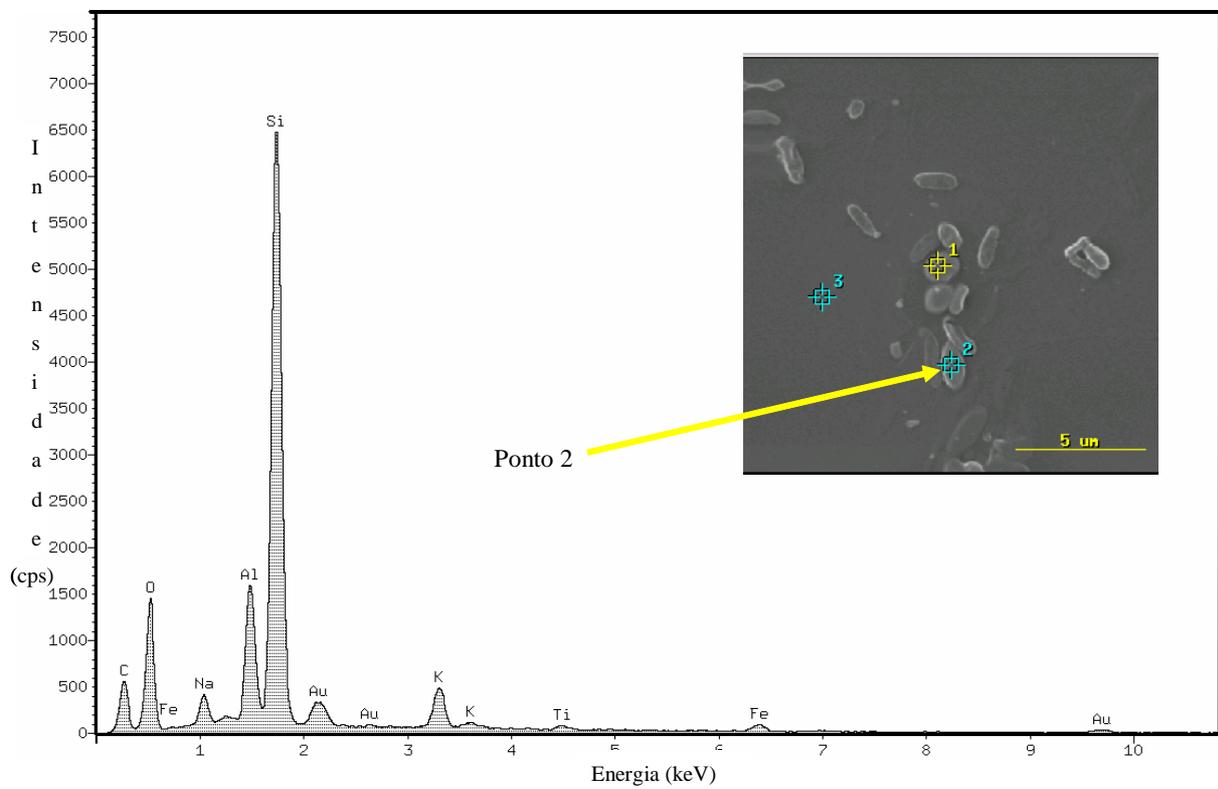
As estruturas claras mostradas nas micrografias (a e b) da Figura 5.6, apresentaram composição semelhante à parte lisa, conforme mostra a Figura 5.7. A análise semi-quantitativa dos respectivos pontos, obtida através do XEDS, apresenta valores dos elementos, em porcentagem em peso, muito próximos, conforme apresentado na Tabela 5.2.

Tabela 5.2: Análise semi-quantitativa da cerâmica com frita após submetida a água (% em peso).

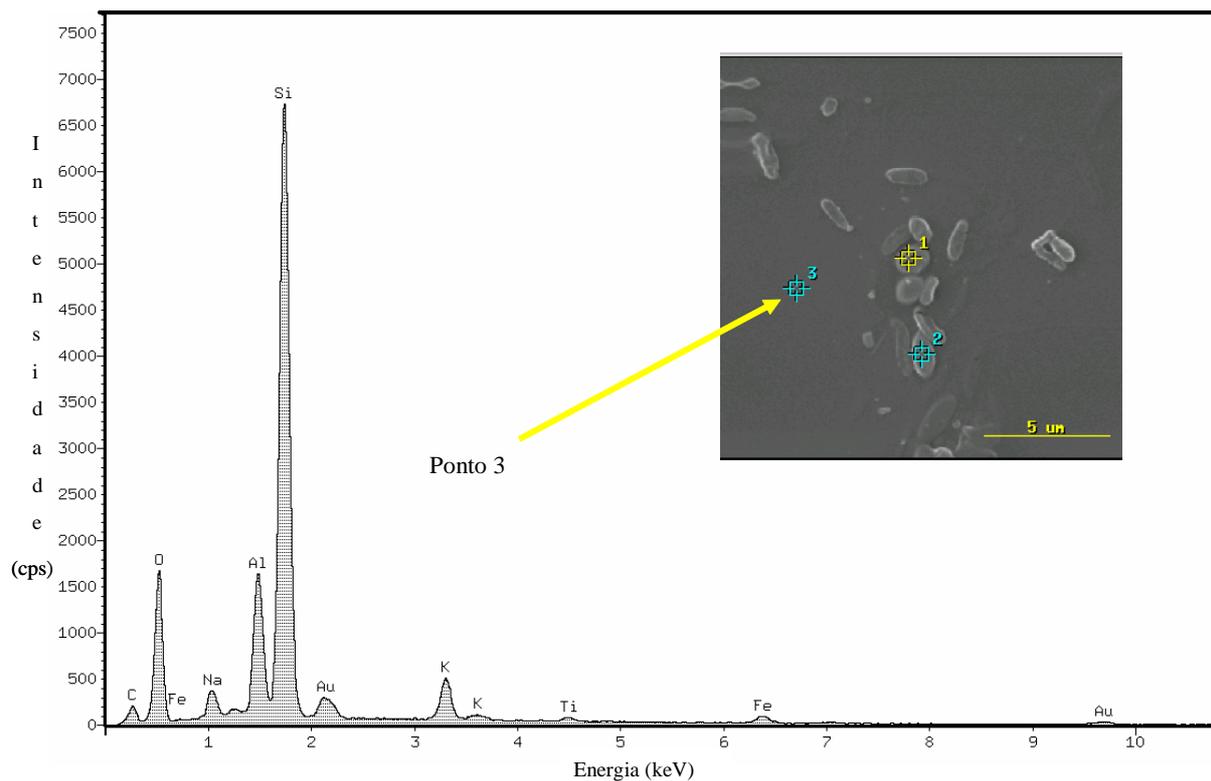
Áreas	Fe	Al	Na	Si	Ti	K
Ponto 1	3,77	12,77	4,33	69,58	0,75	8,8
Ponto 2	3,23	12,92	3,65	69,74	1,48	8,98
Ponto 3	4,08	12,97	3,76	69,66	0,99	8,55



(a)



(b)



(c)

Figura 5.7: XEDS das cerâmicas com fritas após ser submetida a 21 dias em água; (a) e (b) são dados referentes às partes claras; (c) dados referentes à parte lisa.

A Tabela 5.3 mostra os resultados correspondentes à determinação da resistência ao ataque químico, de acordo com padrão Europeu EN 122⁵.

Tabela 5.3: Resistência química de cerâmica sem frita e com frita.

Amostra	Solução Teste	Observações
Cerâmica com frita	Ácido clorídrico	Meio límpido
	Ácido cítrico	Meio límpido
	Hidróxido de potássio	Meio límpido

As amostras submetidas a diferentes meios químicos não apresentaram alteração no aspecto. Essas amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. As Figuras 5.8 e 5.9 apresentam a micrografia e o XEDS dos corpos cerâmicos com fritas após 6 horas em ácido cítrico (pH = 1). Ao término desse ensaio verificou-se que houve 0,037% de absorção do ácido pelo corpo de prova.

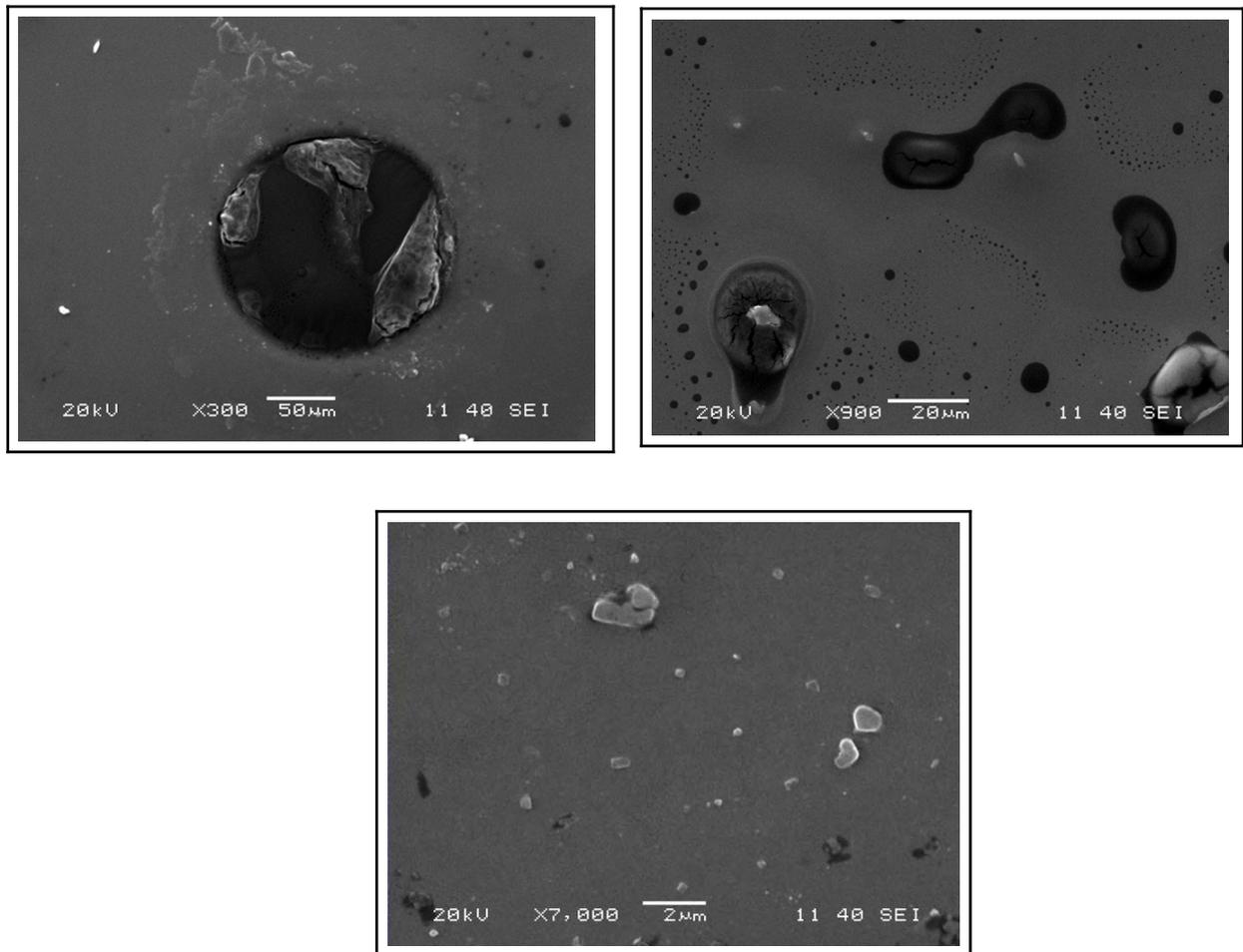
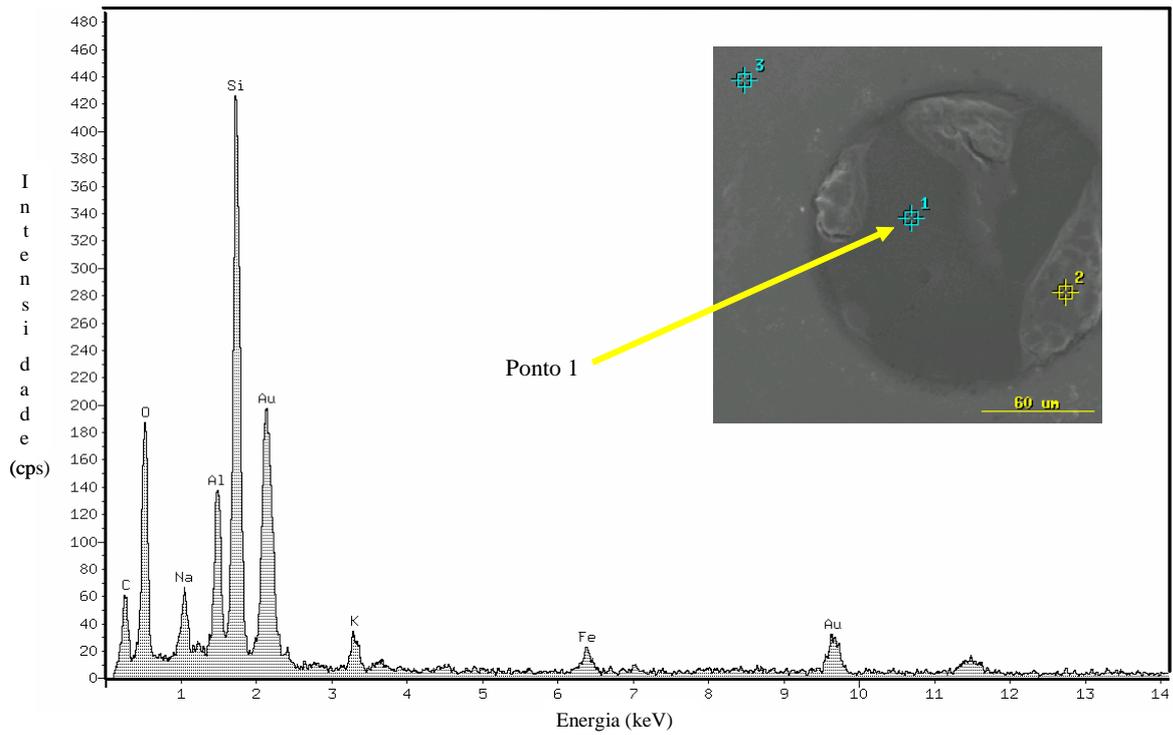
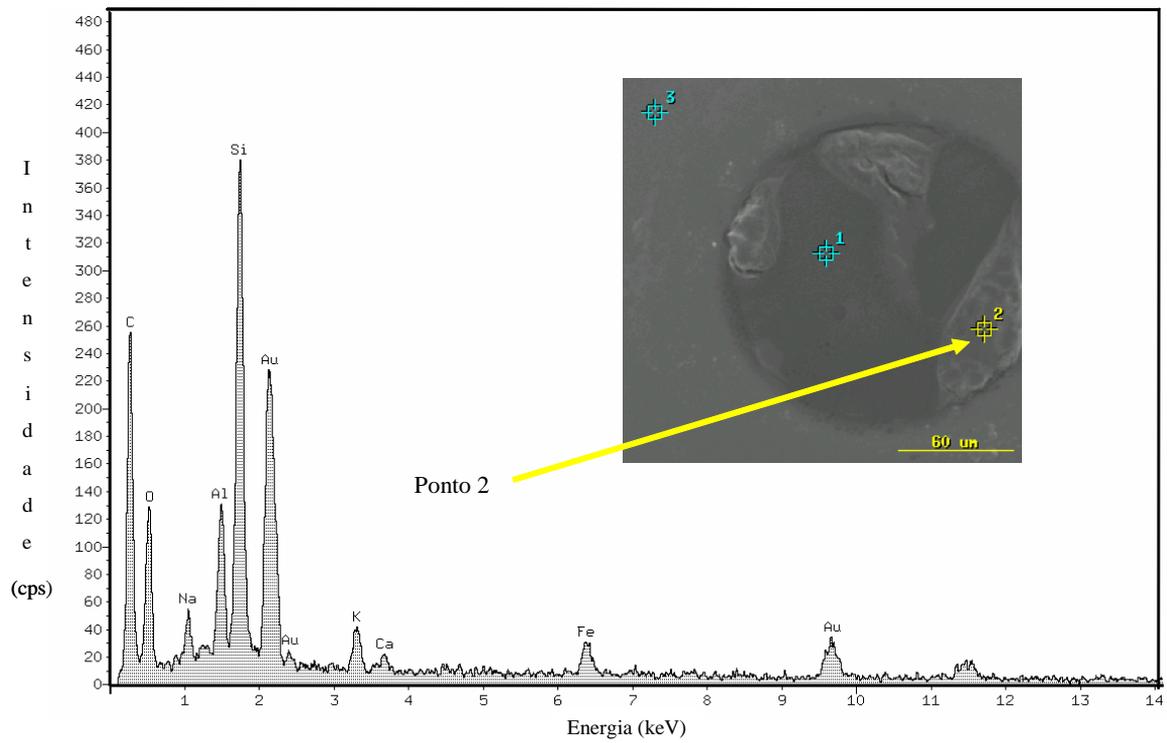


Figura 5.8: Micrografia da cerâmica com frita após exposição em ácido cítrico durante 6 horas.

