

**UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO GRANDE DO NORTE – UERN  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA – PPgF  
MESTRADO EM FÍSICA**

**ÍTALO FALCÃO DE BRITO FERREIRA**

**ESTUDO SOBRE COMPOSIÇÕES DE PARTIDA PARA  
CERÂMICA DIELÉTRICA VIA INCORPORAÇÃO DE  
CARAGO (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)**

**MOSSORÓ – RN  
JULHO/2013**

ÍTALO FALCÃO DE BRITO FERREIRA

**ESTUDO SOBRE COMPOSIÇÕES DE PARTIDA PARA  
CERÂMICA DIELÉTRICA VIA INCORPORAÇÃO DE  
CARAGO (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)**

Tese apresentada à Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Física, para obtenção do título de Mestre em Física.

Orientador: Dr. Marcílio Nunes Freire.

MOSSORÓ – RN  
JULHO/2013

**Catálogo da Publicação na Fonte.  
Universidade do Estado do Rio Grande do Norte.**

Ferreira, Ítalo Falcão de Brito

Estudo sobre composições de partida para cerâmica dielétrica via incorporação de carago ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). / Ítalo Falcão de Brito Ferreira – Mossoró, RN, 2013.

130f.

Orientador(a): Prof. Dr. Marcílio Nunes Freire.

Tese (Mestrado em Física). Universidade do Estado do Rio Grande do Norte. Programa de Pós-Graduação em Física.

1. Física. 2. Propriedades elétricas e mecânicas. 3. Cerâmica dielétrica. I. Freire, Marcílio Nunes. II. Universidade do Estado do Rio Grande do Norte. III. Título.

UERN/BC

CDD 530

ÍTALO FALCÃO DE BRITO FERREIRA

**ESTUDO SOBRE COMPOSIÇÕES DE PARTIDA PARA  
CERÂMICA DIELÉTRICA VIA INCORPORAÇÃO DE  
CARAGO (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)**

Tese apresentada à Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Física, para obtenção do título de Mestre em Física.

Orientador: Dr. Marcílio Nunes Freire

Aprovada em 05 /07 /2013.

Banca Examinadora:

---

Dr. Marcílio Nunes Freire – UFERSA / UERN  
Orientador - Presidente

---

Dr. José Alzamir Pereira da Costa – UERN  
Examinador Interno

---

Dr. José Patrocínio da Silva – UFRN  
Examinador Externo

Dedico

À Deus, por todo o amor e cuidado.

Aos meus pais, Elizabete e Julimar.

A minha esposa Onara e minha filha Itiele.

## AGRADECIMENTOS

Ao Senhor Deus pelo amor, cuidado, conforto e ensinamentos que me fortaleceram e me guiaram na realização desse trabalho.

A minha esposa Onara e minha filha Itiele, por estarem sempre juntos de mim.

Aos meus pais Elizabete e Julimar pelo incentivo, aprendizado e dedicação.

Minha irmã Stherfaninne e seu esposo André pelo acolhimento e cuidado.

Minha irmã Joélina Santuza e ao seu noivo Giliarde pela ajuda e dedicação.

A todos os demais familiares (avós, tios, primos) e irmãos na fé que me apoiaram de tantas formas possíveis com carinho e orações.

Aos meus colegas de mestrado e amigos que residiram comigo Renato, Júnior, Raphael, Adriano e Leonardo.

A meu orientador o Dr. Marcílio Nunes pelo aprendizado, amizade, paciência e todo tempo dedicado na minha orientação.

Ao Dr. João Maria pela ajuda no laboratório (LAMOp/UERN) pelo auxílio com os equipamentos.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Física e demais professores do Departamento de Física.

Ao Programa de Pós-Graduação de Física da UFPE pela Análise TG e a mestrande e colega Cintia Raquel pela execução das medidas de TG realizadas nos materiais aqui estudados.

Aos Técnicos e amigos Euclides e João Neto do Departamento de Física pela ajuda na execução de algumas práticas e medidas de MEV e EDS.

A Dr<sup>a</sup> Jeane Cruz Portela pela realização e análise dos resultados do ensaio de Granulometria, Densidade de Partícula e Condutividade Elétrica realizadas no Laboratório de Física dos Solos/UFERSA.

Ao Técnico do Laboratório de Física dos Solos/UFERSA, o químico Antonio Carlos na execução das medidas de Granulometria e Densidade de Partícula.

Aos alunos de Agronomia Bruno e Lígia pela ajuda na execução das medidas de Granulometria e Densidade de Partícula.

Ao Dr. Manoel Quirino pela realização do Ensaio de Compressão Diametral realizado no Laboratório de Mecânica/UFERSA.

Aos Técnicos Nycollas Rennan, Antonio Fabrício e Euclides Moreira pela execução e acompanhamento das medidas de Capacitância, Resistência e Compressão Diametral dos corpos de prova estudados nesta dissertação.

Aos colegas do LAMOp Lessandro, Rair, Meirinha, Gugu, Leonardo Garcia, Eloise, Ana Kátia, Sinval, Adriana e demais.

À Universidade do Estado do Rio Grande do Norte pelos incentivos e oportunidade de cursar o mestrado.

À Universidade Federal Rural do Semi-Árido pela utilização do Laboratório de Preparação de Amostras localizado no CITED.

Ao Programa de Pós-graduação em Física - UFERSA/UERN por todo auxílio destinado ao desenvolvimento desse trabalho e utilização de equipamentos.

A CAPES pela concessão parcial da bolsa de estudos.

A ARMIL – Mineração do Nordeste e a Salina Marisco que contribuíram com doação das matérias primas usadas neste trabalho.

Aos pequenos produtores de Sal de cozinha do RN que contribuíram com informações qualitativas.

Muito obrigado a todos que contribuíram de alguma forma para realização deste trabalho.

“Somente o Senhor é o meu rochedo, e o meu lugar forte, e o meu libertador; o meu Deus, a minha fortaleza, em quem confio; o meu escudo, a força da minha salvação, e o meu alto refúgio.”

Salmo 18:2.

“Filho meu, se aceitares as minhas palavras, e esconderes contigo os meus mandamentos, Para fazeres o teu ouvido atento à sabedoria; e inclinares o teu coração ao entendimento;

Se clamares por conhecimento, e por inteligência alçares a tua voz,

Se como a prata a buscares e como a tesouros escondidos a procurares,

Então entenderás o temor do Senhor, e acharás o conhecimento de Deus.

Porque o Senhor dá a sabedoria; da sua boca é que vem o conhecimento e o entendimento.

Ele reserva a verdadeira sabedoria para os retos. Escudo é para os que caminham na sinceridade,

Para que guardem as veredas do juízo. Ele preservará o caminho dos seus santos.

Então entenderás a justiça, o juízo, a equidade e todas as boas veredas.

Pois quando a sabedoria entrar no teu coração, e o conhecimento for agradável à tua alma,

O bom siso te guardará e a inteligência te conservará;

Para te afastar do mau caminho, e do homem que fala coisas perversas...”

Provérbios 2:1-12.

## RESUMO

O presente trabalho objetiva explicitar o papel do teor do sulfato de cálcio a 0,0 % (Padrão), 0,5, 1,0, 2,0 e 4,0 %, em massa, de formação salina, em substituição parcial ao feldspato potássico numa formulação para cerâmica dielétrica, pós-sinterização a 1.100,0 °C. Os intervalos de tempo na temperatura máxima de sinterização foram de 0,5, 2,0 e 8,0 h. As matérias-primas possuem diâmetro equivalente médio de 74,0  $\mu\text{m}$  (# 200 mesh) e foram caracterizadas via Difração de raios-X (DRX), Condutividade Elétrica (CE), Distribuição de Tamanho de Partículas (DTP) e Densidade Real. As composições de partida das massas cerâmicas correspondem a 40,0 %, de caulim, 40,0 % de feldspato potássico e 20,0 % de quartzo, % em massa. Os produtos finais, pós-sinterização, foram caracterizados via medida da absorção d'água (porosidade aberta), constante dielétrica (K), módulo de Young (E) via compressão diametral (*Brazilian Disk Test*), DRX, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). Os resultados mostram que o aumento do teor de  $\text{CaSO}_4$  promove uma elevação na magnitude de E com a evolução do tempo, resultado das fases geradas pela caulinita (wollastonita, mulita e outras) que melhoram as propriedades mecânicas, como ocorreu nas formulações MA, MB e MD (maior módulo de elasticidade alcançado). Para os valores de  $\rho$ , ficou claro seu aumento em função do aumento do  $\text{CaSO}_4$  e do tempo de sinterização nas formulações MC e MD. Com respeito a K, as formulações tiveram seus valores diminuídos de T1 a T2, nas frequências de 100 Hz e 1 kHz. Os fatores de perda dielétrica também acompanharam essa redução. Em 10 kHz é notável o aumento de K em função do tempo para as formulações MA, MB, MC e MD (menor perda dielétrica). A massa padrão teve aumento de seus valores até T2, depois se manteve constante. Os resultados mostraram que o aumento do carago, embora não apresentem um bom grau de linearidade nos valores mensurados de  $\rho$ , K e E, foram governados por uma melhoria significativa em função da adição do sulfato de cálcio. De forma geral, a incorporação do sulfato de cálcio ao sistema cerâmico padrão sugere a continuidade do estudo em temperatura superior à utilizada para um estudo mais rigoroso sobre o papel das fases formadas, uma vez que essa matéria-prima secundária (um resíduo) proporcionou resultados que influenciaram positivamente nas propriedades elétricas e mecânicas medidas. Sendo assim, verificou-se um real potencial da inclusão do sulfato de cálcio na rota de processo de fabricação de cerâmica para fins de isolamento elétrico.

**Palavras-chave:** Cerâmica dielétrica. Sulfato de cálcio. Carago. Sinterização. Propriedades elétricas e mecânicas.

## ABSTRACT

This paper aims to explain the role of the content of calcium sulfate to (0.0 % (standard) 0.5, 1.0, 2.0 and 4.0 % by weight) of saline formation, partial replacement of potassium feldspar in formulating ceramic dielectric, post-sintering at 1100.0 °C. The time intervals at maximum sintering temperature were 0.5, 2.0 and 8.0 h. The raw materials have a mean equivalent diameter of 74,0 micrometer (# 200 mesh) and were characterized via X-ray diffraction (XRD), Electrical Conductivity (EC), Particle Size Distribution (DTP) and Density Real. The compositions of the species from which correspond to 40.0 % of kaolin, 40.0 % of potassium feldspar and 20.0 % of quartz, % by mass. The final products, post-sintering were characterized by measuring water absorption (porosity), dielectric constant (K), Young's modulus (E) diameter compression (Brazilian Disk Test), XRD, Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). The results show that increasing the amount of CaSO<sub>4</sub> promotes an increase in magnitude and with the progress of time, the result generated by the phase kaolinite (wollastonite, mullite and the like) which improve the mechanical properties, as occurred in the formulations MA, MB, and MD (higher modulus reached). For values of  $\rho$ , it became clear its increase due to the increase of CaSO<sub>4</sub> and sintering time on the MC and MD formulations. With respect to K, the formulations had lower values of T1 to T2, the frequencies of 100 Hz and 1 kHz. The dielectric loss factors also accompanied this reduction. 10 kHz is remarkable increase K as a function of time for the formulations MA, MB, MC and MD (low dielectric loss). The standard mass had increased their values to T2, then remained constant. The results showed that increasing the carago, though not presenting a good degree of linearity of measured values  $\rho$ , K and E, were ruled by a significant improvement in function of the addition of calcium sulfate. In general, incorporation of calcium sulfate in the system suggests the ceramic pattern from the study at a temperature higher than that used for a more strict about the role of phases formed, since such a secondary raw material (one residue) yielded results that positively influenced on the electrical properties and mechanical measures. Thus, it has real potential of including calcium sulphate in the course of the manufacturing process of ceramics for electrical insulation purposes.

**Keywords:** ceramic dielectric; calcium sulfate; carago; sintering; electrical and mechanical properties.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama geral de composições para produtos cerâmicos resultantes do sistema argila – feldspato – sílica. ....	24
Figura 2. Diagrama ternário $K_2O - SiO_2 - Al_2O_3$ em função do percentual de massa e da temperatura de sinterização com possíveis transformações. ....	25
Figura 3. Diagrama ternário $CaO - Al_2O_3 - SiO_2$ em função do percentual de massa e da temperatura de sinterização com possíveis transformações. ....	25
Figura 4. Diagrama de Classificação Textural. ....	31
Figura 5. Decomposição de forças. ....	36
Figura 6. Ensaio de tração por compressão diametral. ....	36
Figura 7. Relação elástica tensão-deformação. A deformação elástica é diretamente proporcional à tensão. ....	37
Figura 8. Relação plástica tensão-deformação. A deformação plástica que se segue à deformação elástica inicial não é reversível. A deformação elástica continua a aumentar durante a deformação plástica, mas é reversível. ....	37
Figura 9. Diagrama tensão-deformação. (a) Material não dúctil sem deformação plástica (exemplo: Ferro fundido); (b) Material dúctil com limite de escoamento (exemplo: aço de baixo carbono); (c) Material dúctil sem limite de escoamento nítido (exemplo: alumínio); (d) Curva verdadeira tensão-deformação versus curva convencional; L.Ru.= Limite de ruptura, L. Re.= Limite de resistência, L.E.= Limite de escoamento, Along.= Alongação, X= ruptura. ..	37
Figura 10. Capacitor de Placas Planas (A), Cilíndrico (B) e Esférico (B). ....	42
Figura 11. Capacitor de placas planas com dielétrico. A: área de cada placa condutora; d: distância entre as placas condutoras. ....	44
Figura 12. Alterações microestruturais que ocorrem durante o tratamento térmico. (a) Partículas dos pós após a prensagem. (b) Coalescência dos grãos e formação de poros durante a sinterização. (c) Com a progressão do processo de sinterização, os poros mudam de tamanho e forma. ....	47
Figura 13. Diagrama geral dos materiais e procedimentos. ....	48
Figura 14. Procedimentos de fabricação das amostras. ....	48
Figura 15 - Representação ilustrativa da salineira Norsal e sua etapa de produção: 1) Captação de água do mar, 2) Evaporação primária, 3) Evaporação secundária, 4) Evaporador final e 5) Cristalizadores. ....	49
Figura 16. Cristais do carago em sua forma natural. ....	49
Figura 17. Material triturado após coleta. ....	50
Figura 18. Moinho de bolas e sistema de rotação. ....	51
Figura 19. Peneira e pó peneirado. ....	51
Figura 20. Difractômetro de raios-X utilizado. ....	53
Figura 21. Balança utilizada na pesagem das massas. ....	54
Figura 22. Diagrama ternário de formulação. ....	54
Figura 23. Recipientes e adaptação para mistura das massas cerâmicas. ....	55
Figura 24. Molde, paquímetro e prensa hidráulica utilizada. ....	56
Figura 25. Forno utilizado na sinterização, balança e dessecador. ....	57
Figura 26. Microscópio Eletrônico de Varredura utilizado com EDS acoplado. ....	60
Figura 27. Máquina de Ensaio Universal EMIC DL10000. ....	61
Figura 28. Aparato utilizado na medição da resistência e capacitância. ....	62
Figura 29. Ponte LCR de bancada utilizada. ....	64
Figura 30. Refinamento do Carago. ....	67

Figura 31. Refinamento do Caulim. ....	67
Figura 32. Refinamento do Quartzo. ....	68
Figura 33. Refinamento do Feldspato. ....	68
Figura 34. Temperatura de sinterização em função do tempo.....	69
Figura 35. Percentual de perda de massa em função do tempo de sinterização. ....	70
Figura 36. Retração linear no diâmetro em função do tempo de Sinterização.....	70
Figura 37. Absorção d'água em função do tempo de sinterização. ....	71
Figura 38. Absorção <i>versus</i> Tempo de Sinterização <i>versus</i> Retração.....	73
Figura 39. Módulo de elasticidade (E) em função do tempo de sinterização.....	73
Figura 40. Resistividade em função do Tempo de Sinterização.....	75
Figura 41. Constante Dielétrica em 100 Hz em função do Tempo de Sinterização.....	75
Figura 42. Constante Dielétrica em 1 kHz em função do Tempo de Sinterização.....	76
Figura 43. Constante Dielétrica em 10 kHz em função do Tempo de Sinterização.....	76
Figura 44. DRX dos CP's da massa MP. Onde Q - quartzo, F - feldspato potássico e M - mulita. ....	78
Figura 45. DRX dos CP's da massa MA.....	79
Figura 46. DRX dos CP's da massa MB.....	79
Figura 47. DRX dos CP's da massa MC.....	80
Figura 48. DRX dos CP's da massa MD.....	80
Figura 49. CP P2 da formulação MP-T1 com aumento de 500x e 1500x.....	82
Figura 50. CP P10 da formulação MP-T2 com aumento de 500x e 1500x.....	83
Figura 51. CP P13 da formulação MP-T3 com aumento de 500x e 1500x.....	84
Figura 52. CP A5 da formulação MA-T1 com aumento de 500x e 1500x. ....	85
Figura 53. CP A10 da formulação MA-T2 com aumento de 500x e 1500x. ....	86
Figura 54. CP A12 da formulação MA-T3 com aumento de 500x e 1500x. ....	87
Figura 55. CP B4 da formulação MB-T1 com aumento de 500x e 1500x.....	88
Figura 56. CP B8 da formulação MB-T2 com aumento de 500x e 1500x.....	89
Figura 57. CP B14 da formulação MB-T3 com aumento de 500x e 1500x.....	90
Figura 58. CP C3 da formulação MC-T1 com aumento de 500x e 1600x.....	91
Figura 59. CP C6 da formulação MC-T2 com aumento de 500x e 1500x.....	92
Figura 60. CP C11 da formulação MC-T3 com aumento de 500x e 1600x.....	93
Figura 61. CP D3 da formulação MD-T1 com aumento de 500x e 1500x. ....	94
Figura 62. CP D6 da formulação MD-T2 com aumento de 500x e 1700x. ....	95
Figura 63. CP D13 da formulação MD-T3 com aumento de 500x e 1500x. ....	96

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Matérias-primas e composições (% em peso). .....	54
Tabela 2. Especificações do MEV da UERN. ....	59
Tabela 3. Modos padrões do circuito a ser utilizado. ....	64
Tabela 4. Classificação Textural do pó das substâncias. ....	65
Tabela 5. Relação entre densidades medidas e experimentais .....	65
Tabela 6. Perda dielétrica. ....	77
Tabela 7. EDS do CP P2.....	82
Tabela 8. EDS do CP P10.....	83
Tabela 9. EDS do CP A5.....	85
Tabela 10. EDS do CP A10.....	86
Tabela 11. EDS do CP B4.....	88
Tabela 12. EDS do CP B8.....	89
Tabela 13. EDS do CP B14.....	90
Tabela 14. EDS do CP C3.....	91
Tabela 15. EDS do CP C6.....	92
Tabela 16. EDS do CP C11.....	93
Tabela 17. EDS do CP D3.....	94
Tabela 18. EDS do CP D6.....	95
Tabela 19. EDS do CP D13.....	96

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

$\Delta A$  = elemento de área, em [m<sup>2</sup>].

$C$  = capacitância, em [F].

$C_o$  = capacitância onde o dielétrico é o ar, em [F].

$d$  = diâmetro do corpo de prova, em [mm].

$d_p$  = densidade real de partícula, em [g/cm<sup>3</sup>].

$D_v$  = diâmetro do corpo verde, em [mm].

$D_s$  = diâmetro do corpo sinterizado, em [mm].

$E$  = módulo de elasticidade, em [MPa].

$E_c$  = campo elétrico, em [N/C].

$E_f$  = energia emitida por um fóton, em [J].

$f_{ct,sp}$  = resistência à tração por compressão diametral, em [MPa].

$\Delta F_{nz}$  = força aplicada normal à superfície, em [N].

$h_p$  = constante de Plank [6,626069 x 10<sup>-34</sup> J.s].

$h$  = horas.

$I$  = corrente elétrica, em [A].

$I_a$  = corrente ativa, em [A].

$I_r$  = corrente reativa, em [A].

$J$  = densidade de corrente elétrica, em [A/m<sup>2</sup>].

$K$  = constante dielétrica.

$L$  = comprimento do fio condutor, em [m].

$l$  = comprimento do corpo de prova, em [mm].

$m$  = metro.

$mm$  = milímetro.

$P$  = perda de potência, em [W].

$P_q$  = potência reativa, em [W].

$Q$  = carga elétrica, em [C].

$R$  = resistência elétrica, em [ $\Omega$ ].

$\text{tg } \delta$  = fator de perda dielétrica.

