

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA**

**JULIANE DA SILVA DÁVILA**

**ESTUDO DA VIABILIDADE, EM TERMOS DE DESEMPENHO TÉRMICO, DE  
PLACAS CERÂMICAS COM A INSERÇÃO DE 8% DE AEROGEL SINTETIZADO  
PELO MÉTODO SOL-GEL À PRESSÃO AMBIENTE**

**Alegrete  
2018**

**JULIANE DA SILVA DÁVILA**

**ESTUDO DA VIABILIDADE, EM TERMOS DE DESEMPENHO TÉRMICO, DE  
PLACAS CERÂMICAS COM A INSERÇÃO DE 8% DE AEROGEL SINTETIZADO  
PELO MÉTODO SOL-GÉL À PRESSÃO AMBIENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia – PPEng da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de concentração: Tecnologia de Materiais

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Sílvia Margonei Mesquita Tamborim

Coorientador: Prof. Dr. Marco Antonio Durlo Tier

**Alegrete  
2018**

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos  
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do  
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais) .

D259e Dávila, Juliane da Silva

Estudo da viabilidade, em termos de desempenho  
térmico, de placas cerâmicas com a inserção de 8% de  
aerogel sintetizado pelo método sol-gel à pressão  
ambiente / Juliane da Silva Dávila.

157 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do  
Pampa, MESTRADO EM ENGENHARIAS, 2018.

"Orientação: Sílvia Margonei Mesquita Tamborim".

1. desempenho térmico. 2. placas cerâmicas. 3.  
aerogel. I. Título.

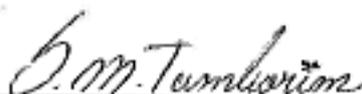
JULIANE DA SILVA DÁVILA

ESTUDO DA VIABILIDADE, EM TERMOS DE DESEMPENHO TÉRMICO, DE  
PLACAS CERÂMICAS COM A INSERÇÃO DE 8% DE AEROGEL  
SINTETIZADO PELO MÉTODO SOL-GEL À PRESSÃO AMBIENTE

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação *Stricto  
Sensu* em Engenharia – PPEng da  
Universidade Federal do Pampa,  
como requisito parcial para obtenção  
do título de Mestre em Engenharia.  
Área de concentração: Tecnologia de  
Materiais

Dissertação defendida e aprovada em: 18 de dezembro de 2018.

Banca examinadora:



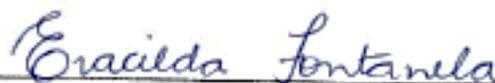
---

Prof.ª Dr.ª Silvia Margonei Mesquita Tamborim  
Orientadora / UNIPAMPA – UFRGS



---

Prof. Dr. Marco Antonio Durlo Tier  
Coorientador / UNIPAMPA



---

Prof.ª Dr.ª Eracilda Fontanela  
Examinador / UNIPAMPA



---

Prof.ª Dr.ª Simone Dornelles Venquiaruto  
Examinador / UNIPAMPA

## RESUMO

Este trabalho tem o objetivo de avaliar a viabilidade, em termos de desempenho térmico, de placas cerâmicas com a inserção de 8% de aerogel sintetizado pelo método sol-gel à pressão ambiente. O aerogel, após sintetizado, foi caracterizado quimicamente pela espectroscopia de infravermelho e fisicamente pela Teoria da Adsorção Multimolecular – BET. Foram produzidas quatro formulações de placas cerâmicas: uma composta por 100% argila vermelha, outra formada por 92% argila vermelha e 8% aerogel, uma terceira constituída por 100% argila branca e uma última contendo 92% argila branca e 8% aerogel. As placas cerâmicas foram fabricadas mediante o seguinte processo: moagem via seca, conformação por prensagem uniaxial a 15 MPa, secagem de 48 horas e monoqueima à 950°C, 1100°C e 1300°C. Após produzidas, estas foram caracterizadas em termos mecânicos através do ensaio de resistência à flexão em três pontos. As amostras que atingiram o mínimo requerido pela normativa vigente para esta propriedade, foram caracterizadas química, física e termicamente, as demais foram descartadas do estudo. A caracterização química foi realizada através da análise de difração de raios X. A caracterização física foi assegurada pelos ensaios de microscopia eletrônica de varredura – MEV, absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente, retração linear de queima e perda de massa ao fogo. A caracterização térmica se deu pelo ensaio de condutividade térmica. Os resultados indicaram que o aerogel sintetizado à pressão ambiente não apresenta reprodutibilidade. A síntese demonstrou êxito em termos químicos e físicos, confirmado pelas bandas de grupamento silanol, siloxano e metil silano e pela classificação mesoporosa, respectivamente. As placas com argila branca demonstraram resistência mecânica satisfatória, já as de base vermelha não atingiram o mínimo exigido pela norma brasileira. A adição de aerogel nas cerâmicas de base branca aumentou em 20,68% a absorção de água, 12,61% a porosidade aparente, 6,85% a retração de queima e 8,77% a perda de massa ao fogo e reduziu em 17,41% a resistência à flexão, 14,70% a densidade aparente e 7,85% a condutividade térmica. Logo, a inserção de 8% aerogel em placas cerâmicas é inviável em termos de desempenho térmico dados os elevados custos para a produção do aerogel.

Palavras-Chave: desempenho térmico, placas cerâmicas, aerogel.

## ABSTRACT

This work has the objective of evaluating the thermal performance of ceramic plates with the insertion of 8% of airgel synthesized by the sol-gel method at ambient pressure. The airgel, after being synthesized, was chemically characterized by infrared spectroscopy and physically by the Multimolecular Adsorption Theory - BET. Four ceramic plate formulations were made: one composed of 100% red clay, the other composed of 92% red clay and 8% aerogel, a third consisting of 100% white clay and one containing 92% white clay and 8% aerogel. The ceramic plates were manufactured by the following process: dry milling, uniaxial pressing forming at 15 MPa, 48 hour drying and monocoima at 950°C, 1100°C and 1300°C. After being produced, these were characterized mechanically by the three-point flexural strength test. The samples that reached the minimum required by current regulations for this property were characterized chemically, physically and thermally, the others were discarded from the study. The chemical characterization was carried out by X - ray diffraction analysis. The physical characterization was ensured by scanning electron microscopy (SEM), water absorption, apparent porosity, apparent density, linear burning retraction and fire mass loss. The thermal characterization was carried out by the thermal conductivity test. The results indicated that airgel synthesized at ambient pressure does not show reproducibility. The synthesis demonstrated chemical and physical success, confirmed by the silanol, siloxane and methyl silane grouping bands and the mesoporous classification, respectively. The plates with white clay showed satisfactory mechanical resistance, while the red ones did not reach the minimum required by the Brazilian standard. The addition of airgel in the white base ceramics increased water absorption by 20.68%, the apparent porosity by 12.61%, the burning retraction by 6.85% and the loss of mass by fire by 8.77%. 17.41% the flexural strength, 14.70% the apparent density and 7.85% the thermal conductivity. Therefore, the insertion of 8% airgel in ceramic plates is not feasible in terms of thermal performance given the high costs for the production of airgel.

Key words: thermal performance, ceramic plates, airgel.

## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 1 – Fluxograma do processo de fabricação de placas cerâmicas .....           | 39 |
| Figura 2 – Fluxograma dos procedimentos metodológicos .....                         | 52 |
| Figura 3 – Argila vermelha .....  | 56 |
| Figura 4 – Argila branca .....  | 57 |
| Figura 5 – Carbonato de sódio .....   | 58 |
| Figura 6 – Preparação da solução .....  | 59 |
| Figura 7 – Solução mantida em refluxo à 70°C .....                                  | 60 |
| Figura 8 – Produto em seu estado sol.....   | 61 |
| Figura 9 – Produto em seu estado gel .....  | 61 |
| Figura 10 – Moagem do produto para lavagem com n-hexano.....                        | 62 |
| Figura 11 – Lavagem do produto com n-hexano.....                                    | 63 |
| Figura 12 – Produto na etapa de secagem à pressão e temperatura ambiente .....      | 63 |
| Figura 13 – Possíveis reações do precursor TEOS .....                               | 64 |
| Figura 14 – Possíveis reações do modificador de superfície TMCS .....               | 65 |
| Figura 15 – Possíveis reações entre o precursor e o modificador de superfície ..... | 66 |
| Figura 16 – Preparação da argila vermelha .....                                     | 72 |
| Figura 17 – Argila vermelha: (a) antes do peneiramento; (b) após o peneiramento..   | 72 |
| Figura 18 – Placa cerâmica quadrangular.....  | 74 |
| Figura 19 – Placa cerâmica retangular.....  | 74 |
| Figura 20 – Matriz para placas quadrangulares: (a) encaixada; (b) desencaixada ...  | 75 |
| Figura 21 – Matriz para placas retangulares: (a) encaixada; (b) desencaixada .....  | 75 |
| Figura 22 – Prensa EMIC de capacidade de carga de 200 kN .....                      | 76 |
| Figura 23 – Forno simulador de queima: (a) visão exterior; (b) visão interior.....  | 78 |
| Figura 24 – Máquina universal Shimadzu .....  | 82 |
| Figura 25 – Microscópio eletrônico de varredura .....                               | 82 |
| Figura 26 – Ensaio de absorção: método da fervura.....                              | 84 |
| Figura 27 – Ensaio de absorção: método à vácuo .....                                | 84 |
| Figura 28 – Equipamento medidor de condutividade térmica Laser Comp Fox 200 .       | 88 |
| Figura 29 – Aspecto físico do aerogel de: (a) maior umidade; (b) menor umidade ...  | 91 |
| Figura 30 – Espectro de infravermelho do aerogel sintetizado .....                  | 93 |
| Figura 31 – Estruturas químicas propostas para o aerogel sintetizado.....           | 95 |

|  |     |
|--|-----|
| Figura 32 – Isotherma de adsorção de nitrogênio do aerogel sintetizado .....     | 96  |
| Figura 33 – Difractometria de raios X da argila vermelha .....                   | 98  |
| Figura 34 – Difractometria de raios X da argila branca .....                     | 98  |
| Figura 35 – Distribuição do tamanho de partículas da argila vermelha.....        | 100 |
| Figura 36 – Distribuição do tamanho de partículas da argila branca.....          | 100 |
| Figura 37 – Relação entre o número de golpes e o teor de umidade das argilas ... | 102 |
| Figura 38 – Formulações de placas cerâmicas produzidas .....                     | 105 |
| Figura 39 – Módulos de resistência à flexão médios das placas cerâmicas .....    | 107 |
| Figura 40 – Cargas de rupturas médias das placas cerâmicas.....                  | 108 |
| Figura 41 – Curvas típicas de flexão das placas cerâmicas.....                   | 113 |
| Figura 42 – Modos de fratura das placas no ensaio de flexão em três pontos ..... | 114 |
| Figura 43 – Micrografias, com magnificação de 100x, das placas cerâmicas.....    | 115 |
| Figura 44 – Micrografias, com magnificação de 500x, das placas cerâmicas.....    | 116 |
| Figura 45 – Micrografias, com magnificação de 1000x, das placas cerâmicas.....   | 117 |
| Figura 46 – Difração de raios-x das placas 100% AB .....                         | 119 |
| Figura 47 – Difração de raios-x das placas 92% AB 8% AT .....                    | 120 |
| Figura 48 – Penetração de água média nos poros de fácil impregnação.....         | 122 |
| Figura 49 – Penetração de água média em quase todos os poros abertos .....       | 122 |
| Figura 50 – Porosidade aparente média .....                                      | 123 |
| Figura 51 – Densidade aparente média .....                                       | 123 |
| Figura 52 – Retração linear de queima média.....                                 | 126 |
| Figura 53 – Perda de massa ao fogo média.....                                    | 126 |
| Figura 54 – Condutividade térmica média na faixa de 0°C a 30°C.....              | 129 |
| Figura 55 – Condutividade térmica média na faixa de 30°C a 60°C.....             | 129 |

## LISTA DE QUADROS

|   |    |
|---|----|
| Quadro 1 – Aplicações dos aerogéis em função de suas propriedades.....            | 29 |
| Quadro 2 – Classes de resistência ao manchamento de placas cerâmicas .....        | 37 |
| Quadro 3 – Codificação dos níveis de resistência química de placas cerâmicas..... | 37 |
| Quadro 4 – Nomenclaturas adotadas para as placas cerâmicas .....                  | 51 |

## LISTA DE TABELAS

|  |     |
|--|-----|
| Tabela 1 – Grupos de absorção de água de placas cerâmicas.....             | 36  |
| Tabela 2 – Estágios de abrasão de placas cerâmicas .....                   | 36  |
| Tabela 3 – Resultados de granulometria das argilas vermelha e branca ..... | 99  |
| Tabela 4 – Teor de umidade médio das argilas .....                         | 102 |
| Tabela 5 – Limite de plasticidade médio das argilas .....                  | 104 |
| Tabela 6 – Índice de plasticidade das argilas.....                         | 104 |
| Tabela 7 – Módulo de resistência à flexão e carga de ruptura médios .....  | 107 |
| Tabela 8 – Absorção de água, porosidade e densidade aparente médios.....   | 122 |
| Tabela 9 – Retração linear de queima e perda de massa ao fogo médias ..... | 126 |
| Tabela 10 – Condutividade térmica média .....                              | 128 |

## LISTA DE APÊNDICES

|   |     |
|---|-----|
| <b>APÊNDICE A</b> – ANOVA e Teste Tukey da resistência à flexão em três pontos..... | 151 |
| <b>APÊNDICE B</b> – ANOVA e Teste Tukey da absorção de água.....                    | 152 |
| <b>APÊNDICE C</b> – ANOVA e Teste Tukey da porosidade aparente .....                | 152 |
| <b>APÊNDICE D</b> – ANOVA e Teste Tukey da densidade aparente.....                  | 153 |
| <b>APÊNDICE E</b> – ANOVA e Teste Tukey da retração linear de queima.....           | 153 |
| <b>APÊNDICE F</b> – ANOVA e Teste Tukey da perda de massa ao fogo .....             | 154 |
| <b>APÊNDICE G</b> – ANOVA e Teste Tukey da condutividade térmica .....              | 154 |
| <b>APÊNDICE H</b> – Dados de resistência à flexão .....                             | 155 |
| <b>APÊNDICE I</b> – Dados de absorção de água nos poros de fácil impregnação .....  | 155 |
| <b>APÊNDICE J</b> – Dados de absorção de água em quase todos os poros abertos ....  | 155 |
| <b>APÊNDICE K</b> – Dados de porosidade aparente .....                              | 156 |
| <b>APÊNDICE L</b> – Dados de densidade aparente.....                                | 156 |
| <b>APÊNDICE M</b> – Dados de retração linear de queima .....                        | 156 |
| <b>APÊNDICE N</b> – Dados de perda de massa ao fogo .....                           | 157 |
| <b>APÊNDICE O</b> – Dados de condutividade térmica de 0°C a 30°C .....              | 157 |
| <b>APÊNDICE P</b> – Dados de condutividade térmica de 30°C a 60°C.....              | 157 |

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- AB – Argila Branca
- ABCERAM – Associação Brasileira de Cerâmica
- ABDI – Agência Brasileira de Desenvolvimento Industrial
- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas
- Al – Alumínio
- ANFACER – Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos
- ANOVA – Análise de Variância
- AT – Aerogel de TEOS
- AV – Argila Vermelha
- Al:Si – Espinélio
- $Al_2O_3$  – Óxido de alumínio/Alumina
- $Al_2Si_2O_5(OH)_4$  – Caulinita
- B – Densidade aparente
- b – Largura do corpo de prova ao longo da ruptura
- BET – Teoria da Adsorção Multimolecular
- C – Celsius
- Ca – Cálcio
- cm – Centímetro
- CR – Carga de Ruptura
- $C_2H_5OH$  – Etanol
- $C_3H_9SiCl$  – Trimetilclorosilano
- $C_6H_{14}$  – N-hexano
- $CH_2$  – Metileno
- $CH_3$  – Metila
- $E_b$  – Penetração de água em poros de fácil impregnação
- $e_{min}$  – Mínima espessura do corpo de prova
- EPE – Empresa de Pesquisa Energética
- $E_v$  – Penetração de água em quase todos os poros abertos
- F – Força de ruptura
- $Fe_2O_3$  – Óxido de ferro
- g – Grama
- GPa – Gigapascal

GWh – Gigawatt-hora  
h – Teor de umidade  
HB – Dureza Brinell  
HCl – Ácido clorídrico  
HMDS – Hexametildisilozano  
HMDSO – Hexametildisiloxano  
 $H_{\text{Médio}}$  – Teor de umidade médio  
 $h_1$  – Umidade da amostra 1  
 $h_2$  – Umidade da amostra 2  
 $H_2O$  – Água  
 $h_3$  – Umidade da amostra 3  
 $H_3O^+$  – Hidrônio  
IP – Índice de Plasticidade  
IUPAC – União Internacional de Química Pura e Aplicada  
K – Kelvin  
kgf – Quilograma força  
kN – Quilonewton  
L – Distância entre as barras de apoio  
LAMAT – Laboratório Multiusuário de Análises Térmicas  
LL – Limite de Liquidez  
LP – Limite de Plasticidade  
 $L_Q$  – Comprimento do corpo de prova após a queima  
LRNANO – Laboratório Regional de Nanotecnologia  
 $L_s$  – Comprimento do corpo de prova antes da queima  
m – Metro  
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura  
Mg – Magnésio  
min – Minuto  
ml – Mililitro  
mm – Milímetros  
MPa – Megapascal  
mol – Mol  
 $M_Q$  – Massa do corpo de prova após a queima

MRF – Módulo de Resistência à Flexão  
M<sub>s</sub> – Massa do corpo de prova antes da queima  
MTMS – Metiltrimetoxisilano  
mW – Miliwatt  
M<sub>1</sub> – Massa da cápsula  
m<sub>1</sub> – Massa da placa cerâmica seca  
M<sub>2</sub> – Massa da amostra úmida  
m<sub>2</sub> – Massa da placa cerâmica úmida  
m<sub>2b</sub> – Massa da placa cerâmica impregnada pela com água em ebulição  
m<sub>2v</sub> – Massa da placa cerâmica impregnada pela imersão à vácuo  
m<sub>3</sub>: Massa da placa cerâmica suspensa impregnada pela imersão sob vácuo  
N – Newton  
n. – Número  
Na – Sódio  
nm – Nanômetro  
(Na,Ca)<sub>0,3</sub>(Al,Mg)<sub>2</sub>Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub>.nH<sub>2</sub>O) – Montmorilonita  
NH<sub>4</sub>OH – Hidróxido de amônio  
OH – Hidroxila  
p. – Página  
PA – Porosidade Aparente  
Pa – Pascal  
pH – Potencial de Hidrogênio  
PMF – Perda de Massa ao Fogo  
PPEng – Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
P/Po – Pressão Relativa  
RL – Retração Linear de Queima  
RS – Rio Grande do Sul  
SiC<sub>8</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub> – Tetraetilortosilicato  
SiO<sub>2</sub> – Dióxido de silício/Sílica  
Si-CH<sub>3</sub> – Metil silano  
Si-OH – Sinanol  
Si-O-Si – Siloxano  
TEOS – Tetraetilortosilicato  
TMCS – Trimetilclorosilano

TMOS – Tetrametoxisilano

UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul

UNIPAMPA – Universidade Federal do Pampa

V – Volume externo da placa

v. – Volume

W – Watt

$Y_2SiO_5$  – Ortosilicato de Ítrio

## LISTA DE SÍMBOLOS

~ – Aproximadamente

° – Grau

± – Mais ou menos

< – Menor

≤ – Menor ou igual

μ – Micro

% – Porcentagem

## SUMÁRIO

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1 INTRODUÇÃO</b> .....   | <b>20</b> |
| 1.1 Objetivos .....   | 22        |
| 1.1.1 Objetivo Geral .....  | 22        |
| 1.1.2 Objetivos Específicos .....                                     | 22        |
| 1.2 Justificativa.....  | 22        |
| 1.3 Estrutura do Trabalho .....                                       | 23        |
| <b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....                                  | <b>25</b> |
| 2.1 Aerogel .....   | 25        |
| 2.1.1 Breve Histórico .....   | 25        |
| 2.1.2 Definição .....   | 26        |
| 2.1.3 Método de Preparação .....                                      | 29        |
| 2.2 Revestimento Cerâmico.....  | 33        |
| 2.2.1 Definição .....   | 33        |
| 2.2.2 Composição .....  | 34        |
| 2.2.3 Classificação .....   | 35        |
| 2.2.4 Principais Propriedades e Características.....                  | 37        |
| 2.2.5 Fabricação .....  | 39        |
| a. Preparação da Matéria-Prima .....                                  | 40        |
| b. Conformação .....  | 41        |
| c. Secagem.....   | 42        |
| d. Esmaltação .....   | 43        |
| e. Processamento Térmico.....   | 43        |
| f. Acabamento Final da Peça.....                                      | 45        |
| 2.3 Aplicação de Aerogel em Materiais Cerâmicos e de Construção ..... | 45        |
| <b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....                                    | <b>51</b> |
| 3.1 Matérias-Primas para a Síntese do Aerogel.....                    | 53        |
| 3.1.1 Tetraetilortosilicato – TEOS .....                              | 53        |
| 3.1.2 Trimetilclorossilano – TMCS .....                               | 54        |
| 3.1.3 Etanol .....  | 54        |
| 3.1.4 Água Deionizada .....   | 54        |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 3.1.5 | Ácido Clorídrico .....                                     | 54 |
| 3.1.6 | Hidróxido de Amônio .....                                  | 55 |
| 3.1.7 | N-Hexano.....  | 55 |
| 3.2   | Matérias-Primas para a Produção das Placas Cerâmicas ..... | 55 |
| 3.2.1 | Argila Vermelha .....                                      | 56 |
| 3.2.2 | Argila Branca .....  | 57 |
| 3.3   | Síntese do Aerogel .....                                   | 58 |
| 3.4   | Caracterização do Aerogel .....                            | 66 |
| 3.4.1 | Espectroscopia de Infravermelho .....                      | 66 |
| 3.4.2 | Teoria da Adsorção Multimolecular – BET.....               | 67 |
| 3.5   | Caracterização das Argilas.....                            | 67 |
| 3.5.1 | Difração de Raios X.....                                   | 67 |
| 3.5.2 | Granulometria.....   | 67 |
| 3.5.3 | Limites de Atterberg.....                                  | 68 |
| 3.6   | Produção das Placas Cerâmicas .....                        | 70 |
| 3.6.1 | Formulação .....   | 70 |
| 3.6.2 | Preparação da Matéria-Prima .....                          | 71 |
| a.    | Argila Vermelha .....                                      | 71 |
| b.    | Argila Branca.....   | 73 |
| 3.6.3 | Preparação das Massas Cerâmicas.....                       | 73 |
| 3.6.4 | Conformação .....  | 73 |
| 3.6.5 | Secagem.....   | 77 |
| 3.6.6 | Queima .....   | 77 |
| 3.7   | Caracterização das Placas Cerâmicas .....                  | 80 |
| 3.7.1 | Resistência à Flexão em Três Pontos .....                  | 80 |
| 3.7.2 | Difração de Raios X.....                                   | 83 |
| 3.7.3 | Absorção de Água.....                                      | 83 |
| 3.7.4 | Porosidade Aparente .....                                  | 85 |
| 3.7.5 | Densidade Aparente.....                                    | 86 |
| 3.7.6 | Retração Linear de Queima .....                            | 87 |
| 3.7.7 | Perda de Massa ao Fogo .....                               | 87 |
| 3.7.8 | Condutividade Térmica.....                                 | 88 |
| 3.7.9 | Análise Estatística.....                                   | 89 |

|   |            |
|---|------------|
| <b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....  | <b>91</b>  |
| <b>4.1 Caracterização do Aerogel Sintetizado</b> .....                        | <b>91</b>  |
| <b>4.1.1 Espectroscopia de Infravermelho</b> .....                            | <b>93</b>  |
| <b>4.1.2 Teoria da Adsorção Multimolecular – BET</b> .....                    | <b>96</b>  |
| <b>4.2 Caracterização das Argilas</b> .....                                   | <b>97</b>  |
| <b>4.2.1 Difração de Raios X</b> .....  | <b>97</b>  |
| <b>4.2.2 Granulometria</b> .....  | <b>99</b>  |
| <b>4.2.3 Limites de Atterberg</b> .....                                       | <b>101</b> |
| <b>4.3 Caracterização das Placas Cerâmicas</b> .....                          | <b>105</b> |
| <b>4.3.1 Resistência à Flexão em Três Pontos</b> .....                        | <b>107</b> |
| <b>4.3.2 Difração de Raios X</b> .....  | <b>119</b> |
| <b>4.3.3 Absorção de Água, Porosidade Aparente e Densidade Aparente</b> ..... | <b>121</b> |
| <b>4.3.4 Retração Linear de Queima e Perda de Massa ao Fogo</b> .....         | <b>125</b> |
| <b>4.3.5 Condutividade Térmica</b> .....                                      | <b>128</b> |
| <b>5 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....   | <b>133</b> |
| <b>5.1 Sugestões para Trabalhos Futuros</b> .....                             | <b>136</b> |
| <b>REFERÊNCIAS</b> .....  | <b>137</b> |
| <b>APÊNDICES</b> .....  | <b>151</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

O consumo de energia elétrica no Brasil tem crescido progressivamente nos últimos anos. Segundo dados da Empresa de Pesquisa Energética – EPE, no ano de 2016, este chegou a aproximadamente 460.000 GWh (EPE, 2016) e a estimativa, de acordo com estudos, é de que até o ano de 2020 atinjam-se 730.100 GWh (EPE, 2011).

Entretanto, o grande aumento do consumo aliado a outros fatores como falta de planejamento do governo, atraso em obras de transmissão e geração, e escassez de chuvas, ameaçaram o abastecimento de energia e a crise energética tornou-se uma realidade brasileira. Várias regiões do Brasil, em determinados períodos do ano, ficaram “à luz de velas” nos últimos tempos. E em consequência da insuficiência ao atendimento à demanda, vieram as elevadas tarifas cobradas pelas fornecedoras do serviço.

Nesse cenário de alto consumo, o setor residencial aparece como o segundo maior consumidor de energia elétrica do país, atrás apenas do setor industrial. De 1995 a 2016, houve um crescimento médio de cerca de 4,1% ao ano no setor. Em 2016, o uso de energia elétrica em residências representou 29% do consumo total do Brasil, a maior taxa dos últimos 22 anos (EPE, 2016).

Esse aumento do uso de energia elétrica nas edificações em grande parte está associado ao crescimento intenso do uso de ar condicionados e aquecedores, itens que com o passar do tempo, tornaram-se comuns nas residências dos brasileiros. Em algumas regiões do Brasil, o uso desses climatizadores tornou-se uma necessidade em função das temperaturas escaldantes características do país.

Neste contexto, surge a atuação da engenharia e da arquitetura na construção de edificações que possam proporcionar conforto aos ocupantes. Segundo Frota e Shiffer (2001), a arquitetura tem o papel de assistir ao usuário e ao seu conforto, e, independente das condições climáticas externas, deve oferecer condições térmicas compatíveis ao conforto térmico humano.

O conforto térmico é definido pela NBR 15220 (ABNT, 2005) como uma satisfação psicofisiológica do ser humano em relação as condições térmicas do ambiente que o circunda. Ou seja, está relacionado com o estado mental de bem-estar do homem.

Segundo Castro (2006), o desempenho térmico de uma construção está relacionado a uma série de fatores vinculados ao projeto, tais como implantação, orientação, elementos construtivos e materiais empregados. Conforme o autor, sua envoltória (paredes, piso, cobertura e esquadrias) e o seu entorno (cursos d'água, vegetação, edificações vizinhas, tipo de solo, etc.) devem agir como um mecanismo de controle para garantir a existência de conforto térmico.

No entanto, a eficiência energética em edificações tem requerido padrões e normas cada dia mais rigorosos. E a aplicação de materiais de isolamento tradicional, na maioria dos casos, acarreta em camadas espessas para o isolamento em elementos construtivos (SILVA, 2013).

A ciência dos materiais, neste sentido, contribui largamente com o desenvolvimento de novos materiais e o aprimoramento de materiais já existentes para melhorar suas propriedades térmicas. Um material amplamente empregado no ramo da construção civil que tem sido alvo de estudos é a cerâmica. Apesar da cerâmica manifestar bom isolamento térmico e possuir maior resistência a ambientes severos e a altas temperaturas em comparação a outros materiais, como metais e polímeros (BOCH; NIÈPCE, 2007), várias pesquisas têm sido realizadas com o intuito de aperfeiçoar seu desempenho.

Em estudos desenvolvidos por Souza et al. (2014) obteve-se uma redução de cinco vezes da condutividade térmica de placas cerâmicas devido a inserção de 20% em massa de conchas residuais da maricultura, que promoveram um percentual de poros superior a 50% em volume. Gonçalves e Bergmann (2006) propuseram formulações de massas cerâmicas formadoras de porosidade à base de cinza da casca de arroz, aditivos plastificantes e ligantes, serragem de madeira, fundente a água a fim de aumentar o isolamento térmico de placas cerâmicas.

Avrella (2015) investigou a condutividade térmica em placas cerâmicas, e atribuiu uma melhora nas propriedades térmicas devido à redução de 46,77% na condutividade térmica destes materiais quando presente 8%, em massa, de xerogel. Este autor destaca a síntese e o uso de xerogel como uma alternativa eficiente de melhorar o desempenho térmico de placas cerâmicas.

Diante deste contexto, este trabalho investiga a inclusão de 8% de um aerogel, sintetizado pelo método sol-gel à pressão ambiente, em placas cerâmicas para avaliar a sua viabilidade em termos de desempenho térmico. Pretende-se avaliar o potencial

do material fabricado como uma alternativa na forma de revestimento cerâmico para melhorar o conforto térmico de edificações localizadas em regiões de clima extremo e, com isso, reduzir o uso de climatizadores e, conseqüentemente, o consumo de energia.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo Geral**

Empregar 8% de aerogel sintetizado pelo método sol-gel à pressão ambiente em placas cerâmicas e avaliar as propriedades térmicas do material produzido.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- Sintetizar um aerogel pelo método sol-gel à pressão ambiente;
- Caracterizar em termos químicos e físicos o aerogel sintetizado;
- Caracterizar químico-fisicamente as argilas (branca e vermelha) utilizadas;
- Fabricar placas cerâmicas com substituição, em massa, de 8% de aerogel;
- Avaliar as propriedades mecânicas, químicas, físicas e térmicas das placas cerâmicas na ausência e na presença de 8% de aerogel.

## **1.2 Justificativa**

A região Sul do Brasil, devido a sua localização, é caracterizada por exibir um clima denominado de subtropical, e, portanto, possui as estações do ano bem definidas, com temperaturas escaldantes no verão e temperaturas bem baixas no inverno. Esses climas extremos geram desconforto térmico no interior das edificações em ambas as estações, acarretando no uso excessivo de ares-condicionados e aquecedores e no conseqüente aumento de consumo de energia.

O Brasil há alguns anos enfrenta grandes problemas referentes ao abastecimento energético. Por possuir quase que exclusivamente energia produzida em hidrelétricas, que dependem de um nível adequado de água em seus reservatórios para gerar energia, a oferta muitas vezes se vê prejudicada e o país não consegue suprir de forma eficiente a grande demanda solicitada.

Com a perspectiva do aumento do consumo de energia com o passar dos anos, torna-se indispensável, no ramo da engenharia, dispender maiores esforços em pesquisas para obtenção de materiais que proporcionem um maior conforto térmico aos imóveis, de modo a colaborar para uma redução do consumo de energia elétrica. E, tendo em vista que os materiais cerâmicos já demonstram-se como bons isolantes térmicos e que a indústria cerâmica exerce grande influência no país, a realização de estudos sobre a otimização das propriedades térmicas dos materiais cerâmicos torna-se viável, a fim de que seja analisada a condutividade térmica deste novo material quando aplicado como revestimento cerâmico em edificações no ramo da construção civil.

### **1.3 Estrutura do Trabalho**

Este presente trabalho foi elaborado e subdividido em cinco capítulos. O conteúdo compreendido em cada capítulo está explicitado a seguir.

Capítulo 1 – Introdução: apresenta a contextualização e a relevância do tema, define os objetivos geral e específicos desta pesquisa e revela a justificativa para a realização deste trabalho.

Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica: aborda os temas de influência para o desenvolvimento desta pesquisa, tais como o histórico, definição e método de preparação dos aerogéis, bem como os aspectos gerais de placas cerâmicas, tais como classificação, composição, métodos de fabricação e propriedades. Por fim, são mostradas as aplicações de aerogéis em materiais cerâmicos e de construção.

Capítulo 3 – Metodologia: são descritos os materiais usados e exposta a metodologia empregada tanto para a produção do aerogel e das placas cerâmicas, quanto para a caracterização destes e das matérias-primas utilizadas.

Capítulo 4 – Resultados e Discussões: contempla os resultados obtidos no decorrer desta pesquisa bem como as respectivas discussões.

Capítulo 5 – Considerações Finais: são realizadas as principais conclusões referentes a este trabalho e indicadas sugestões para trabalhos futuros nesta mesma linha de pesquisa.

Na sequência são expostas as Referências empregadas para a elaboração deste trabalho.

E, por fim, são expostos os Apêndices. Estes contemplam as análises estatísticas dos resultados referentes as caracterizações mecânicas, físicas e térmicas das placas cerâmicas bem como os dados brutos que geraram estas análises.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aerogel

#### 2.1.1 Breve Histórico

Os aerogéis foram originados nos anos 30. Foi Samuel Kistler quem desenvolveu pela primeira vez o material, que inicialmente era fabricado a partir de gel de sílica. O produto foi gerado por meio da extração e substituição do líquido presente em um gel por um gás, sem que houvesse modificação em sua condição estrutural. Para que o material não se contraísse, Kistler transformou os líquidos em fluidos supercríticos e realizou a extração pela secagem supercrítica e, dessa forma, obteve uma substância porosa, bem próxima ao visualizado na fase gel (AEGERTER; LEVENTIS; KOEBEL, 2011; ZHANG et al, 2014).

Da Rocha (2008) acrescenta que o aerogel obtido caracterizava-se por ser bastante frágil, de difícil manuseio e, ainda, de produção extremamente cara (devido à utilização de tetraetoxisilano como matéria-prima). Após a realização de seus primeiros estudos, Kistler observou o potencial do aerogel para aplicações industriais, como em catalisadores, elementos de preenchimento, materiais de isolamento e materiais que repelem água (quando hidrofóbicos) (KISTLER, 1931 apud MORALES, 2014).

Kistler foi pioneiro na maioria dos estudos referentes aos aerogéis. Posterior ao seu primeiro trabalho, inúmeros foram os elementos aplicados para síntese de aerogel, em sua grande maioria os silicatos. Nos anos 80, uma nova classe de aerogel orgânico foi criada a partir da policondensação de resorcionol-formaldeído (material constituinte do baquelite), que originou um produto com baixíssima condutividade térmica, cerca de 0,012 W/m.K (PEKALA, 1989).

No final da década de 90, desenvolveu-se outro tipo de processo para a produção de aerogel de sílica, desta vez, com o emprego de silicato de sódio. O novo material obtido apresentou resistência, durabilidade, flexibilidade, características de isolamento térmico e acústico, fácil manuseio e pequena espessura (REIM et al., 2005; DA ROCHA, 2008).

De acordo com Höffele, Russell e Brook (2005), desde a descoberta do aerogel, importantes desenvolvimentos na tecnologia deste material ocorreram, que proporcionaram aumento na velocidade de fabricação e melhoraram o custo-benefício. Diversas pesquisas e estudos assolam o mundo acadêmico e industrial a cerca deste material, seus métodos de preparo e suas inúmeras aplicações nos mais diversos ramos. A busca é sempre de melhorias de suas propriedades e de redução de custos para que este material possa ser amplamente empregado.

### 2.1.2 Definição

O termo “aerogel” (do grego *aero* significa “ar”) é a denominação dada ao gel produzido pelo método sol-gel e obtido pela secagem supercrítica, isto é, sob pressão e temperatura acima do ponto crítico do solvente, que ultrapassa a interface vapor-líquido do sol ou solução. Neste modo de secagem, dá-se a substituição do solvente de um determinado elemento por gás, sem haver o colapso da estrutura (SCHNEIDER, 1991 apud ALVES, 2005; AWANO, 2012). Microscopicamente, o aerogel consiste em moléculas nanométricas unidas e reticuladas covalentemente e organizadas em uma rede tridimensional estável (HÖFFELE; RUSSELL; BROOK, 2005).

Os aerogéis são materiais porosos, cujos poros compreendem as três faixas de tamanhos definidas pela União Internacional de Química Pura e Aplicada – IUPAC (HÜSING; SCHUBERT, 1998): microporos (poros com diâmetros menores de 2 nm), mesoporos (poros com diâmetros entre 2 e 50 nm) e macroporos (poros com diâmetro maior de 50 nm) (BURWELL JUNIOR, 1976). Entretanto, a maior parte deles cai na classificação de mesoporos, possuem relativamente poucos microporos (HÜSING; SCHUBERT, 1998) e grande quantidade de macroporos (DE SOUZA; MOHALLEM; DE SOUSA, 2011).

Segundo Dorcheh e Abbasi (2008), a maioria dos poros dos aerogéis exhibe tamanhos aproximados entre 5 e 100 nm, tendo diâmetro médio de poros entre 20 e 40 nm. Por outro lado, Höffele, Russell e Brook (2005) mencionam que a faixa de tamanhos está entre 10 e 100 nm. Segundo Pessanha e Coelho (2009), os aerogéis apresentam mais de 50% de volume poroso e 90 a 99,8% de ar em sua composição.

Morales (2014) sugere que os aerogéis sejam compreendidos como “espumas sólidas”, pois são compostos por duas fases: uma estrutura sólida formada por

nanopartículas interconectadas (denominada de “esqueleto”) e uma fase gasosa presente na rede de poros gerada. O autor explica que por dispor dessa composição é que estes materiais possuem uma condição de média à alta de volume livre.

O aerogel é um material translúcido, altamente poroso, extremamente leve e muito resistente. Exibe densidade extremamente baixa, alta área de superfície específica, elevada porosidade, baixa constante dielétrica, baixa condutividade térmica, propriedades térmicas elevadas, baixo índice de retração, baixa velocidade do som e resistência a temperaturas que ultrapassam os 1600°C. A baixa magnitude de suas propriedades físicas se deve as suas características estruturais. A grande área superficial específica citada é esclarecida pelo alto grau de rugosidade oriundo da rede de nanopartículas (DA SILVA, 1992; SMITH; MASKARA; BOES, 1998; LI et al., 2012; MORALES, 2014).

O aerogel é o sólido de mais baixa condutividade térmica conhecido (HRUBESH; PEKALA, 1994) e o mais leve que se tem conhecimento (DA ROCHA, 2008). Chega a ser trinta e nove vezes melhor em termos de isolamento térmico do que a melhor fibra de vidro existente nos dias atuais. E a justificativa para isto é o fato de o aerogel ser composto, basicamente, por gases, e estes, por sua vez, são conhecidos por possuírem baixa condutibilidade de calor (DE FIGUEIREDO, 2014). É um material nanoporoso auspicioso na área de isolamento térmico, sendo considerado o melhor isolante térmico conhecido (DE ALMEIDA, 2010).

Silva (2013) explica que os aerogéis possuem propriedades isolantes elevadas por confinarem o ar nos seus poros, o que reflete em uma condutibilidade térmica menor do que a do ar imóvel. Höffele, Russell e Brook (2005) complementam que a característica nanoporosa da estrutura do aerogel atua como um obstáculo nas colisões entre as moléculas de gás, o que ocasiona a não colisão entre elas e sim a colisão das moléculas com as paredes dos poros do aerogel.

Além de suas ótimas propriedades em função da condutibilidade térmica, esse material nanoporoso dispõe de alta resistência à compressão, sendo promissor seu uso em isolamento, uma vez que é preciso uma espessura 3 a 4 vezes menor de aerogel para se conseguir os mesmos resultados de isolamento térmico com materiais existentes no mercado (DA ROCHA, 2008).

Um dos pontos fracos do material é a hidrofiliabilidade. A hidrofiliabilidade consiste na afinidade de um determinado material por água e é uma das propriedades

encontradas nos aerogéis. Essa particularidade, conforme expõe Hwang, Kim e Hyun (2008), não é vantajosa para isolamento térmico, tendo em vista que a hidrofiliabilidade pode promover a condensação de água no interior dos poros e, conseqüentemente, ocasionar o colapso dos mesmos. De Almeida (2010) ressalta que a manutenção da estrutura porosa do aerogel é imprescindível para atuar como uma barreira ao fluxo de ar.

Todavia, é possível controlar essa característica negativa dos aerogéis através de processos químicos em função do tipo de precursor utilizado. Ao tratar-se de um aerogel de sílica, uma das maneiras de tornar o material hidrofóbico, isto é, repelente à água, é através do emprego do metiltrimetoxisilano – MTMS (PERDIGOTO, 2011). Outro reagente bastante utilizado para este fim é o trimetilclorosilano – TMCS (CHIAPPIM JUNIOR, 2012).

Existem vários tipos de aerogel e os mais empregados e conhecidos são os produzidos à base de sílica. Estes possuem uma condutividade térmica de cerca de 0,013 a 0,02 W/m.K (PIERRE; PAJONK, 2002; DORCHEH; ABBASI, 2008).

Segundo De Figueiredo (2014), graças as propriedades térmicas do aerogel, sua baixa espessura e sua flexibilidade, este material é capaz de conferir um elevado desempenho térmico e possibilita um largo campo de aplicações. De acordo com Yokogawa e Yokoyama (1995), os aerogéis de sílica têm propriedades fantásticas e, conforme afirmam Dorcheh e Abbasi (2008), devido as suas características e à vasta área tecnológica de aplicações existentes, este material tem se destacado e sido alvo de grande interesse.

No Quadro 1 são expostas as propriedades dos aerogéis e suas principais aplicações. Conforme pode ser visto no Quadro 1, devido as suas boas propriedades, os aerogéis são materiais com grande potencial para uma série de aplicações em inúmeros setores industriais. Em virtude das importantes características deste material, sua aplicação no ramo da construção civil poderia ser amplamente explorada, uma vez que o aerogel contribui para melhoras significativas de isolamento térmico, entretanto, um fator que desfavorece esse acontecimento é o alto custo. Por esse motivo, esse material é mais comumente empregado em setores que possuem maiores recursos financeiros, tais como indústria aeroespacial e indústria petrolífera.