Nas micrografias se observa o aparecimento de regiões escuras e manchas brancas (Figura 5.8). Nessas duas regiões, nos pontos 1 e 2 (Figura 5.9), ocorreu uma alteração na concentração relativa de silício, do oxigênio, do alumínio e do potássio, em relação à região sem manchas (ponto 3), sugerindo um possível ataque químico nessas áreas com manchas.



(a)



(b)

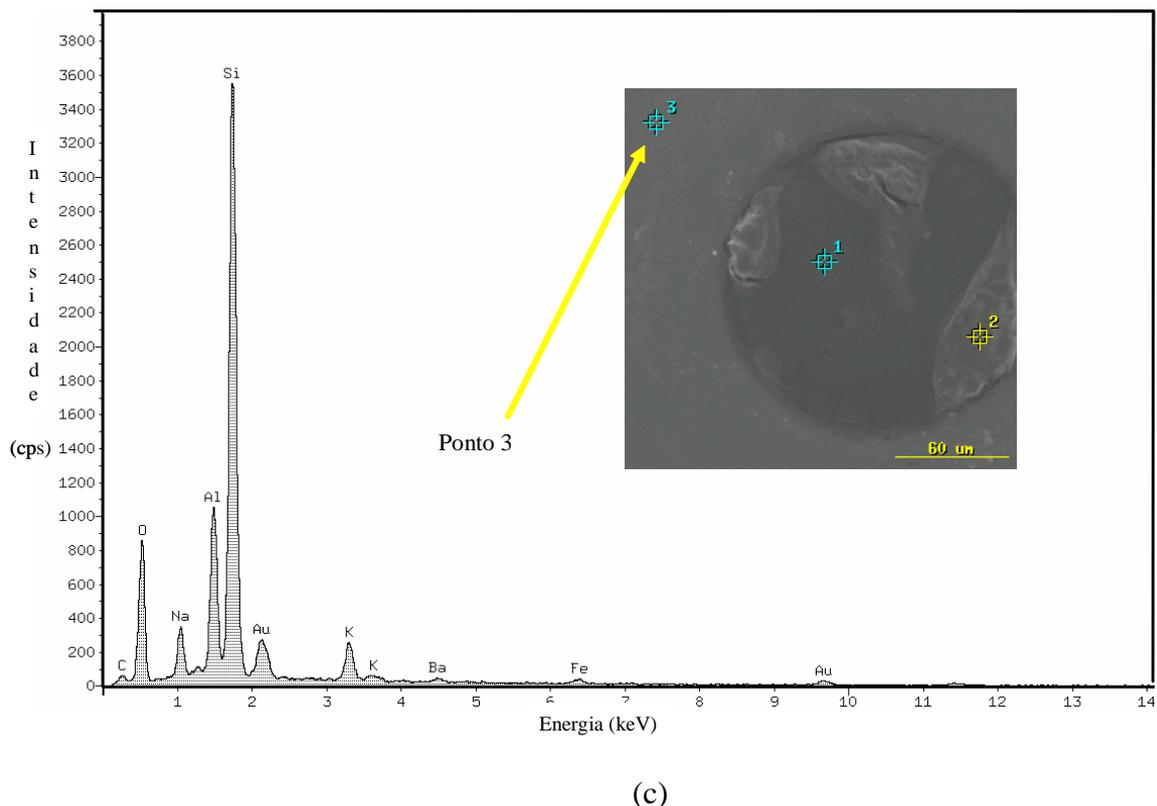


Figura 5.9: XEDS da cerâmica com frita em após exposição durante 6 horas em ácido cítrico. a) ponto 1 (mancha escura); b) ponto 2 (mancha mais clara); c) ponto 3 (parte lisa).

O material submetido a ácido clorídrico, após 7 dias apresentou 0,24% de absorção em peso. A microestrutura apresenta uma textura lisa, que é devida à fase vítrea, e partículas de quartzo (pontos brancos com contornos arredondados), Figura 5.10 (a) e Figura 5.11 (XEDS). A Figura 5.10 (b) mostra uma estrutura branca maior de composição rica em cloro e potássio (Figura 5.11 (c)).

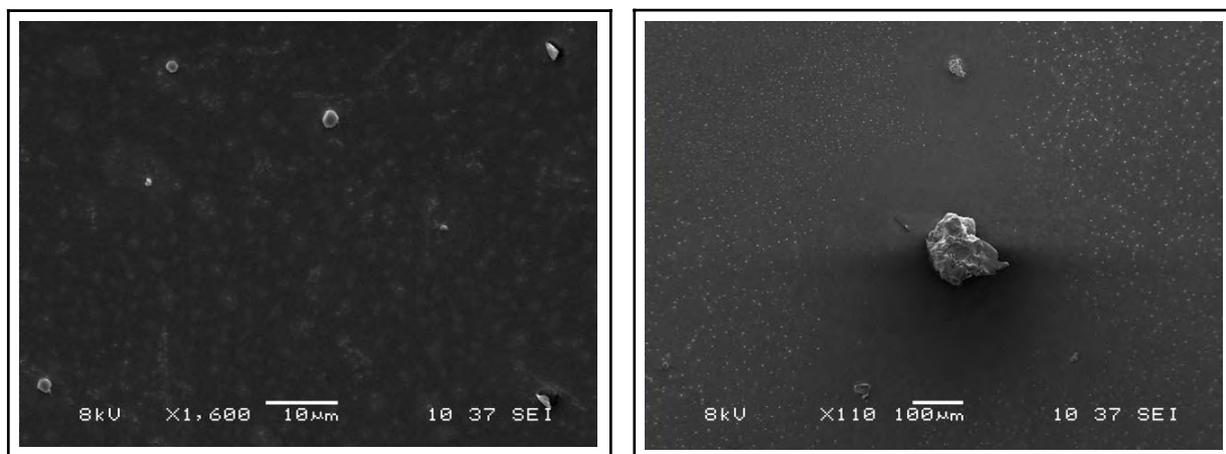
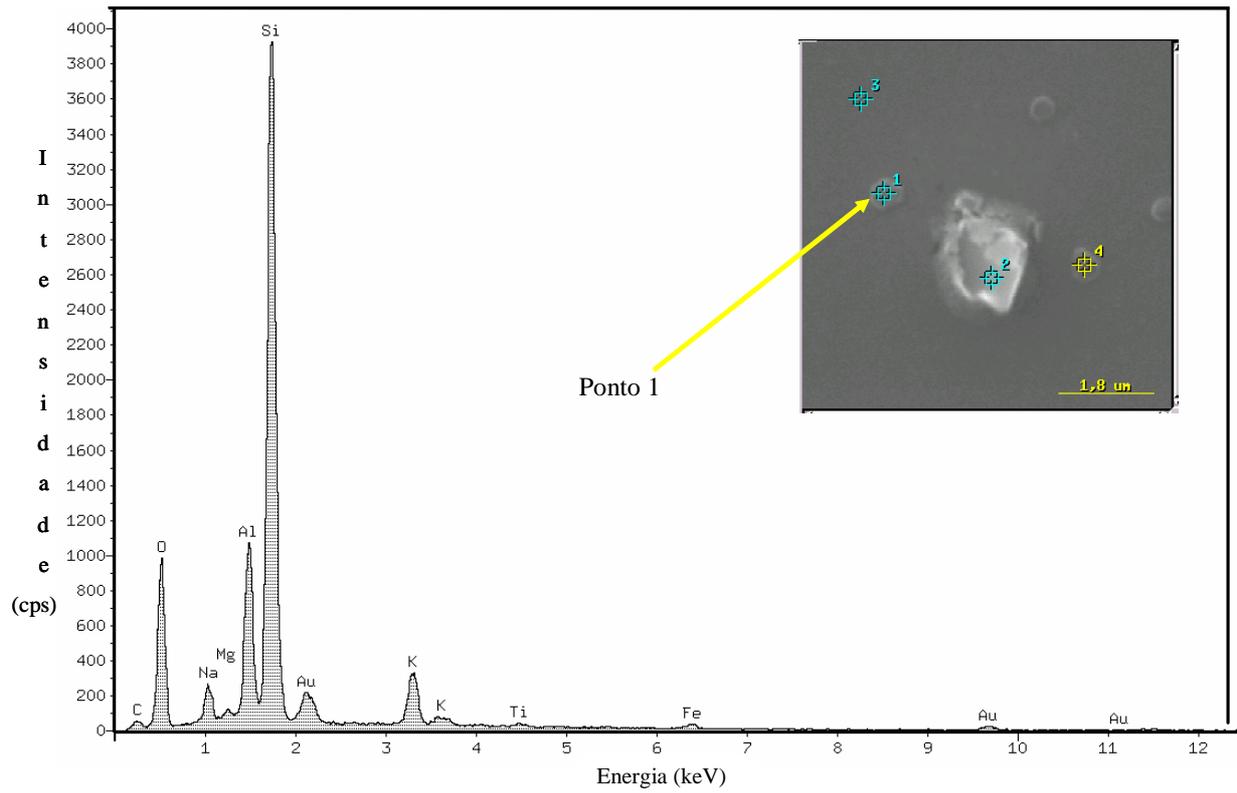
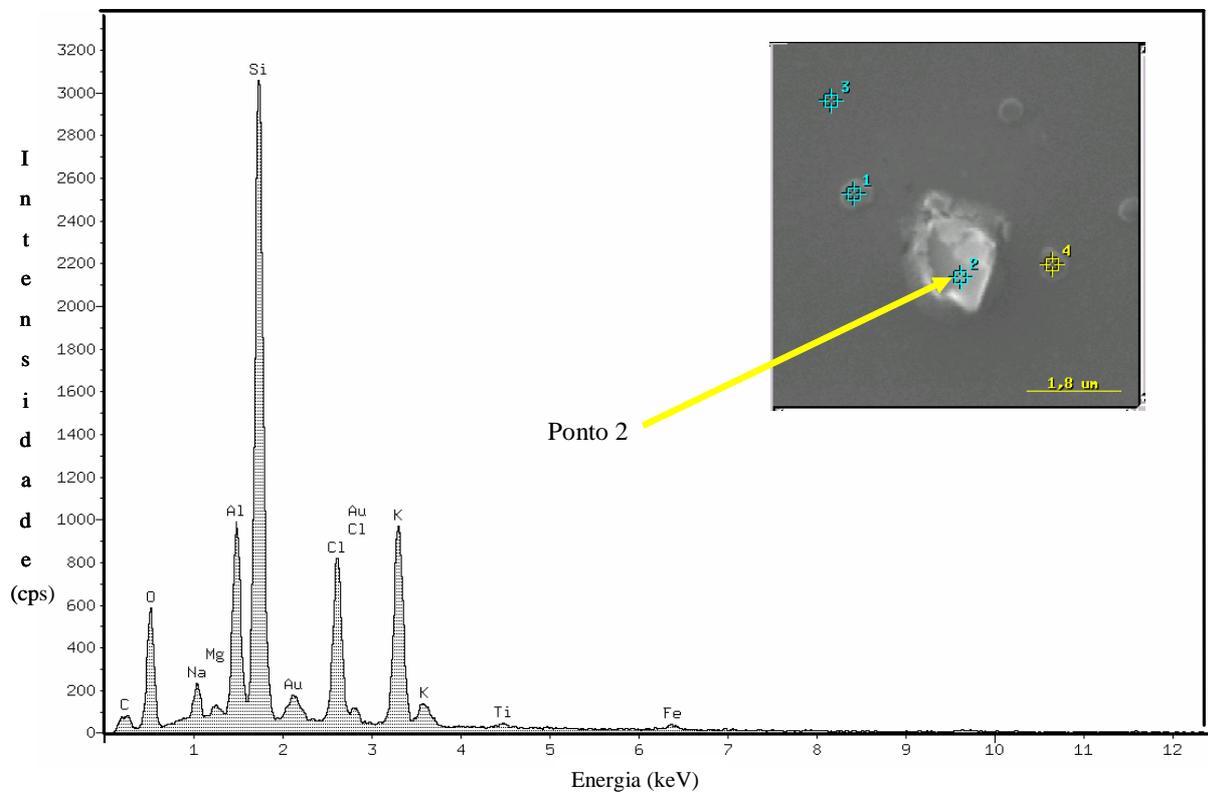


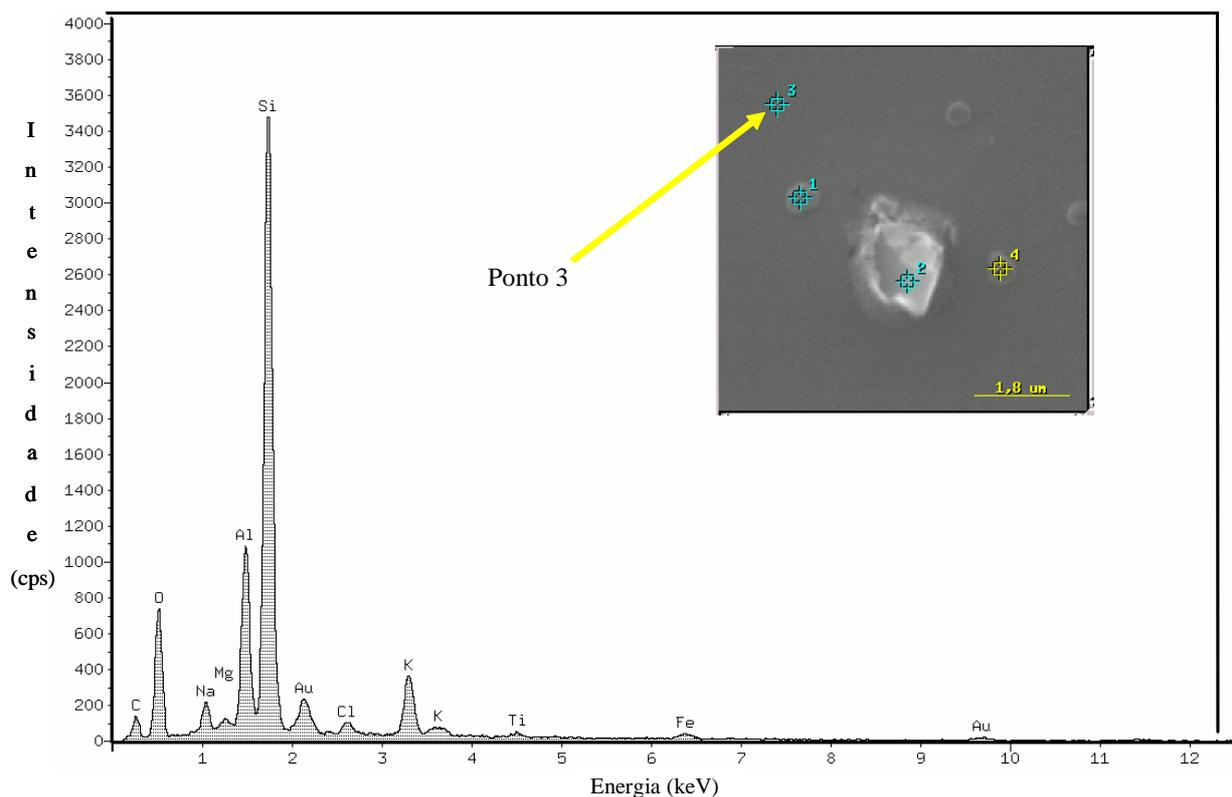
Figura 5.10: Micrografia da superfície da cerâmica com frita após exposição em HCl.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.11: XEDS da cerâmica com frita após exposição em HCl: (a) ponto branco; (b) cristal maior; (c) parte lisa.

