



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ

CENTRO DE TECNOLOGIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS

Francisco Necy Alves Júnior

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO GESSO COM
INCORPORAÇÃO DOS PRODUTOS DA COMBUSTÃO DO CARVÃO**

Fortaleza - CE

Set - 2015

FRANCISCO NECY ALVES JÚNIOR

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO GESSO COM
INCORPORAÇÃO DOS PRODUTOS DA COMBUSTÃO DO CARVÃO**

Dissertação apresentada ao
Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais da
Universidade Federal do Ceará como
parte dos requisitos para obtenção do
título de Mestre em Engenharia e
Ciência de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira

Fortaleza - CE

Set – 2015

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

Universidade Federal do Ceará

Biblioteca de Pós-Graduação em Engenharia - BPGE

A479a Alves Júnior, Francisco Necy.

Avaliação das propriedades mecânicas do gesso com incorporação dos produtos da combustão do carvão / Francisco Necy Alves Júnior. – 2015.

98 f. : il. color. , enc. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2015.

Área de Concentração: [Processos de Deformação e Degradação dos Materiais](#).

Orientação: Prof. Dr. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira.

1. Ciência dos materiais. 2. Mecânica - Resistência. I. Título.

CDD 620.11

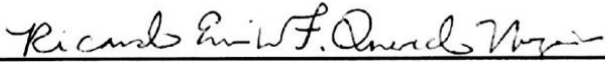
FRANCISCO NECY ALVES JÚNIOR

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO GESSO COM
INCORPORAÇÃO DOS PRODUTOS DA COMBUSTÃO DO CARVÃO


Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.
Área de concentração: Processos de Fabricação dos Materiais

Aprovado em: 18/09/ 2015.

BANCA EXAMINADORA


Prof. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)


Prof. Enio Pontes de Deus
Universidade Federal do Ceará (UFC)


Prof. Cândido Jorge de Sousa Lobo
Universidade Federal Rural do Semi-Árido (UFERSA)

A Deus.

Aos meus pais, Maria do Carmo e Nery
Alves.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela força dada nos momentos de dificuldade.

Ao meu pai, Francisco Neco Alves, por todo amor e indicação a seguir os melhores caminhos.

À minha mãe, Maria do Carmo Sousa Alves, por todo amor, compreensão nos momentos difíceis e apoio no meu dia-a-dia.

À minha família pelo incentivo e confiança no meu resultado, em especial a Tia Josefa, Tia Onofrina, Tio Solon e Priscilla Sousa.

Ao meu amor, Ana Carine Rolim, pela força e incentivo para continuar na execução deste trabalho, por ser essa mulher excepcional que esteve ao meu lado em todos os bons e maus momentos.

Ao professor e orientador Dr. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira, por dar suporte de conhecimentos para realização deste trabalho, pelas orientações e ensinamentos na vida acadêmica e profissional.

Aos professores da banca Dr. Enio Pontes e Dr. Cândido Jorge pela ajuda a conclusão desse trabalho e pela disponibilidade.

Ao professor Dr. Marcelo Ferreira Motta pelos ensinamentos passados na minha graduação e mestrado no laboratório ENGESOLDA e pela compreensão nos momentos de dificuldades.

Ao professor Msc. Aldo de Almeida Oliveira pela ajuda na execução e indicação nos ensaios.

Ao professor Dr. Everton Barbosa, pela imensa ajuda em todos os momentos de graduação e mestrado, pelos grandes ensinamentos, orientação e amizade.

Aos meus amigos AQC's, Pedro Torres, Gabriel Alves, Rafael Silva, Mateus Alves, Renato Lima, Gelton Duarte, Caique Ribeiro e PH Garcia pela grande amizade ao longo de vários anos, grande apoio e muitos momentos proveitosos.

Aos amigos de curso que ajudaram bastante no meu crescimento e continuam sempre preservando amizade após o curso.

Aos colegas de pós-graduação pela ajuda nas disciplinas e pelos extensos momentos de estudo, em especial: Venceslau Xavier, Francisco Oliveira, Janaína Sobreira e Yuri Cruz.

Aos meus amigos da “A casa, lar”, Émerson Miná, Mateus Alves e Abraão Danilo, por toda a ajuda, pelos momentos de luta e imensos momentos estudados na salinha.

As amigas do laboratório de materiais cerâmicos, Joelane Carvalho e Suely Alves, pelas imensuráveis ajudas durante a execução deste trabalho.

Ao Msc. Flávio de Melo, pela ajuda na execução dos ensaios de flexão e infravermelho e boas discussões sobre o trabalho.

Aos meus amigos do SENAI, que ajudando de forma direta e indiretamente para a realização deste trabalho.

Ao instrutor Josimar Silva pela ajuda na fabricação do molde.

Aos bolsistas de graduação, Renardir e Aline Dias, em especial o Emmanuel Almeida, que ajudou bastante na execução deste trabalho.

Ao Rodrigo Tavares, bolsista do IFCE, e aos professores Oliveira e Venceslau do laboratório de materiais, que me ajudaram bastante na execução dos ensaios de compressão.

À Central Analítica pela disponibilidade do MEV e em especial ao Valdemir pela execução dos ensaios.

“Quanto mais aumenta nosso conhecimento,
mais evidente fica a nossa ignorância.”

John F. Kennedy

Resumo

O acelerado desenvolvimento industrial das últimas décadas tem sido apontado como um dos fatores mais impactantes sobre o desequilíbrio ambiental. Por esse motivo, pesquisas vêm sendo desenvolvidas visando o reaproveitamento dos resíduos gerados pelos processos produtivos industriais como matérias-primas ou insumos em outros processos. Este trabalho objetiva investigar a viabilidade de se utilizar um resíduo gerado pela combustão de carvão mineral em usinas termoelétricas como aditivo na produção de peças de gesso para a construção civil. Este produto da combustão de carvão (PCC) já vem sendo aplicado nas indústrias de construção civil como aditivo em cimento, porém sua utilização em massas de gesso é bastante restrita. Inicialmente foi avaliada a influência da água pela variação da sua adição à massa de gesso em 5 níveis entre 10 e 50%, visando escolha da melhor relação água/gesso quanto às propriedades mecânicas. Os materiais utilizados foram caracterizados por espectroscopia de fluorescência de raios-X (FRX), difração de raios-X (DRX), espectroscopia de absorção no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e de energia dispersiva de raios-X (EDS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O processo produtivo utilizado para confecção dos corpos de prova foi o de Umedecimento, Compactação e Secagem (UCOS), com pressão de 10 MPa. Em seguida, foram confeccionados corpos de prova com incorporação de PCC à massa de gesso em 5 níveis, entre 10 e 50% com a finalidade de analisar a influência dessas adições sobre as propriedades mecânicas, o que foi avaliado por ensaios de compressão, dureza e flexão em três pontos. Os resultados obtidos determinaram que a relação água/gesso (a/g) que fornece as melhores propriedades mecânicas é a de 0,2, sendo esta utilizada na etapa de avaliação dos corpos de prova com incorporação de PCC. Concluiu-se que, em geral, a crescente incorporação do resíduo foi danosa às propriedades mecânicas do bloco de gesso. Não obstante, as condições estudadas atendem às exigências da NBR 13207, exceto a condição com incorporação de 50% de PCC. Em geral, as propriedades mecânicas se comportaram de forma semelhante entre

as condições com 10 e 20% de PCC, sendo que a evolução de 20 para 30% gerou queda significativa nos resultados de resistência mecânica. Com isso, conclui-se que a condição de 20% de PCC em gesso e relação a/g de 0,2 atende à norma, permite o reaproveitamento de resíduos e, graças ao processo de prensagem, apresenta melhor resistência mecânica comparada aos produtos usuais.

Palavras chave: Gesso, PCC, Resistência mecânica.

ALVES JÚNIOR, F. N. "Evaluation of mechanical properties of gypsum with the incorporation of the products of coal combustion." Dissertation (Master). Universidade Federal do Ceará, 2015.

Abstract

The accelerated industrial development of recent decades has been touted as one of the most impacting factors on the environmental imbalance. For this reason, research has been developed aiming, among other objectives, the reuse of waste generated by industrial processes as raw materials or inputs in other processes. This study aims to investigate the viability of using waste generated by the combustion of coal in power plants as an additive in the production of gypsum parts for construction. Coal combustion products (CCP) are already being applied in the construction industry as an additive in concrete, but their use in gypsum masses is very limited, which motivated the current research project. Initially the influence of water by varying the addition on mass in 5 levels between 10 and 50% was evaluated in order to choose the best ratio water / gypsum about the mechanical properties. The materials used were characterized by fluorescence spectroscopy X-ray (XRF), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and energy dispersive X-ray (EDS) and scanning electron microscopy (SEM). The production process used for making the specimens was the so-called UCOS (portuguese acronym for the initials of wetting, compaction and drying), with pressure of 10 MPa. Then, test pieces were prepared with incorporation of PCC to the mass of gypsum in 5 levels between 10 and 50% to analyze the influence of these additions on mechanical properties, which was evaluated by compression tests, hardness and three point bending. The results determined that the water/gypsum (a/g) that provides the best mechanical properties is 0.2, which is used in the evaluation stage of the specimens with addition of PCC. It was concluded that, in general, increasing the incorporation of the waste was damaging to the mechanical properties of the gypsum block. Nonetheless, the studied conditions meet the requirements of NBR 13207, except for the condition with incorporation of 50% of PCC. In general, the mechanical properties behaved in similar conditions between 10 and 20% of PCC, but the evolution from 20 to 30% caused a significant decrease in the results. Thus, it is concluded that the condition of 20% PCC in plaster and ratio a/g 0,2 meets the standard, ensures recycling of

waste and, due to the pressing process, has better mechanical strength compared to the usual products.

Keywords: Gypsum, PCC, Mechanical resistance.

Sumário

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS	1
1.2. ASPECTOS AMBIENTAIS DE GERAÇÃO E REAPROVEITAMENTO DE RESÍDUOS.....	2
1.3. OBJETIVO.....	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. GESSO.....	4
2.1.1. <i>Obtenção do gesso</i>	4
2.1.2. <i>Hidratação do gesso</i>	8
2.1.3. <i>Propriedades no estado endurecido</i>	10
2.1.3.1. Resistência Mecânica	10
2.1.3.2. Demais propriedades	11
2.2. PCC (PRODUTO DA COMBUSTÃO DO CARVÃO)	12
2.2.1. <i>Produção do PCC</i>	14
2.3. PRENSAGEM DE SÓLIDOS.....	15
2.4. INFLUÊNCIA DA RELAÇÃO ÁGUA/GESSO	18
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	20
3.1. CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS	20
3.1.1. <i>Ensaio de fluorescência de raios-X</i>	21
3.1.2. <i>Ensaio de difração de raios-X</i>	21
3.1.3. <i>Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i> 22	
3.2. 1ª ETAPA – DETERMINAÇÃO DA RELAÇÃO A/G.....	23
3.2.1. <i>Preparação dos corpos de prova</i>	24
3.2.2. <i>Ensaio classificatórios</i>	28
3.3. 2ª ETAPA – PREPARAÇÃO DAS MISTURAS	28
3.3.1. <i>Ensaio de compressão</i>	29
3.3.2. <i>Ensaio de flexão em 3 pontos</i>	29
3.3.3. <i>Ensaio de dureza</i>	30
3.3.4. <i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	31
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS	34
4.1.1. <i>Fluorescência de raios X</i>	34
4.1.2. <i>Difração de Raios-X</i>	35
4.1.3. <i>Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)</i> ..	38
4.2. 1ª ETAPA – DETERMINAÇÃO DA RELAÇÃO A/G.....	40
4.2.1. <i>Difração de Raios-X</i>	40
4.2.2. <i>Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)</i> ..	42
4.2.3. <i>Resistência à compressão</i>	44

4.2.4.	<i>Resistência à tração na flexão</i>	46
4.2.5.	<i>Dureza</i>	48
4.2.6.	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura</i>	50
4.2.7.	<i>Considerações finais da etapa de determinação da relação a/g</i>	59
4.3.	2ª ETAPA – MISTURAS DAS MATÉRIAS-PRIMAS	60
4.3.1.	<i>Difração de Raios –X</i>	60
4.3.2.	<i>Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)</i> ..	62
4.3.3.	<i>Resistência à compressão</i>	63
4.3.4.	<i>Resistência à tração na flexão</i>	65
4.3.5.	<i>Dureza</i>	67
4.3.6.	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura</i>	69
5.	CONCLUSÕES	76
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS/ RECOMENDAÇÕES	78
7.	REFERÊNCIAS	79

Lista de ilustrações

Figura 1- Cristais de gesso beta mal formados e porosos	6
Figura 2 – Cristais de gesso alfa bem formados e homogêneos.....	7
Figura 3 – Tipos de carvão, reservas e usos.....	12
Figura 4 – Carvão mineral estocado em pátio	13
Figura 5 – Gráfico de participação dos tipos de combustíveis	13
Figura 6 – Esquema de compactação dos grânulos	16
Figura 7 – Esquema de compactação pelo método EDD.....	17
Figura 8 - Esquema de compactação pelo método UCOS.....	18
Figura 9 – Fluxograma de metodologia do trabalho	20
Figura 10 – Espectrômetro Rigaku ZSX Mini II	21
Figura 12 – Difratorômetro Rigaki DMAXB	22
Figura 13 – Equipamento de infravermelho.....	23
Figura 14 – Molde para produção dos corpos de prova	25
Figura 15 – Molde prismático para produção dos corpos de prova	26
Figura 16 – Aspecto físico do a) gesso e b) PCC.....	26
Figura 17 – Corpos de prova a) cilíndricos e b) prismáticos.....	27
Figura 18 – Prensa hidráulica de 15 ton.....	27
Figura 19 - Máquina de ensaios universais AROTEC WDW 300E.	29
Figura 20 – Máquina de ensaios universais EMIC DL2000.....	30
Figura 21 – Amostras posicionadas na câmara a) antes e b) depois da operação. ...	31
Figura 22 – Metalizadora para recobrimento em ouro.....	32

Figura 23 – Microscópio eletrônico de varredura Quanta 450 FEG.	32
Figura 24 – Difratoograma do gesso como recebido.....	36
Figura 25 - Difratoograma do PCC como recebido.	37
Figura 26 – Espectro de infravermelho por transformada de Fourier do Gesso hemidratado.....	39
Figura 27 - Espectro de infravermelho por transformada de Fourier do PCC.	39
Figura 28 – Difratoogramas das condições – 1ª Etapa.	41
Figura 29 – Gráficos de Espectroscopia de absorção no Infravermelho das condições da 1ª etapa.	43
Figura 30 – Resultados da resistência à compressão dos corpos de prova da 1ª etapa.....	44
Figura 31 – Comparação de resistência à compressão das condições C0020 e C0040.....	46
Figura 32 – Resultados da resistência à tração na flexão dos corpos de prova da 1ª etapa.....	47
Figura 33 – Comparação de resistência à tração na flexão das condições C0020 e C0040.....	48
Figura 34 - Resultados de dureza dos corpos de prova da 1ª etapa.....	49
Figura 35 – Micrografia da superfície de fratura da C0010 por MEV. 1000x, 5000x e 20000x.....	51
Figura 36 – Micrografia detalhada da superfície de fratura da C0010 por MEV. 50000x.....	52
Figura 37 – Micrografia da superfície de fratura da C0020 por MEV. 1000x, 5000x e 20000x.....	53
Figura 38 - Micrografia detalhada da superfície de fratura da C0010 por MEV. 50000x.....	54

Figura 39 – Superfície de fratura da C0040 – Cristais de dimensão excessiva. 1000x.	55
Figura 40 – Detalhamento das superfícies de fratura na clivagem. Condição C0040. 5000x.....	56
Figura 41 – Superfície de fratura da C0050 – Cristais de dimensão excessiva. 1000x.	56
Figura 42 - Superfície de fratura da C0050 – Apresentação significativa de regiões clivadas. 200x.	57
Figura 43 – Análise de EDS realizada na condição C0040.	58
Figura 44 – Espectrograma de EDS da amostra C0020.	59
Figura 45 – Difractogramas das condições - 2ª Etapa	61
Figura 46 - Gráficos de Espectroscopia de absorção no Infravermelho das condições da 2ª etapa.	63
Figura 47 – Gráfico de resistência à compressão dos produtos com PCC	64
Figura 48 - Comparação de resistência à compressão das condições C1020 e C2020.	65
Figura 49 - Gráfico de resistência à tração na flexão dos produtos com PCC	66
Figura 50 - Comparação de resistência à compressão das condições C1020 e C2020.	67
Figura 51 - Gráfico de dureza dos produtos com PCC.....	68
Figura 52 – Comparação de dureza entre as condições C0020, C1020 e C2020. ...	69
Figura 53 - Micrografia da superfície de fratura da C2020 por MEV. 5000x.....	70
Figura 54 - Micrografia da superfície da C5020 por MEV. 5000x.....	71
Figura 55 - Micrografia da superfície da C5020 por MEV. 20000x.....	71
Figura 56 - Micrografia da superfície de fratura da C2020 por MEV. 200x.....	72

Figura 57 – Micrografia da região analisada por EDS. Condição C2020.	73
Figura 58 – Análise de EDS na condição C2020.	73

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Propriedades físicas da gipsita.....	5
Tabela 2 – Parâmetros de produção dos corpos de prova para determinação da relação a/g.....	25
Tabela 3 – Parâmetros de produção dos corpos de prova com a incorporação de PCC.....	28
Tabela 4 – Composição química das matérias-primas (% mássica).....	34
Tabela 5 – Fases cristalinas presentes no gesso e suas informações.....	36
Tabela 6 - Fases cristalinas presentes no PCC e suas informações.	37

1. Introdução

1.1. Considerações iniciais

O desenvolvimento econômico mundial força uma necessidade de adequação da indústria de construção civil, por ser este um setor de alta amplitude mercadológica. Seja em busca por alta produtividade em fases de crescimento do setor ou busca por competitividade em períodos de crise, os segmentos industriais que fornecem insumos a este setor devem se adequar para suprir as necessidades do setor construtivo. Entre esses segmentos podem ser citadas as indústrias cimenteira, indústria gesseira, indústria siderúrgica, indústrias do setor polimérico, entre outras. O processo produtivo destes segmentos, em geral, inicia-se com a extração da matéria prima e passar pelo processo de beneficiamento para posterior aplicação na construção civil (KURESKI, 2008).

O desenvolvimento sustentável de cada setor pode ser alcançado quando se controla os seguintes elementos: Redução do uso de recursos naturais, reutilização e a reciclagem, redução de consumo energético e redução da geração de resíduos. Dentre esses segmentos da cadeia produtiva da construção civil, a indústria gesseira é de grande representatividade, principalmente com a evolução dos produtos e novas aplicações construtivas para os produtos à base de gesso. (JOHN; CINCOTTO, 2007)

O gesso vem ganhando bastante espaço nas construções mais modernas devido a sua flexibilidade e facilidade de aplicação. Em geral, o gesso é aplicado de duas formas: Gesso para revestimento e gesso para fundição. A primeira classificação é restrita somente a gesso para revestimento de paredes e tetos de ambientes fechados e secos. Gesso para fundição é utilizado na fabricação de pré-moldados e peças para decoração, tendo como um dos principais produtos, a placa de gesso acartonado (drywall) (ANTUNES, 1999).

O gesso é quimicamente conhecido por sulfato de cálcio hemidratado, na forma de pó, porém seu estado endurecido (dihidratado) também é chamado assim no Brasil, diferindo-se somente a forma, pois o segundo já é o produto conformado.

Em países que a língua é inglesa, o pó hemidratado do sulfato de cálcio é conhecido por “*Gypsum*”. Já a forma dihidratada desse composto é conhecida por “*Plaster of Paris*”.

O método de fabricação de blocos de gesso desenvolvido pelo Laboratório de Ciências dos Materiais (IFSC – USP) garante melhoria na produtividade e na qualidade do produto a ser aplicado na construção civil, podendo chegar a substituir, em alguns casos, componentes mais inviáveis. O método consiste no umedecimento, compactação e secagem do pó hemidratado. Os resultados são blocos de baixa porosidade e alta resistência, quando comparados aos blocos de gesso fundidos por processos convencionais (KANNO, 2009).

1.2. Aspectos ambientais de geração e reaproveitamento de resíduos.

Há algumas décadas, questões ambientais vêm sendo bastante discutidas em todo o mundo. Organizações internacionais, como a ONU, fazem conferências a fim de discutir e planejar metodologias para o gerenciamento de resíduos sólidos, e principalmente os gerados por indústrias.

O tema Desenvolvimento Sustentável é discutido em conferências internacionais, e vários documentos foram elaborados a fim de tratar sobre este assunto, como é o caso da Agenda 21, criada na década de 80 (Agenda 21, 1995).

Os riscos envolvidos na produção, acúmulo e transporte de resíduos industriais são elevados. Com isso, torna-se viável o estudo da disposição desses dejetos como modo de combate a contaminação generalizada (FREIRE, PELEGRINI, et al., 2000).

O problema gerado pelo destino de rejeitos é enfrentado por várias indústrias, que por modificação do processo produtivo ou por não investirem geram acúmulo excessivo (BUTTER, 2003).

1.3. Objetivo

Esse trabalho objetiva estudar uma aplicação para o resíduo gerado pela queima do carvão mineral em indústrias termoelétricas, como coproduto na produção de blocos de gesso, avaliando as propriedades mecânicas, considerando as questões produtivas e ambientais.

Segundo o contexto produtivo industrial citado anteriormente, os objetivos específicos deste trabalho se expressam por:

- Avaliar as propriedades mecânicas do gesso dihidratado produzidos pelo método UCOS realizando ensaios de resistência à compressão, tração na flexão por 3 pontos e dureza, bem como caracterizar o material produzido por métodos convencionais aplicados por pesquisadores de ciência dos materiais.

- Utilizar o resíduo de indústrias termoelétricas para incorporar em blocos de gesso com finalidade de aplicação em construção civil, avaliando a influência desta incorporação nas propriedades mecânicas e microestruturais do produto.

- Correlacionar as características microestruturais com as propriedades mecânicas obtidas nos produtos desenvolvidos neste trabalho, avaliando sua aplicação prática segundo normas brasileiras regulamentadoras.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Gesso

O gesso é um material conhecido há milhares de anos, sendo utilizado pela antiguidade desde o período neolítico. Arqueólogos descobriram que desde 9000 a.C. o gesso era aplicado em recipientes e adereços artísticos. Este material também era bastante utilizado pelos egípcios, em argamassas para pirâmides, tumbas e revestimentos de paredes (KANNO, 2009).

Com a expansão do império romano, a utilização de gesso também foi incorporada pelos processos e produção na França e Península Ibérica. Os processos foram sendo desenvolvidos no período do século V a VIII, em produtos decorativos e revestimentos de paredes na região de Paris, que por sua vasta fonte desta matéria-prima, originou a denominação utilizada até os tempos atuais como “Plaster of Paris”.

A produção de gesso voltou a crescer após vários anos de inercia, também na França com a construção civil e com o surgimento da cultura gótica em outras regiões da Europa. Já no período renascentista, o gesso foi empregado em artigos decorativos, durante o Barroco.

Com o auxílio da pesquisa de cientistas como Lavoisier, Van't Hoff e Le Chatelier, estudos sobre a desidratação da gipsita foram feitos. Com isso, a tecnologia de produção de gesso foi sendo inovada, tornando mais viável sua utilização quanto à qualidade e custos.

2.1.1. Obtenção do gesso

A gipsita é a matéria-prima para a obtenção do gesso. Esta é composta essencialmente por sulfato de cálcio di-hidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), oriundo de fontes naturais ou residuais. O mineral nacional tem elevada pureza, o que melhora a produção do gesso. A gipsita natural é originária de rochas sedimentares chamadas

de evaporitos, com composição de anidrita, calcita, dolomita e impurezas (SUGUIO, 2003) (HINCAPIÉ *et al.*, 1996).

Com a gipsita extraída, processos de tratamento do mineral são feitos para prepará-lo para a utilização em fornos de calcinação. O material passa por processos de britagem, moagem, estocagem e secagem (ANTUNES, 1999).

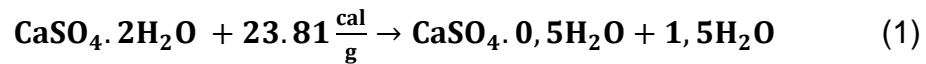
Abaixo a tabela com propriedades físicas da gipsita.

Tabela 1 – Propriedades físicas da gipsita.

Propriedades	Características
Cor	Variável, podendo ser incolor, branca, cinza e outras (dependendo das impurezas).
Brilho	Vítreo, nacarado ou sedoso
Dureza (Escala de Mohs)	2
Densidade	2,3 g/cm ³
Hábito	Prismático
Clivagem	Em quatro direções
Morfologia e tamanho dos cristais	Varia de acordo com as condições e ambientes de formação

(DANA, 1976) *apud* (BALTAR; BASTOS; LUZ, 2008)

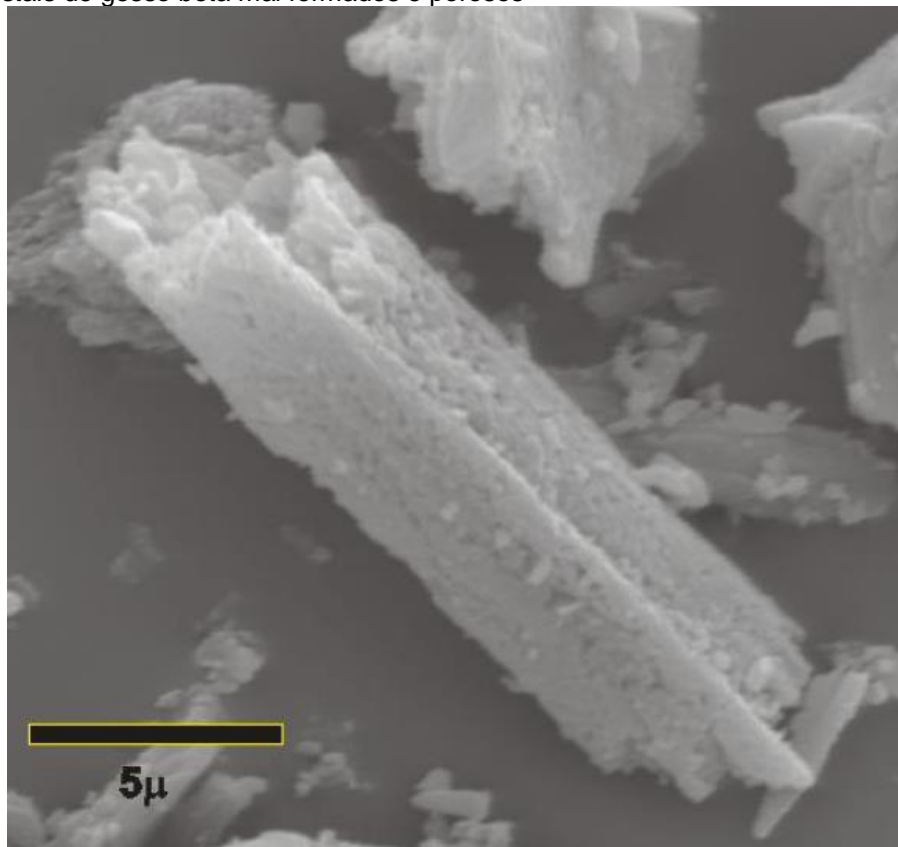
O gesso é produzido pela calcinação da gipsita, que é desidratada por esse processamento térmico. O produto do tratamento deste mineral é levado a fornos que operam na faixa de 140° a 160° C para obter o hemidrato, cuja fórmula química é $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$. A reação ocorre conforme a Equação 1. Em faixas de 160° a 200° C é produzida a Anidrita III ($\text{CaSO}_4 \cdot \epsilon\text{H}_2\text{O}$). Esta fase contém água em teor menor, porém é bastante instável, podendo absorver umidade do ar e se tornar hemidrato. Em temperaturas entre 250° e 800° C, obtém-se a Anidrita II (CaSO_4), onde a velocidade de hidratação é lenta. Acima de 800° C temos a produção de Anidrita I (SANTOS, 1998).



A anidrita é a forma desidratada do sulfato de cálcio. Possui estrutura ortorrômbica, densidade de 2,97 g/cm³, dureza 3,5 na escala de Mohs possui relação CaO/SO₃ aproximada de 0,7 (JOHN; CINCOTTO, 2007).