$V$  = tensão elétrica, em [V].

$\varepsilon$  = deformação, em [mm/mm].

$\epsilon_0$  = permissividade elétrica no vácuo [ $8,85 \times 10^{-12}$  F/m].

$\nu$  = frequência, em [Hz].

$\rho$  = resistividade elétrica, em [ $\Omega \cdot m$ ].

$\sigma_{nz}$  = tensão normal, em [MPa].

$\sigma_r$  = tensão ruptura, em [MPa].

$\sigma$  = condutividade elétrica, em [ $(\Omega \cdot m)^{-1}$ ].

G = giga [ $10^9$ ].

M = mega [ $10^6$ ].

n = nano [ $10^{-9}$ ].

$\mu$  = micro [ $10^{-6}$ ].

k = kilo [ $10^3$ ].

ABC = associação brasileira de cerâmica.

EDS = Espectroscopia por Energia Dispersiva.

CE = condutividade elétrica, em [ $mS \cdot cm^{-1}$ ].

CP = corpo de prova.

DRX = Difração de Raios-X.

$M_g$  = massa do corpo antes da sinterização, em [g];

$M_{asi}$  = massa do corpo cerâmico após a sinterização, em [g].

$PM_{asi}$  = massa perdida na sinterização, em [%];

MP = massa cerâmica padrão (40 % caulim, 40 % feldspato e 20 % quartzo de massa).

MA = massa cerâmica (40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % carago em % de massa).

MB = massa cerâmica (40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % carago em % de massa).

MC = massa cerâmica (40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % carago em % de massa).

MD = massa cerâmica (40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % carago em % de massa).

MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura.

T1 = tempo de sinterização de 0,5 h.

T2 = tempo de sinterização de 2,0 h.

T3 = tempo de sinterização de 8,0 h.

ton = tonelada, em [kg].

## SUMÁRIO

RESUMO.....	i
ABSTRACT .....	iii
LISTA DE FIGURAS.....	iv
LISTA DE TABELAS.....	vi
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	vii
1.0 INTRODUÇÃO .....	20
2.0 JUSTIFICATIVA .....	22
3.0 OBJETIVOS .....	22
3.1 GERAL.....	22
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	22
4.0 REVISÃO SOBRE A LITERATURA.....	23
4.1. <i>Materiais Cerâmicos</i> .....	23
4.1.1 Matérias Primas .....	26
a) Caulim .....	26
b) Feldspato .....	27
c) Quartzo .....	28
d) Gipsita (Carago).....	29
4.2 <i>OBTENÇÃO DO PÓ</i> .....	30
4.3 <i>CARACTERIZAÇÃO FÍSICA</i> .....	30
4.3.1 Análise Granulométrica.....	30
4.3.2 Densidade Real de Partículas (balão volumétrico).....	32
4.3.3 Retração Linear (RL).....	32
4.3.5 Curvas de Gresificação.....	33
4.3.4 Porosidade .....	33
4.4 <i>CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA</i> .....	34
4.4.1 Difração de Raios-X (DRX).....	34
4.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	34
4.4.3 Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS) .....	35
4.5 <i>CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA</i> .....	35
4.5.1 Tensão Normal e Deformação .....	36
4.5.2 Diagrama Tensão/Deformação .....	37
4.5.3 Modulo de Elasticidade ou de Young (E) .....	38
4.5.4 Ensaio de Compressão Diametral.....	38
4.6 <i>CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA</i> .....	39
4.6.1 Condutividade Elétrica ( $\sigma$ ) .....	39

4.6.2 Resistividade Elétrica ( $\rho$ ) .....	39
4.6.3 Resistência (R) .....	40
4.6.4 Capacitores e Capacitância (C) .....	42
4.6.5 Dielétricos e Constante Dielétrica (K).....	43
4.6.6 Fator de Dissipação Dielétrica (D ou $\text{tg } \delta$ ).....	45
<b>4.7 SINTERIZAÇÃO.....</b>	<b>45</b>
<b>5.0 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS.....</b>	<b>48</b>
<b>5.1 MATÉRIAS-PRIMAS.....</b>	<b>49</b>
5.1.1 Coleta do carago .....	49
<b>5.2 PREPARAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS .....</b>	<b>50</b>
5.2.1 Trituração, Secagem e Moagem .....	50
<b>5.3 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....</b>	<b>51</b>
5.3.1 Caracterização Física.....	52
5.3.1.1 Granulometria (Dispersão Total).....	52
5.3.1.2 Densidade de Partículas (Balão Volumétrico) .....	52
5.3.2 Caracterização Mineralógica .....	52
5.3.2.1 Difração de Raios-X.....	52
5.3.3 Caracterização Elétrica.....	53
5.3.3.1 Condutividade Elétrica.....	53
<b>5.4 FORMULAÇÃO E PREPARAÇÃO DAS MASSAS CERÂMICAS.....</b>	<b>53</b>
5.4.1 Dosagem por Medida de Massa .....	53
5.4.2 Mistura e Homogeneização .....	55
<b>5.5 CONFORMAÇÃO DOS CORPOS CERÂMICOS – PRENSAGEM .....</b>	<b>55</b>
<b>5.6 SINTERIZAÇÃO DOS CORPOS CERÂMICOS.....</b>	<b>56</b>
<b>5.7 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS CERÂMICOS SINTERIZADOS.....</b>	<b>57</b>
5.7.1 Caracterização Física.....	57
5.7.1.1 Perda de Massa.....	57
5.7.1.2 Ensaio de Retração Linear.....	58
5.7.1.3 Absorção D'água .....	58
5.7.2 Caracterização Mineralógica .....	58
5.7.2.1 DRX.....	59
5.7.2.2 MEV e EDS.....	59
5.7.4 Caracterização Mecânica.....	60
5.7.4.1 Ensaio de Compressão Diametral.....	60
5.7.4.2 Módulo de Elasticidade e/ou Módulo de Young (E).....	61
5.7.5 Caracterização Elétrica.....	62
5.7.5.1 Resistência Elétrica .....	62

5.7.5.2 Resistividade Elétrica .....	63
5.7.5.3 Capacitância .....	63
5.7.5.4 Fator de Dissipação (D).....	64
5.7.5.5 Constante Dielétrica (K).....	64
<b>6.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>65</b>
<b>6.1 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ DAS SUBSTÂNCIAS.....</b>	<b>65</b>
6.1.1 Análise Granulométrica.....	65
6.1.2 Densidade Real da Massa Granulada .....	65
6.1.3 Análise da Condutividade Elétrica .....	66
6.1.4 DRX.....	66
<b>6.2 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS CERÂMICOS SINTERIZADOS.....</b>	<b>69</b>
6.2.1 Gráfico do processo de sinterização .....	69
6.2.2 Perda de Massa .....	69
6.2.3 Retração Linear .....	70
6.2.4 Absorção D'água .....	71
6.2.5 Comparação entre Absorção D'água e Retração Linear .....	72
6.2.6 Módulo de Elasticidade ou de Young (E) .....	73
6.2.7 Resistividade Elétrica .....	74
6.2.8 Constante Dielétrica (K) nas frequências de 100 Hz, 1 kHz e 10 kHz. ....	75
6.2.9 DRX.....	78
6.2.10 MEV e EDS .....	82
<b>7. CONCLUSÕES E SUGESTÕES .....</b>	<b>97</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>99</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>105</b>

## 1.0 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a preocupação Mundial com o esgotamento dos recursos naturais tem incentivado o reaproveitamento de resíduos industriais objetivando com isso desacelerar o processo de destruição destes recursos. No Brasil, o uso da marca ambiental como argumento de marketing e o aumento na quantidade e nível das organizações da sociedade civil dedicadas ao tema e a exigência de certificação ambiental às empresas brasileiras exportadoras refletem o crescimento na valorização da preservação ambiental. Esse conjunto de fatores se expressa diretamente em políticas estatais de preservação ambiental e mesmo em contextos normativos da série da ISO 1400 que serve de base para as transações comerciais (CASAGRANDE *et al.*, 2008).

A indústria cerâmica é uma das que mais se destaca na reciclagem de resíduos industriais e urbanos, em virtude de possuir elevado volume de produção que possibilita o consumo de grandes quantidades de rejeitos, o que, aliado às características físico-químicas das matérias-primas cerâmicas e às particularidades do processamento cerâmico, faz da indústria cerâmica uma das grandes opções para reciclagem de resíduos sólidos (ACCHAR, 2008).

O desenvolvimento de trabalhos de pesquisa que contemplem a utilização de resíduos, dentro de uma visão que trata estes como matérias-primas importantes para aplicações com maior valor agregado visando a sua transformação em bens úteis para a sociedade e a proteção do meio ambiente, é uma iniciativa importante e necessária (CASAGRANDE *et al.*, 2008).

O Estado do Rio Grande do Norte é o maior produtor de sal de cozinha (NaCl) do Brasil (DNPM, 2012) e produz uma enorme quantidade de resíduos sólidos entre os quais estão os conhecidos popularmente por malacacheta e carago. Esses resíduos retardam o aquecimento da água salina prejudicando a produção do sal e por esse motivo são pouco utilizados ou muitas vezes descartados pelas salinas produtoras. Estudos desenvolvidos por Gomes (2012) forneceram informações importantes sobre o carago e a malacacheta. Ela observou que estes materiais são constituídos principalmente por sulfato de cálcio di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) comercialmente descrito como gipsita. Devido suas características peculiares a gipsita pode ser utilizada numa série de atividades econômicas tais como na fabricação de cimento, na agricultura como corretivo do solo e fertilizantes, na construção civil como gesso, na indústria química, etc. (BALTAR *et al.*, 2005).

No estudo de Gomes (2012) foram realizadas as técnicas de análise química, mineralógica e térmica do carago. O carago e a malacacheta foram tratados como sendo o

mesmo material, mas visualmente diferentes no aspecto coloração e geométrico. Como as informações físico-químicas desses materiais ainda são escassas é necessário validar os resultados obtidos por Gomes (2012) e ainda realizar outras análises (mineralógica, física, mecânica e elétrica) para que esses resíduos da indústria salineira possam ser melhor aproveitados através da identificação de outras formas de aplicação em materiais cerâmicos.

Nessa ótica, o presente trabalho buscou antes de tudo mudar o destino de aplicação do carago formado nas sub-regiões salineiras do Estado do Rio Grande do Norte, que se localizam dentre os municípios de Areia Branca, Grossos, Macau e Mossoró através da caracterização mineralógica, física e elétrica do pó destes materiais com também da caracterização mineralógica, física, mecânica e elétrica das massas cerâmicas formuladas em função da substituição parcial do feldspato potássico pelo carago e da divulgação dos resultados obtidos para os produtores salineiros.

## **2.0 JUSTIFICATIVA**

O presente trabalho justifica-se pela busca do aproveitamento do resíduo carago ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) do processo de produção de sal da indústria salineira do município de Grossos (RN), e pela investigação do papel da gipsita em substituição parcial do feldspato em uma composição de porcelana dielétrica. Dessa forma, busca-se também agregar valor a esse resíduo ao tentar coloca-lo como matéria-prima secundária no processo de fabricação da porcelana dielétrica.

## **3.0 OBJETIVOS**

### ***3.1 Geral***

O trabalho desenvolvido tem como principal objetivo caracterizar e verificar o papel da aplicação do carago, gerado no processo de produção do sal marinho, como substituto parcial do feldspato em composição de porcelana dielétrica.

### ***3.2 Objetivos Específicos***

- ✓ Caracterizar mineralogicamente os pós através da técnica de DRX.
- ✓ Caracterizar fisicamente os pós através das técnicas de Densidade Real, Granulometria e Condutividade Elétrica.
- ✓ Estudar comportamento da gipsita no sistema cerâmico caulim-feldspato-quartzo em substituição parcial do feldspato.
- ✓ Estudar o comportamento do caráter isolante via determinação da constante dielétrica, da retração linear e da absorção d'água pós-sinterização.
- ✓ Verificar fases e composições formadas após a sinterização das massas através das técnicas de DRX, MEV e EDS.

## 4.0 REVISÃO SOBRE A LITERATURA

### 4.1. Materiais Cerâmicos

Podemos definir o conceito de materiais cerâmicos como sendo todos os materiais inorgânicos, não metálicos, de emprego em engenharia ou produtos químicos inorgânicos (exceto os metais e suas ligas) que são utilizáveis geralmente após o tratamento em temperaturas elevadas. O grande espectro de aplicações dos materiais cerâmicos é devido as suas características específicas, que não são encontradas em nenhum outro tipo de material, por exemplo, a baixa densidade em comparação aos materiais metálicos, alta resistência contra corrosão a desgaste, boas propriedades em altas temperaturas, estabilidade térmica e boa resistência à fluência (ACCHAR, 2008).

Os materiais cerâmicos podem ser divididos em cerâmicas tradicionais, das quais fazem parte: os silicatos, as argilas, as porcelanas, os vidros, etc.; e em cerâmicas técnicas, as quais são também conhecidas como cerâmicas avançadas, cerâmicas de alta performance ou cerâmica fina (ACCHAR, 2010).

Devido a uma significativa evolução tecnológica no setor de revestimentos cerâmicos como, por exemplo, o desenvolvimento e implementação de novos equipamentos, o mesmo apresentou um grande crescimento, chegando a uma produção de aproximadamente 6,3 bilhões de m<sup>2</sup>/ano (BAUCIA *et al.*, 2010). O Rio Grande do Norte possui três grandes polos de cerâmica vermelha, a grande Natal, a região do Seridó e a região do Vale do Assu, se constituindo uma importante atividade econômica do Estado (ACCHAR, 2008).

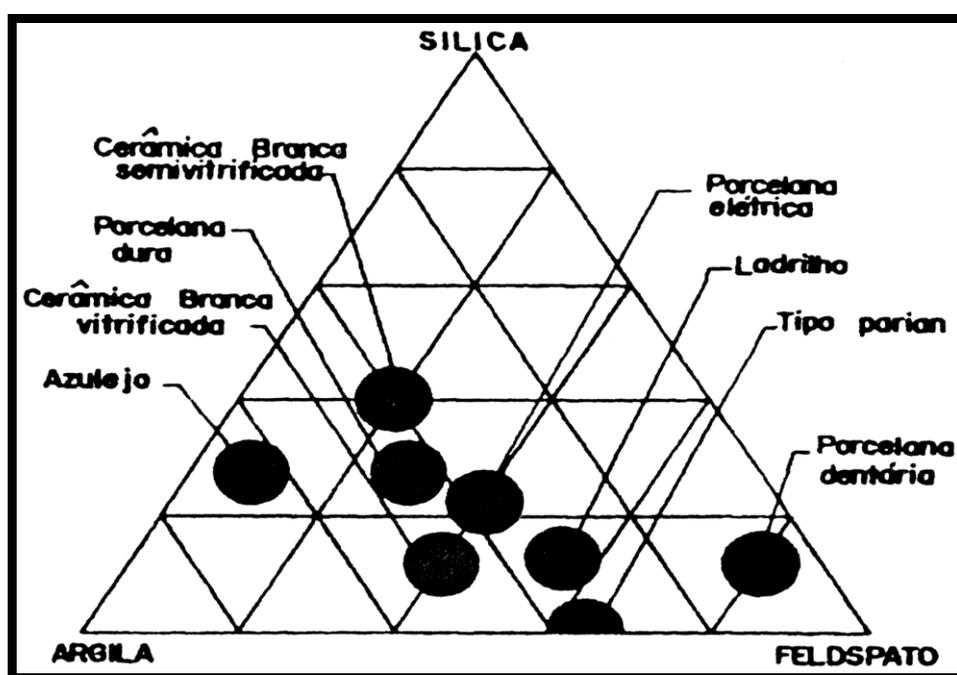
Os materiais cerâmicos geralmente são fabricados a partir da composição de duas ou mais matérias-primas, além de aditivos e água ou outro meio. Mesmo no caso da cerâmica vermelha, para a qual se utiliza apenas argila como matéria-prima, dois ou mais tipos de argilas com características diferentes entram na sua composição. Raramente emprega-se apenas uma única matéria-prima. Dessa forma, uma das etapas fundamentais do processo de fabricação de produtos cerâmicos é a dosagem das matérias-primas e dos aditivos, que deve seguir com rigor as formulações de massas, previamente estabelecidas. Os diferentes tipos de massas são preparados de acordo com a técnica a ser empregada para dar forma às peças. (ABC, 2011).

Para estudo das propriedades elétricas e mecânicas da maioria dos compostos cerâmicos se faz necessário um processo de formulação de massas constituídas por diversos minerais formados por óxidos que são manipulados de acordo com as propriedades que se

quer obter. As formulações geralmente são representadas por diagramas de fases ternários, que geralmente possuem formato piramidal, onde os óxidos majoritários são colocados nos vértices da pirâmide.

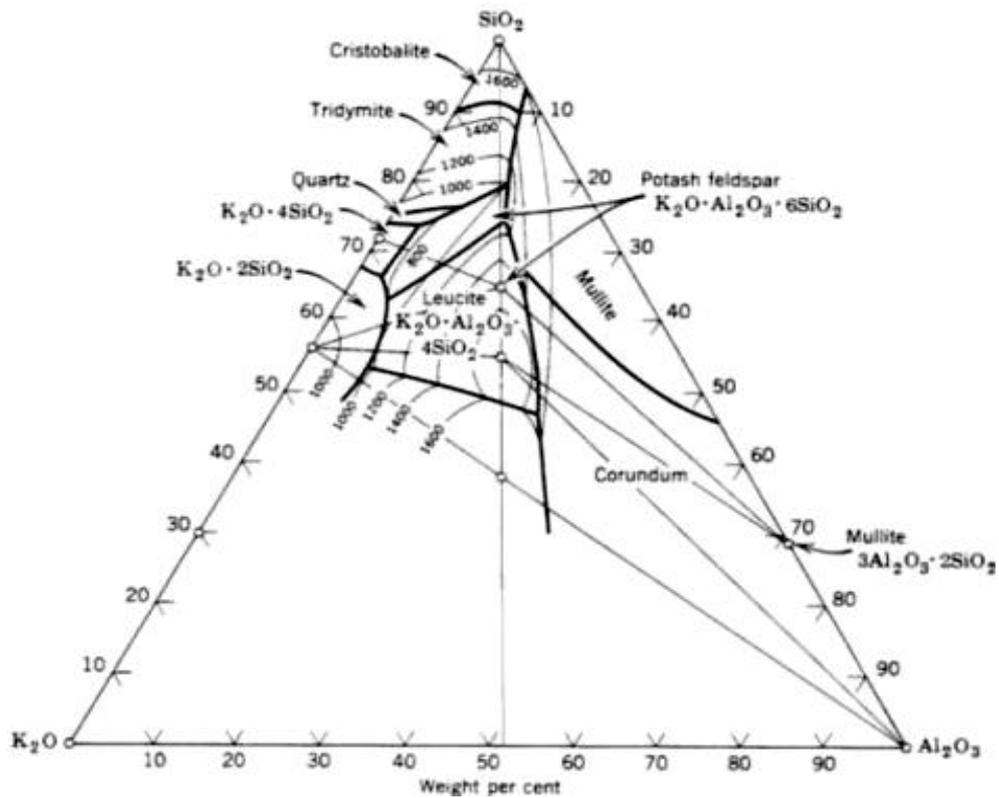
A etapa de preparação das massas é a mais importante de todas, pois possibilita a massa determinadas características que influenciam outras etapas do processo, bem como nas propriedades finais do produto. O que ajuda na busca da composição ideal para o produto desejado (NETO, 2007).

Na Figura 1 podemos ver uma ilustração da relação das matérias-primas em função do produto que se deseja produzir (NUNES FREIRE, 2007).