As micrografias das cerâmicas com fritas após submetidas ao hidróxido de potássio estão apresentadas na Figura 5.12. Essas amostras absorveram 0,49% em peso da solução.

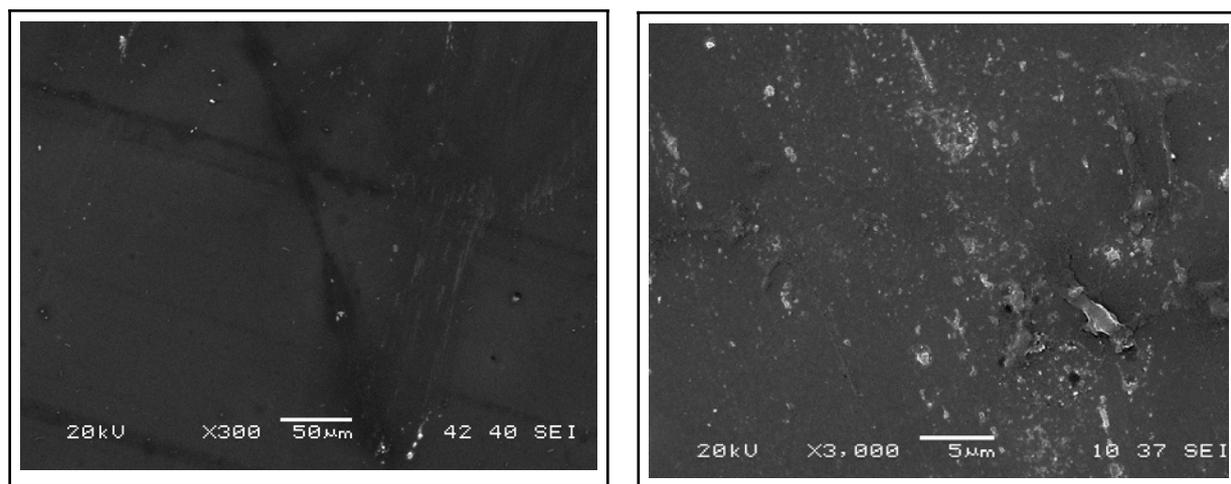
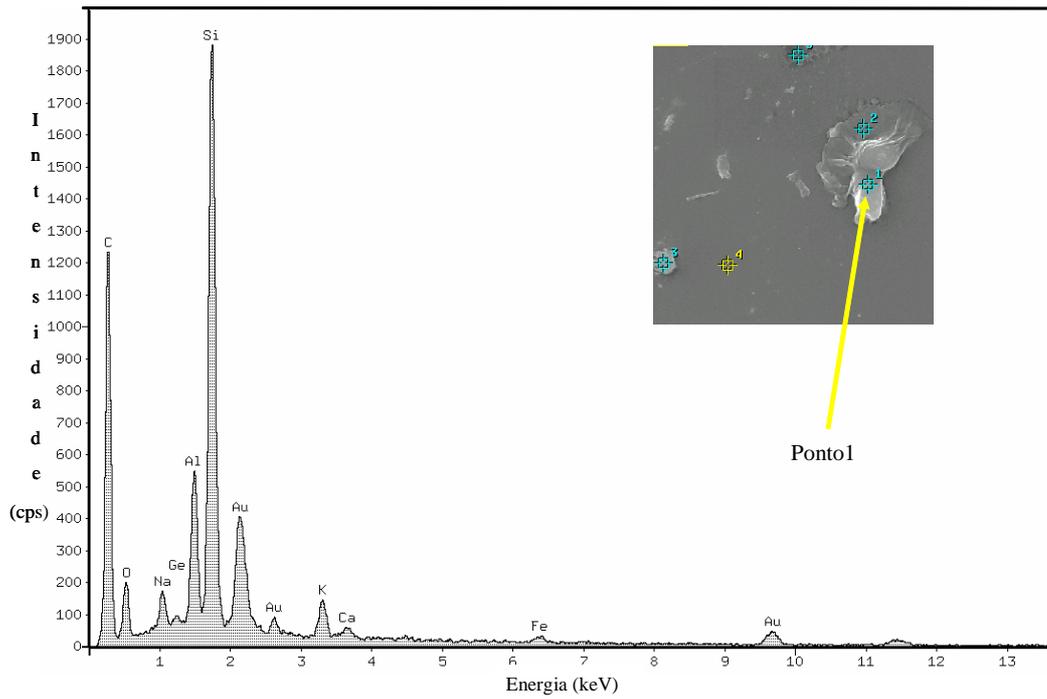
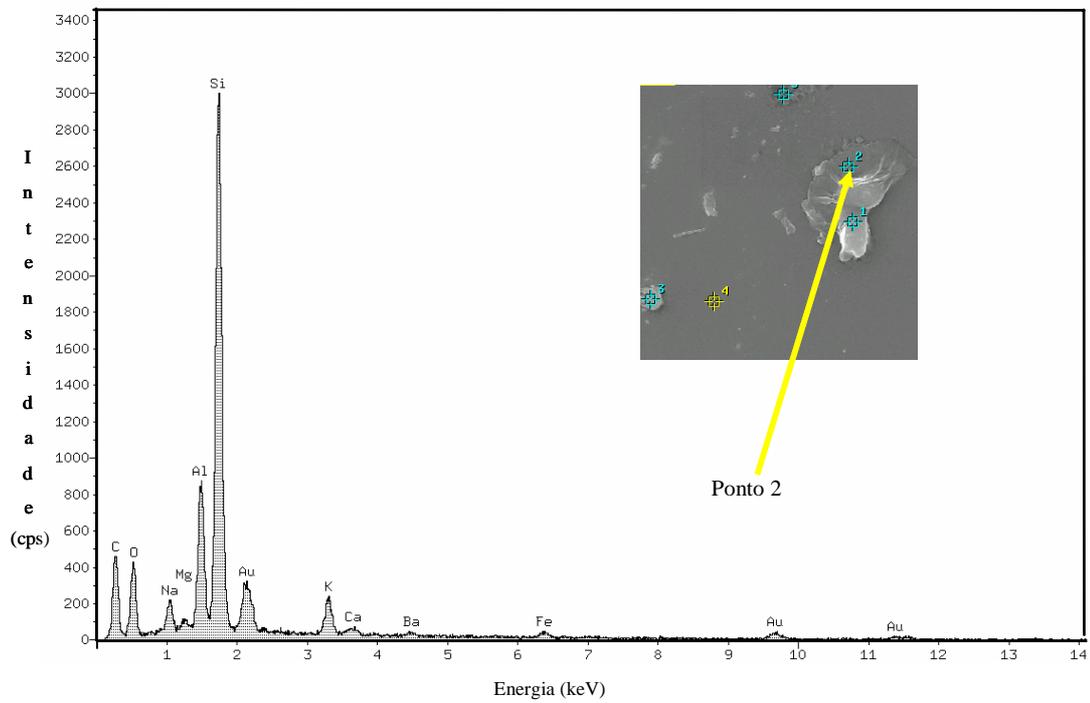


Figura 5.12: Micrografias das cerâmicas com fritas após exposição ao hidróxido de potássio.

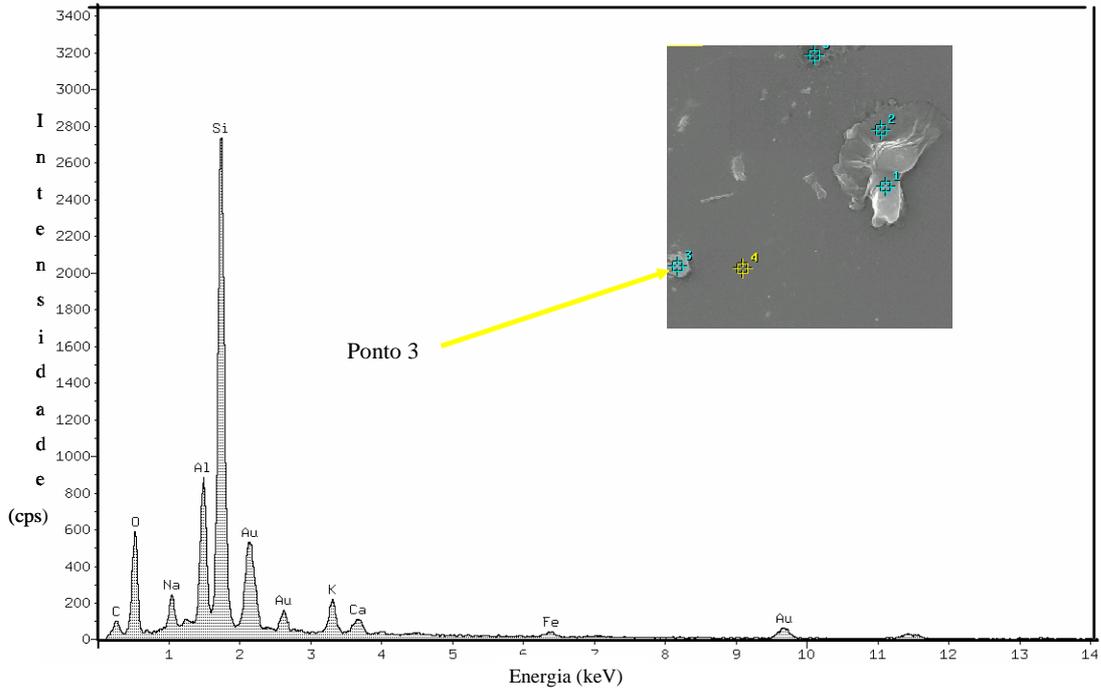
A Figura 5.13 apresenta os XEDS da amostra de cerâmica com fritas após sete dias em KOH. Os XEDS da amostra de cerâmica com fritas apresentaram composições semelhantes em cinco pontos analisados, salvo para o teor de carbono.



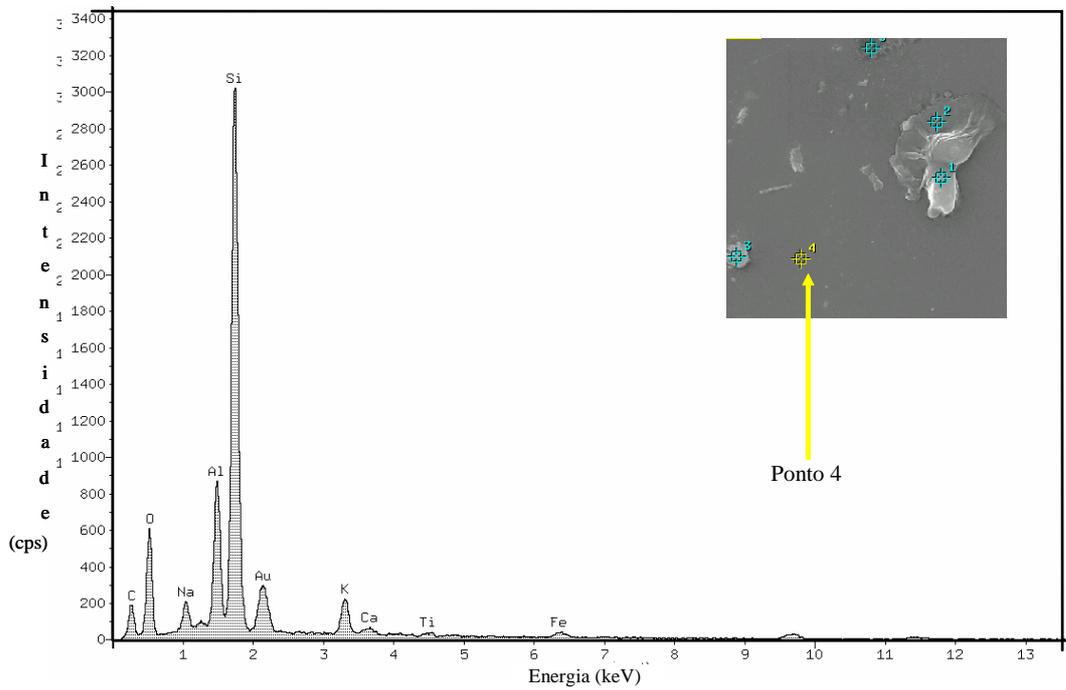
(a)



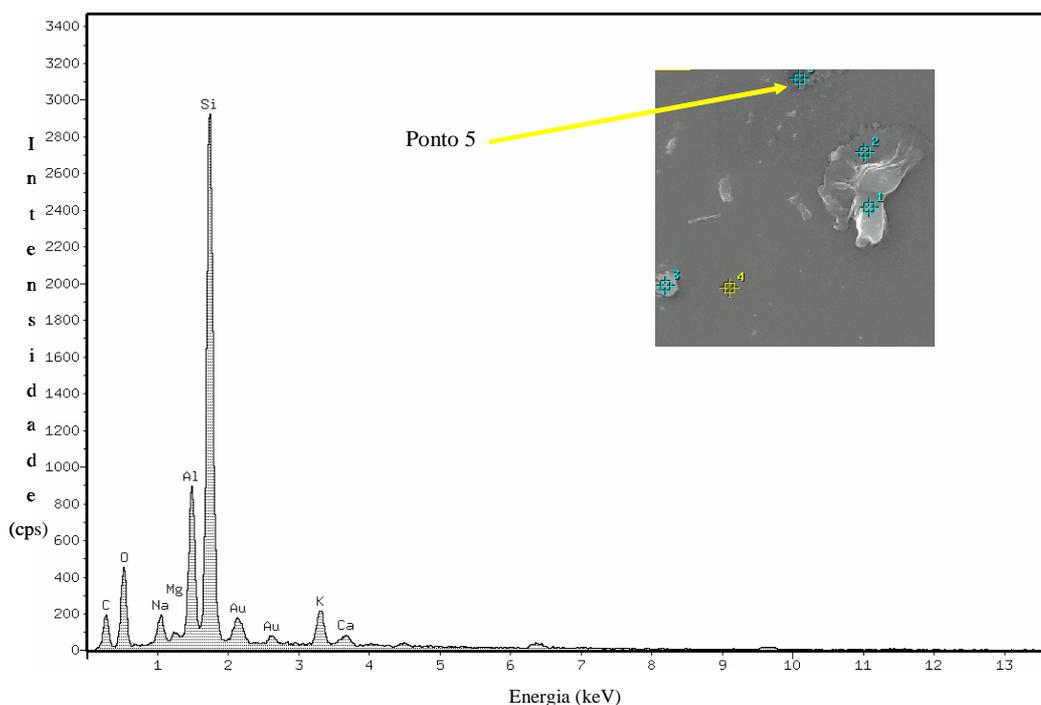
(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 5.13: XEDS referentes as cerâmicas com fritas após exposição em KOH; a) ponto 1; b) ponto 2; c) ponto 3; d) ponto 4; e) ponto 5.