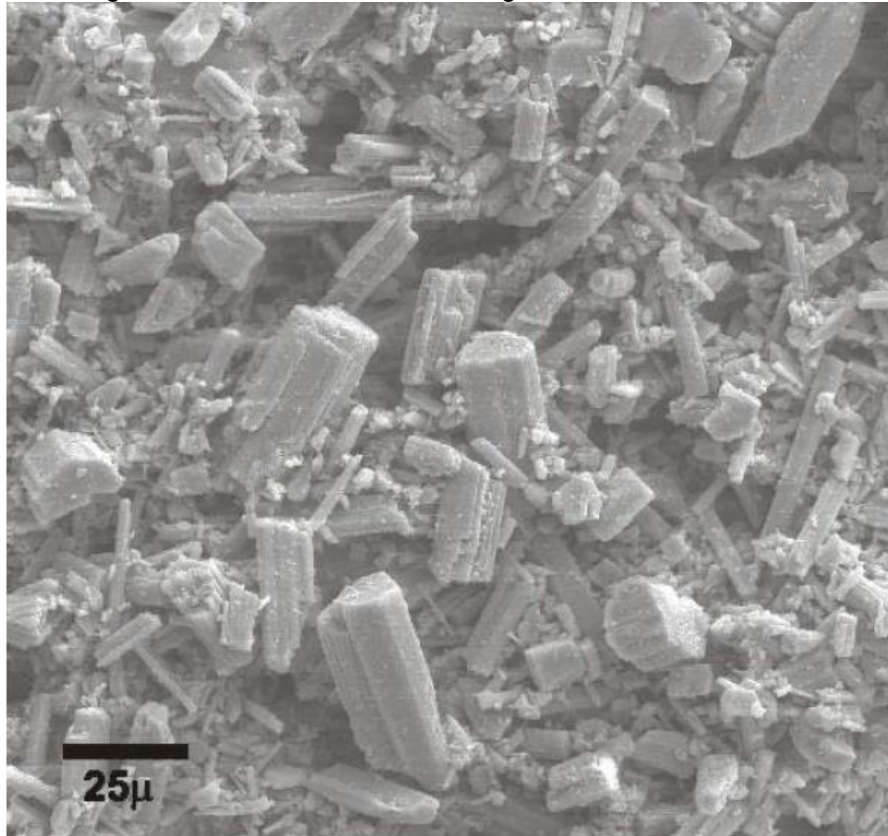
Contudo, o processamento pode variar a qualidade dos cristais do hemidrato. Cristais mal formados e porosos e heterogêneos são chamados de gesso beta (Figura 1), já os cristais maiores e de formação mais homogênea são originados de processamentos em autoclave sob pressão e são chamados de gesso alfa, conforme a Figura 2 (BALTAR; BASTOS; LUZ, 2005).

Figura 1- Cristais de gesso beta mal formados e porosos



Fonte: (KANNO, 2009)

Figura 2 – Cristais de gesso alfa bem formados e homogêneos



Fonte: (KANNO, 2009)

A granulometria fina e a porosidade do gesso beta proporcionam maior área superficial, ou seja, água em excesso para sua conformação. Este excesso por sua vez torna o material produzido mais poroso, e por isso apresentando menor resistência mecânica. Outro fenômeno ocorrente é a absorção rápida devido à elevada área superficial, que provoca crescimento rápido e desordenado de cristais de dihidrato. Essa desordem influencia negativamente na resistência mecânica. No gesso alfa, o efeito é inverso, pois a quantidade de água é menor, o crescimento é ordenado, e mais lento. Com isso, o material produzido é menos poroso e com maior resistência mecânica (KANNO, 2009).

Para a produção dos produtos a partir do gesso, este precisa ser novamente hidratado. Então o hemidrato, em contato com água, dissolve-se e forma uma solução supersaturada de íons Ca^{2+} e SO_4^{2-} . Como produto desta reação, o gesso retorna à condição dihidratado e libera calor, como se pode ver na equação abaixo (CANUT, 2006).



2.1.2. Hidratação do gesso

No processo de endurecimento da pasta formada na solução de gesso calcinado e água, o crescimento dos cristais de di-hidratados se dá em forma de agulhas entrelaçadas. Como isso, a pasta ganha resistência mecânica, que pode variar conforme ocorre esta reação (HINCAPIÉ; CINCOTTO, 1997).

O processo de hidratação dá início no momento em que o gesso hemidratado entra em contato com a água. Quando a água adicionada é suficiente, rapidamente o gesso forma uma pasta homogênea, que ganha plasticidade e gradualmente vai se solidificando. A partir disso o material endurece e adquire resistência mecânica.

A literatura antiga mostra duas teorias para explicar a hidratação do gesso: Teoria da cristalização e teoria coloidal.

A mais antiga delas, teoria da cristalização, foi desenvolvida por Lavoisier (1798) e Le Chatelier (1877). Ambos consideravam que a cristalização da gipsita ocorria por meio de solução saturada de hemidratos. O processo era descrito por 3 etapas: Etapa química de hidratação, etapa física de cristalização e etapa mecânica de endurecimento (HANSEN, 1930).

No início do século XX, pesquisadores questionaram a teoria da cristalização alegando que o ganho de consistência da massa no início do processo de hidratação não se tratava de um fenômeno químico de cristalização, mas de um fenômeno coloidal. Com isso, originou-se a teoria coloidal.

Atestando que a hidratação se dava por meio do fenômeno coloidal, foi colocado que a pasta de gesso adquire consistência inicial antes do ganho de temperatura. Como a elevação da temperatura caracteriza a formação de cristais dihidratados devido à sua reação de formação exotérmica, foi proposto por essa teoria que existe uma etapa de formação coloidal antes da formação dos cristais (HANSEN, 1930).

Segundo a teoria coloidal, tem-se as etapas de dissolução dos compostos moleculares do hemidrato, formação de gel e cristalização. Na etapa de hidratação, componentes do gesso hemidratado são dissolvidos na solução e logo começam a reagir, formando um estado coloidal (forma de gel). Este fenômeno corresponde ao início de pega. A etapa em que o gesso ganha resistência mecânica se dá devido os géis se transformam em cristais. Nesta etapa se caracteriza a cristalização do processo (SNIP, 1982 apud PINHEIRO, 2011).

Atualmente, a teoria da cristalização comumente aceita pelos pesquisadores, consiste em 4 etapas:

- (1) Dissolução: O hemidrato passa pelo processo de dissolução e forma um sistema iônico saturado de íons Ca^{2+} e SO_4^{2-} . Ao chegar à saturação da solução, ocorre a formação dos hidratos primários, que são pequenos cristais de gesso dihidratado poucos estáveis e de baixa solubilidade.
- (2) Indução: Os pequenos cristais que se estabilizam dão origem aos núcleos de crescimento. Estes são chamados de germes de nucleação.
- (3) Crescimento dos núcleos de cristalização: nesta fase, os íons da solução supersaturada vão se depositando sobre os núcleos, fazendo o crescimento dos cristais em forma de colunas alongadas, que se entrelaçam. Esta etapa ocorre com liberação de calor devido à reação ser bastante exotérmica.
- (4) Redução das reações: Nesta etapa, a velocidade de reação é diminuída devido a redução gradativa de concentração dos constituintes do gesso.

2.1.3. Propriedades no estado endurecido

As características microestruturais, em especial a porosidade e a forma de entrelaçamento dos cristais de gesso hidratado influenciam nas propriedades físicas e mecânicas, quando no estado endurecido.

Além disto, a resistência do material formado pode ser afetada pelo tamanho e forma dos cristais, força de ligação entre estes, impurezas presentes que podem favorecer a formação de cristais mais duros e a porosidade da estrutura devido ao excesso da água (LEWRY; WILLIAMSON, 1994)

A evaporação do excesso da água não utilizada na hidratação do hemidrito para formação da massa é a responsável pela porosidade do produto endurecido. Para aplicações de pastas de gesso, a relação água/gesso (a/g) deve ser maior que 0,5, para garantir boa trabalhabilidade. Porém, a água necessária para hidratar o pó é obtida em uma razão de 0,186 (a/g), e com isso há diminuição da resistência mecânica (JOHN; CINCOTTO, 2007).

2.1.3.1. Resistência Mecânica

Como dito, a relação a/g influencia na resistência mecânica, de modo que, quanto maior, menor esta propriedade. Porém, outros fatores também estão associados a esta resistência. São esses:

- Idade do produto – o tempo aumenta a resistência mecânica, podendo chegar ao seu ápice no período de 14 a 28 dias.
- Condições ambientais – a umidade do ar influencia na resistência do produto, podendo reduzir em até a metade da sua magnitude.
- Condições de uso do material – o gesso tem capacidade de absorver umidade, logo dependendo das condições de uso, este pode perder na propriedade em questão (JOHN; CINCOTTO, 2007).

2.1.3.2. Demais propriedades

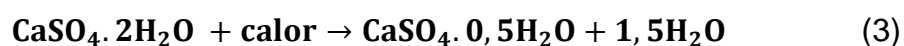
No estado endurecido, o gesso possui outras características que marcam suas propriedades. Dentre essas, a absorção acústica é uma bastante relevante, pois o torna viável para aplicações em insonorizar locais (CANUT, 2006)

O isolamento acústico depende da sua capacidade de isolar, absorver, ou descontinuar a transmissão das ondas sonoras. A porosidade tem papel importante, por aumentar as descontinuidades e dissipar energia pelo atrito gerado na passagem da onda sonora. Com isso, quanto mais poroso o produto endurecido, melhor sua capacidade de absorção acústica (SILVA; SILVA, 2004).

Outras propriedades que tiveram influência histórica na utilização do gesso foram o isolamento térmico e a resistência ao fogo. Ao haver um grande incêndio em Londres, devido às construções produzidas em madeira, o rei da França Luis XIV decretou uma lei pela qual as construções deveriam ser revestidas em gesso, por causa da sua capacidade de suportar o fogo (KANNO, 2009).

A condutibilidade térmica do gesso é cerca de 0,3 kcal/m².h.°C, sendo mais baixa que a de outros materiais de construção (PETRUCCI, 1992 apud CANUT, 2006).

O bom desempenho do gesso contra o fogo se dá pelo fato de ser um material mineral não combustível, e segundo muitos autores, dispensa demais verificações de reação ao fogo (SILVA; SILVA, 2004). Outra questão é que o gesso endurecido passa por duas reações (Equações 3 e 4) de calcinação na presença de calor, semelhantes ao processamento de obtenção do gesso em pó. As reações são endotérmicas e liberam água. As moléculas de água servem para retardar o aquecimento gerado em um incêndio em conjunto com a absorção de calor das reações. Esta é chamada de água de cristalização e representa cerca de 20% do seu peso (BELMILOUDI; MEUR, 2005).

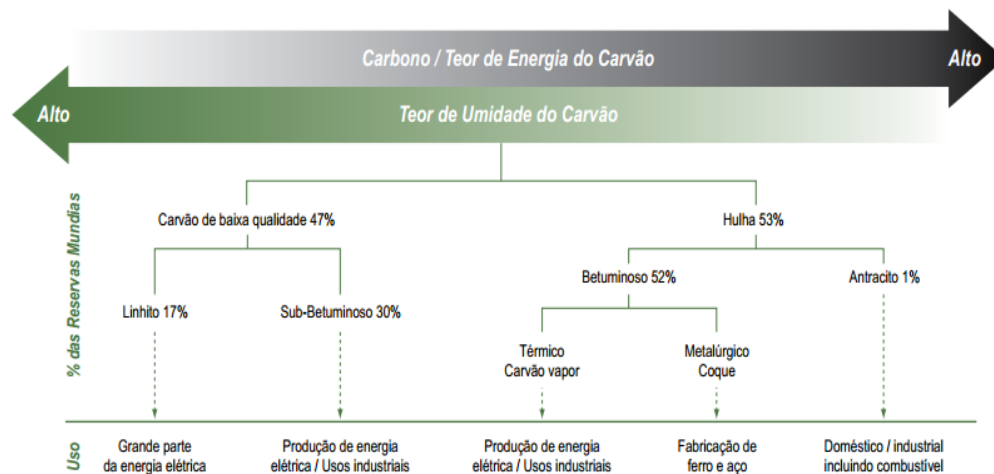


2.2. PCC (Produto da Combustão do Carvão)

O carvão mineral é um combustível de origem fóssil natural, oriundo de material vegetal soterrado há milhões de anos, com ação de altas pressões, alta temperatura e biológica. Esses efeitos fazem a destilação da matéria, produzindo os chamados lignitos, e como há locais com intensidades dos efeitos e tempos distintos, resultou em diferentes classificações de carvão. Esses podem ser classificados como: turfa, lignito, sub-betuminoso, betuminoso e antracito (RIBEIRO; PINTO; STARLING, 2002).

A figura abaixo mostra os tipos de carvão, suas aplicações e uma relação da qualidade com a umidade do carvão, bem como as frações de cada classe nas reservas mundiais.

Figura 3 – Tipos de carvão, reservas e usos.



Fonte: (WORLD COAL, 2006)

O carvão mineral é constituído de carbono, hidrogênio, enxofre, nitrogênio, oxigênio e elementos halogênicos. O carbono é o principal elemento químico e o de maior teor, sendo determinante para o grau de carbonificação do carvão (TEIXEIRA, 2013).

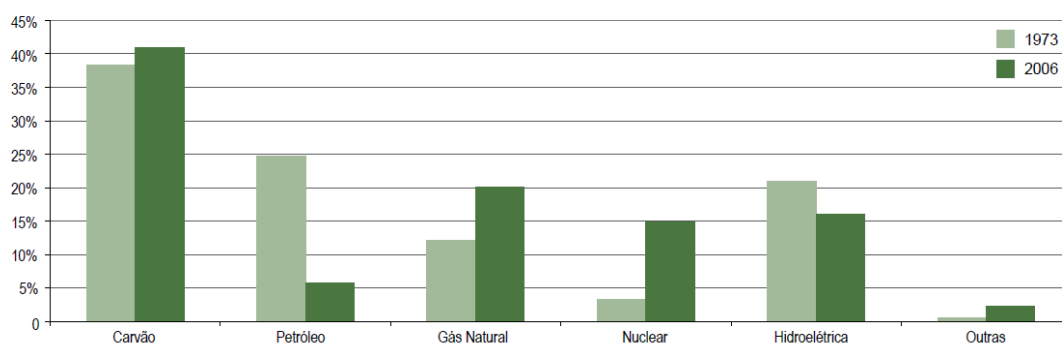
Figura 4 – Carvão mineral estocado em pátio



Fonte: **(ABCM)**

Segundo a International Energy Agency (IEA), a geração de energia elétrica a partir do carvão mineral, até 2006, foi a mais utilizada em comparação a outras fontes energéticas, chegando a cerca de 40% da produção mundial. O gráfico descrito na Figura 5 mostra a participação mundial das fontes energéticas. Ao se tratar de fonte energética no geral, incluindo outros usos além da energia elétrica, a participação do carvão é de 26%. A IEA também prevê que esta fonte continuará em ápice nos próximos 30 anos (ANEEL, 2008).

Figura 5 – Gráfico de participação dos tipos de combustíveis



Fonte: **(ANEEL, 2008)**

Apesar de ser bastante viável a produção de energia elétrica pela queima do carvão, a utilização deste causa alguns impactos em nível socioambiental, como a degradação da jazida, a emissão excessiva de CO₂ no processo de combustão e

os resíduos gerados. Portanto, sendo muito utilizado por vários anos, o acúmulo de resíduos será crescente, gerando um problema ambiental emergente.

2.2.1. Produção do PCC

Após a obtenção do carvão mineral, este passa por um processamento para reduzir as impurezas. Estas podem ser argilas, arenitos e semelhantes, chamados de resíduos de lavras. Estes se posicionam entre o minério desejado e compõem uma porção significativa.

O carvão processado é moído e levado à caldeira, onde experimenta várias zonas de temperaturas. Os materiais voláteis e o carbono são queimados, enquanto que as impurezas são fundidas e solidificadas rapidamente na forma de aglomerados vítreos. Esses aglomerados são chamados de cinzas pesadas e são retiradas por meio de esteiras rolantes. Os resíduos transportados pelos gases são chamados de cinzas volantes ou leves, e são captadas por sistemas de despoejamento e tratadas posteriormente (LENZI, 2001 *apud* MARGON, 2002).

Os benefícios gerados ao utilizar os PCC's em aplicações civis são consideráveis. Muitos impactos podem ser evitados, como a diminuição das áreas destinadas a aterros, minimização da participação do recurso mineral principal, redução da emissão de CO², redução nos custos dos produtos gerados e da produção de energia elétrica (TEIXEIRA, 2013).

As cinzas geradas podem ser classificadas como material pozolânico, que segundo a NBR 12653 (1992), materiais pozolânicos são classificados como: “materiais silicosos ou silicoaluminosos que, por si sós, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes”.

O efeito característico de uma pozolana é o fato de formar compostos estáveis e com poder aglomerante, pela ligação com o hidróxido de cálcio (silicatos e aluminatos de cálcio hidratados). A precipitação do silicato de cálcio hidratado (C-

S-H) ocorre com a dissolução da pozolana em meio alcalino com íons de Ca^{2+} em solução (JOHN, 2003).

2.3. Prensagem de sólidos.

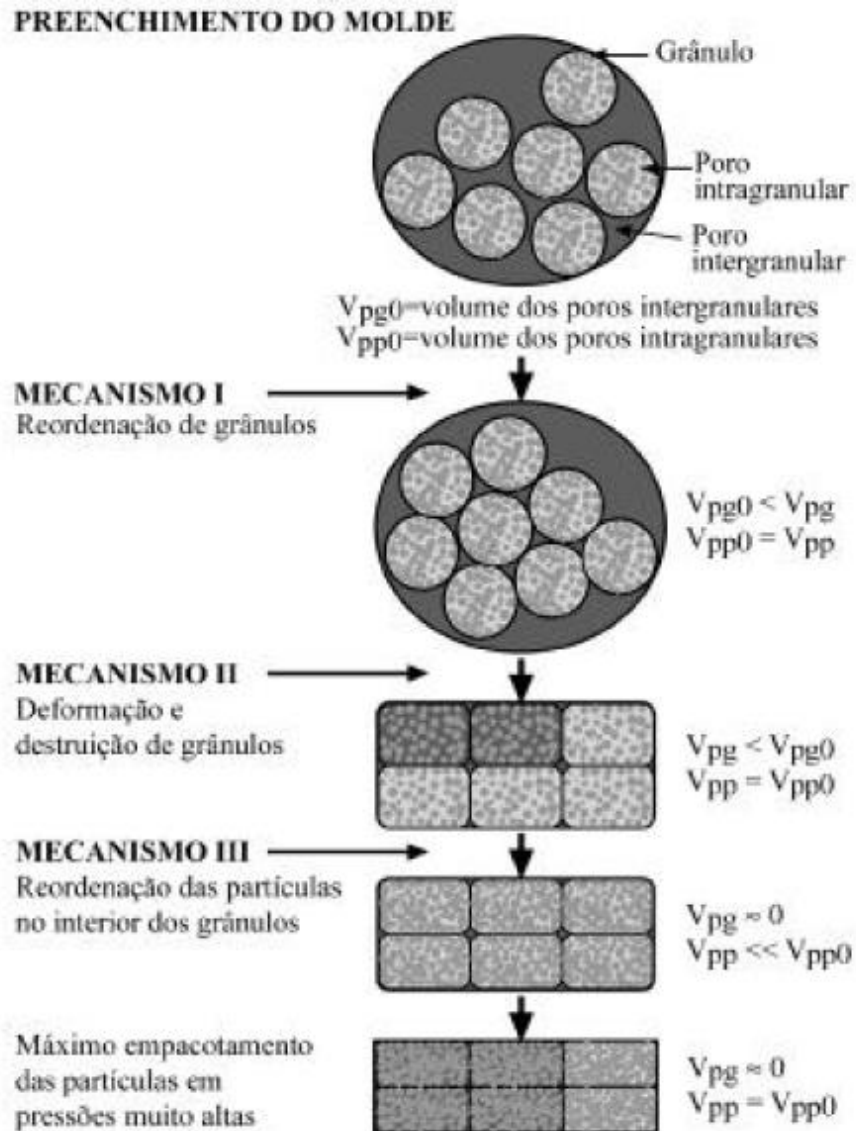
A prensagem é uma operação que consiste em aplicar carga em uma massa de material em molde rígido ou flexível, com a finalidade de obter uma peça compacta a partir de um pó ou pasta. Ocorre com o preenchimento da cavidade do molde, aplicação da carga e desmoldagem da peça (AMORÓS ALBERO, 2000a).

Este processo é um dos mais utilizados na indústria cerâmica em relação a outros de conformação, como a extrusão, por possuir elevada produtividade, automatização básica e possibilidade de produção de diversas formas e tamanhos de peças (AMORÓS ALBERO, 2000a).

Durante a prensagem, o atrito entre partículas/partículas e entre molde/partículas impedem que a pressão seja transmitida de forma uniforme em todas as regiões da peça. Com isso, pode haver heterogeneidade de propriedades durante as peças, com variação da densidade, resistência mecânica e outros (AVELAR, 2012).

Segundo AMORÓS ALBERO, (2000b) a diminuição de volume de volume dos poros durante a compactação se dá por meio de três mecanismos: (1) Redução do volume e tamanho dos poros pelo deslocamento e reorganização dos grânulos. (2) Redução dos espaços intergranulares por deformação plástica e/ou destruição dos grânulos, sendo dependente das propriedades mecânicas (dureza, resistência mecânica). (3) Minimização de volume e tamanho dos poros intragranulares pelo deslizamento e reordenação das partículas. Os mecanismos são esquematizados na Figura 6.

Figura 6 – Esquema de compactação dos grânulos



Fonte: (AMORÓS ALBERO, 2000b)

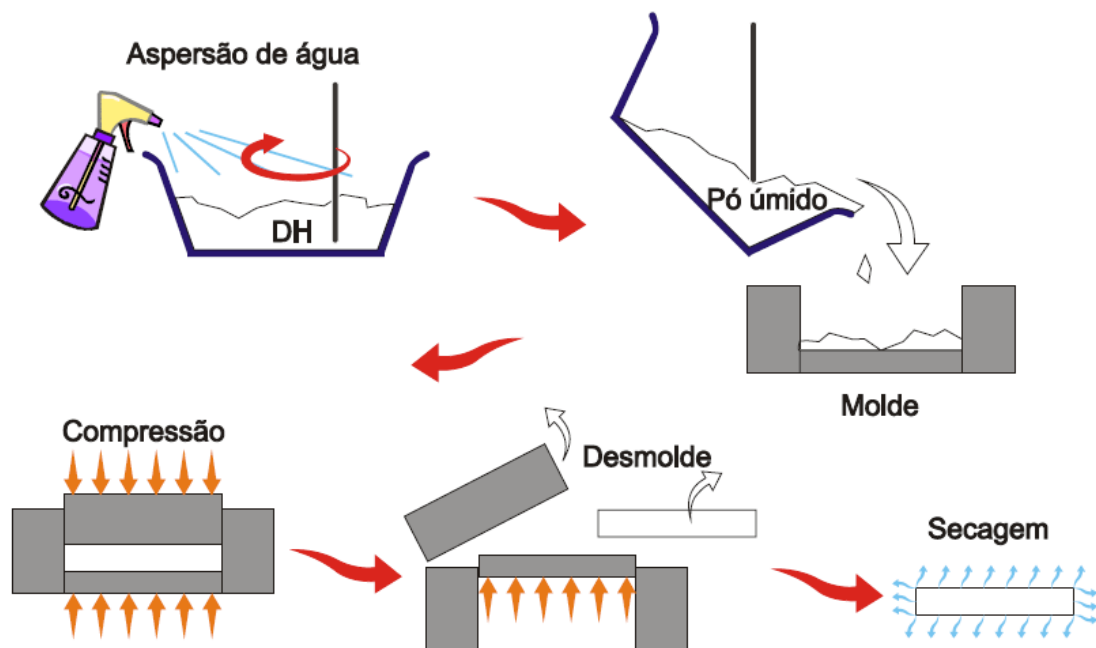
Dois métodos de prensagem foram propostos por KANNO (2009), com algumas diferenças nas etapas. Esses são chamados de: Método de Empacotamento Direto de Dihidratado (EDD) e Método de Umedecimento Compactação e Secagem (UCOS).

O primeiro (EDD) consiste em compactar o pó dihidratado levemente umedecido, onde a água tem função lubrificante, ajudando no empacotamento das partículas do gesso e adesão entre elas. O processo de compactação depende essencialmente da distribuição do tamanho de grão, pressão uniaxial aplicada e quantidade de lubrificante (RUBIO-AVALOS, MANZANO-RAMÍREZ, et al., 2005

apud KANNO, 2009). A Figura 7 esquematiza os passos elaborados neste método, sendo estes descritos a seguir:

- (1) – Seleção do pó de dihidratado a ser empacotado, conforme distribuição de tamanho de grão.
- (2) – Umidificação do pó com determinada relação de água/gesso (a/g).
- (3) – Compactação do pó umedecido à pressão uniaxial entre 50 e 200 MPa, em molde de aço.
- (4) – Desmolde da peça formada.
- (5) – Secagem a aproximadamente 50 °C com finalidade de retirada de água em excesso acumulada nos poros da peça.

Figura 7 – Esquema de compactação pelo método EDD.

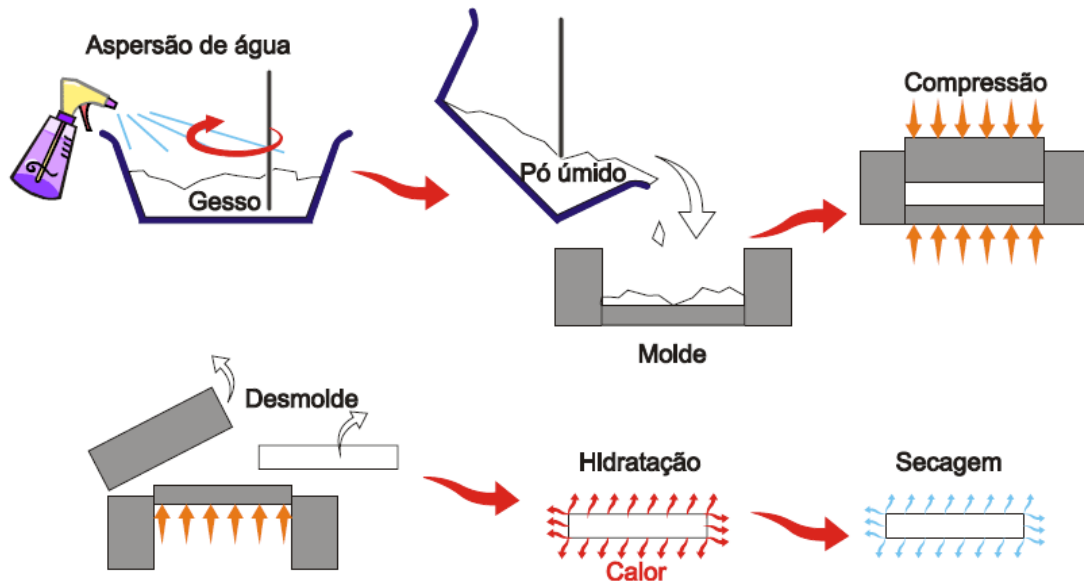


Fonte: (KANNO, 2009)

Um segundo método é o chamado UCOS, que tem características diferentes do método anterior. Este utiliza o pó na forma de gesso hemihidratado com água aspergida em uma fração próxima a 0,2 (a/g). Com essa relação, chega-se ao valor aproximado para hidratação do pó de gesso. Este é submetido a

pressões de 10 MPa para a prensagem e formação da peça. Após a aplicação da carga a peça é desmoldada diretamente, e então a reação de hidratação inicia. Nesta parte a temperatura aumenta devido à reação. O excesso de água que não participa da reação serve para adesão dos grãos compactados (KANNO, 2009).

Figura 8 - Esquema de compactação pelo método UCOS.



Fonte: (KANNO, 2009)

2.4. Influência da relação água/gesso

Como visto anteriormente, a relação água/gesso (a/g) é determinante nas propriedades mecânicas do produto formado. Por se tratar de um fator de grande importância, alguns estudos foram realizados visando otimizar a qualidade da peça. Dentre estes, HASELEIN, CALEGARI, et al., (2002), estudou o efeito da água na produção das peças por prensagem. No caso, este utilizou dois níveis de a/g (0,4 e 0,8) e verificou que o menor nível gerou resultados mais satisfatórios.