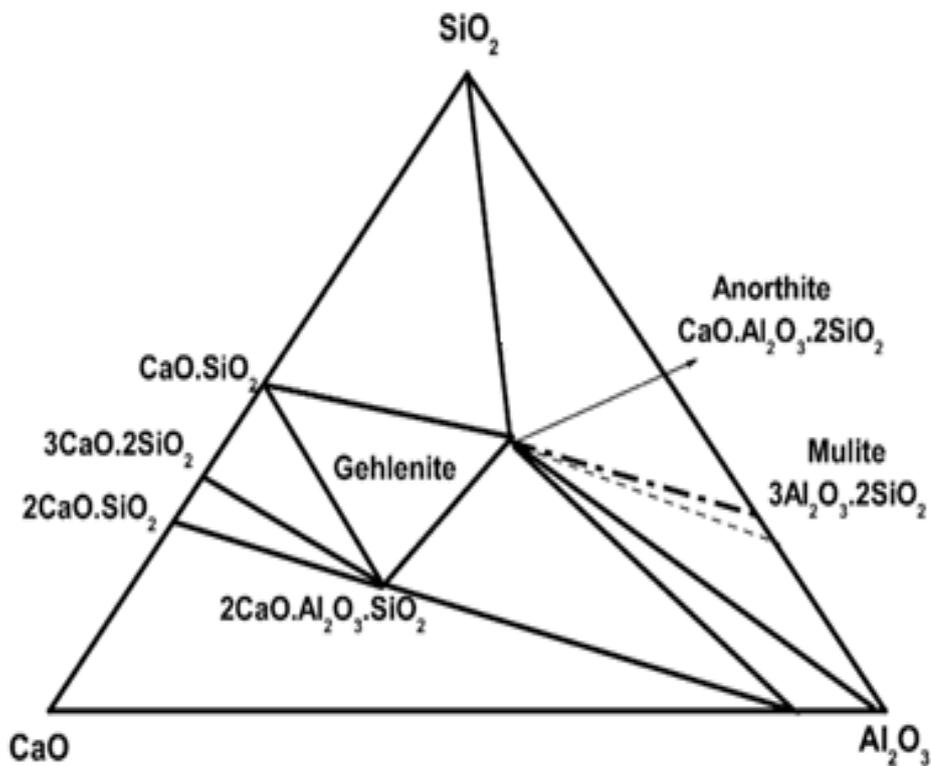


**Figura 1.** Diagrama geral de composições para produtos cerâmicos resultantes do sistema argila – feldspato – sílica (NORTON, 1973 apud NUNES FREIRE, 2007).

De acordo com a formulação de cada composição, pressão de compactação e patamares de temperatura de sinterização, as cerâmicas podem formar novas fases, resultado das reações físico-químicas que podem ocorrer por formação de fase líquida ou não. As Figuras 2 e 3 mostram possíveis transformações que podem ocorrer nos diagramas ternários  $K_2O - SiO_2 - Al_2O_3$  e  $CaO - Al_2O_3 - SiO_2$  em função do percentual em massa de cada composição e da temperatura de sinterização.



**Figura 2.** Diagrama ternário  $K_2O - SiO_2 - Al_2O_3$  em função do percentual de massa e da temperatura de sinterização com possíveis transformações. Fonte: Norton, 1973.



**Figura 3.** Diagrama ternário  $CaO - Al_2O_3 - SiO_2$  em função do percentual de massa e da temperatura de sinterização com possíveis transformações. Fonte: adaptado de SOUZA, 2008.

#### 4.1.1 Matérias Primas

As massas cerâmicas são tradicionalmente compostas por uma argila plástica, um material não-plástico à base de quartzo e um fundente à base de feldspatos (SÁNCHEZ-MUÑOZ *et al.*, 2002).

##### a) Caulim

O caulim é uma argila refratária constituída principalmente de caulinita ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{Si}_4\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), um silicato de alumínio hidratado. A composição química teórica da caulinita é de 39,50 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 46,54 % de  $\text{SiO}_2$  e 13,96 % de  $\text{H}_2\text{O}$ , no entanto, podem ser observadas pequenas variações em sua composição (LUZ *et al.*, 2005; ACCHAR, 2006).

Em função de suas propriedades físicas e químicas, o caulim pode ser utilizado em uma grande variedade de produtos. A brancura, opacidade, grande área de superfície e baixa abrasividade o torna uma matéria-prima ideal para a produção de papel. Sua utilização permite uma redução da quantidade de madeira cara necessária, melhora as propriedades ópticas do papel e suas características de impressão. É muito adequado como um agente de enchimento ou pigmento, porque além da brancura, mantém-se quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH, não é abrasivo, possui baixo calor e condutividade elétrica e oferece brilho e opacidade. As formas hidratado ou calcinado podem melhorar as propriedades ópticas, mecânicas e reológicas de uma tinta. Ele acrescenta resistência, resistência à abrasão e rigidez à borracha. É utilizado em formulações descritas como louças brancas, que consiste de talheres, louças sanitárias e pavimentos e revestimentos cerâmicos. Fornece força e plasticidade na formação destes produtos. Para os polímeros fornece superfícies lisas, estabilidade dimensional e resistência ao ataque químico, para esconder os padrões de reforço de fibras e para reduzir o encolhimento durante o craqueamento do polímero. Utilizado também em cabos de PVC cuja principal função é melhorar as propriedades elétricas. Outra aplicação importantes é em películas onde transmite características de anti-bloqueio ou de absorção de infravermelho. É também uma importante matéria-prima para refratários indústrias de catalisador, cimento e fibra de vidro. Também é utilizado em muitos outros processos industriais (IMA, 2011).

O Brasil ocupa a 5ª posição no ranking mundial de produtores de caulim com praticamente 2 milhões de toneladas produzidas em 2011, ou 5,8 %. Completam a lista de maiores produtores a Alemanha com 4,5 milhões de toneladas, o que equivale a 13,5 % e a República Tcheca com 10,7 % da produção mundial, ou seja, 3,5 milhões de toneladas. A produção interna, em 2011, continuou sendo liderada pelo estado do Pará que possui as duas

maiores produtoras nacionais localizadas no município de Ipixuna do Pará, juntas as duas empresas foram responsáveis por mais de 85 % da produção de 2011, ou algo em torno de 1,5 milhões de toneladas (DNPM, 2012).

#### b) Feldspato

Os feldspatos são um grupo de minerais cuja composição química é descrita pela fórmula  $(K, Na, Ca)(Si, Al)_4O_8$ . São silicatos de alumínio contendo diferentes proporções de cálcio, potássio, sódio. Feldspatos são, de longe, o grupo mais abundante de minerais da crosta terrestre, formando cerca de 60 % das rochas. Eles ocorrem em rochas graníticas e são os principais minerais dos pegmatitos, associados a diversos outros minerais, tornando difícil a quantificação com precisão de suas reservas, que são abundantes em todos os países produtores (IMA, 2011; DNPM, 2012).

As indústrias de cerâmica e vidro são os principais consumidores de feldspato no Brasil. Na fábrica de cerâmica, o feldspato é o segundo ingrediente mais importante depois do barro atuando como fundente (diminuindo a temperatura de fusão), além de fornecer  $SiO_2$  (sílica). É um ingrediente importante na fabricação de vidro porque atua como um agente de fluxo reduz a temperatura de fusão do quartzo o que ajuda a controlar a viscosidade do vidro e é fonte de alumina ( $Al_2O_3$ ), álcalis ( $Na_2O$  e  $K_2O$ ) e sílica ( $SiO_2$ ). Também utilizado como agentes de enchimento e extensores em aplicações tais como tintas, plásticos e borracha. As propriedades benéficas dos feldspatos incluem boa dispersabilidade, inércia química, o pH estável, alta resistência à abrasão, baixa viscosidade, índice de refração interessante e resistência à geada. Entra na composição de esmalte, assegurando a ausência de defeitos e a limpeza do produto final: esmaltes de cerâmica, sanitários, louças, porcelana. Possui muitas outras utilizações: na pintura final, em abrasivos leves, uretano, eletrodos de solda (produção de aço), látex espuma, como um revestimento da haste de soldadura, agregado estrada (IMA, 2011; DNPM, 2012).

Os maiores produtores, no ano de 2011, foram: Turquia (23,9 %), Itália (22,4 %), China (10,0 %), Estados Unidos da América (3,3 %), França (3,1 %), Coreia do Sul (3,0 %), Tailândia (3,0 %), Japão (2,9 %), e Espanha (2,9 %). A produção brasileira responde por aproximadamente de 1,6 % do total mundial. No Brasil, o Estado de Minas Gerais foi responsável por 50,4 % da produção bruta de 2011, seguido por Paraná (30,8 %), Santa Catarina (8,8 %), Rio Grande do Norte (4,2 %), Paraíba (4,2 %), Bahia (0,7 %), São Paulo (0,7 %), Pernambuco (0,1 %) e Espírito Santo (0,1 %). O consumo de feldspato na indústria brasileira de vidro vem diminuindo devido ao uso de produtos substitutos como a alumina e

ao aumento da reciclagem. Eles podem ser substituídos em várias de suas aplicações por agalmatolito, areia feldspática, argila, escória de alto-forno, filito, nefelina sienito, pirofilita e talco (DNPM, 2012).

### c) Quartzo

A fase estável da sílica ( $\text{SiO}_2$ ) à temperatura ambiente, conhecida como quartzo- $\alpha$ , é um dos minerais mais abundantes da crosta terrestre, cerca de 12 % (FRONDEL, 1962 apud GUZZO, 2008) é encontrado em todos os tipos de rocha, de todas as idades geológicas (LUZ & LINS, 2005). Pode ser transparente a translúcido, é normalmente incolor ou branco, mas é frequentemente colorido pelas impurezas tais como o ferro. Apresenta várias funções nas massas cerâmicas, podendo atuar como carga, como agente refratário e na fabricação de vidros, como componente principal. É um dos principais materiais utilizados no setor cerâmico (ACCHAR, 2006; IMA, 2011). Além da piezeletricidade, as propriedades físicas mais relevantes do quartzo são as elásticas e ópticas. Por exemplo, a hegemonia do ressonador a quartzo decorre da estabilidade e linearidade de suas propriedades elásticas em função da temperatura, enquanto que sua aplicação na indústria de dispositivos ópticos deve-se à sua transmitância em uma ampla faixa do espectro eletromagnético (GUZZO, 2008).

O cristal de quartzo pode ser obtido na natureza (ocorrências ou jazidas) ou por crescimento hidrotérmico (cultured quartz) na indústria de cristais cultivados. As reservas mundiais de grandes cristais naturais ocorrem quase exclusivamente no Brasil e, em quantidades menores, em Madagascar, Namíbia, China, África do Sul, Canadá e Venezuela. Desde os anos 1930 até o final da década de 1970, o Brasil se destacava como fornecedor do quartzo natural, sendo posteriormente substituído pelo quartzo cultivado, que passou a obter ampla aceitação na maioria das aplicações. Os fabricantes nacionais de cristais osciladores e filtros de cristal importam as barras de cristais cultivados. Em 2011, a produção de cristal cultivado no Brasil foi bem limitada, continuando assim a dependência brasileira deste produto de importância estratégica para a indústria eletrônica nacional. O continente asiático continua sendo a região que concentra os maiores produtores mundiais de quartzo cultivado. O mercado brasileiro o cristal de quartzo é utilizado na confecção de dispositivos piezoelétricos controladores de frequência. A indústria de cristais osciladores e filtros de quartzo é a consumidora de barras de quartzo cultivado importado. Os principais setores de

utilização dos cristais osciladores e filtros de quartzo produzidos no Brasil são as indústrias de relógios eletrônicos, jogos eletrônicos, automóveis, equipamentos de telecomunicações, computadores e equipamentos médicos (DNPM, 2012).

#### d) Gipsita (Carago)

O mineral gipsita é um sulfato de cálcio di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), que ocorre em diversas regiões do mundo. Os minerais de sulfato de cálcio podem ocorrer na natureza nas formas di-hidratada (gipsita:  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), desidratada (anidrita:  $\text{CaSO}_4$ ) e, raramente, semi-hidratada (bassanita:  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ). A composição química teórica da gipsita é de 32,5 % de CaO, 46,6 % de  $\text{SO}_3$  e 20,9 % de  $\text{H}_2\text{O}$ . A gipsita cristaliza no sistema monoclinico e pode se apresentar sob formas variadas: espato acetinado, variedade com aspecto fibroso e brilho sedoso; alabastro uma variedade maciça, microgranular e transparente; e selenita caracterizada por cristais com clivagens largas, incolores e transparentes (BALTAR *et al.*, 2005).

As rochas minerais que dão origem ao gesso geralmente são formadas através de depósitos evaporíticos naturais originados de antigos oceanos ou em evaporitos construídos para produção de sais, como ocorre nas salinas. A formação geológica desses depósitos de sais é explicada pela grande ocorrência de precipitação, seguida de evaporação e consequente concentração dos sais (adaptado de JORGENSEN, 1994).

Devido às suas características peculiares, a gipsita, nas formas natural e calcinada, encontra aplicação em uma série de atividades industriais. A forma natural é amplamente utilizada na fabricação de cimento, adicionada ao clínquer durante a moagem para retardar o tempo de pega do cimento; na agricultura pode atuar como agente corretivo de solos ácidos (como fonte de cálcio), fertilizante em culturas específicas e como condicionador de solos (aumentando a permeabilidade, a aeração, a drenagem, a penetração e retenção da água). Na forma calcinada, conhecida como gesso, encontra várias utilizações na construção civil, como material ortopédico ou dental etc. (BALTAR *et al.*, 2005). Assim como o feldspato, o carago é uma fonte de cálcio, mais precisamente de óxido de cálcio, que é obtido da calcinação do  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (CALVO, 2003). Esse óxido pode formar fases dentro da estrutura das cerâmicas proporcionando melhorias nas propriedades mecânicas.

Pernambuco é o principal produtor de gipsita do Brasil, sendo responsável por 91,5 % do total de gipsita produzida pelo país em 2011, destaque para o chamado “polo gesseiro do Araripe”, situado no extremo oeste pernambucano e formado pelos municípios de Araripina, Trindade, Ipubi, Bodocó e Ouricuri. Os demais estados produtores de gipsita são: Maranhão

(4,9 %), Ceará (2,4 %), Amazonas (1,1 %) e Tocantins (0,1 %). A expansão recente da indústria da construção civil pressionou a demanda na indústria gesseira, elevando os preços e atraindo novos investidores. Os investimentos declarados pelos mineradores de gipsita atingiram o valor recorde de aproximadamente R\$ 30 milhões. Fontes do mercado informam que no polo gesseiro do Araripe (PE) estão em implantação cerca de 30 novas calcinadoras (unidades produtoras de gesso), embora não quantifiquem o valor total do investimento (DNPM, 2012).

É importante considerar que a gipsita utilizada no presente trabalho é um resíduo da indústria salineira do estado do Rio Grande do Norte, cuja denominação local (jargão) é estabelecida como carago.

#### ***4.2 Obtenção do Pó***

Para efeitos de separação mineral, cominuição (redução de tamanho) dos materiais sólidos por trituração ou moagem é uma medida necessária para libertar os constituintes daquele material (ZUSSAMAN, 1967). O processo de cominuição mecânica consiste basicamente na redução de tamanho das partículas do pó. Existe uma larga faixa de equipamentos disponíveis para este fim como, moinhos de mandíbula, de barras, de bolas, etc., operando a úmido ou a seco. As forças mecânicas que atuam durante o processo de cominuição são tensão, compressão, cisalhamento e impacto. Portanto, o conhecimento prévio da dureza do material e a distribuição de tamanho final requerida facilitam a escolha do equipamento (GOMES, 1993).

Os principais tipos de moinhos de cominuição são moinhos de bolas, vibratórios, centrífugas, colóide e de fluido energético. A ação de quebra em cada caso é considerada alta, devido: ao atrito e tamboreamento (moinhos de bolas); alta frequência de vibração (moinho vibratório) e colisão de partículas (fluido energético). Na prática, o limite inferior do tamanho das partículas produzidas por esta técnica está em torno de 1  $\mu\text{m}$  (GOMES, 1993).

#### ***4.3 Caracterização Física***

##### ***4.3.1 Análise Granulométrica***

A Granulometria é uma grandeza que controla a cinética das reações, sendo inversamente proporcional ao tamanho das partículas, quanto maior o tamanho das partículas submetidas a um ensaio ATD (Análise Térmica Diferencial), maior será a temperatura

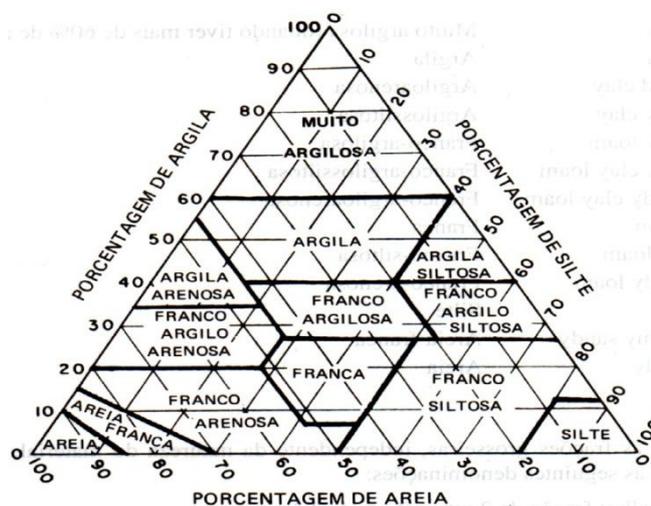
necessária para o surgimento na fase esperada ou mesmo da liberação de certas substâncias (ACCHAR, 2008).

A análise granulométrica de partículas sólidas compreende a determinação do tamanho das mesmas, bem como da frequência com que ocorrem em uma determinada classe ou faixa de tamanho (LIMA & LUZ, 2001).

O método mais divulgado para efetuar a análise granulométrica de sedimentos grosseiros é o do peneiramento. De acordo com a escala granulométrica brasileira da ABNT-NBR 6502, classificamos “as frações constituintes” do solo como:

- ✓ **Areia grossa** - Areia com grãos de diâmetros compreendidos entre 0,60 mm e 2,0 mm.
- ✓ **Areia média** - Areia com grãos de diâmetros compreendidos entre 0,20 mm e 0,60 mm.
- ✓ **Areia fina** - Areia com grãos de diâmetros compreendidos entre 0,06 mm e 0,2 mm.
- ✓ **Silte** - É formado por partículas com diâmetros compreendidos entre 0,002 mm e 0,06 mm.
- ✓ **Argila** - Solo de granulação fina constituído por partículas com dimensões menores que 0,002 mm, apresentando coesão e plasticidade.

Uma análise de determinação da classe textural, feita no campo ou em laboratório, utiliza o triângulo textural. Os valores obtidos a partir da estimativa dos percentuais das diferentes frações (método expedito) ou pelo emprego da análise granulométrica, são lançados no triângulo textural representado pela Figura 4 (NASCIMENTO *et al.*, 2003).



**Figura 4.** Diagrama de Classificação Textural. Fonte: Lemos & Silva, 1966.

#### 4.3.2 Densidade Real de Partículas (balão volumétrico)

A densidade real de partículas tem como princípio a determinação do volume de álcool necessário para completar a capacidade de um balão volumétrico, contendo solo seco em estufa (PAULA & DUARTE, 1997). O método do balão volumétrico é um dos métodos mais frequentemente empregados para determinação da densidade de partículas do solo. Dispensa o uso da câmara de vácuo e fervura da suspensão, em função da maior facilidade de penetração do álcool pelas interfaces dos constituintes da amostra, por apresentar baixa tensão superficial quando comparado à água (GUBIANI *et al.*, 2006). A densidade de partículas pode ser obtida pela Equação 1:

$$d_p = \frac{a}{(50 - b)}, \quad (1)$$

onde,

$d_p$  = densidade de partícula, em (g/cm<sup>3</sup>);

$a$  = peso da amostra seca a 105 °C, em (g);

$b$  = volume de álcool gasto, em (ml);

50 = 50 ml, volume do balão volumétrico utilizado.

#### 4.3.3 Retração Linear (RL)

A retração linear ( $\Delta L/L_0$ ) na maioria das aplicações deve ser mínima para se ter um bom controle das dimensões e evitar distorções estruturais. Todavia, quando o objetivo é obter um sinterizado denso, a contração deve ser máxima. Dentre as técnicas de medidas da contração linear, a mais precisa é o dilatômetro, a qual acompanha o processo de contração durante a sinterização em função do tempo e/ou da temperatura de sinterização. Neste caso, também pode obter-se alta precisão através de amplificação eletrônica. Cuidados devem ser tomados para que o sensor exerça o mínimo possível de pressão para não influir na contração. Outra técnica bastante aplicada rotineiramente para avaliação da contração linear em cada processo de sinterização é através do micrômetro, onde as medidas de uma dimensão linear são tomadas antes ( $L_0$ ) e depois ( $L_f$ ) do processo de sinterização. Uma avaliação deve ser feita para se ter certeza se a retração é isotrópica (GOMES, 1993).

O valor percentual da retração e/ou contração linear pode ser obtido como está na Equação 2:

$$RL (\%) = \frac{L_o - L_f}{L_o} \times 100, \quad (2)$$

onde,

RL = retração linear, em (%);

$L_o$  = comprimento inicial, em (m);

$L_f$  = comprimento final, em (m).

