

## Influência da Temperatura de Requeima e Tempo de Hidratação sobre a Expansão por Umidade de Revestimentos Cerâmicos

Suelen Nastri<sup>a</sup>, Lisandra R. dos Santos Conserva<sup>a</sup>, Flavia Contartesi<sup>a</sup>, Douglas Franco<sup>a</sup>, Ana Virgínia Lot<sup>a</sup>, Fábio G. Melchiadès<sup>b</sup>, Anselmo O. Boschi<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> *Laboratório de Revestimentos Cerâmicos – LaRC, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, SP, Brasil*

<sup>b</sup> *Centro Revestimentos Cerâmicos – CRC, São Carlos, SP, Brasil*

\*e-mail: [daob@ufscar.br](mailto:daob@ufscar.br)

### Resumo

A expansão por umidade (EPU) é caracterizada pelo aumento das dimensões dos materiais sólidos quando em contato com a água na forma líquida ou de vapor. Em vista da inevitabilidade da EPU é preciso estabelecer procedimentos que permitam prevenir seus efeitos indesejáveis. Identifica-se três aspectos como principais responsáveis pela precisão da medida da EPU: a medida das variações dimensionais, a hidratação acelerada e a requeima. Assim sendo, o objetivo desse trabalho foi analisar a influência da temperatura de requeima e o tempo de hidratação em autoclave nos valores da expansão por umidade em revestimentos cerâmicos. Os resultados obtidos indicam que podem ser usadas temperaturas de requeima abaixo de 550°C para o reestabelecimento das dimensões originais das placas cerâmicas. A hidratação acelerada apresenta menor dispersão nos resultados após quatro horas de exposição, sendo necessários mais estudos para avaliar se essa exposição é correspondente à expansão sofrida por revestimentos cerâmicos em situações reais.

**Palavras-chave:** requeima, tempo de hidratação, expansão por umidade, destacamento.

## 1. Introdução

Identifica-se três aspectos como principais responsáveis pela precisão da medida da EPU: a medida das variações dimensionais, a hidratação acelerada e a requeima. Os métodos de medida da variação dimensional, assim como o efeito de diferentes métodos de hidratação sobre os valores de EPU foram objeto de estudo em trabalho anterior<sup>1</sup>.

Neste sentido, o objetivo desse trabalho foi analisar a influência da temperatura de requeima e o tempo de hidratação em autoclave nos valores da expansão por umidade em revestimentos cerâmicos.

### 1.1. Requeima

O tratamento térmico visa remover a água adsorvida no interior do corpo cerâmico. Existem duas vertentes, uma que defende a requeima a altas temperaturas e outra a baixas temperaturas.

Ao se fazer requeimas a baixas temperaturas é possível que nem toda a água adsorvida pela peça seja eliminada. Em requeimas a temperaturas elevadas pode-se mudar a microestrutura do material cerâmico fazendo com que este não retorne ao seu estado original, além disso, peças cerâmicas geralmente contêm alto teor de quartzo e podem ocorrer variações dimensionais na passagem pela temperatura da inversão deste (573°C). Corpos relativamente porosos contendo quartzo graúdo são mais propensos a essas variações<sup>3</sup>.

Existem outros fatores que influenciam na restituição do tamanho original da peça durante a exposição ao ambiente, como por exemplo, o surgimento de microtrincas

devido ao alívio de tensões térmicas, cargas externas, sais solúveis e água congelada, os quais resultam em expansão irreversível<sup>2</sup>.

Não há um consenso sobre qual é a melhor forma de se realizar a requeima de peças cerâmicas para a determinação da EPU ocorrida, sendo que cada norma adota um procedimento e muitas vezes a determinação da EPU ocorrida é negligenciada. A Tabela 1 apresenta um resumo das normas sobre requeima.

### 1.2. Reidratação

A determinação da expansão por umidade potencial é um assunto bastante polêmico. Aqui também são verificadas duas correntes principais com posições diferentes sobre o método mais preciso para avaliar, de forma acelerada, a expansão por umidade das placas cerâmicas: fervura ou autoclave<sup>4</sup>.

O método da fervura consiste em deixar as placas submersas em água fervente por um determinado período de tempo, enquanto que, com a utilização da autoclave, as peças estão posicionadas acima da água sujeitas à pressão de vapor especificada durante um tempo estabelecido.