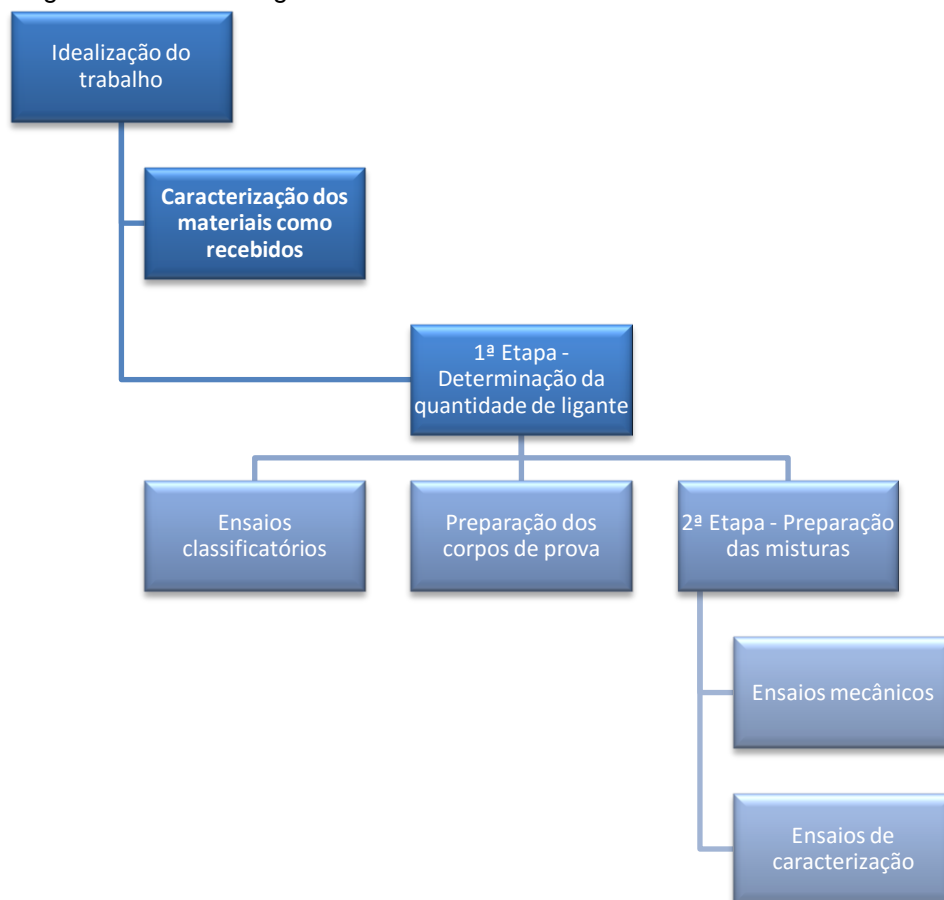
Medidas foram tomadas baseadas nesses estudos para avaliar ainda mais a diminuição da participação da água na peça produzida. Então, com a utilização de 20% de água, sendo aproximadamente o ideal para hidratação, produziu-se um material menos poroso e mais compacto.

Um efeito verificado por KANNO (2009) é a variação da resistência mecânica com a variação da secagem do material. Os corpos de prova depois de prensados foram secos gradativamente, pesados e testados. Com isso, foi visto que quanto mais há perda de água durante a secagem, maior a resistência à flexão.

3. Materiais e Métodos

Metodologicamente, este trabalho foi dividido em duas etapas, onde a primeira determina a quantidade de ligante (a/g) mediante alguns ensaios classificatórios, e na segunda etapa foram avaliadas as propriedades mecânicas dos corpos de prova com adição do resíduo.

Figura 9 – Fluxograma de metodologia do trabalho



Fonte: Elaborado pelo autor

3.1. Caracterização das matérias primas

Os materiais analisados nessa etapa foram os consumíveis utilizados na produção dos corpos de prova. Estes foram analisados na forma de pó finamente disperso e são reativos na presença de água. Foram utilizados nesta caracterização os ensaios de: Fluorescência de raios-X, difração de raios-X e espectroscopia de absorção no infravermelho.

3.1.1. Ensaio de fluorescência de raios-X

Este método realiza uma análise química no material de forma não destrutiva baseado na emissão de raios-X característicos de cada elemento químico quando excitado por raios-X provenientes dos componentes da máquina de realização dos ensaios. Essa energia é coletada e então a informação da composição química do material é fornecida.

Amostras das matérias-primas foram submetidas à análise química por meio desta técnica no Laboratório de Raios-X, da Universidade Federal do Ceará. O equipamento utilizado foi o Rigaku, modelo ZSX Mini II (Figura 10), operando em 40 kV x 1,2 mA, através de tubo com alvo de paládio (Pd).

Figura 10 – Espectrômetro Rigaku ZSX Mini II



Fonte: Elaborado pelo autor

3.1.2. Ensaio de difração de raios-X

A difração de raios-X é largamente utilizada em materiais cerâmicos. Esta técnica é de execução rápida e não destrutiva. Deve ser aplicado em materiais cristalinos por se tratar de uma difração entre planos cristalográficos. Assim, a maioria das cerâmicas pode ser ensaiada por este método.

Os ensaios foram feitos em difratômetro da Rigaku de modelo DMAXB, com utilização de parâmetros em fonte de radiação de $K\alpha_{1\alpha 2}$ de cobre (Cu), comprimento de onda (λ) igual a 1,54056 Å a 40KV e 25 mA. Será utilizada uma velocidade de varredura de 0.5°/minuto em intervalo de 15° a 65° (2 θ) com passo de

0,02°. O equipamento pertence ao laboratório de raios-X do departamento de física da Universidade Federal do Ceará (UFC).

Figura 11 – Difratorômetro Rigaki DMAXB



Fonte: Elaborado pelo autor

3.1.3. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Foi realizado o método de análise de absorção de espectro infravermelho, com a finalidade de analisar os compostos formados nos corpos de prova, a fim de avaliar possíveis relações entre as variantes estudadas. O material utilizado neste ensaio foi retirado dos corpos de prova prensados e macerados, visando obter um pó. O equipamento utilizado foi o Nicolet IS5 da Thermo Scientific (Figura 12) do laboratório de análises químicas do Instituto SENAI de Tecnologia do estado do Ceará.

Figura 12 – Equipamento de infravermelho



Fonte: Elaborado pelo autor

A espectroscopia no infravermelho é um método de avaliação dos grupamentos funcionais dos materiais. Esta técnica é baseada na medida do comprimento de onda absorvido por vibrações de grupos moleculares quando submetidos à radiação por infravermelho. As moléculas, para serem identificadas, precisam que os momentos dipolares reajam com a passagem da radiação e sofram variação com a vibração.

3.2. 1ª Etapa – Determinação da relação a/g

Nessa etapa, foram realizados ensaios de classificação cujo objetivo principal é identificar qual a razão a/g ideal para a produção dos corpos de prova com os parâmetros de prensagem utilizados. Em paralelo, os corpos de prova também foram caracterizados por DRX e Espectroscopia de Absorção no Infravermelho (FTIR), visando analisar as variáveis aplicadas. Com isso, a elaboração das condições visa gerar um material que atenda as normas exigentes e que proporcione boas propriedades mecânicas e bom reaproveitamento de resíduos.

3.2.1. Preparação dos corpos de prova

Ao pensar em produtividade para aplicação industrial, foi escolhido o método de prensagem do gesso hidratado tipo UCOS, que utiliza menor pressão na compactação e não necessita de secagem em estufa quando comparado ao método EDD. Outro fator determinante para esta escolha foi a disponibilidade de gesso hemihidratado no mercado. Como visto em trabalhos anteriores, como o elaborado por KANNO em 2009, os métodos não apresentaram diferenças nas propriedades mecânicas entre eles.

Assim, o pó de gesso foi misturado com água de modo a obter condições variadas de a/g. Com isso, foram confeccionados corpos de prova para serem ensaiados e avaliados posteriormente com somente gesso e água. Os parâmetros estão descritos na Tabela 2, bem como a nomenclatura utilizada para cada condição.

A nomenclatura utilizada para facilitar o entendimento da metodologia do trabalho segue a seguinte lógica:

CXXYY

Onde,

- XX é correspondente à fração de PCC na massa produzida. Ex: C05-YY contém 5% de PCC em gesso.

- YY é a porcentagem de ligante adicionado à massa, ou seja, está diretamente ligado com a relação a/g. Ex: 120 g de CXX – 20 contém 100g de massa e 20g de água, o que nos dá uma relação a/g de 0,2.

A tabela abaixo descreve os exemplos de massa dos produtos utilizados para a confecção das condições em barras para esta etapa.

Tabela 2 – Parâmetros de produção dos corpos de prova para determinação da relação a/g

Nomeclatura	Gesso (g)	PCC (g)	Água (g)
C0010	60	-	6
C0020	60	-	12
C0030	60	-	18
C0040	60	-	24
C0050	60	-	30

Fonte: Elaborado pelo autor

Os corpos de prova foram confeccionados em molde de aço (Figura 14) para ensaios de compressão e dureza de modo a formar um corpo de prova semelhante a um cubo com dimensões da base de (33 x 39 mm). Para os ensaios de flexão em 3 pontos, análise de MEV, raios-X e infravermelho, os corpos de prova foram produzidos em molde prismático (Figura 15) de base retangular de dimensões (116 x 25 mm). A Figura 16 mostra o aspecto físico das matérias utilizadas e a Figura 17 mostra exemplos de corpos de prova produzidos.

Figura 13 – Molde para produção dos corpos de prova



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 14 – Molde prismático para produção dos corpos de prova



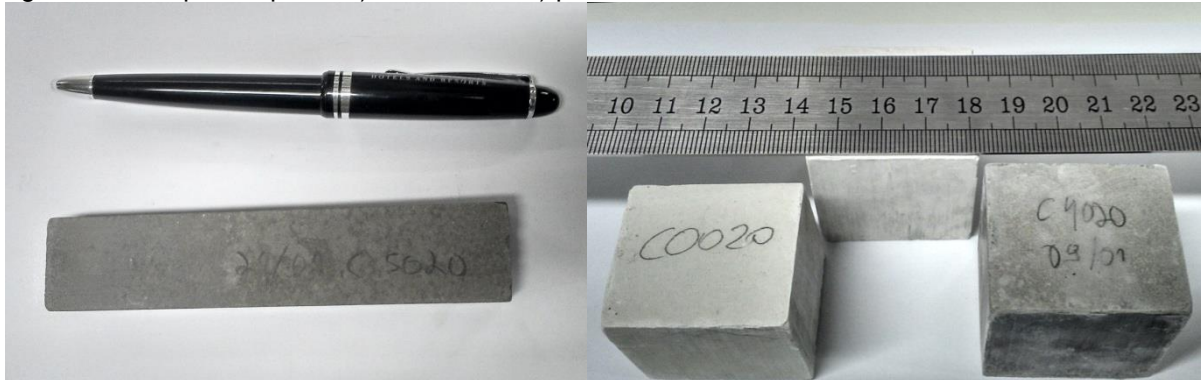
Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 15 – Aspecto físico do a) gesso e b) PCC



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 16 – Corpos de prova a) cilíndricos e b) prismáticos



Fonte: Elaborado pelo autor

Para ambos os moldes foi utilizada uma prensa hidráulica de bancada com capacidade de 15 ton. A força foi escolhida baseada na área da seção transversal à aplicação, dependente de cada molde, de modo que a pressão exercida fosse 10 MPa. A figura a seguir mostra a prensa utilizada durante a prensagem dos corpos de prova.

Figura 17 – Prensa hidráulica de 15 ton.



Fonte: Elaborado pelo autor

3.2.2. Ensaio classificatórios

Os ensaios escolhidos para classificar o melhor nível de a/g foram baseados nas principais propriedades que são exigidas na NBR 13207 (1994) para gesso de construção civil. Para isto foram feitos ensaios de compressão e dureza para classificar as condições produzidas. Estes ensaios serão descritos detalhadamente nos tópicos 3.3.1 e 3.3.3 abaixo. Também foi utilizado o método de flexão por 3 pontos, descrito no tópico 3.3.2.

3.3. 2ª Etapa – Preparação das misturas

Nesta etapa, os resultados obtidos até então foram analisados e selecionados como tomada de decisão para a continuidade do estudo. Com a determinação da melhor razão a/g, foram desenvolvidas, então, variáveis de controle baseadas na substituição de parte da massa de gesso por PCC, com a finalidade de investigar as propriedades e sua aplicabilidade industrial.

Sabendo-se, ao final da primeira etapa, que a relação a/g escolhida foi de 0,2, nesta nova etapa variou-se a porcentagem de PCC na mistura. Foram estudados 5 níveis de porcentagens, onde a Tabela 3 mostra a nomenclatura e exemplos das massas utilizadas na produção dos corpos de prova.

Tabela 3 – Parâmetros de produção dos corpos de prova com a incorporação de PCC

Condições	Gesso (g)	PCC (g)	Água (g)
C1020	73	7	16
C2020	64	16	16
C3020	56	24	16
C4020	48	32	16
C5020	40	40	16

Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.1. Ensaio de compressão

Foram escolhidos 3 corpos de prova de cada condição para garantir confiabilidade no resultado, conforme é exigido na norma NBR 12129. As amostras foram ensaiadas em máquina universal da marca Arotec e modelo WDW 300E com capacidade de 30 toneladas do Laboratório de Materiais do Instituto Federal do Ceará. Os resultados obtidos em MPa foram avaliados e comparados em função das variáveis propostas. A velocidade de avanço utilizada foi de 2 mm/min. Com a inserção das dimensões do corpo de prova no software, obtive-se diretamente o valor da tensão máxima suportada.

Figura 18 - Máquina de ensaios universais AROTEC WDW 300E.



Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.2. Ensaio de flexão em 3 pontos

Este ensaio consiste em medir a tensão máxima a tração do material, será feito o ensaio de flexão em 3 pontos para medição indireta. Foram ensaiadas 3 barras produzidas sob as condições determinadas na máquina de ensaios universais

EMIC DL2000 do laboratório de análises químicas do Instituto SENAI de Tecnologia do estado do Ceará com capacidade de 2 ton, com velocidade de carregamento de 2 mm/min. Foram avaliados os resultados e comparados entre as diversas condições.

Figura 19 – Máquina de ensaios universais EMIC DL2000



Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.3. Ensaio de dureza

Os ensaios de dureza foram realizados conforme a norma NBR 12129 (1991), para determinação dos níveis de dureza entre as condições produzidas. Consiste em fazer penetrar uma esfera de diâmetro de $10 \pm 0,5$ mm no corpo de prova, inicialmente com 50 N por 2 segundos e logo após aumentar para 500 N por 15 segundos. O cálculo é feito medindo a profundidade da impressão e a dureza é calculada segundo a equação:

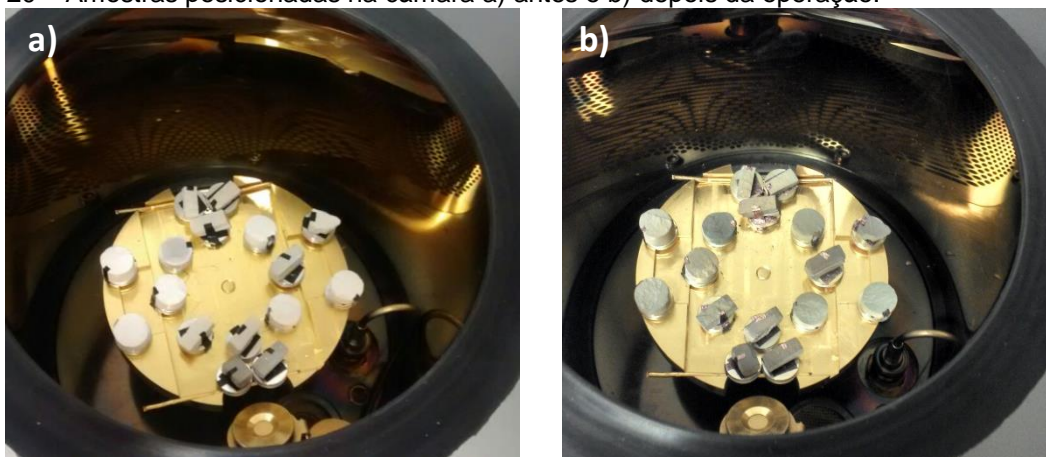
$$D = \frac{F}{\pi \cdot \phi \cdot t} \quad [5]$$

3.3.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Nessa etapa, os corpos de prova foram avaliados pelo método de microscopia eletrônica de varredura, para visualização dos cristais formados, bem como suas morfologias, nível de porosidade e presença de defeitos. Outras características foram avaliadas, como o aspecto da trinca após a peça ser ensaiada, para identificar como se deu a falha.

Para a realização deste ensaio, as amostras passaram pelo tratamento de preparação chamado de metalização. Este consistiu em depositar uma camada de ouro de 20 nm na superfície das amostras a serem analisadas. O método utilizado para a deposição foi o *sputtering* onde aplicasse descarga elétrica em um alvo de ouro de modo a formar plasma com átomos e íons de gás inerte, com isso projeta átomos de ouro para a superfície das peças. A Figura 20 mostra as amostras posicionadas dentro da metalizadora antes e depois do procedimento. O equipamento utilizado foi o Quorum Q150T ES da EMITECH e é demonstrado na Figura 22.

Figura 20 – Amostras posicionadas na câmara a) antes e b) depois da operação.



Fonte: Elaborado pelo autor

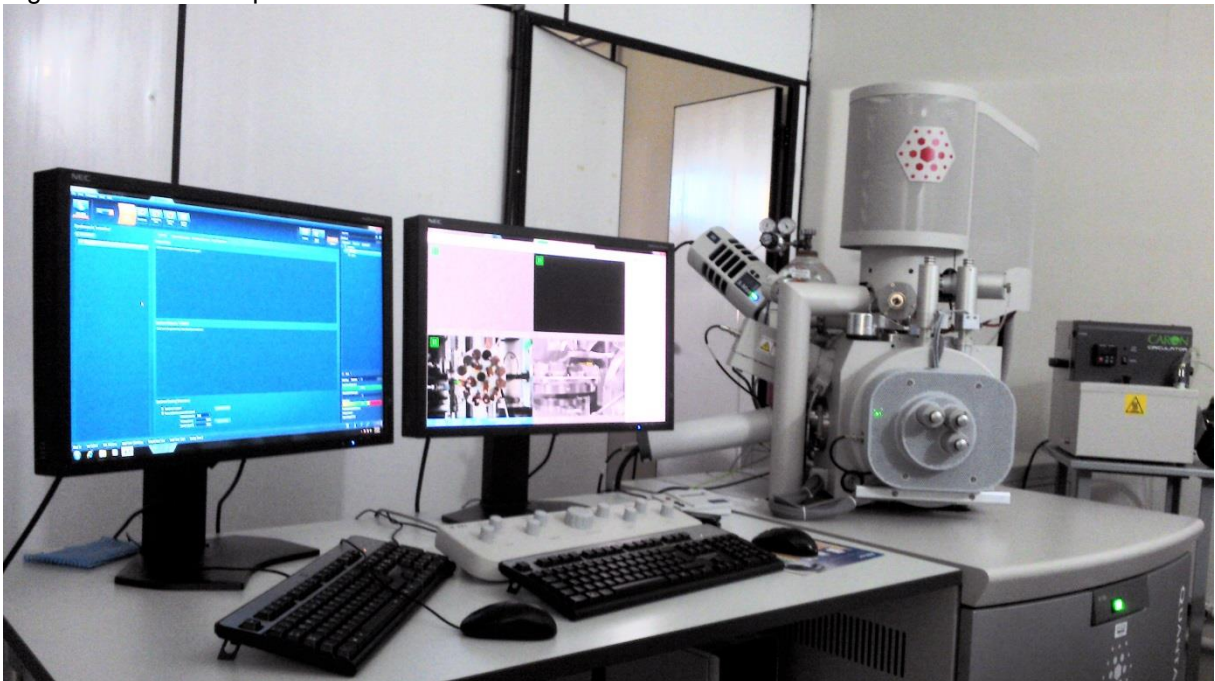
Figura 21 – Metalizadora para recobrimento em ouro.



Fonte: Elaborado pelo autor

As amostras preparadas foram levadas para o microscópio eletrônico de varredura (Figura 22) da Central Analítica da UFC, de modelo Quanta 450 FEG do fabricante FEI. O equipamento foi operado em alto vácuo para melhor resolução de imagem.

Figura 22 – Microscópio eletrônico de varredura Quanta 450 FEG.



Fonte: Elaborado pelo autor

Foram realizadas também análises de EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), visando determinar a distribuição dos elementos químicos nos produtos e principalmente nas misturas de gesso e PCC. Esse é um método analítico de caracterização química que consiste em captar os raios-X em resposta ao fenômeno de interação de partículas carregadas com a matéria.

Analogamente à etapa anterior, os corpos de prova com PCC também foram caracterizados por DRX e FTIR.

4. Resultados e Discussões

A seguir serão apresentados os resultados referentes à caracterização dos materiais como recebidos, abordando também discussões baseadas na literatura e comparações entre as condições trabalhadas.

Posteriormente, os resultados provenientes dos ensaios mecânicos são apresentados e discutidos, tomando como finalidade a escolha da melhor relação a/g, dentre as condições estudadas, para o prosseguimento deste trabalho.

4.1. Caracterização das matérias primas

4.1.1. Fluorescência de raios X

A Tabela 4 mostra os resultados obtidos pela análise de fluorescência realizada nos materiais em estudo, gesso e PCC, em percentual de massa de óxidos.

Tabela 4 – Composição química das matérias-primas (% mássica).

Gesso		PCC	
Componente	Massa (%)	Componente	Massa (%)
CaO	58,19	SiO ₂	47,56
SO ₃	40,63	Fe ₂ O ₃	22,38
SiO ₂	0,39	Al ₂ O ₃	11,91
Fe ₂ O ₃	0,31	CaO	6,92
SrO	0,29	K ₂ O	4,67
K ₂ O	0,08	TiO ₂	2,72
P ₂ O ₅	0,09	SO ₃	2,21
-	-	P ₂ O ₅	0,59
-	-	MnO	0,21
-	-	ZnO	0,13
-	-	SrO	0,12

Fonte: Elaborado pelo autor.

O gesso é preferencialmente constituído de óxido de cálcio (CaO) e anidrido sulfúrico (SO₃), onde o teor de CaO atende as exigências da norma NBR 13207 (1994) de ter mínimo de 38%, porém o anidrido sulfúrico está fora da faixa especificada pela mesma norma (mínimo de 53%). Apesar deste resultado, optou-se pela utilização desse gesso por ser uma das marcas mais comercializadas.

A caracterização do PCC é importante para se conhecer os componentes presentes, bem como sua quantidade, pois determina sua potencialidade de aplicação e seu impacto ambiental. A composição química deste material depende fortemente do tipo de carvão utilizado na queima, onde elementos traços podem aparecer em diferentes quantidades dependendo das impurezas do carvão.

A análise por fluorescência mostrou forte presença de sílica (SiO₂), alumina (Al₂O₃) e óxido férrico (Fe₂O₃), o que confere a característica de material pozolânico, segundo a norma NBR 12653 (1994) pois a soma destes supera 70%. A hematita (Fe₂O₃) é um componente presente no PCC de forma significativa (22,38%). Este valor varia de acordo com os minerais presentes no carvão mineral utilizado, tais como a pirita e marcassita (CHERIAF; ROCHA, 1997).

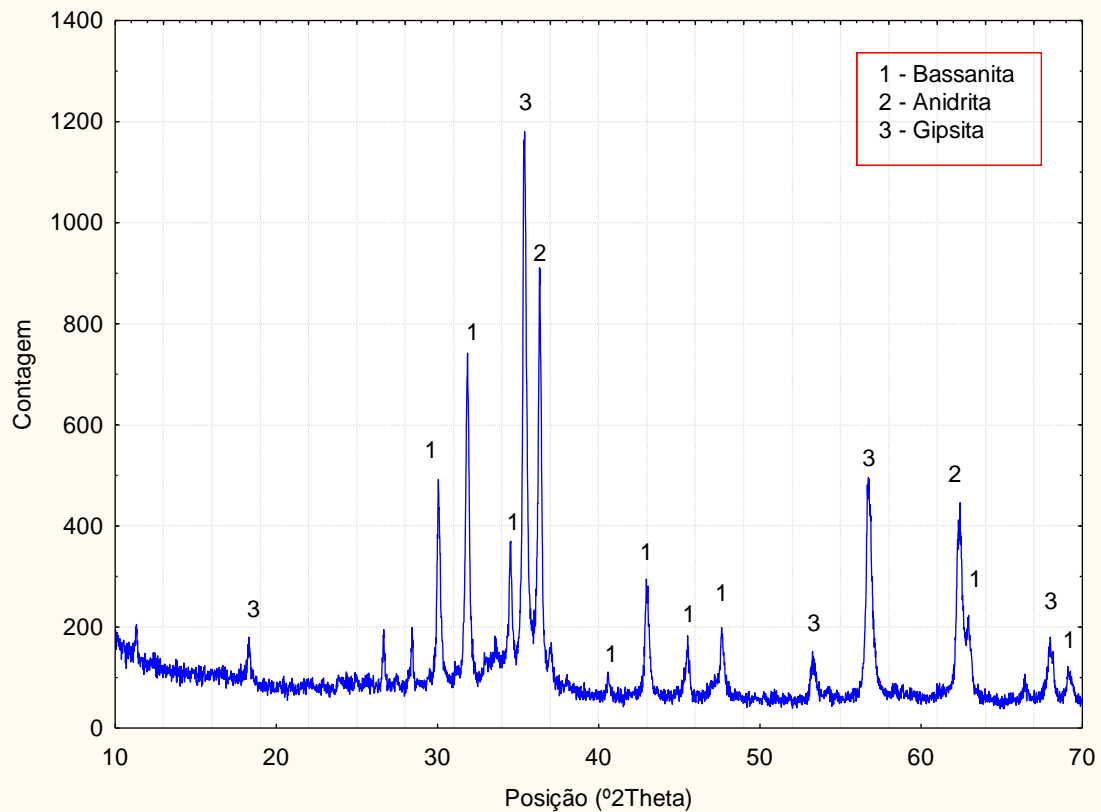
Cerca de 15% do PCC é constituído de outros componentes, considerados elementos traços: CaO, K₂O e TiO₂.

4.1.2. Difração de Raios-X

Neste tópico serão discutidos os resultados referentes à difração de raios-X das matérias primas utilizadas. Na figura abaixo, é possível ver o gráfico obtido por meio do tratamento de dados pelo software X'pert para o gesso hemidratado.

A Figura 23 mostra o difratograma do gesso no estado de pó, como recebido, sendo composto basicamente por bassanita (hemihidrato). Foram também identificados os picos característicos de gipsita dihidratada e anidrita. Os compostos cristalinos identificados e suas respectivas informações químicas e cristalográficas estão descritos na Tabela 5.

Figura 23 – Difratoograma do gesso como recebido.



Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5 – Fases cristalinas presentes no gesso e suas informações.

Fases cristalinas	Padrão de difração ICDD	Fórmula química	Sistema Cristalino
Bassanita	00-024-106	$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$	Monoclínico
Gipsita dihidratada	01-076-1746	$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$	Monoclínico
Anidrita	01-074-2421	CaSO_4	Ortorômbico

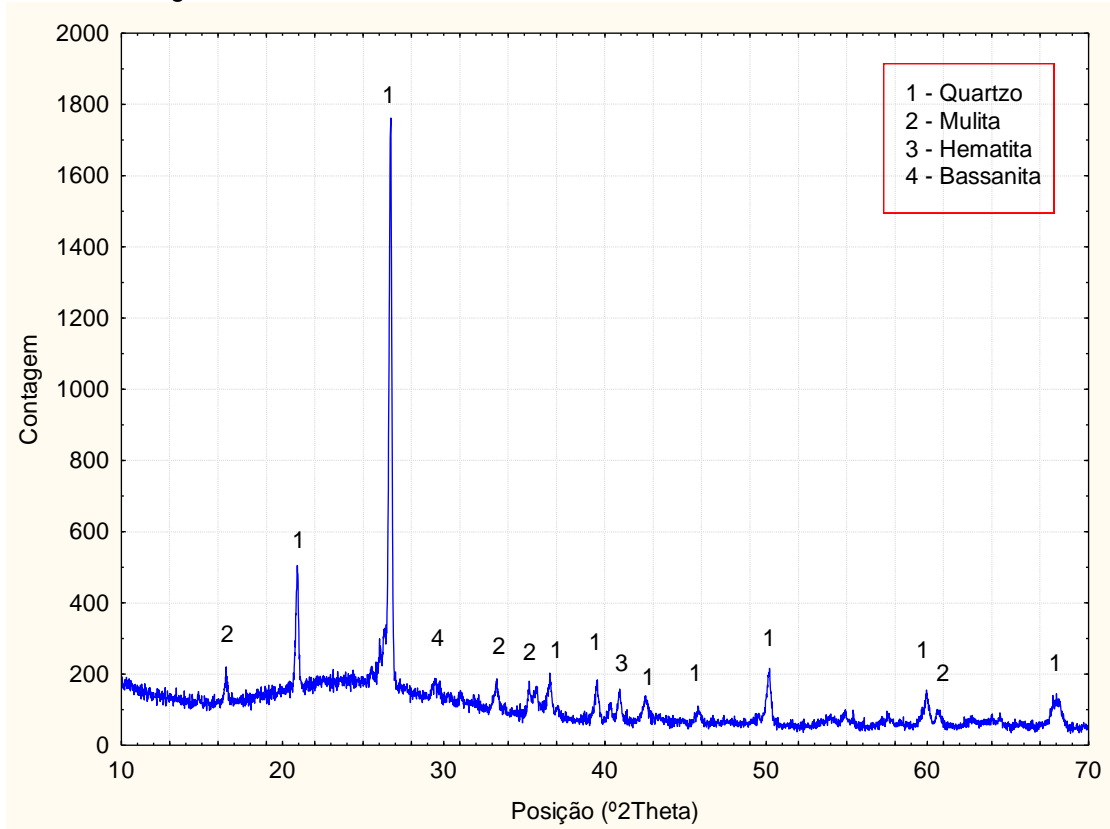
Fonte: Elaborado pelo autor

O mineral bassanita identificado é dado pela fórmula química $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$, se classifica por sistema cristalino monoclínico e é também chamado de sulfato de cálcio hemidratado. Esta é uma fase característica do produto de calcinação da gipsita dihidratada ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), que também foi evidenciada por alguns picos no difratograma.