#### 4.3.5 Curvas de Gresificação

Duas das principais variações sofridas pelo corpo cerâmico durante a sinterização são a diminuição da porosidade, que pode ser caracterizada pela absorção de água (AA), e a retração, que é geralmente caracterizada através da retração linear (RL). Portanto essas variáveis podem ser utilizadas como parâmetros para avaliar o comportamento de uma determinada massa cerâmica durante a sinterização (MELCHIADES *et al.*, 1996). A curva de gresificação é a representação gráfica simultânea das variações da absorção de água (AA) e retração linear (RL) da peça em função da temperatura de sinterização (MELCHIADES *et al.*, 1996; SÁNCHEZ-MUÑOZ *et al.*, 2002).

#### 4.3.4 Porosidade

O efeito da porosidade nas propriedades dos materiais cerâmicos tem sido estudado a longa data (pelo menos desde a década de 1950), pois a principal rota de processamento destes materiais é a tecnologia do pó, que geralmente resulta em uma fração de poros residual involuntária, em decorrência da limitação do processo de densificação na sinterização ou da otimização tecnológica de custo/benefício, ou proposital, quando se deseja obter materiais porosos para aplicação como suportes catalíticos ou filtros. Apesar dos diversos estudos, há muito ainda a se compreender sobre o efeito da porosidade nas propriedades físicas das cerâmicas e de outros materiais (RICE, 1996).

Essa propriedade é a característica mais importante dos materiais sinterizados. Dependendo da aplicação, a presença de poros pode ser importante ou não, como também o controle da porosidade final. Para as aplicações estruturais, a eliminação da porosidade é uma propriedade importante; no entanto, existe uma série de aplicações cuja porosidade (interconectada) é o fator mais importante. Dentre essas aplicações destacam-se os filtros

cerâmicos, azulejos, materiais para implantes cirúrgicos, além de inúmeras aplicações cuja principal característica é aproveitar a porosidade do material (adaptado de GOMES, 1993).

Existem vários estudos que relacionam a porosidade com a resistência mecânica, sendo que, todos eles mostram que a resistência mecânica é inversamente proporcional à porosidade (ACCHAR, 2010).

Trabalhos como os desenvolvidos por Koldayeva (2004) mostram que a porosidade é um fator crítico para todas as propriedades dielétricas.

#### **4.4 Caracterização Mineralógica**

##### 4.4.1 Difração de Raios-X (DRX)

De maneira geral podemos afirmar que todas as propriedades de um sólido cristalino se relacionam de um modo ou de outro à sua estrutura cristalina. A técnica mais comum usada para a determinação dessas estruturas é a difração de raio-X. Essa radiação possui um comprimento de onda da ordem, de alguns angstroms, a mesma ordem do espaçamento entre os átomos em um cristal (OLIVEIRA & JESUS, 2005).

Os ângulos e intensidade nos quais o feixe de raios-X é difratado são características da estrutura cristalina, da composição e do empacotamento atômico dos elementos presentes na amostra. A intensidade do feixe difratado é normalmente inferior ao feixe incidente devido à polarização, absorção, difusão, etc., que ocorrem durante a análise de difração de raios-X (ACCHAR, 2008).

##### 4.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Um microscópio eletrônico de varredura (MEV) utiliza um feixe de elétrons no lugar de fótons utilizados em um microscópio óptico convencional, o que permite solucionar o problema de resolução relacionado com a fonte de luz branca (DEDAVID *et al.*, 2007).

O MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise de características microestruturais de objetos sólidos. A principal razão de sua utilidade é a alta resolução que pode ser obtida quando as amostras são observadas; valores da ordem de 2 a 5nm são geralmente apresentados por instrumentos comerciais, enquanto instrumentos de pesquisa avançada são capazes de alcançar uma resolução melhor que 1nm (NAGATANI *et al.*, 1987; DEDAVID *et al.*, 2007).

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. Por um sistema de bobinas de deflexão, o feixe pode ser guiado de modo a varrer a superfície da amostra segundo uma malha retangular. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação. A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (W) aquecido, operando numa faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o ânodo. Ele é, em seguida, focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas com um ponto (spot) menor que 4 nm. O feixe interagindo com a amostra produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores adequados e convertidas em um sinal de vídeo (DENAVID *et al.*, 2007).

#### 4.4.3 Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS)

A técnica de espectroscopia de raios-X por dispersão (EDS) considera o princípio de que a energia de um fóton ( $E_f$ ) está relacionada com a frequência eletromagnética ( $\nu$ ) pela relação  $E_f = h_p \nu$ , onde “ $h_p$ ” é a constante de Planck. Fótons com energias correspondentes a todo espectro de raios-X atingem o detector de raios-X quase simultaneamente, e o processo de medida é rápido, o que permite analisar os comprimentos de onda de modo simultâneo (DEDAVID *et al.*, 2007).

#### 4.5 Caracterização Mecânica

As características mecânicas dos materiais estão associadas ao comportamento de tais diante da aplicação de um sistema de forças externas que, quando aplicadas, tentam vencer as forças internas de ligação entre as partículas elementares que constituem os mesmos, podendo provocar determinada quantidade de deformação de natureza plástica ou elástica no material. (HIGGINS, 1987).

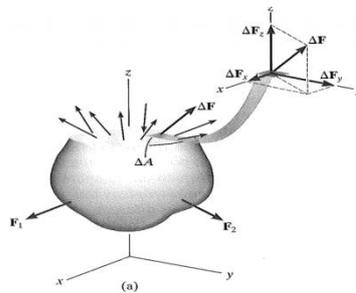
Para determinação das propriedades mecânicas aplicam-se cargas que são distribuídas internamente, decompostas em componentes de forças que podem causar uma mudança na forma geométrica de uma determinada peça ou corpo. O resultado do ensaio pode fornecer

dados referentes à capacidade de transmitir e resistir aos esforços aos qual o material foi submetido (CHIAVERINE, 1986).

#### 4.5.1 Tensão Normal e Deformação

A intensidade da força, ou força por unidade de área que age perpendicularmente a uma dada área  $\Delta A$  é definida como tensão normal ( $\sigma_{nz}$ ) (Figura 5). Visto que  $\Delta F_z$  é normal à área, Equação 3, temos que (HIBBELER, 2010):

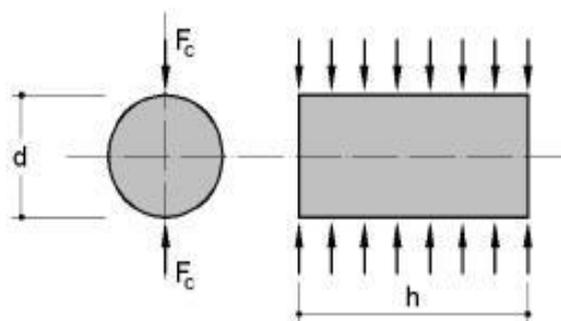
$$\sigma_{nz} = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta F_{nz}}{\Delta A} . \quad (3)$$



**Figura 5.** Decomposição de forças. Fonte: HIBBELER, 2010.

Se a força normal tracionar o elemento de área  $\Delta A$ , como esta na Figura 5 acima, ela será denominada de tensão de tração, ao passo que, se comprimir o elemento  $\Delta A$  ela será denominada tensão de compressão (HIBBELER, 2010).

No caso especificamente da tensão de compressão, nota-se um comportamento inverso com relação à tração, pois neste tipo de ensaio as partes do material adjacentes ao plano de tensão tendem a comprimir-se uma contra outra (CHIAVERINE, 1986). A Figura 6 pode nos dar uma noção da aplicação da força de compressão diametral:



**Figura 6.** Ensaio de tração por compressão diametral. Fonte: Pinheiro, 2007.

Matematicamente, há somente dois tipos de cargas ou de tensões, pois a compressão pode ser considerada uma versão negativa da tração (CHIAVERINE, 1986). Já a deformação se refere à alteração de forma proporcional produzida em um material sob influência de tensão. Podendo ocorrer de forma elástica (os átomos são deslocados de suas posições originais e quando cessada a carga retornam as condições normais), ou plástica (quando os átomos uma vez deslocados passam a assumir as novas posições mesmo com retirada da carga) (HIGGINS, 1987).

#### 4.5.2 Diagrama Tensão/Deformação

Pelos dados obtidos em um ensaio de tração ou compressão, é possível calcular vários valores da tensão e da deformação correspondentes no corpo de prova e então, construir um gráfico com esses resultados. A curva resultante é denominada diagrama tensão-deformação (HIBBELER, 2010) (Figuras 7 e 8).

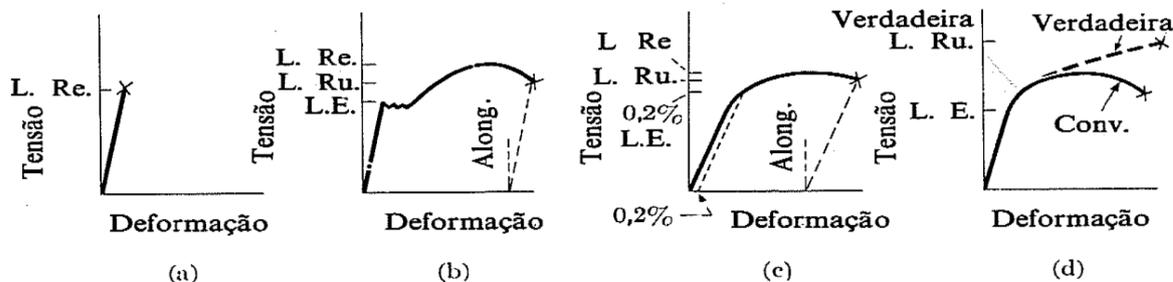


**Figura 7.** Relação elástica tensão-deformação. A deformação elástica é diretamente proporcional à tensão. Fonte: Vlack, 2000.



**Figura 8.** Relação plástica tensão-deformação. A deformação plástica que se segue à deformação elástica inicial não é reversível. A deformação elástica continua a aumentar durante a deformação plástica, mas é reversível. Fonte: Vlack, 2000.

A Figura 9 é uma representação gráfica da relação tensão-deformação para diferentes materiais, sendo que, para todos tem-se um intervalo de deformação elástica.



**Figura 9.** Diagrama tensão-deformação. (a) Material não dúctil sem deformação plástica (exemplo: Ferro fundido); (b) Material dúctil com limite de escoamento (exemplo: aço de

baixo carbono); (c) Material dúctil sem limite de escoamento nítido (exemplo: alumínio); (d) Curva verdadeira tensão-deformação versus curva convencional; L.Ru.= Limite de ruptura, L.Re.= Limite de resistência, L.E.= Limite de escoamento, Along.= Alongação, X= ruptura. Fonte: Vlack, 2000.

#### 4.5.3 Modulo de Elasticidade ou de Young (E)

Modulo de Young (E) é a relação entre a tensão aplicada e a deformação elástica que ela produz. Em outras palavras, é a tensão necessária para produzir uma quantidade unitária de deformação elástica. Esse Módulo está vinculado à rigidez do material e o seu valor é bastante importante para a engenharia (HIGGINS, 1982).

Essa medida é uma propriedade intrínseca dos materiais, com relação direta da composição química, microestrutura e aspectos físicos do material produzido (poros, trincas etc.). Podemos medir essa grandeza conhecendo-se tensão aplicada e a deformação sofrida pelo material, uma vez que seu valor é resultado da razão entre a tensão e a deformação como se encontra na Equação 4 (CALLISTER Jr., 2007):

$$E = \frac{\sigma_r}{\varepsilon}, \quad (4)$$

onde,

E = módulo de elasticidade ou módulo de Young, em (MPa);

$\sigma_r$  = tensão de ruptura, em (MPa);

$\varepsilon$  = deformação, em (mm/mm).

#### 4.5.4 Ensaio de Compressão Diametral

O ensaio de compressão diametral é um método utilizado para determinação da resistência à tração de corpos de prova (ABNT NBR 7222, 1994). Ele é determinado pela ação de duas forças de compressão distribuídas linearmente e diametralmente opostas. Essas ações são fornecidas por uma prensa mecânica, gerando ao longo do diâmetro solicitado, tensões de tração uniformes perpendiculares ao diâmetro do corpo de prova. As forças são aplicadas até que ocorra à ruptura do corpo de prova por tração indireta (MIGLIORINI *et al.*, 2012).

É uma propriedade intrínseca dos materiais, está diretamente relacionada com a composição química, microestrutura e aspectos físicos de formação do material (poros, trincas

etc.). A resistência à tração por compressão diametral, ou mais precisamente a tensão de ruptura por compressão diametral é calculada pela Equação 5 (ABNT NBR 7222, 1994):

$$f_{ct,sp} = \frac{2.F}{\pi.d.l'} \quad (5)$$

onde,

$f_{ct,sp}$  = é a resistência à tração por compressão diametral, expressa com três algarismos significativos, em (MPa);

$F$  = é a força máxima obtida no ensaio, em (N);

$d$  = é o diâmetro do corpo de prova, em (mm);

$l$  = é o comprimento do corpo de prova, em (mm).

#### **4.6 Caracterização Elétrica**

##### 4.6.1 Condutividade Elétrica ( $\sigma$ )

O inverso da resistividade é a condutividade. Suas unidades no SI são  $(\Omega \cdot m)^{-1}$ . Um bom condutor de eletricidade possui condutividade muito maior que um isolante. A condutividade elétrica é análoga à condutividade térmica. Um bom condutor elétrico, tal como um metal, geralmente é um bom condutor de calor. Um mau condutor elétrico, tal como plástico ou cerâmica, costuma ser um mau condutor de calor. Em um metal, os elétrons livres, que são os portadores de carga na condução elétrica, também são os principais responsáveis pela condução de calor, portanto espera-se que haja uma relação entre a condutividade elétrica e a condutividade térmica (YOUNG & FREEDMAN, 2009).

##### 4.6.2 Resistividade Elétrica ( $\rho$ )

É uma das mais importantes e tradicionais técnicas de investigação do estado sólido. Além disso, é também uma das mais simples, do ponto de vista da sua realização. Materiais são classificados como condutores, isolantes, etc., de acordo com suas características resistivas. O estudo da resistividade é uma das técnicas mais importantes de investigação experimental na Física do Estado Sólido. Diferente da resistência elétrica que depende do comprimento e da espessura do material, ela é uma quantidade intrínseca ao material, derivada das medidas de resistência. Contem informações sobre os mecanismos de

espalhamento eletrônico, por exemplo, por fônons, por mágnons, por impurezas, por defeitos de rede, transições de fase, etc. É de acordo com os resultados de medidas de resistividade que os materiais são classificados como condutores ou isolantes (OLIVEIRA & JESUS, 2005). Assim como a resistência é o inverso da condutância, a resistividade é o inverso da condutividade (MACHADO, 2002).

Young & Freedman (2009) definem que  $\rho$  (resistividade) de um material como a razão entre o módulo do campo elétrico ( $E_c$ ) e o módulo da densidade de corrente ( $J$ ) de acordo com Equação 6:

$$\rho = \frac{|E_c|}{|J|}, \quad (6)$$

Essa medida também pode ser descrita em função da resistência Equação 7:

$$\rho = \frac{R \cdot A}{L}, \quad (7)$$

onde,  $A$  é a área da secção transversal do fio em  $m^2$ ,  $L$  o comprimento do fio  $m$  e  $R$  a resistência equivalente em  $\Omega$ . A unidade de resistividade no SI é  $\Omega \cdot m$  (MACHADO, 2002).

Quanto maior for o valor da resistividade, maior será o campo elétrico necessário para produzir uma dada densidade de corrente, ou menor será a densidade de corrente gerada por dado campo elétrico (YOUNG & FREEDMAN, 2009).

#### 4.6.3 Resistência (R)

Para um condutor com resistividade  $\rho$ , a densidade de corrente  $J$  em um ponto que possui um campo elétrico  $E_c$  é dada pela equação  $\rho = \frac{E_c}{J}$ , que pode ser escrita como esta na Equação 8:

$$E_c = \rho \cdot J. \quad (8)$$

Quando a lei de Ohm é válida,  $\rho$  permanece constante e não depende do módulo do campo elétrico; logo,  $E_c$  é diretamente proporcional a  $J$ . Contudo, geralmente estamos mais interessados em saber o valor da corrente total em um condutor que o valor de  $J$ ; e mais

interessados em saber o valor da diferença de potencial nas extremidades do condutor que o valor de  $E_c$ . A razão disso é que as medidas de corrente e de diferença de potencial são mais fáceis de serem estabelecidas do que as medidas  $J$  e de  $E_c$  (YOUNG & FREEDMAN, 2009).

Suponha que nosso condutor seja um fio de comprimento  $L$  e seção reta uniforme com área  $A$ . Seja  $V$  a diferença de potencial entre a extremidade com potencial maior e a extremidade com potencial menor, de modo que  $V$  seja positivo. A corrente flui sempre no sentido da extremidade com potencial maior para potencial menor. Isso ocorre porque a corrente em um condutor flui no sentido do vetor  $E$ , qualquer que seja o sinal das cargas que se movem, e porque o vetor  $E_c$  aponta no sentido da diminuição do potencial elétrico. À medida que a corrente flui através da diferença de potencial, ocorre perda de energia potencial elétrica; essa energia é transferida aos íons do material do condutor durante as colisões (YOUNG & FREEDMAN, 2009).

Podemos também relacionar o valor da corrente  $I$  à diferença de potencial nas extremidades do condutor. Supondo que os módulos da densidade de corrente  $J$  e do campo elétrico  $E$  sejam uniformes através do condutor, a corrente total  $I$  é dada por  $I = J \cdot A$ , e a diferença de potencial  $V$  entre as extremidades é dada por  $V = E_c \cdot L$ . Explicitando nessas equações  $E_c$  e  $J$  e substituindo esses valores na equação a cima, obtemos (Equação 9) (YOUNG & FREEDMAN, 2009):

$$\frac{V}{L} = \frac{\rho \cdot L}{A} \text{ ou } V = \frac{\rho \cdot L}{A} I, \quad (9)$$

pela Equação 9 podemos entender que para  $\rho$  constante, a corrente total  $I$  é proporcional à diferença de potencial  $V$  (YOUNG & FREEDMAN, 2009).

A razão entre  $V$  e  $I$  para um dado condutor denomina-se resistência  $R$ :

$$R = \frac{V}{I}. \quad (10)$$

Comparando a definição de  $R$  à equação  $\frac{V}{L} = \frac{\rho \cdot L}{A}$  ou  $V = \frac{\rho \cdot L}{A} I$ , Vemos que a resistência  $R$  de um dado condutor está relacionada à resistividade  $\rho$  do material do condutor, obedecendo à equação (YOUNG & FREEDMAN, 2009) abaixo:

$$R = \frac{\rho \cdot L}{A}, \quad (11)$$

onde,

R = resistência dada, em ( $\Omega$ );

$\rho$  = resistividade dada, em ( $\Omega \cdot m$ );

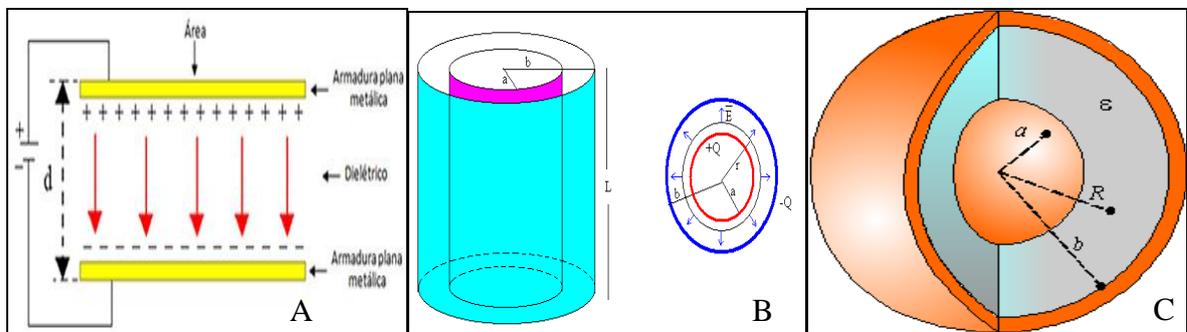
L = comprimento do fio, em (m);

A = área da secção transversal, em ( $m^2$ ).

#### 4.6.4 Capacitores e Capacitância (C)

Um dispositivo utilizado para armazenar carga e a energia é o capacitor, geralmente formado por dois condutores espaçados, porém por distâncias bem pequenas e isolados (TIPLER, 2006). Quaisquer dois condutores que possam armazenar cargas iguais e opostas ( $\pm Q$ ), com uma diferença de potencial entre eles independente do fato de outros condutores do sistema estarem carregados, formam o que se entende por um capacitor (REITZ *et al.*, 1982).