## 2. Material e Métodos

### 2.1. Efeitos do tempo de hidratação em autoclave

Para avaliar os limites de hidratação, foram selecionadas seis amostras comerciais de pequenos formatos (entre 9,5 e 24 cm de comprimento) utilizados para recobrimento

**Tabela 1.** Resumo de procedimentos para requeima das placas cerâmicas segundo algumas normas técnicas<sup>4</sup>.

Norma	Requeima	Observações
NBR 13.818/97	Velocidade de aquecimento: 150 °C/h Requeima: 550 °C / 2 horas Resfriamento: na mufla até atingirem (70±10)°C seguido de dessecador até a leitura do comprimento.	Determinação da EPU em peças esmaltadas e não esmaltadas. Apesar de executar a requeima, a norma não prevê a quantificação da expansão por umidade ocorrida.
Projeto de Norma Brasileira 02:002.10-013/95	Velocidade de aquecimento: 150 °C/h Requeima: 550 °C / 4 horas Resfriamento: na mufla até atingirem (70±10)°C seguido de dessecador até a leitura do comprimento.	Determinação da EPU em peças esmaltadas e não esmaltadas. Prevê a determinação da EPU ocorrida.
ASTM C370-88	Não prevê a requeima dos corpos de prova, avaliando apenas a expansão por umidade a acontecer	Peças não esmaltadas
EN 155	Velocidade de Aquecimento: 50 °C/h Requeima: 600 °C / 4 horas Resfriamento: na mufla por, pelo menos, 20 horas, retirando-as quando a temperatura atingir 70 °C, aguardando, pelo menos, 20 horas, no dessecador, antes da leitura do comprimento.	Peças não esmaltadas e com absorção de água superior a 6%. Apesar de executar a requeima, a norma não prevê a avaliação da expansão por umidade ocorrida.
ISO 10545	Velocidade de aquecimento: 150 °C/h Requeima: 550 °C / 2 horas Resfriamento: na mufla até atingirem (70±10)°C.	Determinação da EPU em peças esmaltadas e não esmaltadas. Apesar de executar a requeima, a norma não prevê a quantificação da expansão por umidade ocorrida.

de fachadas. Corpos de prova com dimensões de 50 × 5 × 5 mm<sup>2</sup> foram extraídos do centro de três placas distintas de cada amostra. Os corpos extraídos foram hidratados em autoclave a 5 atm de pressão e submetidos a ciclos com 0, 2, 4, 6 e 10 horas de hidratação. A EPU dos corpos hidratados foi determinada em termodilatômetro, com a requeima realizada a 550 °C neste equipamento.

### 2.2. Efeitos da temperatura de requeima dos corpos de prova

Há discussões na literatura que indicam que a requeima das peças em temperaturas próximas à temperatura de inversão do quartzo pode gerar alterações nas medidas de EPU devido às variações dimensionais provocadas pela sua transformação alotrópica. A temperatura de requeima determinada por muitas instituições normativas mais comumente utilizada é de 550 °C. Nesse sentido, essa etapa do estudo utilizou-se de sucessivas diminuições da temperatura de requeima para avaliar esse efeito. A preparação das amostras foi feita de maneira semelhante à descrita anteriormente. Os corpos de prova foram hidratados durante 2 horas em autoclave a 5 atm e submetidos à determinação da variação dimensional em termodilatômetro, com a temperatura de requeima variando entre 300 °C, 400 °C, 500 °C e 550 °C. Para cada temperatura foram preparados três corpos de prova, sendo que os resultados apresentados se referem à média entre os mesmos. Além da análise dos resultados de EPU obtidos, as curvas obtidas no termodilatômetro foram interpretadas, visando identificar a temperatura em que a água adsorvida é eliminada durante o processo de requeima.

## 3. Resultados E Discussão

### 3.1. Efeitos do tempo de hidratação em autoclave

Os resultados da caracterização das amostras selecionadas estão apresentados na Tabela 2, em ordem crescente de absorção de água.

As amostras selecionadas foram submetidas a diferentes tempos de hidratação em autoclave e suas EPUs medidas em termodilatômetro. Esse método foi escolhido, pois como mostrado em trabalhos anteriores<sup>1</sup>, apresentou maior sensibilidade, sendo assim, apresenta-se como melhor opção para um estudo comparativo. Para a realização da medida em zero hora as amostras foram requeimadas em uma mufla, a uma taxa de aquecimento de 150 °C/hora até atingir temperatura de 550 °C sendo mantidas nessa temperatura por duas horas. Os corpos de prova foram resfriados dentro da mufla até 150 °C, depois retirados e deixados resfriar em dessecador até a realização da medida de EPU em termodilatômetro. Esta informação – EPU das amostras requeimadas e não hidratadas por nenhum procedimento – além de indicar o grau de hidratação das amostras requeimadas, também é importante para verificar se a requeima que é realizada no dilatômetro através do método autoclave-dilatômetro<sup>1</sup> gera erros não previstos nos resultados experimentais. São esperados resultados de EPU muito próximos de zero nas amostras preparadas nestas condições, de modo que a obtenção de valores que se afastam desta previsão poderia indicar a existência de erros associados ao método de medida da EPU. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 3.