A Figura 24 mostra o difratograma de raios-X do PCC, sendo composto basicamente por quartzo, mulita e hematita. Foram também identificados os picos

característicos de bassanita ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$). A Tabela 6 mostra os dados referentes às fases identificadas.

Figura 24 - Difratoograma do PCC como recebido.



Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 6 - Fases cristalinas presentes no PCC e suas informações.

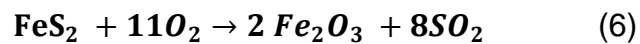
Fases cristalinas	Padrão de difração ICDD	Fórmula química	Sistema Cristalino
Quartzo	01-086-1560	SiO_2	Hexagonal
Mulita	01-073-1389	Al_4SiO_8	Ortorômbico
Hematita	01-073-0603	Fe_2O_3	Romboédrico
Bassanita	00-041-0224	$\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$	Monoclínico

Fonte: Elaborado pelo autor

Por meio do difratograma foi possível observar que a quartzo é o composto químico mais representativo no PCC, sendo um resultado condizente com a fluorescência. Este composto é importante quando se trata de materiais de construção civil. A presença de mulita se dá por formação em temperaturas acima de $1050\text{ }^\circ\text{C}$, ou seja, durante a combustão do carvão. Já a hematita e o quartzo se

mantêm durante todo o processo, por não sofrerem alteração com a elevada temperatura de combustão do carvão (FERRET, 2004).

Como dito anteriormente, o teor de hematita pode ser originário da pirita presente no carvão. Durante o processo de queima, a pirita (FeS_2) reage com o oxigênio e forma a hematita. Esse processo segue a reação abaixo, mostrada pela Equação 8 (SILVA, 2011).

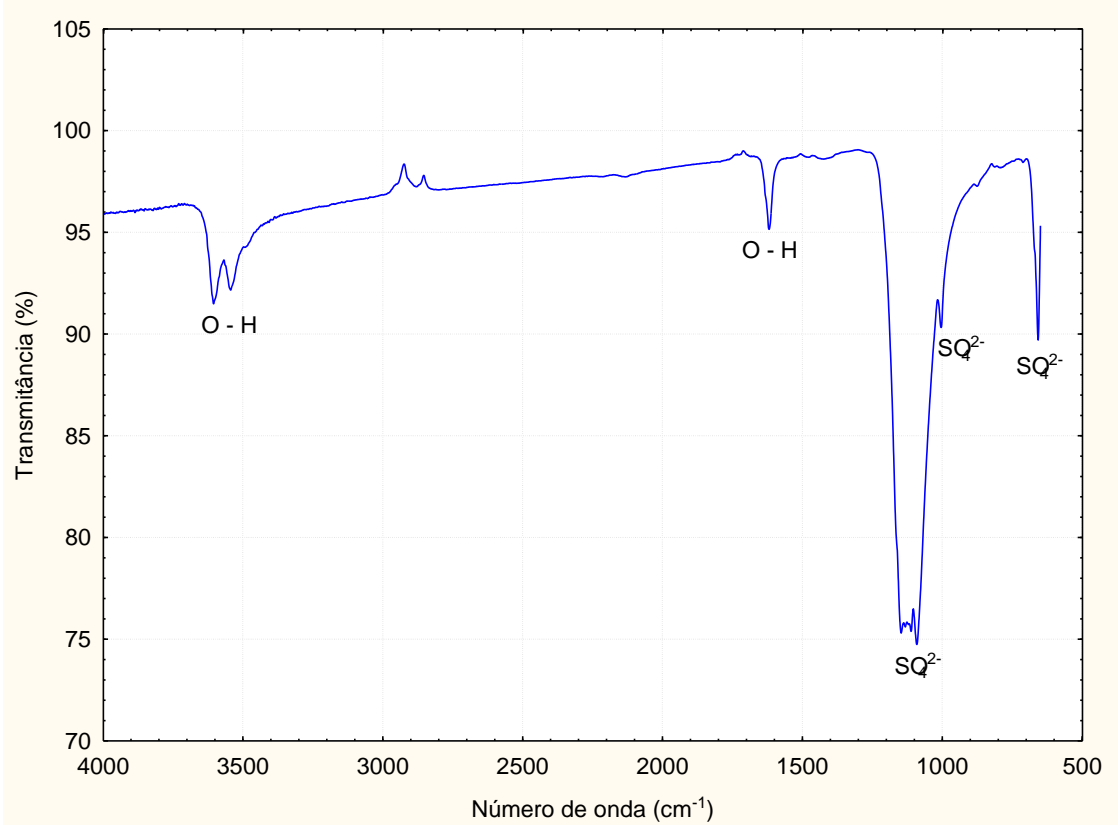


A seguir serão apresentados os resultados referentes à 1ª e 2ª etapas, abordando também discussões baseadas na literatura e comparações entre as condições trabalhadas.

4.1.3. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

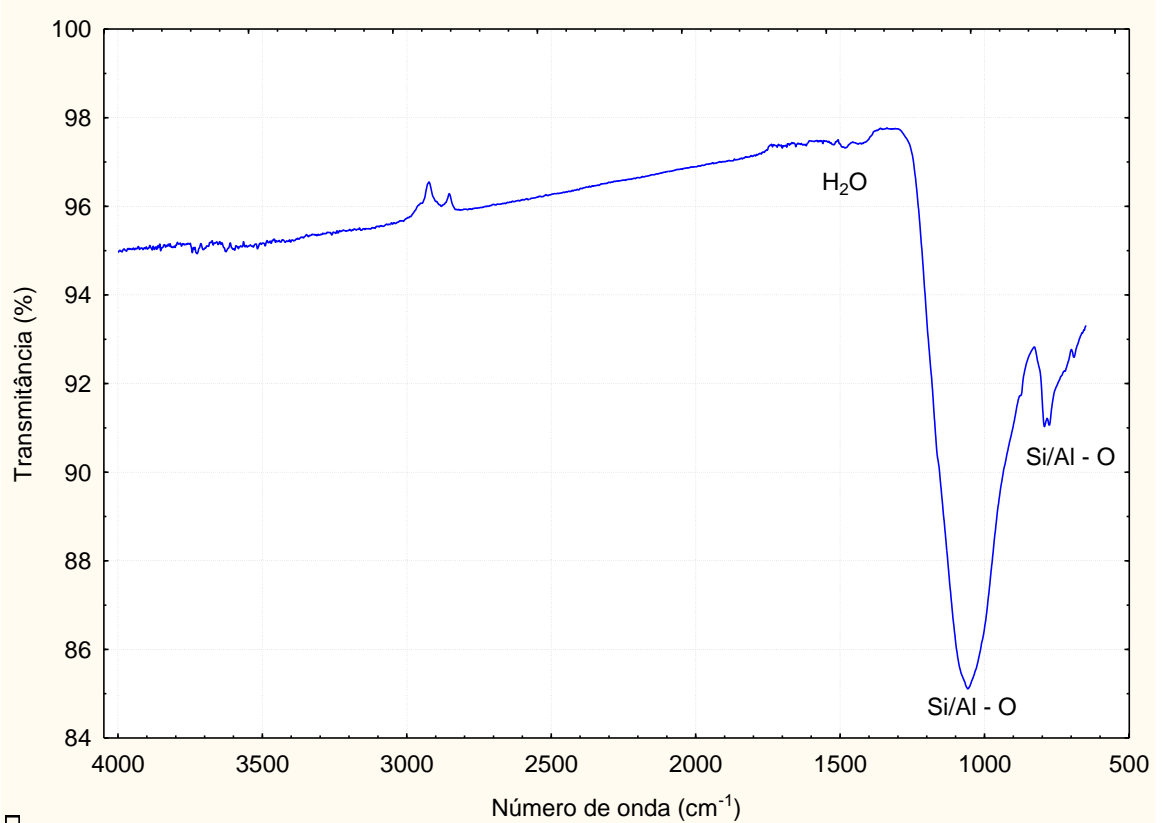
O método de caracterização complementar por espectrometria de infravermelho por transformada de Fourier gerou informações sobre os agrupamentos mais importantes presentes nas matérias-primas em estudo. As figuras abaixo mostram os espectros do Gesso e PCC, respectivamente.

Figura 25 – Espectro de infravermelho por transformada de Fourier do Gesso hemidratado.



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 26 - Espectro de infravermelho por transformada de Fourier do PCC.



Fonte: Elaborado pelo autor

No espectro do gesso foram verificadas bandas de absorção de SO_4^{2-} , concordando com os resultados de Fluorescência e Difração de raios-X, apresentados anteriormente. O grupo funcional hidroxila (O – H) esteve presente no espectro do gesso, que pode ser caracterizado devido o composto de gesso hemidratado possuir moléculas de água associada ao seu composto ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$).

O PCC apresentou grupos relacionados aos óxidos de silício, óxidos aluminosos ou silicoaluminosos. O primeiro pico apresentado na Figura 26 mostra um estiramento simétrico de moléculas com ligações entre Si-O e Al-O. Já o segundo pico demonstrou um estiramento assimétrico das ligações entre os mesmo elementos químicos.

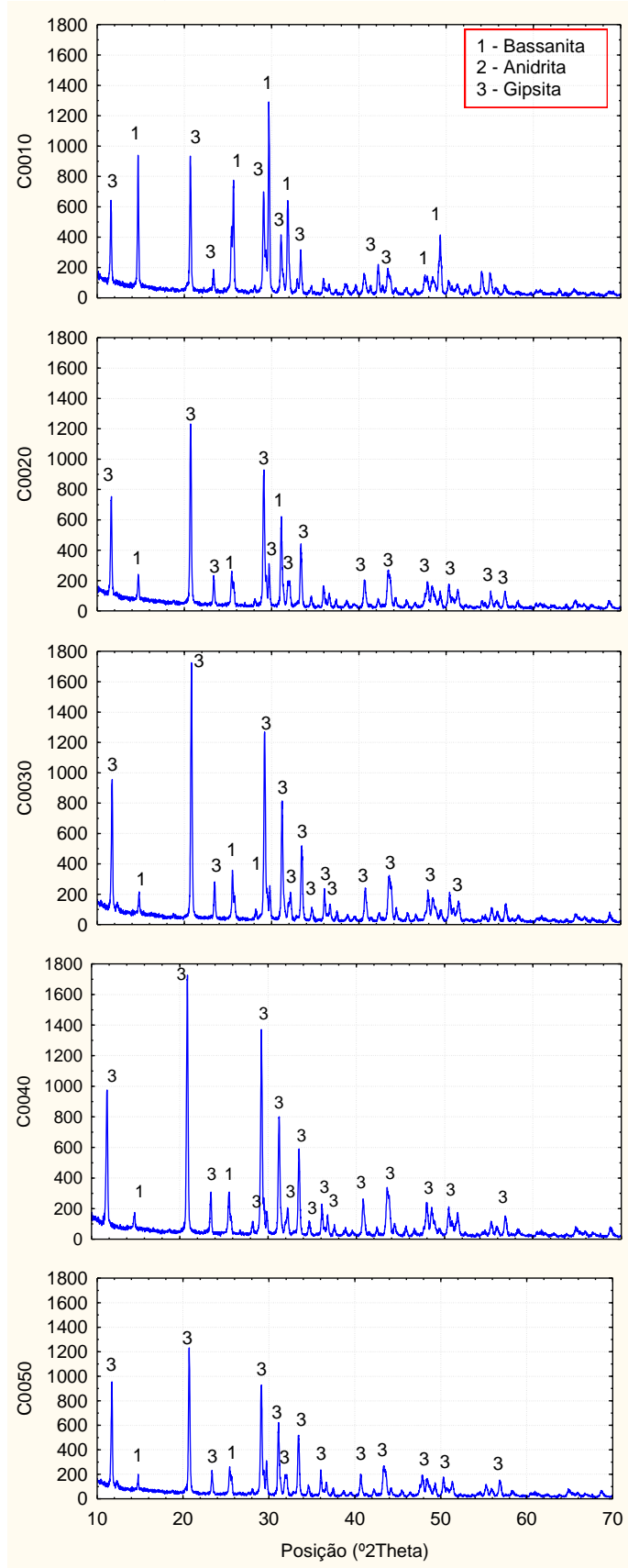
4.2. 1ª Etapa – Determinação da relação a/g

Nesta etapa serão apresentados e discutidos os resultados obtidos pelos ensaios de compressão, flexão e dureza para verificar a influência da variação de adição de água na mistura com as propriedades mecânicas. Será também apresentada à análise de difração de raios-X, espectroscopia de absorção no infravermelho e MEV, para fazer um comparativo aos demais resultados.

4.2.1. Difração de Raios-X

Os resultados de difração de raios-X das amostras produzidas de gesso compactado são apresentados nos gráficos abaixo. Levando em consideração que as amostras ensaiadas foram retiradas dos corpos de prova contendo somente gesso e água, o resultado mostrou 3 fases que já eram esperadas para este tipo de material. Estas foram: Gipsita, Bassanita e Anidrita.

Figura 27 – Difratogramas das condições – 1ª Etapa.



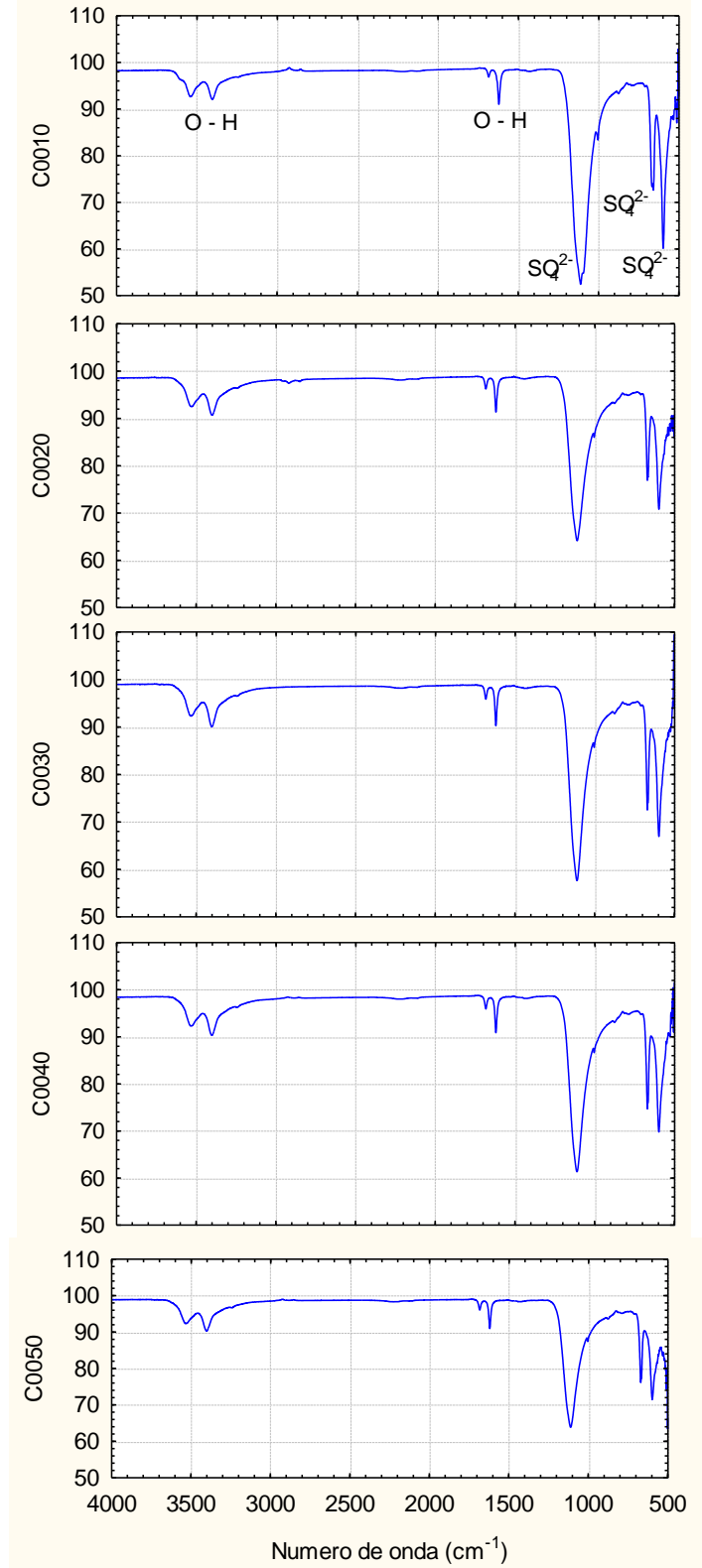
Fonte: Elaborado pelo autor

Como se pode observar, em geral, as diferentes condições apresentaram maiores picos de difração característicos da gipsita. Este resultado já é esperado devido os corpos de prova sofrerem hidratação durante sua fabricação. Porém, a condição C0010 apresentou, mais efetivamente, picos da fase bassanita, mostrando hidratação insuficiente de toda a massa. A ocorrência desta fase se torna minimizada ao aumentar a relação a/g.

4.2.2. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A figura abaixo mostra os gráficos obtidos através dos ensaios de espectroscopia de absorção no infravermelho para as condições desta etapa. Conforme se pode ver, esta técnica de análise não foi significativa na avaliação da variante entre as condições, apresentando resultados similares entre as condições.

Figura 28 – Gráficos de Espectroscopia de absorção no Infravermelho das condições da 1ª etapa.

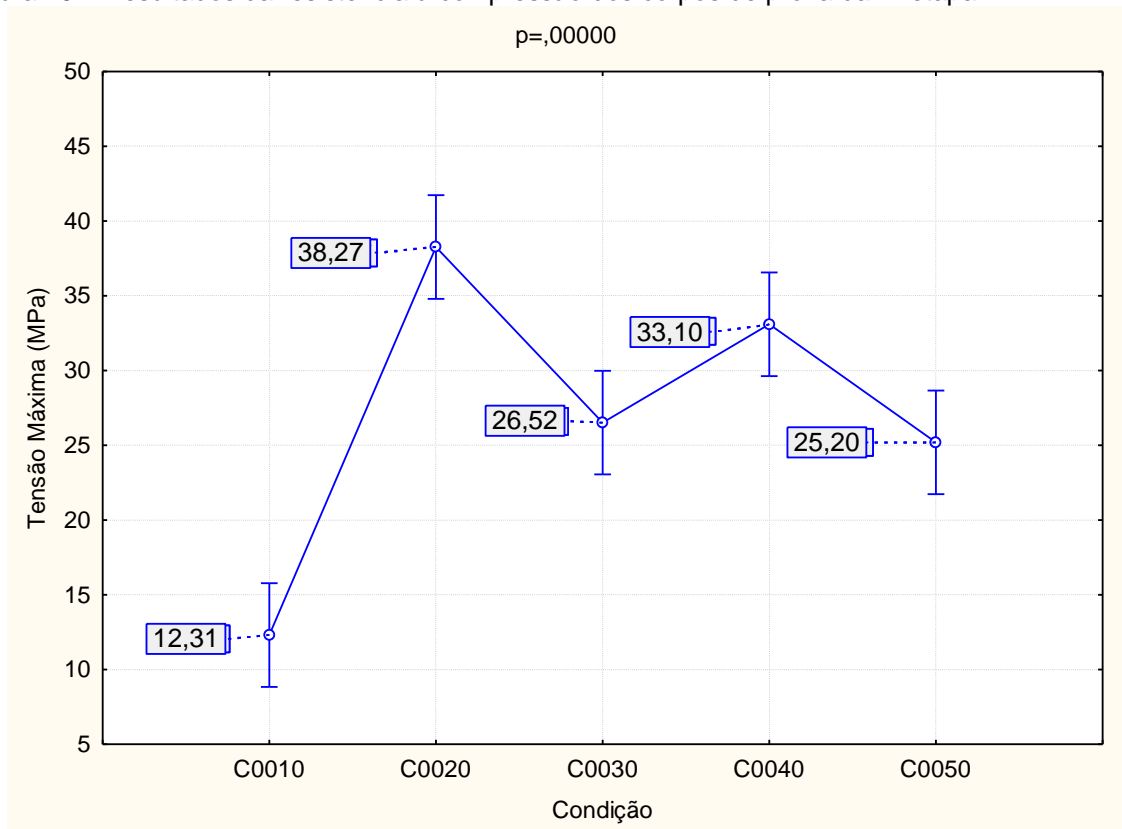


Fonte: Elaborado pelo autor

4.2.3. Resistência à compressão

Os resultados dos ensaios de compressão realizados nos blocos de gesso foram utilizados para a elaboração do gráfico da Figura 30. Esses resultados foram tratados pelo método ANOVA de análise estatística com a finalidade de comparar os resultados entre condições, bem como avaliar a sua significância.

Figura 29 – Resultados da resistência à compressão dos corpos de prova da 1ª etapa



Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando-se o gráfico, verifica-se que a condição C0020 obteve maior resistência à compressão, com média de 38,27%. Em outros trabalhos da literatura onde se aplicam métodos de prensagem, como o de AVELAR em 2012, também é encontrado que a relação a/g de 0,2 gera melhores resultados em resistência à compressão.

Segundo Kanno (2009), a relação a/g mínima de água necessária para hidratar a gipsita hemihidratada é 0,186, seguindo a fórmula estequiométrica abaixo. Ou seja, com esse valor mínimo, tem-se somente a água de ligação necessária para

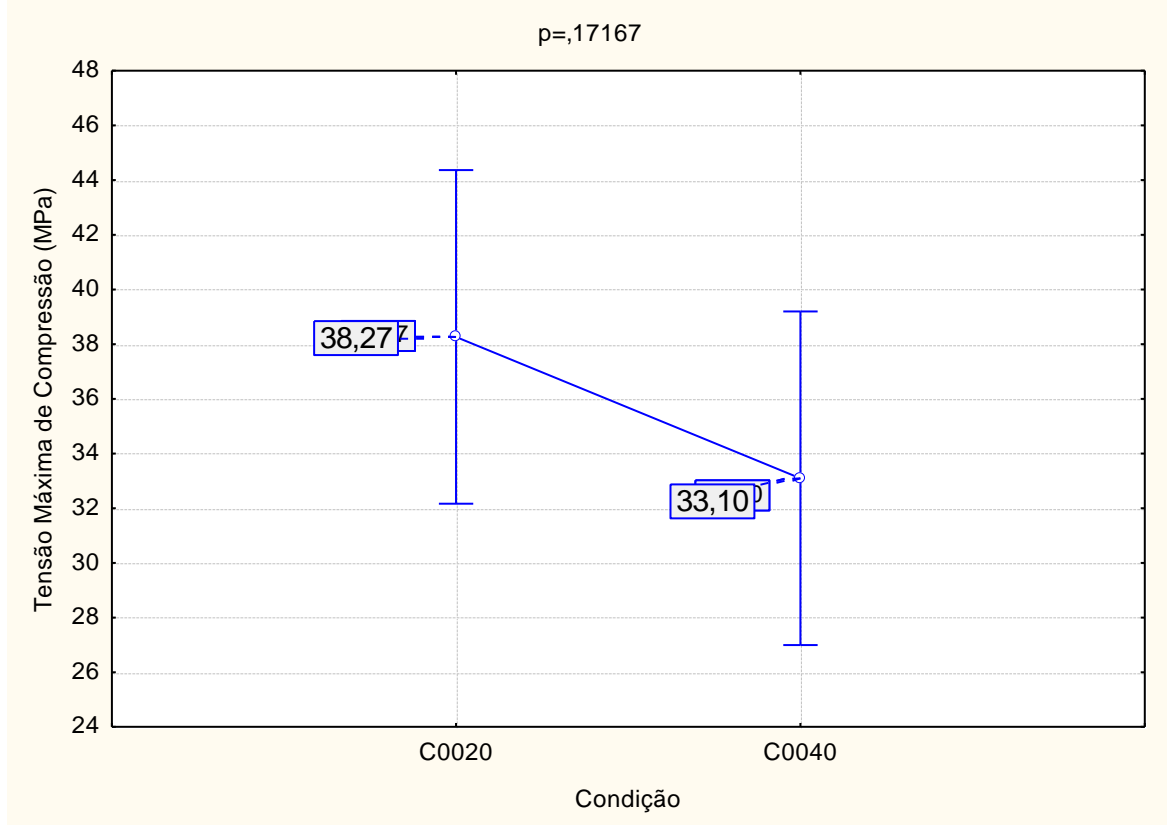
proporcionar as ligações entre os cristais. Ao exceder esse valor, temos a presença de água confinada e água livre, que mostra uma tendência em reduzir a resistência à compressão com seu aumento.



A condição C0040 apresentou certa melhora em relação a C0030, porém este resultado pode se dar devido à mistura com relação a/g de 0,4 gerar um material pastoso, que no momento da prensagem elimina muita água pelas frestas do molde.

Apesar da queda da resistência à compressão quando se evolui de 0,2 para 0,3 (relação a/g), a Figura 31 representa uma comparação feita somente entre as condições C0020 e C0040, mostrando que não há tendência significativa de diminuição da resistência à compressão com o aumento da relação a/g de 0,2 para 0,4. Porém, observa-se que a condição C0020 pode atingir níveis maiores que 40 MPa em seu intervalo de 95% de confiabilidade. Essa semelhança entre as duas condições pôde se dar devido o fenômeno citado anteriormente, já que os corpos de prova com relação a/g de 0,4 expulsam água durante a prensagem.

Figura 30 – Comparação de resistência à compressão das condições C0020 e C0040.



Fonte: Elaborado pelo autor.

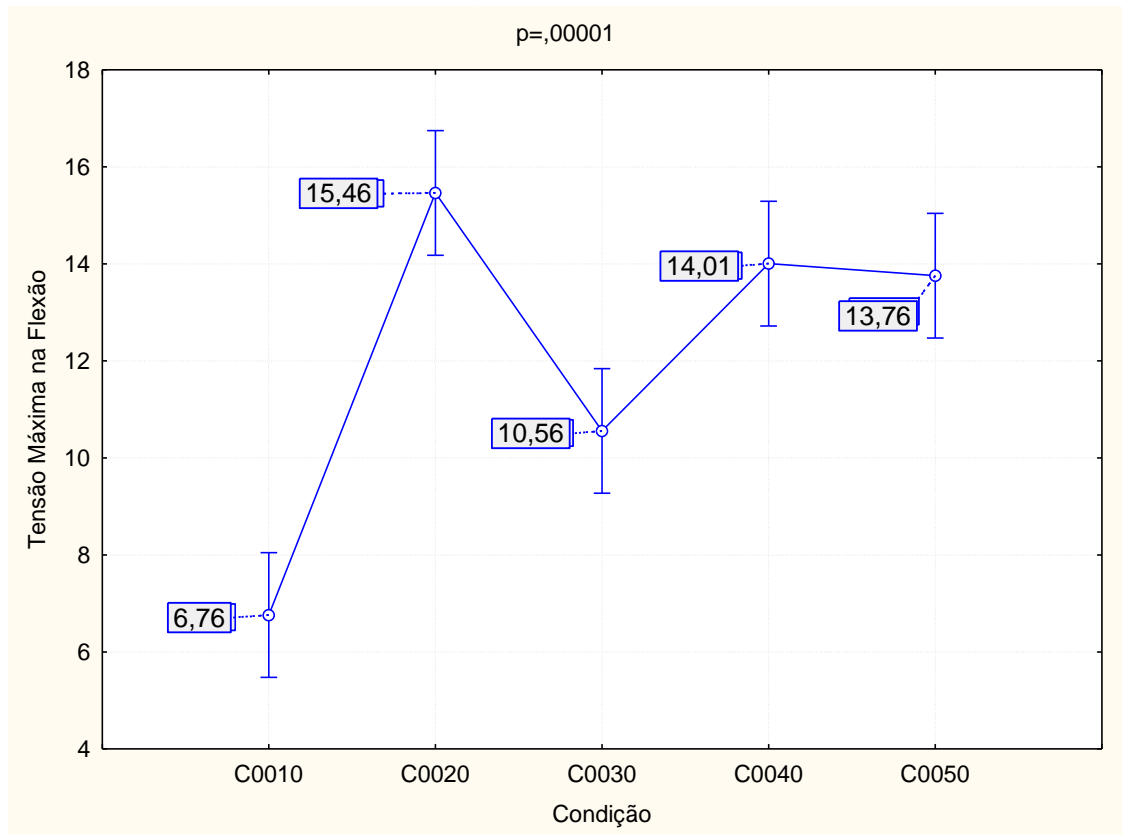
A condição C0010 apresentou o pior resultado, sendo esperado, pois a quantidade de água não seria suficiente para hidratar o hemihidrato e formar os cristais bem definidos de dihidrato.