Quadro 1 – Aplicações dos aerogéis em função de suas propriedades

| Propriedades              | Características   | Aplicações   |
|---------------------------|---|--|
| CONDUTIVIDADE<br>TÉRMICA  | - Isolamento sólido<br>- Resistência a altas temperaturas     | - Construção Civil<br>- Dispositivos Solares                                   |
| DENSIDADE E<br>POROSIDADE | - Material sintético mais leve<br>- Grande área superficial   | - Armazenamento<br>- Filtros<br>- Transportador de Pigmentos<br>- Biossensores |
| ÓTICAS                    | - Transparente<br>- Baixo índice de refração                  | - Detectores Cerenkov<br>- Guias de Luz  |
| ACÚSTICAS                 | - Excelente isolante acústico                                 | - Sala à Prova de Som  |
| MECÂNICA                  | - Elasticidade<br>- Leve                                      | - Absorção de Energia  |
| ELÉTRICA                  | - Baixa constante dielétrica<br>- Alta resistência dielétrica | - Dielétricos para Circuitos Integrados<br>- Baterias<br>- Capacitores         |

Fonte: CHIAPPIM JUNIOR (2012, p. 20)

### 2.1.3 Método de Preparação

Atualmente, o processo mais empregado para a produção de aerogel é o método sol-gel. O método sol-gel, de acordo com Alfaya e Kubota (2002), consiste em qualquer rota de síntese de materiais na qual em um dado momento se dá a transformação de um sistema “sol” para um sistema “gel”.

O termo “sol” indica uma dispersão de partículas coloidais, de dimensão entre 1 e 100 nm, estável em fluido e o termo “gel” refere-se a um sistema composto pela estrutura rígida de partículas coloidais (gel coloidal) ou de cadeias poliméricas (gel polimérico) em que a fase líquida é imobilizada nos seus interstícios (ILER, 1979).

O método sol-gel, conforme atesta Da Silva (1992), permite obter materiais extremamente puros e homogêneos e é um dos métodos de maior interesse atual. Este método de síntese é realizado, de maneira geral, ao longo de quatro etapas principais:

- Preparação do “sol”;
- Preparação do “gel”;

- Envelhecimento do “gel”;
- Secagem do “gel”.

A primeira etapa do processo sol-gel refere-se à preparação do “sol”. A preparação do sol consiste basicamente em formular uma solução ou “sol”. Portanto, nesta fase é realizada a mistura de todos os reagentes do processo de modo a formar uma solução ou um “sol” límpido (ALVES, 2005).

O “sol” é normalmente formado por meio de precursores constituídos de um metal ligado a outros elementos ligantes podem ser orgânicos ou inorgânicos (PORTELLA, 2008). Em função do precursor utilizado, o processo sol-gel enquadra-se em duas classes: a dos sais e a dos alcóxidos (BRINKER; SCHERER, 1990). Hiratsuka, Santilli e Pulcinelli (1995) afirmam que para precursores da classe sais comumente empregam-se soluções aquosas, por outro lado, para precursores alcóxidos, as soluções se dão com o uso de solventes orgânicos.

Diversos precursores podem ser empregados, a depender das características finais a serem desejadas no produto. Para a produção de aerogéis de sílica, normalmente utilizam-se precursores alcóxidos, sendo os mais utilizados o tetrametoxisilano – TMOS e o tetraetilortosilicato – TEOS (BRINKER; SCHERER, 1990).

Na produção de aerogéis de sílica, na etapa de preparação do “sol”, ao efetuar a mistura dos reagentes, ocorre a hidrólise e a condensação dos precursores moleculares, que leva a partículas de tamanho coloidal, isto é, a formação do “sol” (SILVA, 2013). Normalmente, as reações de hidrólise e condensação transcorrem concomitantemente, a partir do início da hidrólise.

A hidrólise faz com que grupos silanóis (Si-OH) sejam formados, enquanto que as reações de condensação formam ligações siloxano (Si-O-Si). Ao longo das reações, a viscosidade da solução é intensificada progressivamente até que a fase “sol” se torne interconectada de forma rígida, o que resulta em um “gel”. Como as reações são muito lentas, normalmente empregam-se catalisadores para acelerar a hidrólise e torná-la mais eficiente (BRINKER; SCHERER, 1990; SILVA, 2009).

Portella (2008) e Awano (2012) explicam que devido ao “sol” ser uma suspensão de partículas coloidais contidas em uma fase líquida, a interação entre essas partículas se dá por forças de curto alcance, como a força de Van der Waals e as forças elétricas devido as cargas elétricas da superfície das partículas. Assim, ao

ocorrer a desestabilização do “sol”, principalmente pelas mudanças de potencial de hidrogênio – pH e/ou temperatura, a conectividade das partículas torna-se maior, elevando, conseqüentemente, a viscosidade do “sol” em virtude do aumento no número de ligações entre as partículas, o que faz com que o “sol” torne-se gradualmente rígido, processo que é denominado de geleificação.

Portanto, a formação do gel se dá por meio da continuação do processo de hidrólise e condensação, ou seja, através da transição do “sol” para o “gel”, na qual a solução transforma-se em um gel devido ao estabelecimento de ligações entre as partículas, formando uma rede sólida tridimensional (HIRATSUKA; SANTILLI; PULCINELLI, 1995). Essa transição é iniciada devido à alteração no pH da solução, o que propicia a formação de fragmentos sólidos agregados que aumentam até que se estendam por todo o sol. Em termos microscópicos, as partículas coloidais dispersas (sol) ligam-se constituindo pequenas cadeias ramificadas tridimensionais. Quando uma rede tridimensional é formada, o material passa a ser chamado de “gel” (DA SILVA, 1992).

A terceira etapa do processo sol-gel, isto é, o envelhecimento, nada mais é que o repouso do gel anterior à secagem, no qual uma lenta evaporação do solvente do interior dos poros é desencadeada, podendo modificar algumas propriedades do gel devido a polimerização, espessamento e transformação de fase. As alterações estruturais do gel e de suas propriedades ocorridas nesta etapa ocasionam profundos efeitos nos demais processos (HSIANG; LIN, 2004).

A última etapa da produção do aerogel consiste na secagem. Até então, o material encontra-se em duas fases: uma sólida e uma líquida impregnada na fase sólida (em decorrência das reações de hidrólise e policondensação). É na secagem que deve haver a liberação das substâncias presentes nos poros do material. A retirada da fase líquida proporciona a obtenção de um sólido poroso, entretanto, esta deve ser realizada sob condições específicas para que não ocorra o colapso da estrutura do gel. Uma retração não uniforme nesta fase implica em tensões residuais que podem vir a gerar trincas e deformações nas peças (BRINKER; SCHERER, 1990; ALVES, 2005; SILVA, 2013).

Segundo Pessanha e Coelho (2009) para que não ocorram danos na estrutura que venham a trazer rachaduras, redução da área superficial e diminuição do tamanho dos poros do aerogel, foram criadas técnicas de secagem para a extração do solvente

de modo a amenizar estes tipos de problemas. Segundo os autores, os dois métodos de secagem mais comumente empregados são: a secagem supercrítica e a secagem à pressão ambiente.

A secagem supercrítica constitui-se na eliminação do solvente à temperatura e pressão acima dos valores críticos para que a interface vapor-líquido do “sol” ou solução seja ultrapassada. A secagem supercrítica pode se dar de dois modos: em alta temperatura, onde o estado supercrítico de um solvente orgânico deve ser atingido, ou em baixa temperatura, onde utiliza-se CO<sub>2</sub> para substituição da fase líquida do gel. O princípio da secagem consiste em, primeiramente, trocar a fase líquida por um único solvente (álcool, água, acetona ou CO<sub>2</sub>) e, em um segundo momento, remover, em uma autoclave, o solvente por extração supercrítica, em condições de temperatura e pressão acima das do ponto crítico do solvente em questão (HENCH; WILSON, 1990 apud SCALARI, 2008).

Como acima do ponto crítico do solvente não há descontinuidade entre a fase líquida e gasosa, as forças capilares e interfaciais nas paredes dos poros são eliminadas. Entretanto, a diminuição da tensão superficial entre o líquido e a superfície dos poros deve ser controlada para que a estrutura porosa do aerogel seja conservada. O processo supercrítico é um tipo de secagem rápida e que oportuniza produtos com propriedades semelhantes as dos géis úmidos, como a alta porosidade (DA SILVA, 1992; ALVES, 2005).

A técnica supercrítica conserva a textura dos poros uma vez que evita a ocorrência de tensões capilares e o encolhimento do aerogel, originados pelo surgimento de interfaces líquido-vapor nas paredes dos poros. Todavia, este processo ainda é de difícil comercialização em virtude do seu custo e potencial risco (PESSANHA; COELHO, 2009).

A secagem à pressão ambiente é um novo mecanismo utilizado para a produção de aerogéis. Neste tipo de secagem, o gel úmido é conduzido a uma mudança de fase líquida por meio de um reagente (DORCHEH; ABBASI, 2008) denominado siliante, como trimetilclorosilano – TMCS, hexametildisilozano – HMDS e hexametildisiloxano – HMDSO.

Dessa forma, inicialmente a superfície do gel é tratada em seu estado líquido com um agente siliante que reage com os grupos hidroxila (OH) e altera a superfície do gel úmido para uma superfície hidrofóbica. A inclusão dessa hidrofobicidade na superfície do gel possibilita que a fase líquida seja retirada por evaporação à pressão

ambiente, sem que ocorra contração da rede sólida (BANGI; RAO; RAO, 2008; ARAVIND et al., 2010; RAO; RAO, 2010).

Devido aos elevados dispêndios inerentes ao processo supercrítico, em razão das altas pressões necessárias, a secagem à pressão ambiente é considerada muito atrativa. Esta técnica possibilita uma redução dos recursos financeiros para a produção de aerogel, e, portanto, representa um advento para o progresso futuro desse material (DORCHEH; ABBASI, 2008).

Da Silva (1992) relata que mesmo que o processo sol-gel onere financeiramente o material resultante, este método possibilita a produção de polímeros inorgânicos de elevada pureza e com vasta faixa de porosidade e propriedades estruturais e texturais. Além disso, Mackenzie (1984) apud Zarzycki (1997) elenca mais algumas vantagens deste processo, tais como a baixa temperatura de processamento, a alta homogeneidade do produto final e a possibilidade de realizar vários processos de conformação.

## **2.2 Revestimento Cerâmico**

### **2.2.1 Definição**

Os revestimentos cerâmicos constituem um dos subsetores de maior relevância da indústria cerâmica (BUSTAMANTE; BRESSIANI, 2000). Estes são materiais comercializados no formato de placas (ANFACER, 2010) destinados para o acabamento de superfícies lisas e considerados como materiais de construção civil (FUINI, 2008).

Essas placas são constituídas de argila e outras matérias-primas inorgânicas e são empregadas normalmente para revestir pisos e paredes (ABNT, 1997a), podendo ser empregadas tanto interna quanto externamente. Além disso, de acordo com Enrique, Feliu e Agramunt (1996), estes materiais também são utilizados para revestir elementos diversos, como saunas, piscinas, etc..

O setor de revestimento cerâmico caracteriza-se por constante desempenho tecnológico e abrange a produção de (ABCERAM, 2010):

- Azulejos: peças de pequena espessura (cerca de 5 mm), formato normalmente quadrado, com camada de vidro em uma das faces com ou sem decoração vítrea. Podem ser decorados, coloridos e lisos. São destinados a revestimento de paredes e, portanto, têm baixa resistência mecânica, à abrasão e à flexão (AMBONI, 1997; BELTRAME, 1998; TRISTÃO, 2005);
- Pisos: produtos usados para o revestimento de pisos. Podem ser de vários tipos, a depender do seu processo de produção e são fabricados com as características, dimensões, resistência mecânica e resistência à abrasão conforme a sua finalidade. Apresentam menor absorção de água e resistência mecânica superior em comparação aos azulejos (AMBONI, 1997; BELTRAME, 1998; TRISTÃO, 2005);
- Pastilhas: produtos de pequenas dimensões (máximo de 5,0 cm x 5,0 cm) e de processo de produção semelhante ao dos azulejos. São empregadas para revestimento de paredes, principalmente em fachadas de edificações, e pisos de trânsito moderado. Constituem-se de pequenas peças coladas sobre faixas de papel. São resistentes e impermeáveis à água e a manchas. Podem ser foscas, brilhantes ou texturizadas (AMBONI, 1997; BELTRAME, 1998);
- Porcelanatos: elementos usados para revestir pisos. São submetidos, em seu processo de fabricação, à grande pressão e queima em temperatura elevada (aproximadamente 1200° C a 1250°C). Possuem alta resistência à abrasão e à flexão e reduzida absorção;
- Grês: material muito compacto, constituído por várias fases cristalinas dispersas em uma matriz vítrea. São aplicados em revestimentos de pisos. Têm alta resistência à flexão e baixa absorção, entre 0,5% e 3% (CONSTANTINO; DA ROSA; CORRÊA, 2006).

### **2.2.2 Composição**

O corpo cerâmico dos revestimentos é compreendido por matérias-primas naturais e sintéticas. Dentre as matérias-primas naturais citam-se as argilosas e as não-argilosas. As matérias-primas argilosas são as argilas, podendo ser um ou mais tipos, e os materiais não argilosos são, principalmente, feldspato, caulim e quartzo (MACHADO, 2003). Segundo Meyer-Stamer, Maggi e Seibel (2001) estes são os quatro elementos principais de um revestimento cerâmico convencional.

A argila é o componente principal da mistura e é responsável por dar a composição desejada à placa, conferir plasticidade na conformação, promover resistência mecânica ao material não sinterizado e conceder resistência à deformação quando fusões parciais ocorrem durante a sinterização (BARBOSA JUNIOR, 1997). Além disso, a argila propicia, durante o processamento térmico, estrutura e cor para as peças (MOTTA et al., 2002).

Os materiais não argilosos, conforme Machado (2003), servem para sustentar o corpo cerâmico ou propiciar a fusão da massa. Motta et al. (2002) complementam que esses materiais, ao longo das etapas de conformação e de secagem, reduzem a retração dos produtos, favorecem a secagem, e, durante o processamento térmico, controlam as transformações, deformações e a sinterização. Os materiais sintéticos, por fim, são usados para produzir engobes e esmaltes e, portanto, servem para realizar a decoração dos revestimentos (MACHADO, 2003).

As placas cerâmicas para revestimento podem ser feitas de argila pura (argila vermelha) ou de argila misturada a outros minerais (argila branca). Apesar da argila branca possibilitar um controle maior ao produtor sobre o processo de fabricação, seu custo é mais elevado em consideração à argila vermelha. Todavia, não é a cor que determina a qualidade do material, e, sim, o processo industrial e a constituição do material. Um processo de queima satisfatório requer tempo e temperatura adequados, independente da massa ser branca ou vermelha. A qualidade de ambos os produtos é exatamente a mesma desde que sejam produzidas dentro dos critérios pré-estabelecidos (BUSCHINELLI, 2014).

### **2.2.3 Classificação**

As placas cerâmicas são classificadas, segundo a NBR 13817 (ABNT, 1997b), em função dos seguintes critérios:

*a. Esmaltadas e Não Esmaltadas:* as placas cerâmicas são classificadas quanto à presença de esmalte em seu acabamento final e enquadram-se em esmaltadas se possuem cobertura vitrificada e não esmaltadas se não a possuem essa camada;

*b. Métodos de Fabricação:* os revestimentos cerâmicos classificam-se em função do seu método de conformação em extrudadas, prensadas ou produzidas por outro processo;

*c. Grupos de Absorção de Água:* as peças agrupam-se em cinco grupos diferentes de acordo com a porcentagem de água absorvida (de 0 a 10%), conforme pode ser visto na Tabela 1.

Tabela 1 – Grupos de absorção de água de placas cerâmicas

| <b>Grupos</b> | <b>Absorção de Água (%)</b>       |
|---------------|-----------------------------------|
| Ia            | $0 < \text{Absorção} \leq 0,5$    |
| Ib            | $0,5 < \text{Absorção} \leq 3,0$  |
| IIa           | $3,0 < \text{Absorção} \leq 6,0$  |
| IIb           | $6,0 < \text{Absorção} \leq 10,0$ |
| III           | Absorção acima de 10,0            |

Fonte: ABNT (1997b, p. 2)

*d. Classes de Resistência à Abrasão Superficial:* as placas são classificadas em cinco classes em função da quantidade de ciclos para a visualização da abrasão, conforme é demonstrado na Tabela 2.

Tabela 2 – Estágios de abrasão de placas cerâmicas

| <b>Estágios de Abrasão</b>                | <b>Classe de Abrasão</b> |
|---|--------------------------|
| <b>Número de Ciclos para Visualização</b> |                          |
| 100                                       | 0                        |
| 150                                       | 1                        |
| 600                                       | 2                        |
| 700, 1.500                                | 3                        |
| 2.100, 6.000, 12.000                      | 4                        |
| > 12.000                                  | 5                        |

Fonte: ABNT (1997c, p. 22)

*e. Classes de Resistência ao Manchamento:* as placas cerâmicas podem ser classificadas em cinco classes em função da facilidade de remoção de manchas, conforme apresentado no Quadro 2.

Quadro 2 – Classes de resistência ao manchamento de placas cerâmicas

| Classe | Facilidade de Remoção das Manchas  |
|--------|--|
| 5      | Máxima facilidade de remoção de mancha   |
| 4      | Mancha removível com produto de limpeza fraco                                  |
| 3      | Mancha removível com produto de limpeza forte                                  |
| 2      | Mancha removível com ácido clorídrico, hidróxido de potássio e tricloroetileno |
| 1      | Impossibilidade de remoção da mancha   |

Fonte: ABNT (1997c)

*f. Classes de Resistência ao Ataque de Agentes Químicos:* as placas são agrupadas em três classes de resistência química: alta (A), média (B) e baixa (C). E também são discriminadas em decorrência da concentração dos agentes químicos em: alta concentração (H) ou baixa concentração (L). O Quadro 3 ilustra essa classificação.

Quadro 3 – Codificação dos níveis de resistência química de placas cerâmicas

| Agentes Químicos                  |                        | Níveis de Resistência Química |           |           |
|-----------------------------------|------------------------|-------------------------------|-----------|-----------|
|                                   |                        | Alta (A)                      | Média (B) | Baixa (C) |
| Ácidos e Álcalis                  | Alta Concentração (H)  | HÁ                            | HB        | HC        |
|                                   | Baixa Concentração (L) | LA                            | LB        | LC        |
| Produtos Domésticos e de Piscinas |                        | A                             | B         | C         |

Fonte: ABNT (1997b, p. 3)

*g. Aspecto Superficial ou Análise Visual:* as placas são consideradas de primeira qualidade quando 95% das peças analisadas, ou mais, não mostram defeitos perceptíveis na distância padrão normatizada pela NBR 13818 (ABNT, 1997c).

## 2.2.4 Principais Propriedades e Características

Os materiais cerâmicos, de modo geral, em termos de comportamento mecânico são rígidos, resistentes e possuem elevada dureza, entretanto, são extremamente frágeis, devido a sua ausência de ductilidade, e altamente suscetíveis à fratura. Além disso, possuem condutividades térmica e elétrica muito baixas, sendo, dessa forma, ótimos isolantes, e têm alta resistência a temperaturas elevadas e a ambientes severos (CALLISTER, 2008). A dureza das cerâmicas é superior a 200 HB e sua rigidez exibe-se na faixa de 50 a 500 GPa. Além disso, os cerâmicos são

caracterizados por ter elevada resistência a compressão e baixa resistência à tração (BARBOSA JUNIOR, 1997).

Os revestimentos cerâmicos exibem porosidade entre 3 e 18% (expressa como absorção de água) e módulo de ruptura entre 200 e 250 kgf/cm<sup>2</sup> (DE OLIVEIRA, 2000). Possuem resistência ao congelamento e a mudanças bruscas de temperaturas, também chamado de choque térmico e apresentam dilatação térmica da ordem de 8 a 9  $\mu\text{m}/^{\circ}\text{C}$ , o que não é considerado uma dilatação térmica alta (TRISTÃO, 2005).

Outras propriedades importantes dos materiais cerâmicos são que estes portam alto módulo de elasticidade, possuem resistência à tração muito menor que a resistência à compressão e o módulo de ruptura e têm alongamento plástico desprezível na temperatura ambiente. Este alongamento plástico cresce com o aumento da temperatura. Além disso, muitos materiais cerâmicos deformam-se plasticamente por fluência quando ensaiados a altas temperaturas e com cargas baixas e constantes (PADILHA, 2000).

Em termos de densidade, os revestimentos para paredes, tais como azulejos, têm baixa densidade em função de sua microestrutura porosa que confere menor carga estática e maior adesividade à argamassa. Os revestimentos para pisos, todavia, possuem maior densidade, uma vez que as placas cerâmicas para esta finalidade são submetidas a solicitações mais expressivas e, portanto, precisam ter uma maior resistência mecânica a esforços de compressão (BARBOSA JUNIOR, 1997).

Cabral Junior et al. (2008) relatam que as vantagens das placas cerâmicas em comparação aos outros tipos de materiais substitutos são a sua durabilidade, resistência mecânica, facilidade de limpeza e resistência ao ataque de líquidos, além de ser uma peça não inflamável, higienicamente inerte e inorgânica, e apresentar muitas possibilidades de padrões estéticos em sua superfície.

Tendo em vista a praticidade da limpeza e a longa durabilidade da superfície, as placas cerâmicas comumente assumem uma maior vida útil, o que configura mais uma vantagem deste material em relação aos demais tipos de revestimentos concorrentes. Outro ponto positivo dos revestimentos cerâmicos é a possibilidade de fabricação de peças com tamanho maior, o que permite rapidez na execução e um resultado em termos de efeito estético melhor (MENEGAZZO, 2001).

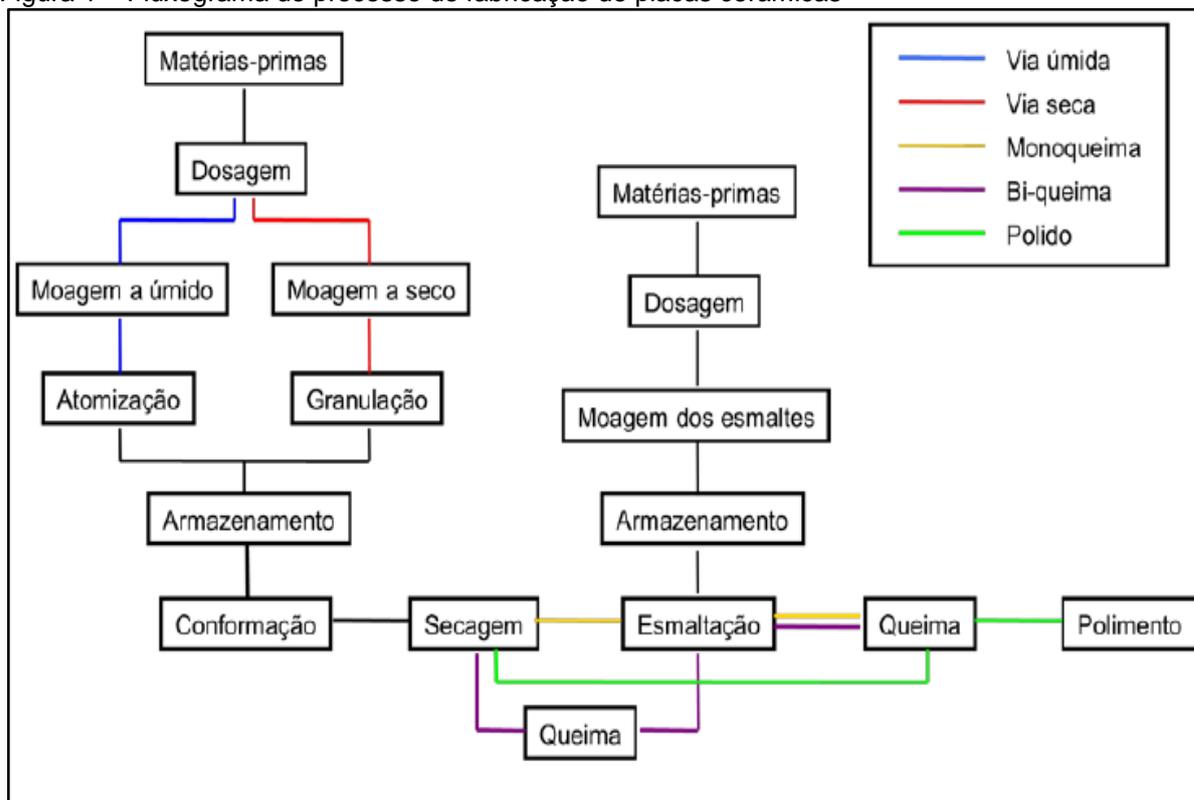
## 2.2.5 Fabricação

A fabricação dos revestimentos cerâmicos pode ser realizada de várias formas, as quais diferem entre si pelos seguintes fatores (MELCHIADES, 2011):

- Tipo de moagem: via seca ou via úmida;
- Tipo de conformação: prensagem, extrusão ou colagem de barbotina;
- Tipo de acabamento superficial: esmalte, polimento superficial ou aspecto rústico;
- Número de tratamentos térmicos: monoqueima ou biqueima.

A Figura 1 mostra, de maneira resumida, os possíveis processos de fabricação dos revestimentos cerâmicos.

Figura 1 – Fluxograma do processo de fabricação de placas cerâmicas



Fonte: Melchiades (2011, p. 16)

De modo geral, como pode ser visto na Figura 1, o processo produtivo, contempla as seguintes etapas principais: preparação das matérias-primas, conformação, secagem, esmaltação, processamento térmico e acabamento da peça.

#### **a. Preparação da Matéria-Prima**

A preparação da matéria-prima, de acordo com Beltrame (1998), tem início com o beneficiamento dos componentes da massa cerâmica. O beneficiamento compreende a desagregação, a moagem, a classificação do material em função de sua granulometria e, em muitos casos, a purificação do material. As matérias-primas sintéticas, por sua vez, habitualmente são concedidas prontas para serem aplicadas, carecendo apenas, às vezes, de algum ajuste de granulometria (ABCERAM, 2010).

Sousa (2008) aponta a preparação das massas cerâmicas como uma das etapas mais importantes da produção dos revestimentos cerâmicos e destaca que esta etapa pode ser feita por dois tipos de processos: moagem via úmida ou moagem via seca. A moagem, de modo geral, tem a finalidade de homogeneizar e cominuir as matérias-primas (DE OLIVEIRA, 2000). Esta é uma etapa crítica onde deve haver o controle da granulometria para que as condições de compactação e características do produto pós-queima sejam assegurados (HECK, 1996).

No procedimento por via úmida, a mistura é moída e homogeneizada em meio aquoso através de um moinho de bolas. Após a moagem é feita a atomização, que consiste em transformar a barbotina (argila e água) em pó atomizado prensável. O processo via úmida é empregado para massas compostas e os revestimentos fabricados por este método apresentam, preferencialmente, base de cor clara (BARBOSA JUNIOR, 1997; BELTRAME, 1998; MACHADO, 2003; CABRAL JUNIOR et al., 2008).

Na tecnologia de processamento por via seca, o processo de moagem das matérias-primas é feito a seco em moinhos pendulares ou de martelos e, posteriormente, o material moído é misturado, umedecido, granulado, a fim de se obter uma distribuição de tamanhos adequada para uma boa prensagem, e seco. O processo via seca é utilizado, normalmente, para massas cerâmicas simples (BARBOSA JUNIOR, 1997; MACHADO, 2003; SOUSA, 2008; CABRAL JUNIOR et al., 2008).

É importante salientar que o método de preparação da massa exerce influência sobre as características da mistura, como sua distribuição granulométrica e forma, e textura dos grânulos (atomização) ou aglomerados (granulação), que, conseqüentemente, afetarão o estágio de conformação e as características microestruturais da peça a verde gerada. A microestrutura da peça a verde não somente define as propriedades mecânicas do material quando acabado, mas também interfere nas fases sucessivas da fabricação (AMORÓS, 2000a).

## **b. Conformação**

Após as matérias-primas estarem com granulometria e composição adequadas, é efetuada a etapa de conformação. A conformação resume-se à moldagem das matérias-primas em peças na forma e nas dimensões desejadas (COELHO, 1996). É uma etapa de grande importância no processo produtivo das placas cerâmicas, pois é nesta fase que o material obtém as características estruturais pretendidas. Por esse motivo, o processo de conformação necessita ser convenientemente controlado, tendo em vista que as variáveis da máquina e também da matéria-prima podem afetar as características da placa fabricada (AMORÓS, 2000b). A má compactação, por exemplo, pode incitar defeitos nos revestimentos cerâmicos, de modo a prejudicar seu desempenho na função destinada.

Neste estágio do processo produtivo, deseja-se obter um compacto com elevado grau de empacotamento das partículas. O resultado satisfatório desse processo é extremamente dependente da distribuição da granulometria das partículas obtidas durante a moagem, das características morfológicas e da umidade dos grânulos atomizados e da pressão de compactação usada (MELCHIADES, 2011).

O método de conformação é selecionado de acordo com o tipo, tamanho, complexidade e produtividade necessária do material que se pretende fabricar (BARBOSA JUNIOR, 1997). Os revestimentos cerâmicos podem ser conformados através das seguintes técnicas: prensagem, extrusão e colagem (MELCHIADES, 2011).

A prensagem é empregada para conformar massas cerâmicas no estado seco, ou seja, aquelas cuja proporção de água, em massa, seja de 5 a 10% (BARBOSA JUNIOR, 1997). Esta técnica de conformação é a mais empregada na produção de

revestimentos cerâmicos, tanto no processo por via seca como no por via úmida, sendo responsável pela maior parte da fabricação nacional desses produtos (BARBOSA JUNIOR, 1997; SOUSA, 2008).

A extrusão é a técnica utilizada quando a massa é usada no seu estado plástico, isto é, com umidade em massa de 15 a 20% (BARBOSA JUNIOR, 1997). Pode ser aplicada para massa simples e massa composta e também para ambos os processos de moagem (via seca e via úmida) (CABRAL JUNIOR et al., 2010). A extrusão é um método de conformação pouco empregado nacionalmente na produção de revestimentos cerâmicos, representando somente cerca de 2 a 3% da produção total no Brasil (SOUSA, 2008). Esta técnica é utilizada para fabricar produtos especiais, tais como placas de alta resistência, placas de acabamento rústico (MACHADO, 2003; CABRAL JUNIOR et al., 2010; MELCHIADES, 2011), produtos de seção constante, tijolos e tarugos (bastonetes), e para prensagem plástica de telhas (RIBEIRO; FERREIRA; LABRINCHA, 2003).

A colagem, por fim, é o método aplicado em massas cerâmicas que apresentam-se no estado barbotina, isto é, massas cerâmicas que contenham cerca de 40 a 50% de massa de água em sua composição (BARBOSA JUNIOR, 1997). Esta técnica é pouco utilizada e é exclusivamente empregada em processos artesanais (MELCHIADES, 2011).

### **c. Secagem**

Após a conformação, a próxima etapa é a de secagem (MACHADO, 2003). Os materiais, após serem conformados, permanecem com umidade proveniente da preparação da massa. Com o intuito de que não ocorram tensões e, por conseguinte, defeitos nas peças, é imprescindível que essa água seja retirada (DE AMORIM, 2007). A secagem, portanto, consiste em retirar a umidade da peça e, além disso, objetiva melhorar sua resistência mecânica e agregar temperatura à peça para o trabalho de esmaltação (AMBONI, 1997).

A secagem deve ocorrer de forma lenta e gradual (DE AMORIM, 2007) e pode ser feita de forma natural, por ar quente úmido, por secadores de túnel e por radiação infravermelha (BAUER, 2008). Geralmente, a secagem é feita em secadores onde o ar quente circula entre as peças a uma determinada temperatura e velocidade (MOTA

NETO, 2008), comumente sob temperaturas compreendidas entre 50°C e 150°C (DE AMORIM, 2007).

Na fase de secagem, ao mesmo tempo em que se dá a evaporação de água residual, ocorre um aumento de resistência mecânica do produto cerâmico, em virtude de uma densificação ocasionada pelo empacotamento e atração de partículas que amplifica as forças de ligação entre as mesmas (DE OLIVEIRA, 2000). A secagem é um dos principais parâmetros incidentes na qualidade dos revestimentos. É tida como uma etapa essencial da linha produtiva, sendo responsável pelas dimensões finais e pela presença de defeitos estéticos dos produtos (MOTA NETO, 2008). Além disso, demonstra-se extremamente fundamental assim como a etapa de queima, visto que a inserção da peça ainda úmida no forno faz com que a umidade interior fique contida na crosta externa, o que acarreta em tensões no interior da peça e no consequente fendilhamento do material (BAUER, 2008).

#### **d. Esmaltação**

Nos produtos esmaltados, a etapa que precede a secagem é a de esmaltação. Esta, em linhas gerais, consiste na aplicação de uma ou mais camadas de um material denominado vidrado (ou esmalte), que resulta em uma espessura total de 75 a 500 µm, que cobrirá a superfície da placa (BRISTOT, 2002).

O objetivo da esmaltação é atribuir à peça queimada uma série de propriedades técnicas e estéticas, como impermeabilidade, facilidade de limpeza, brilho, cor, textura e resistência química e mecânica (BRISTOT, 2002). A formulação do vidrado é estabelecida em função das características do corpo cerâmico, das características finais do esmalte e da temperatura de queima (OLIVEIRA; MAGANHA, 2006). Os métodos de esmaltação mais empregados são a pulverização e a cortina contínua (BERTO, 2000).

#### **e. Processamento Térmico**

O processamento térmico é a etapa subsequente à secagem (no caso de materiais não esmaltados) e à esmaltação (para materiais esmaltados). Este consiste em submeter as placas a altas temperaturas, geralmente entre 800°C a 1700°C, em

fornos contínuos ou intermitentes, para que as placas adquiram suas propriedades finais (ABCERAM, 2016).

A queima, segundo Ferrari et al. (2000), é a etapa mais importante dentre todas do processo produtivo e seu resultado dependente essencialmente da composição da massa do corpo cerâmico. Isso porque durante a queima ocorrem reações físico-químicas que determinam a microestrutura final da peça e os constituintes presentes no corpo cerâmico é que determinam as fases cerâmicas que serão formadas.

Associada as reações físico-químicas que se desenvolvem na etapa de queima, há a formação de novas fases cristalinas e vítreas que alteram a microestrutura da peça. A modificação da forma e do tamanho dos poros é uma das mais importantes, pois a maioria das propriedades físicas do material queimado depende deste parâmetro, como a resistência mecânica, resistência ao choque térmico, resistência ao gelo, entre outros (BARBOSA JUNIOR, 1997).

Portanto, as propriedades finais de um revestimento cerâmico dependem da natureza física, química e mineralógica das matérias-primas empregadas na mistura e também das condições de queima. A alteração das matérias-primas, dos percentuais da composição das massas cerâmicas e das condições de processamento térmico, acarreta na mudança expressiva das propriedades finais dos produtos desenvolvidos (SOUSA, 2008).

Bristot (2002) relata que as principais variáveis do processo de queima a serem consideradas são o ciclo térmico (temperatura *versus* tempo) e a atmosfera do forno, que devem ser definidas em função da composição, tecnologia de fabricação e do produto cerâmico pretendido. Oliveira e Maganha (2006) explicam que a operação de queima contempla três estágios: aquecimento da temperatura ambiente até a temperatura pré-estabelecida, patamar na temperatura especificada ao longo de um determinado intervalo de tempo e resfriamento até temperaturas inferiores a 200°C.

O processamento térmico pode ser feito através de dois procedimentos: monoqueima ou biqueima. Em resumo, a biqueima é quando o material é submetido a duas queimas subsequentes: a primeira antes da aplicação da decoração, vidrado ou outro, e a segunda após a vidração para a fixação do vidrado sobre a superfície. E a monoqueima é aquela em que a decoração e vidração são realizadas no material ainda cru, sendo posteriormente queimado uma única vez para obter as características finais requeridas (AMBONI, 1997).

A monoqueima é fortemente aplicada na produção de pisos e a biqueima na fabricação de azulejos (COELHO, 1996). Conforme Beltrame (1998), a monoqueima é a principal inovação da indústria nos últimos anos, podendo apresentar 50% ou mais de economia de energia em relação a biqueima.

#### **f. Acabamento Final da Peça**

A maioria dos produtos cerâmicos estão prontos para o consumo após findada a etapa de queima. Entretanto, alguns tipos de revestimentos cerâmicos necessitam de um processamento adicional para satisfazer a algumas características. Este processamento pós-queima denomina-se “acabamento” e pode incluir polimento, corte, furação, etc. (DE AMORIM, 2007). Segundo Sánchez et al. (2006), este último estágio da fabricação tem finalidade de produzir um acabamento superficial muito suave e brilhante que não poderia ser alcançado sem o tratamento de polimento.

### **2.3 Aplicação de Aerogel em Materiais Cerâmicos e de Construção**

O uso do aerogel, em função das suas propriedades promissoras, tem se difundido cada vez mais nas diversas áreas científicas e para as mais infinitas finalidades. Duas dessas áreas são a de materiais cerâmicos e de materiais de construção civil, nas quais a aplicação do aerogel é feita, na maioria dos casos, com o objetivo da obtenção de materiais com menor condutividade térmica, maior porosidade e/ou menor densidade.

Stahl et al. (2012) investigaram a integração de aerogéis em argamassas de revestimento. A incorporação de 60 a 90% de aerogel de sílica, em volume, na argamassa resultou em uma condutividade térmica de  $0,025 \pm 0,002$  W/m.K, a uma densidade de, aproximadamente,  $200$  kg/m<sup>3</sup>. Os autores verificaram que esta condutividade térmica varia com a alteração da pressão de produção. Em geral, o aumento da pressão aplicada induz a maiores valores de condutividade térmica. Segundo os autores, a alta pressão danifica parte da estrutura do aerogel e, em função disso, provavelmente a água líquida entra nos nano-poros do granulado de aerogel, permanece presa e leva muito tempo para secar.

As propriedades térmicas e acústicas de sistemas isolantes inovadores usados como revestimentos de edifícios foram investigados por Buratti et al. (2014). Os autores pesquisaram a adição de aerogel granulado de sílica misturado com gesso natural em diferentes porcentagens. A condutividade térmica foi examinada mediante diferentes porcentagens de aerogel. Verificou-se que o uso de cerca de 90,0%, em volume, de aerogel na mistura reduz cerca de 90,0% a condutividade térmica do revestimento. Ao aumentar a porcentagem de aerogel granular, consegue-se uma condutividade térmica média na faixa de 0,018 a 0,020 W/m.K, cerca de 96,0 a 96,4% menor do que a amostra de referência.

Soares et al. (2014) também estudaram a inserção de aerogel, e de outros materiais leves em argamassas para avaliar o efeito desses agregados na porosidade, massa volumétrica aparente, absorção capilar, secagem e permeabilidade ao vapor de água das argamassas. Foram produzidas argamassas à base de cimento com um traço volumétrico 1:4, onde fez-se a substituição da areia siliciosa, em igual porcentagem de volume (entre 20% e 30%), por aerogel de sílica, argila expandida e granulado de cortiça. Os autores observaram que a argamassa com aerogel propiciou o maior aumento na porosidade aberta da argamassa em comparação aos outros materiais leves inseridos, tendo aumentado 56% dessa propriedade, enquanto que as argamassas com cortiça e com argila expandida aumentaram apenas 23% da porosidade.

Além do maior aumento da porosidade aberta, a argamassa com aerogel exibiu a maior absorção capilar, o menor índice de secagem, um baixo coeficiente de resistência à difusão do vapor de água e o menor coeficiente de condutibilidade térmica. Este último foi de aproximadamente 0,67 W/m.K, cerca de 56% menor que a condutibilidade térmica da argamassa de referência e  $36 \pm 3\%$  menor em relação as demais argamassas. Portanto, ao término deste estudo, os autores verificaram que o aerogel de sílica foi o responsável pelos efeitos mais pronunciados nos resultados obtidos, em função das alterações da estrutura porosa da argamassa produzida devido à excepcional área superficial deste agregado (SOARES et al., 2014).

Fantucci et al. (2018) desenvolveram um gesso térmico contendo aerogel para revestimento interno de edificações. Várias fórmulas base foram testadas, dentre outros motivos, para identificar o tamanho ideal de partícula de aerogel a ser usado como componente isolante na mistura. Segundo os autores, o desempenho de isolamento do produto é fornecido pela incorporação de um aerogel de sílica de alto

desempenho na mistura de gesso, que contém mais de 95% do ar, capturado em poros de tamanho da ordem dos nanômetros. Duas medições de condutividade térmica foram realizadas: primeiro com as amostras secas e depois com as umedecidas. As medições de condutividade térmica foram realizadas em três temperaturas médias diversas (10, 25 e 40°C) com uma diferença de temperatura entre as duas placas de medição de 20°C. Os resultados de condutividade térmica demonstraram que a amostra contendo aerogel misturada manualmente foi a que apresentou maior desempenho, apresentando coeficiente de transferência de calor igual a 0,52 W/m<sup>2</sup>.K. A amostra com adição de aerogel misturada mecanicamente resultou em um coeficiente de transferência de calor em torno de 0,60 W/m<sup>2</sup>.K e o da amostra de referência foi de 1,34 W/m<sup>2</sup>.K.

Schuss, Pont e Mahdavi (2017), em investigação nessa mesma linha de pesquisa, apuraram o desempenho térmico de sistemas de gesso com aerogel em fachadas estruturadas sob condições reais. Segundo os autores, a utilização de aerogel reduziu cerca de 64% o valor de condutividade térmica do revestimento de gesso (o coeficiente de transferência de calor passou de 1,25 para 0,46 W/m<sup>2</sup>.K).

Liu et al. (2016) em pesquisa aos revestimentos de gesso com aerogel, mostraram que um teor de 0 a 60% de aerogel traz uma melhora significativa da condutividade térmica (de 0,6 a 0,152 W/m.K), no entanto, reduz drasticamente a resistência à compressão (de 40 a 2,15 MPa).

Zhang et al. (2016), averiguaram a adição de aerogel de sílica em uma cerâmica altamente porosa Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>. Foram testadas diferentes proporções (de 10 a 25%) de sólidos e de aerogel de sílica e aferidas as seguintes propriedades: porosidade, condutividade térmica e resistência à compressão. Como resultados, os autores verificaram que à medida que o teor de sólidos das suspensões foi aumentado de 10 para 25% em volume, os cerâmicos Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> porosos iniciais tiveram um aumento de sua resistência à compressão, de 0,50 para 5,10 MPa, e de sua condutividade térmica, que passou de 0,079 para 0,286 W/m.K. Com a impregnação dos aerogéis de sílica, a resistência à compressão e a condutividade térmica dos compósitos passaram de 0,90 MPa para 9,30 MPa e de 0,069 para 0,260 W/m.K, respectivamente. Assim, foi possível concluir que a impregnação de cerâmicas Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> porosas com aerogel de sílica melhora a propriedade mecânica e a condutividade térmica desse

material que pode apresentar potencial aplicação como isolamento térmico de alta temperatura.