Esses equipamentos acumuladores de cargas podem possuir varias configurações geométricas e simbólicas. Os capacitores podem assumir as formas de placas planas paralelas, cilíndricos e esféricos (Figura 10) (NUSSENZVEIG, 1997).



**Figura 10.** Capacitor de Placas Planas (A), Cilíndrico (B) e Esférico (B). Fonte: <http://www.alunosonline.com.br/fisica/capacitor-plano.html>.

Um dado potencial  $V$  devido a uma carga  $Q$  de um único condutor isolado é proporcional a  $Q$  e depende das dimensões e da forma do condutor. Quanto maior a área da superfície de um condutor, mais carga ele pode reter para um dado potencial (TIPLER, 2006).

Quando o capacitor esta carregado, existem cargas de mesmo modulo  $Q$  e sinais opostos sobre os dois condutores, e a diferença de potencial  $V_{ab}$  entre o condutor carregado positivamente e o condutor carregado negativamente é proporcional a  $Q$ . A capacitância  $C$  é

definida como a razão de  $Q$  para  $V_{ab}$ . A unidade SI de capacitância é o farad (F):  $1F = 1C/V$ . Podemos entender bem essa relação estudando um dos tipos de capacitor, o de placas paralelas. Ele é composto por duas placas condutoras paralelas, cada uma delas com uma área  $A$  e separadas por uma distancia  $d$  (espaço reservado ao dielétrico). O valor de capacitância de um capacitor com um dielétrico inserido entre as placas pode ser dado pelas Equações 12 e 13 (YOUNG & FREEDMAN, 2009):

$$C = K \cdot C_0 \quad (12)$$

$$C = K \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{A}{d}, \quad (13)$$

onde,

$C$  = capacitância, em (F);

$K$  = constante dielétrica;

$\epsilon_0$  = permissividade elétrica no vácuo é  $8,85 \times 10^{-12}$  F/m;

$A$  = área das placas do capacitor, em ( $m^2$ );

$d$  = distância entre as placas, em (m).

Quando há um vácuo entre as placas, a capacitância depende de  $A$  e  $d$ . Para outras formas geométricas, a capacitância pode ser obtida através da Equação 15 (YOUNG & FREEDMAN, 2009):

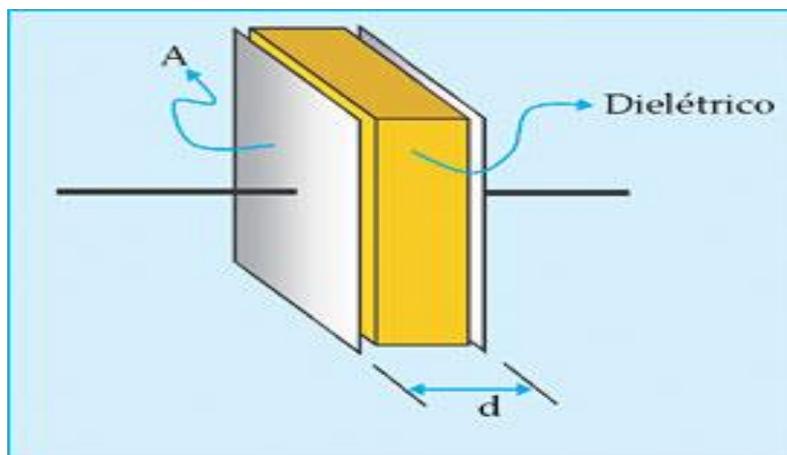
$$C = \frac{Q}{V_{ab}} \quad (14)$$

$$C = \frac{Q}{V_{ab}} = \epsilon_0 \frac{A}{d}. \quad (15)$$

#### 4.6.5 Dielétricos e Constante Dielétrica ( $K$ )

Os dielétricos, ilustração (Figura 11), são substâncias em que todas as partículas carregadas se encontram, ao contrário dos condutores, fortemente ligadas às moléculas constituintes, de modo que tais partículas podem mudar ligeiramente suas posições em resposta a aplicação de um campo elétrico ( $E_c$ ), porém não se afastam da vizinhança de suas

moléculas, e dessa forma a condutividade de tais pode chegar a  $10^{20}$  vezes menor que certos bons condutores (REITZ *et al.*, 1982).



**Figura 11.** Capacitor de placas planas com dielétrico. A: área de cada placa condutora; d: distância entre as placas condutoras. Fonte: <http://www.mundoeducacao.com/fisica/o-que-um-dieletrico.htm>.

Colocar um dielétrico sólido entre as placas de capacitor possui três objetivos: resolver o problema mecânico de manter duas grandes placas metálicas separadas por uma distância muito pequena, sem que ocorra contato entre elas; possibilitar o aumento da diferença de potencial máxima entre as placas; e tornar a capacitância de um capacitor com dimensões fixas maior do que a capacitância do mesmo capacitor quando há vácuo entre as placas.

A capacitância original  $C_0$  é dada por  $C_0 = \frac{q}{V_0}$  quando temos o ar separando as placas, e a capacitância quando o dielétrico está presente é dada por  $C = \frac{q}{V}$ . A carga é a mesma nos dois casos, e como  $V$  é menor que  $V_0$ , concluímos que a capacitância  $C$  com o dielétrico é maior que  $C_0$ . Quando o espaço entre as placas se encontra completamente preenchido com o dielétrico, a razão entre a capacitância quando o dielétrico está presente ( $C$ ) e a capacitância original ( $C_0$ ) denomina-se constante dielétrica 'K' do material (Equação 16) (YOUNG & FREEDMAN, 2009):

$$K = \frac{C}{C_0}. \quad (16)$$

Quando a carga é constante,  $Q = C_0 \cdot V_0 = C \cdot V$ , logo teremos que  $\frac{C}{C_0} = \frac{V_0}{V}$ , então teremos:

$$V = \frac{V_0}{K}. \quad (17)$$

Na presença de um dielétrico, a diferença de potencial para uma carga fica  $Q$  e reduzida de um fator igual a  $K$ . A constante dielétrica  $K$  é um número puro. Como  $C$  é sempre maior do que  $C_0$ ,  $K$  é sempre maior do que 1 (YOUNG & FREEDMAN, 2009).

#### 4.6.6 Fator de Dissipação Dielétrica (D ou $\text{tg } \delta$ )

As perdas de energia num isolante são chamadas de perdas dielétricas. Essas perdas ocorrem devido ao trabalho realizado por um campo externo de certa orientação instantânea, sobre a estrutura do material, com orientação provavelmente diferente. Esse consumo de energia se apresenta sob a forma de calor, e aparece tanto em corrente contínua, quanto em corrente alternada, pois, em ambos os casos, vai circular uma corrente transversal pelo isolante. As perdas dielétricas variam em função de diversas grandezas, tais como, tensão e frequência, dependendo das próprias condições estruturais do dielétrico (SCHMIDT, 1979).

O ângulo de perda dielétrica é um parâmetro importante tanto do material dielétrico como para construção isolante elétrico (setor de isolamento). Quanto maior o ângulo ( $\delta$ ), maior a perda dielétrica (sendo as demais condições as mesmas). Geralmente, como um parâmetro do material ou construção se dá pelo valor da tangente de perda (tangente de perda ou o fator de dissipação)  $\text{tg } \delta$  (TARÈIEV, 1978). A tangente do ângulo de perda dielétrica pode ser expressa pela razão entre as correntes ativas ( $I_a$ ) e reativas ( $I_r$ ) (Equação 18):

$$\text{tg } \delta = \frac{I_a}{I_r}, \quad (18)$$

ou, para a razão entre a potência ativa (perda de potência) ( $P$ ) e potência reativa ( $P_q$ ) (TARÈIEV, 1978):

$$\text{tg } \delta = \frac{P}{P_q}. \quad (19)$$

### 4.7 Sinterização

Sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, que faz com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquira resistência mecânica. Sua força motora é o decréscimo da energia superficial

livre do conjunto de partículas, conseguido pela diminuição da superfície total do sistema. Em muitas ocasiões, isto traz como consequência a eliminação do espaço vazio existente entre as partículas, resultando em um corpo rígido e completa ou parcialmente denso. A sinterização é utilizada para se fabricar peças metálicas, cerâmicas e compósitos metal-cerâmica, sendo parte integrante e principal de técnicas denominadas metalurgia do pó e cerâmica, que se incumbem justamente da fabricação de produtos metálicos e cerâmicos a partir do pó dos constituintes (SILVA & JUNIOR, 1998).

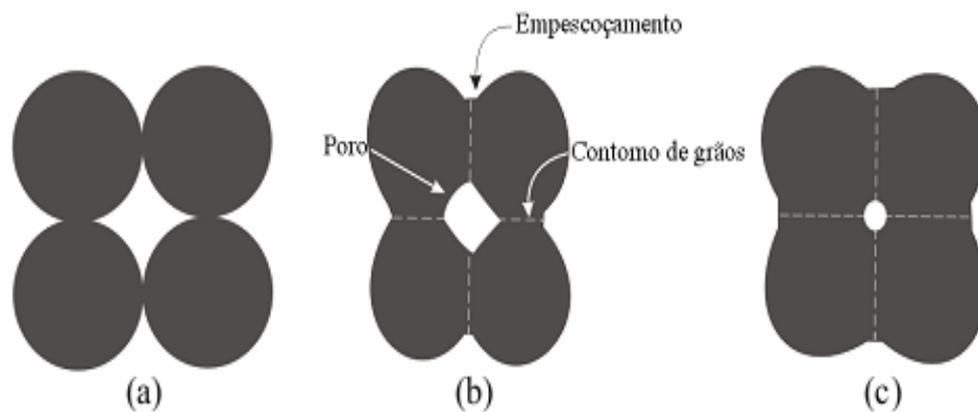
Existem dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. A sinterização por fase líquida acontece devido à formação de líquido na estrutura. Este líquido pode ser causado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre, pelo menos, dois dos constituintes do sistema. A ocorrência deste líquido é a maior diferença entre os dois tipos básicos de sinterização, e tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada. Em termos gerais, pode-se dizer que, em comparação à sinterização por fase sólida, este tipo de sinterização é mais rápido e fecha a estrutura mais facilmente, mostrando-se um modo bastante atraente de consolidação de materiais dificilmente sinterizáveis por fase sólida e para a obtenção de materiais compósitos (SILVA & JUNIOR, 1998).

Na sinterização por fase sólida, o material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor) (SILVA & JUNIOR, 1998). Os modelos teóricos de sinterização sólida subdividem o processo em três estágios, denominados pela sequência em: a) Estágio inicial, caracterizados pela formação de contatos interpartículas, desde a compactação seguida pela formação e crescimento de pescoços, até o ponto onde eles começam a se interferir; b) Estágio Intermediário, interligados; c) Estágio final, caracterizado pelo isolamento e eliminação gradual da porosidade (GOMES, 1993). Já Reed (1988) relata que no processo de queima, na pré-sinterização, geralmente ocorre a secagem, a decomposição de matéria orgânica, a vaporização da água quimicamente combinada nas superfícies das partículas e de dentro das fases cristalinas que contêm água de cristalização, e a decomposição de carbonatos, sulfatos, e outros sais.

Com a perda residual no processo de sinterização, os corpos sofrem uma contração em seu volume e passam por uma redução em sua porosidade, como também uma melhoria da

sua integridade mecânica. Essas mudanças ocorrem mediante a coalescência dos grãos para formar uma massa mais densa (CALLISTER, 2007).

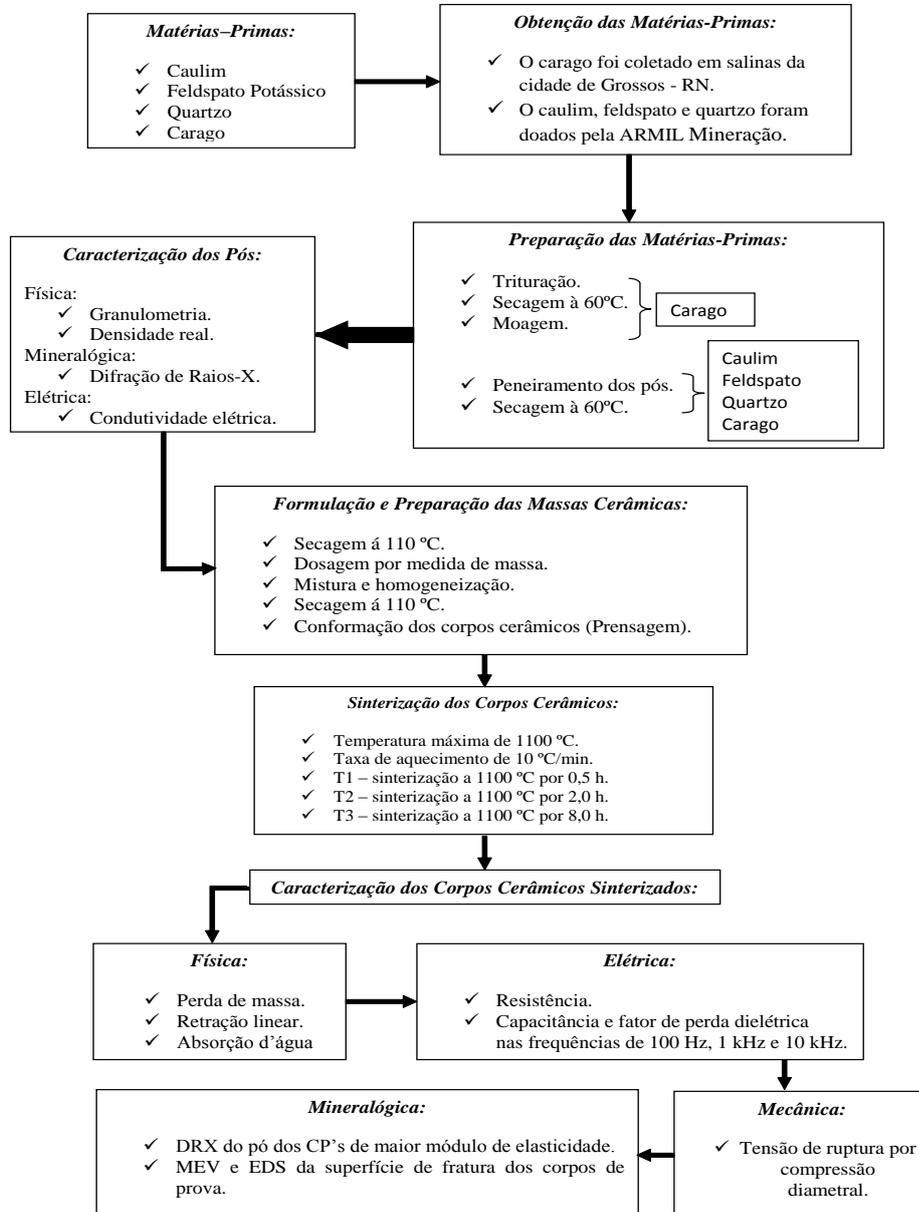
Já na compactação é possível visualizar uma aproximação dos grãos com a diminuição dos espaços vazios entre os mesmos (Figura 12a). Com o início da sinterização há surgimento do empescoamento ao longo das regiões de contato entre os grãos adjacentes, além disso, forma-se um contorno de grãos dentro de cada pescoço (Figura 12b), e cada interstício entre partículas se torna um poro (Figura 12b). Ao passo que o processo de sinterização progride, nota-se uma diminuição dos poros, que passam a apresentar geometria esférica (Figura 12c). Mesmo utilizado temperaturas abaixo do ponto de fusão no processo de sinterização, ao ponto de não haver formação de fase líquida, o transporte de massa dentro de uma amostra pode ser obtido por meio de difusão atômica, ou seja, o transporte de massa através da movimentação dos átomos das partículas para as regiões de empescoamento (REIS, 2005).



**Figura 12.** Alterações microestruturais que ocorrem durante o tratamento térmico. (a) Partículas dos pós após a prensagem. (b) Coalescência dos grãos e formação de poros durante a sinterização. (c) Com a progressão do processo de sinterização, os poros mudam de tamanho e forma. Fonte: GUHA, 2001.

## 5.0 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS

O fluxograma (Figura 13) apresenta todas as etapas de caracterização dos materiais analisados bem como todos os métodos de quantificação dos resultados obtidos. Já a Figura 14 ilustra um pouco os equipamentos utilizados.



**Figura 13.** Diagrama geral dos materiais e procedimentos.



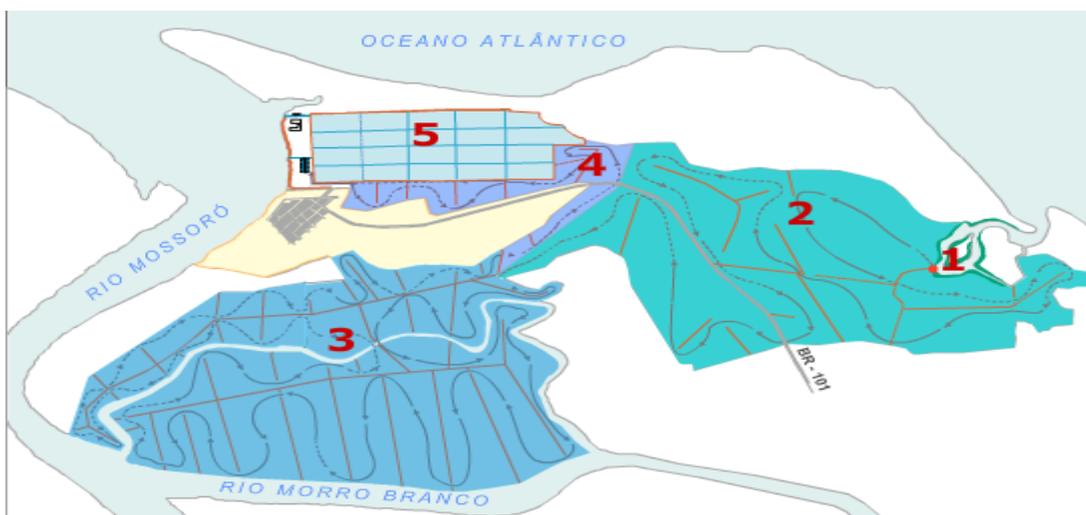
**Figura 14.** Procedimentos de fabricação das amostras.

## 5.1 Matérias-Primas

Todo o material usado foi doado ou retirado do seu habitat natural. O carago foi coletado bem próximo aos cercos das salinas, local onde estes são formados. No caso do caulim, feldspato e quartzo, foram adquiridos sob forma de doação da empresa ARMIL, que também forneceu a informação referente à granulometria dos mesmos.

### 5.1.1 Coleta do carago

O sulfato foi encontrado na sua forma de matéria mais bruta, com um grau de impureza muito grande, pois estava coberto de uma lama proveniente dos cercos salinos (evaporitos) que ficam próximos as margens do rio Apodi-Mossoró (Figura 15). As amostras (Figuras 16) foram coletadas nas salinas da cidade de Grossos, Rio Grande do Norte.



**Figura 15** - Representação ilustrativa da salineira Norsal e sua etapa de produção: 1) Captação de água do mar, 2) Evaporação primária, 3) Evaporação secundária, 4) Evaporador final e 5) Cristalizadores. Fonte: [http://www.norsal.com.br/como\\_produz/produzido.html](http://www.norsal.com.br/como_produz/produzido.html).



**Figura 16.** Cristais do carago em sua forma natural.

## 5.2 *Preparação das Matérias-Primas*

Consistiu em etapas necessárias para que os materiais pudessem ser analisados da maneira mais refinada possível, e para isso foram submetidos a varias técnicas.

### 5.2.1 Trituração, Secagem e Moagem

Inicialmente foi realizada uma limpeza superficial com água potável, uma vez que os materiais estavam recobertos por outras substancias (mistura de areia, lama e sais) em seu local de formação. Eles permaneceram ao ar livre por dois dias para secagem. Secos, foram submetidas à primeira fragmentação (Figura 17) feita com auxílio de um pilão, tendo em vista que se tratava de materiais com volume e geometria diversa e dificultava uma moagem direta.



**Figura 17.** Material triturado após coleta.

Os materiais triturados foram submetidos à secagem em estufa a uma temperatura constante de 60 °C por um período de 24 h e posteriormente moídos com a utilização de um moinho de bolas planetário modelo Chiarotti-5 e maquina de rotação CT-240/A da SERVITEHC (Figura 18) para obtenção do pó das substâncias em estudo. Como existiam peças (bolas) com pesos e diâmetros diferentes, através de uma serie de testes foi possível escolher um relação entre a quantidade e tipo de bolas. Outra observação feita foi nivelar o sistema de moagem para evitar qualquer desajuste no equipamento, possibilitando uma maior eficiência do mesmo.