A Tabela 5.4 mostra os valores obtidos para o parâmetro de microdureza Vickers no vidro resultante do uso da frita derivada do SIPPBORAX. A aplicação da frita foi realizada com a cerâmica umedecida e sem ser umedecida.

Tabela 5.4: Microdureza das fritas SIPPBORAX.

Amostra	Microdureza (MHv) ($\pm 0,01$)	Observação
Padrão comercial	551	Cerâmica umedecida antes de aplicar a frita
Amostra I	579	Cerâmica umedecida antes de aplicar a frita
Amostra II	451	Cerâmica sem umedecer antes de aplicar a frita

Observa-se que o valor de microdureza obtido para a frita derivada do SIPPBORAX com a cerâmica úmida (579 MHv) foi melhor que o observado em relação a uma frita comercial utilizada como padrão nesse estudo (551 MHv). Valor inferior foi encontrado para a frita quando aplicada na cerâmica sem umedecer. A composição semi-quantitativa, determinada por XEDS, da frita comercial e da frita derivada do SIPPBORAX está mostrada na Tabela 5.5, onde se verifica que as diferenças significativas estão nos elementos ferro, alumínio, sódio, cálcio e carbono.

Tabela 5.5: Análise semiquantitativa da frita comercial e da frita derivada do SIPPBORAX (% em peso).

Fritas	Fe	Al	Na	Si	Ge	K	Ca	C	O
comercial	0,4	10,57	7,94	21,31	0,63	2,36	2,73	12,16	39,52
SIPPBORAX	1,32	6,19	2,11	23,97	---	2,44	0,39	24,73	38,44

O mais alto teor de ferro na frita SIPPBORAX pode vir a limitar sua aplicação, pois esse ferro irá colorir o esmalte cerâmico.

5.3 - Conclusões

Os ensaios realizados permitiram comprovar a viabilidade do uso dos vidros SIPPBORAX moídos como fritas - principal componente dos esmaltes para recobrimento de cerâmicas. Essa conclusão foi possível devido às seguintes características abaixo:

- O revestimento apresentou boa adesão ao substrato e aspecto transparente;
- A frita mostrou boa resistência quando submetida a meios agressivos (ácidos e bases);
- A frita apresentou boa resistência quando submetida a exposição em água;
- A frita apresentou uma dureza similar à do mercado, sendo um indicativo de ser uma frita que apresenta uma boa resistência ao desgaste.

Referências

- 1 - T. Barson ; *Ceramic Engineering Science Proceedings*, 18 (2), 1997, 28 - 36.
- 2 - K. Meinssen; *Ceramic Engineering Science Proceedings*, 18 (2), 1997, 308 - 319.
- 3 - M. Regueiro, E. Sánchez, V. Sáenz, E. Criado; *Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio*, 39 (1), 2000, 5 - 30.
- 4 - J. L. Amorós; *Cerâmica Industrial*, 13ª edição, 6 (6), 2001, 18 - 27.
- 5 - A. Escardino; J. L. Amoros; A. Moreno; E. Sánchez; *Waste Management & Research*, 13, 1995, 569 - 578.

CAPÍTULO 6

COMPÓSITO SIPP/GESSO

6.0 - Introdução

Gesso, palavra de origem grega *gypsos* que deriva de duas palavras que significam terra e cozida¹, é o mais antigo aglomerante, já encontrado em construções no Antigo Egito. Suas técnicas de calcinação e suas propriedades reológicas já eram amplamente conhecidas pelos egípcios, o que permite inferir que o material era utilizado por civilizações anteriores a esta, apresentando um emprego variado, desde a confecção de objetos decorativos, como estátuas, até revestimentos de paredes na forma de argamassas e pastas que serviram de base para afrescos que decoram até hoje o interior de algumas pirâmides^{1,2}.

Atualmente, estudos encontrados na literatura demonstram que o gesso é um material muito empregado e estudado no mundo inteiro. Sua extração mundial encontra-se em torno de 97 milhões de toneladas/ano³. Os Estados Unidos, com reservas de gipsita da ordem de 50 bilhões de toneladas⁴, são os maiores produtores e consumidores mundiais, com uma produção em torno de 16,80% da mundial. No Brasil, apesar de as reservas de gipsita chegarem a quase 654 milhões de toneladas, a produção ainda é pequena (em 1995 a extração de gipsita foi 0,87% da extração mundial)⁴. As grandes reservas nacionais concentram-se no Norte e Nordeste do país, principalmente nos Estados do Pará, com 60%, e de Pernambuco, com 30%. O restante das reservas estão distribuídas pelos Estados do Maranhão, Ceará, Rio Grande do Norte, Piauí e Tocantins⁵.

As melhores condições de aproveitamento econômico das reservas de gipsita no Brasil são encontradas no Pólo Gesseiro do Araripe (sertão de Pernambuco)⁶. Com uma produção de aproximadamente 1,8 milhão de toneladas/ano, essa região foi responsável por cerca de 94% da extração desse mineral em 1998. A gipsita extraída destina-se principalmente à calcinação (67%) e à indústria cimenteira (33%), sendo o uso para fins agrícolas inexpressivo (0,1%). Do gesso natural obtido através da calcinação da gipsita, cerca de 96% destina-se diretamente ao emprego na construção civil. O restante da produção é distribuído entre a confecção de moldes para a indústria cerâmica (3%) e uso hospitalar (0,4%)⁵⁻⁶.

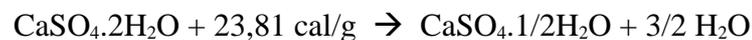
Além do gesso natural, também podem ser encontrados no mercado brasileiro os gessos residuais ou químicos (fosfogesso), com uma produção nacional em 1995 da ordem de 3,3 milhões de toneladas, das quais apenas cerca de 844 mil toneladas foram

comercializadas⁵⁻⁶. A produção de gesso natural acontece basicamente em quatro etapas: extração do gipso; preparação para calcinação; calcinação e seleção.

O *gipso* é uma rocha sedimentar que apresenta basicamente em sua composição a gipsita, a anidrita e algumas impurezas, geralmente argilo-minerais, calcita, dolomita e material orgânico. A gipsita é o mineral compacto de baixa dureza, pouco solúvel em água, que é a matéria-prima para o gesso; sua fórmula química é $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ⁷.

Após a extração, a gipsita passa por alguns processos de beneficiamento para adequação ao tipo de forno onde será calcinada. Basicamente, as etapas são as seguintes: britagem, moagem grossa; estocagem; secagem; moagem fina e ensilagem.

A calcinação é o processo térmico pelo qual a gipsita é desidratada. O material é calcinado numa faixa de temperatura da ordem de 140°C a 160°C, para que 75% da água de cristalização seja retirada da estrutura para obter o hemidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$), conforme mostrado na Equação 6.1⁸. A anidrita III ($\text{CaSO}_4 \cdot \varepsilon\text{H}_2\text{O}$) é obtida entre 160°C e 200°C e pode conter água de cristalização em baixo teor. Esta fase é solúvel, como o hemidrato, porém instável, transformando-se em hemidrato com a umidade do ar. Quando a calcinação acontece em temperaturas variando de 250°C a 800°C a anidrita III transforma-se em anidrita II (CaSO_4), cuja velocidade de hidratação é lenta. A anidrita I (CaSO_4), só é obtida em temperaturas acima de 800°C¹⁰⁻¹².



Equação 6.1

A calcinação pode ser por via seca ou úmida. Se o gipso for calcinado a seco sob pressão atmosférica, ou baixa pressão, será obtido um sólido microporoso, caracterizado por uma formação cristalina fragmentada, chamado hemidrato β . Caso a calcinação ocorra sob pressão de vapor de água saturante, será obtido cristais compactos, denominado hemidrato α ¹⁰. Devido ao menor tempo de pega, maior resistência mecânica e custo mais elevado, o hemidrato α tem sua maior utilização como gesso hospitalar. Já o β , com custo de produção mais baixo, predomina no gesso de construção nacional. A Tabela 6.1 mostra a nomenclatura e a fórmula química das fases do gesso¹¹.

Tabela 6.1: Nomenclatura e fórmula química das fases do gesso.

Nomenclatura	Fórmula Química
Gipsita ou Dihidrato	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Hemidrato α ou β	$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$
Anidrita III	ϵCaSO_4
Anidrita I e II	CaSO_4

Após a calcinação do material, esse é moído, selecionado em frações e classificado conforme o tempo de pega, de acordo com a NBR 13207 (ABNT, 1994)¹³.

O gesso é utilizado em áreas bem distintas, como agricultura, indústria cerâmica, saúde e na construção civil. O gesso de construção pode ser definido da seguinte maneira: “Material moído em forma de pó, obtido da calcinação da gipsita, constituído predominantemente de sulfato de cálcio, podendo conter aditivos controladores de pega.”¹³.

Na hidratação ocorre a reação química entre o material anidrido e a água, regenerando o dihidrato (Equação 6.2).



Equação 6.2.

O mecanismo de hidratação do gesso pode ser explicado através da teoria da cristalização (dissolução do hemidrato-precipitação do dihidrato), passando por três etapas¹:

- ♦ Fenômeno químico da dissolução - ao ser misturado com a água de amassamento, os cristais do hemidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) se dissolvem, dando origem a uma solução saturada de íons Ca^{+2} e SO_4^{-2} ;
- ♦ Fenômeno físico da cristalização - quando a solução fica supersaturada, os cristais de dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) precipitam em forma de agulhas;
- ♦ Fenômeno mecânico do endurecimento - com o aumento da concentração dos cristais há o endurecimento da pasta.

O início da reação corresponde à formação de núcleos de cristais de gipsita, que crescem durante o período de indução. Após esse período, os cristais de dihidrato começam a precipitar, ocasionando um aumento na consistência da pasta conhecido como início da pega. Com o aumento da taxa da reação de hidratação a pasta vai adquirindo cada vez mais resistência mecânica até o seu completo endurecimento. Diz-se então que se deu o fim da pega.

A relação água/gesso é o parâmetro de maior influência na cinética da reação de hidratação e, conseqüentemente, na pega do gesso. Quanto maior a quantidade de água de amassamento, maior o intervalo de tempo necessário para saturar a solução. Isto causa a ampliação do período de indução, retardando o início da precipitação dos cristais de dihidrato e, por conseguinte, aumenta o tempo de pega. Assim sendo, quanto maior a relação água/gesso, menor a taxa da reação e maior o tempo de pega¹⁰.

A matéria-prima e as condições de produção do gesso influenciam seu tempo de pega. Impurezas contidas na matéria-prima podem afetar o tempo de pega, acelerando-a por atuarem como núcleos de cristalização^{12; 14-16}. Outro fator que também influencia a cinética da reação é o tamanho das partículas. A taxa de hidratação aumenta com a diminuição do tamanho das partículas e conseqüente aumento da área específica do material^{1;16-17}.

A cinética de hidratação do gesso pode ser alterada através da adição de substâncias como cal, partículas de madeira, papel reciclável e fibras de coco, que poderão conferir ao gesso um aumento em sua consistência e a retenção de água. Na literatura é possível verificar que o emprego do gesso associado à cal é muito antigo. Desde a antigüidade, argamassas de gesso e cal eram tradicionalmente usadas para o assentamento de grandes blocos de pedra nos templos egípcios¹⁹. O gesso era adicionado à cal para proporcionar-lhe resistência inicial, já que a carbonatação é um fenômeno lento. Em contrapartida, a cal também era utilizada em associação ao gesso, na aplicação da camada final do revestimento, que, geralmente, possuía como camada de regularização argamassas de gesso:cal:areia^{1;19-21}.

Este capítulo tem por objetivo investigar o efeito da adição de SIPP ao gesso β , tentando analisar sua influência em algumas propriedades do compósito, tais como a dureza e o tempo de pega.

6.1 - Experimental

A primeira etapa no desenvolvimento experimental foi caracterizar o SIPP (capítulo 2) e o gesso. Após caracterização, a pasta foi preparada conforme proposto pela NBR 12128 (ABNT, 1991)²²:

1) Homogeneização do gesso e do SIPP, ambos em pó (neste trabalho utilizou-se o aparelho mini-beadbeater a 5000 rpm, durante 200 segundos).

2) Polvilhamento durante 1 minuto do pó (gesso-SIPP);

3) Repouso da suspensão por 2 minutos; e

4) Mistura da pasta durante 1 minuto.

Logo após a mistura das pastas, os moldes foram enchidos lentamente, em camadas, para evitar o aprisionamento do ar na pasta durante a operação. A compactação de cada camada foi efetuada manualmente com golpes desferidos com espátula. Cerca de 2 horas (dependendo da quantidade da água e do SIPP presentes no compósito) após a moldagem, os corpos-de-prova foram retirados dos moldes e submetidos a aquecimento em mufla à temperatura de 300°C, durante 30 minutos, para extração da água combinada às amostras.

Os fatores considerados foram a razão água/gesso (a/g) e SIPP/gesso (s/g), conforme apresentado na Tabela 6.2. As variáveis avaliadas foram: dureza superficial e tempo de pega.

Tabela 6.2: Fatores estudados nos experimentos.

Teor de SIPP (%)	Relação	
	a/g	s/g
0	0,4 - 0,8	----
50%	0,4 - 0,8	1 - 3
67%	0,4 - 0,8	1 - 3
75%	0,4 - 0,8	1 - 3

A determinação do tempo de pega foi realizado pelo método da espátula proposto pela norma alemã DIN 1168 (1975) (Figura 6.1). Esse método consiste em moldar uma “bolacha” de pasta com 5 mm de espessura e 100 mm de diâmetro. Utilizando-se uma espátula reta faz-se cortes na “bolacha”.