Júlio et. al (2016) estudaram a aplicação de aerogéis à base de sílica, secos pelo método subcrítico, para aplicação como agregados leves para rebocos à base de cimento. Segundo os autores, a estrutura poroso dos aerogéis e do reboco correspondente foram correlacionadas com suas condutividades térmicas. O método subcrítico de secagem do aerogel sintetizado provou trazer vantagens ao material produzido pelo método supercrítico, uma vez que a distribuição do tamanho das partículas pôde ser controlada, o material tornou-se mais hidrofóbico e ainda conferiu maiores áreas de superfície específicas e maior volume total de poros ao reboco. Os estudos também indicaram que uma boa estabilização dos aerogéis híbridos dentro da pasta de cimento aquosa, sem afetar a estrutura final do reboco, foi alcançada ao utilizar-se um surfactante aniônico. A faixa eficiente de conteúdo de aerogel para fins de isolamento térmico (acima de 60% do volume do total de agregado) foi otimizado com o uso de um aerogel subcrítico inorgânico. Condutividades térmicas tão baixas quanto aproximadamente 0,085 W/m.K e densidades de 410 kg/m<sup>3</sup> foram obtidos por substituição total de areia de sílica por um aerogel híbrido produzido.

Gao et al. (2014), pesquisaram a incorporação de partículas de sílica aerogel em concreto. O estudo constatou o sucesso na preparação de um concreto leve e isolante à base de cimento contendo partículas de aerogel, demonstrando uma densidade de 1,0 g/cm<sup>3</sup>, uma condutividade térmica de 0,26 W/m.K e uma resistência à compressão de 8,3 MPa a um teor de aerogel de 60% de volume. Além disso, os autores afirmam que a densidade, a condutividade térmica e as propriedades mecânicas do concreto incorporado por aerogel podem ser controladas ao variar-se o teor de aerogel. Observações de microscopia eletrônica de varredura revelaram que as partículas de aerogel são estáveis durante a hidratação de materiais cimentícios, o que sugere possibilidades de combinação de aerogel e materiais de concreto para aplicações de construção.

Westgage, Paine e Ball (2018) investigaram o uso de aerogel como aditivo para rebocos à base de cal, com o objetivo de melhorar a eficiência da qualidade térmica dos edifícios, de forma a manter ou melhorar a permeabilidade ao vapor. Cinco preparações experimentais de cal foram preparadas com massa de cal como material aglutinante e agregado em diferentes proporções de grânulos de areia e de aerogel. Em estudo prévio, já se haviam confirmado resistências muito baixas para misturas

de gesso contendo grânulos de aerogel apenas como agregado material, portanto, fibras de polipropileno foram incorporadas como um material aditivo secundário para melhorar as propriedades mecânicas e reduzir a perda de força atribuída ao encolhimento e rachaduras. Os resultados mostraram que os grânulos de aerogel podem ser incorporados com sucesso em emplastros de cal a melhorar a eficiência térmica. A adição de aerogel também foi encontrada para melhorar a permeabilidade ao vapor de água. A inclusão de fibras de polipropileno foi eficaz na redução do encolhimento e rachaduras a níveis aceitáveis.

Avrella (2015) fez o estudo da inserção de xerogel em materiais cerâmicos. O xerogel é um material também resultante da síntese sol-gel, sendo sua única diferença em relação ao aerogel, o seu tipo de secagem. Enquanto o aerogel pode ser seco pelo método hiper crítico ou por pressão ambiente, o xerogel é seco por evaporação do solvente. O autor avaliou a condutividade térmica, dentre outras propriedades, quando inseridos 8% de xerogel em placas cerâmicas e verificou um aumento na resistência térmica do material. O autor menciona que a condutividade térmica da placa com 8% de xerogel foi de 0,2850 W/m.K, enquanto que a da placa contendo 100% argila vermelha foi de 0,6549 W/m.K, ou seja, a inserção de xerogel reduziu, aproximadamente, a metade da condutividade térmica da placa cerâmica. Avrella (2015) atribui essa redução da condutividade térmica ao aumento no número de vazios na estrutura das placas cerâmicas pela presença de 8% do xerogel sintetizado, conforme revelam os dados da diminuição da densidade das placas de  $1,75 \pm 0,02$  g/cm<sup>3</sup> (placa 100% argila) para  $1,72 \pm 0,02$  g/cm<sup>3</sup> (placa com 8% de xerogel).

Wernery et al. (2017) substituíram o enchimento de perlita de um tijolo isolante comercialmente disponível por um novo composto de aerogel altamente isolante para reduzir ainda mais a sua condutividade térmica. Para a análise da condutividade térmica dos tijolos, usaram-se tanto uma instalação de placa quente protegida quanto simulações térmicas. Os resultados mostraram uma diminuição pronunciada da condutividade térmica de 91 até 59 mW/m.K, que corresponde a um coeficiente de transferência de calor de apenas 0,157 W/m<sup>2</sup>.K.

Vale salientar que, assim como o estudo de Werney et al. (2017), constam na literatura várias obras científicas que investigam a utilização do aerogel como elemento de enchimento de outros materiais aplicados na construção civil (paredes, vidros, janelas, vãos, telhados, etc.), como REIM et al. (2002), Da Rocha (2008), Silva

(2013), entre outros. Porém, nestes casos, o aerogel não é incorporado na estrutura desses materiais, ou seja, não há a formação de um compósito, de forma que cada material atua de maneira independente e o resultado obtido é em função da soma dos seus comportamentos individuais. Sendo assim, apesar dos bons resultados relatados nesses estudos referentes à condutibilidade térmica em função da adição de aerogel, estes não são abordados nesta seção tendo em vista que o objetivo desta presente pesquisa é estudar o desempenho térmico quando há a incorporação de aerogel na estrutura de um material cerâmico, isto é, quando há a formação de um material compósito.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são expostos os materiais e os métodos empregados para o preparo do aerogel e a produção das placas cerâmicas, bem como a descrição dos ensaios que foram realizados para a caracterização desses materiais.

A metodologia empregada para o desenvolvimento deste trabalho foi essencialmente experimental e foi constituída, basicamente, de cinco etapas principais:

- Síntese do aerogel;
- Caracterização do aerogel sintetizado;
- Caracterização das argilas (argila vermelha e argila branca);
- Preparação das placas cerâmicas;
- Execução dos ensaios para a caracterização mecânica, química, física e térmica das placas cerâmicas produzidas.

As nomenclaturas adotadas para as diferentes formulações de placas cerâmicas produzidas neste trabalho são apresentadas no Quadro 4.

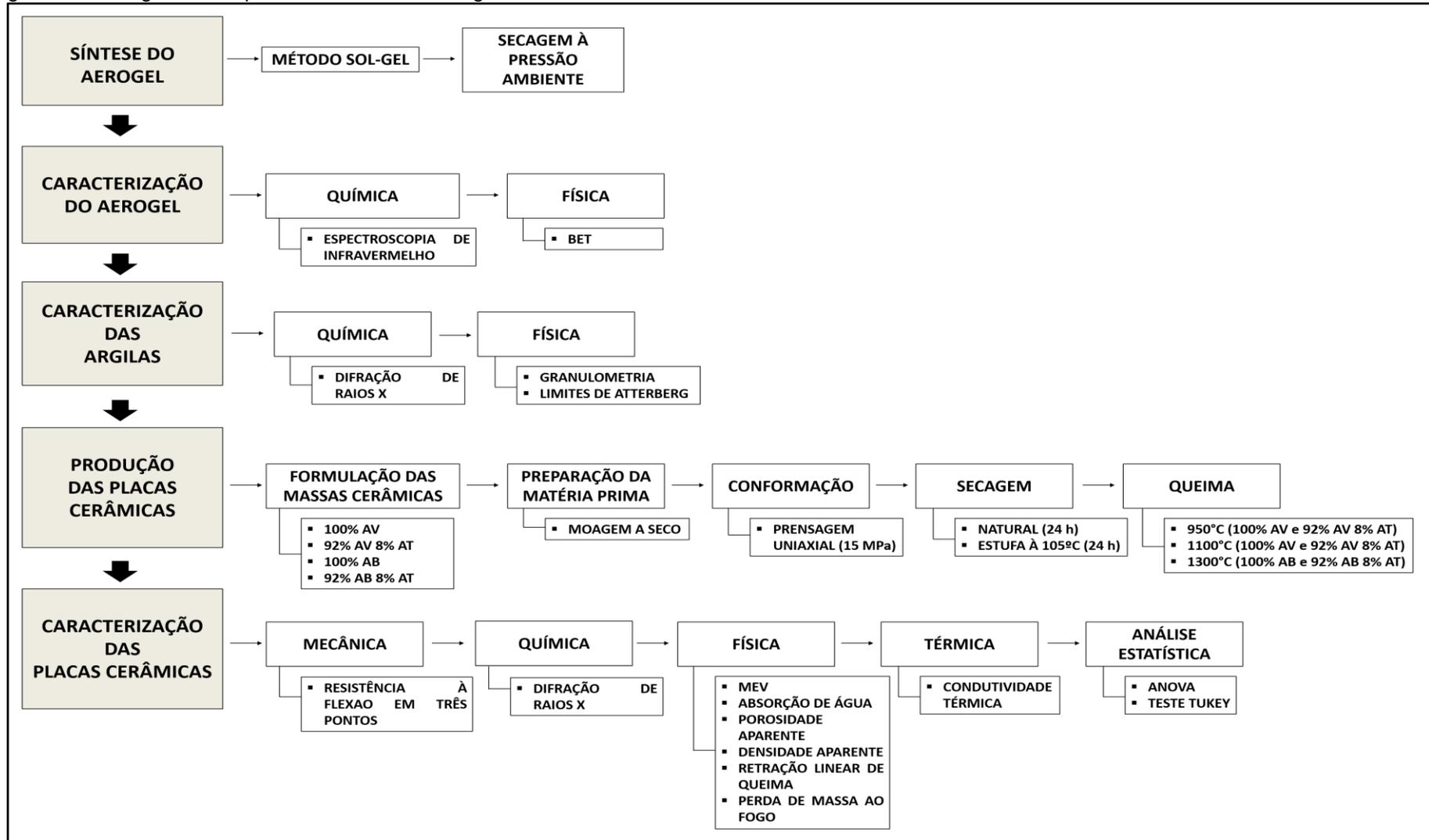
Quadro 4 – Nomenclaturas adotadas para as placas cerâmicas

| <b>NOMENCLATURA</b> | <b>FORMULAÇÃO DA PLACA CERÂMICA</b>         |
|---------------------|---|
| 100% AV             | 100% argila vermelha                        |
| 100% AB             | 100% argila branca                          |
| 92% AV 8% AT        | 92% argila vermelha e 8% de aerogel de TEOS |
| 92% AB 8% AT        | 92% argila branca e 8% de aerogel de TEOS   |

Fonte: Própria autora

Os procedimentos adotados para o desenvolvimento desta pesquisa são mostrados, sucintamente, na Figura 2.

Figura 2 – Fluxograma dos procedimentos metodológicos



Fonte: Própria autora

### 3.1 Matérias-Primas para a Síntese do Aerogel

O aerogel sintetizado foi um aerogel de tetraetilortosilicato – TEOS. Este foi preparado com a utilização das seguintes matérias-primas:

- Tetraetilortosilicato – TEOS ( $\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$ );
- Trimetilclorosilano – TMCS ( $\text{C}_3\text{H}_9\text{SiCl}$ );
- Etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ );
- Água deionizada ( $\text{H}_2\text{O}$ );
- Ácido clorídrico ( $\text{HCl}$ );
- Hidróxido de amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ );
- N-hexano ( $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ).

A seguir são expostas as especificações técnicas de cada material, bem como a justificativa para a utilização de cada um deles.

#### 3.1.1 Tetraetilortosilicato – TEOS

Tendo em vista que os precursores mais utilizados para a produção de aerogéis de sílica são os alcóxidos de silício (NASCIMENTO, 2002; RAO; RAO; PAJONK, 2005; RAO; PAJONK; RAO, 2005; RAO; RAO; PAJONK, 2007; ARAVIND et al., 2010), optou-se por utilizar o tetraetilortosilicato – TEOS como precursor da síntese do aerogel desta pesquisa.

O tetraetilortosilicato – TEOS usado na produção do aerogel é de procedência Merck, tem peso molecular 208,33 g/mol e densidade a 20°C de 1,72 g/ml. A escolha de utilizar o TEOS baseou-se no fato deste ser o tetraalcóxido mais empregado no processo sol-gel e devido a sua grande facilidade de formar ligações Si-O-Si (siloxano) através das reações de hidrólise e policondensação (AWANO, 2012; FERMINO, 2014). Além disso, também levou-se em consideração sua solubilidade, a estabilidade térmica de seus substituintes orgânicos, a cinética das reações envolvidas e sua compatibilidade com os demais componentes do sol que irão compor a rede estrutural do gel (BRINKER; SCHERER, 1990). Ademais, esta escolha também se justificou em

função do TEOS atuar como um fortalecedor para o gel, evitando que ocorra quebra das estruturas formadas (TADJARODI et al., 2013).

### **3.1.2 Trimetilclorossilano – TMCS**

Como o emprego de TEOS acarreta em um aerogel hidrofílico e uma vez que este trabalho objetiva a aplicação de aerogel para fins de desempenho térmico e que a hidroflicidade pode possibilitar a condensação de água no interior dos poros e ocasionar o colapso destes, prejudicando a característica de isolante térmico do material (HWANG; KIM; HYUN, 2008), aplicou-se um modificador de superfície.

O modificador de superfície utilizado foi o trimetilclorossilano – TMCS, de procedência Merck, peso molecular 108,64 g/mol e densidade a 20°C de 0,86 g/ml. Optou-se por usar o TMCS para reduzir as características hidrofóbicas do aerogel sintetizado, diminuir as forças capilares e tornar possível a secagem a pressão ambiente, evitando o processo de secagem supercrítico (CHIAPPIM JUNIOR, 2012).

### **3.1.3 Etanol**

O solvente usado na produção do aerogel foi o etanol absoluto (99,5%), de procedência Dinâmica, peso molecular 46,07 g/mol e densidade a 20°C de 0,80 g/ml. A escolha por utilizar um solvente alcoólico se deu em virtude do precursor a ser empregado ser um alcóxido e do etanol ser o solvente mais comum neste tipo de processo e o mais acessível em termos de custos.

### **3.1.4 Água Deionizada**

A água deionizada empregada no processo de preparo do aerogel possui as seguintes especificações: peso molecular 18,00 g/mol e densidade a 20°C de 1,00 g/ml.

### **3.1.5 Ácido Clorídrico**

Para permitir uma hidrólise mais rápida e completa na primeira etapa da síntese do aerogel, utilizou-se o ácido clorídrico como catalisador. O ácido clorídrico usado é

de procedência Neon, possui peso molecular 36,46 g/mol e densidade a 20°C de 1,18 g/ml. A escolha por utilizar um catalisador ácido se deu em virtude de estes serem mais eficientes em comparação as bases de concentração equivalente tendo em vista que diminuem o tempo de geleificação (BRINKER; SCHERER, 1990).

### **3.1.6 Hidróxido de Amônio**

O hidróxido de amônio utilizado é de procedência Merck, tem peso molecular 35,04 g/mol e densidade a 20°C de 0,90 g/ml. Este foi aplicado como catalisador da segunda etapa da produção do aerogel.

### **3.1.7 N-Hexano**

O n-hexano usado na síntese do aerogel é de procedência CAQ, possui peso molecular 86,18 g/mol e densidade a 20°C de 0,66 g/ml. A escolha deste reagente se deu em virtude de trabalhos prévios terem demonstrado uma boa eficiência deste solvente quando aplicado na etapa de secagem do aerogel (LI et al., 2012).

## **3.2 Matérias-Primas para a Produção das Placas Cerâmicas**

Tendo em vista que a qualidade dos revestimentos cerâmicos não é afetada pela cor da massa cerâmica (BUSCHINELLI, 2014), foram utilizadas nesta pesquisa argila vermelha e argila branca, para assim, poder comparar os resultados obtidos com cada um destes materiais. Portanto, para a fabricação das placas cerâmicas foram empregadas as seguintes matérias-primas:

- Argila (vermelha e branca);
- Água;
- Aditivo ligante.

### 3.2.1 Argila Vermelha

A argila vermelha empregada nesta pesquisa (Figura 3) é proveniente de uma várzea do 2º Distrito do Passo Novo da cidade de Alegrete, RS, próxima ao município de Manoel Viana, RS. Esta argila possui elevado teor de plasticidade e apresenta, essencialmente, em sua composição química sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alto teor de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) (AVRELLA, 2015).

Figura 3 – Argila vermelha



Fonte: Própria autora

A escolha por utilizar essa argila se deu em virtude dos ótimos resultados térmicos encontrados para placas cerâmicas com inserção de xerogel fabricadas com essa matéria-prima nos estudos desenvolvidos por Avrella (2015). O autor relata ter conseguido uma condutividade térmica de  $0,2850 \text{ W/m.K}$  para placas desta base cerâmica contendo 8% de uma mistura de xerogéis.

### 3.2.2 Argila Branca

A argila branca empregada para a produção das placas cerâmicas é uma argila caulim (Figura 4) procedente do município de Vargem Grande do Sul, SP e foi adquirida comercialmente na empresa Helager Indústria e Comércio Ltda. Esta argila é predominantemente composta, em termos químicos, por sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Figura 4 – Argila branca



Fonte: Própria autora

A definição da utilização desse material se fundamentou nos resultados significativos de resistência à flexão em três pontos encontrados por Nunes (2017) em misturas cerâmicas contendo 100% argila branca. Este autor menciona ter alcançado módulo de resistência à flexão de 19,50 MPa para placas cerâmicas composta integralmente por argila branca. Outro fator que influenciou na escolha do material foi o seu baixo custo.

### 3.2.3 Aditivo Ligante

Para aperfeiçoar a resistência da massa cerâmica à verde e pós sinterização, usou-se o aditivo ligante carbonato de sódio, mostrado na Figura 5. Este é de procedência Vetec.

Figura 5 – Carbonato de sódio



Fonte: Própria autora

A justificativa para a aplicação deste aditivo se alicerçou nos resultados satisfatórios de resistência à verde obtidos em estudos desenvolvidos por Quereda et al. (2011) em argilas para a produção de placas cerâmicas. Os autores revelam que pequenos percentuais deste aditivo geram incrementos significativos da resistência mecânica das peças a seco, sendo capaz de elevar esta propriedade em até 70% sem afetar de forma considerável o comportamento reológico da suspensão.

### 3.3 Síntese do Aerogel

O aerogel foi sintetizado pelo método sol-gel. Apesar deste processo tornar mais oneroso o produto final, ele permite a preparação de polímeros inorgânicos de

alta pureza e com larga faixa de propriedades estruturais e texturais (DA SILVA, 1992). A escolha desse método também se justifica por ser um método que permite o preparo de géis vítreos com multicomponentes à temperatura ambiente, com propriedades especiais, alta homogeneidade, à baixa temperatura, com baixo consumo de energia, mínima perda por evaporação, mínima poluição atmosférica, sem separação de fase e sem passar pelo ponto de cristalização. Além disso, é um método que exige uma infraestrutura simples, já que o processo exige praticamente vidrarias de laboratório e fornos de baixa temperatura (aproximadamente 1200°C) (DONATTI, 2003).

A síntese do aerogel ocorreu em três etapas. Na primeira etapa, inicialmente preparou-se a solução (Figura 6). Esta consistiu na mistura, nessa ordem, dos seguintes componentes: TEOS, TMCS, etanol, água e ácido clorídrico. A razão molar utilizada destes elementos, em gramas/gramas, foi de, respectivamente, 1: 0,36: 3,1: 1,2:  $7 \times 10^{-4}$ , conforme estudos de Li et al. (2012). A solução foi mantida em refluxo à temperatura de 70°C durante o intervalo de tempo de uma hora, sempre mediante constante agitação (Figura 7).

Figura 6 – Preparação da solução



Fonte: Própria autora

Figura 7 – Solução mantida em refluxo à 70°C



Fonte: Própria autora

A hidrólise da solução de TEOS no solvente orgânico etanol leva a formação de partículas com função silanol (Si-OH), as quais por polimerização via condensação, geram um sol e a continuidade do processo leva à formação de um gel (BRINKER; SCHERER, 1990; SILVA, 2009; SILVA, 2013). Portanto, após a adição de todos os componentes, agitou-se a mistura para assegurar a homogeneização do sol.

Em uma segunda etapa da síntese, a solução foi novamente dissolvida em uma mistura de etanol, água, e hidróxido de amônio. A proporção estequiométrica desses componentes, em gramas/gramas, foi de 1: 7:  $5 \times 10^{-4}$ , conforme Li et al. (2012).

O produto permaneceu em repouso pelo período de 24 horas dentro de uma capela de exaustão. Nesse intervalo de tempo, o produto passou do seu estado sol (Figura 8) para seu estado gel (Figura 9).

Figura 8 – Produto em seu estado sol



Fonte: Própria autora

Figura 9 – Produto em seu estado gel



Fonte: Própria autora

Em uma terceira etapa, “moeu-se” o material em pequenas partículas (Figura 10) e lavou-se com n-hexano (Figura 11). A lavagem com n-hexano foi realizada para permitir a retirada da fase líquida do produto por evaporação à pressão ambiente. Após este processo, o material permaneceu sob secagem em pressão e temperatura ambiente durante o intervalo de tempo de quatorze dias (Figura 12).

Optou-se por este tipo de secagem tendo em vista que é um método alternativo para a obtenção de aerogéis de sílica (BANGI; RAO; RAO, 2008; ARAVIND et al., 2010; SARAWADE et al., 2007). Além disso é um método novo amplamente utilizado e que, além de ter custos mais acessíveis, não representa riscos como a secagem supercrítica. Segundo Desphande, Smith e Brinker (1996), é uma técnica que aumenta a possibilidade de produção contínua com menores custos operacionais e de capital.

Figura 10 – Moagem do produto para lavagem com n-hexano



Fonte: Própria autora

Figura 11 – Lavagem do produto com n-hexano



Fonte: Própria autora

Figura 12 – Produto na etapa de secagem à pressão e temperatura ambiente

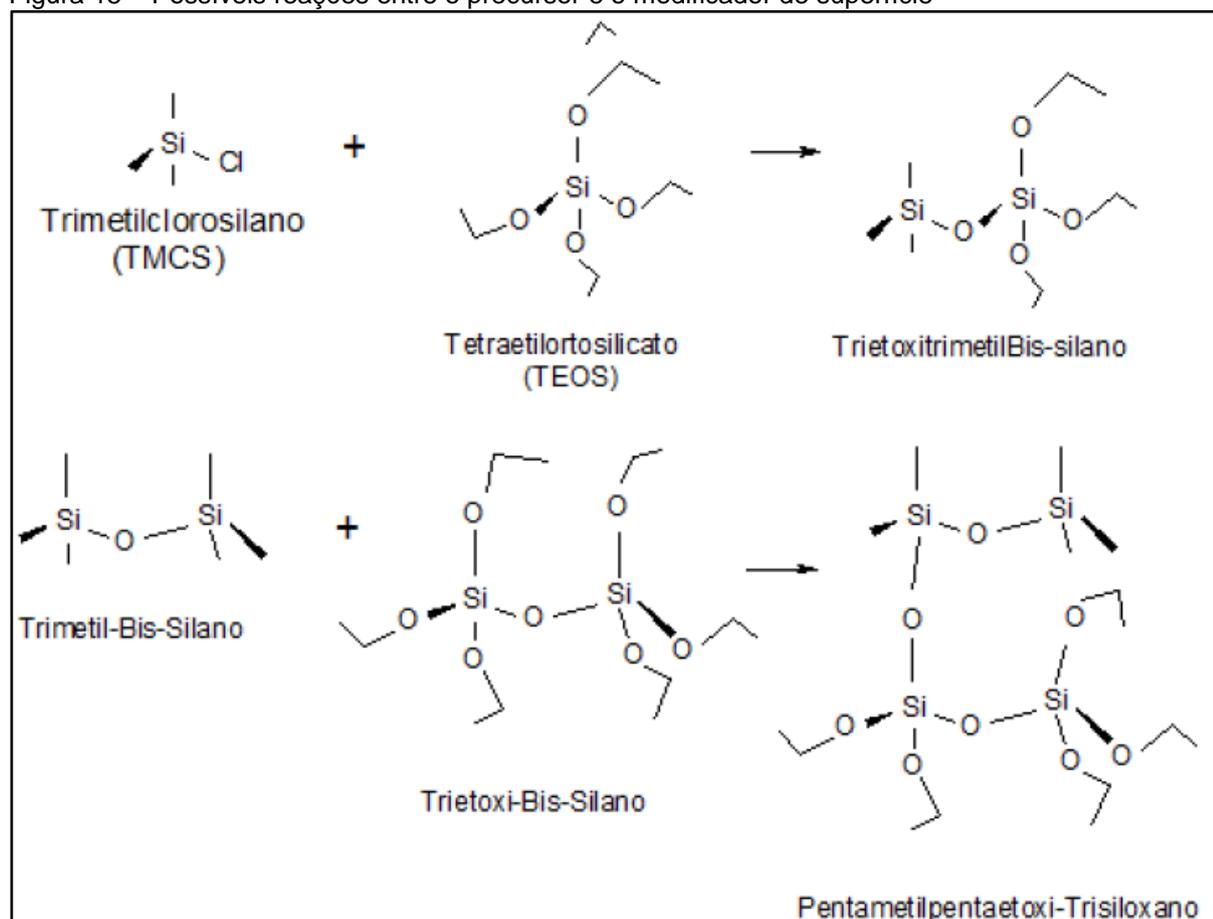


Fonte: Própria autora





Figura 15 – Possíveis reações entre o precursor e o modificador de superfície



Fonte: Avrella (2015, p. 55)

### 3.4 Caracterização do Aerogel

O aerogel sintetizado foi caracterizado em termos químicos e físicos. A caracterização química se concretizou mediante a realização de Espectroscopia de Infravermelho. Já a caracterização física ocorreu através da Teoria da Adsorção Multimolecular – BET.

#### 3.4.1 Espectroscopia de Infravermelho

O ensaio de espectroscopia de infravermelho foi realizado para avaliar a composição química do aerogel, ou seja, para identificar os grupamentos químicos e/ou funções orgânicas presentes nas estruturas das moléculas e, assim, confirmar a formulação e reação de todas as etapas da síntese. Este ensaio foi realizado com um equipamento da marca Shimadzu e foi efetuado no Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS – Campus do Vale.

### **3.4.2 Teoria da Adsorção Multimolecular – BET**

Para determinar o diâmetro dos poros do aerogel, realizou-se a técnica da Teoria da Adsorção Multimolecular – BET. Este foi realizado por adsorção de nitrogênio à temperatura de 77 K. Este ensaio foi realizado no Instituto de Química da UFRGS – Campus do Vale.

## **3.5 Caracterização das Argilas**

As argilas vermelha e branca utilizadas nesta pesquisa foram caracterizadas químico-fisicamente. A caracterização química ocorreu por meio da difração de raios X e a caracterização fisicamente se deu através do ensaio de granulometria e limites de Atterberg.

### **3.5.1 Difração de Raios X**

A mineralogia das argilas foi analisada através da difração de raios X. Para a realização desta técnica, usou-se um difratômetro  $\theta 2\theta$ , marca Rigaku, modelo Ultima IV com geometria Bragg Brentano. Esta análise foi realizada no Laboratório de Física da UNIPAMPA – Campus Bagé.

### **3.5.2 Granulometria**

Tendo em vista a grande importância de uma granulometria adequada para que as condições de compactação e as características do produto final sejam garantidas (HECK, 1996) e a fim de caracterizar as argilas vermelha e branca fisicamente, realizou-se o ensaio de granulometria. Esta análise foi efetuada pelo método à *laser* através do equipamento Particle Size Analyzers, CILAS, 1190 L, França. Foram ensaiadas cinco amostras de cada material. Este ensaio foi conduzido no Laboratório de Física da UNIPAMPA – Campus Bagé.

### 3.5.3 Limites de Atterberg

Como a plasticidade é uma das características das argilas que exerce um papel fundamental na fabricação de cerâmicas (TORETTI et al., 2012), determinaram-se os Limites de Atterberg para as argilas vermelha e branca utilizadas nesta pesquisa. Para o estabelecimento destes limites, inicialmente, as amostras foram preparadas de acordo com os procedimentos indicados pela NBR 6457 (ABNT, 2016a) no Laboratório de Solos da UNIPAMA – Campus Alegrete. Após, foram seguidos os procedimentos explicados na sequência para definir os seguintes parâmetros das argilas: Limite de Liquidez – LL, Limite de Plasticidade – LP e Índice de Plasticidade – IP.

#### a. Limite de Liquidez

O Limite de Liquidez (LL), que corresponde ao teor de água acima do qual a massa adquire o comportamento de um líquido (SANTOS, 1992), de cada argila foi estipulado de acordo com a NBR 6459 (ABNT, 2016b). O teor de umidade das amostras foi calculado conforme a Equação 1.

$$h = \frac{M_2 - M_3}{M_3 - M_1} \times 100 \quad \dots (1)$$

Onde:

$h$ : Teor de umidade (%);

$M_1$ : Massa da cápsula (g);

$M_2$ : Massa da amostra úmida (g);

$M_3$ : Massa da amostra seca (g).

O Limite de Liquidez foi fixado como o valor de teor de umidade na reta do ensaio para cada argila para o número de 25 golpes, conforme regulamentado pela NBR 6459 (ABNT, 2016b). Foram utilizadas duas amostras por ponto. O ensaio para a determinação do Limite de Liquidez foi realizado no Laboratório de Solos da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

## b. Limite de Plasticidade

Como o Limite de Plasticidade (LP) é o teor de umidade abaixo do qual o sistema perde a capacidade de ser moldado e passa a ficar quebradiço (SANTOS, 1992), determinou-se este limite com o intuito de se ter uma base do teor de umidade ideal para a moldagem dos corpos de prova com cada uma das argilas. Assim, o ensaio do Limite de Plasticidade foi executado de acordo com a NBR 7180 (ABNT, 2016c). O Limite de Plasticidade foi calculado em concordância com a Equação 2.

$$LP = \frac{h_1+h_2+h_3}{3} \quad \dots (2)$$

Onde:

*LP*: Limite de Plasticidade (%);

*h*<sub>1</sub>: Umidade da amostra 1 (%);

*h*<sub>2</sub>: Umidade da amostra 2 (%);

*h*<sub>3</sub>: Umidade da amostra 3 (%).

O ensaio para a determinação do limite de plasticidade procedeu-se no Laboratório de Solos da UNIPAMPA – Campus Alegrete e foram usadas três amostras de cada material.

## c. Índice de Plasticidade

Para conhecer-se a quantidade máxima de água que pode ser adicionada na massa cerâmica, a partir de seu Limite de Plasticidade, de modo que o sistema mantenha a sua consistência plástica, instituiu-se o Índice de Plasticidade (IP). O Índice de Plasticidade foi estabelecido em função da diferença entre o Limite de Liquidez e o Limite de Plasticidade, como expressa a Equação 3.

$$IP = LL - LP \quad \dots (3)$$

Onde:

*IP*: Índice de Plasticidade (%);

*LL*: Limite de Liquidez (%);

*LP*: Limite de Plasticidade (%).

### **3.6 Produção das Placas Cerâmicas**

#### **3.6.1 Formulação**

As placas cerâmicas foram produzidas tendo em vista quatro tipos de formulações:

- Massa cerâmica composta por 100%, em massa, de argila vermelha;
- Massa cerâmica constituída de 92%, em massa, de argila vermelha e 8%, em massa, do aerogel de TEOS sintetizado;
- Massa cerâmica contendo 100%, em massa, de argila branca;
- Massa cerâmica com 92%, em massa, de argila branca e 8%, em massa, do aerogel de TEOS sintetizado.

Em todas as misturas adicionou-se 0,3% em massa de carbonato de sódio. Esta porcentagem foi fixada tendo em vista os estudos de Querada et al. (2011), que relatam ter obtido um aumento considerável na resistência à verde das placas cerâmicas com a utilização deste ligante.

O teor de 8% de aerogel foi definido com base na pesquisa realizada por Avrella (2015) que relata ter obtido uma melhora de cerca de 43,52% no desempenho térmico de materiais cerâmicos com a inserção, na massa cerâmica, de 8% de xerogel (material que difere do aerogel apenas pelo tipo de secagem empregado que é o de evaporação do solvente).

A realização dessas quatro formulações justificou-se pelo fato de que, como um dos objetivos do trabalho era traçar um comparativo com os estudos de Avrella (2015), inicialmente foram produzidas massas cerâmicas contendo:

- A mesma argila utilizada pelo autor: argila vermelha;
- Um aerogel produzido com os mesmos precursores: aerogel de TEOS;

- As mesmas proporções dos materiais: para a amostra de referência 100% argila vermelha e para a amostra com material isolante 92% de argila vermelha e 8% de material isolante.

Portanto, em um primeiro momento foram fabricadas as placas cerâmicas 100% AV e as placas 92% AV 8% AT. Entretanto, no decorrer desta pesquisa, constatou-se que as placas contendo estas formulações (formulações com argila vermelha) não apresentaram um dos quesitos mínimos (resistência à flexão) requerido pela NBR 13818 para esses materiais serem utilizados como revestimentos cerâmicos (ABNT, 1997c).

Na intenção de propor uma pesquisa com o estudo da viabilidade, em termos de desempenho térmico, de materiais que fossem possíveis, em termos práticos, de serem utilizados como revestimentos cerâmicos, optou-se por modificar a argila das formulações anteriores para uma argila de maior resistência. Por esse motivo, adotou-se uma argila branca, que segundo estudos de Nunes (2017), é caracterizada por apresentar uma resistência à flexão em três pontos compatível com o mínimo necessário estabelecido na NBR 13818 (ABNT, 1997c).

Dessa forma, foram fabricadas placas cerâmicas com as mesmas proporções dos estudos de Avrella (2015), empregando uma argila de maior resistência com a finalidade de viabilizar a utilização das placas fabricadas com a adição de aerogel para virem a ser empregadas como revestimentos cerâmicos. Por esse motivo, as placas cerâmicas 100% AB e as placas 92% AB 8% AT foram fabricadas neste estudo.

### **3.6.2 Preparação da Matéria-Prima**

#### **a. Argila Vermelha**

A argila vermelha, depois de extraída, permaneceu em repouso durante o período de 24 horas para sua secagem natural. A seguir, a argila foi preparada. Sua preparação consistiu em desagregar e moer o material. A moagem foi realizada a seco utilizando-se um almofariz, conforme ilustrado na Figura 16.

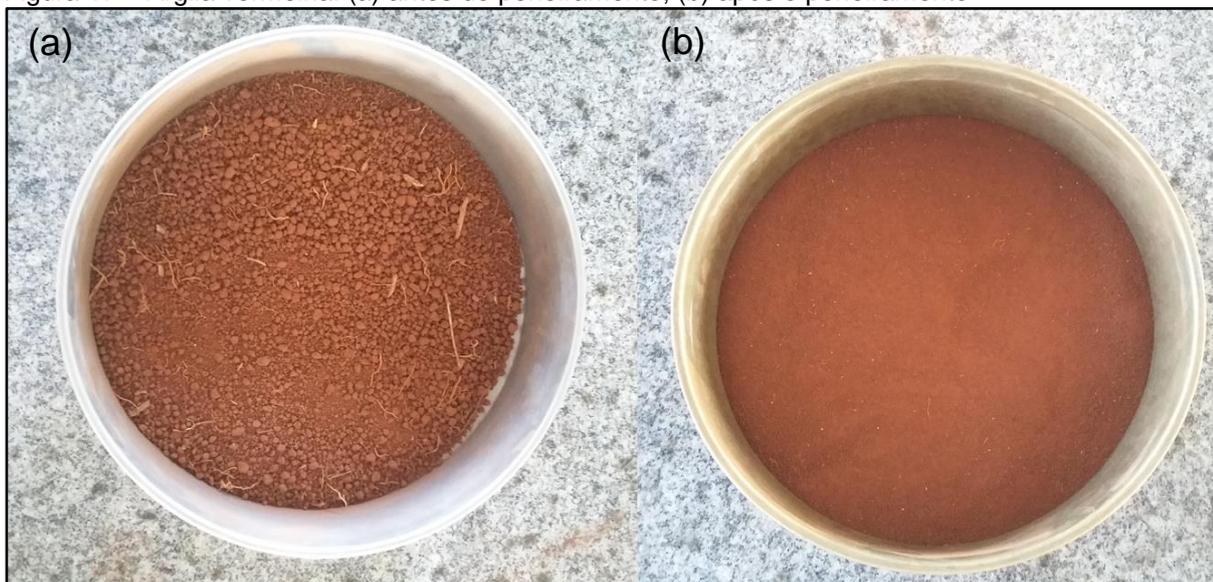
Figura 16 – Preparação da argila vermelha



Fonte: Própria autora

Finalizado esse processo, a argila vermelha foi peneirada na peneira número 30, de abertura de malha  $600\ \mu\text{m}$ , para a passagem dos grãos finos e retirada de resíduos de raízes, como mostra a Figura 17.

Figura 17 – Argila vermelha: (a) antes do peneiramento; (b) após o peneiramento



Fonte: Própria autora

Na sequência, esta foi acondicionada em estufa à temperatura de 105°C ao longo de 24 horas. Transcorrido esse tempo, o material foi retirado da estufa e resfriado à temperatura ambiente por igual período (24 horas).

#### **b. Argila Branca**

A argila branca não passou por nenhum processo de preparação, tendo em vista que é uma argila comercializada já na forma ideal para a sua utilização na conformação das placas cerâmicas.

### **3.6.3 Preparação das Massas Cerâmicas**

As misturas das massas cerâmicas foram preparadas, inicialmente, manualmente em um recipiente apropriado e, a seguir, foram levadas para um misturador do tipo planetário onde fez-se a adição de água. O teor de água incorporado foi de 8%. Para a escolha desta porcentagem, levou-se em consideração o Limite de Plasticidade de cada argila e a trabalhabilidade de cada formulação de massa cerâmica. Por ter sido com a quantidade de 8% de massa de água que as misturas se mostraram adequadas em termos de trabalhabilidade, uniformidade e moldagem eficiente (sem a ocorrência de vazamento de material pelas superfícies de encaixe das fôrmas), fixou-se a umidade neste valor.

### **3.6.4 Conformação**

Tendo em vista que o equipamento empregado no ensaio de condutividade térmica exige uma geometria diferenciada dos demais ensaios de caracterização, foram moldados dois formatos de placas cerâmicas:

- Placas de formato quadrangular para a efetuação do ensaio de condutividade térmica (Figura 18);
- Placas de formato retangular para a realização dos demais ensaios a serem realizados (Figura 19).

Figura 18 – Placa cerâmica quadrangular



Fonte: Própria autora

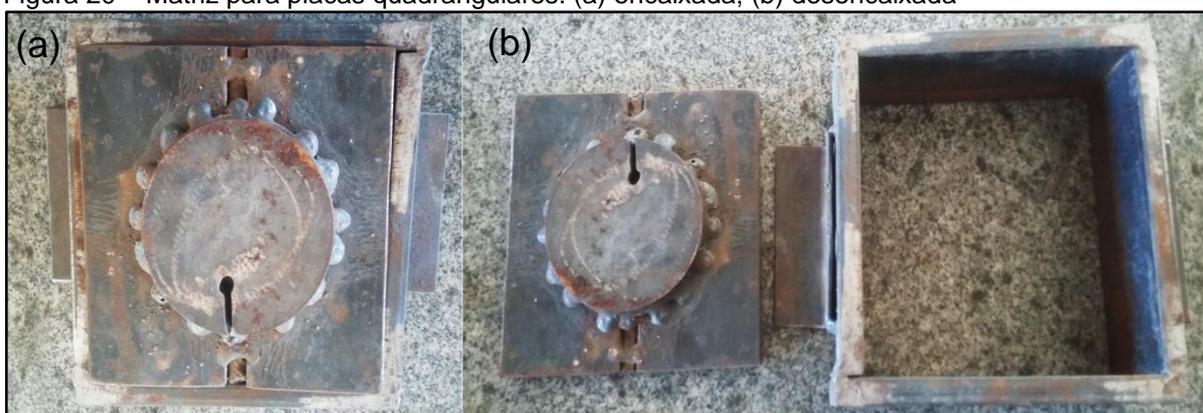
Figura 19 – Placa cerâmica retangular



Fonte: Própria autora

As dimensões das placas cerâmicas de formato quadrangular para a execução do ensaio de condutividade térmica foram estabelecidas em função da geometria recomendada pelo equipamento medidor de condutividade (Fox 200, marca LaserComp): 150 mm de comprimento, 150 mm de largura e 20 mm de espessura. Estes corpos de prova foram moldados por uma matriz de aço com encaixe tipo macho-fêmea com capacidade de produzir um corpo de prova por vez (Figura 20).

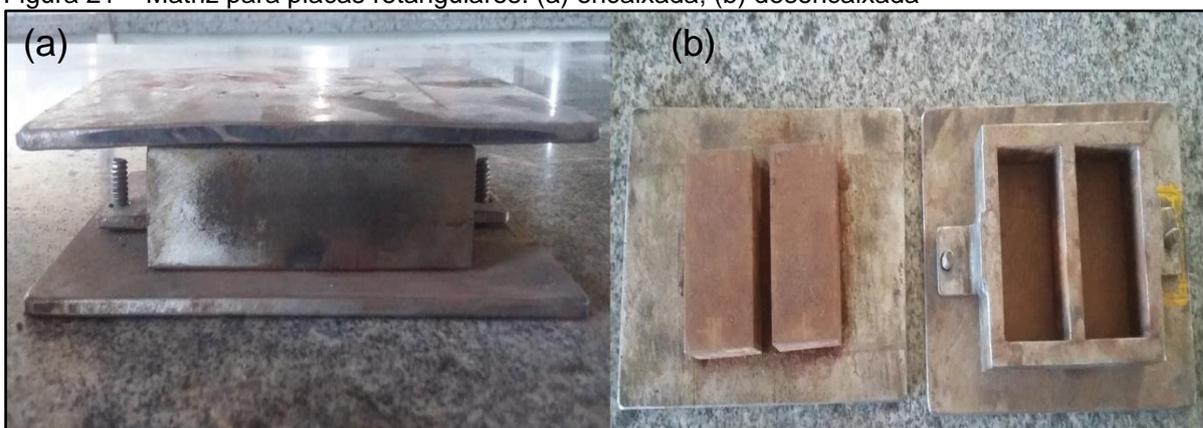
Figura 20 – Matriz para placas quadrangulares: (a) encaixada; (b) desencaixada



Fonte: Própria autora

As dimensões das placas de formato retangular, utilizadas na realização dos demais ensaios, foram determinadas em função da capacidade de carga dos equipamentos: 71 mm de comprimento, 35 mm de largura e 10 mm de espessura. Para a moldagem destes corpos de prova, utilizou-se outra fôrma de aço, também com sistema de encaixe tipo macho-fêmea, com capacidade de produção de dois corpos de prova por vez (Figura 21).