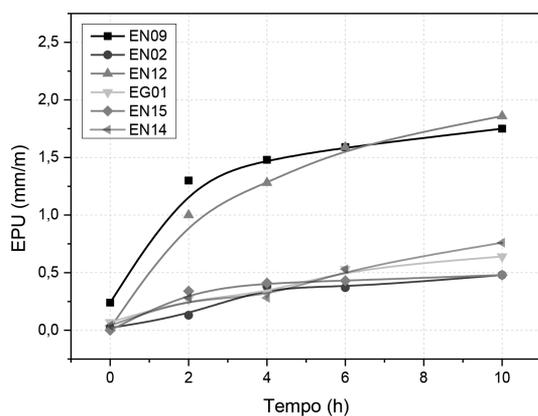
Com exceção da amostra EN09, os valores de EPU medidos sem hidratação são irrisórios, indicando que as

expansões medidas nos diferentes tempos de hidratação são um efeito da própria hidratação a que foram submetidos os corpos de prova.

A amostra EN09 apresenta naturalmente uma expansão maior que as outras amostras mesmo sem hidratação prévia, sendo este resultado possivelmente um indicativo de reidratação por adsorção de água ainda sob resfriamento e motivada pelas características desta amostra, relacionadas com as condições de fabricação da peça como composição química, temperatura e ciclo de queima.

Através dos dados numéricos pode-se observar que a EPU aumenta abruptamente nas quatro primeiras horas de hidratação e após esse período segue aumentando a uma taxa muito mais lenta. Esses resultados estão representados graficamente na Figura 1.

As amostras EN09 e EN12 apresentam as maiores expansões. Como mencionado anteriormente, a amostra EN09 apresenta uma expansão sem hidratação maior



**Figura 1.** Efeitos do tempo de permanência em autoclave sobre a EPU das amostras.

**Tabela 2.** Características das amostras selecionadas para a avaliação dos efeitos do tempo de hidratação em autoclave sobre a expansão por umidade.

Amostra	AA	PA	EPU <sub>NBR</sub>	EPU <sub>AC-D</sub>
EN02	1,2	2,9	0,18	0,24
EN14	2,4	5,5	0,16	0,26
EN15	2,9	7,0	0,05	0,25
EN09	4,8	11,0	0,23	1,30
EN12	5,0	10,9	0,33	0,78
EG01	5,8	12,8	0,23	0,37

**Tabela 3.** Efeito do tempo de hidratação em autoclave sobre a EPU das amostras.

Tempo (h)	EN02 (mm/m)	EN14 (mm/m)	EN15 (mm/m)	EN09 (mm/m)	EN12 (mm/m)	EG01 (mm/m)
0	0,02	0,04	0	0,24	0,02	0,07
2	0,24	0,28	0,34	1,30	1,00	0,27
4	0,38	0,28	0,41	1,48	1,28	0,32
6	0,37	0,53	0,43	1,59	1,59	0,53
10	0,48	0,76	0,48	1,75	1,86	0,64

que as outras amostras, no entanto após seis horas de hidratação a amostra EN12 apresenta expansões maiores.

O aumento contínuo dos valores de EPU indica que esse fenômeno irá ocorrer durante toda a vida útil da peça, podendo ser atribuído à lixiviação da fase vítrea (troca de íons alcalinos do vidro e íons de hidrogênio da água) produzindo assim uma superfície com estrutura semelhante à da sílica amorfa. Os silicatos amorfos possuem elevadas energia superficial e área específica, além disso, as valências insatisfeitas nas superfícies expostas proporcionam uma elevada adsorção de água em relação a materiais cristalinos. A água é atraída por valências livres do tipo Si<sup>+</sup> e SiO<sup>-</sup> existentes nas regiões de descontinuidade, ou seja, nas áreas superficiais do sólido, às quais acaba se ligando formando grupos Si-OH e SiO-H<sub>2</sub>O. Após a saturação das valências livres, maior quantidade de água poderá ser adsorvida, agora através das forças de Van der Waals, com redução da energia superficial. As fases vítreas possuem superfície específica e energia superficial bem menores do que as fases amorfas, no entanto, quando submetidas à ação da água sofrem o processo de lixiviação descrito, o qual ainda provoca a abertura de poros que estavam anteriormente selados, aumentando a superfície acessível à água e, por conseguinte, a EPU da peça cerâmica<sup>5-7</sup>.

Do ponto de vista metodológico seria mais interessante se a medida de EPU fosse realizada com quatro horas de hidratação, pois assim qualquer variação no intervalo de tempo de hidratação não surtiria efeito significativo na expansão por umidade, no entanto seriam necessários mais estudos para verificar se esse tempo de hidratação estaria gerando uma EPU que não seria obtida naturalmente.

### 3.2. Efeitos da temperatura de requeima dos corpos de prova

Para a realização desta etapa do trabalho foram selecionadas outras amostras de produtos comerciais. Os resultados da caracterização das amostras selecionadas estão apresentados na Tabela 4, em ordem crescente de adsorção/porosidade.