Apesar da diversidade dos resultados de resistência à compressão com a variação da relação a/g, os mesmos se mostraram satisfatórios, em todas as condições, de acordo com a norma NBR 13207 de 1994, que exige o valor mínimo de 8,4 MPa para resistência à compressão de gesso para a construção civil.

4.2.4. Resistência à tração na flexão

A seguir serão apresentados os resultados referentes à resistência à tração na flexão. Na Figura 31 tem-se o gráfico gerado com os dados obtidos. Identifica-se que esses resultados seguiram padrão semelhante à resistência à compressão, onde a condição C0020 se destaca com maior nível (15,46 MPa).

Figura 31 – Resultados da resistência à tração na flexão dos corpos de prova da 1ª etapa



Fonte: Elaborado pelo autor.

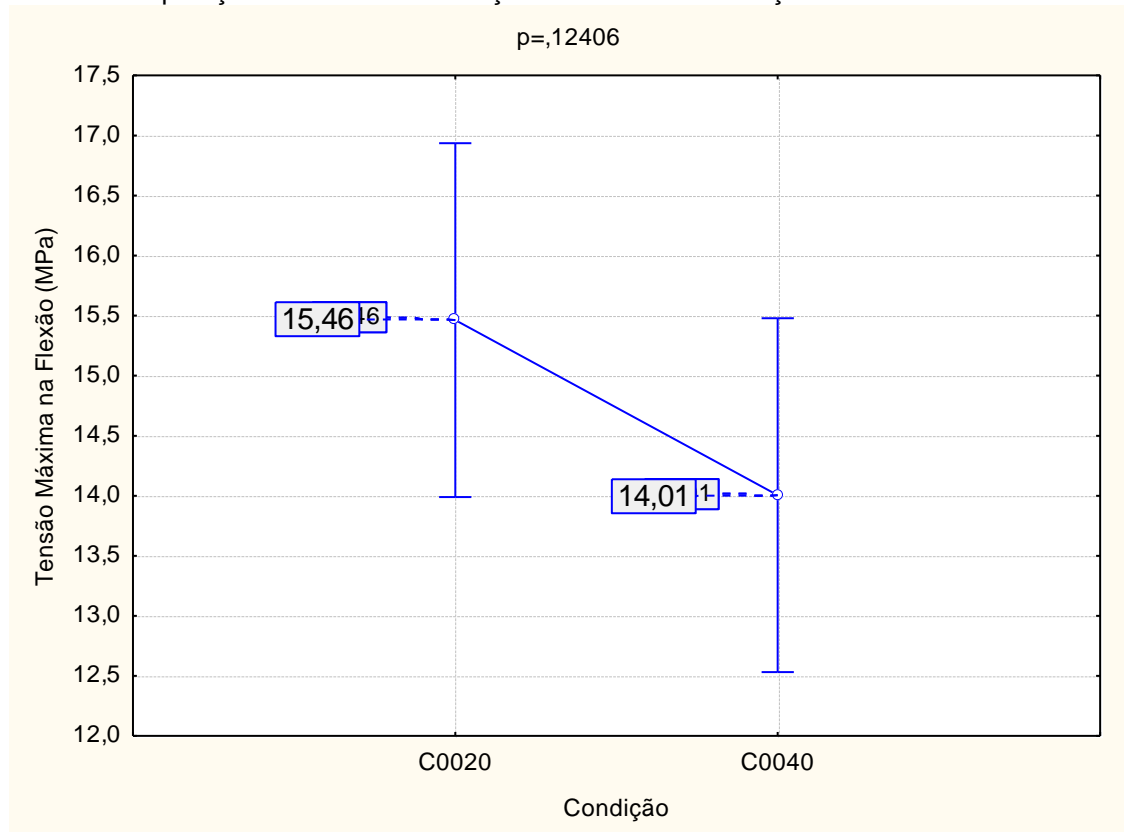
Pode-se observar que a condição C0010 apresentou o menor resultado, sendo confirmada a suposição de que a quantidade de água utilizada não é suficiente para gerar hidratação completa e crescimento de grãos bem definidos. A condição C0030 também não apresentou bom resultado quando comparada com a C0020.

Já os resultados de resistência à tração na flexão para as condições C0040 e C0050 foram semelhantes entre si, mas houve certa melhora em relação a C0030. Repete-se aqui o mesmo fenômeno da resistência à compressão sobre o processo de moldagem dos corpos de prova.

A Figura 32 mostra o gráfico comparativo das condições C0020 e C0040 quanto à resistência à tração na flexão. Não houve efeito significativo no aumento da razão a/g de 0,3 para 0,4, conforme a análise de estatística do ANOVA, porém ao considerar o intervalo com 95% de confiança do resultado obtido pela condição

C0020 é relevante classificá-la como mais resistente, tendo em vista que pequenas variações (cerca de 2 MPa) em flexão de produtos cerâmicos têm bastante influência no seu desempenho.

Figura 32 – Comparação de resistência à tração na flexão das condições C0020 e C0040.



Fonte: Elaborado pelo autor.

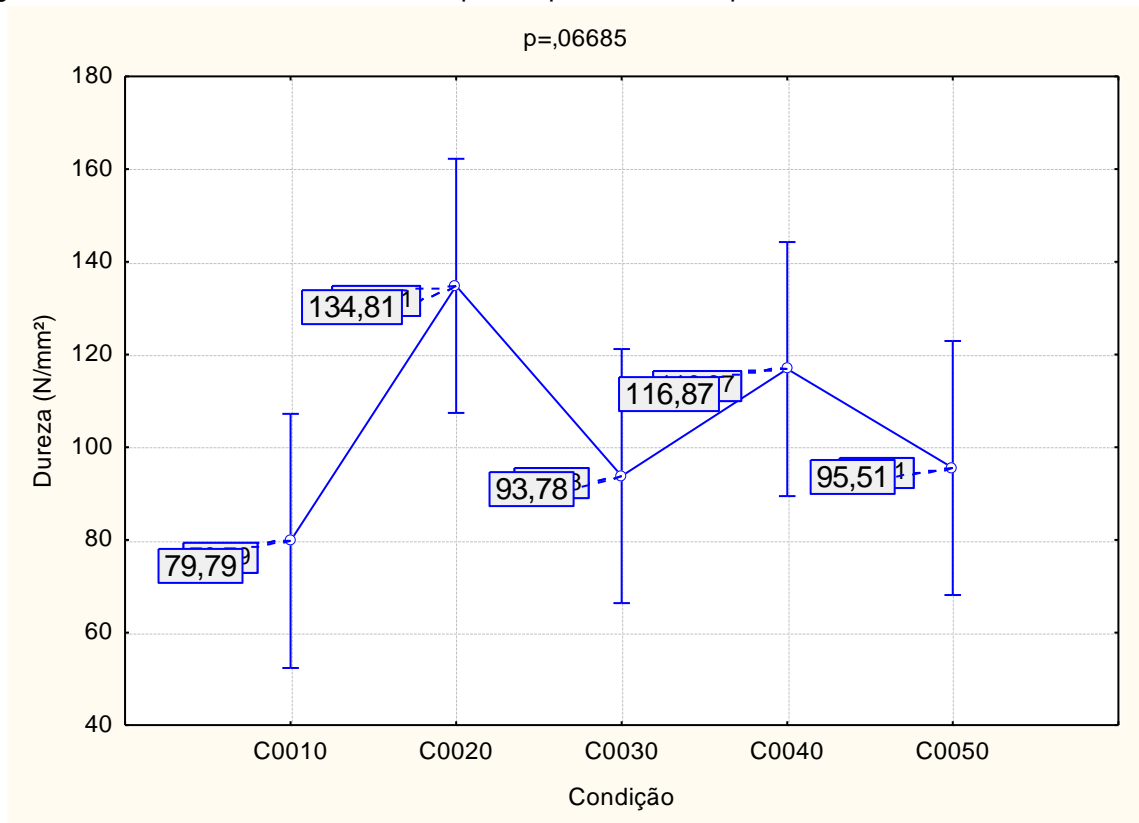
4.2.5. Dureza

Dureza é uma característica do material de resistir à penetração ou ao risco por ação de outro material. Uma boa formação dos cristais de gesso deve garantir maior dureza, bem como o efeito das forças coesivas entre os cristais. Para obter gesso com elevada dureza, um dos fatores importantes também é a baixa porosidade inter e intracristalina. A dureza é uma das principais propriedades de gesso para construção civil, sendo exigido pela norma NBR 13207 uma dureza mínima de 30 N/mm² (CAVALCANTI, 2006).

A seguir (Figura 33), pode-se ver o gráfico dos resultados referentes ao ensaio de dureza nos corpos de prova da primeira etapa, para avaliação do efeito da

relação a/g. Devido ao valor do p de significância (0,06685), é inconclusivo dizer que o resultado gerou alguma tendência significativa. Porém é importante ressaltar que nenhuma condição apresentou resultados desclassificáveis segundo a norma, nem mesmo quando feito o tratamento estatístico do ANOVA com as barras de intervalo de confiabilidade.

Figura 33 - Resultados de dureza dos corpos de prova da 1ª etapa



Fonte: Elaborado pelo autor.

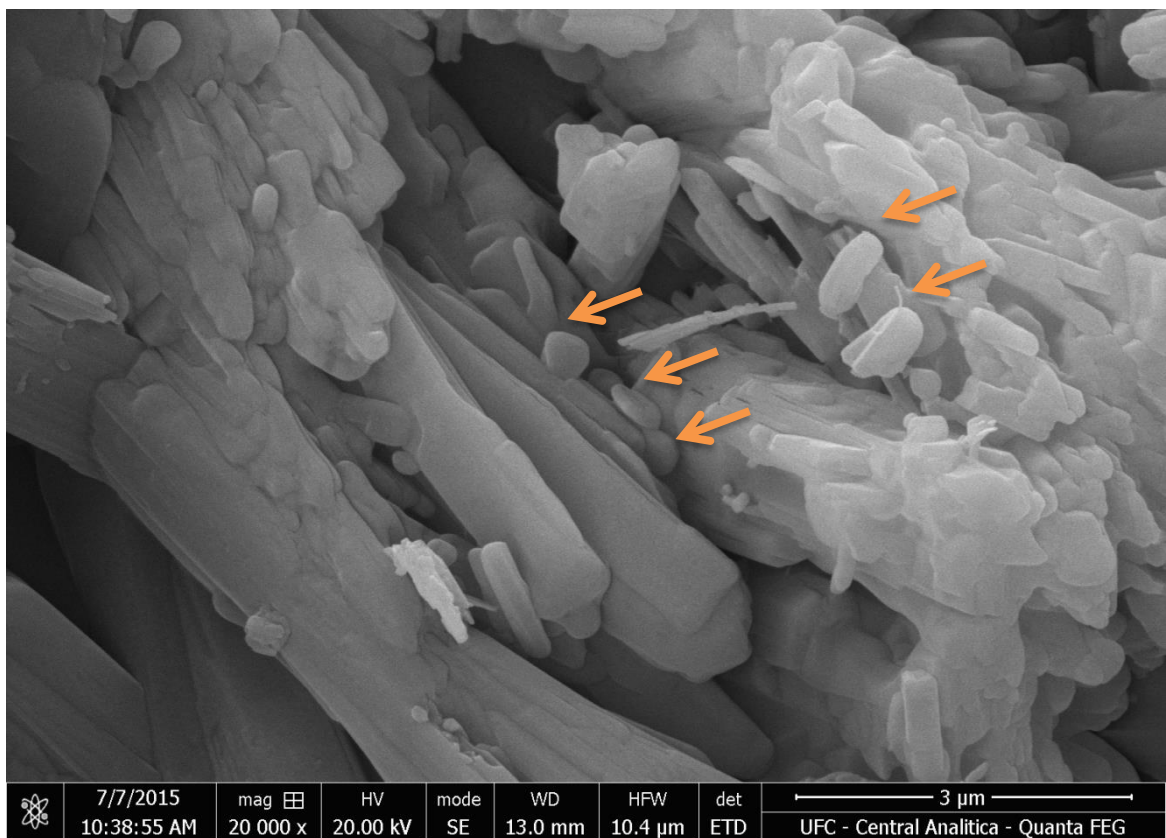
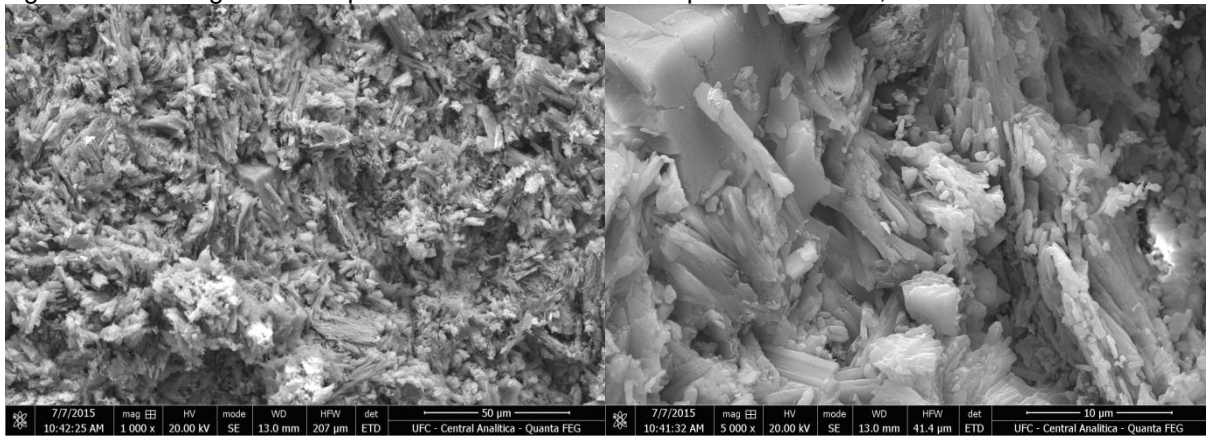
Dentre os resultados, novamente a condição C0020 apresentou maior valor de média em relação às demais. Analisando somente os valores das médias, verifica-se que os resultados relacionados à dureza das condições também apresentaram características semelhantes aos resultados apresentados anteriormente.

4.2.6. Microscopia Eletrônica de Varredura

Nesta etapa são expostas as análises de imagens obtidas pelo método de microscopia eletrônica de varredura. Foi possível observar a morfologia, a qualidade, modo de crescimento e tamanho dos cristais formados, bem como realizar medidas de composição química em uma determinada área das amostras, identificando a distribuição dos elementos químicos.

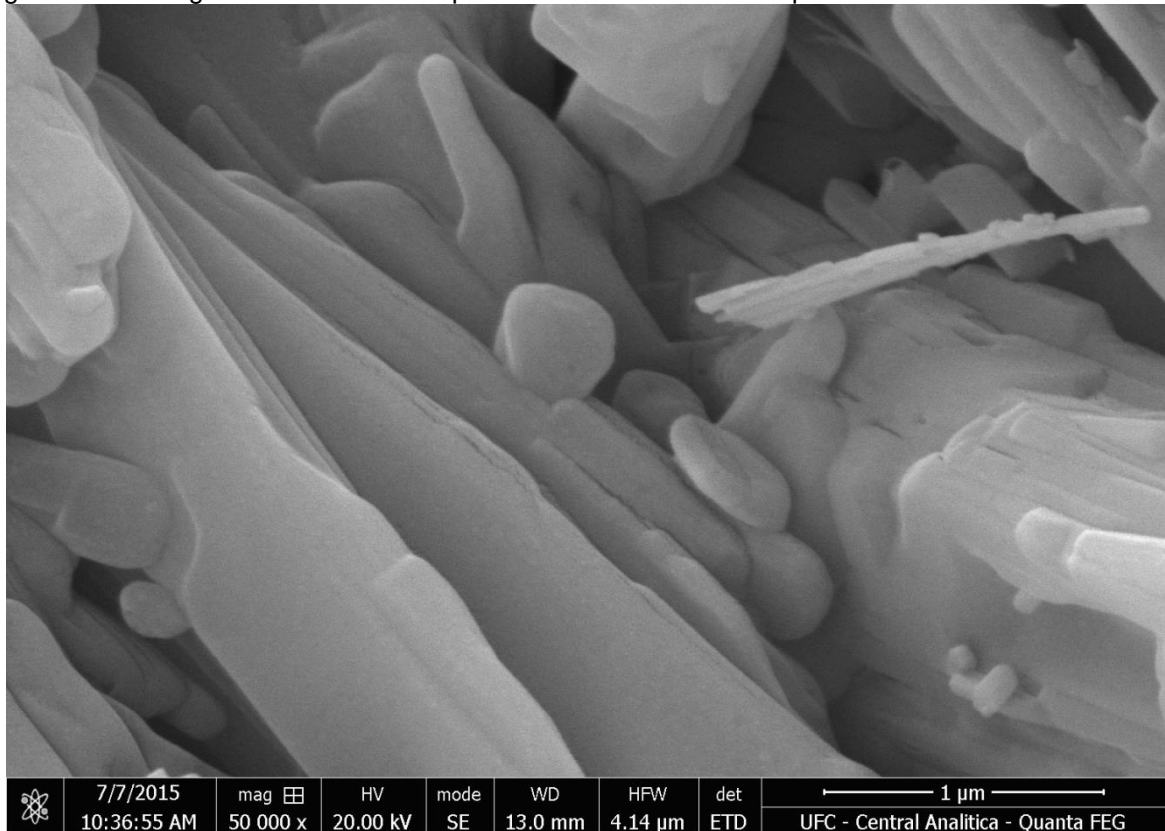
As imagens obtidas avaliando a condição C0010 mostraram a morfologia dos cristais formados no bloco de gesso fabricado. Estas imagens foram feitas na superfície de fratura do ensaio de flexão e estão expostas nas Figuras 35 e 36. Conforme se visualiza, a estrutura apresentou cristais heterogêneos, indicando má formação cristalina, apesar da grande variação dimensional dos cristais. A microanálise apresentou pequenos cristais de formato circular, que podem ser cristais germes ou núcleos de crescimento que não evoluíram devido à ineficiência na hidratação do hemidrato.

Figura 34 – Micrografia da superfície de fratura da C0010 por MEV. 1000x, 5000x e 20000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

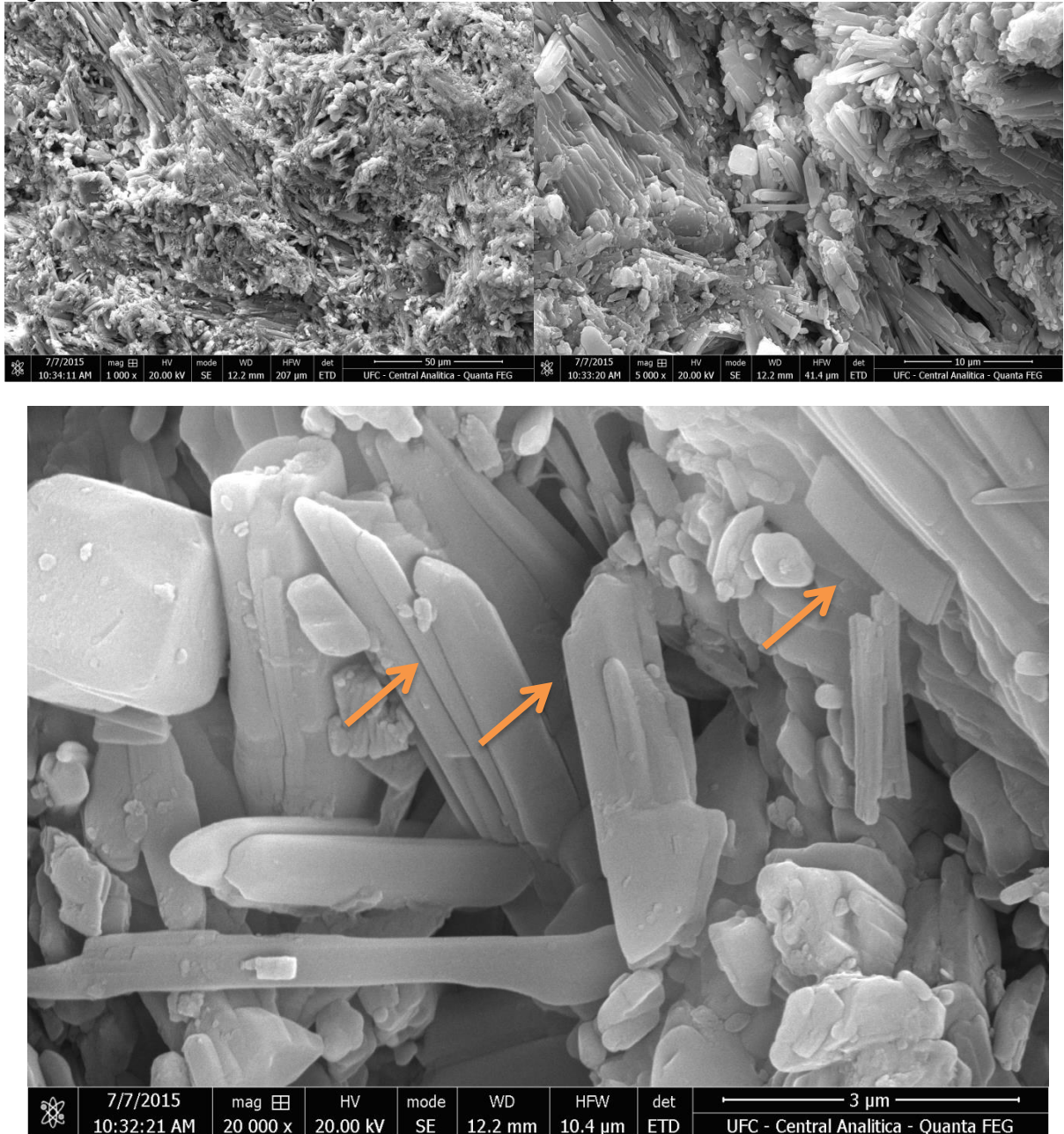
Figura 35 – Micrografia detalhada da superfície de fratura da C0010 por MEV. 50000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A análise feita na condição C0020 mostrou a presença de cristais mais homogêneos e bem formados. Esse resultado pode se dar devido à relação a/g de 0,2 proporcionar hidratação completa dos cristais de hemidrato, como mostram as morfologias características de estruturas monoclinicas de gipsita dihidratada, destacadas na Figura 36. As figuras abaixo mostram as análises da condição C0020.

Figura 36 – Micrografia da superfície de fratura da C0020 por MEV. 1000x, 5000x e 20000x.

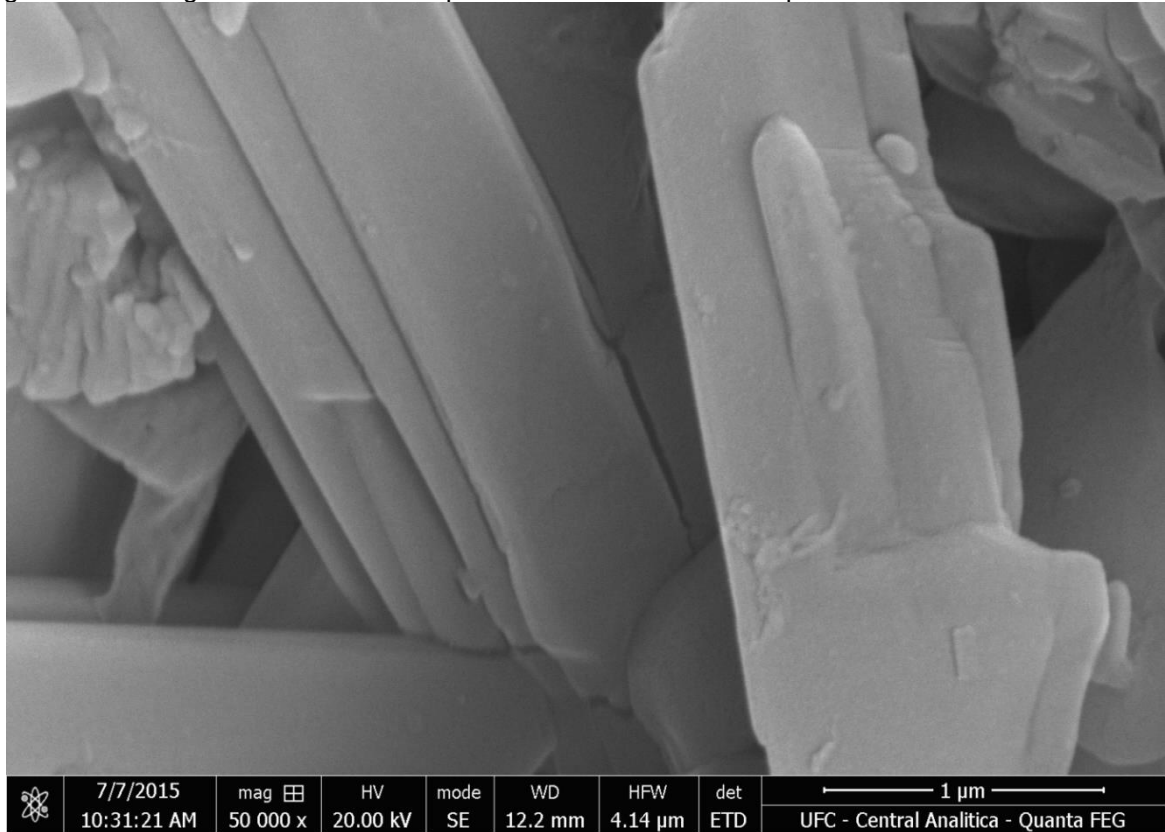


Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 38 a seguir exibe o detalhe do cristal de gipsita dihidratada da condição C0020. Pode-se ver que este possui uma largura aproximada a 1 µm. Em comparação à condição C0010, uma análise qualitativa mostra que os cristais apresentam maiores dimensões e com distribuição mais homogênea. Sabido que a formação dos cristais de gipsita é a principal responsável pela resistência mecânica dos blocos de gesso, esta avaliação microestrutural pode certificar os valores obtidos pelas propriedades mecânicas, que foram melhores para a condição C0020.

Outro fator importante, quanto à resistência mecânica, é o entrelaçamento dos cristais de gipsita. Comparando-se as Figuras 38 e 35, pode-se ver nesta última, pouco entrelaçamento de cristais quando comparado à condição C0020.

Figura 37 - Micrografia detalhada da superfície de fratura da C0010 por MEV. 50000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Em geral, as demais condições apresentaram estrutura cristalina semelhante. As morfologias dos cristais se apresentaram similares, com boa formação e aspecto homogêneo, porém dentre as condições estudadas nesta etapa, a C0020 apresentou melhores propriedades e melhores aspectos cristalinos, sob uma análise qualitativa.