Figura 21 – Matriz para placas retangulares: (a) encaixada; (b) desencaixada



Fonte: Própria autora

Para a produção dos corpos de prova de ambas as geometrias, as massas cerâmicas foram inseridas na matriz de modo que o material permanecesse homogêneo e sua superfície estivesse nivelada. Após o preenchimento da matriz com a mistura cerâmica, os corpos de prova foram conformados por prensagem.

Optou-se por este método de conformação tendo em vista que é a técnica recomendada para massa cerâmica que encontra-se em estado seco (BARBOSA JUNIOR, 1997) e por esta técnica possibilitar uma alta produtividade e simplicidade de automação (AMORÓS, 2000a).

O processo de prensagem se deu através do uso de uma prensa EMIC com capacidade de carga de 200 kN (Figura 22).

Figura 22 – Prensa EMIC de capacidade de carga de 200 kN



Fonte: Própria autora

As massas cerâmicas foram submetidas à prensagem uniaxial com ação única do travessão. Como a argila vermelha é mais plástica, a pressão de compactação aplicada para todas as misturas formuladas neste presente trabalho foi de 15 MPa tendo em vista que é o mínimo recomendado para massa cerâmica vermelha,

conforme estabelece De Oliveira (2000). A escolha desta pressão de compactação também considerou o valor adotado por Avrella (2015).

A prensagem ocorreu na velocidade 0,2 mm/min. Finalizada a prensagem, os corpos de prova foram desmoldados, identificados, medidos e suas massas aferidas. A etapa de conformação foi feita no Laboratório da Engenharia Civil da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

### **3.6.5 Secagem**

Ao término da etapa de conformação, as placas cerâmicas foram submetidas à secagem. Para evitar a ocorrência de tensões e defeitos nas placas, em um primeiro momento, os corpos de prova passaram por uma secagem natural para que se procedesse a perda da umidade de forma lenta e gradual. Dessa forma, após conformados, os corpos de prova permaneceram acondicionados em uma câmara climática durante o tempo de 24 horas para que se evitasse a perda de umidade precoce.

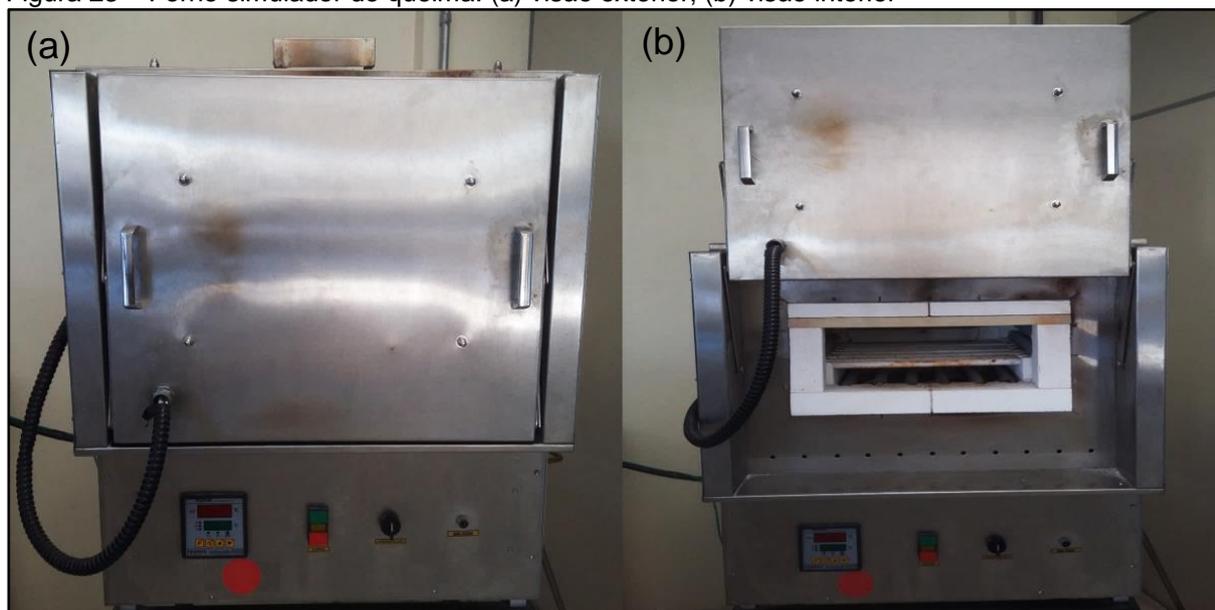
Passado esse período, os corpos de prova foram colocados em estufa à temperatura de 105°C onde permaneceram por mais 24 horas. A secagem em estufa foi a última etapa da secagem e foi executada com a finalidade de retirar a umidade ainda existente nos corpos de prova.

Ao término do processo de secagem, as placas foram retiradas da estufa e resfriadas à temperatura ambiente. Após resfriadas, novamente fez-se a medição e pesagem das placas cerâmicas para verificar a ocorrência de perda de umidade e retração linear nesta etapa.

### **3.6.6 Queima**

Concluída a etapa de secagem, as placas cerâmicas passaram pelo processo de tratamento térmico. Este foi realizado por meio de um forno simulador de queima para cerâmica da marca INTI, modelo FRQ 1300/3 (Figura 23) com capacidade de aquecimento até a temperatura de 1300°C.

Figura 23 – Forno simulador de queima: (a) visão exterior; (b) visão interior



Fonte: Própria autora

A etapa de queima foi realizada no Laboratório de Química da UNIPAMPA – Campus Alegrete. Os corpos de prova foram submetidos à queima única e foram utilizadas três temperaturas de queima: 950°C, 1100°C e 1300°C.

#### **a. Temperatura de Queima 950°C**

Inicialmente, os corpos de prova de argila vermelha (100% AV e 92% AV 8% AT) sofreram tratamento térmico à temperatura de 950°C. Esta temperatura foi definida tendo em vista que a argila vermelha é uma matéria-prima que permite sua sinterização a baixas temperaturas, entre 900°C e 1100°C, conforme a Agência Brasileira de Desenvolvimento Industrial (ABDI, 2016). Além disso, de acordo com estudos de Milheiro e Holanda (2000), os corpos cerâmicos produzidos em argila vermelha apresentam baixo valor de retração linear (1,77 a 3,82%) quando sinterizados até a temperatura de 950°C, de modo que a partir dessa temperatura, aumenta-se cada vez mais o parâmetro de retração linear (6,27 a 12,66%).

Ademais, Pinheiro e Holanda (2010) verificaram que na temperatura de 950°C ainda está presente um grande volume de poros abertos na estrutura da argila vermelha. Resultado semelhante foi encontrado por Vieira e Monteiro (2003), que também relatam que a argila plástica tem uma microestrutura porosa com a queima realizada na temperatura de 950°C. Milheiro e Holanda (2000) salientam que a partir

de 950°C, a porosidade aberta dos corpos cerâmicos começa a ser preenchida com a formação da fase vítrea, o que torna o material mais denso e, em consequência, menos poroso.

Como o objetivo deste trabalho é melhorar o desempenho térmico das placas cerâmicas, uma microestrutura porosa do corpo cerâmico é favorável para esta pesquisa, tendo em vista que a porosidade influencia diretamente em termos de isolamento térmico. Por esse motivo, estabeleceu-se como 950°C a temperatura de queima dos corpos de prova. Ademais, 950°C também foi a temperatura empregada por Avrella (2015), o que reforçou ainda mais essa escolha, tendo em vista que as placas desenvolvidas por esse autor, conforme já mencionado neste trabalho, mostraram ótimos resultados em termos de desempenho térmico.

A queima foi realizada com uma rampa de aquecimento com patamar único. Utilizou-se uma taxa de aquecimento de 5°C/min até a temperatura de 950°C e, ao atingir essa temperatura, o forno permaneceu por 30 minutos à 950°C, conforme Avrella (2015). Passados os 30 minutos, o forno foi desligado e as placas permaneceram no seu interior para que o resfriamento das placas ocorresse de maneira lenta, gradual e natural, e evitar, assim, tensões e defeitos nos corpos de prova.

## **b. Temperatura de Queima 1100°C**

Ao verificar-se que a resistência à flexão em três pontos das placas cerâmicas de argila vermelha à temperatura de 950°C não atendeu ao requerido pela norma NBR 13818 (ABNT, 1997c), modificou-se a temperatura de queima das misturas de base vermelha para 1100°C. A fixação desta temperatura se deu em função de 1100°C ser a temperatura limite indicada para argilas vermelhas (ABDI, 2016).

Assim, as placas cerâmicas de formulações 100% AV e 92% AV 8% AT foram queimadas à temperatura de 1100°C. A queima nesta temperatura manteve a mesma rampa de aquecimento de Avrella (2015). Portanto, o tratamento térmico foi realizado com patamar único. Utilizou-se uma taxa de aquecimento de 5°C/min até a temperatura de 1100°C e, ao atingir essa temperatura, o forno permaneceu por 30 minutos à 1100°C, conforme Avrella (2015). Finalizada a sinterização, as placas

permaneceram no interior do forno para que o resfriamento se desse de maneira lenta, gradual e natural, para evitar tensões e defeitos nos corpos de prova.

### **c. Temperatura de Queima 1300°C**

Como as placas cerâmicas de base argila vermelha queimadas à temperatura de 1100°C também não atingiram o mínimo requerido pela norma NBR 13818 (ABNT, 1997c) para a resistência à flexão em três pontos, optou-se pela troca da argila vermelha por uma argila branca (conforme explicado no item 3.6.1 deste presente trabalho). Assim, os corpos de prova de base branca (100% AB e 92% AB 8% AT) foram queimados à temperatura de 1300°C. A definição desta temperatura se deu baseada nos resultados eficientes para a resistência à flexão em três pontos encontrados por Nunes (2017) em seus estudos quando corpos de prova com argila branca foram sinterizados na temperatura de 1300°C.

## **3.7 Caracterização das Placas Cerâmicas**

As placas cerâmicas foram caracterizadas primeiramente, sob o ponto de vista mecânico. A caracterização mecânica se deu através do ensaio de resistência à flexão em três pontos. As placas que atingiram o mínimo recomendado pela NBR 13818 (ABNT, 1997c) para esta propriedade, foram caracterizadas em termos químico-físicos, físicos e térmicos.

A caracterização químico-física das placas cerâmicas ocorreu através da análise de difração de raios X. A caracterização física se deu através dos Ensaio de absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente, retração linear de queima e perda de massa ao fogo. E, por fim, a caracterização térmica foi assegurada por meio do ensaio de condutividade térmica.

### **3.7.1 Resistência à Flexão em Três Pontos**

A resistência à flexão em três pontos foi verificada segundo as orientações do Anexo C da NBR 13818 (ABNT, 1997c) e sendo calculada pela Equação 4.

$$MRF = \frac{3F \times L}{2b \times e_{\min}^2} \quad \dots (4)$$

Onde:

*MRF*: Módulo de resistência à flexão (MPa);

*F*: Força de ruptura (N);

*L*: Distância entre as barras de apoio (mm);

*b*: Largura do corpo de prova ao longo da ruptura (mm);

*e<sub>min</sub>*: Mínima espessura do corpo de prova (mm).

A partir desse ensaio, também estabeleceu-se a carga de ruptura da placa, conforme mostra a Equação 5.

$$CR = \frac{F \times L}{b} \quad \dots (5)$$

Onde:

*CR*: Carga de ruptura (N);

*F*: Força de ruptura (N);

*L*: Distância entre as barras de apoio (mm);

*b*: Largura do corpo de prova ao longo da ruptura (mm).

Para a realização do ensaio de flexão em três pontos, utilizou-se uma máquina universal da marca Shimadzu, com capacidade de carga de 5 kN (Figura 24). Foram ensaiados 7 corpos de prova de cada mistura, conforme valor mínimo recomendado pela NBR 13818 (ABNT, 1997c). O ensaio de resistência à flexão em três pontos foi feito no Laboratório de Mecânica Aplicada da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

Ao término deste ensaio, fez-se a análise das superfícies de fratura por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV. Para isso, empregou-se um equipamento modelo EVO MA10 marca Zeis (Figura 25).

Figura 24 – Máquina universal Shimadzu



Fonte: Própria autora

Figura 25 – Microscópio eletrônico de varredura



Fonte: Própria autora

O ensaio de resistência à flexão em três pontos foi utilizado como parâmetro de classificação/eliminação das placas produzidas. Neste contexto, as placas cerâmicas que evidenciaram resistência à flexão igual ou superior ao mínimo requerido na NBR 13818 (ABNT, 1997c) para serem aplicadas, na prática, como revestimentos cerâmicos, foram mantidas na pesquisa e, portanto, caracterizadas químico-física, física e termicamente.

Por outro lado, os corpos de prova que não resultaram o mínimo de resistência à flexão estabelecido em norma foram descartados. Em função do não atendimento de um dos requisitos mínimos e essenciais para a utilização desses materiais no ramo de revestimento cerâmico, não se justificou a continuidade de caracterização dessas placas, tendo em vista que o objetivo deste estudo é a produção de um material que seja viável de ser aplicado.

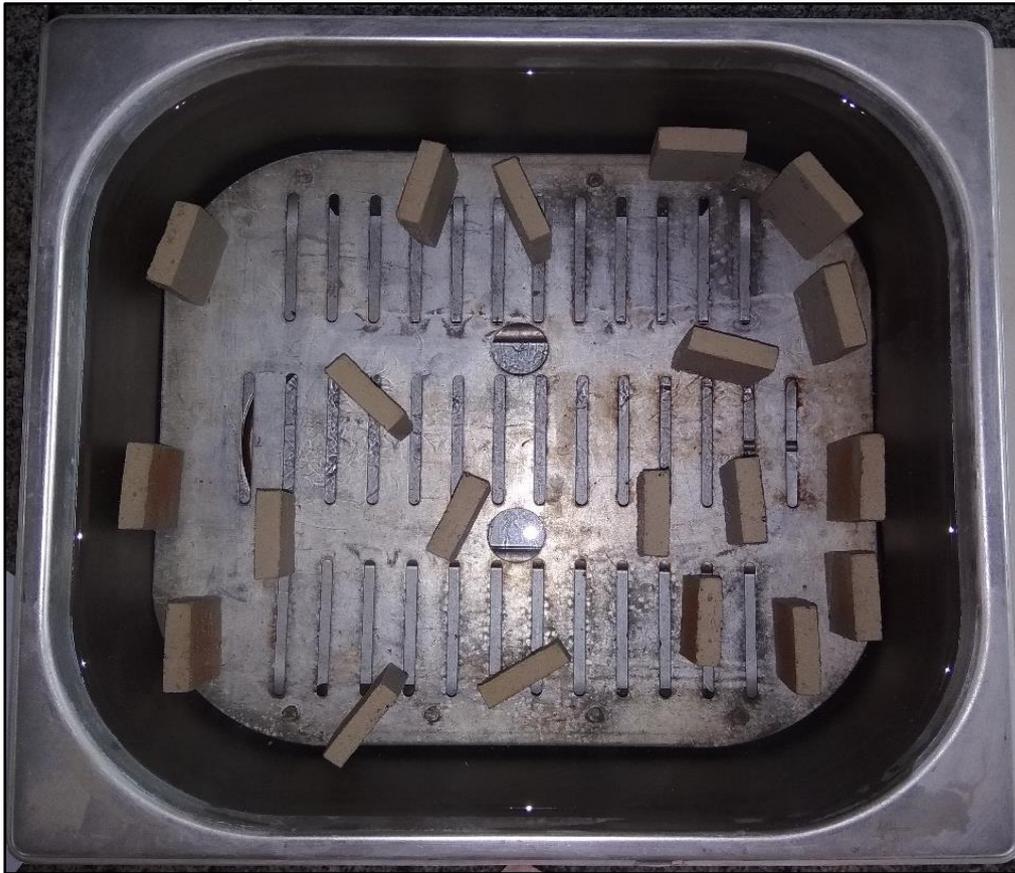
### **3.7.2 Difração de Raios X**

A técnica de difração de raios X foi aplicada para analisar a mineralogia dos corpos de prova após realizada a queima. Através dessa metodologia foi possível visualizar as fases cristalinas das placas cerâmicas. Para a realização deste ensaio, empregou-se um difratômetro  $\theta 2\theta$ , da marca Rigaku, modelo Ultima IV com geometria Bragg Brentano. Este ensaio foi conduzido no Laboratório de Física da UNIPAMPA – Campus Bagé.

### **3.7.3 Absorção de Água**

Para determinar a capacidade de absorção de água dos corpos de prova, isto é, a quantidade de água que as placas cerâmicas absorveram após sinterizadas, realizou-se o ensaio de absorção de água. Este ensaio foi executado em consonância com a NBR 10545-3 (ABNT, 2017), sendo realizado pelo método da fervura (Figura 26) e pelo método à vácuo (Figura 27) e foi conduzido no Laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

Figura 26 – Ensaio de absorção: método da fervura



Fonte: Própria autora

Figura 27 – Ensaio de absorção: método à vácuo



Fonte: Própria autora

Foram utilizados dez corpos de prova por mistura, conforme recomendado pela norma vigente. Para a efetuação do ensaio, foram empregados os seguintes equipamentos: uma estufa com capacidade de operação à temperatura de  $110\pm 5^\circ\text{C}$ , um dessecador e uma balança com precisão de 0,01 g.

A absorção de água, em termos de penetração de água nos poros de fácil impregnação, foi calculada de acordo com a expressão contida na Equação 6.

$$E_b = \frac{m_{2b} - m_1}{m_1} \times 100 \quad \dots (6)$$

Onde:

$E_b$ : Penetração de água em poros de fácil impregnação (%);

$m_1$ : Massa da placa cerâmica seca (g);

$m_{2b}$ : Massa da placa cerâmica impregnada pela com água em ebulição (g).

E a absorção de água, em termos de penetração de água em quase todos os poros abertos, foi obtida como mostra Equação 7.

$$E_v = \frac{m_{2v} - m_1}{m_1} \times 100 \quad \dots (7)$$

Onde:

$E_v$ : Penetração de água em quase todos os poros abertos (%);

$m_1$ : Massa da placa cerâmica seca (g);

$m_{2v}$ : Massa da placa cerâmica impregnada pela imersão à vácuo (g).

### 3.7.4 Porosidade Aparente

A porosidade aparente das placas, ou seja, a porcentagem correspondente ao volume de poros abertos da placa em relação ao seu volume exterior, foi obtida em conformidade com o exposto na norma NBR 10545-3 (ABNT, 2017) e definida como é exposto na Equação 8.

$$PA = \frac{(m_{2v} - m_1)}{(V)} \times 100 \quad \dots (8)$$

Onde:

$PA$ : Porosidade aparente (%);

$m_{2v}$ : Massa da placa cerâmica impregnada pela imersão à vácuo (g);

$m_1$ : Massa da placa cerâmica seca (g);

$V$ : Volume externo da placa (cm<sup>3</sup>).

O ensaio para determinação da porosidade aparente ocorreu no Laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA – Campus Alegrete. Para a concretização deste ensaio, usaram-se dez corpos de prova de cada mistura conforme recomendado pela NBR 10545-3 (ABNT, 2017).

### 3.7.5 Densidade Aparente

A densidade aparente, isso é, o quociente da massa seca da placa pelo seu volume exterior, incluindo os poros, foi estabelecida tendo em vista as orientações da NBR 10545-3 (ABNT, 2017), e calculada em função da Equação 9.

$$B = \frac{m_1}{V} \quad \dots (9)$$

Onde:

$B$ : Densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>);

$m_1$ : Massa da placa cerâmica seca (g);

$V$ : Volume externo da placa (cm<sup>3</sup>).

O volume externo da placa, por sua vez, foi determinado através da Equação 10.

$$V = m_{2v} - m_3 \quad \dots (10)$$

Onde:

$V$ : Volume externo da placa (cm<sup>3</sup>);

$m_{2v}$ : Massa da placa cerâmica impregnada pela imersão à vácuo (g);

$m_3$ : Massa da placa cerâmica suspensa impregnada pela imersão à vácuo (g).

Ensaíram-se dez corpos de prova de cada mistura em consonância com a NBR 10545-3 (ABNT, 2017). Os procedimentos relacionados a este ensaio foram realizados no Laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

### 3.7.6 Retração Linear de Queima

Tendo em vista que uma das propriedades desejáveis dos revestimentos é sua estabilidade dimensional, determinou-se a retração linear das placas cerâmicas para analisar o seu comportamento frente o processo de queima empregado. Os corpos de prova foram medidos com paquímetro antes e após a queima. Neste contexto, a retração linear de queima foi estabelecida através da Equação 11.

$$RL = \frac{(L_S - L_Q)}{(L_S)} \times 100 \quad \dots (11)$$

Onde:

$RL$ : Retração linear de queima (%);

$L_S$ : Comprimento do corpo de prova antes da queima (mm);

$L_Q$ : Comprimento do corpo de prova após a queima (mm).

Este ensaio foi efetuado utilizando-se dez corpos de prova de cada mistura. Este procedimento experimental se deu no Laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

### 3.7.7 Perda de Massa ao Fogo

A perda de massa dos corpos de prova após o processo de queima foi obtida pela Equação 12.

$$PMF = \frac{(M_S - M_Q)}{(M_S)} \times 100 \quad \dots (12)$$

Onde:

$PMF$ : Perda de massa ao fogo (%);

$M_S$ : Massa do corpo de prova antes da queima (g);

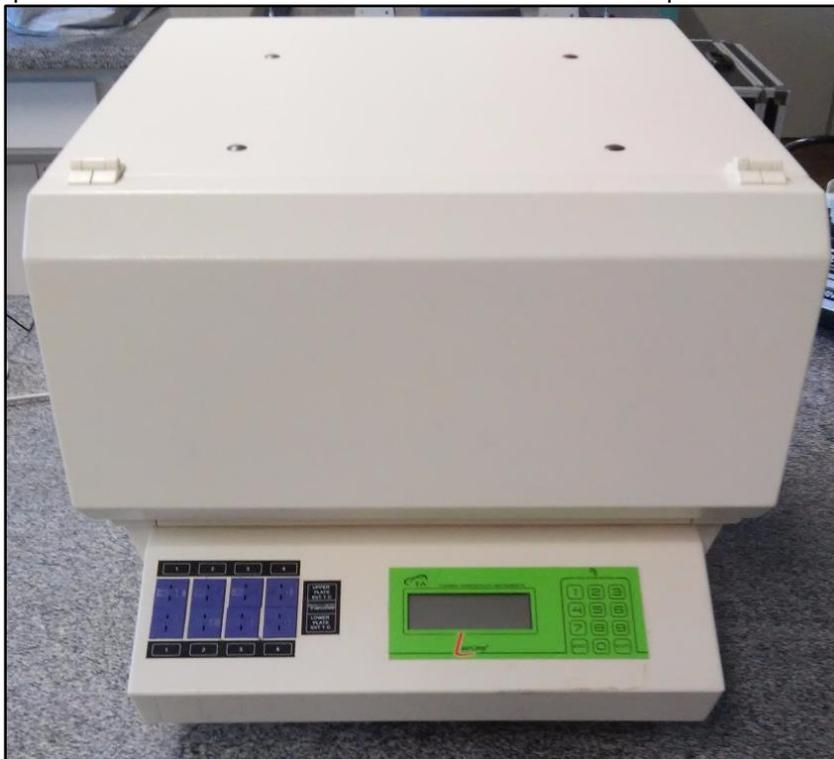
$M_Q$ : Massa do corpo de prova após a queima (g).

A determinação da perda de massa ao fogo se deu com o uso de dez corpos de prova de cada mistura. Os procedimentos relacionados a este ensaio foram conduzidos no Laboratório de Engenharia Civil da UNIPAMPA – Campus Alegrete.

### 3.7.8 Condutividade Térmica

Para averiguar a capacidade de condução de calor das placas cerâmicas produzidas, realizou-se o ensaio de condutividade térmica. Este ensaio foi executado com um equipamento medidor de condutividade térmica, modelo Fox 200, marca LaserComp (Figura 28).

Figura 28 – Equipamento medidor de condutividade térmica Laser Comp Fox 200



Fonte: Própria autora

O ensaio de condutividade térmica foi realizado para duas faixas de temperatura:

- Faixa de temperatura de 0°C a 30°C: o medidor de condutividade térmica foi programado para 0°C para a placa fria (placa inferior do equipamento) e 30°C para a placa quente (placa superior do equipamento);
- Faixa de temperatura de 30°C a 60°C: o medidor de condutividade térmica foi programado para 30°C para a placa fria (placa inferior do equipamento) e 60°C para a placa quente (placa superior do equipamento).

A escolha por utilizar duas faixas de temperatura neste ensaio se deu em virtude de o equipamento não tolerar uma diferença de temperaturas (entre as placas quente e fria) maior do que 30°C. Portanto, para que fosse possível simular as temperaturas de exposição real dos revestimentos cerâmicos em regiões de clima extremo, foi preciso empregar duas faixas de temperatura.

Como as regiões supracitadas apresentam temperaturas que chegam a 0°C, no inverno, e superam os 40°C, no verão (o que faz com que os revestimentos cerâmicos alcancem facilmente temperaturas acima de 50°C nesta estação), procedeu-se o ensaio de condutividade térmica nos intervalos mais próximos da realidade: de 0°C a 30°C e de 30°C a 60°C.

O ensaio de condutividade térmica foi efetuado no Laboratório de Mecânica Aplicada da UNIPAMPA – Campus Alegrete. Para a verificação desta propriedade, usaram-se três corpos de prova de cada mistura.

### **3.7.9 Análise Estatística**

Os resultados médios obtidos na caracterização mecânica, física e térmica das placas cerâmicas foram analisados através da técnica Análise de Variância – ANOVA. Esse método foi empregado com a finalidade de verificar a existência de diferenças entre as médias das formulações cerâmicas frente aos procedimentos experimentais executados.

Mediante a indicação pela ANOVA de diferença entre as médias, efetuou-se o Teste Tukey. Este teste foi realizado com o propósito de comparar as médias par a par e destacar quais são as médias significativamente diferentes.

A análise estatística foi realizada utilizando-se o *software PAST*. Aplicou-se a função estatística de análise de variância de um fator (ANOVA – *One Way*) seguida

do teste Tukey. Ambas as análises foram executadas considerando um nível de significância de 5% ( $\alpha = 0,05$ ).

As análises estatísticas desenvolvidas nesta pesquisa, bem como os dados brutos que geraram estas análises, estão expostos nos Apêndices A a G e H a P, respectivamente. Salienta-se que os resultados em que o Teste Tukey detectou diferença significativa entre as médias, isto é, valores que diferiram entre si, foram identificados na cor salmão pelo programa.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são expostos e discutidos os resultados obtidos nesta pesquisa.

### 4.1 Caracterização do Aerogel Sintetizado

O aerogel sintetizado apresentou aparência branca e formato granular. Entretanto, notaram-se alterações no material produzido na repetição dos processos de preparo: enquanto em algumas sínteses o aerogel apresentou-se com aspecto “macio” e com bastante umidade externa, como mostra a Figura 29 (a), em outras, o aerogel demonstrou-se com textura mais rígida e com uma umidade externa menor, conforme ilustrado na Figura 29 (b).

Figura 29 – Aspecto físico do aerogel de: (a) maior umidade; (b) menor umidade



Fonte: Própria autora

Essas alterações se justificam, possivelmente, em função do método de secagem utilizado, que foi o método da secagem à pressão ambiente. Acredita-se que o material produzido sofreu influência das condições do ambiente no momento da sua secagem. Portanto, variáveis como a umidade relativa do ar, o clima e a temperatura no momento do preparo e da secagem provavelmente modificaram o produto final, pois influenciaram nas reações químicas envolvidas na síntese do aerogel.

Scalari (2008) afirma que o aspecto final de materiais produzidos pelo método sol-gel depende de todos os elementos que possam vir a ter influenciado a evolução das reações de hidrólise e condensação do processo. Em função da quantidade de água, do catalisador, da temperatura, da forma de homogeneização, do pH da solução e de outros fatores, a reação de hidrólise pode ou não ocorrer até se completar integralmente (PORTELLA, 2008).

Yoldas (1982) e Mackenzie (1982) explicam que soluções líquidas de alcóxidos metálicos estão sujeitas a fenômenos de hidrólise e policondensação em presença de água. A presença de hidrônio ( $H_3O^+$ ) na solução eleva a quantidade de hidrólise à medida que a existência de hidroxila ( $OH^-$ ) aumenta a reação de policondensação. Com isso, a variação das condições de policondensação e hidrólise podem acarretar na obtenção de géis com texturas diferentes (DA SILVA, 1992).

Benvenuti, Moro e Costa (2009) acrescentam que um dos parâmetros que influencia significativamente as características finais dos materiais produzidos pelo método sol-gel é a temperatura de gelificação. Segundo Pavan et al. (2002a), amostras gelificadas na temperatura de  $5^\circ C$  apresentam menor grau de policondensação. Por outro lado, amostras gelificadas a  $25^\circ C$  demonstram maior estabilidade térmica, o maior grau de recobrimento da superfície, além de propriedades mecânicas e ópticas otimizadas (BANDYOPADHYAY; BHOWMICK, 2006). Por fim, na temperatura de  $20^\circ C$ , observam-se materiais com maiores valores de área superficial específica (PAVAN et al., 2002b).

Conforme Galembeck (2003), aerogéis envelhecidos em ambiente com alta umidade relativa têm a tendência de absorver água, o que colabora para que as reações de hidrólise sucedam de modo pronunciado. Em contrapartida, aerogéis expostos à umidade relativa da ordem de 20% transformam-se em sólidos quebradiços em que as cadeias maiores têm a predisposição a se preservar estáveis.

Da Silva (1992) aponta que para atingir uma reprodutibilidade dos produtos sintetizados pelo método sol-gel, é fundamental um controle rigoroso nos parâmetros físicos e químicos presentes nos estágios elementares que direcionam ao material resultante. Estas fases são: a síntese do gel, a secagem e a sua densificação.

Dos Santos (1987) relata que as reações envolvidas na hidrólise de uma solução alcoólica de alcóxidos são bastante complexas. Estas reações e, por conseguinte, as propriedades dos géis gerados por este processo são extremamente

sensíveis às condições experimentais, como o pH, a temperatura, a quantidade de água adicionada e o tipo de radical alquila utilizado (DA SILVA, 1992).

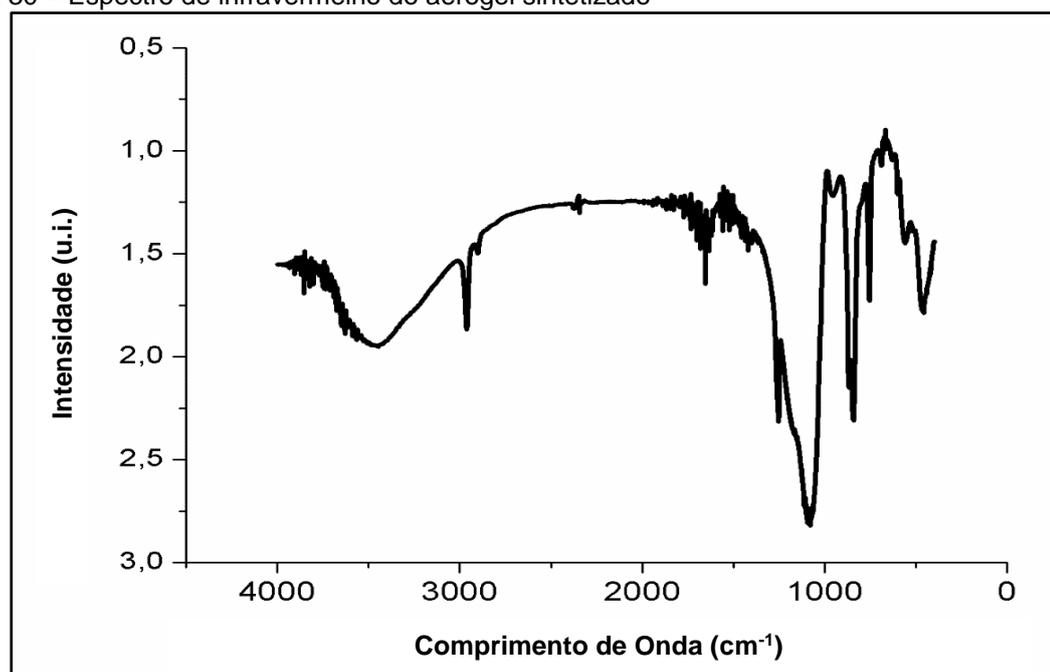
Portanto, segundo Collinson (1999), a reprodutibilidade nas propriedades finais dos materiais produzidos pelo método sol-gel só é alcançada com um controle minucioso das condições experimentais de síntese, sendo esta uma desvantagem do método. Em função disso, apesar de ser o método mais acessível em termos financeiros e também o processo menos perigoso, constatou-se que o aerogel produzido nesta pesquisa com o método da secagem da pressão ambiente não apresenta reprodutibilidade quando feito à temperatura ambiente. Isso porque o material expõe modificações no aspecto físico a cada produção, o que demonstra uma fragilidade do método empregado neste presente trabalho.

Salienta-se que para evitar possíveis alterações nos resultados em consequência das diferenças de textura a cada reprodução, o aerogel utilizado para a confecção das placas foi resultante de uma única síntese (Figura 29 (b)).

#### 4.1.1 Espectroscopia de Infravermelho

O resultado da espectroscopia de infravermelho do aerogel produzido é mostrado na Figura 30.

Figura 30 – Espectro de infravermelho do aerogel sintetizado



Fonte: Própria autora

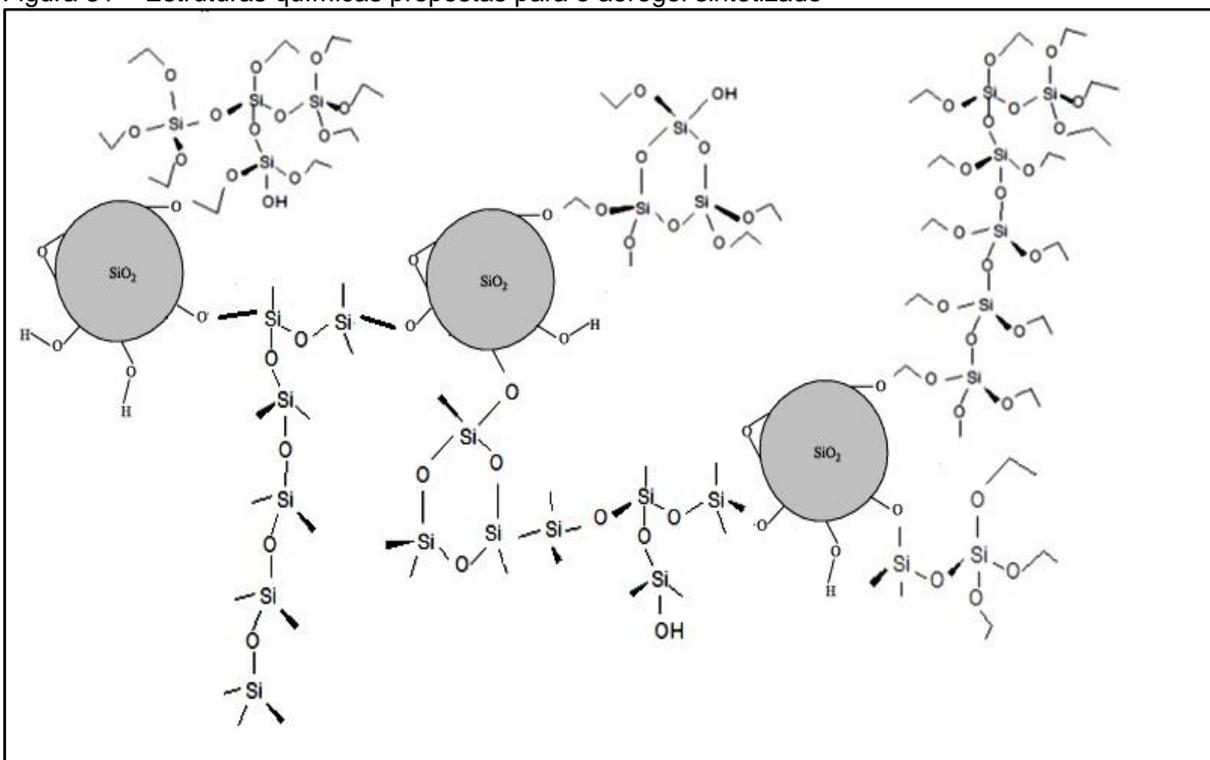
Através da análise da espectroscopia de infravermelho do aerogel de TEOS (Figura 30), constatou-se que este apresenta bandas, conforme a literatura, em cerca de (SARAWADE et al., 2007; ZHOU; ZHONG; XU, 2008; AL-OWEINI; EL-RASSY, 2009; WASEEM et al., 2009; AEGERTER; LEVENTIS; KOEBEL, 2011; ZHANG; HONG; QIAO, 2011; LI et al., 2012; YU; GUO; FANG, 2015; NGUYEN; HOANGA; DINH, 2018):

- 3400 a 3500  $\text{cm}^{-1}$  relativa a deformações simétricas e assimétricas dos grupamentos silanois (Si-OH);
- 2900  $\text{cm}^{-1}$  relativa a deformações simétricas de grupamentos metila ( $\text{CH}_3$ ) do enxerto de metil silano (Si-( $\text{CH}_3$ )) ligados ao esqueleto de sílica;
- 2800  $\text{cm}^{-1}$  relativa a deformações assimétricas de grupamentos metileno ( $\text{CH}_2$ );
- 1750  $\text{cm}^{-1}$  relativa a assimetria do grupamento siloxano (Si-O-Si);
- 1650 a 1750  $\text{cm}^{-1}$  relativa à presença de água ( $\text{H}_2\text{O}$ ) remanescente na amostra;
- 1400  $\text{cm}^{-1}$  relativa ao grupo metil silano (Si-( $\text{CH}_3$ ));
- 1100 a 1200  $\text{cm}^{-1}$  relativa à vibração assimétrica do grupamento orgânico siloxano (Si-O-Si);
- 800 a 900  $\text{cm}^{-1}$  relativa à presença do grupo silanol (Si-OH);
- 750 a 850  $\text{cm}^{-1}$  relativa à existência do grupo metil silano (Si-( $\text{CH}_3$ ));
- 524  $\text{cm}^{-1}$  relativa a vibrações angulares do grupo orgânico siloxano (Si-O-Si);
- 465  $\text{cm}^{-1}$  relativa à vibração do grupo funcional siloxano (Si-O-Si).

O espectro de infravermelho (Figura 30) mostra várias regiões características de compostos derivados de sílica. Estudos de Hilonga et al. (2009) demonstraram que solventes contendo maior cadeias de grupos alquílicos ( $-\text{CH}_2$ ,  $-\text{CH}_3$ ) formam polimerização de alta sílica nos aerogéis, o que agrega um "efeito de mola" no decorrer da secagem à pressão ambiente e, em decorrência disso, preserva a rede de sílica altamente porosa e evita o colapso dos poros.

Diante do perfil de picos, é plausível supor que ocorreu a mistura das estruturas químicas expostas nas Figuras 13, 14 e 15 suportadas sobre a superfície da sílica, como mostra a Figura 31.

Figura 31 – Estruturas químicas propostas para o aerogel sintetizado



Fonte: Própria autora

A presença dos grupamentos Si-OH e Si-O-Si nas bandas de infravermelho (Figura 30) confirmam, respectivamente, que as reações de hidrólise e condensação ocorreram efetivamente, indicando êxito da síntese. Logo, entende-se que a escolha do alcóxido TEOS foi eficiente quando em solução com o solvente etanol.

A existência do grupo Si-(CH<sub>3</sub>) retrata que ocorreram reações do TMCS com as hidroxilas da superfície da estrutura. Dessa forma, a presença de Si-(CH<sub>3</sub>) confirma que a superfície do material foi modificada (SARAWADE et al., 2007; CHEN; WANG; SUN, 2017; PERALE et al., 2018; NGUYEN; HOANGA; DINH, 2018) e que permitiu a retirada da fase líquida do material por evaporação à pressão ambiente. Tal modificação de superfície, segundo Chen, Wang e Sun (2017) e Perale et al. (2018) tornou o aerogel de sílica mais hidrofóbico. Assim, a presença deste grupo indica que houve uma certa transformação de hidrofiliidade para hidrofobicidade. Ou seja, conseguiu-se reduzir a característica hidrofílica do material, conferida pelo precursor TEOS, com o modificar de superfície empregado na síntese (TMCS). Segundo Nguyen, Hoanga e Dinh (2018) o pico de 3050 cm<sup>-1</sup>, relacionado à vibração de alongamento dos grupos CH<sub>3</sub> no aerogel, é uma evidência que sugere a modificação bem sucedida do aerogel de sílica.

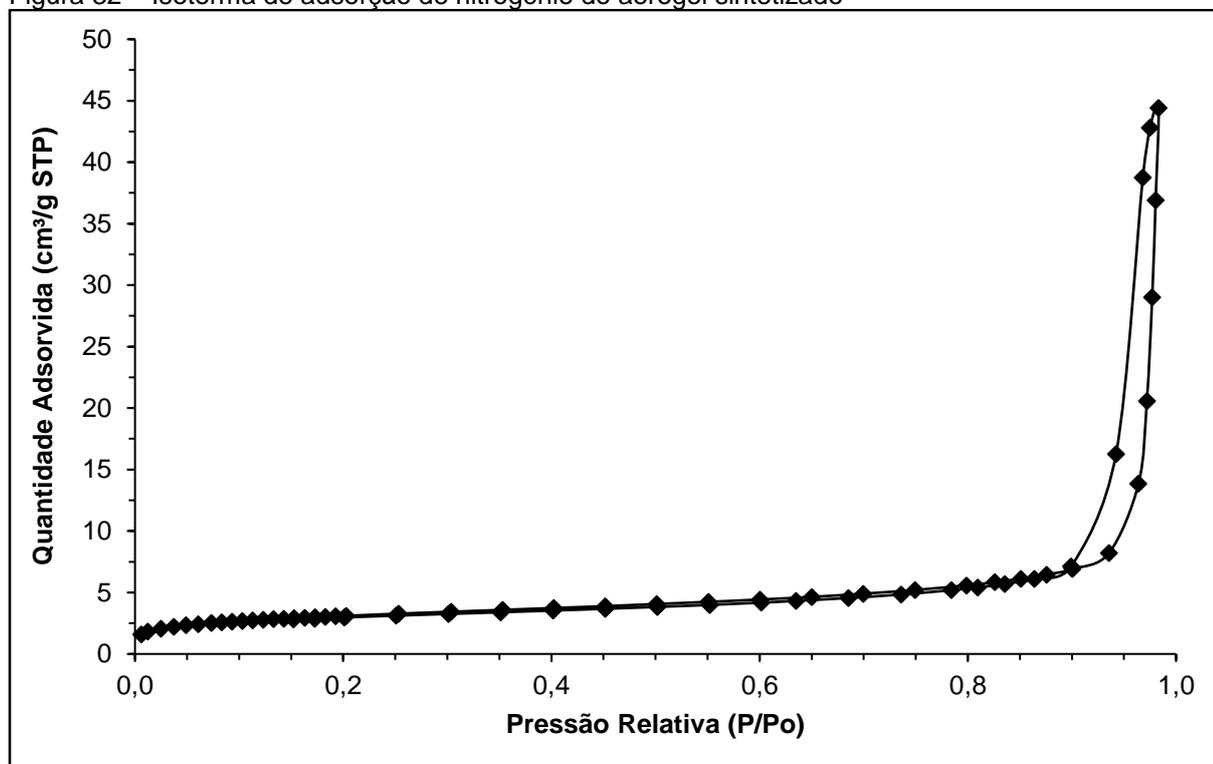
É possível notar que no pico de 1650 a 1750  $\text{cm}^{-1}$  que existe certa quantidade de água ainda presente no material. Oliveira et al. (2016) atribuem esse fato ao alongamento dos grupos OH. Esta água encontra-se dentro dos poros do aerogel, dada a sua grande porosidade. Este fato justifica-se em função de que o método de secagem foi feito com restrições a fim de não colapsar a estrutura porosa.