Os resultados dos testes de requeima efetuados em diferentes temperaturas encontram-se apresentados na Tabela 5. Para fins ilustrativos, a Figura 2 apresenta os efeitos da temperatura de requeima sobre a EPU das amostras, indicando as diferenças entre as amostras consideradas nesta etapa do trabalho.

Nota-se através desses resultados que os valores de EPU não variam muito independente da temperatura em que ocorre a requeima.

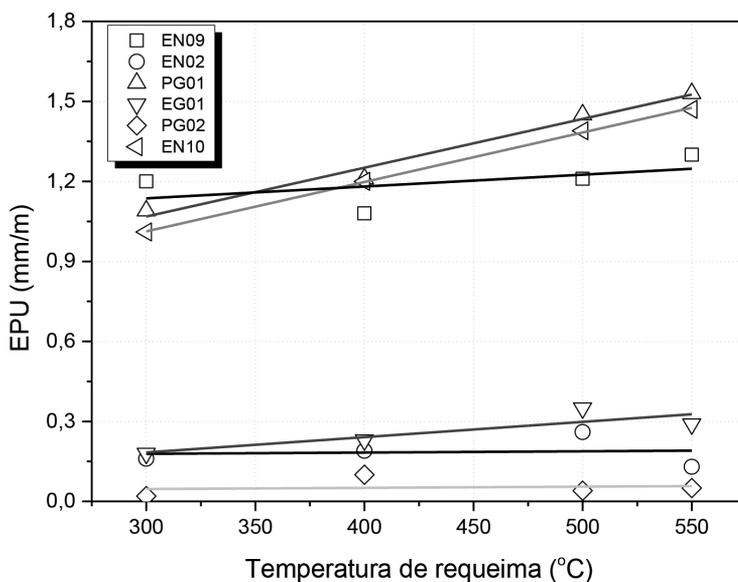
Nas amostras PG01 e EN10 os valores de EPU foram crescentes, no entanto não variaram muito entre si.

**Tabela 4.** Características das amostras selecionadas para a avaliação dos efeitos da temperatura de requeima sobre a expansão por umidade.

Amostras	AA	PA	EPU <sub>NBR</sub>	EPU <sub>AC-D</sub>
EN02	1,2	2,9	0,18	0,24
EN09	4,8	11	0,23	1,3
EN10	4,9	11,2	0,25	1,38
EG01	5,8	12,8	0,23	0,37
PG01	12,5	24,5	0,56	1,36
PG02	14,2	26,5	0,15	0,05

**Tabela 5.** Efeitos da temperatura de requeima sobre a EPU das amostras.

Temperatura (°C)	EN09 (mm/m)	EN02 (mm/m)	PG01 (mm/m)	EG01 (mm/m)	PG02 (mm/m)	EN10 (mm/m)
300	1,20	0,16	1,09	0,18	0,02	1,01
400	1,08	0,19	1,21	0,23	0,10	1,20
500	1,21	0,26	1,45	0,35	0,04	1,39
550	1,30	0,24	1,53	0,29	0,05	1,47



**Figura 2.** Efeitos da temperatura de requeima sobre a EPU das amostras.

Esses resultados colocam em dúvida a necessidade de se utilizar temperaturas de requeima elevadas para a eliminação de água adsorvida das peças. Para verificar o intervalo de temperaturas em que ocorre a eliminação da água adsorvida durante a requeima foram analisadas as derivadas das curvas de aquecimento das amostras, que são mostradas nas Figuras 3 a 8.

Ao analisar as derivadas das curvas de aquecimento nota-se uma elevação em torno de 100 °C, onde se espera que ocorra a eliminação da água absorvida pela amostra, ou seja, a água não quimicamente ligada.

Todas as amostras apresentaram picos entre 100 e 250 °C, evidenciando a eliminação de água adsorvida, ou quimicamente ligada, das amostras. Após essa temperatura não há mais

inflexões significativas nas curvas, indicando que todas as eliminações significativas ocorrem até 250 °C. De um modo geral os picos de eliminação de água adsorvida ocorrem entre 160 °C-180 °C.

Os dados apresentados pelas derivadas das curvas de aquecimento mostram que não é necessário requeimar as peças acima de 350 °C para a eliminação da água adsorvida.

Ao se fazer requeimas a temperaturas elevadas pode-se dar início a sinterização e criação de novas fases, utilizando a requeima até 350 °C evita-se esse problema, garantindo que a microestrutura da peça não seja alterada e que a água adsorvida seja eliminada completamente.