O início da pega é o momento em que o corte aberto pela espátula não mais se fecha. O final da pega é determinado como o momento em que o dedo, quando pressionado sobre a bolacha, não mais deixa impressões sobre a mesma.

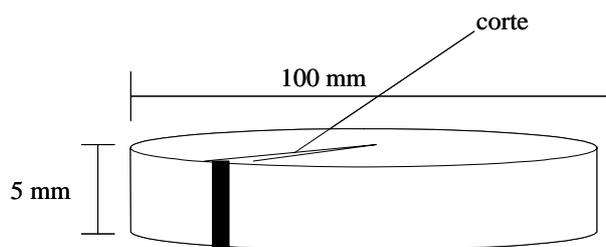


Figura 6.1: Esquema do ensaio de determinação do tempo de início e fim de pega da DIN 1168.

A dureza das pastas foi avaliada com um durômetro tipo NC (NISHI Tokyo Co. Ltda - Marca Westot).

A caracterização dos materiais utilizados foi feita por granulometria a laser, realizada com o Mastersizer 2000 - Malvern Instruments Ltd. Versão 5.1 13/6/01, software de versão 5.1, que mede partículas de diâmetros de 0,02 a 2000 microns. Por difração de raios-X, com o equipamento DIFRACT ACT série 1000 (SIEMENS), utilizando a linha K_{α} do cobre ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$) a 40 kV e 40mA. A aquisição foi realizada no intervalo de 2θ de 5° a 120° , com um passo de $0,02^{\circ}$. As fases foram identificadas com os dados dos arquivos JCPDS (Join Committee on Powder Diffraction Standards). A avaliação microestrutural foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura (JEOL - JSM - Scanning Electron Microscope), acoplado a um microanalisador XEDS (espectroscopia de dispersão de energia por raios-X), para identificação dos elementos constituintes e eventuais impurezas.

6.2 - Resultados e Discussões

Com o objetivo de investigar o efeito da adição de SIPP ao gesso β , analisou-se as razões em massa de SIPP/Gesso e água/gesso. As melhores relações foram selecionadas em função das propriedades do compósito, tais como a dureza e o tempo de pega. A primeira etapa consistiu em caracterizar o gesso. O SIPP foi caracterizado anteriormente como descrito no capítulo 2. Posteriormente fez-se o estudo do compósito.

As dimensões e distribuição granulométrica do gesso foram determinadas por granulometria a laser. A curva de distribuição granulométrica do material (Figura 6.2), mostra uma banda principal com máximo entre $5 \mu\text{m}$ e $9 \mu\text{m}$. A faixa de valores encontrada

para a dimensão das partículas varia entre 0,91 μm e 351,46 μm , sendo cerca de 10% das partículas inferiores a 3,18 μm , 50% inferiores a 12,10 μm e 90% inferiores a 77,79 μm .

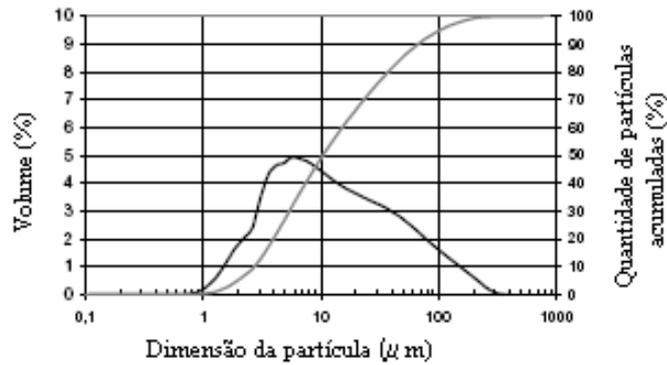


Figura 6.2: Curva de distribuição granulométrica do gesso.

O difratograma de raios-X do gesso (Figura 6.3) demonstra que amostra é composta essencialmente por hemidrato, pois foram identificados os picos característicos de bassanita (B) ($\beta\text{-CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$), e também foram detectados picos correspondentes à anidrita (A) (CaSO_4).

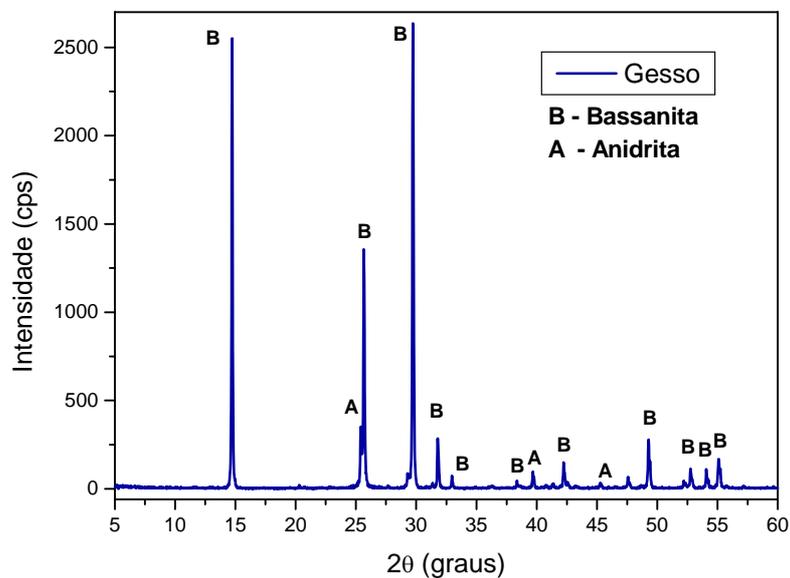


Figura 6.3: Difratograma de raios-X do Gesso.

O conhecimento da microestrutura do gesso, como se desenvolve e que fatores exercem influência sobre ela é a chave para o entendimento de suas propriedades mecânicas. Os cristais de dihidrato crescem a partir de germes de cristalização ou núcleos. A quantidade de núcleos presentes na solução vai influenciar a taxa de crescimento da microestrutura e o tamanho dos cristais. Quando os núcleos são numerosos o crescimento é rápido e há formação de uma quantidade de pequenos cristais por unidade de volume da solução. Quando ocorre a formação de poucos núcleos o crescimento é lento, o que favorece a formação de cristais grandes. Microestruturas formadas por cristais grandes são menos resistentes (mais porosas) que as formadas por cristais pequenos (mais densas)²⁵. Os cristais do dihidrato têm, predominantemente, a forma de agulhas (Figura 6.4).

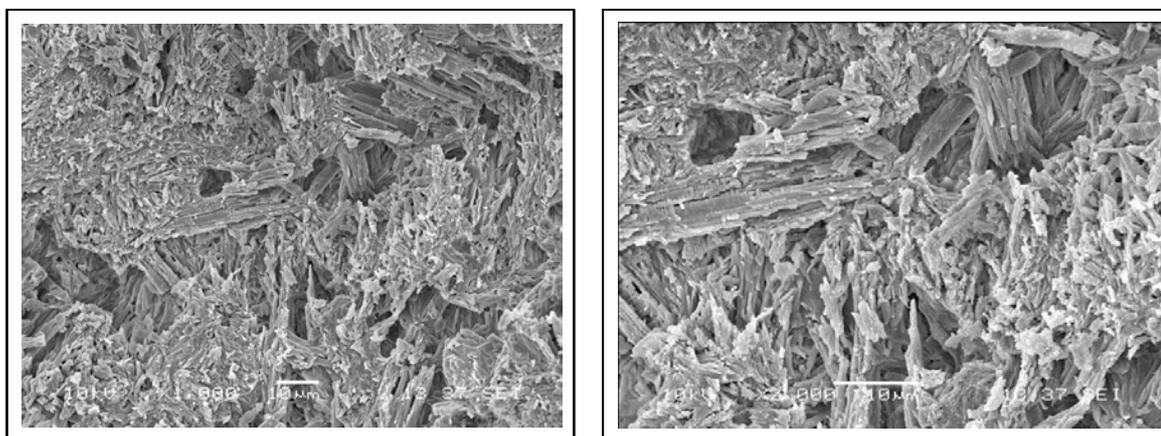


Figura 6.4: Micrografia do gesso (cristais do dihidrato).

A análise semi-quantitativa do gesso, obtida através do XEDS (Figura 6.5), apresenta valores dos elementos, em porcentagem em peso, conforme apresentado na Tabela 6.3.

Tabela 6.3: Análise semi-quantitativa gesso (% em peso).

Elementos	% em peso
O	51,08
S	21,79
Ca	27,14

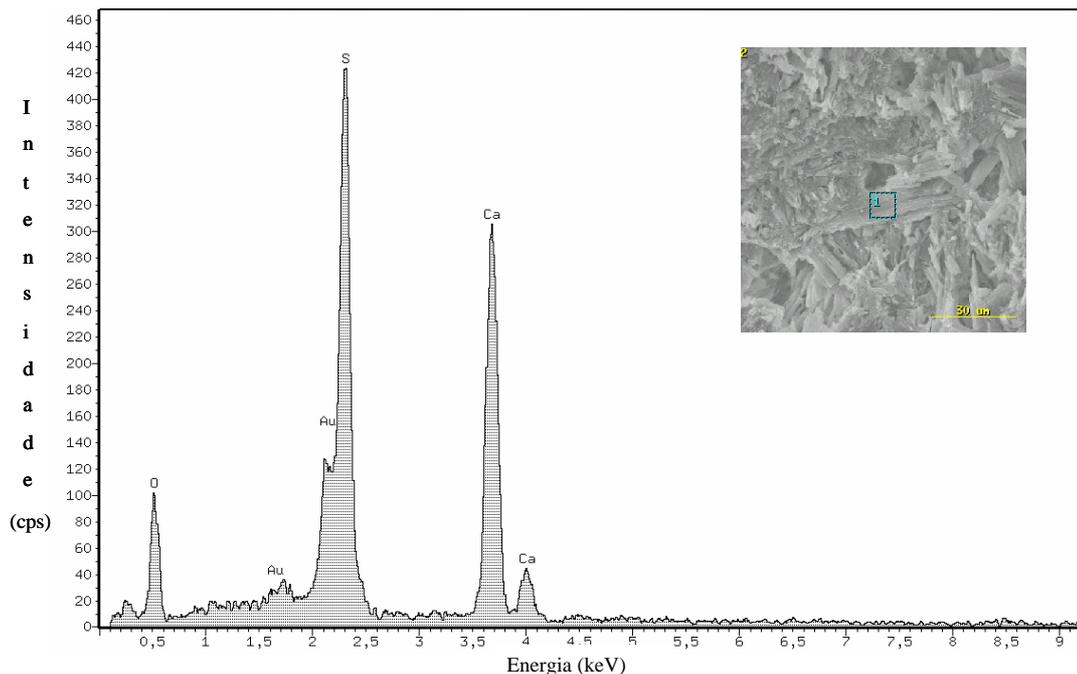


Figura 6.5: XEDS do gesso.

O SIPP, como visto no capítulo 2 (Figura 2.13), apresenta na curva de distribuição granulométrica uma faixa de valores para a dimensão das partículas entre 1,9 μm e 217 μm , sendo cerca 10% de partículas inferiores a 8,8 μm , 50% inferiores a 22,4 μm e 90% inferiores a 51,5 μm . Através do difratograma de raios-X do SIPP foi detectada a presença essencialmente de quartzo α (A), nefelina potássica (N) e albita (B), além de uma fase amorfa (capítulo 2, Figura 2.6).

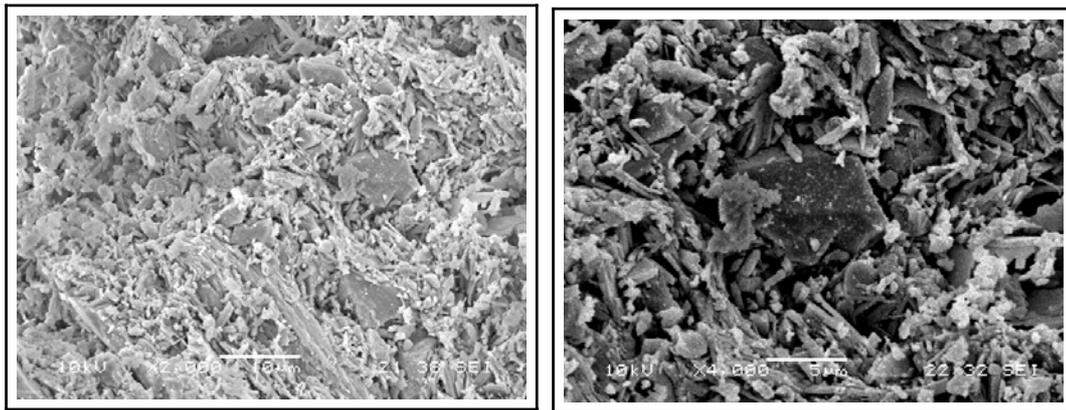
A análise da micrografia do SIPP mostrou um aspecto heterogêneo com aglomerados de diferentes tamanhos, e com a presença de poros de diferentes tamanhos distribuídos aleatoriamente (capítulo 2, Figura 2.10).

Os fatores considerados para estudar as melhores condições de formação do compósito foram: a razão água/gesso (a/g) e SIPP/gesso (s/g), conforme apresentado na Tabela 6.2 .

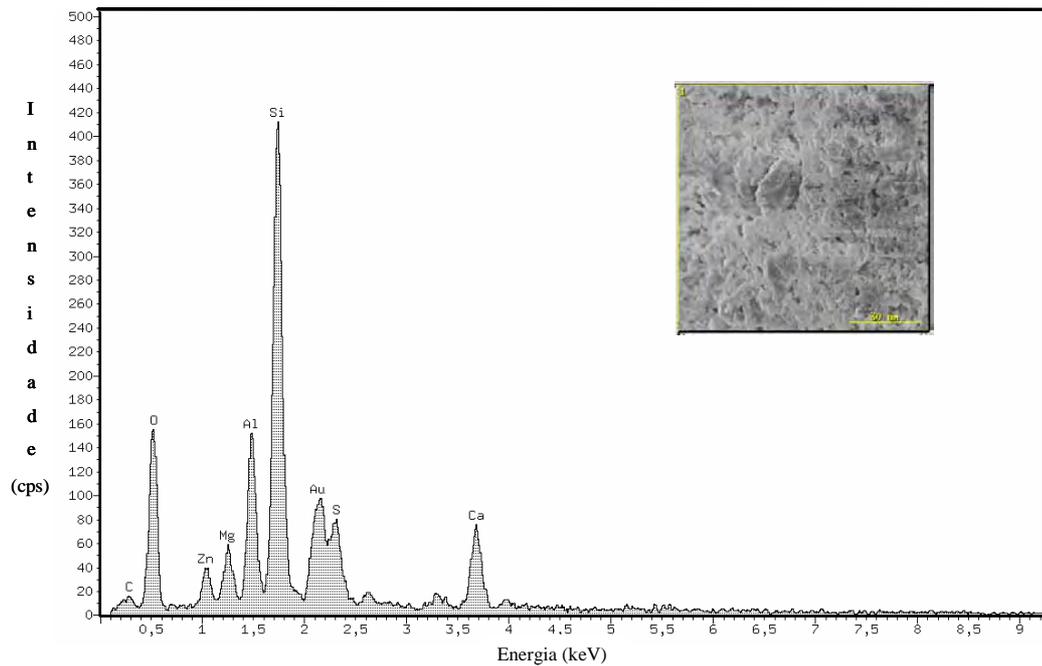
A relação água/gesso (a/g) exerce influência na taxa de precipitação dos cristais de dihidrato e, por conseguinte, na variação da consistência da pasta ao longo do tempo, que é o fator determinante para sua aplicação.