É importante destacar que as alterações no aspecto físico do aerogel nas diferentes sínteses não alterou os resultados de infravermelho. Isso porque os grupamentos químicos presentes são os mesmos em todas as sínteses. Comprova-se, portanto, que as modificações ocorridas no aerogel na repetição do processo de preparo são somente físicas, em termos da textura do material.

#### 4.1.2 Teoria da Adsorção Multimolecular – BET

A isoterma de adsorção de nitrogênio a 77 K para o aerogel de TEOS sintetizado é mostrada na Figura 32.

Figura 32 – Isoterma de adsorção de nitrogênio do aerogel sintetizado



Fonte: Própria autora

Como pode ser visto na Figura 32, a isoterma para o aerogel sintetizado exibe uma vasta região em que a pressão relativa sofre pequena variação e o volume adsorvido se eleva subitamente. O *loop* de histerese está relacionado ao processo secundário de condensação capilar que resulta no preenchimento completo dos mesoporos em pressão relativa menor que 1 ( $P/P_0$ ) (AMGARTEN, 2006).

Logo, é possível depreender que o perfil da isoterma do aerogel de TEOS é tipicamente uma isoterma do tipo IV, segundo a classificação da IUPAC, também conhecida como isoterma mesoporosa conforme a classificação de Unger (HORIKAWA; DO; NICHOLSON, 2011; NGUYEN; HOANGA; DINH, 2018). Além disso, apresenta histerese do tipo H3, e, portanto, possui poros em formato de fenda.

Através da isoterma de adsorção, obteve-se a distribuição do tamanho de poros do aerogel. Verificou-se que o aerogel apresenta poros na faixa de tamanhos compreendida entre 20,6 nm a 34,8 nm. Portanto, o material sintetizado nesta pesquisa se classifica conforme a IUPAC como mesoporoso, pois seus poros possuem diâmetros entre 2 nm e 50 nm (JUNG et al., 2017). Essa classificação de tamanho de poros verificada para o aerogel sintetizado vem ao encontro dos relatos de Hüsing e Schubert (1998) que declaram que a maioria dos poros dos aerogéis se classifica como mesoporos.

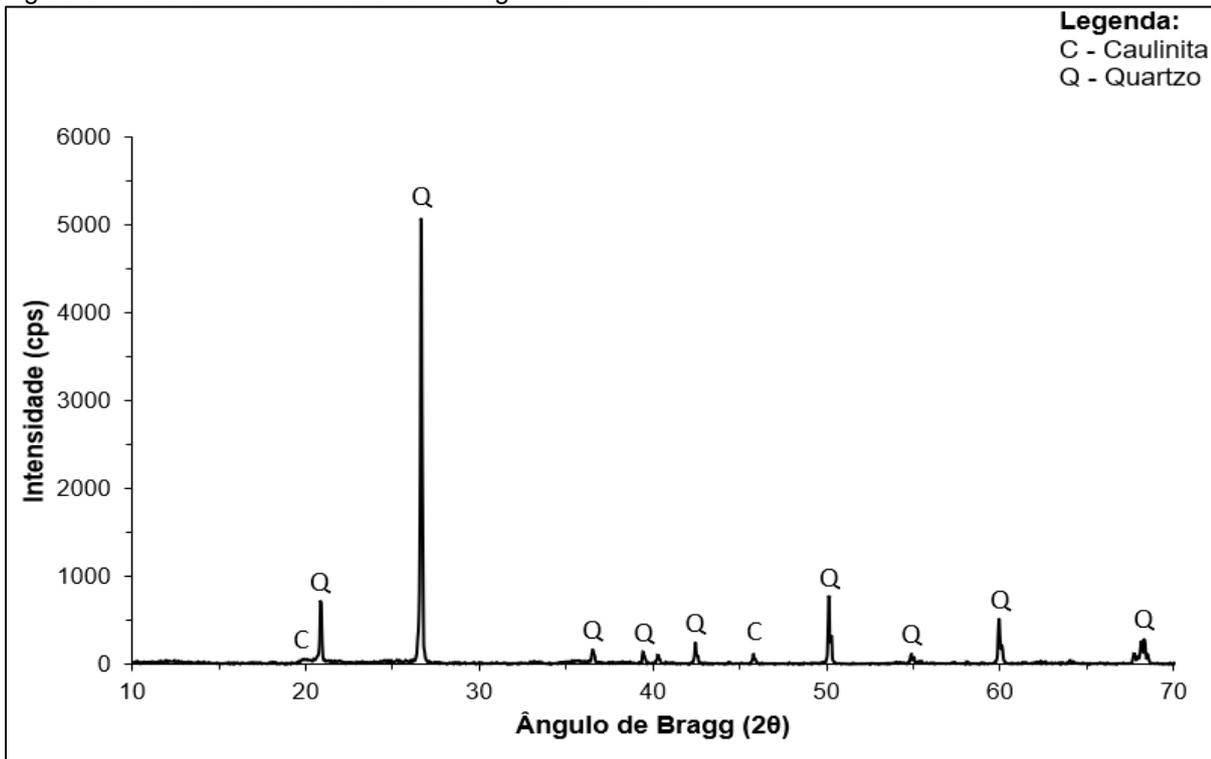
Além disso, Dorcheh e Abbasi (2008) afirmam que o diâmetro médio de poros dos aerogéis gira entre 20 e 40 nm. Como o diâmetro médio de poros dos aerogéis foi de 20,6 nm a 34,8 nm, verifica-se que a síntese ocorreu de forma satisfatória, uma vez que a faixa de tamanho obtida também se enquadra nos valores referenciados na literatura.

## **4.2 Caracterização das Argilas**

### **4.2.1 Difração de Raios X**

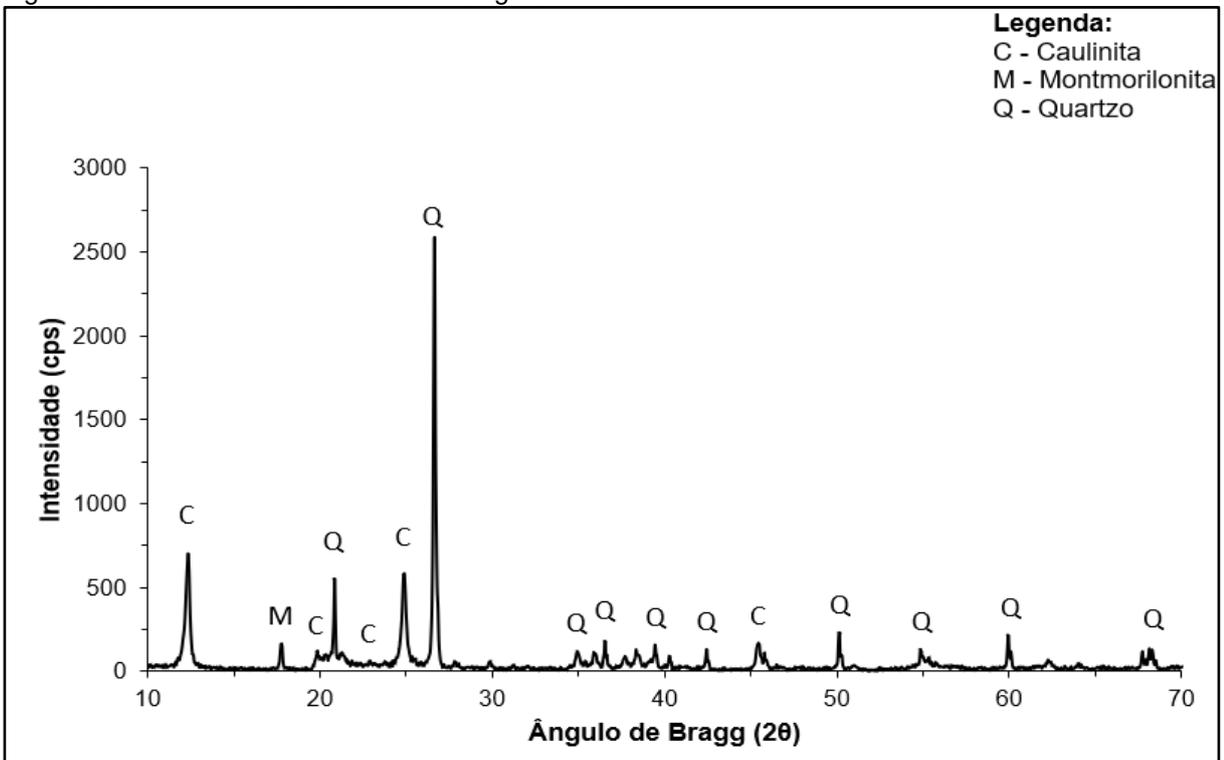
As composições mineralógicas da argila vermelha e da argila branca são mostradas nas Figuras 33 e 34, respectivamente.

Figura 33 – Difratometria de raios X da argila vermelha



Fonte: Própria autora

Figura 34 – Difratometria de raios X da argila branca



Fonte: Própria autora

Conforme pode ser visto na Figura 33, a argila vermelha é essencialmente composta por quartzo e apresenta alguns picos de caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ). Já a argila branca (como exposto na Figura 34) é composta por quartzo, caulinita e apresenta um pico de montmorilonita ( $((\text{Na},\text{Ca})_{0,3}(\text{Al},\text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ ).

A presença de quartzo e caulinita na composição mineralógica das argilas explica-se pelo alto teor de sílica presente nas argilas, principalmente na argila branca. A existência de caulinita também está associada à presença de alumina nas argilas. Acredita-se que a presença de montmorilonita na argila branca está associada aos elementos químicos cálcio (Ca), sódio (Na), alumínio (Al) e magnésio (Mg) existentes na sua composição química (NUNES, 2017).

Tendo em vista os picos mostrados nos difratogramas (Figuras 33 e 34), pode-se concluir que a fase cristalina quartzo aparece em predominância e em maior quantidade na argila vermelha. Por outro lado, a caulinita está presente em maior intensidade na argila branca.

#### 4.2.2 Granulometria

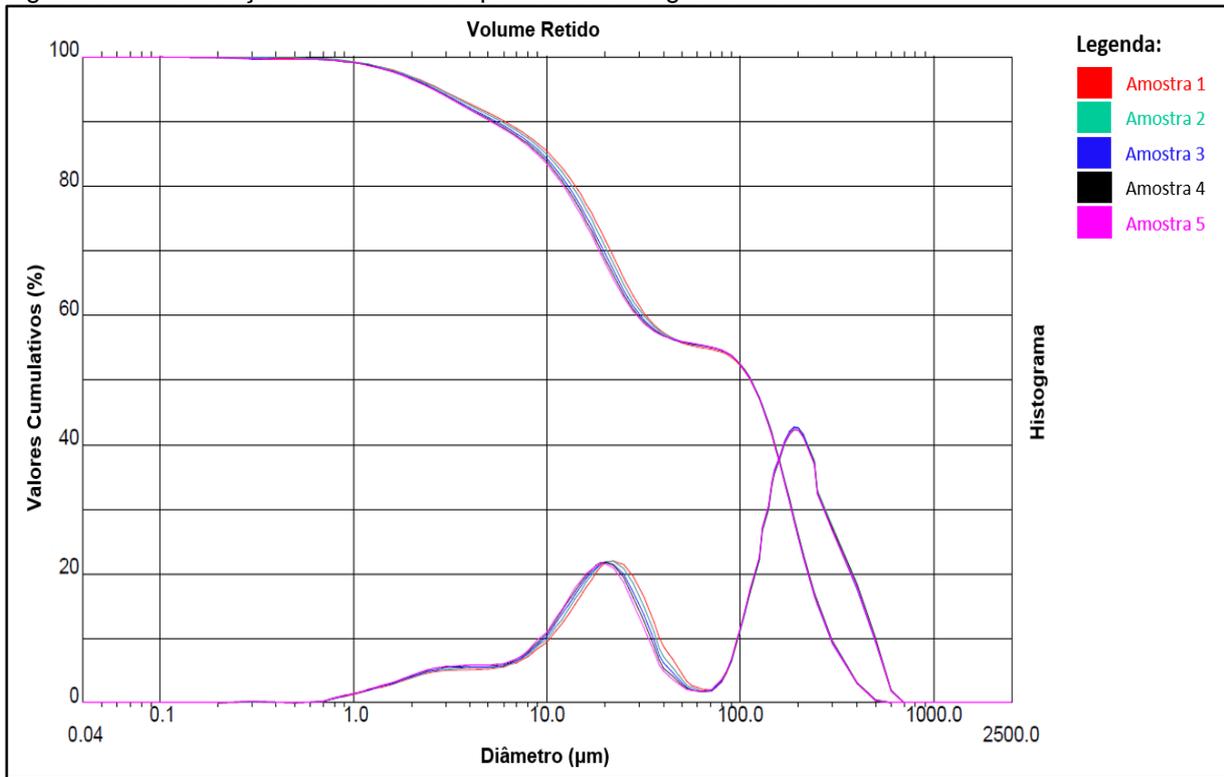
Os resultados referentes à análise da granulometria da argila vermelha e da argila branca são apresentados na Tabela 3. Nas Figuras 35 e 36 é ilustrada a distribuição dos tamanhos de partículas, bem como exposto o histograma de frequências de diâmetros encontrados, para a argila vermelha e para a argila branca, respectivamente.

Tabela 3 – Resultados de granulometria das argilas vermelha e branca

| Amostra      | ARGILA VERMELHA            |               |             | ARGILA BRANCA              |              |             |
|--------------|----------------------------|---------------|-------------|----------------------------|--------------|-------------|
|              | Diâmetro ( $\mu\text{m}$ ) |               |             | Diâmetro ( $\mu\text{m}$ ) |              |             |
|              | 10%                        | 50%           | 90%         | 10%                        | 50%          | 90%         |
| 1            | 293,86                     | 112,16        | 6,04        | 45,93                      | 11,97        | 2,38        |
| 2            | 296,97                     | 113,47        | 5,77        | 45,95                      | 12,18        | 2,41        |
| 3            | 293,03                     | 112,73        | 5,42        | 46,34                      | 12,36        | 2,42        |
| 4            | 296,85                     | 112,95        | 5,23        | 46,29                      | 12,55        | 2,48        |
| 5            | 294,56                     | 112,73        | 5,07        | 46,37                      | 12,62        | 2,45        |
| <b>MÉDIA</b> | <b>295,05</b>              | <b>112,81</b> | <b>5,51</b> | <b>46,18</b>               | <b>12,34</b> | <b>2,43</b> |

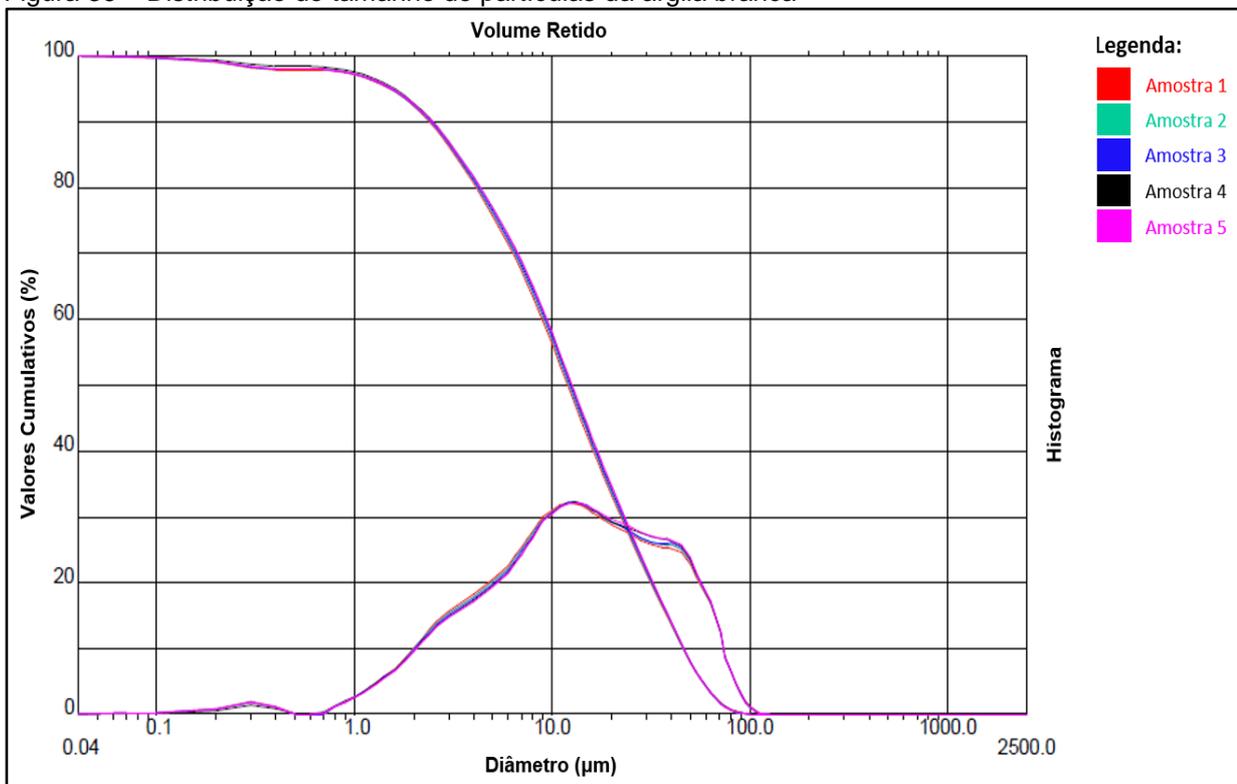
Fonte: Própria autora

Figura 35 – Distribuição do tamanho de partículas da argila vermelha



Fonte: Própria autora

Figura 36 – Distribuição do tamanho de partículas da argila branca



Fonte: Própria autora

Através do conteúdo da Tabela 3 e da análise granulométrica de frequência da argila vermelha (Figura 35) é possível verificar que:

- 10% do volume da argila vermelha ficou retido em um diâmetro médio de partículas de 295,05  $\mu\text{m}$ ;
- 50% do volume da argila vermelha ficou retido em um diâmetro médio de partículas de 112,81  $\mu\text{m}$ ;
- 90% do volume da argila vermelha ficou retido em um diâmetro médio de partículas de 5,51  $\mu\text{m}$ .

Para a argila branca, de acordo com o exposto na Tabela 3 e o visualizado na Figura 36, constata-se que:

- 10% do volume da argila branca ficou retido em um diâmetro médio de partículas de 46,18  $\mu\text{m}$ ;
- 50% do volume da argila branca ficou retido em um diâmetro médio de partículas de 12,34  $\mu\text{m}$ ;
- 90% do volume da argila branca ficou retido em um diâmetro médio de partículas de 2,43  $\mu\text{m}$ .

Percebe-se que ambas as argilas apresentam granulometria fina, entretanto, a argila vermelha exibe um diâmetro médio maior (aproximadamente 0,11 mm) em comparação ao diâmetro médio da argila branca (cerca de 0,01 mm). A diferença na granulometria surte efeito direto na porosidade das placas cerâmicas, e, em consequência, na resistência à flexão, absorção de água e densidade aparente.

#### **4.2.3 Limites de Atterberg**

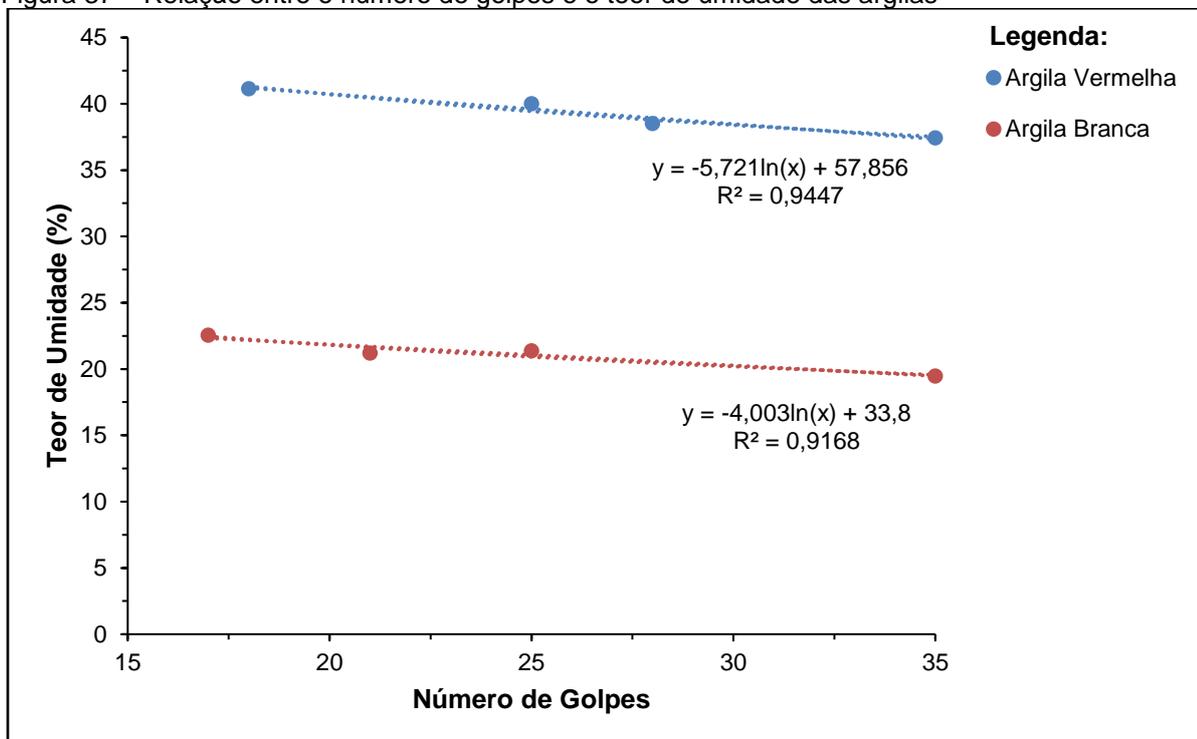
A Tabela 4 e a Figura 37 expõem o teor de umidade médio ( $h_{\text{Médio}}$ ), em porcentagem, da argila vermelha (AV) e da argila branca (AB) em função do número de golpes aplicados para o fechamento da ranhura conforme intervalos normatizados pela NBR 6459 (ABNT, 2016b).

Tabela 4 – Teor de umidade médio das argilas

| Ponto | Intervalo de Golpes por Ponto | Número de Golpes |       | h <sub>Médio</sub> (%) |       |
|-------|-------------------------------|------------------|-------|------------------------|-------|
|       |                               | AV               | AB    | AV                     | AB    |
| 1     | 30 a 35                       | 35,00            | 35,00 | 37,43                  | 19,45 |
| 2     | 25 a 30                       | 28,00            | 25,00 | 38,50                  | 21,37 |
| 3     | 20 a 25                       | 25,00            | 21,00 | 40,00                  | 21,19 |
| 4     | 15 a 20                       | 18,00            | 17,00 | 41,13                  | 22,55 |

Fonte: Própria autora

Figura 37 – Relação entre o número de golpes e o teor de umidade das argilas



Fonte: Própria autora

Ao analisar os dados presentes na Tabela 4 e a reta resultante para os pontos do ensaio, mostrada na Figura 37, para a argila vermelha, é possível inferir que:

- Para o Ponto 1, foram necessários 35 golpes para fechar a ranhura e, com isso, o teor de umidade médio ficou estabelecido em 37,43%;
- Para o Ponto 2, foram precisos 28 golpes para que a ranhura, de argila, no instrumento Casagrande fechasse, e, assim, o teor de umidade médio para este ponto girou em torno de 38,50%;

- Para o Ponto 3, necessitaram-se 25 golpes, logo, o teor de umidade médio foi de 40%;
- Para o Ponto 4, por fim, 18 golpes foram suficientes para fechar a ranhura e, dessa forma, o teor de umidade médio para este ponto foi de 41,31%;
- Logo, o limite de liquidez (LL) para a argila vermelha foi de 39,44%.

Em relação à argila branca, de acordo com os valores de ensaio mostrados na Tabela 4 e a respectiva reta resultante mostrada na Figura 37, é possível observar que:

- Para o Ponto 1, necessitaram-se 35 golpes para que a ranhura aberta de solo fechasse, e, portanto, o teor de umidade médio para este ponto foi igual a 19,45%;
- Para o Ponto 2, foram dados 28 golpes para fechar a ranhura no instrumento Casagrande, e, com isso, o teor de umidade médio foi determinado em 21,37%;
- Para o Ponto 3, 21 golpes foram adequados para que a ranhura fechasse, então, o teor de umidade médio foi de cerca de 21,19%;
- Para o Ponto 4, por fim, 17 golpes foram aplicados para fechar a ranhura e, assim, o teor de umidade para este ponto foi de 22,55%;
- Logo, o limite de liquidez (LL) para a argila vermelha foi de 20,91%.

Tendo em vista os limites de liquidez para cada argila determinados é possível constatar que a argila branca apresenta comportamento de um líquido mais facilmente que a argila vermelha. Ou seja, é necessária a adição de uma menor quantidade de água para que a argila branca atue como um líquido, já que seu limite de liquidez é menor (cerca de 20,91%) em comparação ao da argila vermelha (aproximadamente 39,44%). Neste sentido, é possível perceber que as formulações com argila branca demandam uma menor quantidade de água para que a mistura disponha de trabalhabilidade adequada para moldagem por prensagem.

Os limites de plasticidade (LP) da argila vermelha (AV) e da argila branca (AB), em função da umidade das amostras (h), são mostrados na Tabela 5.

Tabela 5 – Limite de plasticidade médio das argilas

| Amostra | h (%) |       | LP (%) |       |
|---------|-------|-------|--------|-------|
|         | AV    | AB    | AV     | AB    |
| 1       | 25,93 | 20,00 |        |       |
| 2       | 28,21 | 14,29 | 28,95  | 15,78 |
| 3       | 32,73 | 13,04 |        |       |

Fonte: Própria autora

Como pode ser visto na Tabela 5, o limite de plasticidade (LP) da argila vermelha é 28,95% e da argila branca é 15,78%. Dessa forma, verifica-se que é necessária uma maior quantidade de água para que as placas compostas de argila vermelha não se fraturem durante o processo de moldagem.

Os índices de plasticidade (IP) das argilas vermelha e branca são expostos na Tabela 6.

Tabela 6 – Índice de plasticidade das argilas

| Argila   | LL (%) | LP (%) | IP (%) |
|----------|--------|--------|--------|
| Vermelha | 39,44  | 28,95  | 10,49  |
| Branca   | 20,91  | 15,78  | 5,13   |

Fonte: Própria autora

Pode ser visto na Tabela 6 que os índices de plasticidade foram 10,49% e 5,13% para as argilas vermelha e branca, respectivamente. Dessa forma, como o LP da argila vermelha está entre 7 e 15%, esta é considerada medianamente plástica, e tendo em vista que o LP da argila branca está abaixo de 7%, esta classifica-se como pouco plástica (CAPUTO,1987).

Peralta-Sánchez et al. (2011) afirmam que solos com partículas menores refletem em menores índices de plasticidade, enquanto os de partículas maiores, apresentam maiores IP. Tal fato confere com o ensaio de granulometria, que demonstrou que a argila vermelha apresenta diâmetro médio da partícula maior do que o da argila branca, conforme abordado na seção 4.2.2.

De acordo com Capitaneo et al. (2002), quanto maior o índice de plasticidade, maior é a plasticidade e a faixa de consistência de uma argila ou massa. Castro et al. (2015) reforça que as argilas devem apresentar plasticidade suficiente para conferir

resistência mecânica na conformação por prensagem, de modo a garantir a integridade da peça no trajeto entre a prensa e o forno.

Depreende-se que os valores obtidos para os Limites de Atterberg para a argila vermelha estão dentro dos intervalos observados na literatura: 30 a 60% para LL, 15 a 30% para LP e 10 a 30% para IP (SANTOS, 1992; MACEDO, 1997; CAMPOS et al., 1999; VIEIRA; HOLANDA; PINATTI, 2000). De igual forma, os Limites de Atterberg para a argila branca, também demonstram-se compreendidas entre as faixas encontradas na literatura (BARBA et al., 2002).

### 4.3 Caracterização das Placas Cerâmicas

As placas cerâmicas fabricadas nesta pesquisa podem ser visualizadas na Figura 38.

Figura 38 – Formulações de placas cerâmicas produzidas



Fonte: Própria autora

As placas cerâmicas fabricadas com argila vermelha em sua formulação e queimadas à 950°C ficaram bastante porosas, especialmente as da mistura contendo aerogel. Ambas enunciaram-se, visualmente, extremamente frágeis, e, superficialmente, com aspecto esfarelado, principalmente a de formulação 92% AV 8% AT. As duas misturas queimadas à 950°C evidenciaram cor avermelhada. Essa pigmentação, de acordo com De Oliveira (2000), foi conferida devido à presença de alto teor de ferro na composição da argila vermelha.

Quanto às placas cerâmicas contendo argila vermelha e queimadas à 1100°C, observou-se uma melhora na consistência do produto final. Esse aperfeiçoamento é explicado em decorrência do aumento da temperatura de queima. Houve uma maior densificação do material e, com isso, reduziu-se significativamente o aspecto esfarelado das peças. Entretanto, apesar de consideravelmente menor, ainda se observou um pequeno esfarelamento na superfície das amostras. Essas placas, após terem sido queimadas, apresentaram cor rosada.

Por fim, as placas produzidas com a matéria-prima argila branca e queimadas à temperatura de 1300°C ficaram com ótima consistência e mostraram-se, visualmente e superficialmente, resistentes. Além disso, não observou-se nenhum dos defeitos visuais e texturais obtidos nas placas compostas de argila vermelha, tendo, dessa forma, as placas contendo argila branca se demonstrado, aparentemente, as mais adequadas para a finalidade de aplicação deste estudo. Estas placas resultaram em cor branca acinzentada. Segundo Luna da Silveira et al. (2016), o caulim confere cor clara à massa cerâmica, sendo um suporte fundamental de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), que em fase de vitrificação da peça, regula a reação de equilíbrio. Medeiros et al. (2016) complementa que esta cor clara após a queima é característica do baixo teor de óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) existente na matéria-prima.

Essas diferenças verificadas entre as placas fabricadas a 950°C, 1100°C e 1300°C devem-se à temperatura sob a qual sofreram seu tratamento térmico e à composição química de cada argila utilizada. De acordo com Brindley (1978), ao longo da sinterização de peças cerâmicas, a argila sofre uma série complexa de reações físico-químicas. Neste processo, acima da temperatura de 900°C, inicia-se a formação da fase vítrea. Esta fase penetra nos poros abertos, fechando, em seguida, o isolamento e os poros vizinhos. Portanto, em temperaturas mais altas, há a conseqüente redução dos poros da estrutura e a intensa diminuição da absorção de água (SALEIRO; HOLANDA, 2012). Tal fato explica as placas queimadas à 1100°C

terem se demonstrado menos porosas do que as queimadas à 950°C e mais porosas em relação às placas queimadas a 1300°C.

### 4.3.1 Resistência à Flexão em Três Pontos

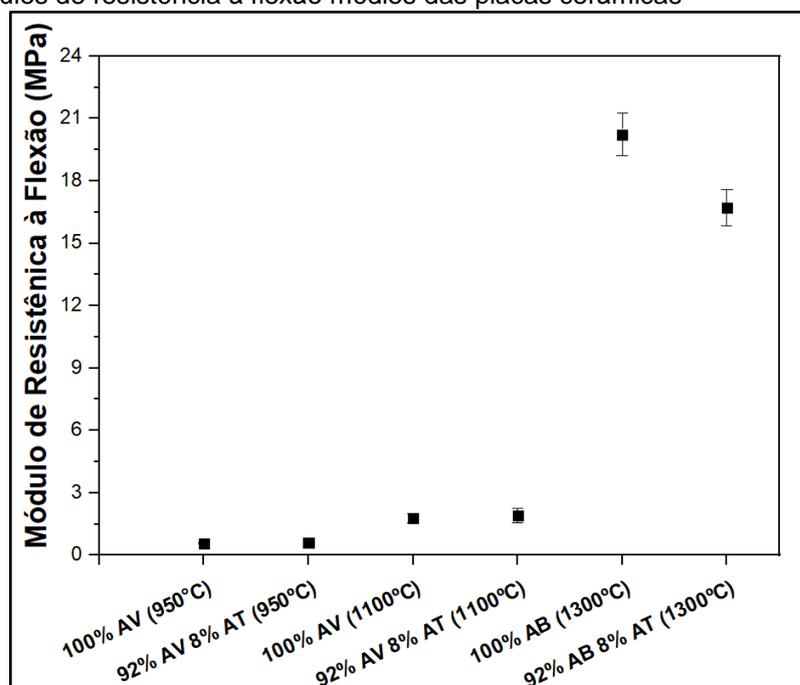
O módulo de resistência à flexão em três pontos (MRF) e a carga de ruptura (CR) médios dos corpos de prova são mostrados na Tabela 7 e elucidados nas Figuras 39 e 40, respectivamente.

Tabela 7 – Módulo de resistência à flexão e carga de ruptura médios

| Placa Cerâmica        | MRF <sub>Médio</sub> (MPa) | CR <sub>Média</sub> (N) |
|-----------------------|----------------------------|-------------------------|
| 100% AV (950°C)       | 0,58 ± 0,04                | 33,50 ± 1,63            |
| 92% AV 8% AT (950°C)  | 0,59 ± 0,10                | 36,44 ± 6,48            |
| 100% AV (1100°C)      | 1,78 ± 0,20                | 116,62 ± 10,95          |
| 92% AV 8% AT (1100°C) | 1,90 ± 0,32                | 139,96 ± 18,41          |
| 100% AB (1300°C)      | 20,22 ± 1,03               | 1177,62 ± 137,71        |
| 92% AB 8% AT (1300°C) | 16,70 ± 0,81               | 1018,03 ± 122,90        |

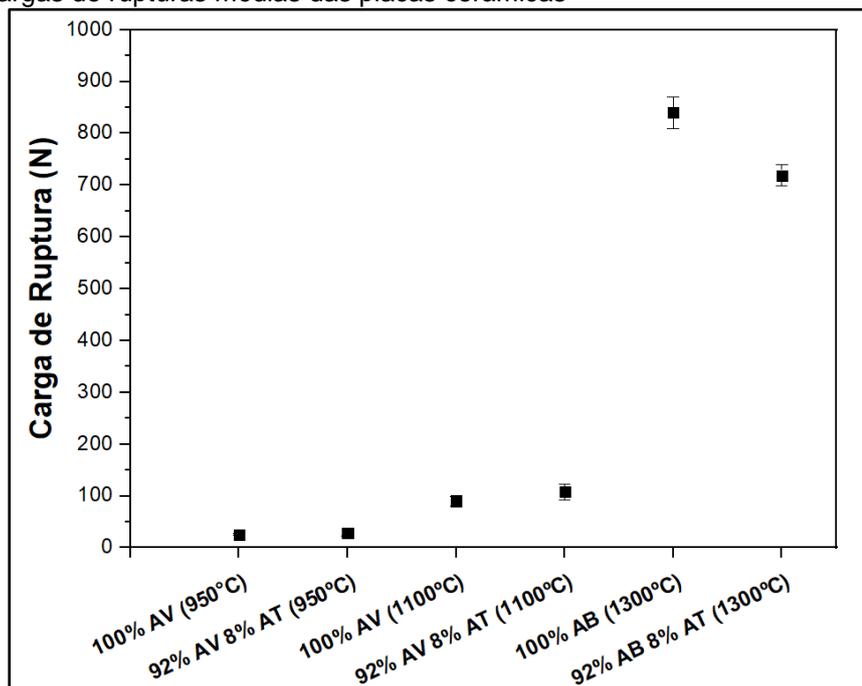
Fonte: Própria autora

Figura 39 – Módulos de resistência à flexão médios das placas cerâmicas



Fonte: Própria autora

Figura 40 – Cargas de rupturas médias das placas cerâmicas



Fonte: Própria autora

Conforme pode ser verificado na Tabela 7 e nas Figuras 39 e 40, as placas cerâmicas fabricadas com argila vermelha e queimadas à temperatura de 950°C exibiram valores de módulo de resistência à flexão médios menores do que 1,0 MPa: 0,58 MPa para as placas 100% AV e 0,59 MPa para as placas 92% AV 8% AT. Quanto à carga de ruptura média para estas misturas, os valores foram de 33,50 N para as placas compostas somente de argila vermelha e 36,44 N para as placas das misturas contendo 8% de aerogel.

Avrella (2015) em seus estudos constatou que a introdução de xerogel nas placas cerâmicas aumentou o MRF em 71,79%. Este mesmo efeito não foi constatado quando na inserção de aerogel nesta presente pesquisa.

Os módulos de resistência à flexão médios para as placas de argila vermelha sinterizadas à 1100°C foram um pouco maiores: 1,78 MPa para as placas 100% AV e 1,90 MPa para as placas 92% AV 8% AT. Este mesmo aumento, conseqüentemente, se demonstrou nas cargas de ruptura para estas formulações: 116,62 N e 139,96 N para as placas 100% AV e 92% AV 8% AT, respectivamente.

Para as placas moldadas com argila branca, os resultados de módulo de resistência à flexão e de cargas de rupturas médios foram promissores. Para as placas de composição 100% AB, o módulo de resistência à flexão e a carga de ruptura foram,

respectivamente, 20,22 MPa e 1177,62 N e para as placas 92% AB 8% AT, esses valores foram iguais a 16,70 MPa e 1018,03 N.

A análise estatística dos resultados de resistência à flexão (Apêndice A) prova que:

- As placas 100% AV e 92% AV 8% AT queimadas à 950°C são estatisticamente iguais entre si e estatisticamente diferentes das placas sinterizadas à 1100°C e à 1300°C;
- As placas 100% AV e 92% AV 8% AT com queima realizada à 1100°C são estatisticamente iguais entre si e estatisticamente diferentes das placas com tratamento térmico feito à 950°C e à 1300°C;
- As placas 100% AB e 92% AB 8% AT cuja sinterização se deu na temperatura de 1300°C, são consideradas estatisticamente diferentes entre si e estatisticamente diferentes das outras quatro demais.

Dessa forma, é possível constatar que ao modificar a temperatura de queima de 950°C para 1100°C para as placas de argila vermelha, houve um acréscimo no módulo de resistência à flexão em três pontos para ambas as misturas (com e sem aerogel). Nesse contexto, o MRF tanto para as placas 100% AV (1100°C), quanto para as placas 92% AV 8% AT (1100°C) aumentou aproximadamente 3 vezes ao elevar em 150°C a temperatura. Entretanto, apesar das elevações significativas no MRF com o aumento de 950°C para 1100°C, estes valores de resistência encontrados para os corpos de prova à 1100°C ainda encontraram-se muito abaixo do requerido pela NBR 13818 (ABNT, 1997c).

Verifica-se, ainda, que as placas contendo argila branca obtiveram valores de resistência significativamente superiores aos das misturas com argila vermelha em sua formulação para as duas temperaturas testadas. As placas de referência de argila branca (100% AB) apresentaram um valor de módulo de resistência à flexão cerca de 35 vezes maior do que as placas 100% AV à 950°C e 11 vezes maior do que as placas 100% AV à 1100°C. Ao analisar as misturas moldadas com a adição de aerogel, observou-se que o MRF das placas 92% AB 8% AT foi 28 vezes maior do que as placas 92% AV 8% AT à 950°C e aproximadamente 9 vezes maior do que as placas 92% AV 8% AT à 1100°C.

Comparando-se entre si as duas misturas contendo argila branca (100% AB e 92% AB 8% AT) verifica-se que a inclusão do aerogel reduziu cerca de 17,41% o MRF. Essa redução da resistência pode ser explicada em função da elevação da quantidade e do tamanho dos poros na estrutura da placa cerâmica contendo aerogel. Após a queima, os vazios da placa cerâmica tendem a aumentar em função da evaporação de solventes que ainda possam se fazer presentes nos poros do aerogel e devido à decomposição de parte do próprio aerogel, conforme pode ser visto na análise da Microscopia Eletrônica de Varredura (apresentada na sequência desta seção e retratada nas Figuras 43, 44 e 45).

Com o acréscimo do número e tamanho dos vazios, ocorre a consequente perda de resistência à flexão do material. Isso porque os poros atuam como concentradores de tensão e, portanto, fragilizam a resistência mecânica nestas regiões. Além disso, o maior percentual de fração de argila nas placas 100% AB favorece a sinterização e, portanto, reduz a quantidade e o tamanho dos poros (MENDONÇA et al., 2017).

De modo geral, é possível afirmar que o aumento da temperatura de queima aumentou a resistência à flexão em três pontos das placas cerâmicas. Esse fato justifica-se em função de que em temperaturas de queima mais baixas, um corpo cerâmico possui estrutura desorganizada, o que gera produtos com maior número de poros (MENDONÇA et al., 2017) e, conseqüentemente, com menor valor de resistência à flexão. Santana et al. (2007) declaram que o acréscimo da temperatura de queima beneficia a reatividade dos óxidos de alumínio e silício dispostos no material categorizando a formação de mulita.

A mulita é um dos produtos da queima de compostos argilosos. Esta age como carcaça de acomodação das fases líquidas possivelmente geradas ao longo do tratamento térmico do material argiloso. É a mulita que confere ao produto cerâmico, além de outras características, a resistência mecânica (TANNO; MOTTA, 2000). Segundo Sembiring e Simanjuntak (2012), a formação da mulita decorre em 1000°C e sua quantidade intensifica com o aprimoramento da temperatura.