Outro fator relacionado a requeima é que peças cerâmicas geralmente contêm alto teor de quartzo, e podem ocorrer

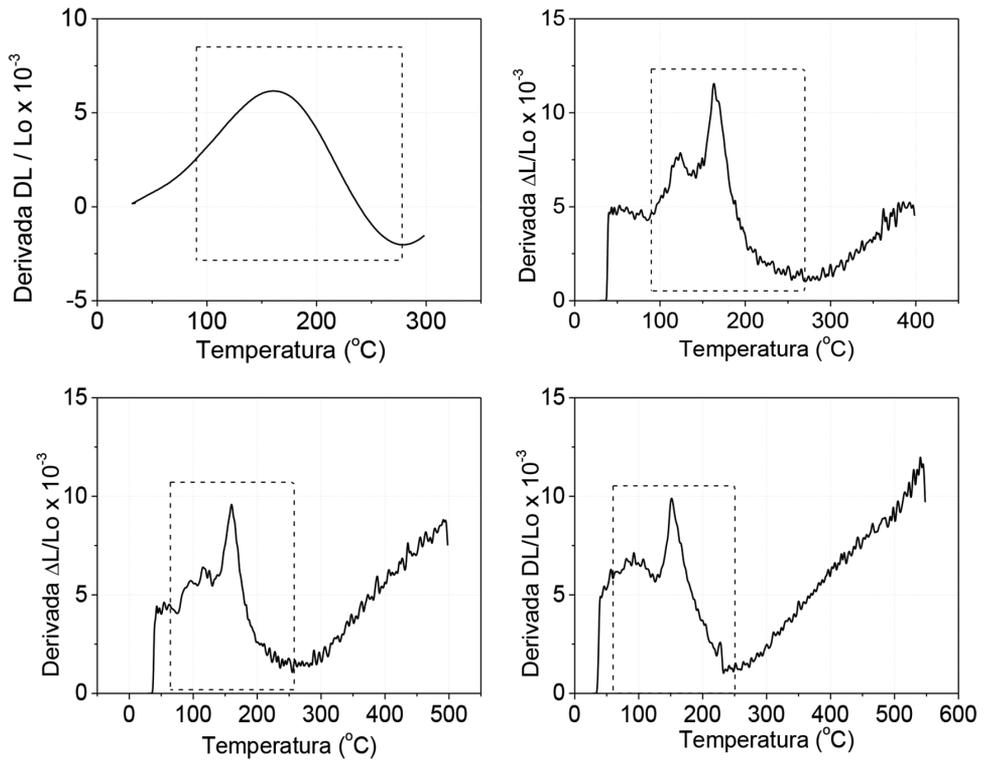


Figura 3. Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN09.

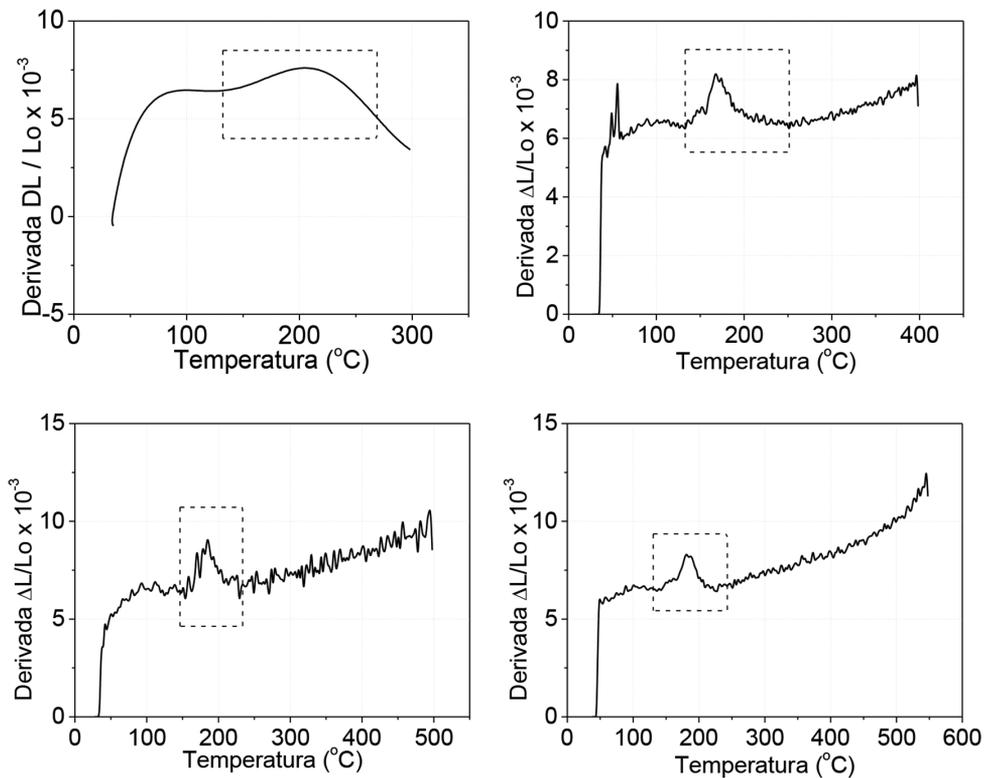


Figura 4. Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN02.