A Figura 6.6 (a) mostra a micrografia do compósito SIPP/gesso (s/g = 1) e água/gesso (a/g = 0,4). Na figura é possível observar a presença de cristais do SIPP entre os cristais de gipsita, alterando a porosidade da pasta. Isto pode proporcionar, ao longo do tempo, um incremento nas propriedades mecânicas e especialmente na dureza superficial da pasta.

A análise do XEDS (Figura 6.6 (b)) comprova a presença dos elementos constituintes das fases cristalinas correspondentes ao SIPP e ao gesso.



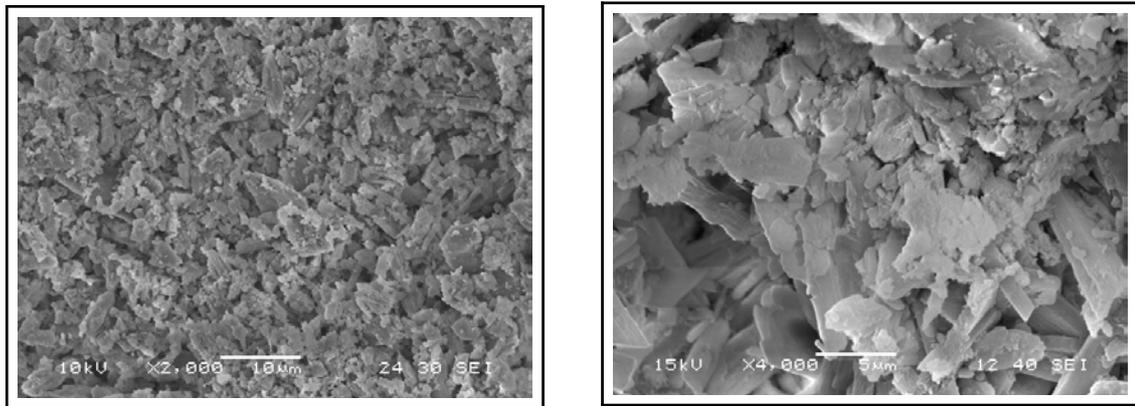
(a)



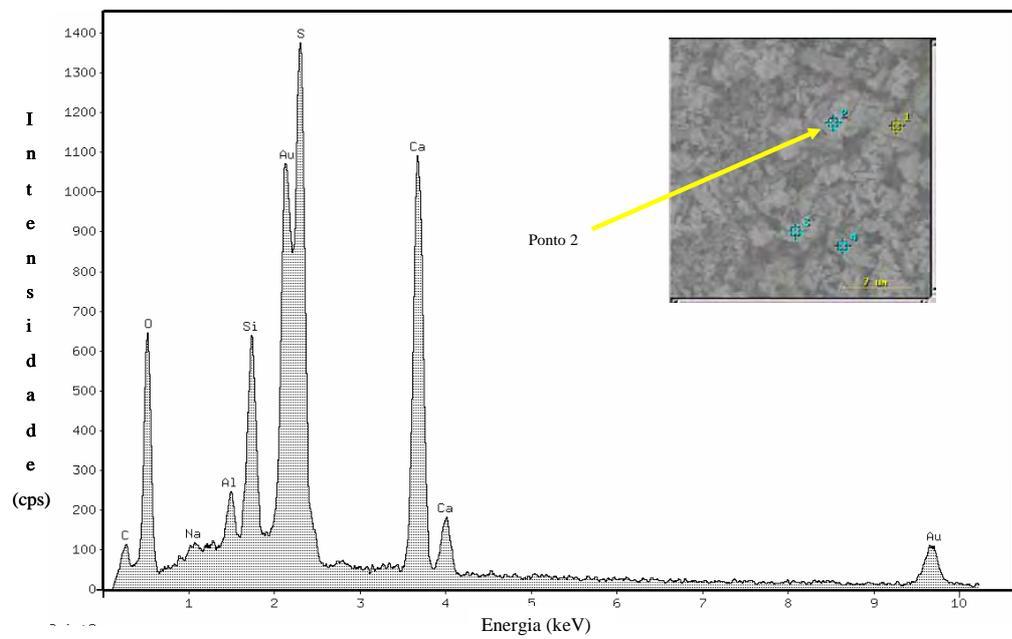
(b)

Figura 6.6: Micrografias de fratura do compósito SIPP/gesso numa razão em massa de 1:1; a) razão SIPP/gesso (s/g) = 1 e água/gesso (a/g) = 0,4; (b) XEDS do compósito SIPP/gesso.

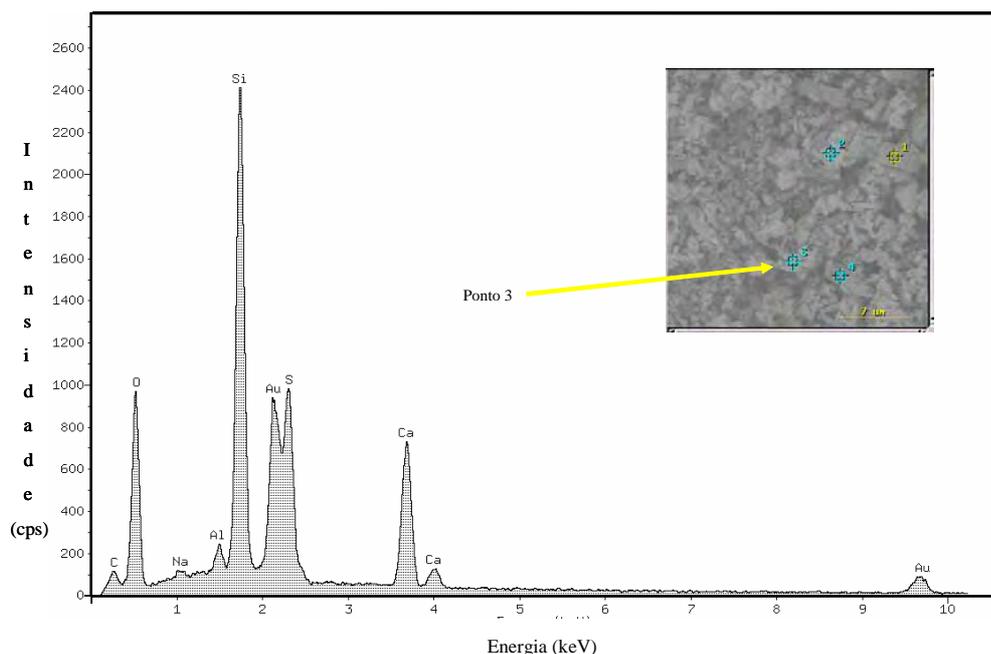
Mantido o teor de SIPP constante, analisou-se a influência do aumento da relação água/gesso na pasta. As micrografias são apresentadas na Figura 6.7.



(a)



(b)



(c)

Figura 6.7: Micrografias de fratura do compósito SIPP/gesso numa razão em massa de 1:1; a) razão SIPP/gesso (s/g) = 1 e água/gesso (a/g) = 0,8; (b) XEDS do compósito SIPP/gesso.

Observa-se nas micrografias da Figura 6.7 (a) uma presença maior de poros, que pode ser atribuída ao aumento de água na pasta.

Os XEDS de dois pontos distintos (Figura 6.7 (b) e (c)), apresentam intensidades diferentes em relação aos elementos silício, enxofre e cálcio, indicando possivelmente maior concentração de gipsita no ponto da Figura 6.7 (b) e do SIPP no outro espectro (Figura 6.7 (c)).

Para melhor evidenciar a natureza da homogeneidade de distribuição das diferentes fases do compósito, os mapeamentos dos elementos químicos presentes nos compósitos com relação SIPP/gesso = 1 e razão água/gesso de 0,4 e 0,8, foram obtidos por XEDS e são apresentados através de mapas de distribuição nas duas condições estudadas acima (Figuras 6.8 e 6.9).

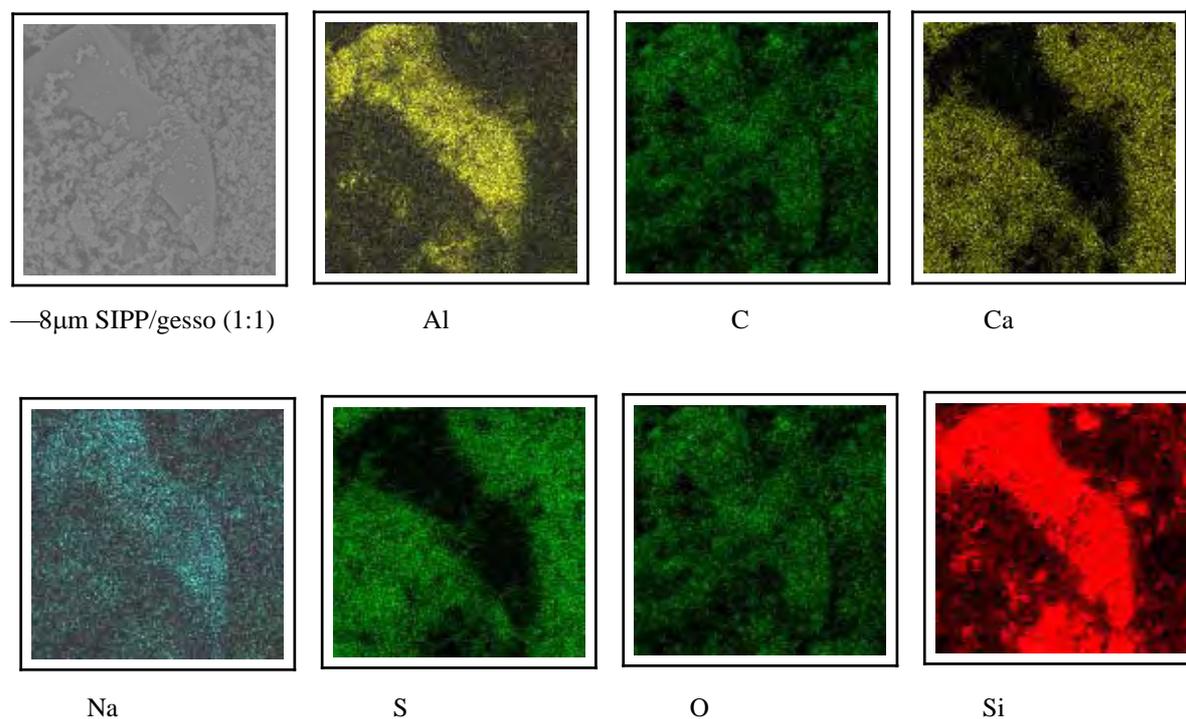


Figura 6.8: Micrografia do compósito SIPP/gesso (s/g) = 1 e água/gesso (a/g) = 0,4 e mapa de distribuição topográfica dos elementos Al, C, Ca, Na, S, O e Si, obtidos por XEDS.

Na Figura 6.8, verificou-se que o carbono, sódio e oxigênio apresentaram uma distribuição homogênea, enquanto o alumínio, silício, cálcio e enxofre estão concentrados em diferentes áreas, indicando diferentes fases. Alumínio e silício estão homogeneamente dispersos em todas as áreas onde o cálcio e enxofre apresentam menor concentração.

Quando se trabalhou com uma razão água/gesso de 0,8, mantendo-se constante a relação SIPP/gesso (1:1), observou-se o mesmo comportamento em relação a distribuição dos elementos na amostra com uma razão água/gesso de 0,4.

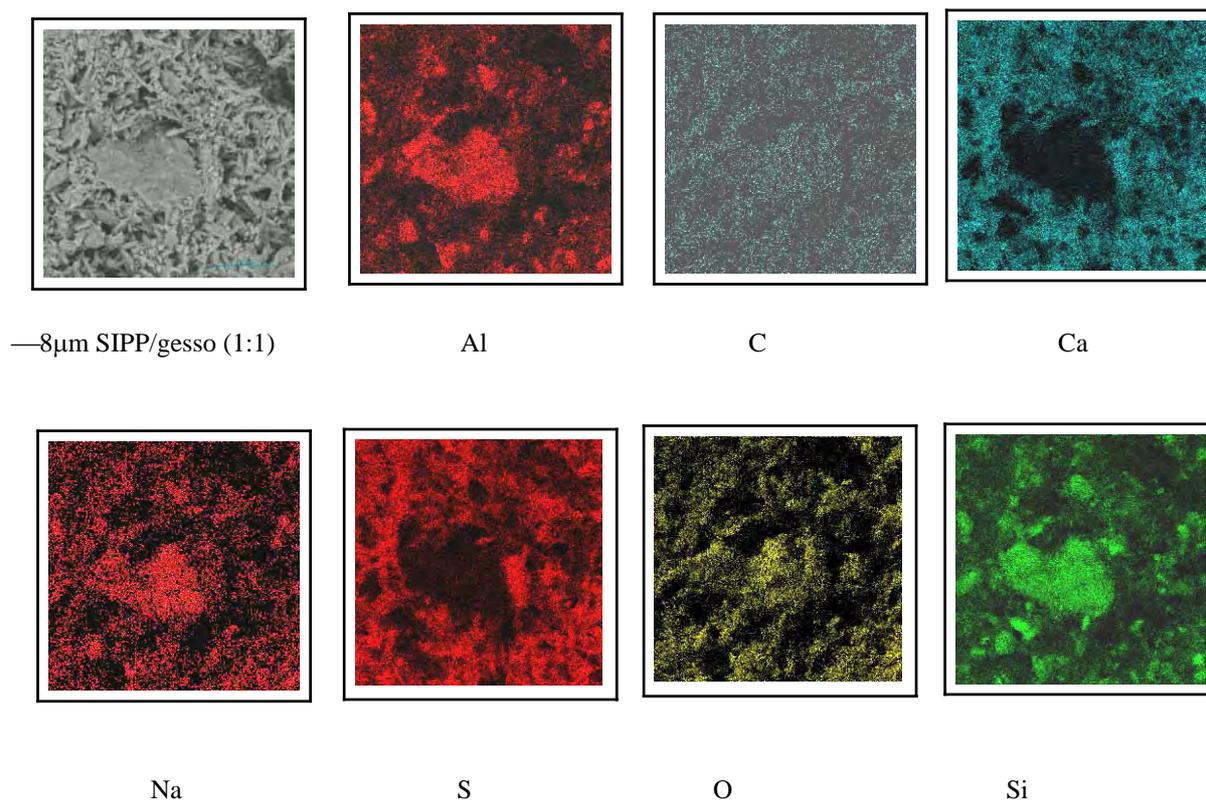
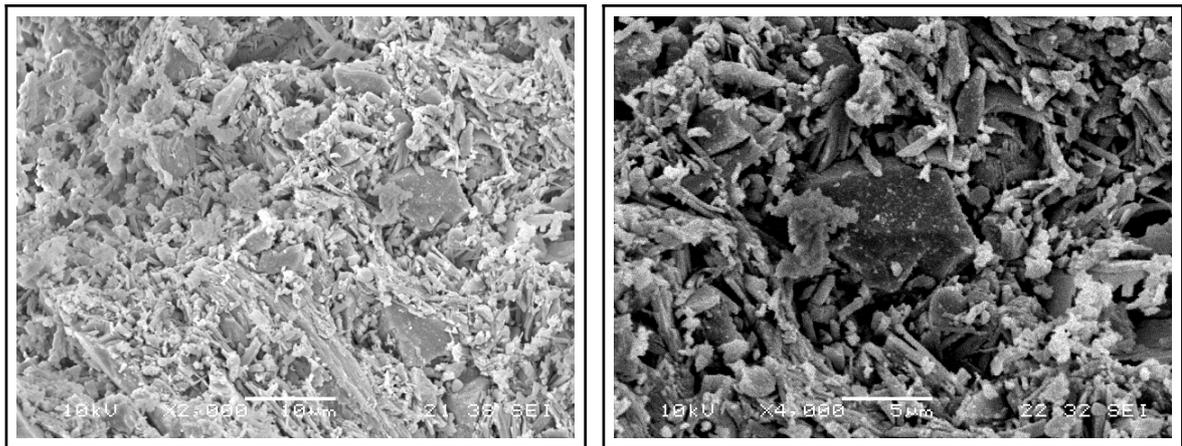
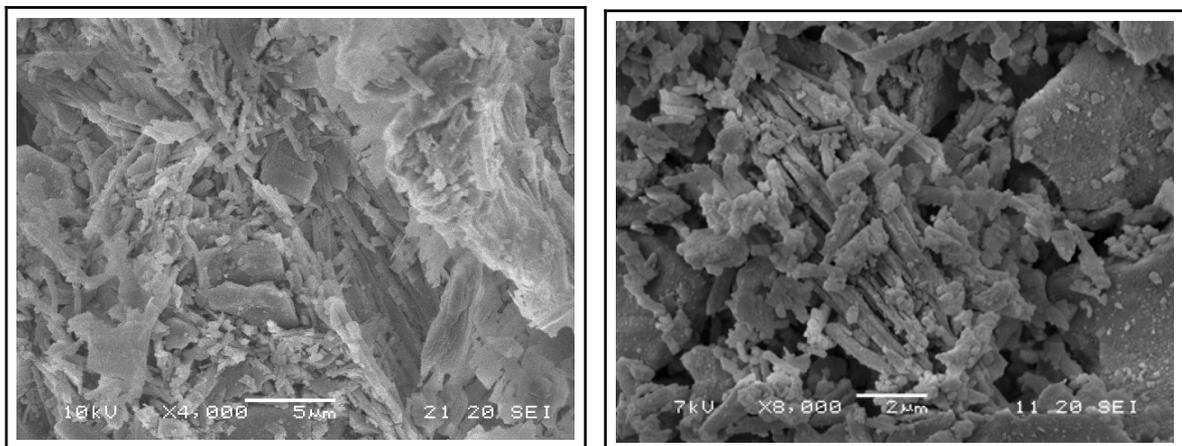