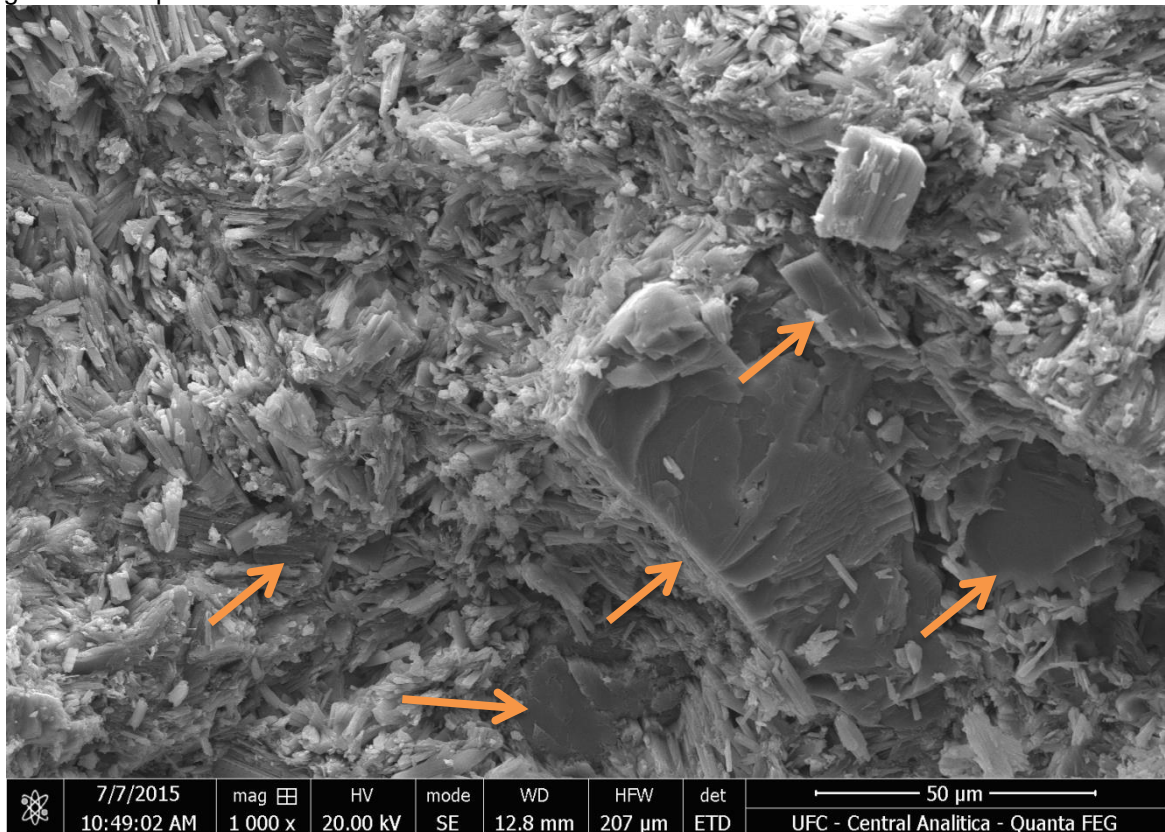
As condições com maiores teores de ligante (água) apresentaram cristais bem definidos devido às boas condições de hidratação a que foram submetidos, com água suficiente disponível, diferentemente da condição C0010. Este fenômeno influenciou diretamente no crescimento dos cristais de gesso dihidratado, que em alguns pontos foi excessivo, formando cristais de tamanho considerável. Esses cristais favoreceram a fratura por propagação de trinca transcristalina com aspecto

de clivagem, já que a gipsita apresenta quatro planos de clivagem, sendo um deles classificado como perfeito.

Apesar de necessitar de uma carga mais baixa para a propagação de trinca em um plano de clivagem, grandes cristais atrapalham o entrelaçamento e diminuem superfícies de ligação entre cristal e água confinada.

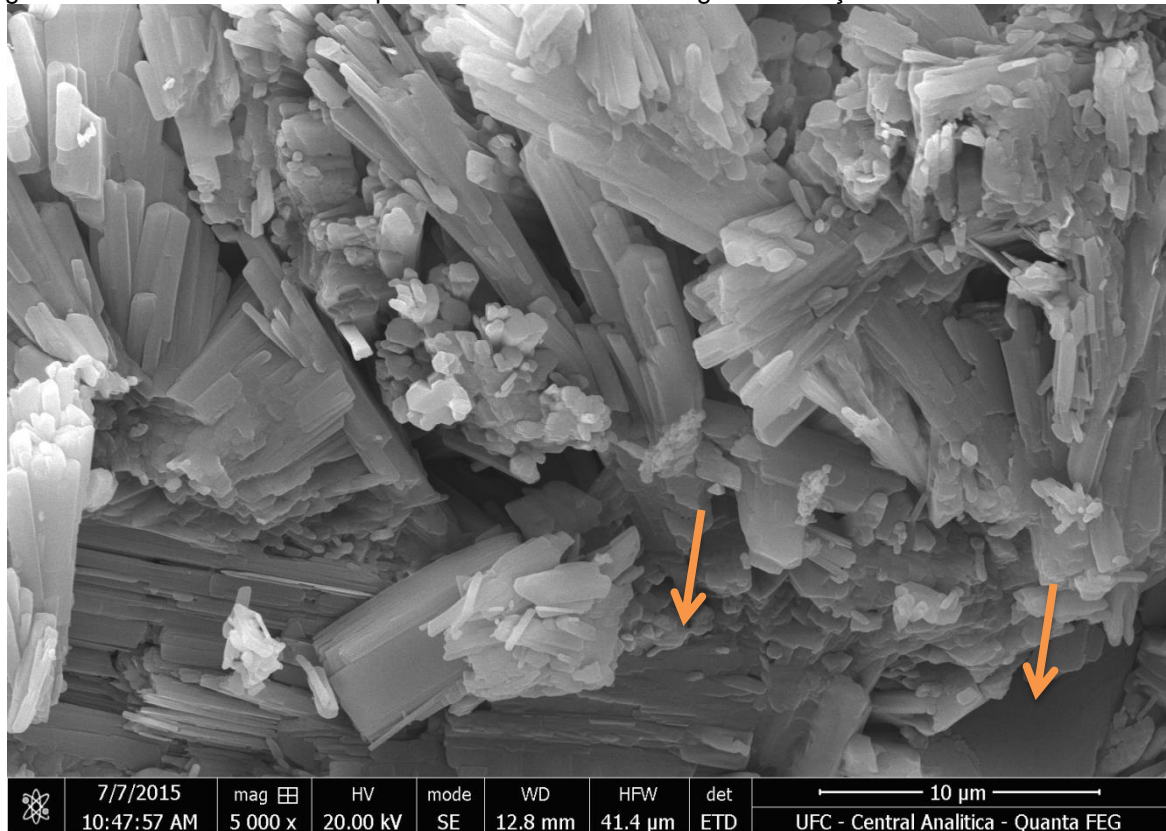
As Figuras 39 a 41 mostram a ocorrência desse fenômeno nas condições C0040 e C0050, respectivamente. A Figura 41 mostra a região significativa de fratura por clivagem na condição C0050 utilizando baixa ampliação (200x).

Figura 38 – Superfície de fratura da C0040 – Cristais de dimensão excessiva. 1000x.



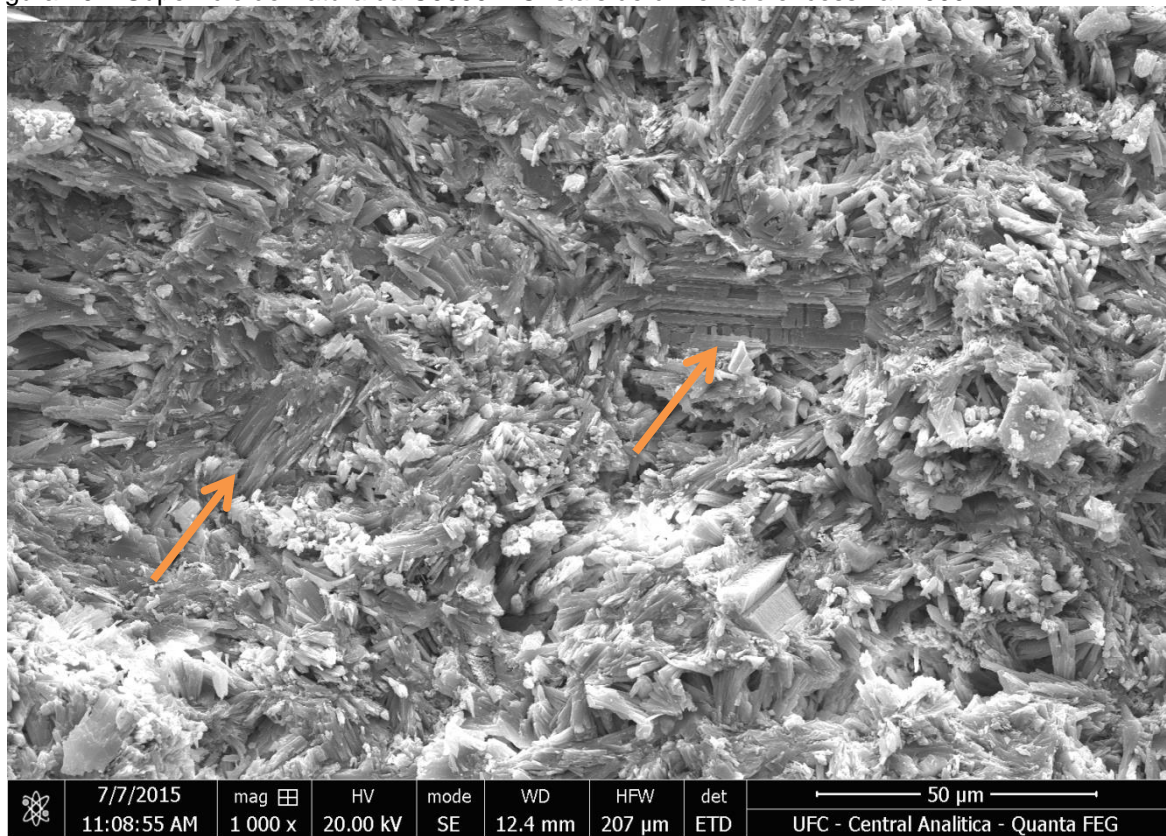
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 39 – Detalhamento das superfícies de fratura na clivagem. Condição C0040. 5000x



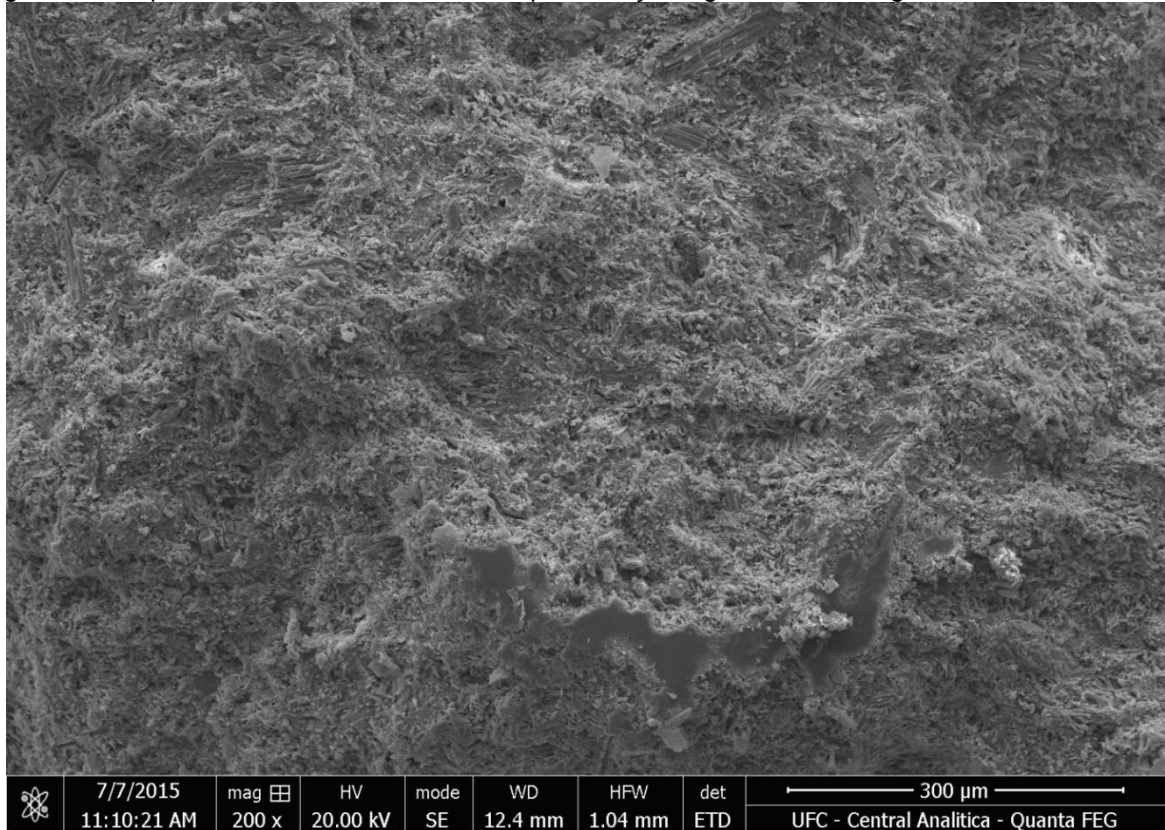
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 40 – Superfície de fratura da C0050 – Cristais de dimensão excessiva. 1000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

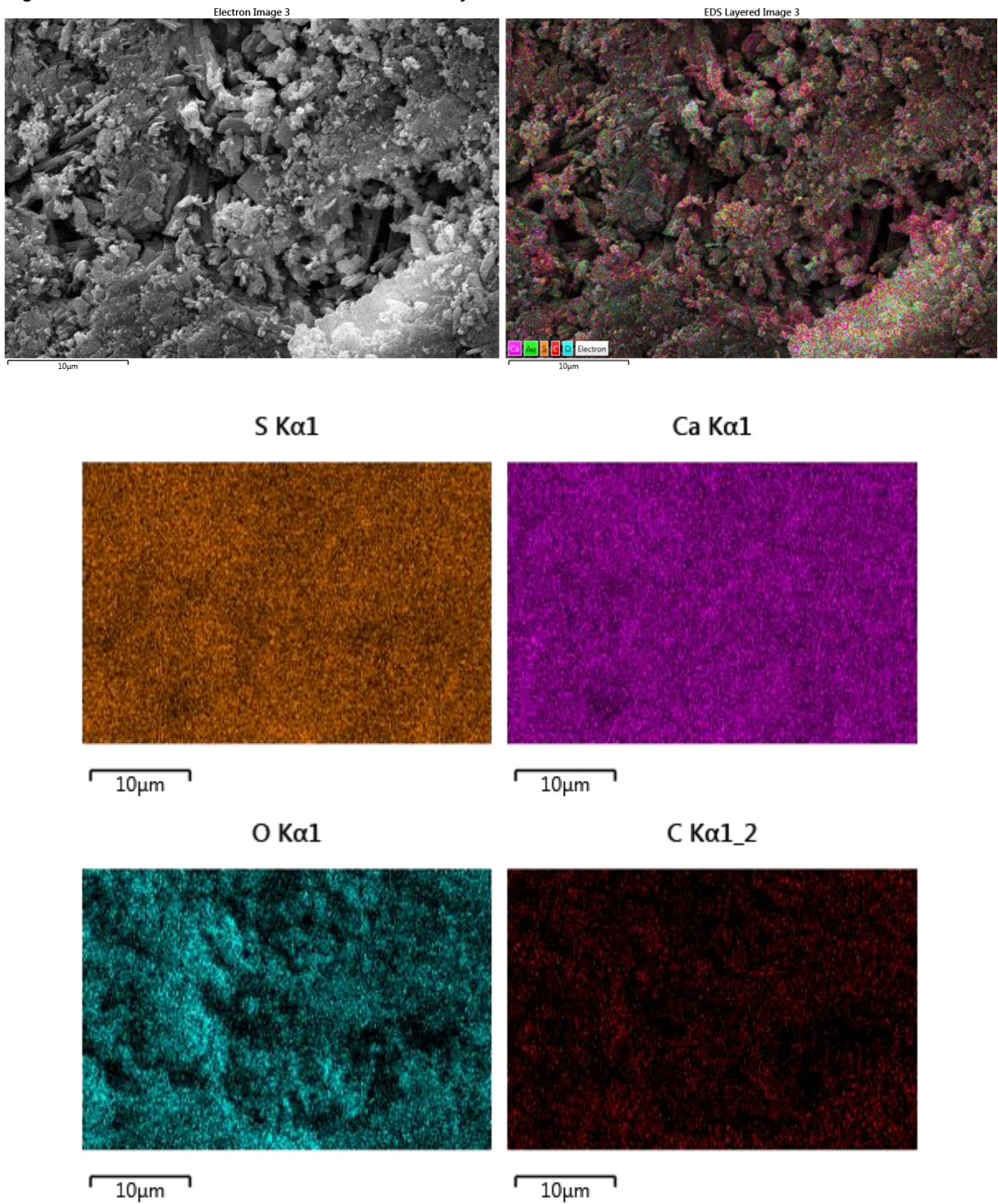
Figura 41 - Superfície de fratura da C0050 – Apresentação significativa de regiões clivadas. 200x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

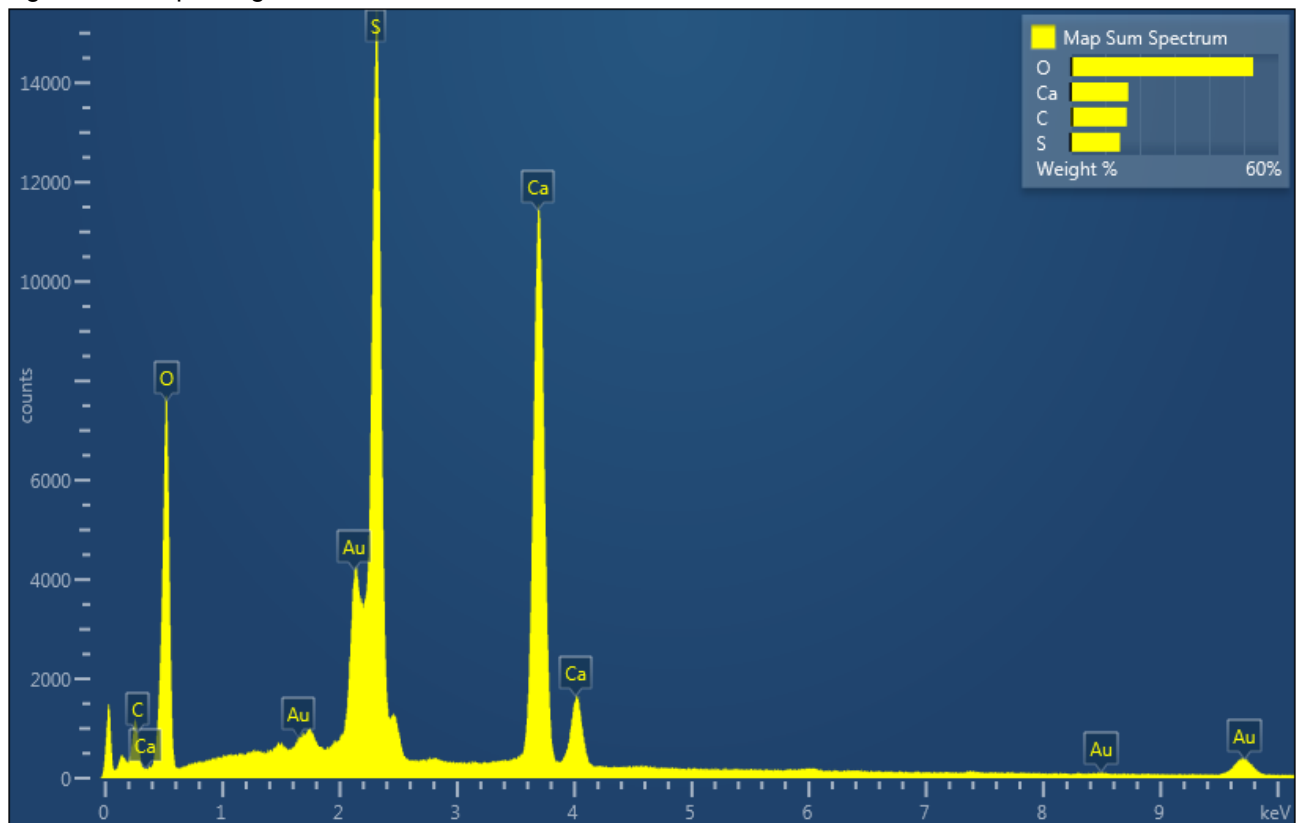
Foram feitas as análises de energia dispersiva de raios-X para verificar a distribuição dos átomos em uma região das amostras. Nesta etapa, as condições, em geral, apresentaram distribuição química homogênea. A Figura 42 mostra a imagem real e as imagens mapeadas quimicamente por elemento químico presente. Na Figura 43 tem-se a representação do espectro adquirido nesta análise.

Figura 42 – Análise de EDS realizada na condição C0040.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 43 – Espectrograma de EDS da amostra C0020.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.7. Considerações finais da etapa de determinação da relação a/g

Os resultados referentes a esta etapa foram essenciais para a tomada de decisão para a continuação deste projeto. Como visto anteriormente, as análises das propriedades mecânicas geram uma tendência de escolha pelos melhores resultados obtidos nas condições com relação a/g de 0,2 e 0,4. Apesar de apresentarem os melhores resultados, alguns fatores de comparação entre estas duas condições determinam a escolha para a próxima etapa. Dentre eles, têm-se as possibilidades de alcançar maiores níveis de dureza, resistência à compressão e à flexão na condição C0020.

Outro fator a ser analisado é o processo de produção dos blocos de gesso, onde se tem menor utilização de água na condição C0020, além de melhor trabalhabilidade, por se tratar somente de um pó úmido, diferente da C0040, que forma uma pasta viscosa e de difícil trabalhabilidade em moldes. Durante o processo de compressão da massa de gesso, parte da água é expulsa pelas frestas do molde,

o que nos demonstra perda de matéria-prima. Esse efeito é bastante acentuado em condições com maiores valores de relação a/g.

4.3.2ª Etapa – Misturas das matérias-primas

Nesta etapa, apresentam-se os resultados referentes às misturas, conforme citado na metodologia deste trabalho. Foram estudados os mesmos ensaios da etapa anterior, para meio de comparação e classificação do produto quanto às normas.

Tendo como base os resultados anteriores, a relação a/g escolhida para aplicar a esta etapa é a de 0,2. Neste caso usa-se 0,2 g de água para cada 1 g de mistura, sendo variada então a porcentagem de PCC na mistura, para verificar a influência deste resíduo nos blocos de gesso prensados.

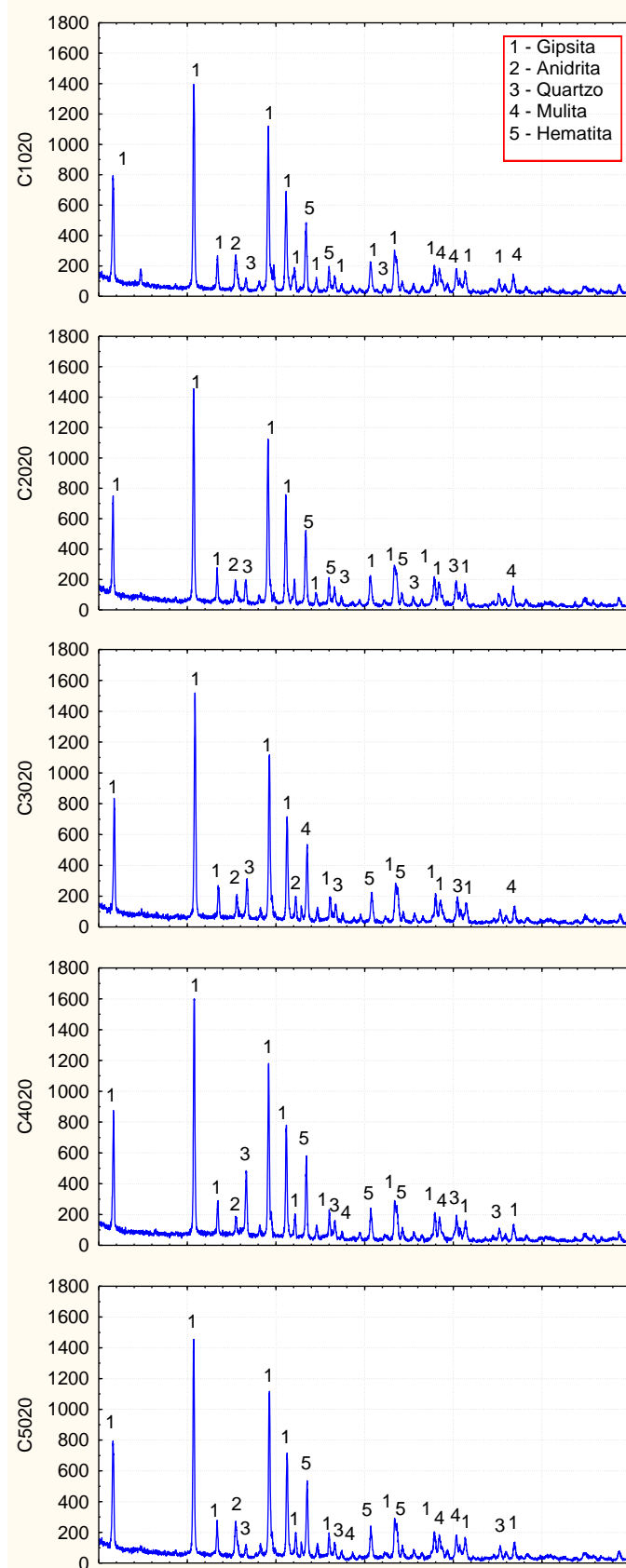
Como visto em diversos trabalhos envolvendo a incorporação do PCC como matéria prima de blocos cerâmicos para a construção civil, este possui característica pozolônica e a sua influência na resistência mecânica é conhecida. Entretanto, essa incorporação não tem sido estudada para blocos de gesso puro. Nesta etapa se estuda basicamente esse efeito.

4.3.1. Difração de Raios –X

Os ensaios de difração de raios-X para os corpos de prova misturados com gesso e PCC geraram difratogramas complexos e com bastante ruído. Isto, provavelmente ocorreu devido às várias fases presentes no material. Em geral, as fases presentes foram Gipsita e Anidrita (oriundas do gesso) e Quartzo, Mulita e Hematita, fases principais componentes do PCC.

O método de análise dos difratogramas não foi capaz de identificar significância quantitativa entre as condições, sendo necessária aplicação de técnicas mais complexas. Com isso, os gráficos se apresentaram semelhantes, com presença de picos mais intensos de Gipsita.

Figura 44 – Difratogramas das condições - 2ª Etapa



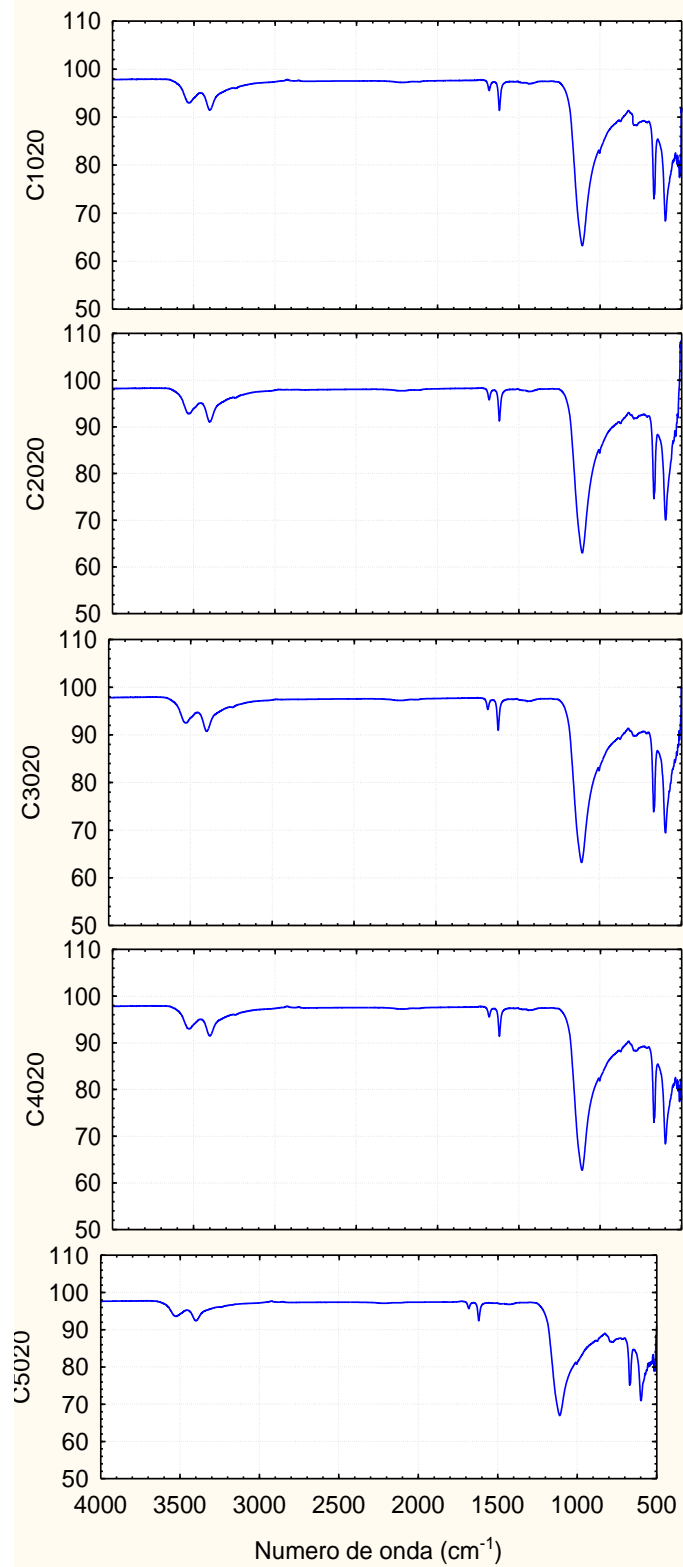
Fonte: Elaborado pelo autor.