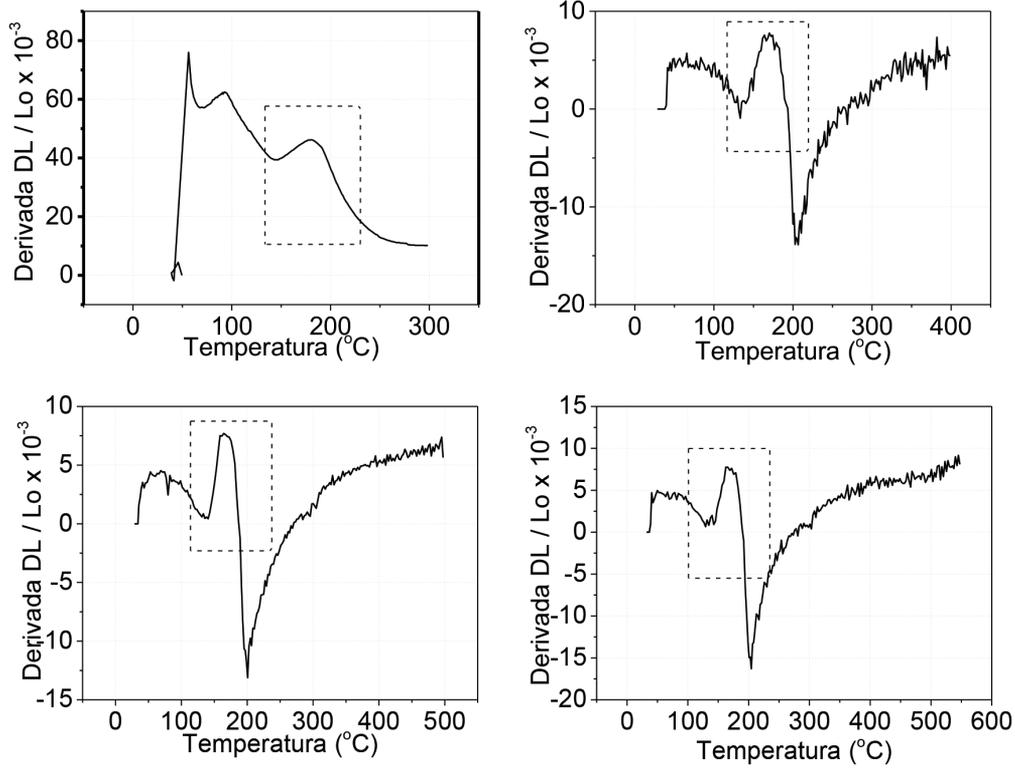


Figura 5. Derivadas das curvas de aquecimento da amostra PG01.

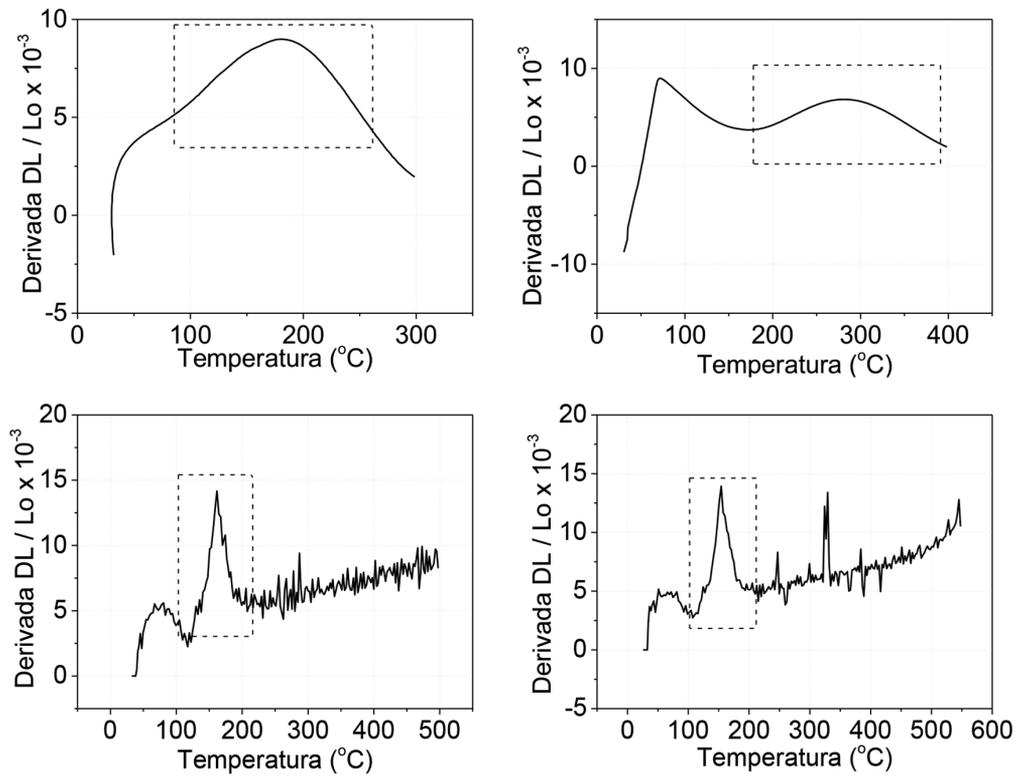


Figura 6. Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EG01.