Figura 6.9: Micrografia do compósito SIPP/gesso (s/g) = 1:1 e água/gesso (a/g) = 0,8 e mapa de distribuição topográfica dos elementos Al, C, Ca, Na, S, O e Si, obtidos por XEDS.

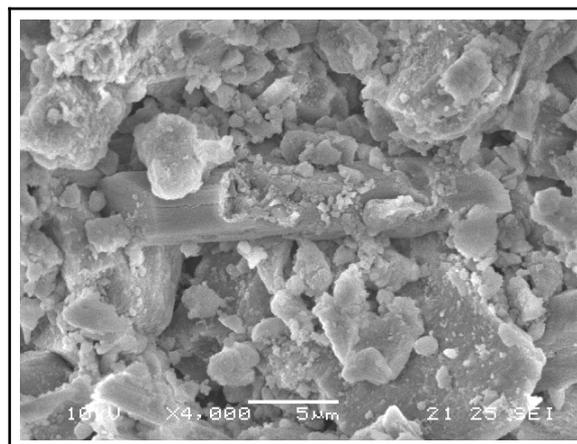
Com a finalidade de verificar a homogeneidade do compósito em função da variação da relação SIPP/gesso, analisou-se as micrografias do compósito SIPP/gesso (1:1 e 3:1), como mostrado na Figura 6.10. Nesta etapa constatou-se que o aumento da concentração do SIPP na pasta apresentou uma porosidade aparente maior (Figura 6.10). Quando se trabalhou utilizando uma relação SIPP/gesso de 3 e água/gesso 0,6 a pasta mostrou-se menos porosa em relação à relação água/gesso de 0,4. Para verificar se o SIPP interfere na homogeneidade da amostra, fez-se o mapeamento dos compósitos com uma relação SIPP/gesso 1:1 e 3:1 (Figura 6.11).



(a)



(b)



(c)

Figura 6.10: Micrografias do compósito SIPP/gesso numa razão água/gesso de 0,4 e 0,5. a) relação SIPP/gesso = 1 e água/gesso = 0,4; b) relação SIPP/gesso = 3 e água/gesso = 0,4; c) relação SIPP/gesso = 3 e água/gesso = 0,6.

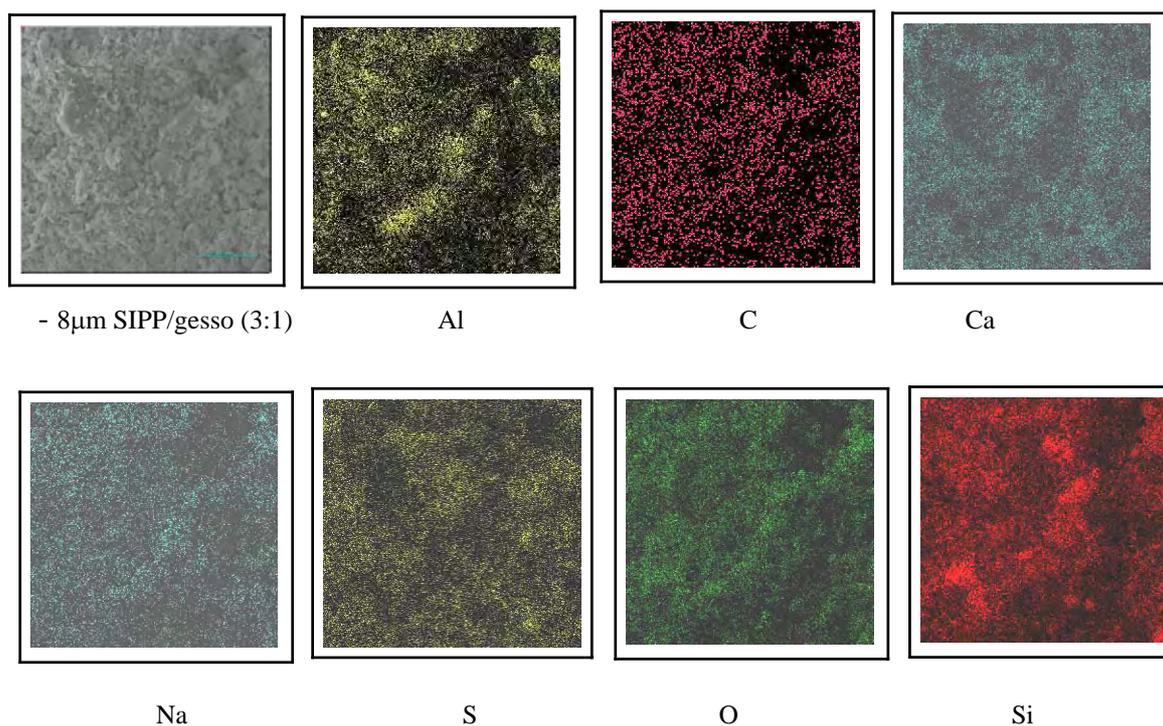
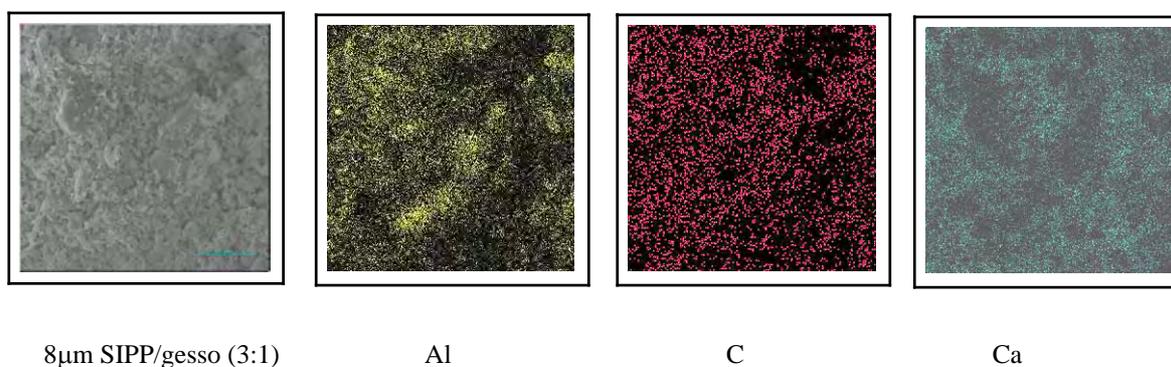
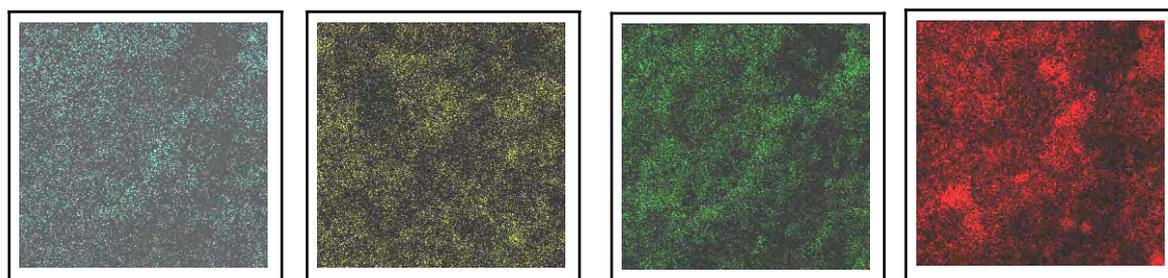


Figura 6.11: Micrografia do compósito SIPP/gesso (s/g) = 3:1 e água/gesso (a/g) = 0,4; mapa de distribuição topográfica dos elementos Al, C, Ca, Na, S, O e Si, obtidos por XEDS.

As Figuras 6.11 (s/g = 3:1 e a/g = 0,4) e 6.12 (s/g = 3:1 e a/g = 0,6) apresentam uma distribuição muito homogênea em relação a todos os elementos presentes na pasta, sugerindo que o aumento na relação SIPP/gesso não provocou alterações na distribuição dos elementos ou segregação.





Na

S

O

Si

Figura 6.12: Micrografia do compósito SIPP/gesso (s/g) = 3:1 e água/gesso (a/g) = 0,6; mapa de distribuição topográfica dos elementos Al, C, Ca, Na, S, O e Si, obtidos por XEDS.

A Tabela 6.4 traz as relações SIPP/gesso e água/gesso para os teores de SIPP estudados e o resultado do teste de dureza superficial Shore, com o objetivo de se separar as contribuições do teor de água nas diversas proporções para os teores de SIPP utilizados.

Tabela 6.4: Relações água/gesso e SIPP/gesso e os valores de dureza superficial.

Amostra	Teor de SIPP (%)	Dureza (USC)	Relação	
			s/g	a/g
1	0	91	---	0,4
2	50	95	1	0,4
3	67	89	2	0,4
4	67	91	2	0,4
5	67	95	2	0,4
6	0	84	---	0,5
7	0	91	---	0,5
8	0	92	---	0,5
9	50	89	1	0,5
10	50	88	1	0,5
11	50	91	1	0,5
12	67	82	2	0,5
13	67	83	2	0,5
14	67	82	2	0,5
15	75	79	3	0,5
16	75	80	3	0,5
17	75	81	3	0,5
18	0	81	---	0,8
19	50	80	1	0,8
20	67	80	2	0,8

Nas preparações com relação água/gesso de 0,4, observou-se que a dureza foi maior com a adição do SIPP ao gesso numa razão SIPP/gesso de 1:1, com dureza resultante de 95 UCS, em contraste com a dureza do gesso puro, 91 USC (Tabela 6.4). Com o aumento da relação água/gesso, esse comportamento não foi observado. A dureza das pastas decresce com o crescimento da relação água/gesso, que provoca o aumento da porosidade da pasta (micrografias (a) e (b), Figura 6.10). Assim, a influência da relação água/gesso na dureza é função, principalmente, da sua relação com a porosidade da pasta. A Figura 6.13 apresenta a influência de relação água/gesso e do teor de SIPP na dureza. Apenas os dados das pastas puras foram utilizados na regressão apresentada na figura. Conforme resultados obtidos por outros pesquisadores, a relação entre a dureza superficial e a relação água/gesso é exponencial. A Figura 6.13 apresenta os melhores valores para a dureza quando a relação SIPP/gesso é de 1:1 (50%) e a relação água/gesso corresponde a 0,4 ou 0,5.

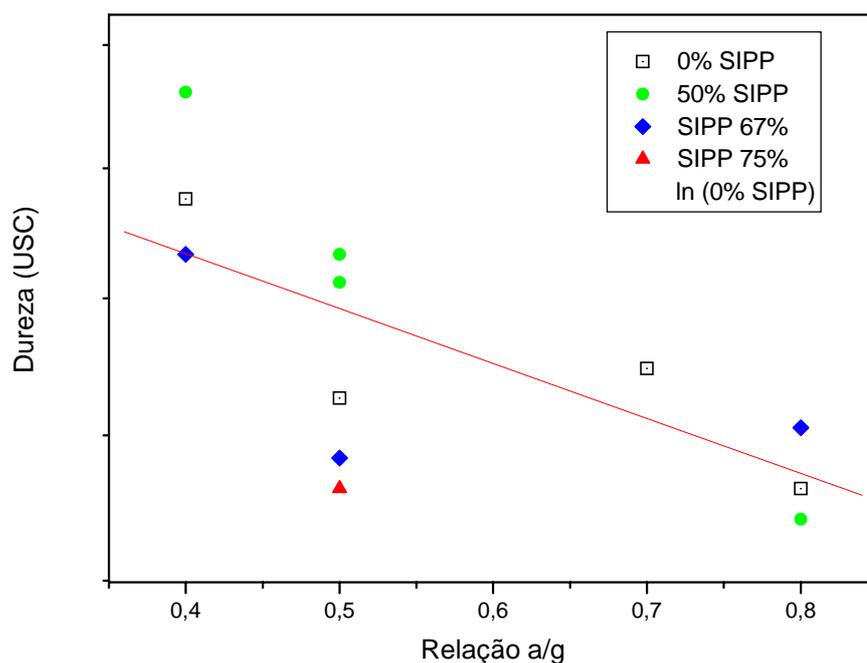
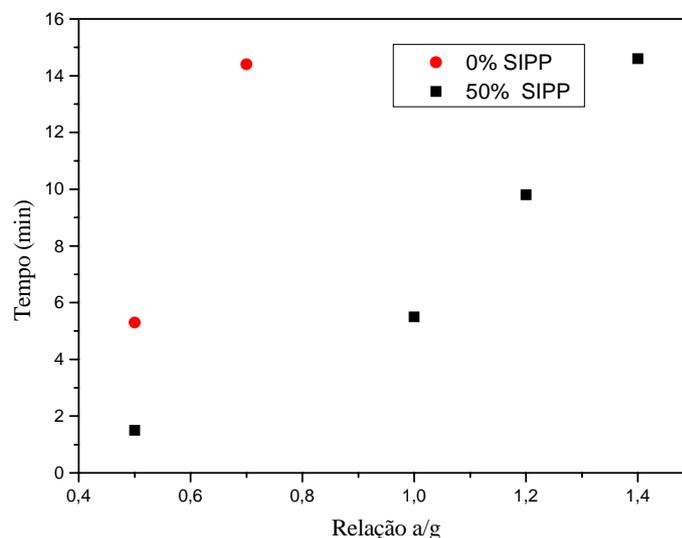


Figura 6.13: Influência da relação água/gesso e do teor de SIPP na dureza superficial.