**Figura 18.** Moinho de bolas e sistema de rotação.

### 5.2.2 Peneiramento e Secagem do Pó

Visando a obtenção de partículas com granulometria uniforme, os pós de todos os materiais foram peneirados utilizando-se uma peneira da GRANUTEST com malha de diâmetro 200 mesh (74  $\mu\text{m}$ ) (Figura 19). Em seguida foi separado cerca de 450 g (quatrocentos e cinquenta gramas) de pó de cada um material para caracterização pelas técnicas de análise granulométrica (método de dispersão total), densidade real de partículas (método do balão volumétrico) e condutividade elétrica. Mais uma vez foram secos a 110 °C para caracterização via difração de raios-X.



**Figura 19.** Peneira e pó peneirado.

### 5.3 Caracterização do Pó das Matérias-Primas

Partiu do estudo do pó de cada matéria-prima utilizada através das técnicas de DRX, densidade real de partículas, granulometria e condutividade elétrica.

### 5.3.1 Caracterização Física

#### 5.3.1.1 Granulometria (Dispersão Total)

Para a caracterização granulométrica foi utilizado o método da pipeta descrito por Paula & Duarte (1997) (Anexo I).

#### 5.3.1.2 Densidade de Partículas (Balão Volumétrico)

A densidade de partícula foi realizada com protocolo descrito abaixo por Paula & Duarte (1997):

- ✓ Medir 20 g de solo, colocar em recipiente de alumínio de massa conhecida, colocar na estufa por 72 h, em seguida colocado num dessecador, posteriormente foi medida a massa a fim de se obter a massa da amostra seca a 105 °C;
- ✓ Transferir a amostra para balão de 50 ml aferido;
- ✓ Adicionar álcool etílico agitando bem o balão para eliminar as bolhas de ar que se formam;
- ✓ Prosseguir com a operação, lentamente, até a ausência de bolhas e completar o volume do balão;
- ✓ Anotar o volume de álcool gasto;
- ✓ Usar a Equação (1) para determinar a densidade.

### 5.3.2 Caracterização Mineralógica

#### 5.3.2.1 Difração de Raios-X

O ensaio de difração foi realizado no LAMOp (Laboratório de Análises Magnéticas e Ópticas) da UERN. As análises por difração de raios-X foram realizadas pelo método do pó, com granulometria parcial menor que 74 µm, utilizando um difratômetro MiniFlex II, de fabricação da Rigaku (Figura 20), operando em modo de varredura, com radiação de Cu-K $\alpha$ , voltagem de 30 kV e corrente de 15 mA, velocidade de varredura 0,02°/s e 2 $\Theta$  variando de 5 a 90°.



**Figura 20.** Difractômetro de raios-X utilizado.

### 5.3.3 Caracterização Elétrica

#### 5.3.3.1 Condutividade Elétrica

A condutividade elétrica indica o teor de eletrólitos ou sais dissolvidos na solução do solo (TEDESCO, 1995). Para determinar a concentração de sais na solução utilizou-se o método de obtenção do extrato de saturação apresentado por Rhoades (1982) (Anexo 4). A análise foi realizada no Laboratório de Física do Solo da UFERSA. O equipamento utilizado foi um Condutivímetro de fabricação da Adamo.

## ***5.4 Formulação e Preparação das Massas Cerâmicas***

### 5.4.1 Dosagem por Medida de Massa

Todo o procedimento se baseou nas composições apresentadas na Tabela 2, tendo como ponto de partida a formulação MP que característica de formulações para fabricação de cerâmica dielétrica. A pesagem das massas foi realizada com uma balança modelo AY220 da SHIMADZU (Figura 21), com capacidade máxima de 220 g e mínima de 0,01 g. Foram realizadas cinco misturas, sendo que em quatro composições houve uma substituição parcial do feldspato pelo carago coletado nas salinas.

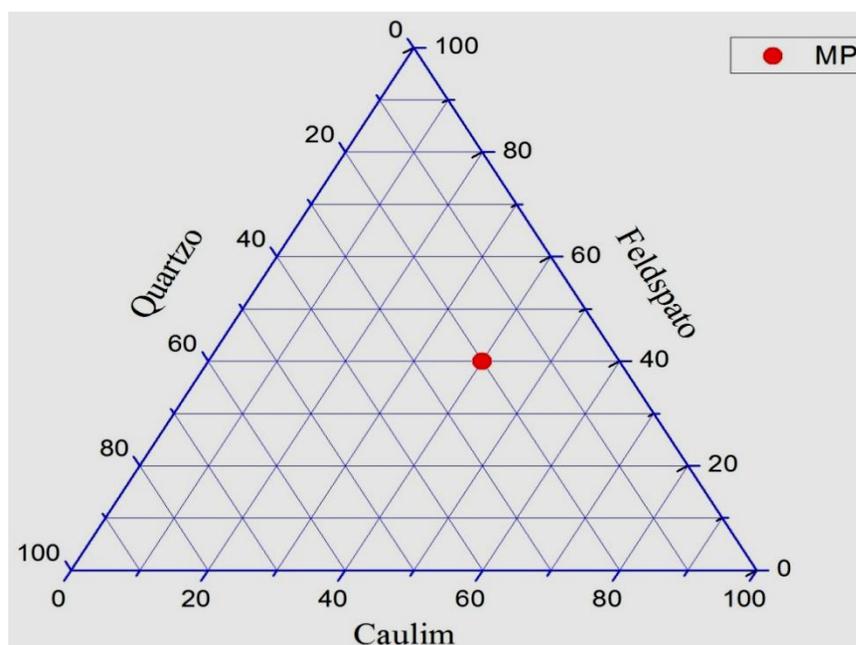


**Figura 21.** Balança utilizada na pesagem das massas.

**Tabela 1.** Matérias-primas e composições (% em peso).

Matérias-Primas	MP	MA	MB	MC	MD
Caulim	40	40	40	40	40
Feldspato	40	39,5	39	38	36
Quartzo	20	20	20	20	20
Carago	0	0,5	1	2	4

A formulação padrão esta apresentada no diagrama ternário da Figura 22.



**Figura 22.** Diagrama ternário de formulação.

Observa-se na Figura 22 que a MP está bastante afastada do vértice referente aos 100,0 % de quartzo devido a sua parcela na composição ser de apenas 20,0 %. E, à medida que se substitui o feldspato pelo carago, embora essa espécie química não se faça presente no diagrama ternário, esse ponto se afastará do lado referente ao feldspato. No entanto, espera-se, caso ocorra a dissolução do carago na fase líquida, que o produto cerâmico sofra um ganho na magnitude das propriedades mecânicas.

#### 5.4.2 Mistura e Homogeneização

Antes de serem misturadas, as massas foram submetidas à secagem por 24 h em estufa já descrita anteriormente. A mistura foi realizada em recipientes de vidro com volume aproximado de 350 ml com auxílio do moinho, uma vez que o quantitativo das massas estabelecidas no item 5.4.1, Tabela 1 deste trabalho, se tratava de quantidades pequenas. Os recipientes (Figura 23) foram centralizados e posteriormente fixados dentro do moinho, obedecendo ao sistema de rotação do equipamento. O tempo destinado a este processo foi de 2 h, sem fundamento na literatura, porém contido entre 1 e 3,0 h, intervalos de tempo comumente utilizados.



**Figura 23.** Recipientes e adaptação para mistura das massas cerâmicas.

#### 5.5 Conformação dos Corpos Cerâmicos – Prensagem

Foi utilizada uma balança modelo Mark 210A da BELENGINEERING com capacidade máxima de 210 g mínima de 0,01 g para pesagem de 1 g de pó para cada CP. As massas cerâmicas foram conformadas em matriz cilíndrica de aço-carbono com diâmetro de 10,20 mm utilizando-se uma prensa hidráulica uniaxial de fabricação da OLIVEIRA® (Figura 24),

com carga máxima de 15 ton e escala variando de 0,25 ton. A pressão de confecção dos CP foi 3,0 ton com tempo de relaxamento de aproximadamente 30 s. Esse valor de carga (3,0 ton) foi escolhido através de várias tentativas de compactação com intuito obter um CP com geometria coerente.

Assim que produzidos os CP's, foram medidos a altura e diâmetro dos mesmos com auxílio de um paquímetro 125MEB-06 com faixa de 150 mm e resolução de 0,05 mm marca Starrett, e colocados em um dessecador sob vácuo contendo sílica-gel. Para cada massa formulada foram confeccionados 15 CP's, objetivando a realização de cinco repetições em cada um dos três tempos de sinterização.



**Figura 24.** Molde, paquímetro e prensa hidráulica utilizada.

Antes de sinterizar, todos os CP foram pesados e em seguida colocados em vasilhas de porcelana para serem calcinados.

### **5.6 Sinterização dos Corpos Cerâmicos**

A temperatura de sinterização das massas cerâmicas foi de 1100 °C, com tempos de 0,5 h, 2 h e 8 h. O forno utilizado foi LF0912 da JUNG (Figura 25), com temperatura máxima de sinterização de 1300 °C. A taxa de aquecimento para todas as composições foi de aproximadamente de 10 °C/min. Atingida temperatura e tempos desejados na programação utilizada, o forno foi automaticamente desligado e permaneceu fechado até alcançar 50 °C. Logo após os CP's foram retirados, medidos, pesados, colocados no dessecador com sílica-gel, e feito vácuo no sistema.

Para uma melhor identificação desses tempos de sinterização, foi designada uma identificação para cada tempo como está abaixo:

T1 – 0,5 h de sinterização;

T2 – 2,0 h de sinterização;

T3 – 8,0 h de sinterização.



**Figura 25.** Forno utilizado na sinterização, balança e dessecador.

## 5.7 Caracterização dos Corpos Cerâmicos Sinterizados

### 5.7.1 Caracterização Física

Compreendeu no conhecimento da massa perdida durante sinterização, retração sofrida pelos CP's e conhecimento básico da porosidade com relação às informações da absorção d'água.

#### 5.7.1.1 Perda de Massa

Foi calculada com base na medida de massa antes e depois da sinterização. Essa informação foi obtida pela expressão (NUNES FREIRE, 2007):

$$PM_{asi} = \left| \frac{M_{asi} - M_s}{M_s} \right| \times 100, \quad (21)$$

onde,

$PM_{asi}$  = massa perdida na sinterização, em (%);

$M_s$  = massa do corpo antes da sinterização, em (g);

$M_{asi}$  = massa do corpo cerâmico após a sinterização, em (g).

#### 5.7.1.2 Ensaio de Retração Linear

Assim que confeccionados os corpos foram medidos e pesados e submetidos à sinterização. Logo que sinterizados, após resfriamento foi medido o diâmetro, altura e massa de cada CP. Para o conhecimento da retração sofrida por cada CP pós-sinterização foi utilizada a Equação (2).

#### 5.7.1.3 Absorção D'água

Secos a 110 °C, os corpos foram pesados e depois deixados dentro de um recipiente adaptado com forno contendo água fervente à aproximadamente 100 °C durante um período de 2hr. O tempo imersão relatado acima só foi contabilizado após todas as amostras estarem dentro do recipiente e observada à temperatura de 100 °C com termômetro de vidro com capacidade máxima de 110 °C. Passado esse tempo, os mesmos foram retirados um a um, secados superficialmente com auxílio de uma flanela semi-úmida e pesados. Os resultados de absorção foram obtidos segundo equação (NUNES FREIRE, 2007):

$$AA = \frac{M_{siu} - M_{si}}{M_{si}} \times 100, \quad (22)$$

onde,

$AA$  = absorção d'água, em (%);

$M_{siu}$  = massa do corpo sinterizado úmido, em (g);

$M_{si}$  = massa do corpo sinterizado, em (g).

#### 5.7.2 Caracterização Mineralógica

De cada formulação e tempo de sinterização foi selecionado um CP, ou seja, três corpos de cada formulação foram submetidos às medidas de DRX, MEV e EDS. Essa escolha foi regrada pela medida de tensão de ruptura. Rompidos, foi selecionado uma parte do CP para DRX, e outra parte para realização da MEV e EDS.

### 5.7.2.1 DRX

Para o DRX a fração do CP foi macerada para obtenção do pó. O equipamento usado foi mesmo citado anteriormente no item 5.3.2.1, com  $2\theta$  variando de 10 à 75°.

### 5.7.2.2 MEV e EDS

Essas medidas foram realizadas na UERN. Foi visualizada a superfície de fratura com ampliação 500x e 1500x na região fraturada. No mesmo local foi realizado ensaio de EDS, equipamento de fabricação da OXFORD INSTRUMENTS, para identificação das fases microestruturais. O MEV é o MIRA3 LMU da Tescan (Figura 26), especificações (Tabela 2).

**Tabela 2.** Especificações do MEV da UERN.

<b>Modelo</b>	<b>MIRA3 LM</b>
Fonte de elétrons	Emissor Schottky de alto brilho
Resolução em alto vácuo (com In-Beam SE)	1 nm em 30 kV / 2 nm em 3 kV
Resolução em alto vácuo (com SE-ET)	1,2 nm em 30 kV / 2,5 nm em 3 kV
Resolução em baixo vácuo (com LVSTD)	1,5 nm em 30 kV / 3 nm em 3 kV
Magnificação	3,5 x a 1.000.0000 x
Voltagem de aceleração	200 V a 30k V
Corrente	2 pA a 100 nA
Câmara	Diâmetro interno: 230 mm Largura da porta: 148 mm Suspensão da câmara: pneumática ou isolamento de vibração (opcional)
Portas	11
Vácuo	Alto vácuo: $< 9 \times 10^{-3}$ Pa -Baixo vácuo: 7-500Pa
Movimentos	Totalmente Motorizado X= 80 mm, Y = 60 mm Z = 47 mm Rotação: 360° / Tilt: -80° a +80°
Altura máxima da amostra	81 mm



**Figura 26.** Microscópio Eletrônico de Varredura utilizado com EDS acoplado.

#### 5.7.4 Caracterização Mecânica

##### 5.7.4.1 Ensaio de Compressão Diametral

Compreendeu a avaliação da resistência mecânica sob compressão diametral dos corpos cerâmicos após sinterização. Os ensaios de compressão foram realizados no Laboratório de Mecânica com a máquina universal de ensaios, modelo DL10000, eletromecânica, microprocessada, marca EMIC (Figura 27), com as seguintes características (<http://www.emic.com.br/produtos.php?codigo=62>):

- ✓ Capacidade: 10.000 kgf (100 kN);
- ✓ Tipo: Bifuso de Bancada, com duas colunas guias cilíndricas paralelas;
- ✓ Acionamento: Fusos de Esferas Recirculantes;
- ✓ Faixa de Velocidades: 0,01 a 500 mm/min;
- ✓ Medição de Força: Através de células de carga intercambiáveis;
- ✓ Classe de Medição de Força: Classe 1 segundo a Norma NM ISO7500-1 (Classe 0,5 sob consulta), fornecida com Certificado de Calibração RBC (Rede Brasileira de Calibração);
- ✓ Compatibilidade Eletromagnética: Máquina de linha certificada segundo Norma IEC 61000 contra Interferência Eletromagnética por membro da RBLE (Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaios);
- ✓ Medição do Deslocamento: Sensor Óptico (encoder), com resolução de 0,01 mm;

- ✓ Indicação de Força e Deslocamento: Através de Software (Janela tipo display para acompanhamento dos valores em tempo real);
- ✓ Análise de Dados e Controle de Ensaio: Através de Software;
- ✓ Console (Teclado ou Joystick): Com funções básicas de movimentação para ajustes de acessórios;
- ✓ Curso Útil: 1200 mm;
- ✓ Distância entre Colunas: 400 mm;
- ✓ Altura: 1920 mm;
- ✓ Largura: 920 mm;
- ✓ Profundidade: 500 mm;
- ✓ Peso Aproximado: 420 kgf;
- ✓ Alimentação: 220 V AC 50/60 Hz;
- ✓ Consumo Máximo: 704 VA.

Parâmetros utilizados para realização do ensaio de compressão diametral:

- ✓ Velocidade de retorno de 10 mm/min;
- ✓ Limite de força de 20 kN;
- ✓ Limite de deformação de 2 mm;
- ✓ Determinada a parada do ensaio após ruptura do CP.



**Figura 27.** Máquina de Ensaio Universal EMIC DL10000. Fonte: [www.emic.com.br](http://www.emic.com.br).

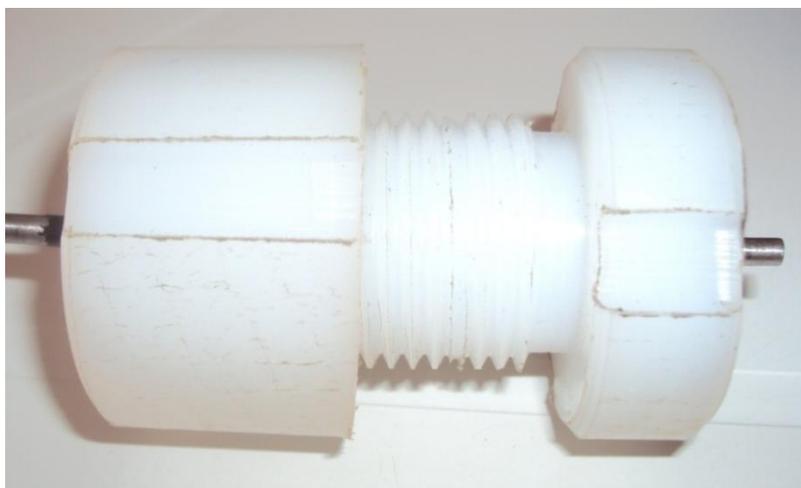
#### 5.7.4.2 Módulo de Elasticidade e/ou Módulo de Young (E)

O valor do módulo de elasticidade para cada CP foi obtido com a aplicação dos dados de tensão e deformação na Equação (4) da revisão bibliográfica.

### 5.7.5 Caracterização Elétrica

Com intuito de manter uma uniformidade e segurança na execução das medidas foi confeccionado um recipiente (Figura 27) para colocar a cada amostra a ser analisada. Como apresentavam a superfície um pouco irregular, todos CP's tiveram suas superfícies lixadas para melhor contato com os pistões. O recipiente era formado pelos itens a listados abaixo:

- ✓ Dois pistões de aço Inox com haste medindo ( $d = 3,0 \text{ mm}$ ;  $l = 70,0 \text{ mm}$ ) e cabeça cilíndrica ( $d = 10,2 \text{ mm}$  X  $l = 2,0 \text{ mm}$ );
- ✓ Duas partes de teflon com acoplamento em rosca para acomodação dos pistões e regulagem de altura do contato entre pistões e amostra.



**Figura 28.** Aparato utilizado na medição da resistência e capacitância.

#### 5.7.5.1 Resistência Elétrica

Na obtenção da resistência oferecida por cada CP foi utilizado um MEGÔHMETRO Digital modelo MG-3000 de fabricação da ICEL Manaus, com valor máximo de medição de  $2000 \text{ M}\Omega$  e mínimo de  $20 \text{ }\Omega$  para Resistência, e de  $1000 \text{ V}$  e  $250 \text{ V}$  para Tensão . As medidas foram realizadas no Laboratório de Medidas elétricas e Eletricidade Básica da UFERSA. Seguindo em ordem crescente de adição do carago (0 %-MP, 0,5 %-MA, 1,0 %-MB, 2,0 %-MC e 4,0 %-MD) foi realizada a medição direta até a formulação MC do CP1-5, utilizando-se dos seguintes parâmetros: resistência de  $2000 \text{ M}\Omega$  e tensão de  $1000 \text{ V}$ .

Para as formulações MC CP.6-15 e MD CP.1-15, foi necessário acoplar junto ao sistema acima citado outro sistema resistivo em paralelo com resistência equivalente de  $97,4 \text{ M}\Omega$  (resultado de uma associação em série de 10 resistores de  $\cong 10 \text{ M}\Omega$ ), devido a limitação

do megômetro. Para o cálculo do valor da resistência da amostra foi necessário à utilização de uma equação para sistemas de resistores em paralelo, como está abaixo:

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_x} \quad (23)$$

$$R_x = \frac{R_{eq} \times R_1}{R_1 - R_{eq}}, \quad (24)$$

onde,

$R_1$  = resistência equivalente à soma dos 10 resistores, em (M $\Omega$ );

$R_{eq}$  = resistência equivalente do sistema medida pelo aparelho, em (M $\Omega$ );

$R_x$  = resistência da amostra, em (M $\Omega$ ).

#### 5.7.5.2 Resistividade Elétrica

Na investigação sobre as características de resistividade, para a obtenção dos valores de cada formulação foi empregada a Equação (7) informada na revisão bibliográfica.