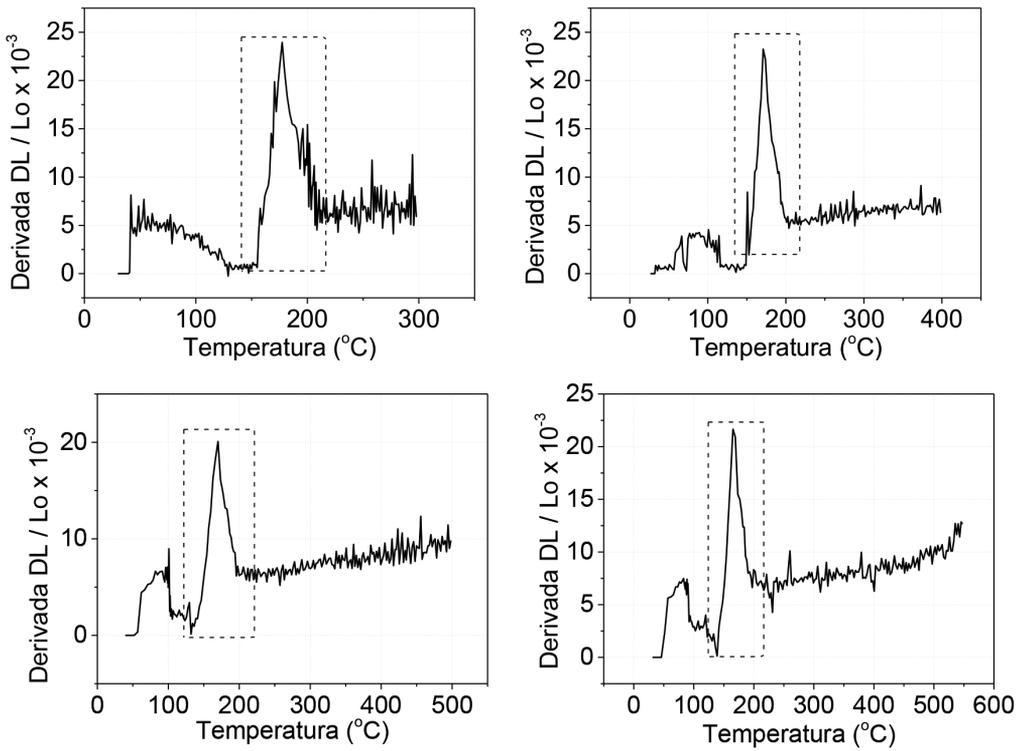


Figura 7. Derivadas das curvas de aquecimento da amostra PG02.