A ocorrência das mesmas fases presentes nas matérias primas dá indícios de que os materiais não reagiram ou tiveram pouca reação entre si. Este resultado mostra que as fases podem ter se mantido mesmo após a hidratação e compactação dos blocos.

4.3.2. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Analogamente à análise de espectroscopia de absorção no infravermelho da etapa anterior, não foi possível verificar variação significativa entre as fases. Os grupamentos químicos analisados foram semelhantes aos apresentados na etapa anterior.

Figura 45 - Gráficos de Espectroscopia de absorção no Infravermelho das condições da 2ª etapa.

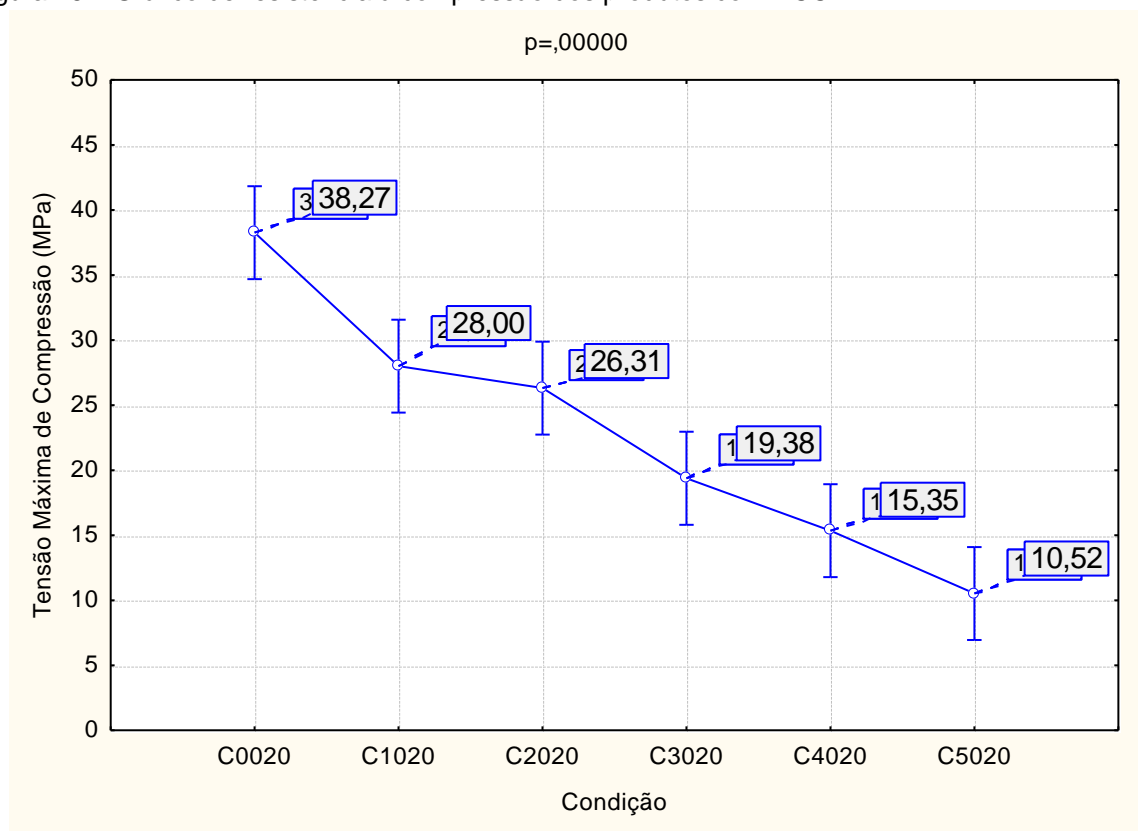


Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.3. Resistência à compressão

Quanto aos resultados de compressão das amostras produzidas com a mistura de PCC e Gesso sob a condição de relação água/mistura de 0,2, não foram animadores, pois a incorporação do PCC no gesso gerou resultado danoso ao produto. A Figura 47 mostra forte tendência de diminuição da resistência à compressão do produto gerado com o aumento da porcentagem de PCC. Pode-se ver que a tendência teve significância segundo o resultado da análise estatística do ANOVA.

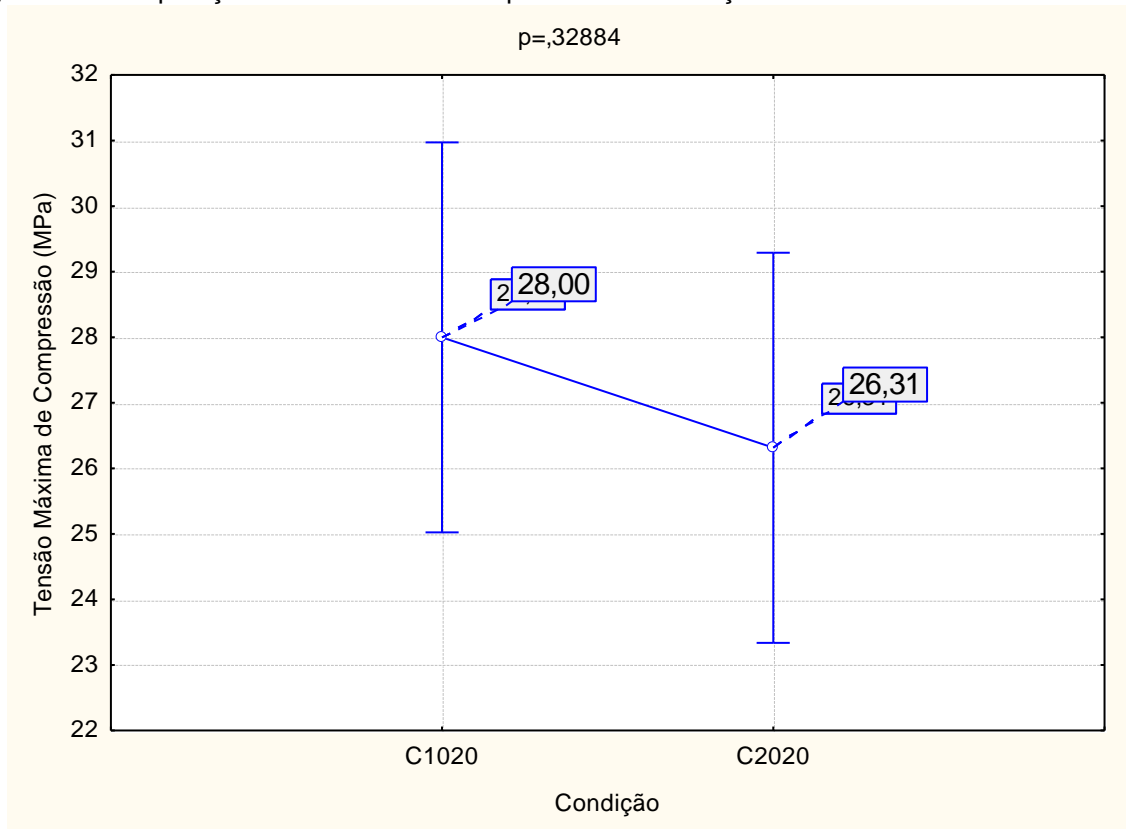
Figura 46 – Gráfico de resistência à compressão dos produtos com PCC



Fonte: Elaborado pelo autor.

O gráfico também demonstra a condição de referência escolhida na etapa anterior, onde se pode ver a grande diferença na resistência à compressão ao incorporar 10% de PCC na massa (aproximadamente 10 MPa). Outro resultado importante é sobre a influência do PCC na resistência à compressão quando evolui a incorporação de 10% para 20%, onde a variação do resultado foi mínima e não significativa ($p=0,32884$), como mostra a Figura 48.

Figura 47 - Comparação de resistência à compressão das condições C1020 e C2020.



Fonte: Elaborado pelo autor.

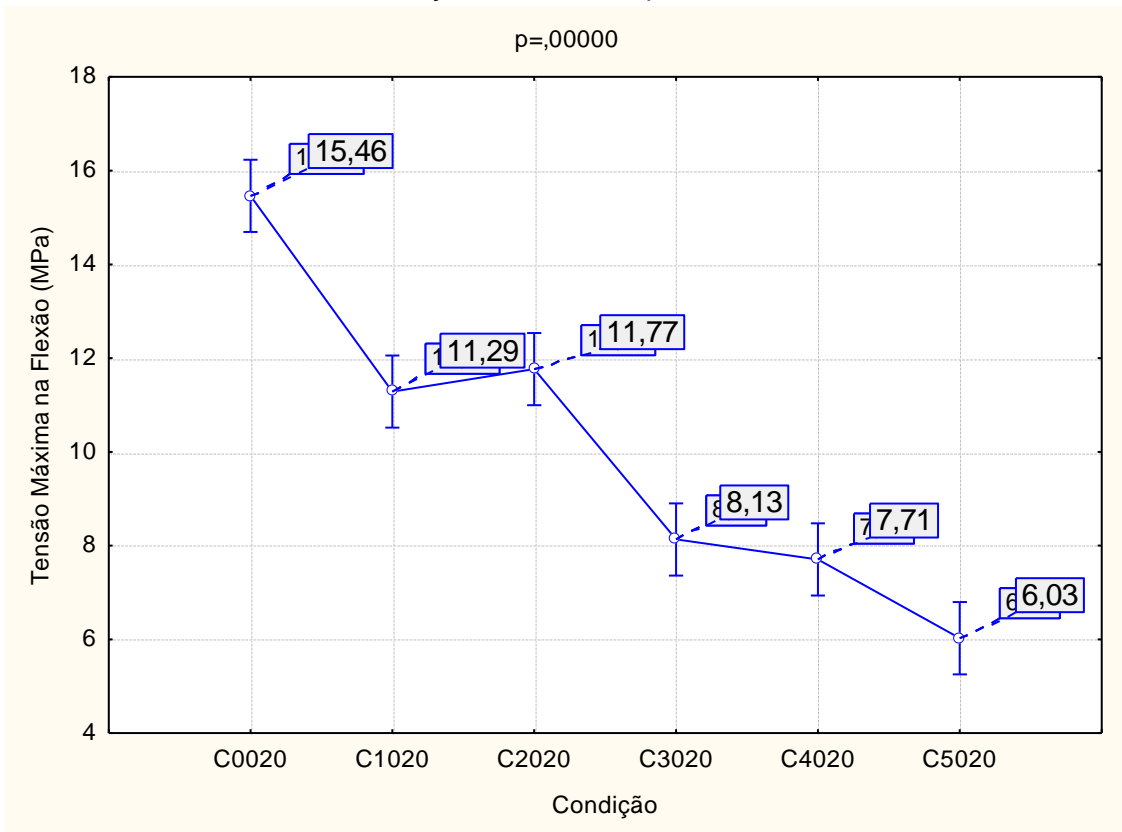
Apesar do resultado danoso, é válido destacar que a exigência mínima da norma NBR 13207 para a resistência à compressão é de 8,4 MPa, sendo que somente a condição de maior nível de PCC (C5020) obteve valores com esse baixo patamar no limite inferior do intervalo de confiança, podendo então ser desclassificada pela norma.

4.3.4. Resistência à tração na flexão

A seguir, serão apresentados os resultados referentes à resistência à tração na flexão para os corpos de prova fabricados com a incorporação do PCC. O gráfico mostrado na Figura 48 apresenta além dos resultados das 5 condições estudadas nesta etapa, o resultado da condição de referência, escolhida na etapa anterior.

Os dados obtidos mostram forte tendência em diminuição da resistência à tração na flexão. Quando comparadas as médias das condições, a condição C5020 chega a quase 1/3 da resistência da condição de referência (C0020). Como se sabe, a resistência à flexão é uma propriedade que se dá pela formação e ordenação dos cristais de gesso, é possível que a presença das partículas de PCC interfira com a ordenação e formação desses cristais durante o processo de umidificação e prensagem da mistura.

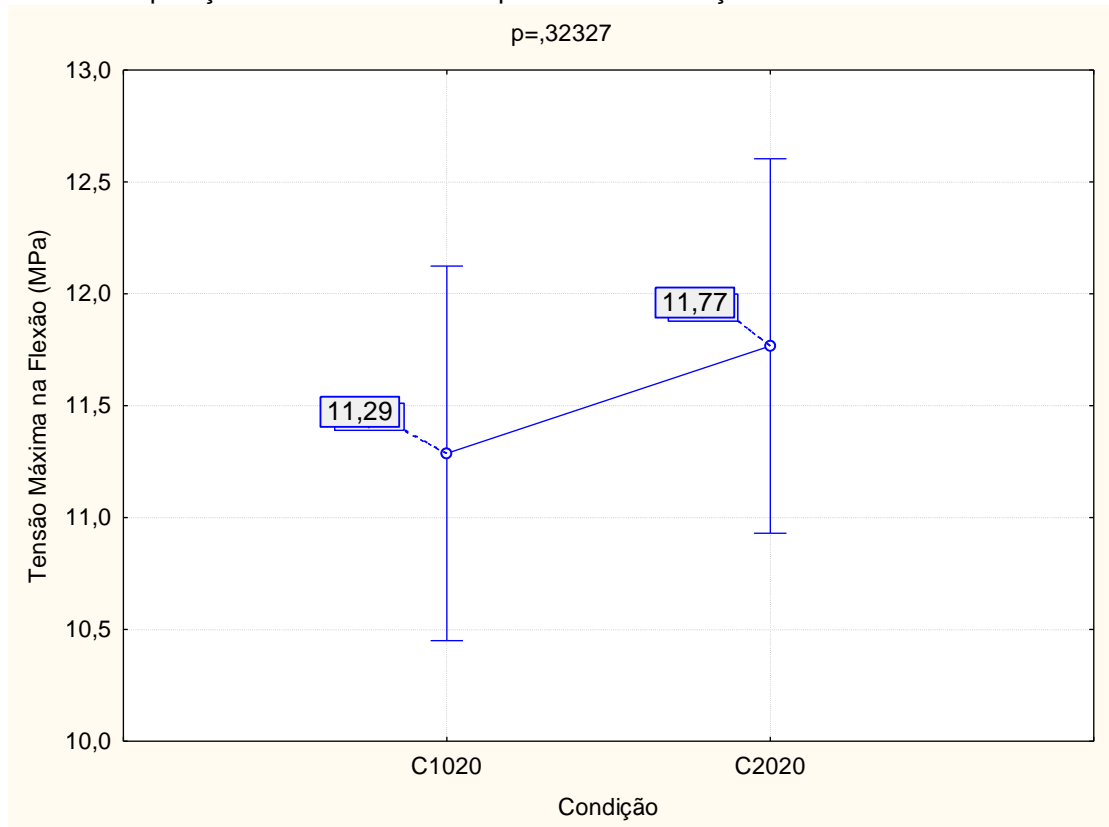
Figura 48 - Gráfico de resistência à tração na flexão dos produtos com PCC



Fonte: Elaborado pelo autor.

Em comparação ao resultado de resistência à compressão, as condições C1020 e C2020 apresentaram valores similares em resistência à tração na flexão, mantendo então o nível de resistência com a adição de PCC na mistura. A Figura 50 mostra a comparação isolada destas duas condições. As demais condições, com maiores teor de PCC, apresentaram tendência à diminuição gradativa da resistência.

Figura 49 - Comparação de resistência à compressão das condições C1020 e C2020.



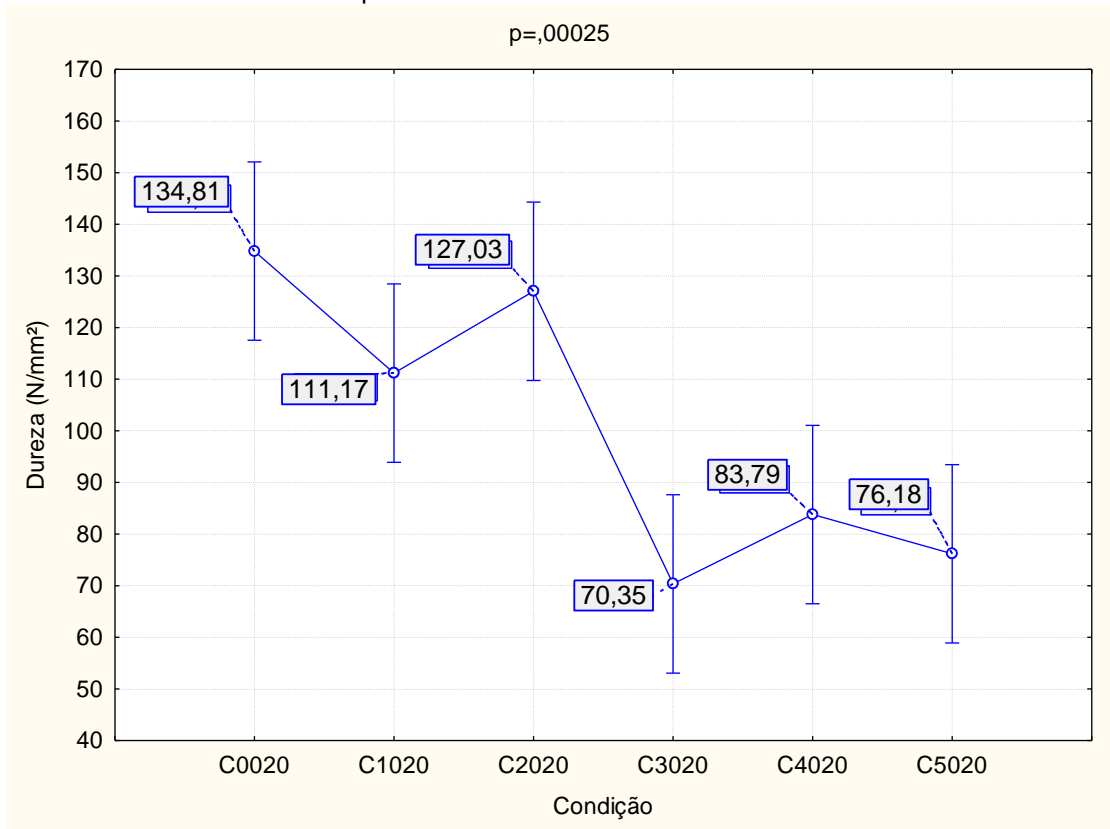
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.5. Dureza

Os resultados obtidos nos ensaio de dureza dos corpos de prova desta etapa geraram o gráfico comparativo da figura abaixo. Em geral, o efeito do acréscimo de PCC no gesso teve influência significativa na diminuição da dureza, porém, vê-se que a incorporação de 10% de PCC na mistura causou leve diminuição da dureza, sendo inconsistente afirmar que houve significância.

Percebe-se que a dureza permanece praticamente constante entre as condições C3020, C4020 e C5020, porém em patamar menor que as demais condições estudadas. Isso se dá devido à brusca diminuição de dureza ao aumentar a participação de PCC na mistura de 20% para 30%. Acredita-se que a participação dos componentes presentes no PCC acima de 30% afeta efetivamente a formação dos cristais de gipsita.

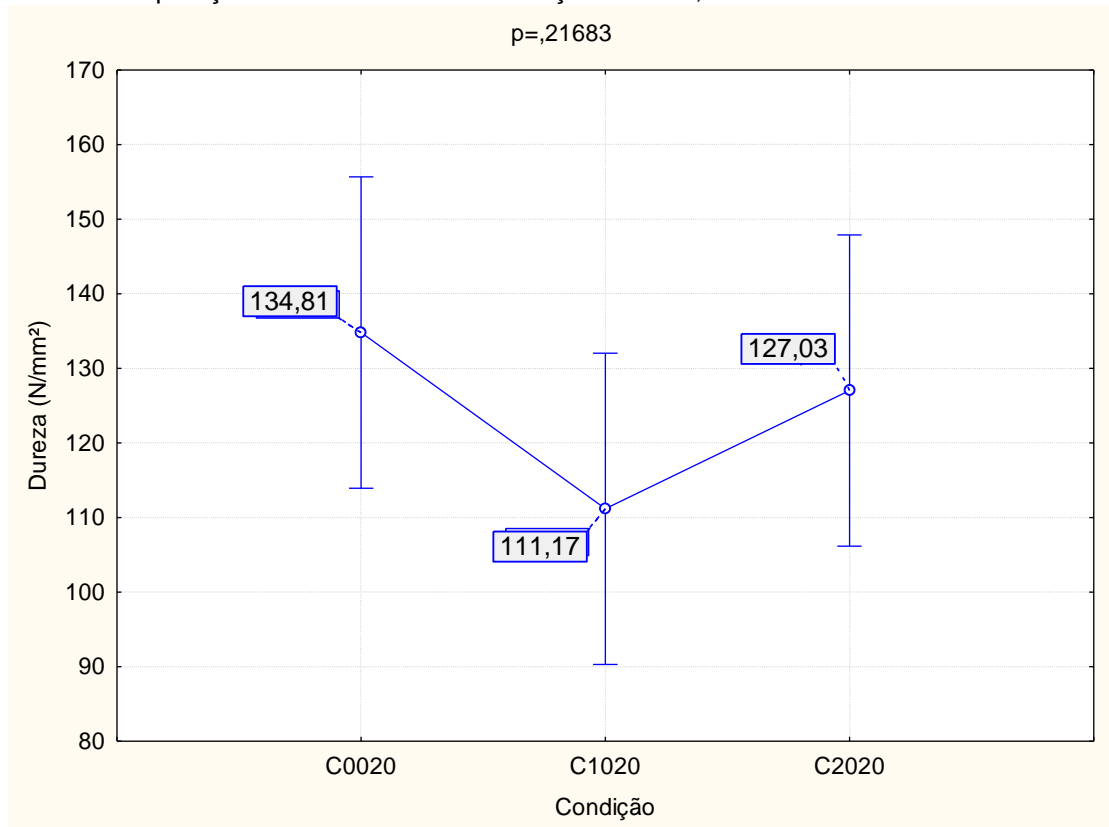
Figura 50 - Gráfico de dureza dos produtos com PCC.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 52 mostra a comparação exclusiva das condições com 0%, 10% e 20% de PCC. Pode-se ver que não há variação significativa. Este resultado nos mostra que adições de até 20% de PCC não afetam a dureza do material gerado, quando em comparação a condição padrão (somente gesso).

Figura 51 – Comparação de dureza entre as condições C0020, C1020 e C2020.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.6. Microscopia Eletrônica de Varredura

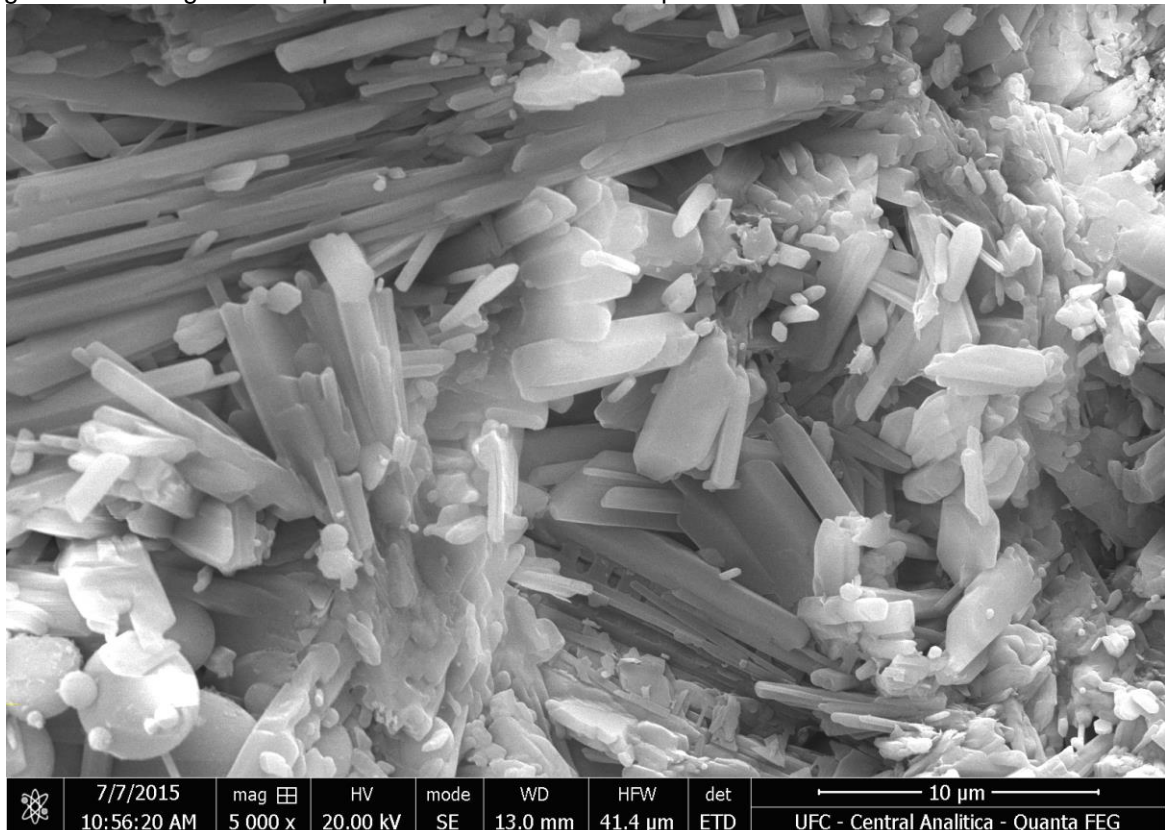
Analogamente à etapa anterior deste trabalho, as amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura para se avaliar os efeitos da incorporação de PCC sobre as propriedades mecânicas. As análises foram feitas de modo qualitativo (morfologia, distribuição dos cristais e etc.) e quantitativo (análise química de EDS).

As microestruturas do gesso se mostraram semelhantes às estudadas na etapa anterior, porém a presença do PCC nas novas condições proporcionou a visualização de partículas esféricas no material como se pode ver nas figuras abaixo. Esse resultado também foi verificado por outros pesquisadores que utilizaram o mesmo resíduo, como o caso de TEIXEIRA (2013) e SILVA (2013).

Em geral, foram observadas mais partículas esféricas no material com o aumento da participação do PCC, de forma qualitativa. Nas figuras abaixo, pode-se ver os cristais de gipsita e as esferas bem definidas para a condição C2020. Esse

fator explica a tendência de diminuição das propriedades mecânicas (em geral) com o aumento da participação do PCC na matéria produzida, pois a fase esférica interfere no crescimento dos cristais de gipsita e diminui também o contato e entrelaçamento entre os cristais, que é um dos fatores de grande relevância nas propriedades mecânicas.