#### 5.7.5.3 Capacitância

O equipamento utilizado para medir a capacitância foi uma PONTE LCR DE BANCADA, modelo MXB-821 de fabricação da MINIPA (Figura 28), com temperatura ambiente de 23 °C e umidade do ar de 49 %. As medidas aconteceram no Laboratório de Medidas elétricas e Eletricidade Básica da UFERSA. Antes de efetuarmos as medidas foi realizado um teste no equipamento com quatro capacitores de valores conhecidos e constatado a aferição do equipamento. Logo mais se iniciou as medidas com os parâmetros fixos conforme a seguir:

- ✓ Impedância: 100  $\Omega$ ;
- ✓ Fator de Velocidade de Medição ks: Slow: ks = 0; \* 2.5 medidas/s;
- ✓ Fator de Nível de Tensão de Medição kV: 0.3Vrms: kv = 1;
- ✓ Fator de Frequência de Medição kf: 100Hz: kf = 0; 1kHz: kf = 0; 10kHz: kf = 0.5.



**Figura 29.** Ponte LCR de bancada utilizada. Fonte: <http://manuais-ctism.blogspot.com.br/2011/05/ponte-lcr-de-bancada-minipa-mxb-821.html>.

#### 5.7.5.4 Fator de Dissipação (D)

Foi medido via ponte LCR. A Tabela 3 apresenta os modos padrões de circuitos da ponte LCR a serem utilizados. As amostras foram medidas no modo de circuito paralelo. No caso da tabela abaixo, o valor de “D” é o terceiro de cima para baixo.

**Tabela 3.** Modos padrões do circuito a ser utilizado. Fonte: <http://www.minipa.com.br/sac>.

Modo do Circuito	Fator Dissipação	Transformação
	$D=2\pi f L_p/R_p=1/Q$	$L_s=L_p/(1+D^2)$ $R_s=R_p D^2/(1+D^2)$
	$D=R_s/2\pi f L_s=1/Q$	$L_p=(1+D^2)L_s$ $R_p=(1+D^2)R_s/D^2$
	$D=1/2\pi f C_p R_p=1/Q$	$C_s=(1+D^2)C_p$ $R_s=R_p D^2/(1+D^2)$
	$D=2\pi f C_s R_s=1/Q$	$C_p=C_s/(1+D^2)$ $R_p=R_s(1+D^2)/D^2$

#### 5.7.5.5 Constante Dielétrica (K)

Para cálculo de K utilizou-se a Equação (13) citada anteriormente na revisão bibliográfica e os valores de capacitância medidos com auxílio da PONTE LCR.

## 6.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 Caracterização do Pó das Substâncias

#### 6.1.1 Análise Granulométrica

Na Tabela 4 estão os resultados da fração granulométrica e classificação textural das substâncias utilizadas na formulação de massas cerâmicas.

**Tabela 4.** Classificação Textural do pó das substâncias.

<b>Média Percentual de Classificação examinada em 20g de cada Substância</b>				
<b>Amostra</b>	<b>(%) Argila</b>	<b>(%) Areia Grossa</b>	<b>(%) Areia Fina</b>	<b>(%) Silte</b>
<b>Quartzo</b>	3,30	0,11	12,16	84,43
<b>Feldspato</b>	7,27	0,03	10,12	82,58
<b>Caulim</b>	39,37	0,15	1,75	58,73
<b>Malacacheta</b>	7,38	0,03	18,12	74,47
<b>Carago</b>	8,11	0,09	10,56	81,24

A maior parte dos materiais se encontram na classe silte, com tamanho de grão variando de 0,002 á 0,06 mm (ABNT-NBR 6502), com exceção do caulim, que se apresentou dividido entre as classes argila e silte. Podemos dizer que a maior parte da composição das matérias-primas apresentaram proporções percentuais bem próximas em relação às classes texturais.

#### 6.1.2 Densidade Real da Massa Granulada

**Tabela 5.** Relação entre densidades medidas e experimentais

<b>Amostra</b>	<b>Densidade Real (experimental)</b>	<b>Amostra</b>	<b>Densidade Aparente (UNESP)</b>
<b>Quartzo</b>	2,53	<b>Quartzo</b>	2,65
<b>Feldspato</b>	2,45	<b>Feldspato Potássico</b>	2,53 – 2,63
<b>Caulim</b>	2,46	<b>Caulinita</b>	2,6 – 2,63
<b>Carago</b>	2,36	<b>Gipsita</b>	2,32

A densidade do carago (gipsita) se encontra coerente com resultado apresentado pelo Museu De Minerais e Rochas "Heinz Ebert" da UNESP (Tabela 5).

Já os demais, se aproximaram de seus valores, embora não tenham atingido valores tão próximo como o carago. Vale salientar que estamos apenas comparando valores, não sabemos se o método utilizado foi o mesmo.

### 6.1.3 Análise da Condutividade Elétrica

**Tabela 6.** Condutividade Elétrica.

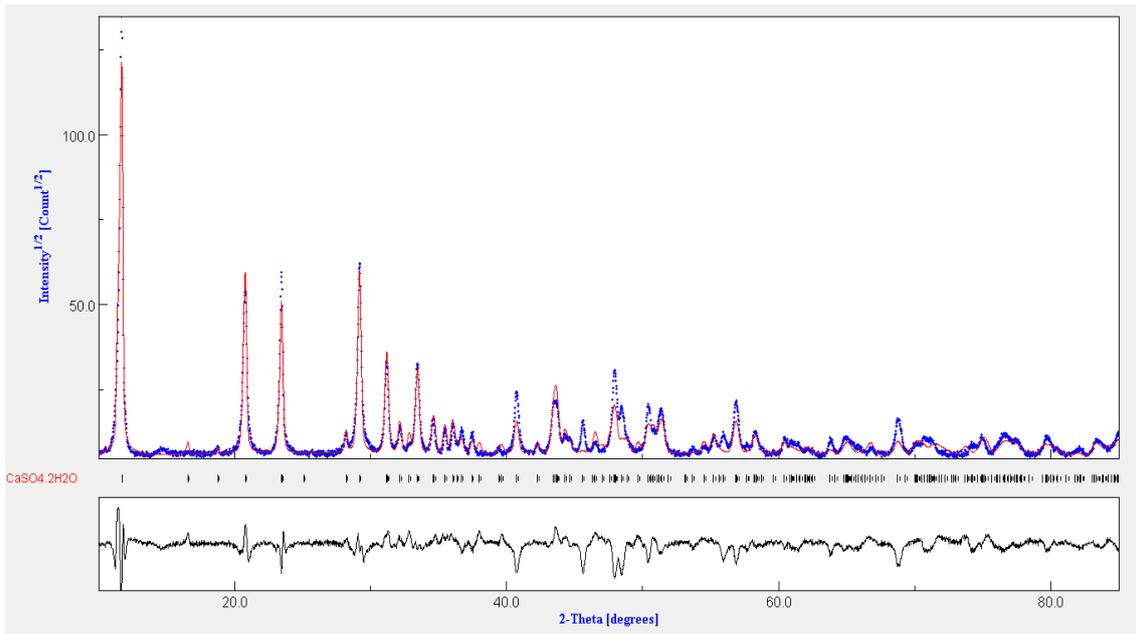
<b>Materiais (Pó)</b>	<b>CE (mScm<sup>-1</sup>)</b>
<b>Carago</b>	2,25
<b>Caulim</b>	0,10
<b>Quartzo</b>	0,09
<b>Feldspato</b>	0,08

Como se esperava, os materiais utilizados na confecção de componentes eletrônicos dielétricos, o caulim, feldspato e quartzo, possuem baixa condutividade.

Embora não seja objetivo melhorar a propriedade de condutividade da cerâmica produzida, está claro, de acordo com a Tabela 6, que o carago possui o maior valor de condutividade. Com relação à alta condutividade, vale ressaltar que foi coletado no próprio ambiente de formação, local este com grande concentração de sais e matéria orgânica. Foi observado grande concentração impurezas entre os cristais das amostras coletadas, impossíveis de serem removidas por algum agente externo por estarem depositadas entre os cristais do material. Após trituração, moagem e peneiramento foi possível a retirada de algumas impurezas com granulometria acima de 74 µm, sendo que outras com granulometria inferior se juntaram a massa formulada.

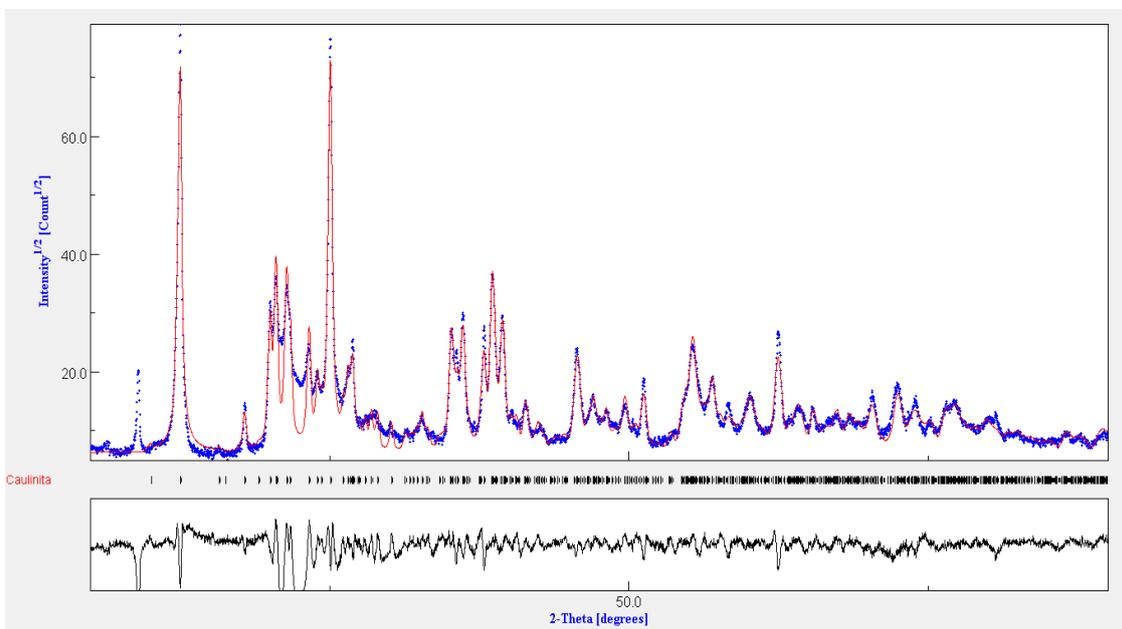
### 6.1.4 DRX

Os materiais utilizados foram submetidos a caracterização por análise de difração de raios-X e o refinamento (Figura 30) dos dados de difração foi realizado no programa MAUD, que utiliza o método *Rietveld*. O difratograma em azul representa a fase experimental e o vermelho o da carta utilizada no refinamento.



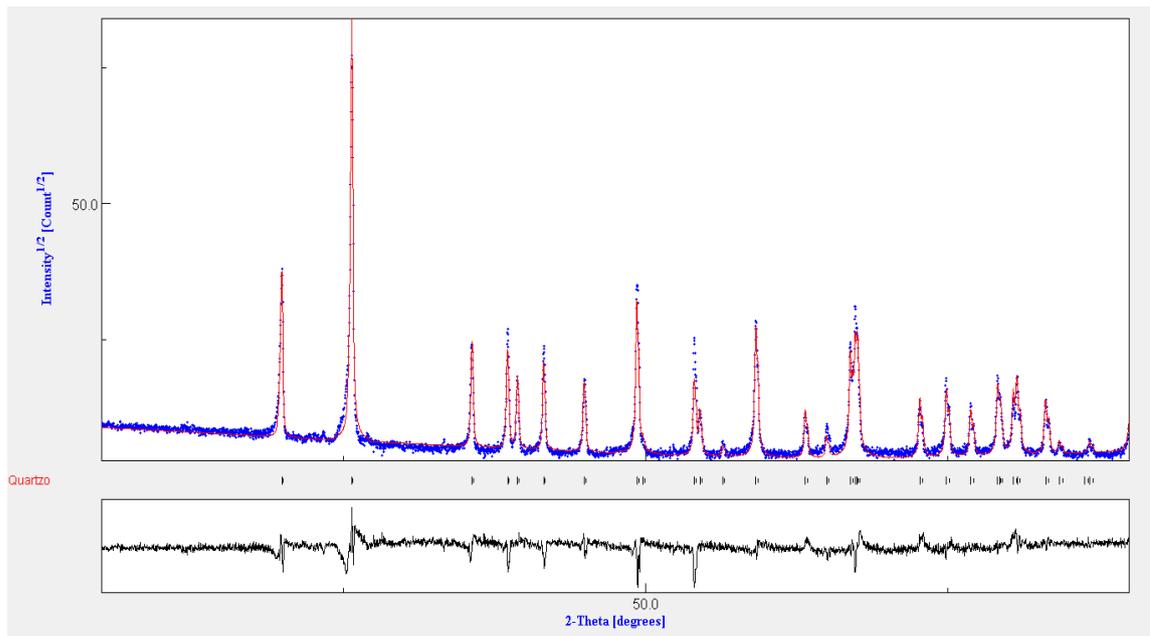
**Figura 30.** Refinamento do Carago.

A curva teórica se ajusta bem a experimental (Figura 30), embora alguns picos não esteja identificados, a maioria das fases identificadas são do  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , gipsita. Essa análise confirma que o carago retirado em sua forma natural das salinas possui as mesmas características microestruturais da gipsita (HENRY *et al.*, 2009).



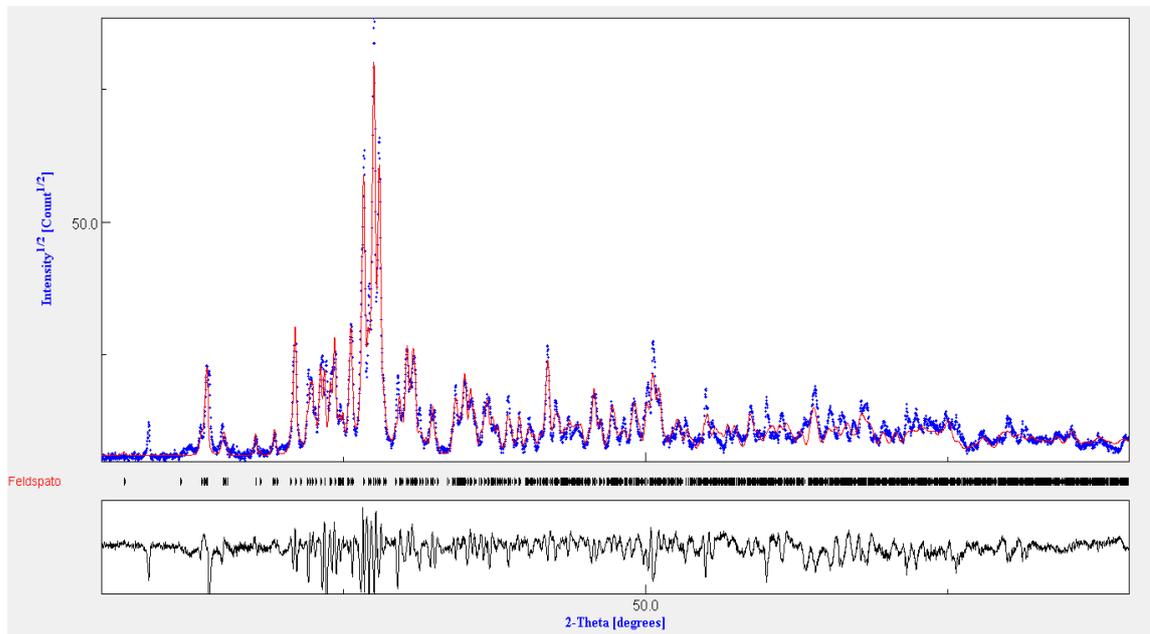
**Figura 31.** Refinamento do Caulim.

Está clara a identificação do caulim (Figura 31), que é constituído em sua grande parte da fase caulinita (BRINDLEY & ROBINSON, 1946).



**Figura 32.** Refinamento do Quartzo.

O ajuste dos picos microestruturais da carta cristalográfica com difratograma experimental (Figura 32), indica que a fase predominante, quase 100 %, é do quartzo (banco de dados do MAUD, 2011).



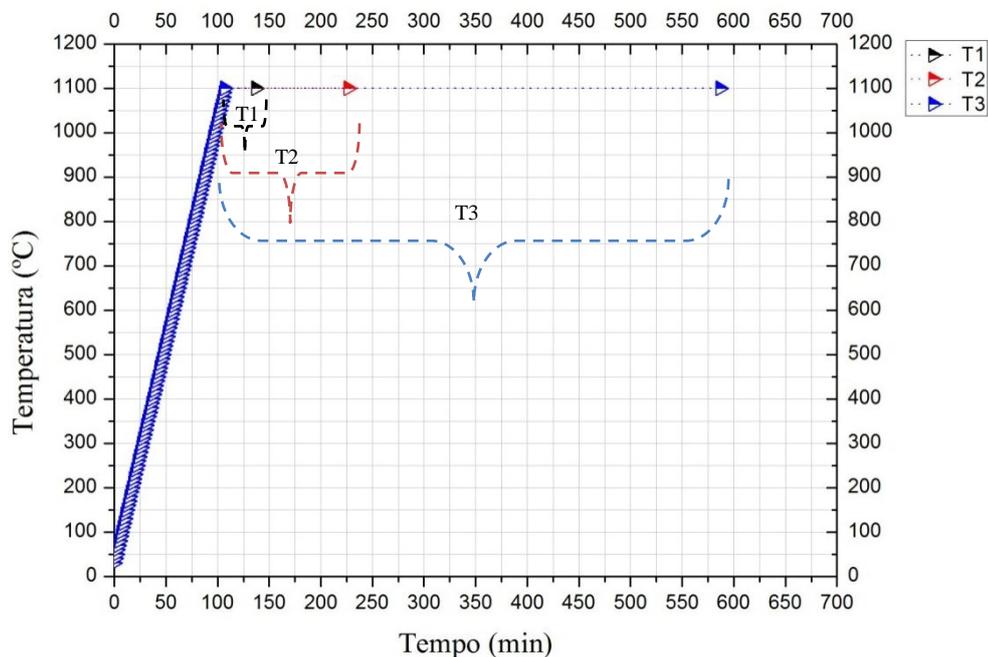
**Figura 33.** Refinamento do Feldspato.

Foi constatado, nos difratogramas da Figura 33, uma grande presença da fase feldspato potássico (BROWN, 1962).

## 6.2 Caracterização dos Corpos Cerâmicos Sinterizados

### 6.2.1 Gráfico do processo de sinterização

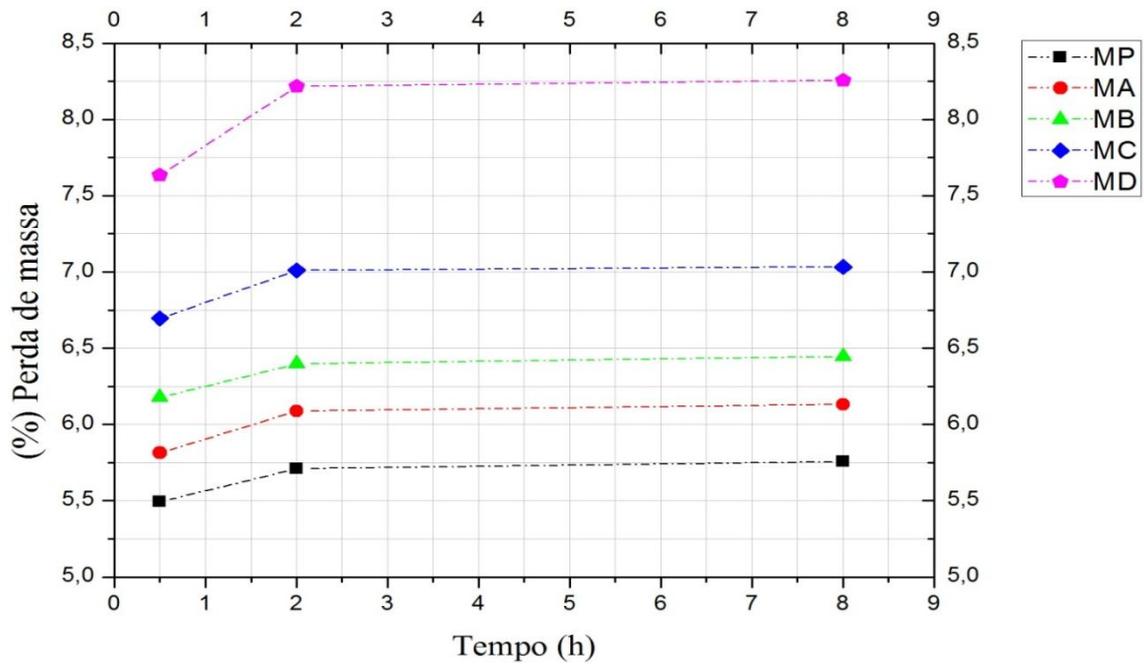
A temperatura e os tempos de sinterização estão apresentados na Figura 34, com evolução da temperatura até 1100 °C e taxa de aquecimento 10 °C/min. Foi estabelecido este valor de temperatura máxima de sinterização por limitação técnica, quando se deve operar o forno com aproximadamente 80 % da sua temperatura máxima. Esse percentual é atribuído por segurança quanto à vida útil e precisão do equipamento.