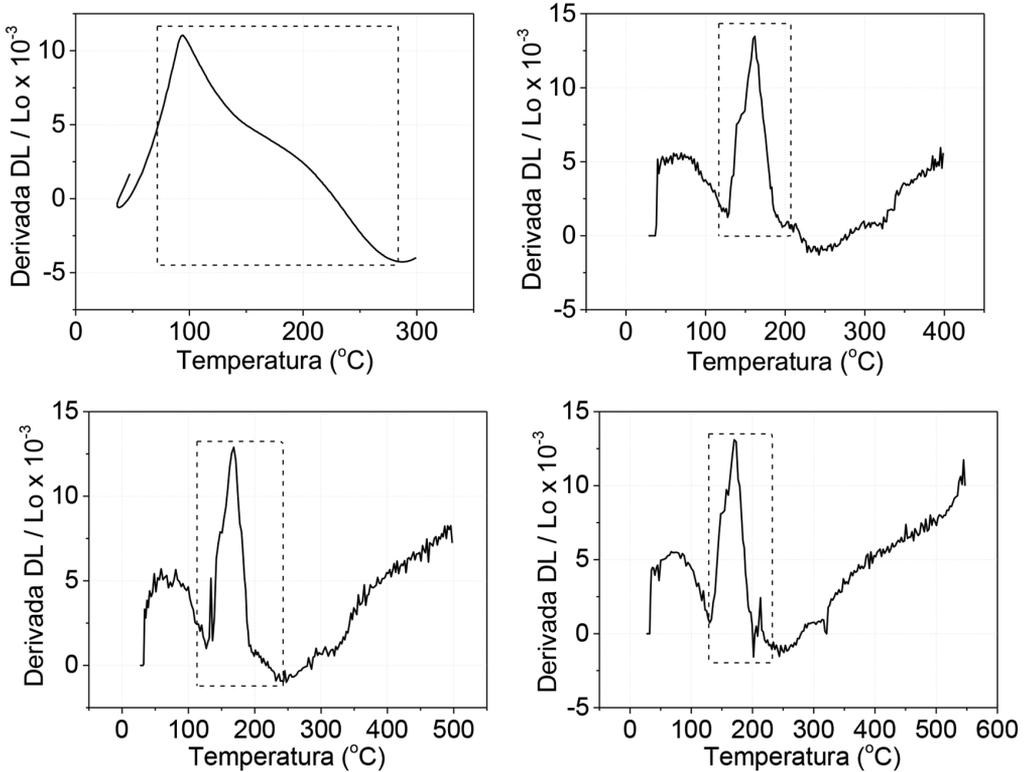


Figura 8. Derivadas das curvas de aquecimento da amostra EN10.

variações dimensionais na passagem pela temperatura da inversão do quartzo (573 °C). A requeima a 350 °C garante que a peça não passe pela transição do quartzo e que a variação dimensional medida seja exclusivamente da eliminação da água adsorvida.

Esses resultados se aplicam para produtos de diferentes fabricantes, independentemente das condições de fabricação, método de conformação (prensagem ou extrusão) e porosidade das peças.

#### 4. Conclusões

Durante as quatro primeiras horas de exposição dos corpos de prova à pressão de 5 atm em autoclave a expansão por umidade aumenta abruptamente. A partir de 4 horas dentro da autoclave, a EPU segue aumentando a uma velocidade expressivamente inferior.

Do ponto de vista metodológico, 4 horas de exposição a 5 atm poderia gerar menor dispersão nos resultados em comparação com o padrão usualmente empregado de 2 horas de exposição. Entretanto, estudos com peças em condições reais de aplicação precisariam ser realizados para verificar se tais expansões produzidas em autoclave não são exageradas em comparação com as expansões reais sofridas pelas peças instaladas;

Os testes realizados sobre a temperatura de requeima das amostras indicam que a água adsorvida durante o processo de hidratação é eliminada durante o aquecimento dos corpos de prova em temperaturas compreendidas entre 100 e 250 °C. Tais resultados são evidenciados pela presença de picos com cumes ao redor dos 160 °C-180 °C, verificados nas derivadas das curvas de aquecimento dos corpos hidratados. Estas conclusões se aplicam para produtos de diferentes fabricantes, independentemente das condições de fabricação, método de conformação (prensagem ou extrusão) e porosidade das peças.

As requeimas dos corpos de prova em temperaturas superiores a 300 °C indicam que os resultados de EPU são pouco alterados, ou em alguns casos, sofrem incrementos de magnitudes relativamente pequenas. Considerando

que as derivadas evidenciam que a perda da umidade adsorvida ocorre majoritariamente até 300 °C em todas as amostras, é possível que este aumento de magnitude de EPU observado nos testes em que a requeima em dilatômetro é realizada em temperaturas mais altas (especialmente nas amostras PG01 e EN10) sejam decorrentes dos efeitos provocados por alterações microestruturais relacionados com a requeima em temperaturas mais altas.

Neste sentido, a utilização de temperaturas de requeima ao redor de 300-350 °C poderia ser uma opção mais interessante, tendo em visto que os resultados não devem ser muito diferentes em relação àqueles obtidos com corpos requeimados a 550 °C e, nesta temperatura, é menos provável que ocorram rearranjos microestruturais nos materiais que possam afetar a medida de expansão por umidade.

#### Referências

1. NASTRI, S. et al. A Expansão por Umidade (EPU) revisitada, 20 anos depois: convivendo com a inevitabilidade da EPU. **Cerâmica Industrial**, v. 20, n. 1, p. 24-29, 2015. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2015.010>.
2. BOWMAN, R. Melhorando a precisão das determinações da expansão por umidade. **Cerâmica Industrial**, v. 1, n. 4-5, p. 25-29, 1996.
3. BERNETT, F. E. Effects of moisture expansion of installed quarry tile. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 55, n. 12, p. 1039-1042, 1976.
4. PISCITELLI, A. A.; MANSUR, H. S. Expansão por umidade em placas cerâmicas para revestimento. In: CONGRESSO DE ENGENHARIA CIVIL, 5., 2002, Juiz de Fora, MG. **Anais...** Juiz de Fora: UFJF, 2002.
5. SMITH, A. N. Investigations on moisture expansion of porous ceramic bodies. **Transactions and Journal of the British Ceramic Society**, v. 54, n. 5, p. 300-318, 1955.
6. CHIARI, L. C. et al. Expansão por umidade parte I: o fenômeno. **Cerâmica Industrial**, v. 1, n. 1, p. 6-13, 1996.
7. LIRA, C. et al. Efeitos da composição e da temperatura de queima na expansão por umidade de corpos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 2, n. 1-2, p. 27-30, 1997.