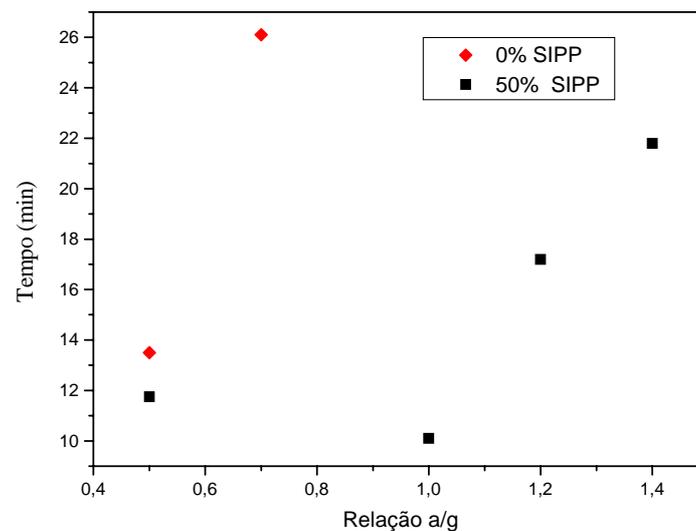
Mantendo-se constante a relação água/gesso em 0,5, a adição de SIPP provoca uma redução na dureza superficial da pasta. Observa-se que os valores mais próximos da dureza da pasta pura (gesso) foram os com 50% de SIPP na pasta.

Outro parâmetro estudado foi o tempo de pega através do teste DIN. Para iniciar esse estudo tomou-se como referência a proporção SIPP/gesso de 50%, pois foi onde se adquiriu os melhores valores de dureza. É importante mencionar que com as razões água/gesso trabalhadas anteriormente tornou-se difícil o preparo das pastas para realização do teste DIN, pois à medida que houve um aumento na razão SIPP/gesso houve maior dificuldade na preparação da pasta, já que a quantidade de água da mistura foi calculada em relação ao teor de aglomerante total de modo que nas pastas puras (gesso) havia uma quantidade efetiva de água inferior à das pastas mistas.

A Figura 6.14 (a) e (b) apresenta a influência do SIPP nos tempos de início e fim de pega em função da relação água/gesso. A adição de SIPP acelerou o início de pega, sendo necessário uma maior relação água/gesso para a obtenção do mesmo valor do tempo de início de pega. Embora a relação água/gesso das pastas mistas tenha sido maior, parte da água foi usada para molhar os grãos do SIPP, não estando todo o montante calculado disponível para o gesso.



(a)



(b)

Figura 6.14: Influência da relação água/gesso nos tempos de (a) início e (b) fim de pega.

Observa-se nos dois casos que o aumento da relação água/gesso implicou no aumento do início e fim de pega. Dessa forma, quanto maior for este fator (água/gesso), maior quantidade d'água em relação a massa de gesso, maior será o tempo de pega, pois a solução estará menos saturada, porém menor será sua resistência final.

Comparando-se o tempo de início e fim de pega na mesma relação água/gesso para o compósito e a pasta pura, nota-se que a adição do SIPP diminui os dois tempos. Assim, o fator determinante nos tempos de início e fim de pega parece estar associado à consistência inicial da pasta.

6.3 - Conclusões

O parâmetro mais influente nas propriedades da pasta fresca e endurecida é a relação água/gesso. No estado fresco, a relação água/gesso influencia a cinética da reação de hidratação e a formação da microestrutura. No estado endurecido, interfere na porosidade total da pasta e, conseqüentemente, sobre as propriedades mecânicas.

Mantendo-se constante a relação água/gesso, a adição de SIPP aumentou a consistência das pastas, permitindo que o tempo de espera fosse abreviado. A influência da adição de 50% de SIPP resultou na diminuição nos tempos de início e fim de pega, em relação à pasta pura nas mesmas condições.

A dureza do compósito foi maior com a adição do SIPP ao gesso numa razão SIPP/gesso de 1:1, comparada à dureza do gesso puro numa relação água/gesso de 0,4. Com o aumento da relação água/gesso esse comportamento não foi observado. A dureza das pastas decresce com o crescimento da relação água/gesso. Isso se deve provavelmente a um aumento da porosidade da pasta.

Através do MEV constatou-se que houve uma distribuição homogênea dos elementos na pasta.

Conforme resultados obtidos sob o ponto de vista de dureza do material, é possível a aplicação de pastas com 50% de SIPP ao gesso.

Referências

- 1 - J. Karni; E. Karni; *Gypsum in construction: origin and properties. Materials and Structure*, n° 28, 1995, 92 -100.
- 2 - V. M. John; R. P. N. Antunes; *Ambiente Construído*, **2** (1), 2002, 29 - 37.
- 3 - T. Pereira; G. C. Santos Júnior; J. H. Rubo; P. M. Ferreira; A. L. Valle; *Rev. Fac. Odontol Bauru*, **10** (3), 2002, 150 - 155.
- 4 - E. B. Pereira; Perfil analítico da gipsita. Ministério das Minas e Energia - Dep. Nacional de Produção Mineral. *Boletim n° 15*, 1973.
- 5 - Sumário Mineral. República Federativa do Brasil, Ministério da Infra-estrutura, Secretaria Nacional d Minas e Metalurgia e Departamento Nacional d Produção mineral, Brasília, 1996.
- 6 - F. A. Biscaldi; S. F. C. Regina; P. S. Souza; *Revista Cerâmica*, **28** (156), 1982, 471.
- 7 -A. M. Hincapié; C. T. A. Oliveira; M. A. Cincotto; S. M. Selmo; Revestimento de Gesso I. *Téchne*, **21**, 1996a, 44 - 47.
- 8 - R. D. Pinho; Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica - UFPE - Recife - PE, 2003.
- 9 - F. B. Angeleri; S. R. F. Cardoso; P. S. Santos; *Cerâmica*, **29**, 1983, 93 - 114.
- 10 - L. Peres; M. Benachour; V. A. Santos; O gesso - produção e utilização na construção civil. Edições Bagaço. Recife, 2001, 156.
- 11 - M. A. Cincotto; V. Agopyan; M. C. Florindo; *O gesso como material de construção. Parte I. Tecnologia de Edificações*, São Paulo, IPT-PINI, 1988a, 53 - 56.
- 12 - V. A. Santos; *Fundamentos sobre processos de produção de gesso a partir da desidratação térmica da gipsita*. Recife, PEDITEC - ITEP- DQ/UNICAP- DEQ/UFPE, 1998
- 13 - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Gesso para construção civil: especificação**. - NBR 13207. Rio de Janeiro, 1994.
- 14 - A. J. Lewry; J. Williamson. The setting of gypsum plaster - Part I - The hydration of calcium sulphate hemihydrate. *Journal of Material Science*, **29**, 1994a, 5279 - 84.
- 15 - A. J. Lewry; J. Williamson; The setting of gypsum plaster - Part III - The effect of additives and impurities. *Journal of Material Science*, **29**, 1994c, 6085 - 90.

- 16 - R. P. N. Antunes; C. T. A. Oliveira; V. M. John; Trabalhabilidade em obra, consist~encia e calor de hidratação das pastas de gesso. In: Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas, III. Vitória, 1999. Anais, Antac, Vitória, v. 1, 1999a, 95 - 106.
- 17 - M. J. Ridge; Effect of temperature on the rate of setting of gypsum plaster. *Nature*, **184** (47), 1959, 47 - 48.
- 18 - M. Magnan; mecanisme et cinétique de l'hydratation du plâtre. *Revue des Matériaux de Construction*. **671**, 1973, 28 - 31.
- 19 - H. J. Cowan; *The master builders: a history of structural and environmental design from ancient Egypt to the nineteenth century*. 2 ed. Malabar, John Wiley & Sons, 1985.
- 20 - C. R. Haselein; L. Calegari; L. F. Alberti; A. L. Minello; P. A. Silva; R. G. F. Pintos; *Ciência Florestal, Santa Maria*, **12** (1), 2002, 81 -88.
- 21 - V. M. John; M. A. Cincotto; Universidade de São Paulo - Escola Politécnica - Departamento de Engenharia de Construção Civil - PCC.
- 22 - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Gesso para construção civil**: determinação das propriedades físicas do pó. - NBR 12127. Rio de Janeiro, 1991.
- 23 - V. M. John; R. P. N. Antunes; *Ambiente Construído*, Porto Alegre, **2** (1), 2002, 29 - 37.
- 24 -Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Gesso para construção civil**: determinação das propriedades mecânicas. - NBR 12129. Rio de Janeiro, 1991.
- 25 - V. M. John; R. P. N. Antunes; Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP - Departamento de Engenharia de Construção Civil, São Paulo, BT/PCC/254, São Paulo, 2000.

CAPÍTULO 7

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Conclusões

Todo processo industrial gera resíduos, muitas vezes tóxicos e perigosos, não sendo possível simplesmente descartar esses materiais na natureza sem provocar danos à saúde e ao meio ambiente. Na busca da minimização dos problemas ambientais, a utilização de rejeitos em processos industriais tem uma grande importância, haja vista que diminui o volume dos depósitos e contribui significativamente para a redução na extração de matéria-prima. Atualmente vem sendo ampliado o aproveitamento de rejeitos industriais, dentro de uma visão que trata esses poluentes como matéria-prima para aplicações nobres, agregando valor a esses materiais.

O resíduo estudado (SIPP) é oriundo do polimento dos porcelanatos, apresentando em sua composição basicamente óxido de silício na forma de quartzo e metais alcalinos e alcalino terrosos. Apresenta uma superfície heterogênea, composta por aglomerados de tamanho bem diversificado (1,9 μm - 217 μm , com um diâmetro médio D(50) de 22,34 μm), mostrando um comportamento inerte antes da fusão (1200°C).

De posse da caracterização do SIPP, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a incorporação desse resíduo na formulação de blocos sinterizados, vidros, fritas e compósitos com gesso.

Para obtenção das cerâmicas estruturais, o SIPP foi submetido a um processo de sinterização. As melhores condições para obtenção de um material moderadamente denso com pequenos poros dispersos, foram a temperatura de 1000°C e o tempo de tratamento de 5 horas. Além do quartzo, as outras fases cristalinas observadas nessas condições foram albita, nefelina e mulita. Os valores de densidade do produto final estão em um intervalo de 1,65 - 2,00g/cm³. Esses resultados permitiram concluir que as propriedades do SIPP podem ser controladas em função do tratamento térmico.

O desenvolvimento de materiais vítreos produzidos a partir do SIPP constituiu uma das opções para se agregar valor a esse resíduo. Um forte argumento para o uso do SIPP na síntese de vidros convencionais foi o fato do mesmo possuir em sua composição, basicamente óxido de silício (cátion formador), óxido de alumínio (cátion estabilizador) e óxidos de metais alcalinos e alcalino terrosos (fonte dos principais modificadores). Durante os experimentos, concluiu-se que a partir do SIPP sozinho não foi possível obter material vítreo em temperaturas de fornos resistivos convencionais, havendo assim a necessidade de incluir mais um componente no caso, o borato de sódio. A rota de preparação, onde se utilizou aproximadamente 50% em peso de SIPP na composição do vidro, envolveu aquecimento a 300°C durante uma hora e a 1450°C durante duas horas. O vidro

SIPPBORAX apresentou uma coloração esverdeada devido à presença de ferro e uma temperatura de transição vítrea de 522°C.

Esse vidro moído (SIPPBORAX) foi viável como frita (principal componente do esmalte cerâmico). As fritas obtidas apresentaram boa adesão ao substrato e aspecto transparente, além de boa resistência química (ácidos e base). Em presença de água a mesma mostrou-se impermeável. Comparada com uma frita comercial de composição semelhante, a frita derivada do SIPPBORAX mostrou uma dureza similar, sendo um indicativo de ser uma frita que apresenta uma boa resistência ao desgaste.

Outra linha desenvolvida foi a obtenção do compósito SIPP/gesso, com o objetivo de melhorar propriedades mecânicas do gesso. Para isso estudou-se a relação SIPP/gesso e água/gesso. A adição de 50% de SIPP influenciou nos tempos de início e fim de pega, diminuindo esses parâmetros em relação à pasta pura nas mesmas condições.

A dureza do compósito foi maior com a adição do SIPP ao gesso numa razão SIPP/gesso de 1:1, comparada à dureza do gesso puro numa relação água/gesso de 0,4. Com o aumento da relação água/gesso esse comportamento não foi observado. A dureza das pastas decresceram com o crescimento da relação água/gesso. Isso ocorreu provavelmente a um aumento da porosidade da pasta. Através do MEV constatou-se que houve uma distribuição homogênea dos elementos na pasta. Conforme resultados obtidos sob o ponto de vista de dureza do material, parece viável a aplicação de pastas com 50% de SIPP ao gesso.

CAPÍTULO 8

PERSPECTIVAS

Perspectivas

Pretende-se realizar testes sistemáticos utilizando o material vítreo produzido (SIPPBORAX) na forma de pó, como frita para elaboração do esmalte cerâmico e posterior aplicação sobre cerâmicas convencionais.

Pretende-se assim apresentar as vantagens do aproveitamento do uso do rejeito na própria indústria cerâmica, criando o que se poderia chamar de “Cerâmica verde”, por incorporar rejeitos da indústria de porcelanatos.

Este estudo ofereceu perspectivas de otimização do processo de reciclagem do SIPP. Dessa forma não só se pretende dar continuidade aos trabalhos em andamento, mas também se deseja desenvolver novos materiais baseados neste subproduto. As próximas etapas deste projeto serão:

- Determinar a porosidade e o comportamento mecânico do SIPP sinterizado;
- Estudar e desenvolver compostos híbridos com propriedades luminescentes, a partir do SIPP sinterizado e de vidros dopados com lantanídeos. Neste caso o subproduto é usado como substrato.
- Preparação de vitrocerâmicas a partir da cristalização controlada dos vidros obtidos;
- Estudar o comportamento da frita derivada do vidro SIPPBORAX, na formulação de esmaltes cerâmicos;
- Estudar a possibilidade de se utilizar o SIPP como pó abrasivo, com o objetivo de utilizá-lo no polimento de vidros;
- Desenvolver novos materiais compósitos com gesso/SIPP, e estudar alterações em suas propriedades mecânicas.
- Realizar testes para implementar a utilização das pastas SIPP e gesso, visando comprovar o ganho de produtividade ocasionado pela adição de SIPP.