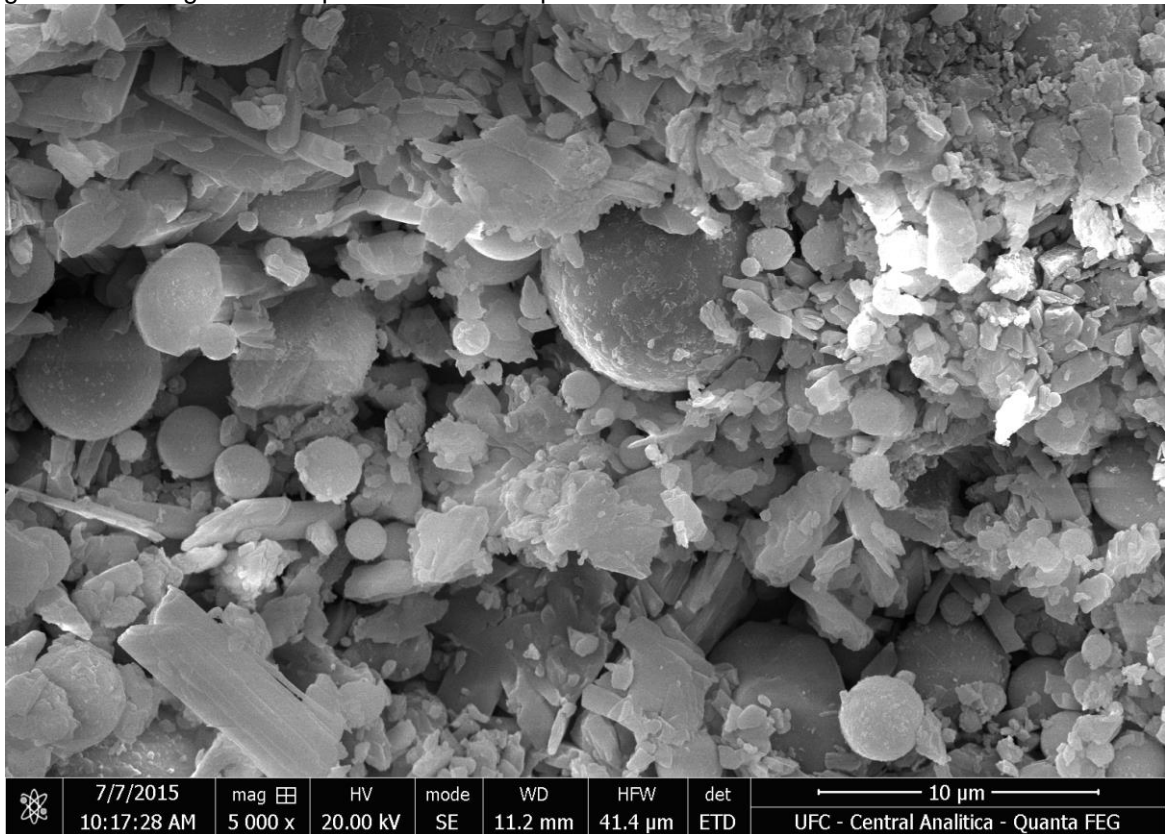
Figura 52 - Micrografia da superfície de fratura da C2020 por MEV. 5000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

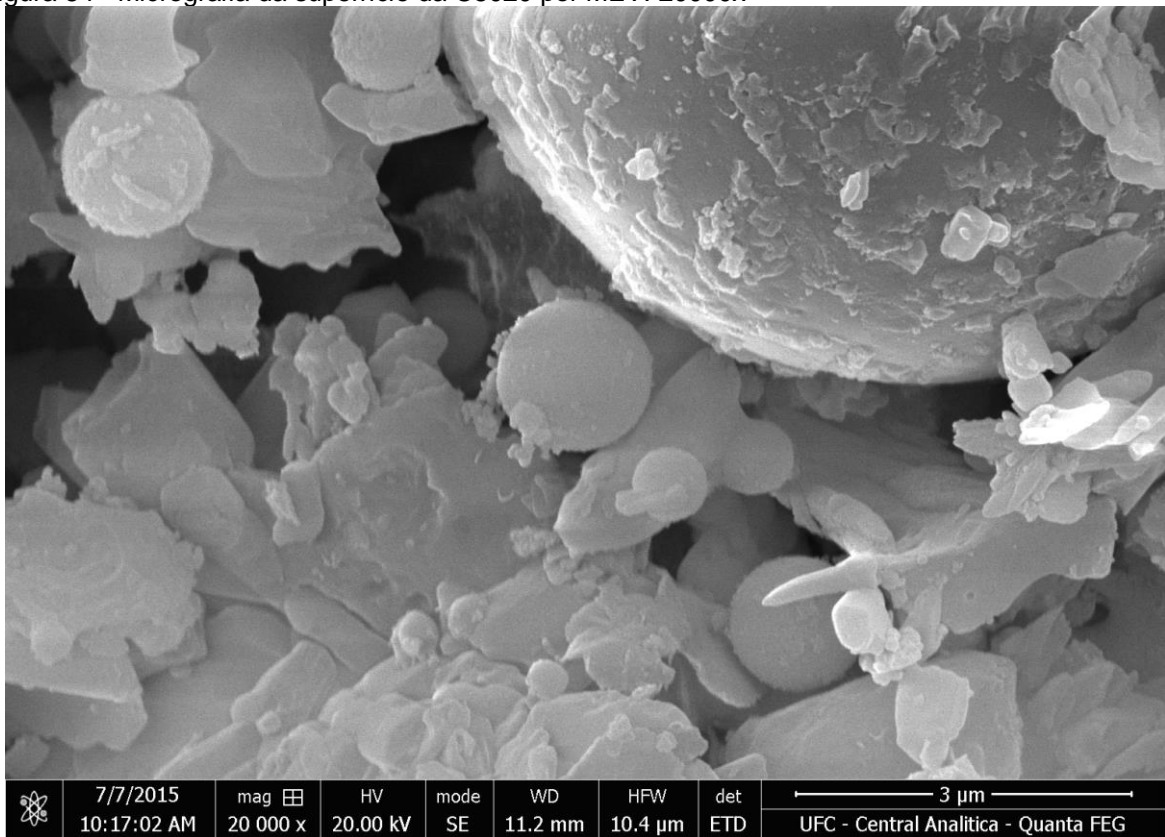
Outro fator que se pode observar é o fato das esferas possuírem diâmetros bastante distintos, o que interfere mais fortemente no crescimento dos cristais por terem superfícies de contato mais heterogêneas. Como se pode ver na figura a seguir, a distribuição granulométrica da fase esférica é bastante heterogênea na condição C5020. Este fenômeno foi visualizado nas demais condições desta etapa. A Figura 55 mostra a micrografia com baixa ampliação (200x) da condição C2020, demonstrando grandes esferas visíveis na superfície de fratura e superfícies arredondadas, onde se propagou a fratura e existiam esferas.

Figura 53 - Micrografia da superfície da C5020 por MEV. 5000x.



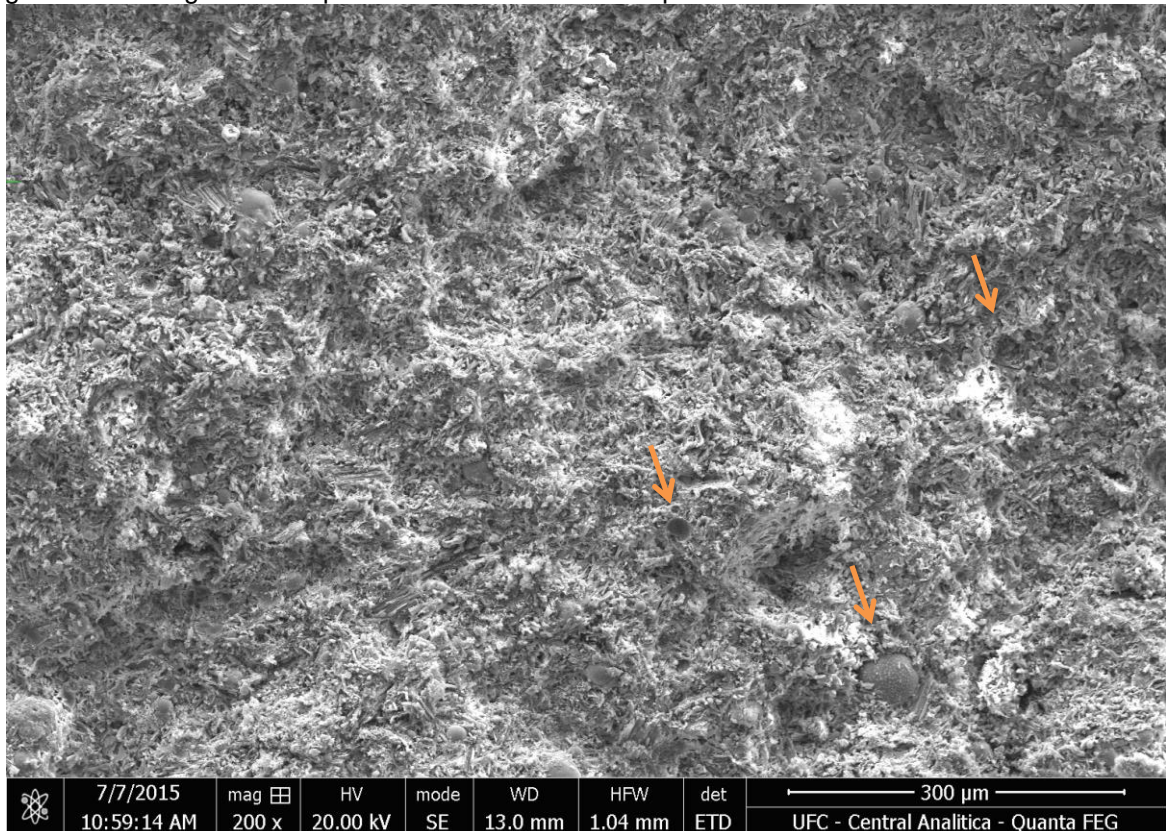
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 54 - Micrografia da superfície da C5020 por MEV. 20000x



Fonte: Elaborado pelo autor.

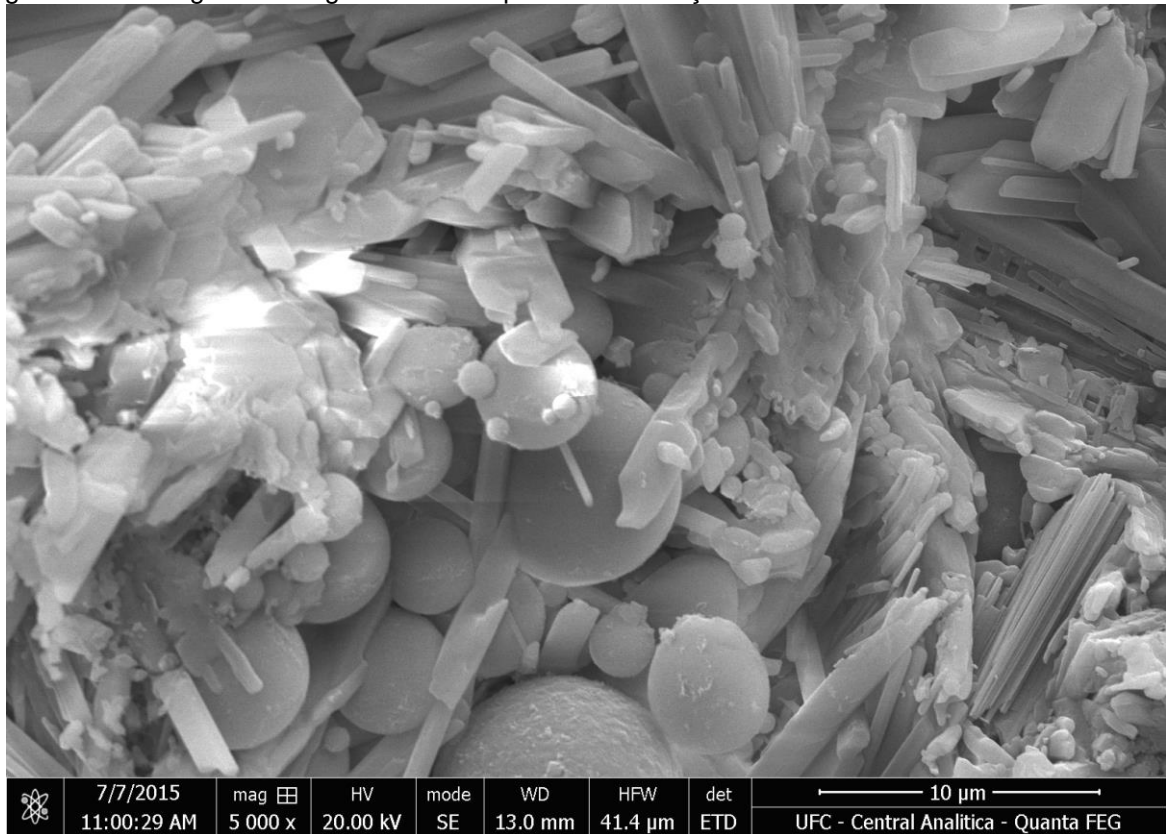
Figura 55 - Micrografia da superfície de fratura da C2020 por MEV. 200x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Analogamente a etapa anterior, foi feita a análise de EDS nos corpos de prova desta nova seção. Segundo as análises, foi visto que as fases esféricas tendem a se aglomerar em regiões, formando núcleos com esferas de diversos diâmetros. Pôde-se observar, nas análises de composição química, feitas em varredura de regiões das amostras que as fases esféricas concentram os elementos químicos típicos do PCC, como Si, Al, Fe, K e outros. A Figura 57 mostra a aglomeração das fases esféricas e, em seguida, a Figura 58 mostra a análise de EDS desta mesma região comprovando a diferença de composição entre o aglomerado e os cristais de gipsita (matriz da matéria).

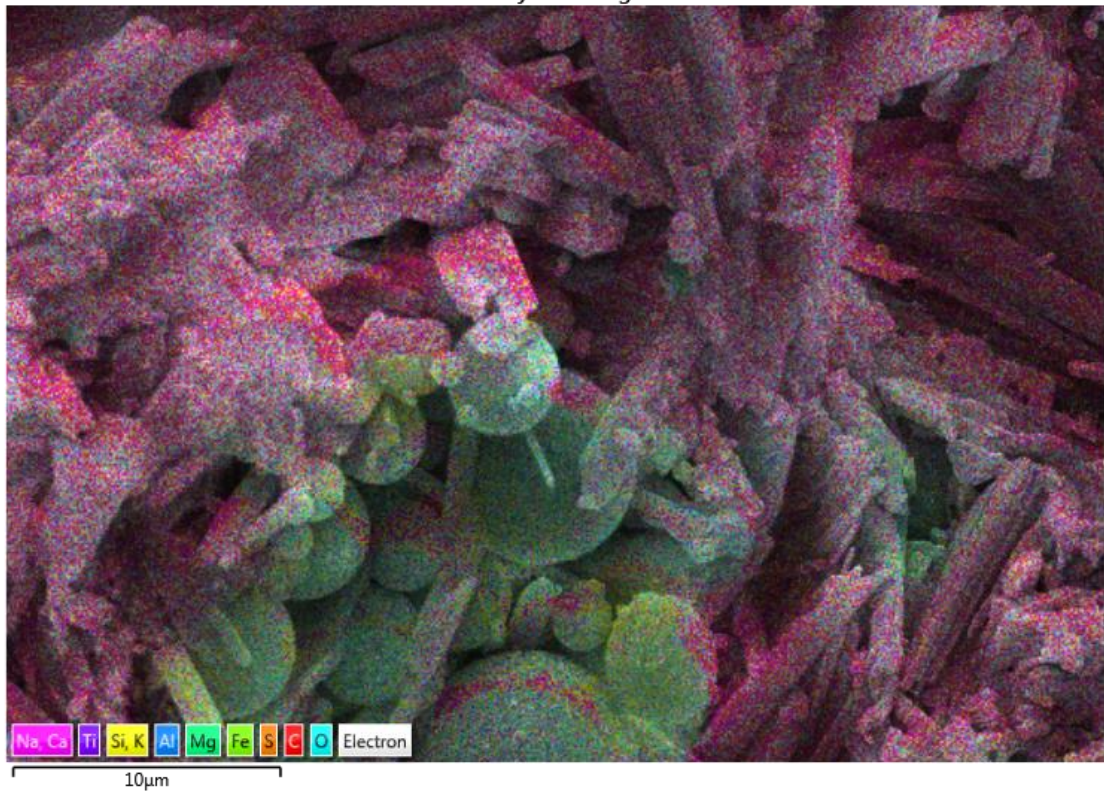
Figura 56 – Micrografia da região analisada por EDS. Condição C2020.

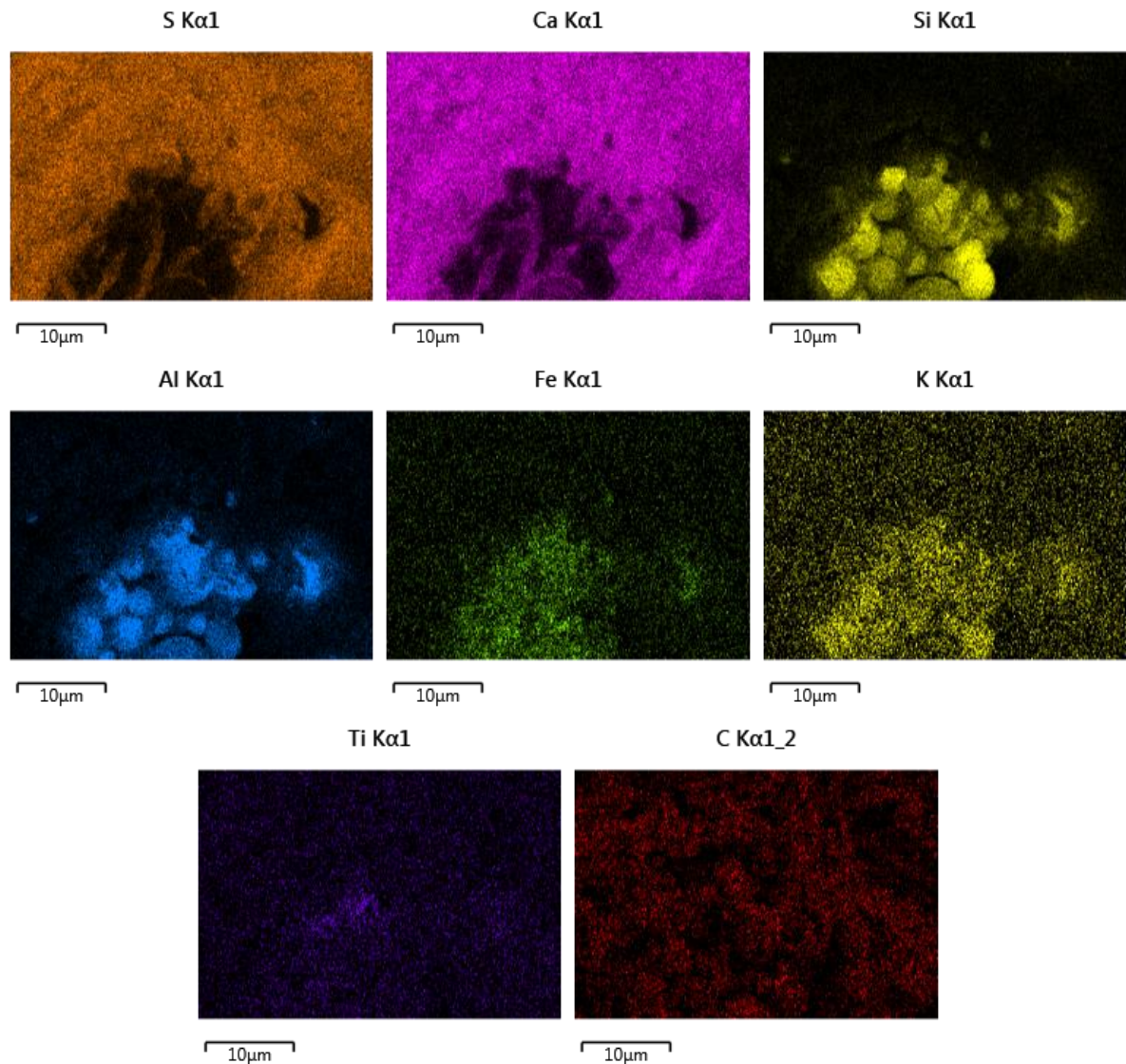


Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 57 – Análise de EDS na condição C2020.

EDS Layered Image 7





Fonte: Elaborado pelo autor.

Como se pode ver claramente, os elementos típicos da gipsita (Ca e S) estão distribuídos distintamente em relação aos elementos exclusivos do PCC (Si, Al e Fe). Estes últimos estão localizados preferencialmente nos aglomerados esféricos, comprovando que esta fase é oriunda do PCC e que não houve reação química com os componentes do gesso, durante os processos de dissolução e formação dos cristais.

Como visto nas análises químicas por fluorescência e difração, o PCC apresentou uma parcela de aproximadamente 8% de CaO e SO₃ na forma de bassanita (gipsita hemidratada). Porém as regiões de aglomeração das fases esféricas apresentaram pouca ou nenhuma incidência de Ca e S, pela análise de

EDS. Com isso, é possível que estes componentes tenham reagido com o gesso da mistura, por se tratarem do mesmo material.

Pode-se ver, também, que há incidência significativa de carbono (C), que não pôde ser detectado nas outras análises. Porém, pela técnica do EDS, visualiza-se que este elemento se apresentou bastante dispersivo, tanto na região aglomerada de fases esféricas como na matriz de gipsita dihidratada.

5. Conclusões

Quanto à análise dos resultados obtidos na etapa de avaliação da quantidade de ligantes, podem-se concluir as seguintes afirmações:

- O método de prensagem do gesso para produção de blocos melhora consideravelmente as propriedades mecânicas, tendo em vista que os níveis foram superiores aos exigidos pelas normas brasileiras regulamentadoras.
- A relação a/g é um fator de influência fundamental nas propriedades mecânicas do gesso, pois o controle das quantidades de água de ligação, de confinamento e livre é essencial para a boa formação cristalina.
- As condições C0020 e C0040 apresentaram melhores resultados, quanto às propriedades mecânicas. A condição C0020 apresentou melhores condições produtivas, apesar de consumir menos água, sendo então escolhida como base para a etapa posterior.

Tendo como base os resultados apresentados nas secções anteriores quanto à influência nas propriedades mecânicas pela incorporação dos produtos da combustão do carvão em gesso, pode-se concluir que:

- A incorporação de PCC na mistura, em substituição do gesso, afetou negativamente as propriedades mecânicas em geral, quando comparado com a condição padrão.
- Apesar do resultado deletério, as condições estudadas com incorporação de PCC, atenderam as exigências mecânicas da NBR 12129, exceto no caso da C5020, onde a resistência à compressão atinge níveis abaixo de 8,4 MPa.
- Os efeitos danosos do PCC foram observados de maneira mais acentuada quando se aumenta de 20% para 30%, o teor de incorporação desses produtos ao gesso.

- Segundo os resultados obtidos, a incorporação de 20% de PCC em substituição ao gesso permite que esse produto atenda às normas brasileiras no que diz respeito às suas propriedades mecânicas, além de proporcionar reaproveitamento do resíduo.
- A incorporação do PCC, afetou as propriedades mecânicas do produto, provavelmente, devido à sua geometria e distribuição granulométrica.
- Foi identificado que o PCC, ou parte dele, não reagiu com o gesso durante o processo de hidratação, segundo as análises de MEV e EDS. Sendo necessário um estudo mais aprofundado para confirmar e quantificar essa afirmativa.

6. Sugestões para trabalhos futuros/ Recomendações

- Realizar o estudo, visando à melhoria dos parâmetros de saída, porém explorando uma faixa mais estreita entre 0,1 e 0,2 e/ou 0,3 e 0,4 de relação a/g.
- Analisar, em detalhes, as possíveis reações entre o gesso e PCC.
- Incorporar uma solução polimérica ligante ao bloco de gesso, utilizando o método de prensagem.
- Utilizar outros tipos de gesso, como fosfogesso, dessulfogesso e gesso de melhor qualidade, tipo alfa.

7. Referências

ABCM. <http://www.carvaomineral.com.br/>. **Associação Brasileira de Carvão Mineral**. Disponível em: <<http://www.carvaomineral.com.br/arquivos/riotinto.jpg>>. Acesso em: 21 Agosto 2014.

AMORÓS ALBERO, J. L. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde**. Universidad de Valência. Valência, p. 23 - 28. 2000a.

AMORÓS ALBERO, J. L. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte II: A Compactação**. Universitat Jaume I. Castellón, p. 14 - 20. 2000b.

ANEEL. Carvão Mineral. In: ANEEL **Atlas de energia elétrica**. 3ª. ed. Brasília: [s.n.], 2008. Cap. 9, p. 129- 142. ISBN ISBN: 978-85-87491-10-7.

ANTUNES, R. P. D. N. **Estudo da influência da cal hidratada nas pastas de gesso**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo , p. 145. 1999.

AVELAR, T. D. C. **Otimização da produção de pré-moldados de gesso de alta resistência a partir de gesso de baixo desempenho mecânico**. Universidade Católica de Pernambuco. Recife, p. 87. 2012. (666.913).

BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. D. F.; LUZ, A. B. D. Gipsita. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas Minerais Industriais: Usos e Especificações**. 2ª. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. Cap. 23, p. 505 - 526.

BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. F.; LUZ, A. B. Gipsita. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas e Minerais Industriais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. Cap. Gipsita, p. 449 - 470.

BELMILOUDI, A.; MEUR, G. L. Mathematical and numerical analysis of dehydration of gypsum plasterboards exposed to fire. **Elsevier: Applied Mathematics and Computation**, n. 165, p. 1023 - 1041, 2005. ISSN doi:10.1016.

CANUT, M. M. C. **Estudo da viabilidade do uso do resíduo fosfogesso como material de construção**. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2006.

CAVALCANTI, L. B. **Determinação de condições operacionais adequadas na desidratação do minério de gipsita para obtenção de um gesso beta reciclável.** Universidade Católica de Pernambuco. Pernambuco, p. 88. 2006.

CHERIAF, M.; ROCHA, J. C. **Caracterização dos resíduos industriais do estado de Santa Catarina e as possibilidades de valorização na construção civil.** Encontro Nacional sobre Edificações e Comunidades Sustentáveis. Canela - RS, p. 81 a 86. 1997.

DANA, H. **Manual de mineralogia.** São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1976.

FERRET, L. S. **Zeólitas de cinzas de carvão: síntese e uso.** Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2004.

HANSEN, W. C. Hydration of calcined gypsum. **Industrial and Engineering Chemistry**, 22, n. 6, Junho 1930. 611-613.

HINCAPIÉ, A. M. et al. Revestimento de Gesso I. **Téchne**, n. 21, p. 44 - 47, mar/abr 1996.

HINCAPIÉ, A. M.; CINCOTTO, M. A. Efeito de retardadores de pega no mecanismo de hidratação e na microestrutura do gesso de construção. **Ambiente Construtivo**, São Paulo, v. I, n. 2, p. 7 - 17, 1997. ISSN ISSN 1415-8876.

JOHN, V. M. **Repensando o papel da cal hidratada nas argamassas.** Simposio Brasileiro de Tecnologia de Argamassas. São Paulo, p. 47 - 62. 2003.

JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Gesso de Construção Civil. In: ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciencia e engenharia de materiais.** São Paulo: IBRACON, 2007. Cap. 22.2, p. 727 - 760.

KANNO, W. M. **Propriedades Mecânicas do gesso de alto desempenho.** Universidade de São Paulo. São Carlos. 2009.

LEWRY, A. J.; WILLIAMSON, J. The setting of gypsum plaster. Part II - The development of microstructure and strength. **Journal of materials science**, n. 29, p. 5524 - 5528, 1994.

PINHEIRO, S. M. D. M. **Gesso reciclado: Avaliação de propriedades para uso em componentes.** UNICAMP. Campinas, p. 299. 2011.

RIBEIRO, C. C.; PINTO, J. D. S.; STARLING, T. **Materiais de construção civil.** 2ª. ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2002.

SANTOS, V. A. **Fundamentos sobre processos de produção de gesso a partir da desidratação térmica da gipsita.** Universidade Federal de Pernambuco. Recife. 1998.

SILVA, M. G. D.; SILVA, V. G. D. Painés de vedação. In: SILVA, M. G. D.; SILVA, V. G. D. **Manual da Construção do Aço.** Rio de Janeiro: IBS/CBCA, 2004. Cap. 5, p. 51 - 56. ISBN ISBN 85-89819-04-3.

SILVA, M. V. D. **Desenvolvimento de tijolos com incorporação de cinzas de carvão e lodo provenientes de estação de tratamento de água.** Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares. São Paulo, p. 131. 2011.

SILVA, S. A. **Estudo dos produtos da combustão do carvão mineral e da borra de alumínio para aplicação na construção civil.** Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, p. 74. 2013.

SUGUIO, K. **Geologia Sedimentar.** São Paulo: Edgard Blucher, 2003.

TEIXEIRA, J. M. C. **Utilização dos produtos da combustão do carvão mineral como aditivos na produção de argamassa para revestimento.** Universidade Federal do Ceará. Fortaleza. 2013.

WORLCOAL. www.worldcoal.org. **worldcoal**, 2006. Acesso em: 21 Agosto 2014.