Santos et al. (2014) esclarecem que o teor e o tipo de mulita formada na cerâmica têm relação com a matéria-prima precursora e com a duração de queima do material. É acrescentado por Schneider et al. (1993) que a formação de mulita sofre muitas intervenções em razão das impurezas presentes na argila, tais como compostos álcalis e ferro, o que interfere substancialmente na formação desta fase.

Portanto, argilas com impurezas dessemelhantes apresentam diferenças entre as mulitas formadas (primária e secundária) e entre os seus teores (LEE et al., 2008).

Conforme visualizado nas difrações de raios X das argilas (Figuras 33 e 34), ambas matérias-primas apresentam caulinita em sua composição. Segundo Sonuparlak (1990), Lee et al. (2008) e Ptacek et al. (2011), as principais alterações na estrutura que acontecem durante o aquecimento da caulinita iniciam-se em, aproximadamente, 980°C. Nesta temperatura, se sucede a formação da fase espinélio (Al:Si), gerando uma pequena porção de mulita fracamente cristalizada. Os autores citam que caulinitas adequadamente cristalizadas e argilas rica em alumina, compostas por fração representativa de illita, desenvolvem mulita com maior rapidez. Por outro lado, argilas caulíníticas, com teores de caulinita amorfizadas, manifestam cristalização de mulita mais lentamente e com maior teor de sílica.

Portanto, à 950°C provavelmente ainda não ocorreram as transformações da caulinita e, portanto, não houve formação de mulita. Por essa razão, a argila ainda não apresenta resistência mecânica adequada, pois é a fase mulita que confere esta propriedade ao material. Já em 1100°C, a argila já exibe fase mulita, entretanto, esta fase ainda é fragilizada, o que acarreta em valores de resistência a flexão maiores, se comparados aos à 950°C, porém, não significativos. Finalmente, à 1300°C ocorre de maneira mais consistente a formação de mulita o que reflete em uma resistência mecânica significativa, conforme foi observado neste trabalho.

Além da temperatura de sinterização, outro fator que possivelmente exerce certa influência no MRF é a granulometria das argilas aplicadas. A argila branca apresenta diâmetro de partículas menor, o que colabora para a maior compactação do material e, em consequência, para valores de MRF superiores.

Quanto ao efeito do aerogel nos materiais cerâmicos, foi observado que a adição de aerogel nas placas queimadas à 950°C e à 1100°C de base vermelha não alterou o MRF, uma vez que a análise estatística indicou que as duas misturas produzidas (100% AV e 92% AV 8% AT) em cada uma dessas temperaturas são estatisticamente iguais entre si. Nas misturas de argila branca (queimadas à 1300°C), a inserção de aerogel reduziu o MRF. Isso pode ser explicado em função de que à medida que se aumenta a temperatura de sinterização das placas, há uma maior perda de massa de aerogel em função da sua decomposição. À 950°C e à 1100°C há uma maior quantidade de aerogel na matriz cerâmica comparado ao visualizado à

1300°C, logo, acredita-se que o aerogel contribui com a sua resistência à flexão para o MRF do compósito.

A NBR 13818 estabelece para revestimentos cerâmicos um valor de módulo de resistência à flexão mínimo de 15 MPa. As misturas 100% AB e 92% AB 8% AT exibiram valores de MRF superiores a 15 MPa (20,22 MPa e 16,70 MPa, respectivamente), logo, atenderam ao especificado na norma vigente e portanto, demonstram-se, em relação a esta propriedade, adequadas para serem empregadas como revestimentos cerâmicos (ABNT, 1997c).

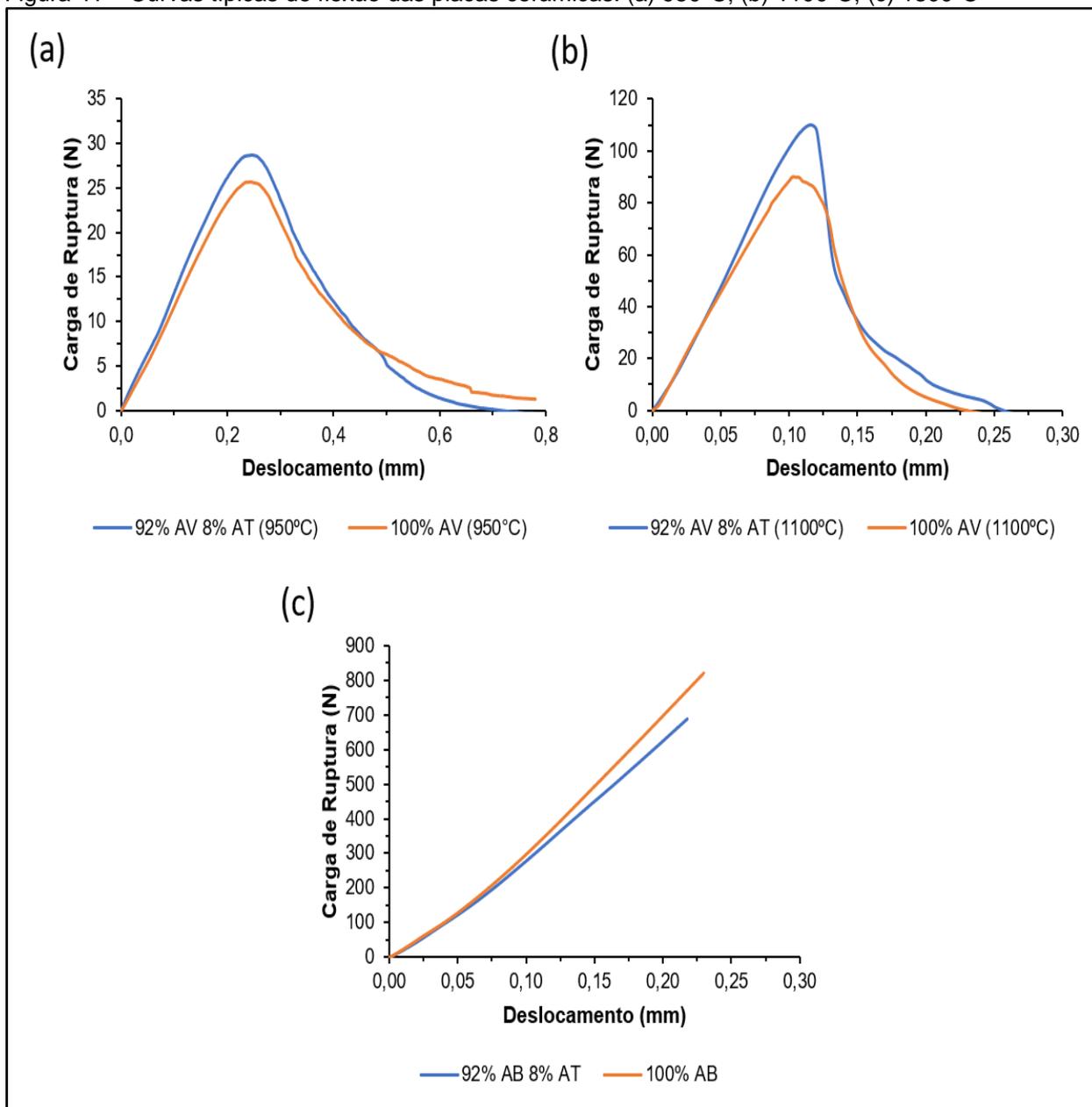
Tendo em vista o módulo de resistência à flexão dessas placas obtidos e os parâmetros da NBR 13818, estas obedecem às seguintes classificações de revestimento cerâmico (ABNT, 1997c):

- Placas 100% AB: Grupo BIIb (prensado);
- Placas 92% AB 8% AT: Grupo BIII (prensado).

Como os corpos de prova 100% AB e 92% AB 8% AT atenderam ao requisitado na NBR 13818, estes foram mantidos neste estudo e, portanto, caracterizados física, química e termicamente. Como as misturas 100% AV e 92% AV 8% AT para as temperaturas de queima 950°C e 1100°C explicitaram MRF extremamente abaixo do valor mínimo imposto pela normativa, estas placas, após o ensaio de resistência à flexão, foram descartadas deste presente estudo, pois não possuem um dos requisitos básicos e essenciais para serem utilizadas como revestimento cerâmico (ABNT, 1997c).

O comportamento típico das amostras submetidas ao ensaio de resistência à flexão em três pontos, por faixa de temperatura de sinterização, é mostrado na Figura 41.

Figura 41 – Curvas típicas de flexão das placas cerâmicas: (a) 950°C; (b) 1100°C; (c) 1300°C



Fonte: Própria autora

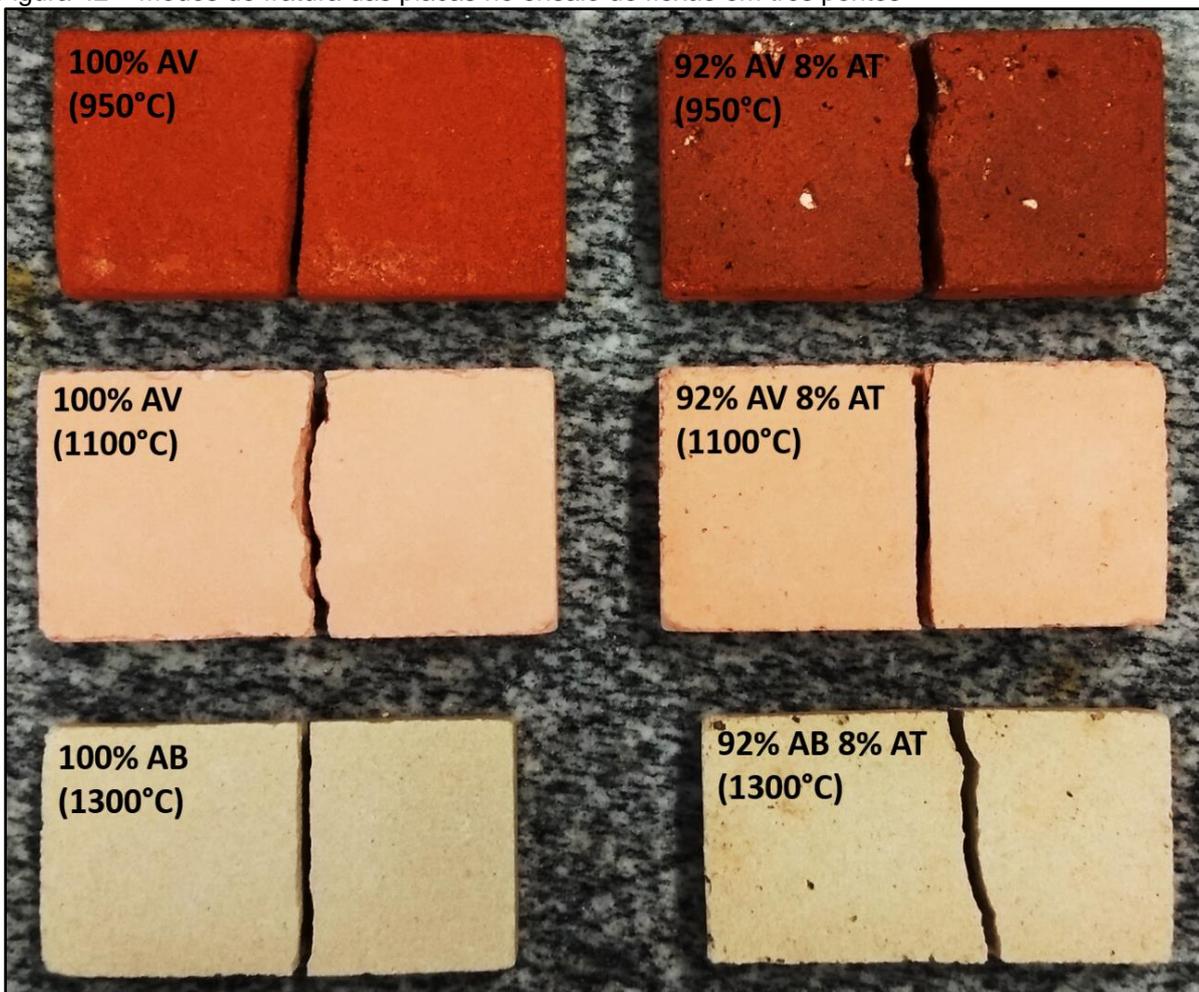
É possível observar na Figura 41 que as placas cerâmicas de base vermelha apresentaram comportamento semelhante, entretanto distinto do esperado para um material cerâmico. Isso pode estar associado à falta de vitrificação da argila em ambos os casos, o que demonstra a falta de consistência do material.

Em contrapartida, as placas de base branca exibiram o comportamento esperado para materiais cerâmicos. A curva indica de maneira clara e coerente elevada dureza e fratura frágil.

É visível uma diferença na inclinação das curvas e nos deslocamentos de pico nas três temperaturas testadas. As cerâmicas queimadas à 950°C apresentaram maiores deformações na ruptura, porém os menores valores de carga de ruptura. As cerâmicas à 1100°C e 1300°C exibiram deformações próximas.

A Figura 42 ilustra os modos de fratura para cada uma das placas cerâmicas produzidas após terem sido submetidas ao ensaio de flexão em três pontos.

Figura 42 – Modos de fratura das placas no ensaio de flexão em três pontos

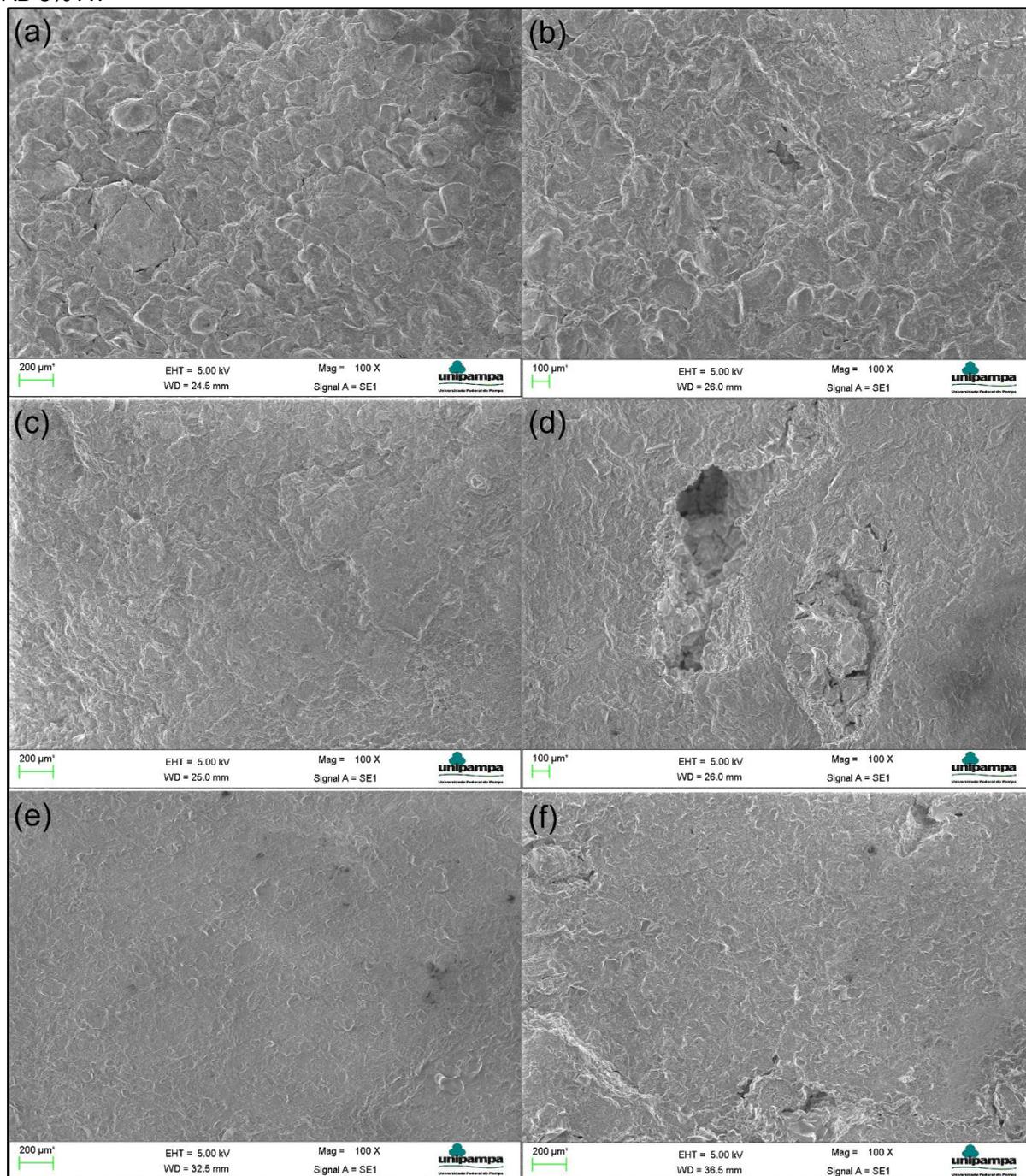


Fonte: Própria autora

Com base no ilustrado pela Figura 42, é possível notar que, para todas as placas, a ruptura se deu no terço central das amostras, local caracterizado por apresentar o momento fletor máximo. Em todos os ensaios, os corpos de prova se partiram após o término do teste.

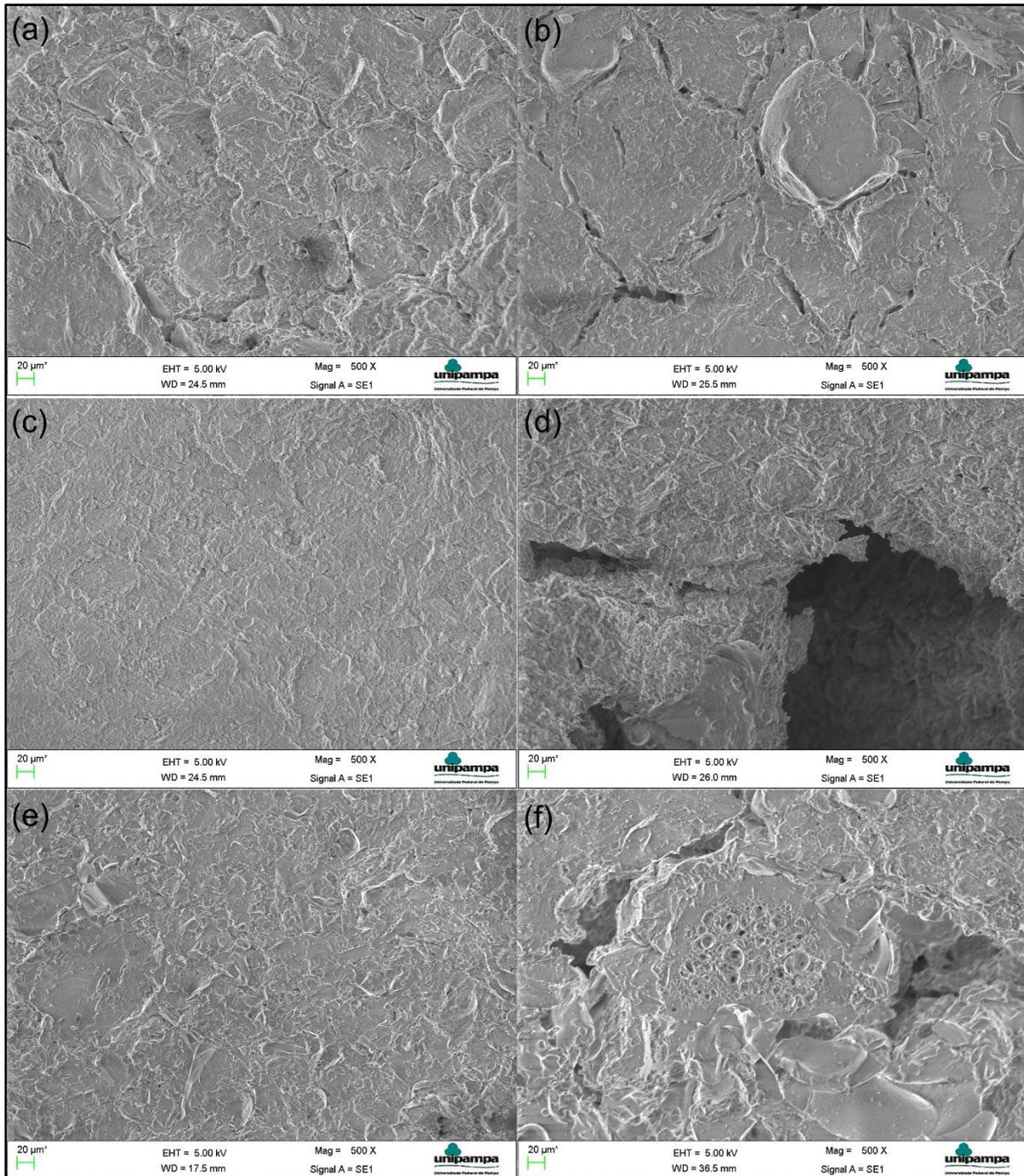
As superfícies de fratura por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura com magnificação de 100x, 500x e 1000x, podem ser vistas nas Figuras 43, 44 e 45.

Figura 43 – Micrografias, com magnificação de 100x, das placas cerâmicas: (a) 100% AV (950°C), (b) 92% AV 8% AT (950°C), (c) 100% AV (1100°C), (d) 92% AV 8% AT (1100°C), (e) 100% AB, (d) 92% AB 8% AT



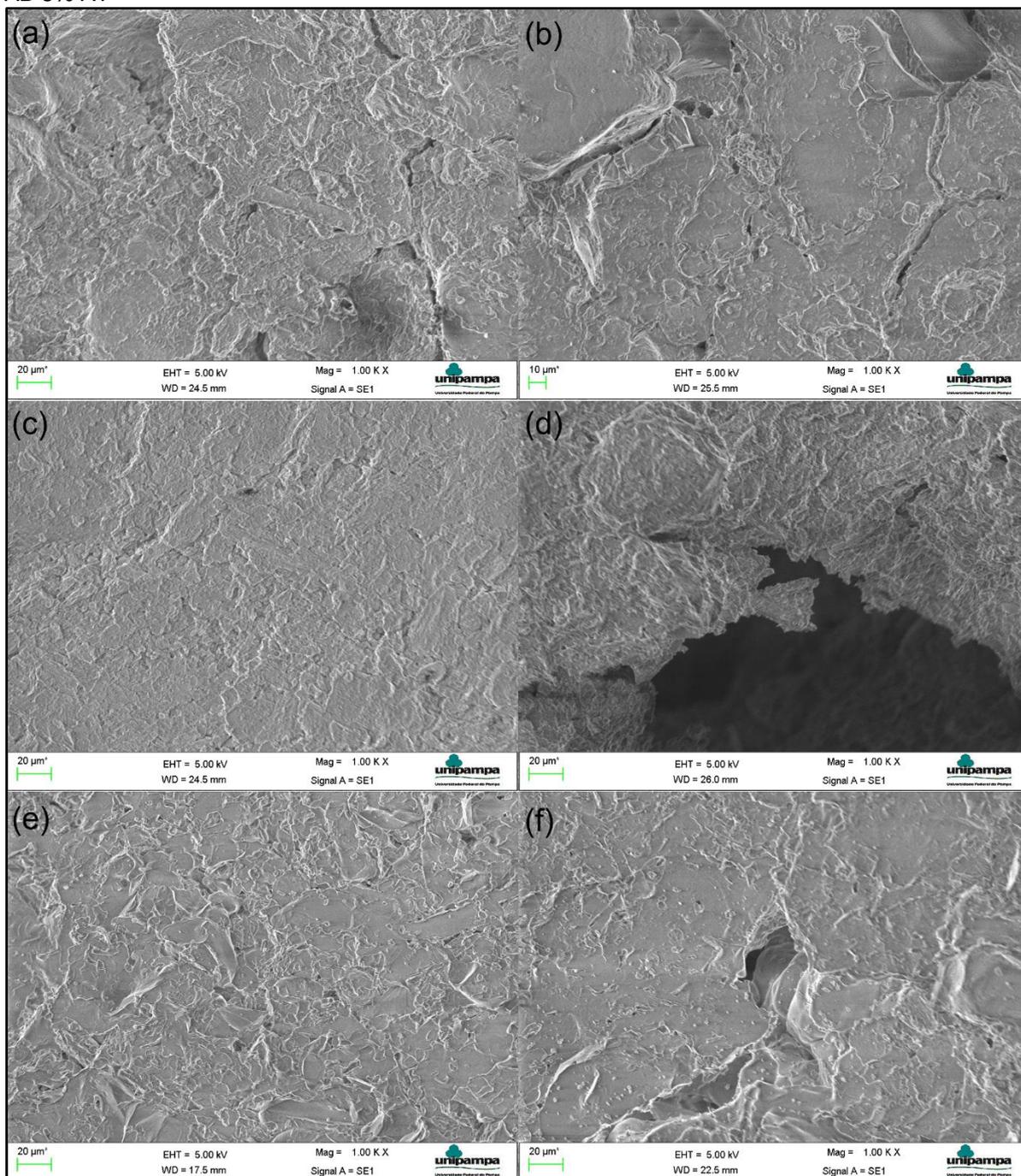
Fonte: Própria autora

Figura 44 – Micrografias, com magnificação de 500x, das placas cerâmicas: (a) 100% AV (950°C), (b) 92% AV 8% AT (950°C), (c) 100% AV (1100°C), (d) 92% AV 8% AT (1100°C), (e) 100% AB, (d) 92% AB 8% AT



Fonte: Própria autora

Figura 45 – Micrografias, com magnificação de 1000x, das placas cerâmicas: (a) 100% AV (950°C), (b) 92% AV 8% AT (950°C), (c) 100% AV (1100°C), (d) 92% AV 8% AT (1100°C), (e) 100% AB, (d) 92% AB 8% AT



Fonte: Própria autora

Através da micrografia exposta na Figura 43 (a), é possível visualizar que a superfície de fratura dos corpos de prova contendo somente argila vermelha à 950°C é bastante rugosa, indicando vários e pequenos aglomerados de partículas de argila “sem ligação” dentro do corpo cerâmico, o que justifica esta ter sido a amostra contendo aerogel com o pior MRF obtido. Situação semelhante, em termos de

superfície de ruptura, é visualizada para a mistura 92% AV 8% T à 950°C, conforme mostrado na Figura 43 (b). Isso demonstra a falta de vitrificação da argila vermelha na temperatura de 950°C, e possivelmente justifica o aspecto extremamente esfarelado de ambas as misturas.

As amostras 100% AV à 1100°C (Figura 43 (c)) e 100% AB (Figura 43 (e)) possuem superfície de fratura com textura relativamente lisa quando comparada à das placas contendo 8% de aerogel (Figura 43 (d) e (f)). Além disso, também percebem-se regiões nas amostras supracitadas em que não ocorreu a vitrificação da estrutura, e, portanto, certos pontos não aparecem, nas imagens, tão planos como os demais, exibindo pequenas ranhuras.

Nota-se que dentre as placas compostas somente por argila (Figuras 43 a 45 (a), (c) e (e)), as de formulação 100% AB são as que apresentam menores poros em relação às demais, expondo, em sua superfície, uma maior vitrificação de sua estrutura. Essa maior vitrificação das placas compostas somente de argila branca são justificadas pela temperatura em que foram queimadas. Portanto, é possível afirmar que a temperatura de 1300°C confere uma maior vitrificação da argila e, conseqüentemente, aumenta a densificação do material e diminui os poros da estrutura, o que pode justificar esta ter sido a formulação que resultou no maior MRF dentre todas as misturas.

É possível visualizar que o aumento da temperatura de 950°C para 1100°C para a argila vermelha gera uma melhora em termos de vitrificação, o que demonstra, em sua superfície de ruptura, uma maior densificação do material e determinada redução dos poros. Entretanto, a vitrificação mais acentuada é observada para a argila branca na temperatura de 1300°C, conforme mencionado anteriormente.

Nas superfícies de ruptura das misturas contendo o aerogel sintetizado (Figuras 43 a 45 (b), (d) e (f)) percebe-se a existência de poros, conforme o esperado. É perceptível que a mistura 92% AV 8% AT (950°C) apresentou a menor quantidade e tamanho de poros e que a mistura 100% AV (1100°C), opostamente, exibiu a maior quantidade e tamanho de poros. Acredita-se que este fato está associado à relação entre a decomposição do aerogel e o grau de vitrificação da argila. À medida que a temperatura aumenta, ocorre uma maior decomposição do aerogel. O mesmo se verifica em termos de vitrificação da argila: quanto maior a temperatura de sinterização, maior é a vitrificação da estrutura da placa cerâmica. Desse modo, embora provavelmente a decomposição do aerogel seja maior à 1300°C, nesta

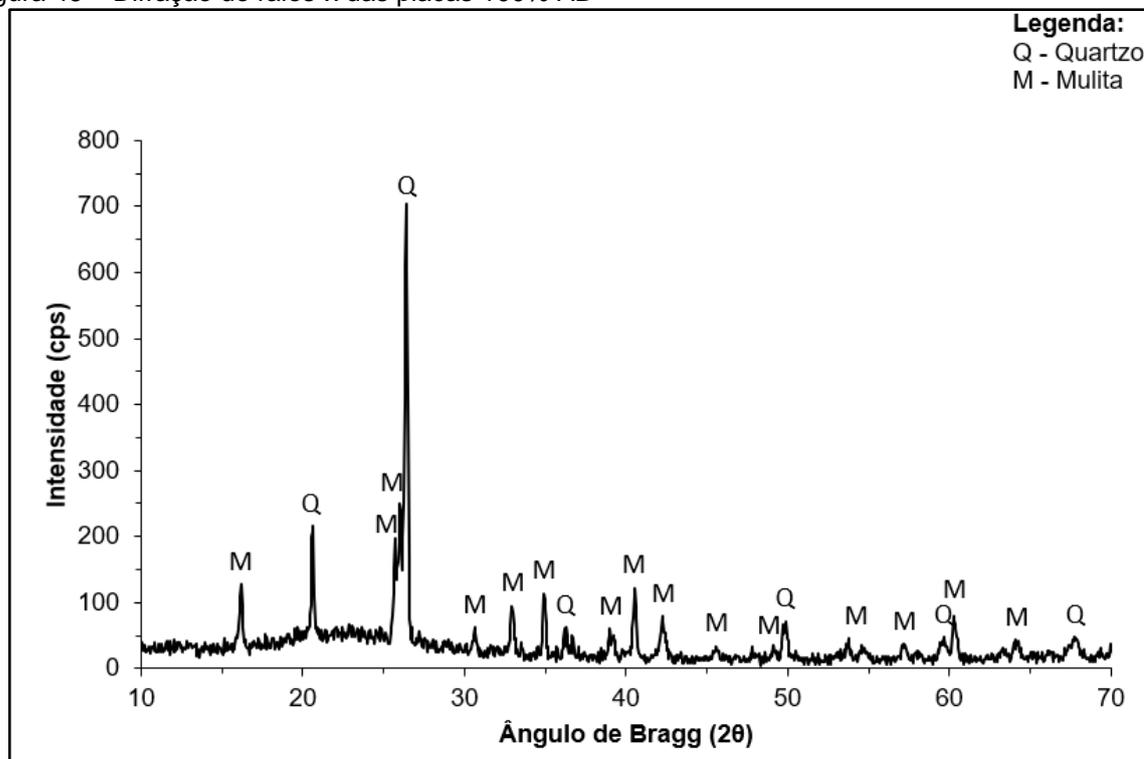
temperatura de queima, ocorre uma maior vitrificação da argila, e esta, possivelmente, preenche, durante a sinterização e o resfriamento, parte dos poros gerados, fazendo com as placas 92% AV 8% AT (1100°C) exibam os maiores poros gerados dentre as placas contendo 8% de aerogel por sua vitrificação ser menor.

As micrografias das placas possibilitam a observância geral de que a ruptura das placas contendo somente argila (tanto branca quanto vermelha) se deram com superfícies relativamente lisas enquanto que as placas contendo aerogel apresentam superfície de ruptura com poros. Esta análise é procedente, uma vez que os poros atuam como pontos frágeis da estrutura e, portanto, nessas regiões, a resistência à flexão é menor.

#### 4.3.2 Difração de Raios X

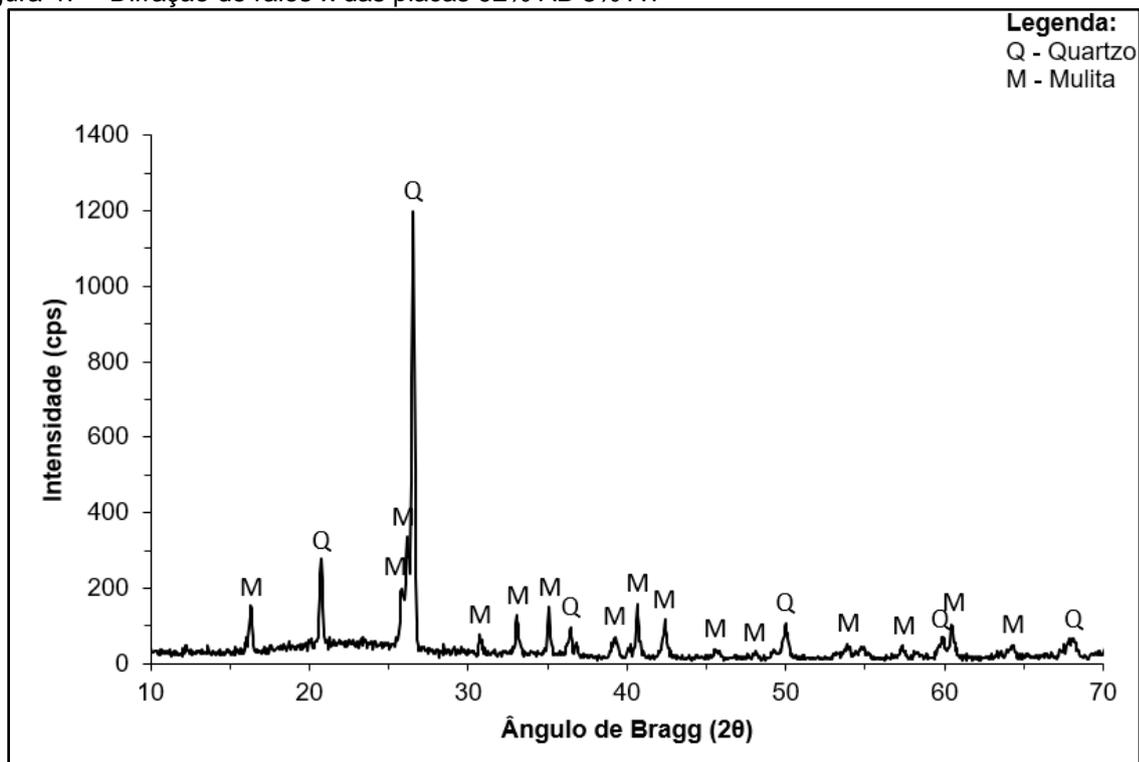
A caracterização mineralógica das placas cerâmicas 100% AB e 92% AB 8% AT é mostrada nas Figuras 46 e 47, respectivamente.

Figura 46 – Difração de raios-x das placas 100% AB



Fonte: Própria autora

Figura 47 – Difração de raios-x das placas 92% AB 8% AT



Fonte: Própria autora

O difratograma mostrado na Figura 46 permite detectar que a massa cerâmica de referência é constituída essencialmente por duas fases cristalinas: mulita e quartzo. A mulita é um alumino-silicato de imensa relevância científica normalmente atingido, de maneira efetiva e em quantidade significativa, pela queima reativa entre caulinita e alumina em temperaturas a partir de 1300°C (LIU et al., 1994; SOUZA et al., 2014). Medeiros et al. (2016) alegam que a proporção de massa estequiométrica da mulita é de 71,8% de alumina ( $Al_2O_3$ ) e 28,2% de sílica ( $SiO_2$ ) e que esta pode ocorrer em formulações que possuam até 74% de  $Al_2O_3$ .

Tendo em vista que a queima das placas ocorreu à 1300°C e que a argila branca é constituída essencialmente por sílica e alumina, pode-se inferir que nesta temperatura testada houve a reação entre esses componentes e a consequente formação de mulita, o que confirma os picos gerados pela difração de raios X. Como a mulita, devido a sua estrutura, atua como um “esqueleto” dos materiais cerâmicos obtidos, as placas estudadas apresentaram elevada resistência mecânica (BIFFI, 2002).

Com o acréscimo da temperatura (após 1200°C), no processo de queima, inicia-se a dissolução de mulita secundária como resultado do enriquecimento da fase

líquida em  $\text{SiO}_2$ , quando o quartzo começa a ser atacado e dissolvido, aumentando a viscosidade e conseqüentemente a tenacidade da fase líquida (DE MORAES, 2007).

O quartzo é um redutor de plasticidade e auxilia na retração de secagem e queima, já que se comporta como um esqueleto no momento da formação de fase líquida (CASTRO et al., 2015). Reed (1995) reforça que a presença de quartzo nas massas de cerâmica branca e de materiais de revestimento é fundamental já que este é um dos componentes responsáveis para o controle da dilatação e para ajuste da viscosidade da fase líquida formada durante a sinterização da massa cerâmica. Além disso, o quartzo facilita a secagem e a liberação dos gases presentes durante a queima e é um importante regulador da correta relação entre  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para a formação de mulita. Nunes (2017) destaca que a presença de quartzo após a sinterização indica que não houve total transformação dessa fase, possivelmente porque o tempo ou a temperatura não foram suficientes.

É possível observar, na Figura 47, que a introdução do aerogel não altera as fases cristalinas formadas no material cerâmico. Dessa forma, também fazem-se presentes as fases cristalinas mulita e quartzo. Este fato pode ser explicado devido a composição química do aerogel (formada essencialmente por sílica) e em função da pequena porcentagem de aerogel inserido na mistura (8%). O que difere de uma formulação para outra é apenas a intensidade dos picos, ou seja, a quantidade presente de cada fase na estrutura da placa. Como o aerogel é rico em sílica, supõe-se que a existência deste composto possibilitou uma maior formação de mulita. Além disso, também interferiu em maiores picos de quartzo, o que indica, novamente, que não ocorreu a transformação desta fase com a sinterização.

#### **4.3.3 Absorção de Água, Porosidade Aparente e Densidade Aparente**

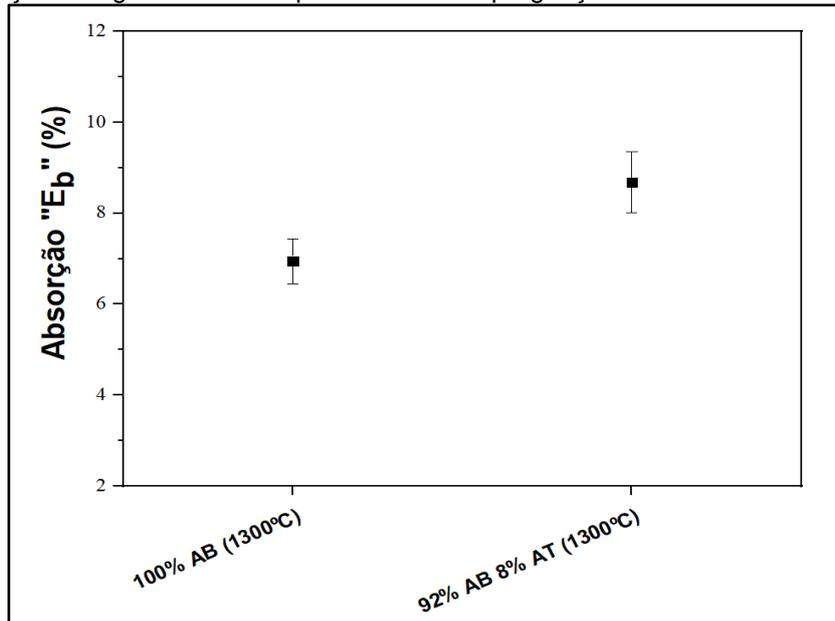
Os resultados médios de absorção de água (em termos de penetração de água nos poros de fácil impregnação “Eb, médio” e penetração de água em quase todos os poros abertos “Ev, médio”), porosidade aparente e densidade aparente são expostos na Tabela 8 e elucidados nas Figuras 48, 49, 50 e 51, respectivamente.

Tabela 8 – Absorção de água, porosidade e densidade aparente médios

| Placa Cerâmica | Absorção de Água Média (%) |                        | Porosidade Aparente Média (%) | Densidade Aparente Média (g/cm <sup>3</sup> ) |
|----------------|----------------------------|------------------------|-------------------------------|---|
|                | E <sub>b</sub> , médio     | E <sub>v</sub> , médio |                               |   |
| 100% AB        | 6,95 ± 0,66                | 7,11 ± 0,68            | 15,70 ± 1,38                  | 2,21 ± 0,02                                   |
| 92% AB 8% AT   | 8,68 ± 1,11                | 8,58 ± 1,00            | 17,68 ± 1,70                  | 2,06 ± 0,04                                   |

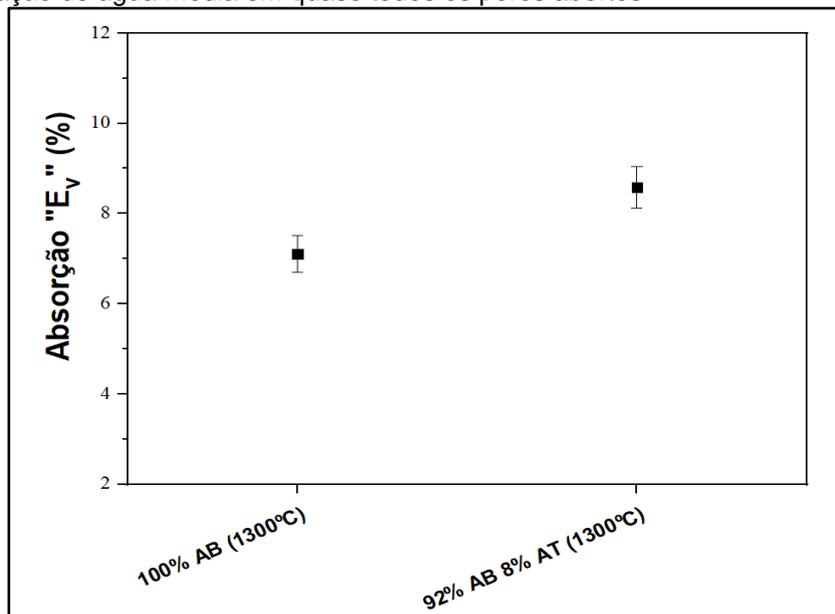
Fonte: Própria autora

Figura 48 – Penetração de água média nos poros de fácil impregnação



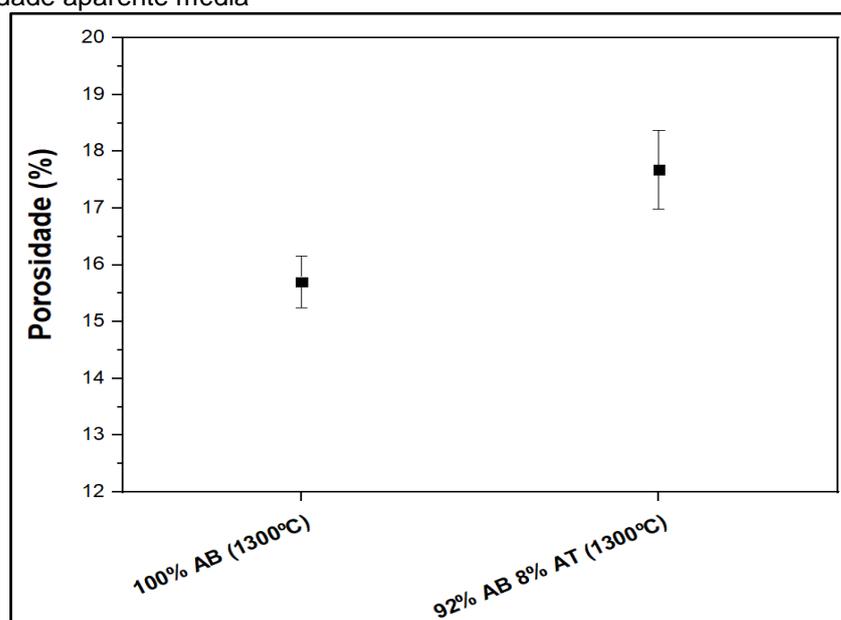
Fonte: Própria autora

Figura 49 – Penetração de água média em quase todos os poros abertos



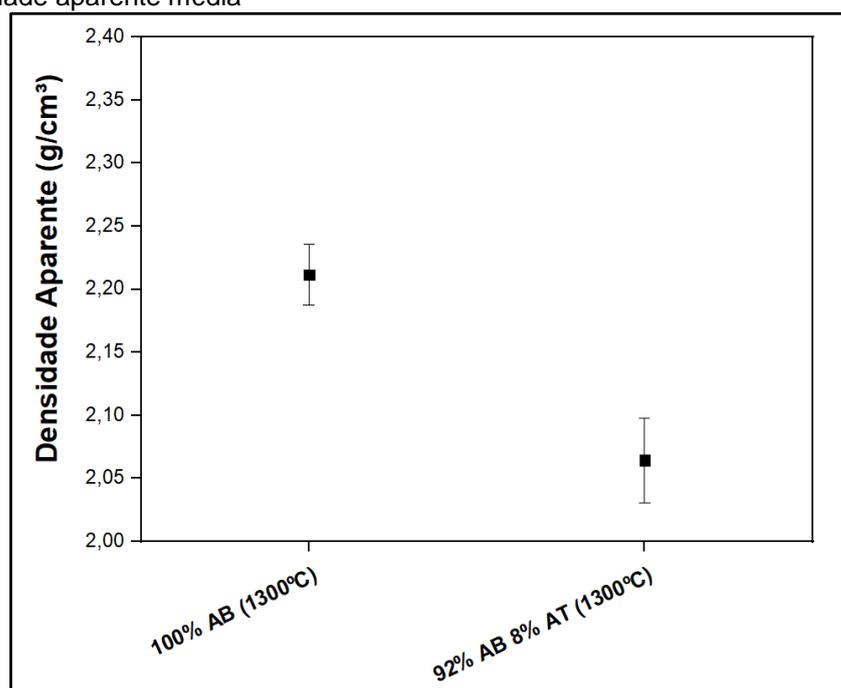
Fonte: Própria autora

Figura 50 – Porosidade aparente média



Fonte: Própria autora

Figura 51 – Densidade aparente média



Fonte: Própria autora

Como pode ser visto na Tabela 8 e na Figura 48, a penetração média de água nos poros de fácil impregnação ( $E_{b, \text{médio}}$ ) foi de 6,95% para as placas cerâmicas 100% AB e de 8,68% para as placas 92% AB 8% AT. A análise estatística desses resultados (Apêndice B (a)) atestou que para esta propriedade, as placas são diferentes.

Averigua-se que a adição de aerogel aumentou em 24,89% a penetração de água nos poros de fácil impregnação em relação às placas de referência.

A penetração média de água em quase todos os poros abertos ( $E_v$ , médio), ilustrada na Figura 49, foi de 7,11% para as placas 100% AB e 8,58% para as placas 92% AB 8% AT. A análise estatística para esta propriedade (Apêndice B (b)) indicou que as amostras são diferentes estatisticamente. Neste caso, o efeito do aerogel elevou 20,68% a penetração de água em quase todos os poros.

O acréscimo da absorção nas placas contendo aerogel pode ser explicado pelo aumento do tamanho e da quantidade de poros na estrutura gerados pela introdução deste material. Esta amplificação de vazios na massa cerâmica facilita a maior entrada de água no material, que reflete em maiores porcentagens absorvidas.

Para os valores de absorção encontrados, é possível verificar que ambas as placas cerâmicas estão dentro dos limites toleráveis para revestimentos cerâmicos e classificam-se em semi-porosos (grupo Llb), grupo que apresenta absorção de água entre 6% e 10% (ABNT, 1997b). Logo, em relação a esta propriedade, afirma-se que as placas produzidas podem ser aplicadas como revestimentos cerâmicos.

Referente à porosidade aparente média (Figura 50), é possível perceber, de acordo com a Tabela 8 que para as placas contendo 100% AB, esta foi de 15,70% e para as placas 92% AB 8% AT este valor foi de 17,68%. Logo, a análise estatística (Apêndice C) constata que as placas diferem entre si.

Dessa forma, é possível estabelecer que a inserção de aerogel alavancou a porosidade das placas cerâmicas em cerca de 12,61%. Este acréscimo está associado à criação de poros no material cerâmico em função do emprego e da decomposição do aerogel.

Segundo Vivaldini et al. (2014), a condutividade térmica, a capacidade calorífica e a densidade do material são reduzidas com a introdução de porosidade no material, o que causa um enorme efeito no comportamento térmico. Zhang, He e He (2009) expõem que porosidade deve ser a maior possível, para que haja a menor quantidade de fração sólida.

Como o objetivo desta pesquisa é inserir aerogel em placas cerâmicas com o intuito de contribuir para que a condução térmica seja minimizada, entende-se que os resultados obtidos para porosidade foram satisfatórios.

Soares et al. (2014) em investigação em argamassa, também constataram aumento na porosidade com a inserção de aerogel. Os autores atribuem esse

acréscimo ao fato da alteração da estrutura de poros da argamassa ser influenciada pelo aerogel.

Por fim, observam-se, na Tabela 8 e na Figura 51, que os resultados de densidade aparente médios foram de 2,21 g/cm<sup>3</sup> e 2,06 g/cm<sup>3</sup> para os corpos de prova 100% AB e 92% AB 8% AT, respectivamente. A análise estatística para esta propriedade (Apêndice D) comprova que as placas ensaiadas diferem entre si.

Dessa forma, é possível detectar que ao inserir o aerogel na massa cerâmica, há uma redução de 14,70% da densidade aparente do material. Esta redução é justificada pelos seguintes fatores:

- Introdução, em substituição de massa, de um material leve (aerogel) na mistura;
- Criação de poros dentro do material cerâmico devido à evaporação de umidade do aerogel durante a queima e decomposição de grande porcentagem de aerogel em decorrência do processo de sinterização.

Observa-se que os resultados obtidos para a porosidade aparente confirmam o esperado: a substituição de 8% de argila por um material mais leve reduziu a densidade da peça. A adição de aerogel aumentou os vazios da estrutura em função da sua perda de peso associada ao aumento da temperatura, o que, conseqüentemente, reduziu a densidade do produto final.

Em análise geral, os procedimentos experimentais abordados nesta seção confirmaram na prática a relação direta existente entre absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente e resistência à flexão. Observou-se que quanto maior a porosidade da placa, maior foi a porcentagem de absorção de água, menor foi a densidade e menor foi a resistência à flexão.

#### **4.3.4 Retração Linear de Queima e Perda de Massa ao Fogo**

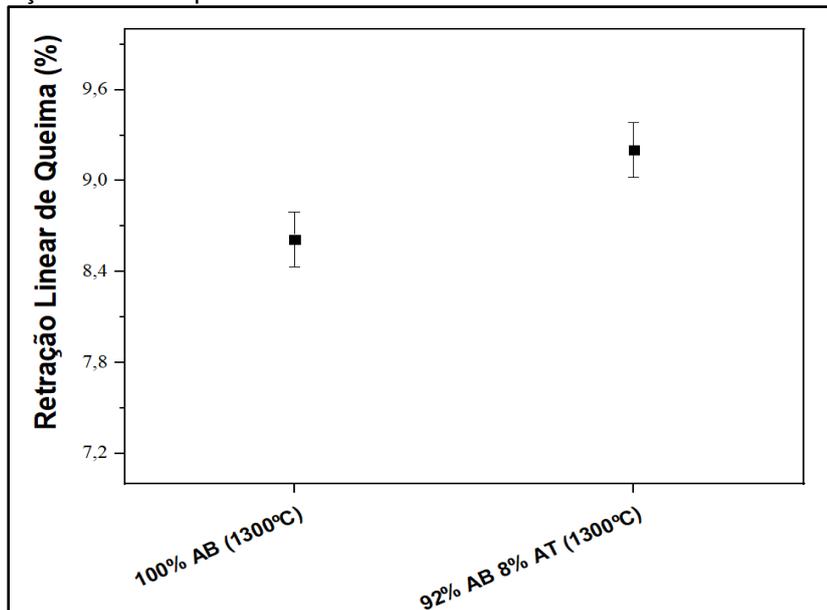
Os resultados oriundos do ensaio de retração linear de queima e da perda de massa ao fogo das placas cerâmicas estudadas são mostrados na Tabela 9 e nas Figuras 52 e 53, respectivamente.

Tabela 9 – Retração linear de queima e perda de massa ao fogo médias

| Placa Cerâmica | Retração Linear de Queima Média (%) | Perda de Massa ao Fogo Média (%) |
|----------------|-------------------------------------|----------------------------------|
| 100% AB        | $8,61 \pm 0,65$                     | $7,98 \pm 0,21$                  |
| 92% AB 8% AT   | $9,20 \pm 0,40$                     | $8,68 \pm 0,09$                  |

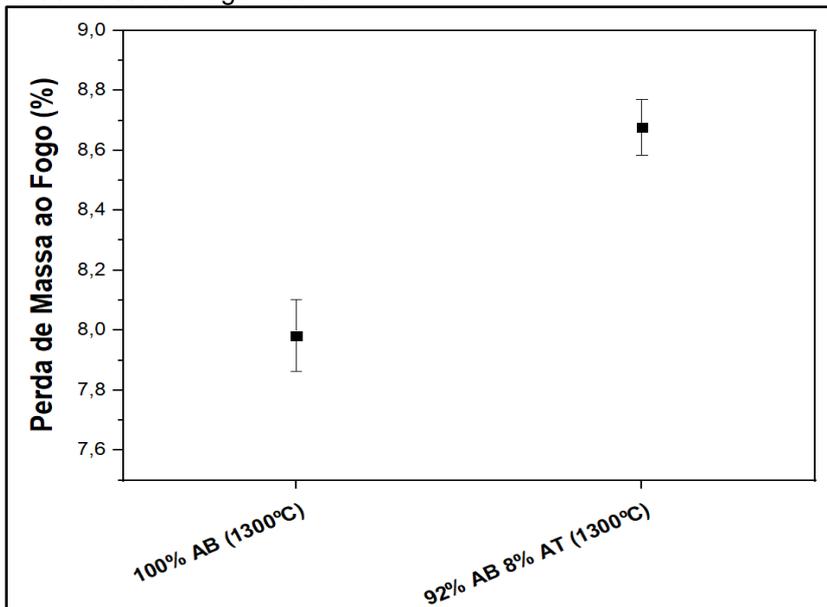
Fonte: Própria autora

Figura 52 – Retração linear de queima média



Fonte: Própria autora

Figura 53 – Perda de massa ao fogo média



Fonte: Própria autora

Conforme exposto na Tabela 9 e indicado na Figura 52, a retração linear de queima média das placas contendo 100% argila branca foi de 8,61%. As placas contendo 92% de argila branca e 8% de aerogel de TEOS exibiram uma retração linear de queima média igual a 9,20%.

Dessa forma, pela análise estatística dos resultados (Apêndice E), é possível estabelecer que as placas cerâmicas 100% AB e 92% AB 8% AT diferem estatisticamente. Verifica-se que a inserção de aerogel acarreta em um aumento da retração linear de cerca de 6,85%.

Esse acréscimo pode estar associado ao fato do aerogel ser um material rico em sílica, característica que contribui para a formação da fase líquida dos materiais cerâmicos. Esta fase, segundo Amrane et al. (2011), provoca a aproximação das partículas e, conseqüentemente, a maior retração da peça.

Segundo Melchiades et al. (2001), a retração linear de queima depende fundamentalmente da densidade aparente da peça prensada, da composição da massa e das condições de queima. No processo de sinterização, ao passo que a temperatura se eleva, as imperfeições e poros diminuem e, conseqüentemente, acarreta o aumento da densidade do material e a redução de suas dimensões (MELCHIADES; QUINTEIRO; BOSCHI, 1996).

Quanto maior a quantidade de material que se funde e menor a viscosidade do líquido formado, maior será a retração e conseqüentemente maior a densidade do material queimado (DE MORAES, 2007). Logo, a retração linear de queima e a absorção de água reduzem com o aumento da densidade da peça seca e o módulo de ruptura à flexão aumenta (DE PAULA; QUINTEIRO; BOSCHI, 1997).

Tais fatos supracitados foram confirmados nos procedimentos experimentais desenvolvidos para as placas cerâmicas estudadas, uma vez que os corpos de prova 100% AB apresentaram maior densidade aparente e conseqüentemente exibiram menor absorção de água, menor retração linear e maior resistência à flexão. O oposto foi observado para as amostras 92% AB 8% AT, que obtiveram menor densidade aparente, maior absorção de água, maior retração linear e menor resistência à flexão.

Sobre a perda de massa ao fogo, de acordo com o contemplado na Tabela 9 e representado na Figura 53, as placas com 100% argila branca resultaram em uma perda de massa ao fogo média igual 7,98%. As placas contendo 92% de argila branca e 8% de aerogel de TEOS mostraram uma perda de massa ao fogo média de 8,68%.

A análise estatística desses resultados (Apêndice F) aponta que, para esta propriedade, as duas formulações de placas cerâmicas são estatisticamente diferentes. As placas contendo aerogel demonstram um acréscimo de 8,77% de perda de massa ao fogo em relação as placas cerâmicas contendo 100% AB.

Como o aerogel é um material bastante úmido, as placas moldadas com este material após a queima apresentaram uma maior perda de massa tendo em vista que com a sinterização, o aerogel perdeu a umidade presente em seus poros, reduzindo, dessa forma, uma maior porcentagem de sua massa em comparação com as placas 100% AB. Além disso há perda de massa do próprio aerogel, o que contribui para valores de perda de massa ao fogo maiores que os das placas contendo 100% AB.

#### 4.3.5 Condutividade Térmica

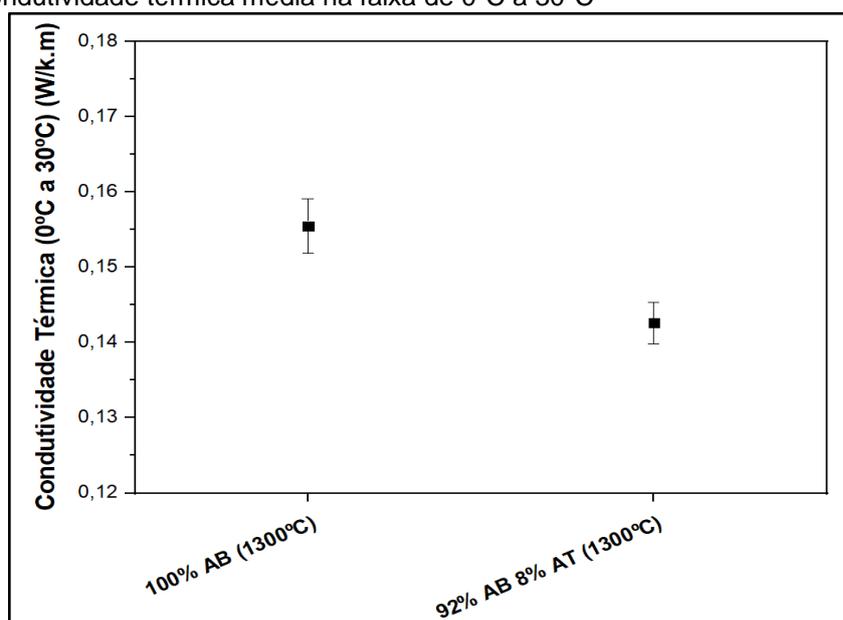
Os resultados referentes ao ensaio de condutividade térmica das placas cerâmicas para as faixas de temperatura 0°C a 30°C e 30°C a 60°C são apresentados na Tabela 10 e explanados nas Figuras 54 e 55.

Tabela 10 – Condutividade térmica média

| Placa Cerâmica | Condutividade Térmica Média      |                 | Condutividade Térmica Média (W/m.K) |
|----------------|----------------------------------|-----------------|-------------------------------------|
|                | por Faixa de Temperatura (W/m.K) |                 |                                     |
|                | 0°C a 30°C                       | 30°C a 60°C     |                                     |
| 100% AB        | 0,1554 ± 0,0038                  | 0,1755 ± 0,0029 | 0,1655 ± 0,0100                     |
| 92% AB 8% AT   | 0,1426 ± 0,0022                  | 0,1624 ± 0,0009 | 0,1525 ± 0,0099                     |

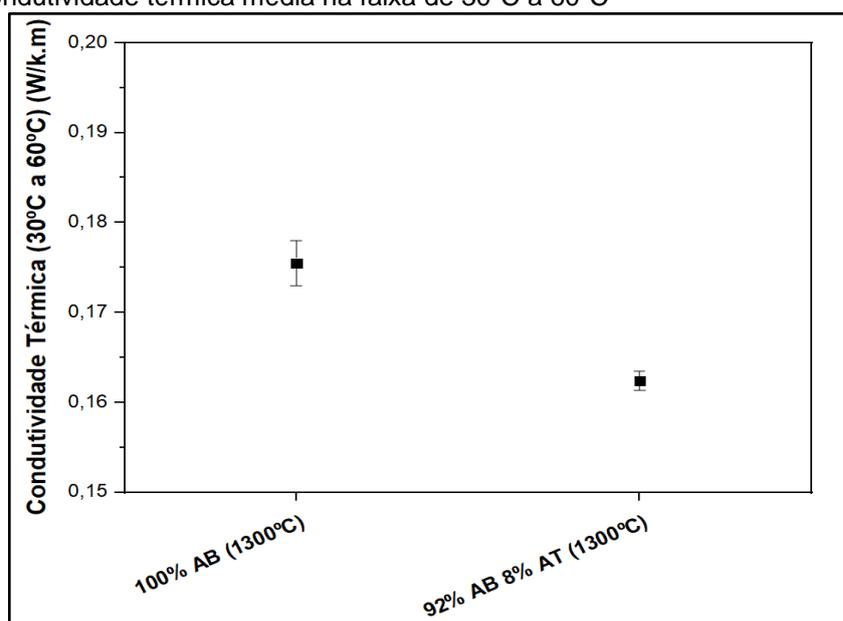
Fonte: Própria autora

Figura 54 – Condutividade térmica média na faixa de 0°C a 30°C



Fonte: Própria autora

Figura 55 – Condutividade térmica média na faixa de 30°C a 60°C



Fonte: Própria autora

Como pode ser visto na Tabela 10 e na Figura 54, para o ensaio de condutividade térmica na faixa de temperatura entre 0°C e 30°C, as placas formadas por 100% argila branca apresentaram condutividade térmica média de 0,1554 W/m.K e as placas com 8% de aerogel de 0,1426 W/m.K. A análise estatística (Apêndice G (a)) mostra que há diferença entre as duas placas cerâmicas. Percebe-se uma

redução de aproximadamente 8,24% da condutividade térmica quando adicionado o aerogel sintetizado à mistura.

Para o ensaio realizado nas temperaturas de 30°C a 60°C é possível visualizar, através da Tabela 10 e da Figura 55, que a condutividade térmica média para as placas 100% AB e 92% AB 8% AT foi de, respectivamente, 0,1755 W/m.K e 0,1624 W/m.K. A análise estatística desses resultados (Apêndice G (b)) determina que as placas são diferentes. Nota-se, para este intervalo de temperatura, que as placas contendo aerogel apresentaram uma condutividade térmica média cerca de 7,46% menor do que a das placas de referência.

Com isso, é possível estabelecer uma condutividade térmica média entre as duas faixas de temperatura estudadas. Esta é de 0,1655 W/m.K para as placas contendo 100% argila branca e de 0,1525 W/m.K para as placas compostas por 92% AB 8% AT.

Neste contexto, observa-se que a redução média que ocorre na condutividade térmica em função do acréscimo de aerogel nos materiais cerâmicos é de aproximadamente 7,85%. Esse efeito está associado ao aumento de vazios gerados dentro da estrutura das placas com adição de aerogel, uma vez que este é extremamente poroso e de elevada área superficial. Além disso, a umidade contida dentro dos poros do aerogel também pode ser considerada como um fator de influência na redução da condutividade térmica, uma vez que no momento da sinterização a tendência é que o próprio aerogel torne-se mais poroso e/ou com poros de tamanhos maiores, o que conseqüentemente aumenta os vazios da estrutura da placa cerâmica.

A condutividade térmica de cerâmicas porosas é diretamente relacionada com a composição e microestrutura da porção sólida do material. Ademais, a porosidade total e o tamanho de poros são variáveis fundamentais, de modo que quanto maior a fração volumétrica de poros, menor a condutividade térmica (VIVALDINI et al., 2014).

Estudos propostos por Guan et al. (2019) constataram que o tipo de poro também interfere na condutividade térmica. De acordo com Dutra e De Araújo Pontes (2002), para materiais isolantes, o ideal é que se tenha um amplo índice de poros fechados, isto é, poros isolados, pois estes têm ar em seu interior e, portanto, conferem ao material potencial isolante.

Logo, as placas 92% AB 8% AT, por apresentarem maior porosidade e menor densidade, foram as placas que obtiveram menor condutividade térmica, conferida

graças a sua microestrutura mais porosa devido à maior quantidade e tamanho de poros existentes na estrutura em decorrência da introdução do aerogel.

Li et al. (2016) expõem que, além da porosidade e do tamanho dos poros, a condutividade térmica também sofre influência pela quantidade de poros interligados. De acordo com os autores, os poros e as interfaces reduzem, principalmente, a área de seção através da qual o calor é transportado.

Apesar da introdução de aerogel ter reduzido a condutividade térmica, objetivo deste estudo, essa redução não foi significativa quanto à esperada. Em alguns testes preliminares realizados, a condutividade térmica havia reduzido cerca de 30% quando o material foi inserido na argila vermelha. Isso pode ser explicado por Dai et al. (2018), que relatam que além da porosidade do aerogel, outro fator de influência significativa na eficiência térmica da condutividade deste material é a temperatura. Os autores afirmam que para aerogéis puros, a condutividade térmica aumenta drasticamente quando se eleva a temperatura.

Como a queima das placas cerâmicas ocorreu à 1300°C, além das perdas de material associadas, é possível que as características isolantes do material tenham sido minimizados e, portanto, este não contribuiu efetivamente para a redução da condutividade térmica.

Além disso, o desempenho do aerogel na proporção aplicada de 8% pode ser visto como resultado de uma competição de dois processos:

- I. Vitrificação da argila branca na temperatura de 1300°C, a qual proporciona a ocupação dos espaços vazios da estrutura, diminuindo a porosidade e, conseqüentemente, aumentando a resistência mecânica e reduzindo o desempenho térmico;
- II. Decomposição do aerogel com o acréscimo da temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos, o que gera um aumento na porosidade devido à expansão dos gases e vapores de sua decomposição. Tal evento proporciona a elevação do índice de vazios, o que intensifica a porosidade e, em conseqüência, diminui a condutividade térmica.

Portanto, concluiu-se que nesta concentração de 8% de aerogel, a geração de espaços vazios e poros ainda não é suficiente para promover um desequilíbrio na ocupação dos espaços vazios devido à vitrificação da argila.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O conforto térmico no interior das residências em regiões de clima intenso do Brasil muitas vezes só é conferido com a constante utilização de climatizadores. No entanto, frente a crise energética que o país frequentemente enfrenta e as elevadas taxas cobradas pelas concessionárias de energia, soluções têm sido buscadas no ramo da engenharia para encontrar alternativas que visem melhorar o conforto térmico das edificações e, com isso, reduzir o uso de ar condicionados/aquecedores e, conseqüentemente, o consumo de energia elétrica.

O presente trabalho buscou avaliar a viabilidade, em termos de desempenho térmico, de placas cerâmicas fabricadas com a inserção de 8% de aerogel sintetizado pelo método sol-gel à pressão ambiente. O intuito foi analisar se as placas produzidas podem vir a ser utilizadas no ramo da construção civil como revestimento cerâmico na forma de isolante térmico como um recurso para tentar colaborar com o aumento do conforto térmico das edificações e depreciar o consumo de energia.

Com base no presente estudo, foi possível concluir que:

- O aerogel de TEOS foi sintetizado com êxito conforme as bandas de grupamento silanol ( $\sim 3400$  a  $3500\text{ cm}^{-1}$  e  $\sim 800$  a  $900\text{ cm}^{-1}$ ), siloxano ( $\sim 1750\text{ cm}^{-1}$ ,  $\sim 1100$  a  $1200\text{ cm}^{-1}$  e  $\sim 524\text{ cm}^{-1}$ ) e metil silano ( $\sim 1400\text{ cm}^{-1}$  e  $\sim 750$  a  $850\text{ cm}^{-1}$ ) confirmadas pelos espectros de infravermelho;
- O aerogel de TEOS sintetizado apresentou, através da técnica BET, tamanhos de poros satisfatórios, classificados como mesoporosos, classificação coerente com a literatura para este tipo de material;
- O método de secagem à pressão ambiente não demonstrou reprodutibilidade do aerogel de TEOS sintetizado em termos de aspecto físico/textural quando efetuado também em temperatura ambiente. Tal fato possivelmente é explicado devido à interferência da temperatura, clima e umidade relativa do ar no momento da síntese e fatores experimentais;
- As misturas formadas por 100% argila vermelha mostraram-se bastante porosas, pois as temperaturas de queima utilizadas ( $950^{\circ}\text{C}$  e  $1100^{\circ}\text{C}$ ) não foram suficientes para que ocorresse, significativamente, os processos de vitrificação do material;

- O aumento da temperatura de queima acarretou no aumento da vitrificação das argilas e, portanto, na diminuição dos poros das placas e no acréscimo de resistência à flexão;
- A inserção de aerogel em todas as misturas acarretou no aumento do número de vazios na estrutura das placas cerâmicas;
- As misturas constituídas somente por argila branca obtiveram a menor existência de poros, porque à 1300°C conseguiu-se a formação de mulita, fase responsável por conferir propriedades termomecânicas para os produtos, principalmente resistência mecânica;
- Ao inserir 8% de aerogel em substituição à argila branca, houve o aumento da fração de poros na estrutura em função da decomposição do aerogel, entretanto, parte destes poros foi ocupado pelo processo de vitrificação da argila branca;
- As misturas com argila vermelha em sua constituição apresentaram valores de MRF abaixo do mínimo requerido pela NBR 13818 nas duas temperaturas testadas e, portanto, foram descartadas deste estudo;
- As misturas de base argila branca queimadas na temperatura de 1300°C exibiram resistência à flexão dentro dos padrões normativos (20,22 MPa para as placas de referência e 16,70 MPa para as placas contendo 8% de aerogel) e mostraram-se, portanto, adequadas, quanto a esta propriedade, para uso como revestimento cerâmico;
- As placas 100% AB e 92% AB 8% AT, em termos de resistência à flexão, se encaixam nas classificações da NBR 13818 em Grupo BIIb (prensado) e Grupo BIII (prensado), respectivamente;
- As fases cristalinas predominantes nas placas 100% AB foram mulita, fase que é favorável em termos de propriedades mecânicas, e quartzo, que confere maior fragilidade aos corpos cerâmicos;
- A presença dos picos de mulita e quartzo nos difratogramas de raios-X indicaram que a presença do aerogel de TEOS sintetizado não modificou a estrutura cristalina das placas, provavelmente em função da composição química do aerogel (constituído essencialmente por sílica) e pela pequena quantidade deste material inserida na mistura (8%);
- As placas 92% AB 8% AT demonstraram maior absorção de água (8,58%), maior porosidade aparente (17,68%) e menor densidade (2,06 g/cm<sup>3</sup>) em função da

maior quantidade de poros gerados na estrutura da placa, o que justifica a perda nos valores de resistência quando comparada à placa na ausência de aerogel;

- Ambas as placas produzidas com argila branca classificam-se, de acordo com a NBR 13818, em revestimentos semi-porosos (grupo Llb) quanto à absorção de água e, portanto, demonstram ter potencial, quanto a esta propriedade, para serem aplicadas no ramo de revestimento;
- As placas cerâmicas com adição de aerogel apresentaram maiores valores de retração linear (9,20%) e de perda de massa ao fogo (8,68%) possivelmente em função da composição química do aerogel, da presença de umidade neste e de sua perda de peso com o aumento da temperatura;
- A introdução de aerogel nas placas cerâmicas contendo argila branca e queimadas a 1300°C reduziu cerca de 7,85% a condutividade térmica do material em função do aumento de poros gerados na estrutura;
- Os valores de condutividade térmica para a proporção de 8% aerogel não tiveram uma redução significativa quando comparada à placa de referência e, portanto, não justifica-se o uso do aerogel nesta proporção. Este resultado foi atribuído à competição entre a vitrificação da argila branca, que ocupa os poros dentro da placa cerâmica, e a instabilidade térmica do aerogel mediante o incremento de temperatura, que aumenta o número e tamanho de poros. Logo, muito provavelmente para esta proporção, a quantidade de aerogel não é suficiente para promover um desequilíbrio eficiente na ocupação dos espaços vazios da estrutura frente ao processo de vitrificação da argila branca.

Portanto, considerando que o aerogel sintetizado apresenta custos elevados para a sua produção (em função da utilização de vários reagentes onerosos), que este demonstrou-se irreprodutível na repetição das sínteses e que a redução na condutividade térmica, objetivo deste estudo, não foi significativa (cerca de 7,85%), constata-se que a inserção de 8% de aerogel sintetizado pelo método sol-gel com secagem à pressão ambiente em placas cerâmicas não é viável em termos de desempenho térmico.

## 5.1 Sugestões para Trabalhos Futuros

Ao término desse estudo, com base no que foi constatado nesta pesquisa, apontam-se algumas sugestões para trabalhos futuros:

- Sintetizar o aerogel pelo método sol-gel com a secagem à pressão ambiente sob temperatura maior à do ambiente;
- Sintetizar o aerogel pelo método sol-gel com secagem supercrítica;
- Estudar a inserção de teores maiores de aerogel em placas cerâmicas compostas de mesma base branca (15%, 20%, 25%);
- Investigar a inserção de 8% de um aerogel obtido comercialmente em placas cerâmicas compostas de mesma base branca;
- Avaliar a utilização de aditivos para aumentar ainda mais a resistência mecânica das placas.

## REFERÊNCIAS

- AEGERTER, M. A.; LEVENTIS, N.; KOEBEL, M. M. **Aerogels Handbook**. Nova York: Springer New York, 2011.
- AGÊNCIA BRASILEIRA DE DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL – ABDI. **Estudo técnico setorial da cerâmica vermelha**. Brasília, 2016.
- AL-OWEINI, R.; EL-RASSY; H. Synthesis and characterization by FTIR spectroscopy of silica aerogels prepared using several  $\text{Si}(\text{OR})_4$  and  $\text{R}''\text{Si}(\text{OR}')_3$  precursors. **Journal of Molecular Structure**, v. 919, n. 1-3, p. 140-145. Beirut, 2009.
- ALFAYA, A. A. S.; KUBOTA, L. T. A utilização de materiais obtidos pelo processo de sol-gel na construção de biossensores. **Química Nova**, v. 25, n. 5, p. 835–841, 2002.
- ALVES, A. K. **Aluminas Sintetizadas Por Sol-Gel Obtenção E Controle Da Morfologia De Aluminas Sintetizadas Por Sol-Gel**. 2005. 90 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.
- AMBONI, N. **O caso CRECRISA S.A.: uma aprendizagem que deu certo**. 1997. 387 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) – Univesidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1997.
- AMGARTEN, D. R. **Determinação do volume específico de poros de sílicas cromatográficas por dessorção de líquidos em excesso**. 2006. 80 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2006.
- AMORÓS, J. L. A Operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial parte I : o preenchimento das cavidades do molde. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 5, p. 23–28, 2000a.
- AMORÓS, J. L. A. A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial parte II : A compactação. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 6, p. 14–20. Valência, 2000b.
- AMRANE, B et al. Experimental study of the thermo-mechanical behavior of alumina-silicate refractory materials based on a mixture of Algerian kaolinitic clays. **Ceramics International**. v. 37, n. 8, p. 3217–3227, 2011.
- ARAVIND, P. R. et al. Ambient pressure drying: A successful approach for the preparation of silica and silica based mixed oxide aerogels. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 54, n. 1, p. 105–117, 2010.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA – ABCERAM. **Informações técnicas – Definição e classificação**. 2010. Disponível em: <<http://abceram.org.br/definicao-e-classificacao/>>. Acesso em: 05 mar. 2017.

\_\_\_\_\_. **Informações técnicas – Processos de Fabricação**. 2016. Disponível em: <<https://abceram.org.br/processo-de-fabricacao/>>. Acesso em: 06 jul. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 6457**: Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2016a.

\_\_\_\_\_. **NBR 6459**: Solo – Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 2016b.

\_\_\_\_\_. **NBR 7180**: Solo – Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro, 2016c.

\_\_\_\_\_. **NBR 10545-3**: Placas cerâmicas - Parte 3: Determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e massa aparente. Rio de Janeiro, 2017.

\_\_\_\_\_. **NBR 13816**: Placas cerâmicas para revestimento – Terminologia. Rio de Janeiro, 1997a.

\_\_\_\_\_. **NBR 13817**: Placas cerâmicas para revestimento – Classificação. Rio de Janeiro, 1997b.

\_\_\_\_\_. **NBR 13818**: Placas cerâmicas para revestimento – Especificação e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 1997c.

\_\_\_\_\_. **NBR 15220**: Desempenho térmico de edificações – Parte 1: Definições, símbolos e unidades. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DOS FABRICANTES DE CERÂMICA PARA REVESTIMENTOS, LOUÇAS SANITÁRIAS E CONGÊNERES – ANFACER. **História da cerâmica**. 2010. Disponível em: <<http://www.anfacer.org.br/historia-ceramica>>. Acesso em: 05 mar. 2017.

AVRELLA, G. **Síntese de xerogel para fins de conforto térmico em placas cerâmicas**. 2015. 100 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2015.

AWANO, C. M. **Preparação e caracterização de sílicas mesoporosas**. 2012. 82 p. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual Paulista, São Paulo, 2012.

BANDYOPADHYAY, A.; BHOWMICK, A. K. **Fatores que influenciam a estrutura e propriedades dos nanocompósitos derivados da técnica sol-gel**. Journal Polymer Engineer, v. 25, p. 821. 2006.

BANGI, U.K.H.; RAO, A.V.; RAO, A.P. A new route for preparation of sodium-silicate-based hydrophobic sílica aerogels via ambiente pressure drying. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 9, n. 3, p.1-10. 2008.

BARBA, A. et al. **Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerâmicas**. 2ª ed., 292 p. Instituto de Tecnología Cerámica – ITC/AICE, Castañeda, Castellón. Espanha, 2002.

BARBOSA JUNIOR, J. C. **Controle da distribuição de tamanho de partículas cerâmicas no processamento de pavimentos gresificados**. 1997. 185 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1997.

BAUER, L.A.F. **Materiais de construção**. 4º Ed. Editora LTC, Rio de Janeiro, 2008.

BELTRAME, E. **Tecnologia e padrão de concorrência da indústria de revestimentos cerâmicos de Santa Catarina**. 1998. 130 p. Dissertação (Mestrado em Economia) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1998.

BENVENUTTI, E. V.; MORO, C. C.; COSTA, T. M. H. Materiais híbridos à base de sílica obtidos pelo método sol-gel. **Química Nova**, v. 32, n. 7, p. 1926-1933. Porto Alegre, 2009.

BERTO, A. M. Adequação das propriedades de tintas e esmaltes aos sistemas de aplicação e técnicas decorativas Parte I: Esmaltação. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 5, p. 11–18, 2000.

BIFFI, G. **O grês porcelanato: manual de fabricação e técnicas de emprego**. Faenza Editrice do Brasil Ltda. São Paulo, p. 32, 2002.

BOCH, P.; NIÈPCE, J.-C. **Ceramic Materials: Processes, Properties and Applications**. 1ª ed. London: ISTE, 573 p., 2007.

BRINDLEY, G.W. Thermal Reactions of Clay and Clay Minerals. **Cerâmica**, v. 42, n. 24, p. 217-224. São Paulo, 1978.

BRINKER, C.; SCHERER, G. **Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing**. London: Academic Press, 1990.

BRISTOT, V. M. **Controle de temperatura de secadores de revestimentos cerâmicos alimentados com gás natural**. 2002. 93 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2002.

BURATTI, C. et al. Development of innovative aerogel based plasters: preliminary thermal and acoustic performance evaluation, **Sustainability**, v. 6, p. 5839-5852, 2014.

BURWELL JUNIOR, R. L. Manual of symbols and terminology for physicochemical quantities and units – Appendix II – Definitions, terminology and symbols in colloid and surface chemistry. **Pure & Appl. Chem**, v. 46, p. 71–90, 1976.

BUSCHINELLI. **Massa vermelha ou branca**. 2014. Disponível em: <<http://www.buschinelli.com.br/orientacao/ceramica/massa-vermelha-ou-branca/12>>. Acesso em: 10 mai. 2017.

BUSTAMANTE, G. M.; BRESSIANI, J. C. A indústria cerâmica brasileira Cerâmica de Revestimento. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 3, p. 31–36, 2000.

CABRAL JUNIOR, M. et al. Panorama e perspectivas da indústria de revestimentos cerâmicos no Brasil. **Cerâmica Industrial**, v. 15, n. 3, p. 7–18, 2010.

CABRAL JUNIOR, M. et al. The brazilian ceramic industry: new bases of competitiveness in the global market. In: QUALICER, 2008, Castellón, Spain. **Anais...** Castellón: Cámara Oficial de Comercio, Industria Y Navegación - Castellón YITC, 2008. v.3, p.217-220.

CALLISTER, W.D. **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução**. LTC – Livros técnicos e científicos. Editora S.A, 2008.

CAMPOS, L. F. A. et al. Características de plasticidade de argilas para uso em cerâmica vermelha ou estrutural. **Cerâmica**, v. 45, n. 295. São Paulo, 1999.

CAPITANEO, J. L. et al. Caracterização tecnológica de argila branca do município de Silva Jardim-RJ. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Anais...** Natal, 2002.

CAPUTO, H.P. **Mecânica dos solos e suas aplicações**. Livros Técnicos e Científicos, 6.ed. 219 p. Rio de Janeiro, 1987.

CASTRO, A. P. D. A. S. **Desempenho térmico de vidros utilizados na construção civil: Estudo em células-teste**. 2006. 239 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

CASTRO, R. J. S. et al. Estudo do Efeito do Feldspato e Resíduo de Caulim na Produção de Revestimento Cerâmico. **Cerâmica Industrial**, v. 20, n. 1, p. 30-36. Florianópolis, 2015.

CHEN, Q.; WANG, H. SUN, L. Preparation and Characterization of Silica Aerogel Microspheres. **Materials**, v. 10, n. 435. Guangzhou, 2017.

CHIAPPIM JUNIOR, W. **Síntese de aerogéis e xerogéis de sílica com troca de solvente e secagem a pressão ambiente**. 2012. 87 p. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, 2012.

COELHO, J. M. **A importância das matérias-primas minerais na competitividade do segmento de revestimentos cerâmicos**. 1996. 123 p. Dissertação (Mestrado em Geociências) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1996.

CONSTANTINO, A. DE O.; DA ROSA, S. E. S.; CORRÊA, A. R. **Panorama do setor de revestimentos cerâmicos**. 22 p. 2006.

COLLINSON, M. M. Sol-Gel Strategies for the Preparation of Selective Materials for Chemical Analysis. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 29, n. 4, p. 289-311. 1999.

DA ROCHA, J. M. E. C. **Eficiência energética em edifícios históricos da Universidade de Coimbra**. 2008. 79 p. Dissertação (Mestrado em Energia e Gestão do Ambiente) – Universidade de Aveiro, Coimbra, 2008.

DA SILVA, A. A. **Aerogel de sílica: Caracterização estrutural e estudo da propriedade da água adsorvida na superfície**. 1992. 137 p. Tese (Doutorado em Ciências "Física Aplicada") – Universidade de São Paulo, São Paulo, 1992.

DAI, Y. et al. A theoretical model for the effective thermal conductivity of silica aerogel composites. **Applied Thermal Engineering**, v. 128, p. 1634-1645. Shaanxi, 2018.

DE ALMEIDA, L. R. S. P. **Desenvolvimento de estruturas têxteis com elevado isolamento térmico**. 2010. 55 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade do Porto, Porto, 2010.

DE AMORIM, F. R. **Co-processamento de dregs em argila para produção de cerâmica vermelha**. 2007. 108 p. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

DE FIGUEIREDO, P. N. P. C. R. **Materiais de isolamento térmico inovadores e sua influência no desempenho higrotérmico de uma parede exterior**. 2014. 133 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade do Porto, Porto, 2014.

DE MORAES, M. L. V. N. **Aproveitamento de resíduo de beneficiamento do caulim na produção de procelanato cerâmico**. 2007. 153 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

DE OLIVEIRA, A. P. N. Tecnologia de Fabricação de Revestimentos Cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 6, p. 37–47, 2000.

DE PAULA, G. R.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A. O. Efeito do teor de umidade e da pressão de conformação sobre as características de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 2, n. 3/4 p. 28 - 31. São Paulo, 1997.

DE SOUZA, K. C.; MOHALLEM, N. D. S.; DE SOUSA, E. M. B. Nanocompósitos magnéticos: Potencialidades de aplicações em biomedicina. **Química Nova**, v. 34, n. 10, p. 1692 - 1703, 2011.

DÉSPHANDE, R.; SMITH, D.M.; BRINKER, C.J. **Preparation of High Porosity Xerogels by Chemical Surface Modification**. U.S. Patent, n. 5, 565,142, 1996.

DONATTI, D. A. **Estudo do processo sol-gel para a obtenção de xerogéis e aerogéis monolíticos**. 2003. 107 p. Tese (Livre Docência em Laboratório de Estrutura da Matéria) – Universidade Estadual de São Paulo, Rio Claro, 2003.

DORCHEH, A. S.; ABBASI, M. H. Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 199, n. 1, p. 10-

26, 2008.

DOS SANTOS, D. I. **Sóis, géis e vidros de sílica obtidos pelo processo sol-gel**. 1987. 167 p. Tese (Doutorado em Física Aplicada) – Universidade de São Paulo. São Paulo, 1987.

DUTRA, R.; DE ARAÚJO PONTES, L. Obtenção e análise de cerâmicas porosas com a incorporação de produtos orgânicos ao corpo cerâmico. **Cerâmica**, v. 48, n. 308, p. 223-230. 2002.

EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA – EPE. **Consumo anual de energia elétrica por classe (nacional) – 1995-2016**. Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: <[http://www.epe.gov.br/mercado/Documents/Box Mercado de Energia/Consumo anual de energia elétrica por classe \(nacional\) - 1995-2016.xls](http://www.epe.gov.br/mercado/Documents/Box Mercado de Energia/Consumo anual de energia elétrica por classe (nacional) - 1995-2016.xls)>. Acesso em: 05 mar. 2017.

\_\_\_\_\_. **Consumo de energia elétrica no país crescerá 4,8% ao ano até 2020**. Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: <[http://www.epe.gov.br/imprensa/PressReleases/20110222\\_2.pdf](http://www.epe.gov.br/imprensa/PressReleases/20110222_2.pdf)>. Acesso em: 05 mar. 2017.

ENRIQUE, J.; FELIU, C.; AGRAMUNT, J. V. Metodologia de classificação de placas cerâmicas segundo o uso Cerâmica Industrial. **Cerâmica Industrial**, v. 01, n. 02, p. 39-46, 1996.

FANTUCCI, S. et al. Development of aerogel based internal thermal plasters for the energy retrofit of existing buildings: First results. 4<sup>th</sup> International Conference on Building Energy, Environment. **Anais...** Melbourne, 2018.

FERMINO, T. Z. **Preparação e caracterização estrutural de aerogéis de sílica com diferentes concentrações de F127**. 2014. 55 p. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Rio Claro, 2014.

FERRARI, K. R. et al. Transformações das matérias-primas do suporte durante a queima de revestimento cerâmico. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 2, p. 53–58, 2000.

FROTA, A. B.; SHIFFER, S. R. **Manual de conforto Térmico**. 5<sup>o</sup> ed. São Paulo: Studio Nobel, 2001.

FUINI, L. L. Estudo do mercado de trabalho em arranjo produtivo local (APL): Território e produção cerâmica em Santa Gertrudes/SP. **Sociedade & Natureza**, v. 20, n. 1, p. 75–85, 2008.

GALEMBECK, A. Aluminum polyphosphate gels structural Evolution probed by NMR spectroscopy. **Journal of the Brazilian Chemistry Society**, v. 12, n. 6. Recife, 2003.

GAO, T. et al. Aerogel-incorporated concrete: An experimental study. **Construction and Building Materials**, v. 52, p. 130-136. Trondheim, 2014.

GONÇALVES, M. R. F.; BERGMANN, C. P. Isolantes Térmicos de Cinza de Casca de Arroz : Obtenção e Correlação de suas Propriedades com a Microestrutura. **Cerâmica Industrial**, v. 11, n. 1, p. 38–43, 2006.

GUAN, K. et al. Estimating thermal conductivities and elastic moduli of porous ceramics using a new microstructural parameter. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 39, p. 647-651. Xi'na, 2019.

HECK, C. Gres Porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 1, n. 04/05, p. 21–24, 1996.

HILONGA, A. et al. Low-density TEOS-based silica aerogels prepared at ambient pressure using isopropanol as the preparative solvent. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 487, p. 744-750. Gyeonggi, 2009.

HIRATSUKA, R. S.; SANTILLI, C. V.; PULCINELLI, S. H. O Processo Sol-Gel: Uma Visão Físico-Química. **Química Nova**, v. 18, n. 2, p. 171–180, 1995.

HÖFFELE, S.; RUSSELL, S. J.; BROOK, D. B. Light-Weight Nonwoven Thermal Protection Fabrics containing Nanostructured Materials. *International Nonwoven Journal*, **Winter**, p. 10–16, 2005.

HORIKAWA, T.; DO, D.; NICHOLSON, D. Capillary condensation of adsorbates in porous materials. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 169, n. 1, p. 40-58. Austrália, 2011.

HRUBESH, L.W.; PEKALA, R.W. **J. Mater. Res.** v. 9, nº 3, p. 731-738. 1994.

HSIANG, H. I.; LIN, S. C. Effects of aging on the phase transformation and sintering properties of TiO<sub>2</sub> gels. **Materials Science and Engineering A**, v. 380, n. 1, p. 67–72, 2004.

HÜSING, N.; SCHUBERT, U. Aerogels—Airy Materials: Chemistry, Structure, and Properties. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 37, n. 1/2, p. 22–45, 1998.

HWANG, S. W.; KIM, T. Y.; HYUN, S. H. Optimization of instantaneous solvent exchange/surface modification process for ambient synthesis of monolithic silica aerogels. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 322, n. 1, p. 224–230, 2008.

ILER, R. K. **The chemistry of sílica**. Wiley, New York, 1979.

JÚLIO, M. F. et al. Silica-based aerogels as aggregates for cement-based thermal renders. **Cement and Concrete Composites**, v. 72, p. 309-318. Lisboa, 2016.

JUNG, H.N.R. et al. Hydrophobic silica composite aerogel using poly(methylmethacrylate) by rapid supercritical extraction process. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 83, n. 3, p. 692-697. 2017.

LEE, W.E. et al. Mullite formation in clays and clay-derived vitreous ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p. 465-471. 2008.

LI, C. et al. Mullite whisker reinforced porous anorthite ceramics with low thermal conductivity and high strength. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 36, n. 3, p. 761–765, 2016.

LI, J. et al. One-step synthesis of hydrophobic silica aerogel via in situ surface modification. **Materials Letters**, v. 87, p. 146–149, 2012.

LIU, K.G. et al. Mullite formation in kaolinite- $\alpha$ -alumina. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 42, ed. 2, p. 489-495. 1994.

LIU, Z. et al. Thermal insulation material based on SiO<sub>2</sub> aerogel. **Construction and Building Materials**. 2016.

LUNA DA SILVEIRA, G. C. L. et al. Caracterização de caulim e de resíduo de granito para formulação de grês porcelanato. 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Anais...** Natal, 2016.

MACEDO, R. S. **Estudo das matérias-primas e tijolos furados produzidos no Estado da Paraíba**. 107 f. Universidade Federal da Paraíba – Dissertação de Mestrado. 107 f. Paraíba, 1997.

MACHADO, S. A. **Dinâmica dos arranjos locais: um estudo de caso em Santa Gertrudes, a nova capital da cerâmica brasileira**. 2003. 162 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) – Universidade de São Paulo. São Paulo, 2003.

MACKENZIE, J. D. Glasses from melts and glasses from gels, a comparison. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 48, n. 1, p. 1-10. Los Angeles, 1982.

MEDEIROS, S. G et al. A. Preparação de compósitos alumina-mullita de baixo custo via sinterização reativa entre uma argila caulinítica da Paraíba e hidróxido de alumínio. **Cerâmica**, v. 62, n. 363, p. 266–271, 2016.

MELCHIADES, F. G. **Estudo comparativo entre as tecnologias via úmida e via seca para a preparação de massas de porcelanatos**. 2011. 186 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2011.

MELCHIADES, F. G.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A. O. A curva de gresificação: Parte I. **Revista Cerâmica Industrial**, v.1, n.4/5, p. 30-31. São Paulo, 1996.

MELCHIADES, F.G. et. al. Controle dimensional e do formato de revestimentos cerâmicos. Parte I: Dimensões. **Revista Cerâmica Industrial**, v.6, n.5, p.27-33. São Paulo, 2001.

MENDONÇA, A. M. G. D. Aproveitamento de resíduo de caulim na produção de blocos cerâmicos. VIII Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental. **Anais...** Campo Grande, 2017.

MENEGAZZO, A. P. M. **Estudo da correlação entre a microestrutura e as propriedades finais de revestimentos cerâmicos do tipo grês porcelanato**.

2001. 267 p. Tese (Doutorado em Ciências) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

MEYER-STAMER, J.; MAGGI, C.; SEIBEL, S. **Cadeia de Valor Global do Setor Cerâmico : um estudo comparativo dos clusters de Sassuolo, Castellón e Criciúma**. 79 p. Criciúma, 2001.

MILHEIRO, F. A. C.; HOLANDA, J. N. F. Comportamento de queima de uma argila vermelha usada em cerâmica estrutural. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, p. 199–204, 2000.

MORALES, R. A. V. **Topologia de redes e propriedades morfológicas para um modelo de crescimento de aerogéis inorgânicos**. 2014. 114 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, 2014.

MOTA NETO, J. **Controle simultâneo de temperatura e estequiometria aplicado em um secador vertical de revestimentos cerâmicos alimentado com gás natural**. 2008. p. 94. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

MOTTA, F. J. M. et al. As matérias-primas cerâmicas. Parte II: os minerais industriais e as massas da cerâmica tradicional. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 1, p. 33–40, 2002.

NASCIMENTO, G. L. T. **Filmes finos anti-refletores de sílica preparados pelo processo sol-gel**. 2002. 128 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2002.

NUNES, A. S. **Desenvolvimento de cerâmicas refratárias com substituição da argila refratária por sílica da casca de arroz, microfibras cerâmicas e fibras de aço: Caracterização das propriedades físicas, mecânicas e térmicas**. 2017. 116 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Pampa. Alegrete, 2017.

NGUYEN, H. K. D.; HOANGA; P. T.; DINH, N. T. Synthesis of modified silica aerogel nanoparticles for remediation of vietnamese crude oil spilled on water. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 29, n. 8, p. 1714-1720. Vietnam, 2018.

OLIVEIRA, M. C.; MAGANHA, M. F. B. **Guia técnico e ambiental da indústria de cerâmicas brancas e de revestimentos**. São Paulo: CETESB, 2006.

OLIVEIRA, R. J. et al. Síntese de sílica aerogel assistida por irradiação micro-ondas com secagem empregando CO<sub>2</sub> supercrítico. 22<sup>o</sup> CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Anais...** p. 10009-10020. Natal, 2016.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. Curitiba: Hemus, 2000.

PAVAN, F. A. et al. FTIR thermal analysis on anilinepropylsilica xerogel. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 68, n. 1, p. 199-206. 2002a.

PAVAN, F. A. et al. The gelation temperature effects in the anilinepropylsilica xerogel properties. **Journal Materials Letters**, v. 55, n. 6, p. 378-382. Porto Alegre, 2002b.

PEKALA, R. W. Organic aerogels from the polycondensation of resorcinol with formaldehyde. **Journal of Materials Science**, v. 24, p. 3221–3227, 1989.

PERALE, V. G. et al. Ambient pressure dried tetrapropoxysilane-based silica aerogels with high specific surface área. **Solid State Sciences**, v. 75, p. 63-70. Seoul, 2018.

PERALTA-SÁNCHEZ, M. G. et al. Viabilidade do uso de argilas caulínicas do Quadrilátero Ferrífero para a indústria cerâmica. **Cerâmica**, v. 57, p. 254-262, 2011.

PERDIGOTO, M. L.-S. N. **Tratamento de Efluentes Líquidos com Aerogéis à Base de Sílica**. 2011. 80 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade de Coimbra, Coimbra, 2011.

PESSANHA, N. F. N.; COELHO, G. L. V. **Preparação de aerogel por extração supercrítica**. VII Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica. **Anais...**Uberlândia: 2009.

PIERRE, A. C.; PAJONK, G.M.. Chemistry of Aerogels and Their Applications. **Chemical Reviews**, 102, 11, 4243–4265 (2002).

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

PORTELLA, J. A. **Características estruturais de géis de sílica preparados a partir da sonohidrólise do tetraetilortossilicato com adições de álcool polivinílico**. 2008. 65 p. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, 2008.

PTACEK, P. et al. The kinetic analysis of the thermal decomposition of kaolinite by DTG technique. **Powder Technology**, v. 208, p. 20–25, 2011.

QUEREDA, F. et al. Uso de carbonato de sódio como ligante em composições de placas cerâmicas. **Cerâmica Industrial**, v. 16, n. 2, p. 7–13, 2011.

RAO, A. P.; PAJONK, G. M.; RAO, A. V. Effect of preparation conditions on the physical and hydrophobic properties of two step processed ambient pressure dried silica aerogels. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 40, p. 3481–3489, 2005.

RAO, A.P.; RAO, A.V, **Journal of Materials Science**, v.45, p.51-63, 2010.

RAO, A. P.; RAO, A. V.; PAJONK, G. M. Hydrophobic and physical properties of the

two step processed ambient pressure dried silica aerogels with various exchanging solvents. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 36, n. 3, p. 285–292, 2005.

RAO, A. P.; RAO, A. V.; PAJONK, G. M. Hydrophobic and physical properties of the ambient pressure dried silica aerogels with sodium silicate precursor using various surface modification agents. **Applied Surface Science**, v. 253, n. 14, p. 6032–6040, 2007.

REED, J. S. **Principles of ceramics processing**. John Wiley, 2<sup>a</sup> Ed. Nova Iorque, 1995.

REIM, M. et al. Highly insulating aerogel glazing for solar energy usage. **Solar Energy**, v. 72, n. 1, p. 21-29. Merkendorf, 2002.

REIM, M. et al. Silica aerogel granulate material for thermal insulation and daylighting. **Solar Energy**, v. 79, p. 131–139, 2005.

RIBEIRO, M. J.; FERREIRA, A. A. L.; LABRINCHA, J. A. Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas de cerâmicas vermelhas. **Cerâmica Industrial**, v. 8, n. 1, p. 37–42, 2003.

SALEIRO, G. T.; HOLANDA, J. N. F. Processamento de cerâmica vermelha usando um ciclo rápido de queima. **Cerâmica**, v. 58, n. 347. São Paulo, 2012.

SÁNCHEZ, E. et al. Porcelain tile microstructure: Implications for polished tile properties. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 26, n. 13, p. 2533–2540, 2006.

SANTANA, N. L. et al. Influência das Matérias-primas em corpos cerâmicos contendo resíduo de caulim. 51<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Cerâmica. **Anais...** 12 p. Salvador, 2007.

SANTOS, C. M. F. et al. Análise mineralógica das argilas calcinadas para uso na obtenção de mulita. 21<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Anais...** Cuiabá, 2014.

SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia de argilas**. 397 p. 3<sup>a</sup> Ed., Vol. 1, Edgard Blücher, S. Paulo, 1992.

SARAWADE, P.B. et al. High specific surface area TEOS-based aerogels with large pore volume prepared at na ambiente pressure. **Applied Surface Science**. v.254, p.574-579. 2007.

SCALARI, J. P. **Caracterização estrutural de géis de sílica de diferentes porosidades preparados a partir da sono- hidrólise do tetraetilortossilicato**. 2008. 88 p. Dissertação (Mestrado em Física) – Unversidade Estadual Paulista. 88 p. Rio Claro, 2008.

SCHNEIDER, H. et al. Mullite precursor phases. **Journal of the European Ceramic**

**Society**, v. 11, p. 87-94. 1993.

SCHUSS, M.; PONT, U.; MAHDAVI, A. Long-term experimental performance evolution of aerogel insulation plaster. **Energy Procedia**, v. 132, p. 508-513. Viena, 2017.

SEMBIRING, S; SIMANJUNTAK, W. X-ray Diffraction Phase Analyses of Mullite Derived from Rice Husk Silica. **Makara Journal of Science**, v. 16, n. 2, p. 77-82, 2012.

SILVA, F. M. F. S. **Estudo de materiais de isolamento térmico inovadores**. 2013. 181 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade do Porto, Porto, 2013.

SILVA, R. G. C. **Materiais sorventes impressos molecularmente preparados por processo sol-gel**. 2009. 128 p. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

SMITH, D. M.; MASKARA, A.; BOES, U. Aerogel-based thermal insulation. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 225, p. 254–259, 1998.

SOARES, A. et al. Resistência à água de argamassas com incorporação de agregados leves. **Conference Paper**, p. 1–9, 2014.

SONUPARLAK, B. Tailoring the microstructure of ceramics and ceramic matrix composites through processing. **Composites Science and Technology**, v. 37 p. 299-312.1990.

SOUSA, S. J. G. **Desenvolvimento de massas cerâmicas processadas por via seca com matérias-primas do norte fluminense visando aplicação em revestimento poroso**. 2008 118 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, 2008.

SOUZA, R. G. et al. Emprego das Conchas Residuais da Maricultura na Fabricação de Revestimento Cerâmico Autoclavado. **Cerâmica Industrial**, v. 19, n. 4, p. 27–30, 2014.

STAHL, T. et al. Thermo-hygric properties of a newly developed aerogel based insulation rendering for both exterior and interior applications. **Energy and Buildings**, v. 44, n. 1, p. 114–117, 2012.

TADJARODI, A. et al. Synthesis and Characterization of Hydrophobic Silica Aerogel by Two Step (Acid-Base) Sol-Gel Process. **Jornal of Nanostructures**, v. 3, p. 181–189, 2013.

TANNO, L. C.; MOTTA, J. F. M. Panorama setorial, minerais industriais. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 3, p. 37-40. 2000.

TORETTI, I. et al. Estudo da determinação da plasticidade de matérias-primas

cerâmicas utilizando o Método de Pfefferkorn. **1º Simpósio de Integração Científica e Tecnológica do Sul Catarinense – SICT-Sul**, v. 1, p. 226–233. 2012.

TRISTÃO, A. M. D. **Classificação da informação na indústria da construção civil: Uma aplicação em placas cerâmicas para revestimento**. 2005. 269 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

VIEIRA, C. M. F.; HOLANDA, J. N. F.; PINATTI, D. G. Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos dos Goytacazes – RJ. **Cerâmica**, v. 46, n. 297, p. 14-17. São Paulo, 2000.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. Influência da temperatura de queima na microestrutura de argilas de Campos dos Goytacazes-RJ. **Cerâmica**, v. 49, p. 6–10, 2003.

VIVALDINI, D. O. et al. Revisão: Fundamentos e materiais para o projeto da microestrutura de isolantes térmicos refratários de alto desempenho. **Cerâmica**, v. 60, p. 297-309, São Carlos, 2014.

WASEEM, M. et al. Synthesis and characterization of silica by sol-gel method. **Journal Med. Soc.**, v. 3, n. 1, p. 19-21. 2009.

WERNERY, J. et al. Aerobrick – An aerogel-filled insulating brick. **Energy Procedia**, v. 134, p. 490-498, Dübendorf, 2017.

WESTGATE, P.; PAINE, K.; BALL, R. Physical and mechanical properties of plasters incorporating aerogel granules and polypropylene monofilament fibres. **Construction and Building Materials**, v. 158, p. 472-480, 2018.

YOKOGAWA, H.; YOKOYAMA, M. Hydrophobic silica aerogels. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 186, p. 23–29, 1995.

YOLDAS, B. E. **Journal Non-Crystalline Solids**, v. 51, n. 105. 1982.

YU, Y.; GUO, D.; FANG, J. Synthesis of silica aerogel microspheres by a two-step acid–base sol–gel reaction with emulsification technique. **Journal of Porous Materials**, v. 22, n. 3, p. 621-628. 2015.

ZARZYCKI, J. Past and present of sol-gel science and technology. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 8, p. 17–22, 1997.

ZHANG, H.; HE, X.; HE, F. Microstructural characterization and properties of ambient-dried SiO<sub>2</sub> matrix aerogel doped with opacified TiO<sub>2</sub> powder. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 469, n. 1-2, p. 366-369, Harbin, 2009.

ZHANG, H. HONG, C.; QIAO, Y. Synthesis, structural and thermal properties of nano-porous SiO<sub>2</sub>-based aerogels. **Advances in Nanocomposites – Synthesis, Characterization and Industrial Applications**, 2011.

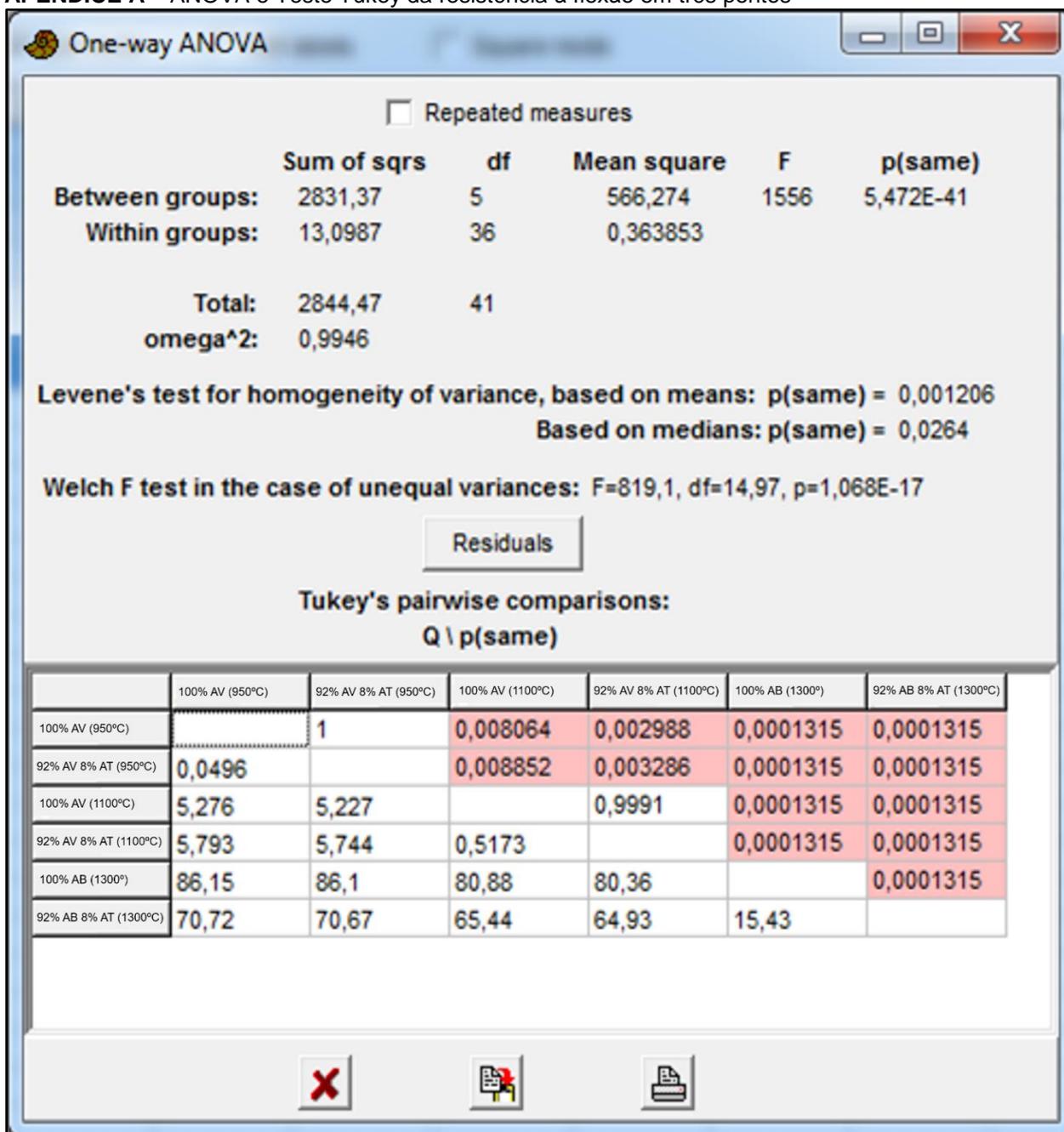
ZHANG, R. et al. A novel silica aerogel / porous  $Y_2SiO_5$  ceramics with low thermal conductivity and enhanced mechanical properties. **Materials Letters**, v. 175, p. 219–222, 2016.

ZHANG, Z. et al. Ultralightweight and flexible silylated nanocellulose sponges for the selective removal of oil from water. **Chemistry of Materials**, v. 26, n. 8, p. 2659–2668, 2014.

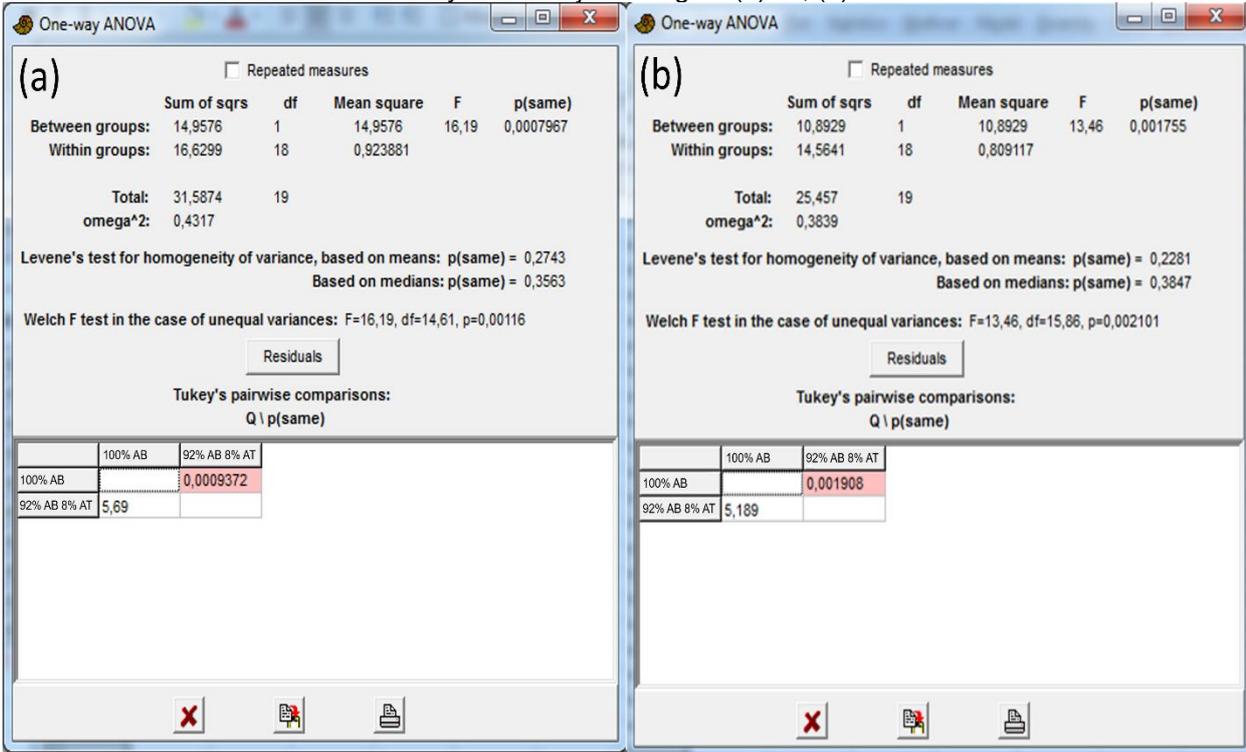
ZHOU, X.; ZHONG, L.; XU, Y. Surface modification of silica aerogels with trimethylchlorosilane in the ambient pressure drying. **Inorganic Materials**, v. 44, ed. 9, p. 976-979. Jiang'na, 2008.

## APÊNDICES

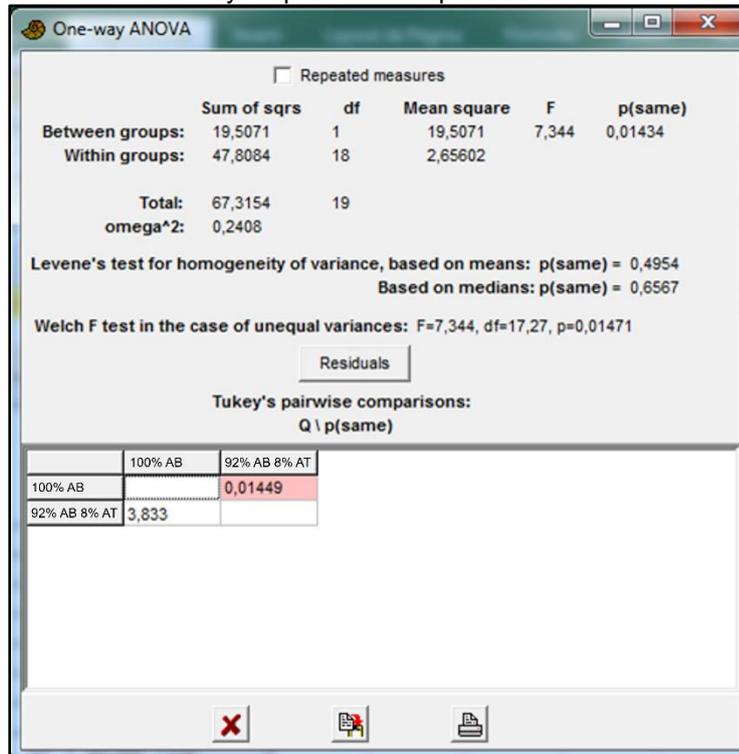
### APÊNDICE A – ANOVA e Teste Tukey da resistência à flexão em três pontos



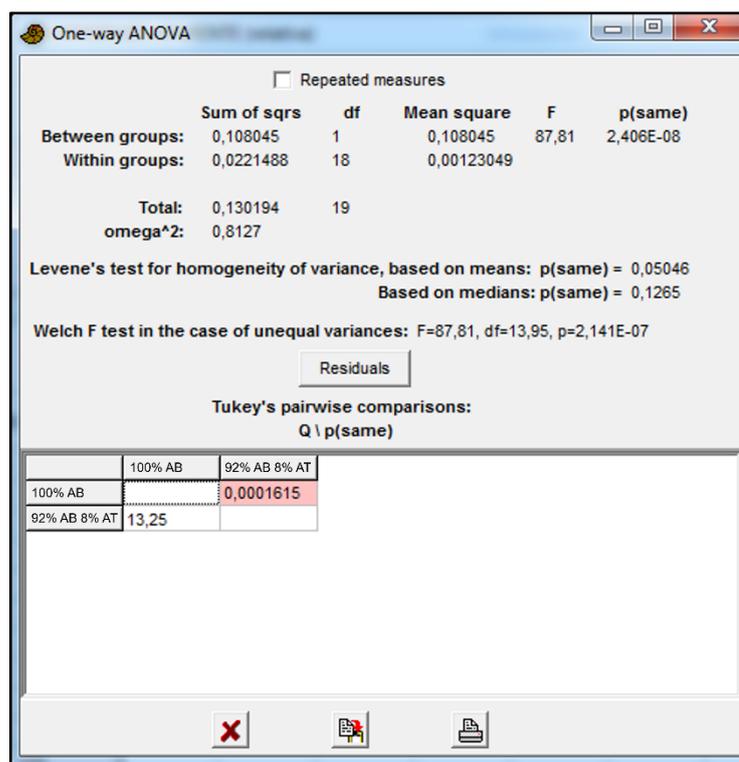
**APÊNDICE B – ANOVA e Teste Tukey da absorção de água: (a) E<sub>b</sub>; (b) E<sub>v</sub>**



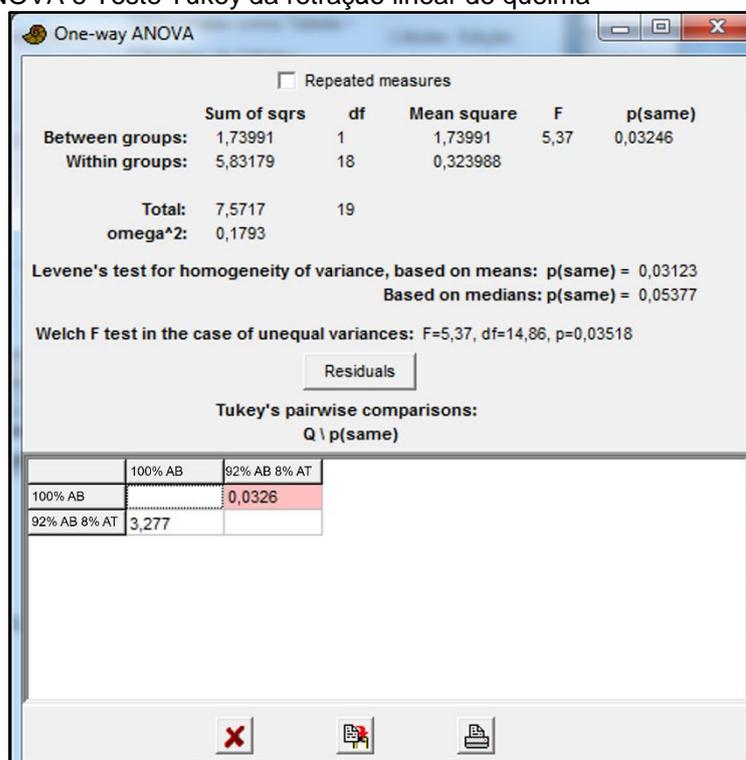
**APÊNDICE C – ANOVA e Teste Tukey da porosidade aparente**



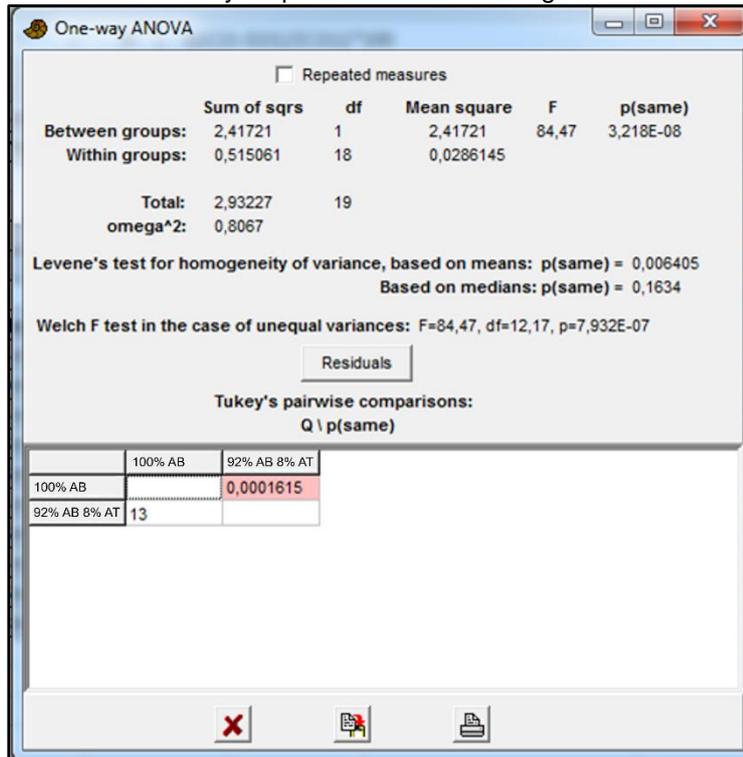
### APÊNDICE D – ANOVA e Teste Tukey da densidade aparente



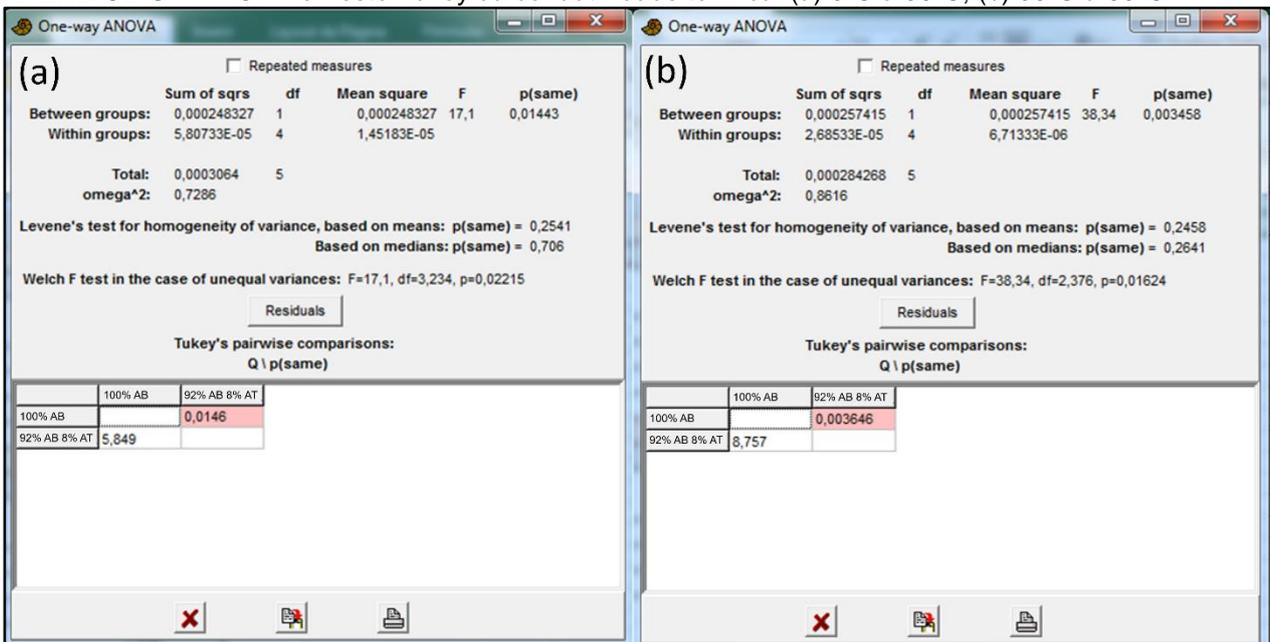
### APÊNDICE E – ANOVA e Teste Tukey da retração linear de queima



APÊNDICE F – ANOVA e Teste Tukey da perda de massa ao fogo



APÊNDICE G – ANOVA e Teste Tukey da condutividade térmica: (a) 0°C a 30°C; (b) 30°C a 60°C



**APÊNDICE H – Dados de resistência à flexão (em MPa)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AV<br/>(950°C)</b> | <b>92% AV 8% AT<br/>(950°C)</b> | <b>100% AV<br/>(1100°C)</b> | <b>92% AV 8% AT<br/>(1100°C)</b> | <b>100% AB<br/>(1300°C)</b> | <b>92% AB 8% AT<br/>(1300°C)</b> |
|----------------|----------------------------|---------------------------------|-----------------------------|----------------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| 1              | 0,55                       | 0,55                            | 1,97                        | 1,64                             | 20,12                       | 16,18                            |
| 2              | 0,57                       | 0,58                            | 1,47                        | 2,39                             | 21,67                       | 17,75                            |
| 3              | 0,62                       | 0,68                            | 1,87                        | 1,90                             | 18,02                       | 15,91                            |
| 4              | 0,64                       | 0,64                            | 1,80                        | 2,05                             | 20,36                       | 15,95                            |
| 5              | 0,52                       | 0,75                            | 1,54                        | 2,04                             | 20,95                       | 15,99                            |
| 6              | 0,59                       | 0,46                            | 2,06                        | 1,96                             | 20,22                       | 17,64                            |
| 7              | 0,54                       | 0,46                            | 1,74                        | 1,30                             | 20,18                       | 17,47                            |

**APÊNDICE I – Dados de absorção de água nos poros de fácil impregnação (em %)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 8,52           | 7,69                |
| 2              | 6,04           | 10,19               |
| 3              | 6,73           | 7,24                |
| 4              | 6,95           | 8,77                |
| 5              | 6,31           | 8,71                |
| 6              | 6,49           | 7,88                |
| 7              | 7,21           | 8,22                |
| 8              | 7,37           | 11,14               |
| 9              | 6,71           | 8,51                |
| 10             | 7,16           | 8,43                |

**APÊNDICE J – Dados de absorção de água em quase todos os poros abertos (em %)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB % AT</b> |
|----------------|----------------|--------------------|
| 1              | 8,30           | 7,46               |
| 2              | 6,04           | 9,95               |
| 3              | 6,73           | 7,94               |
| 4              | 6,95           | 8,29               |
| 5              | 6,98           | 8,71               |
| 6              | 6,26           | 7,64               |
| 7              | 7,88           | 9,15               |
| 8              | 7,14           | 10,66              |
| 9              | 6,94           | 7,80               |
| 10             | 7,83           | 8,20               |

**APÊNDICE K – Dados de porosidade aparente (em %)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 17,87          | 15,84               |
| 2              | 13,43          | 19,91               |
| 3              | 15,00          | 16,59               |
| 4              | 15,35          | 17,24               |
| 5              | 15,66          | 17,79               |
| 6              | 13,86          | 15,84               |
| 7              | 17,33          | 18,75               |
| 8              | 15,84          | 21,23               |
| 9              | 15,42          | 16,34               |
| 10             | 17,24          | 17,24               |

**APÊNDICE L – Dados de densidade aparente (em g/cm<sup>3</sup>)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 2,15           | 2,12                |
| 2              | 2,22           | 2,00                |
| 3              | 2,23           | 2,09                |
| 4              | 2,21           | 2,08                |
| 5              | 2,24           | 2,04                |
| 6              | 2,21           | 2,07                |
| 7              | 2,20           | 2,05                |
| 8              | 2,22           | 1,99                |
| 9              | 2,22           | 2,09                |
| 10             | 2,20           | 2,10                |

**APÊNDICE M – Dados de retração linear de queima (em %)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 8,34           | 9,50                |
| 2              | 9,49           | 9,50                |
| 3              | 7,93           | 8,93                |
| 4              | 9,31           | 8,41                |
| 5              | 8,74           | 8,82                |
| 6              | 9,09           | 9,27                |
| 7              | 9,42           | 9,56                |
| 8              | 8,11           | 9,47                |
| 9              | 8,08           | 9,69                |
| 10             | 7,60           | 8,87                |

**APÊNDICE N – Dados de perda de massa ao fogo (em %)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 7,85           | 8,62                |
| 2              | 7,87           | 8,66                |
| 3              | 7,84           | 8,57                |
| 4              | 8,35           | 8,72                |
| 5              | 7,87           | 8,74                |
| 6              | 8,21           | 8,76                |
| 7              | 7,87           | 8,68                |
| 8              | 8,25           | 8,60                |
| 9              | 7,68           | 8,57                |
| 10             | 8,04           | 8,86                |

**APÊNDICE O – Dados de condutividade térmica de 0°C a 30°C (em W/m.K)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 0,1586         | 0,1401              |
| 2              | 0,1501         | 0,1421              |
| 3              | 0,1576         | 0,1455              |

**APÊNDICE P – Dados de condutividade térmica de 30°C a 60°C (em W/m.K)**

| <b>Amostra</b> | <b>100% AB</b> | <b>92% AB 8% AT</b> |
|----------------|----------------|---------------------|
| 1              | 0,1719         | 0,1619              |
| 2              | 0,1756         | 0,1636              |
| 3              | 0,1789         | 0,1616              |