**Figura 34.** Temperatura de sinterização em função do tempo.

### 6.2.2 Perda de Massa

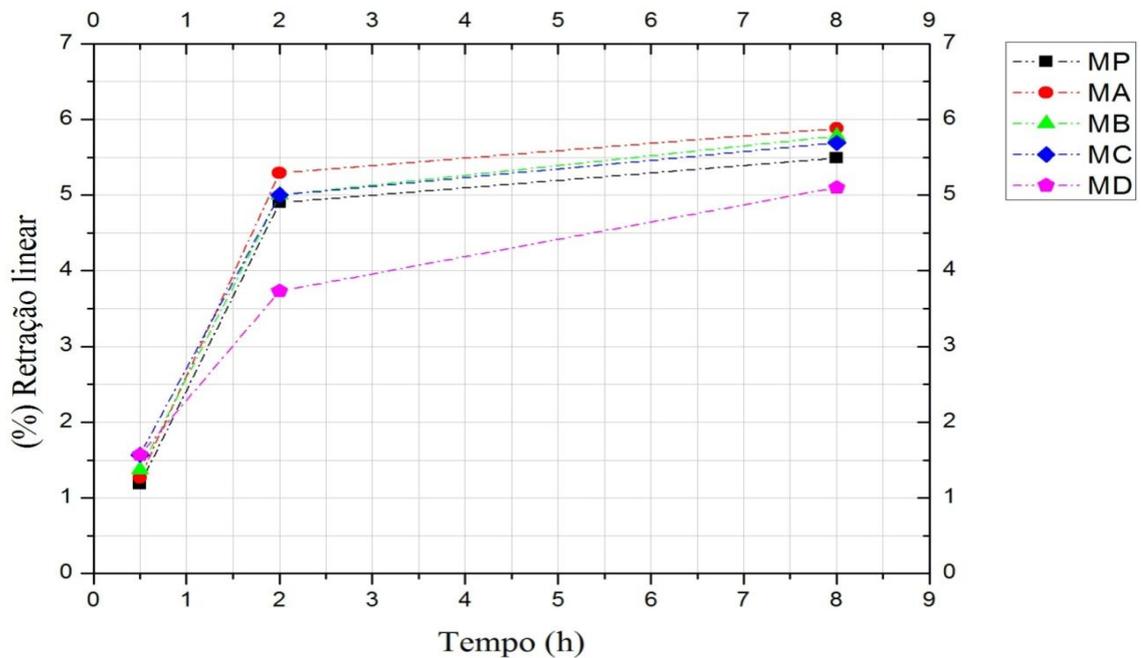
O aumento de perda de massa seguiu o aumento do tempo de sinterização e das proporções de substituição do feldspato pelo carago. Além disso, a partir do tempo T2 não houve perda significativa de massa como se pode ver no gráfico na Figura 35. Todos os valores, média e desvio padrão estão apresentados no Anexo III. A massa padrão, por ser formada somente com produtos já passados por processos de obtenção industrial (diminuição de impurezas), foi a que menos perdeu massa.



**Figura 35.** Percentual de perda de massa em função do tempo de sinterização.

### 6.2.3 Retração Linear

A grandeza escolhida para averiguação do percentual de retração foi o diâmetro, pois nos fornece dados mais seguros, uma vez que todos os CP's foram confeccionados na mesma matriz. Todos os valores de retração estão presentes no anexo IV.



**Figura 36.** Retração linear no diâmetro em função do tempo de Sinterização.

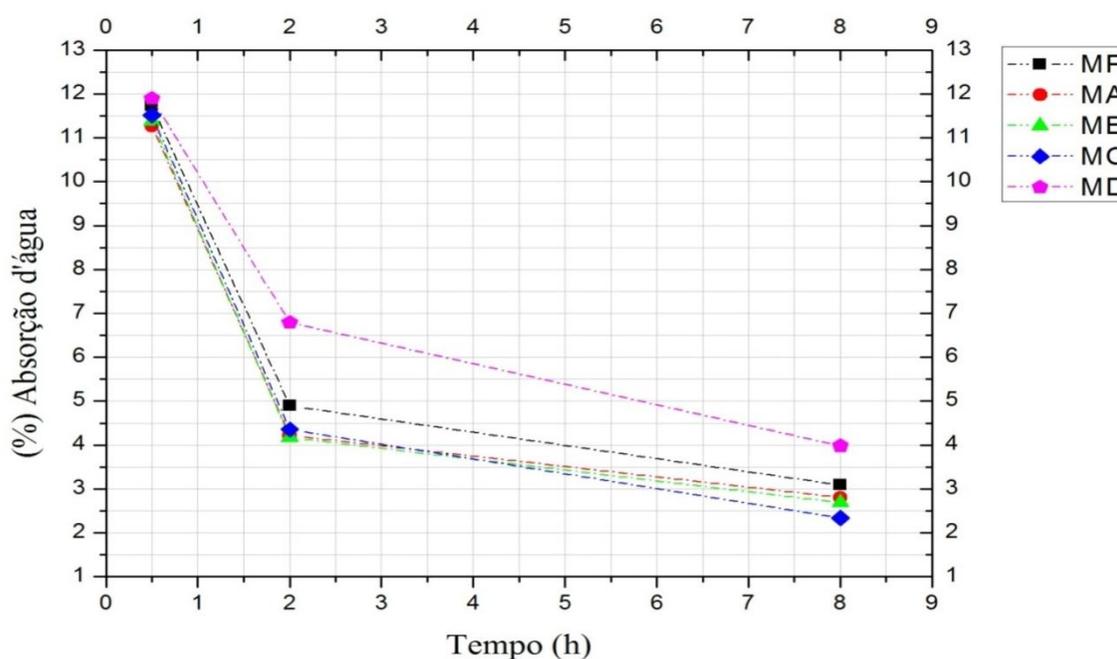
Os valores de retração de todas as formulações tiveram um aumento seguindo ordem crescente com aumento do tempo de sinterização. A formulação MD, que obteve maior percentual de perda de massa (Figura 35), registrou menor valor de retração (Figura 36). Essa baixa retração pode estar ligada a formação da wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ), que apresenta em sua constituição o cálcio que tem baixo coeficiente de dilatação como é retratado por Singh (2003) apud Lengler (2006).

As massas MP, MA, MB e MC apresentaram percentuais de retração bem próximos. Verificou-se que após T2, não há um aumento significativo dos valores de retração como ocorreu de T1 para T2.

A faixa de retração de 1,0 a 5,9 % está dentro da faixa alcançada pelas matérias-primas principais constituídas por caulim, quartzo e feldspato que está entre 0,50 á 8,10 % de retração (BRAGANÇA & BERGMAN, 2004 apud SILVA, 2010).

#### 6.2.4 Absorção D'água

Os demais valores de absorção podem ser visualizados no anexo V.



**Figura 37.** Absorção d'água em função do tempo de sinterização.

No gráfico da Figura 37, a média de absorção para os corpos sinterizados por T1 ficou entre 11 e 12 %. No tempo T2 houve uma grande variação decrescente de absorção para para os CP's das massas MP, MA, MB e MC chegando na faixa dos 4,5 % enquanto que MD se manteve em 6,8 %. Em T3 as quatro primeiras massas mantiveram uma aproximação em seus

valores e MD teve uma diferença significativa no percentual de absorção com relação as demais massas. O menor percentual de absorção foi dos CP's de MC em T3, chegando a 2,34 %. A redução dos valores de absorção de T1 a T3 estão ligados a dissolução do feldspato que possibilitou um aumento da vitrificação com aumento do tempo de sinterização, o que confirmado por Sousa *et al.*, (2007).

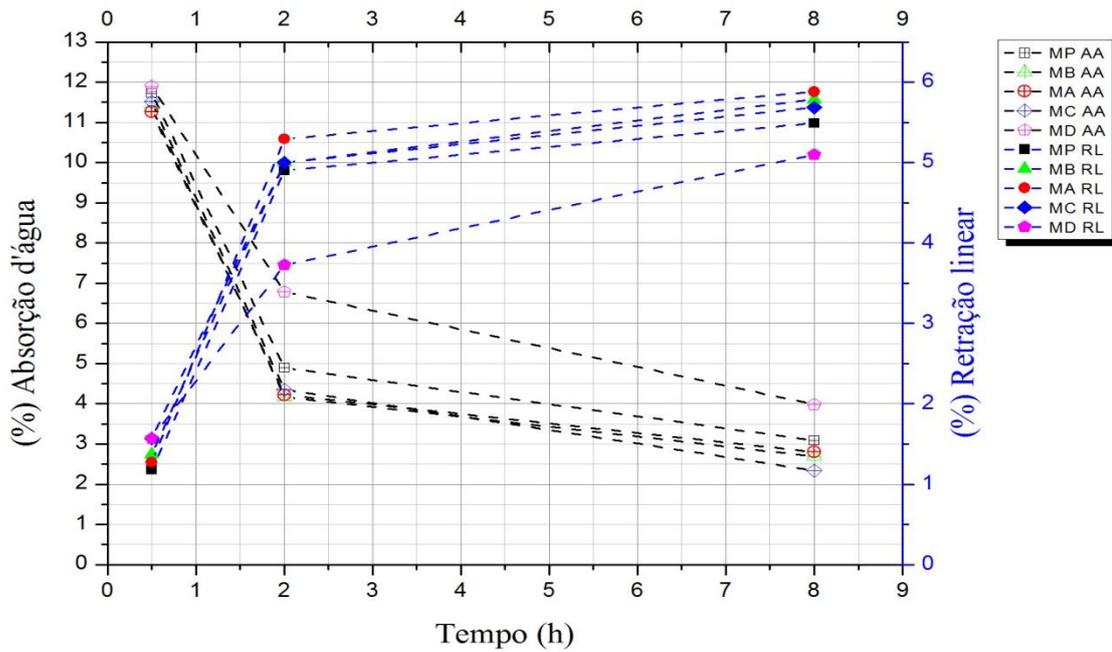
Segundo Melo (2011), o valor alto de absorção pode está ligado a grande quantidade de quartzo, pois quando menor for o percentual inserido de quartzo, já que todas as composições já possuem quartzo residual, menor é a absorção.

Com relação aos valores mínimos (3,8 a 5,0 %) de absorção obtidos por SILVA (2010), na temperatura de sinterização de 1150 °C por 2 h, utilizando massas cerâmicas para obtenção de porcelana dielétrica, semelhante às usadas neste trabalho, podemos afirmar que o valores obtidos em 1100 °C em T2 estão bem próximos. E em T3, obtivemos um melhor resultado de absorção para MC, chegando a 2,34 %. Valores como este é característico de porcelana dielétrica para uso em baixa tensão (LEGLER, 2006).

Embora esperado, conforme sobre a possibilidade de uma relação direta entre a perda de massa e a porosidade, após apresentação da Figura 35, isso não foi observado na Figura 37, haja vista a distribuição das curvas (sequência) em relação aos eixos das ordenadas das figuras mencionadas. Uma justificativa plausível é o fato de que a porosidade medida pela absorção d'água corresponde à aberta, ou seja, exposta e observável na superfície externa dos corpos cerâmicos. No entanto, existe a porosidade fechada, que corresponde a vazios internos provenientes da ausência de massa. Além disso, a distribuição das porosidades aberta e fechada depende, no presente trabalho, do intervalo do tempo de sinterização, do teor das espécies responsáveis pela formação dos poros (carbonatos e matéria orgânica, distribuição no volume do corpo cerâmico, água estrutural etc.). Com relação à distribuição no volume do corpo cerâmico, existe uma dependência dessa característica com o processamento, mistura e homogeneização da massa formulada. Sendo assim, essas variáveis, decerto, associadas ou não, contribuíram fortemente para a inexistência da relação esperada.

#### 6.2.5 Comparação entre Absorção D'água e Retração Linear

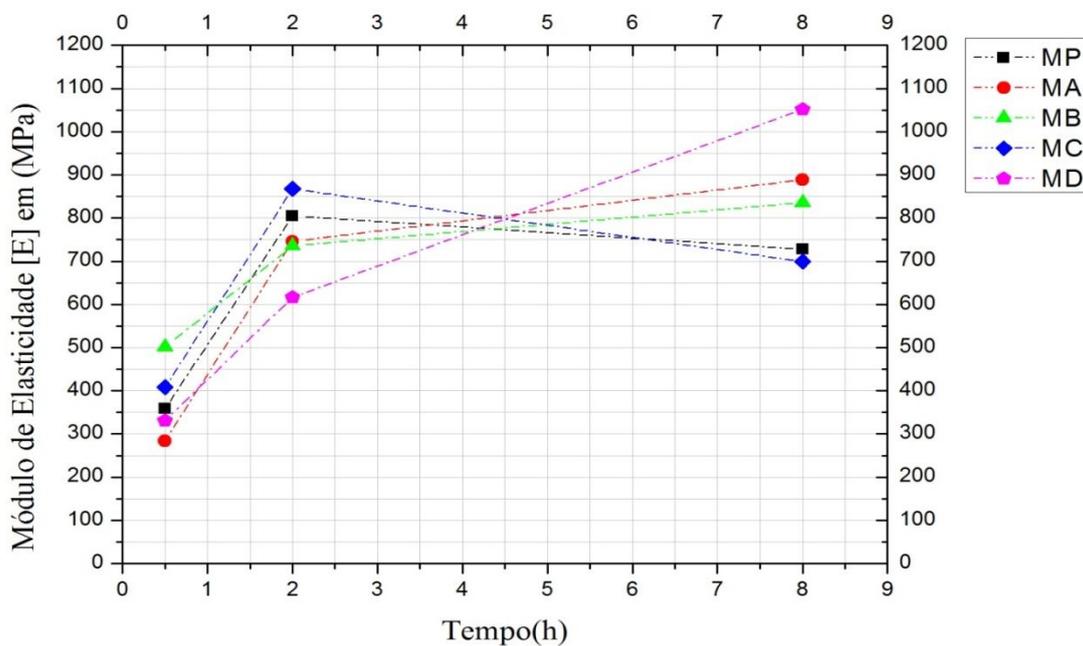
É muito clara a relação dos valores percentuais de retração e absorção (Figura 38), que nos indicou um aumento da retração gerando uma diminuição dos valores de absorção, resultado da diminuição da porosidade aparente aberta para todas as composições em função do aumento do tempo de sinterização.



**Figura 38.** Absorção *versus* Tempo de Sinterização *versus* Retração.

### 6.2.6 Módulo de Elasticidade ou de Young (E)

Os valores do módulo de elasticidade de cada composição estão no anexo VI.



**Figura 39.** Módulo de elasticidade (E) em função do tempo de sinterização.

Os valores dos módulos de Young não mantiveram uma linearidade em função de T1, T2 e T3. As formulações MA, MB e MD tiveram um considerável aumento do módulo de T1 a T3 (Figura 39).

Já com MP e MC o módulo decresceu após T2. Essa diminuição nos valores de tensão de ruptura pode está associado a presença expressiva do fundente (feldspato potássico), que gerou uma considerável formação de fase vítrea (SOUSA *et al*, 2007).

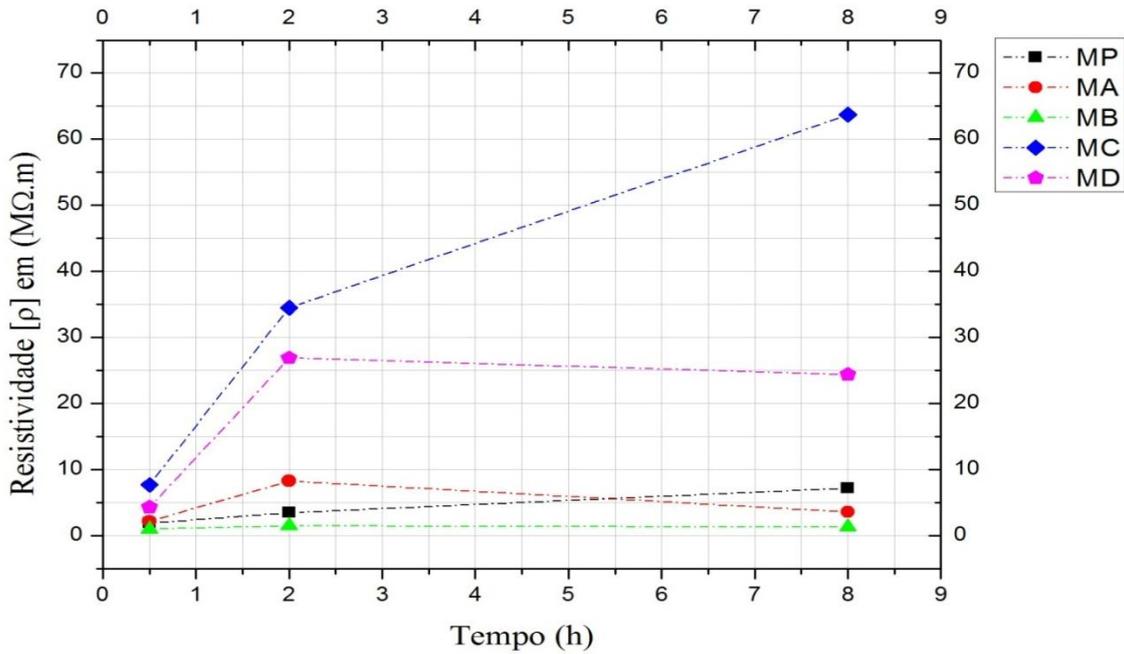
A diminuição da resistência mecânica em algumas formulações pode ter sido ocasionada pelo fato do resfriamento ter sido lento, possibilitando uma expansão volumétrica do quartzo  $\beta$ - $\alpha$ , onde a fração de quartzo não dissolvida diminuiu resistência mecânica das massas conforme Chinelatto e Souza (2004).

Assim como retrata Kreimer e Chistyakova (1989), a resistência mecânica aumenta com o aumento das fases cristalinas e com a diminuição da fase vítrea, sendo que o maior aumento ocorre quando a quantidade de mulita é aumentada e a de quartzo residual e fase vítrea são diminuídas, fato que pode ter ocorrido na formulação MD-T3, o CP D13, com grande quantidade de mulita, não apresentou boa formação de fase vítrea e teve o maior módulo de elasticidade. Isso pode estar ligado a outras fases formadas, como a wollastonita, que diminui a retração, por possuir baixo coeficiente de dilatação, mais aumenta a resistência mecânica conforme Singh (2003) apud Lengler (2006).

De forma geral, é possível observar na Figura 39 que o módulo de elasticidade teve sua magnitude elevada com o tempo até 2 h, e que se estabilizou para tempo superior. No entanto, individualmente por formulações e, analisando a incorporação do carago, observa-se certa incoerência sobre a disposição espacial das curvas na área do gráfico, mas que é corrigida ao se analisar os desvios padrão dos resultados, desvios esses razoavelmente grandes em torno das médias. Essas variações no resultado devem ser justificadas pelo controle do aquecimento do forno ter sido manual, principalmente sobre a taxa de aquecimento. Então, a imprecisão sobre os resultados também pode ser atribuída a etapa do processamento, no que se permite a penas inferir sobre a presença do carago nas composições que, a mesma permitiu um comportamento próximo do geral esperado, não permitindo um análise entre composições com o aumento do teor de carago. Esse comportamento geral é de que com o tempo as reações físico-químicas permitiriam a formação de fases de maior resistência mecânica.

#### 6.2.7 Resistividade Elétrica

A formulação MC (Figura 40) foi à única que teve grande seu valor de resistividade aumentado em função do tempo T3. Os menores valores de resistividade mensurados neste trabalho estão acima dos obtidos por Silva (2010) em 1150°C por 2 h para obtenção de porcelana dielétrica. Os valores de  $\rho$  estão presentes no anexo VII.

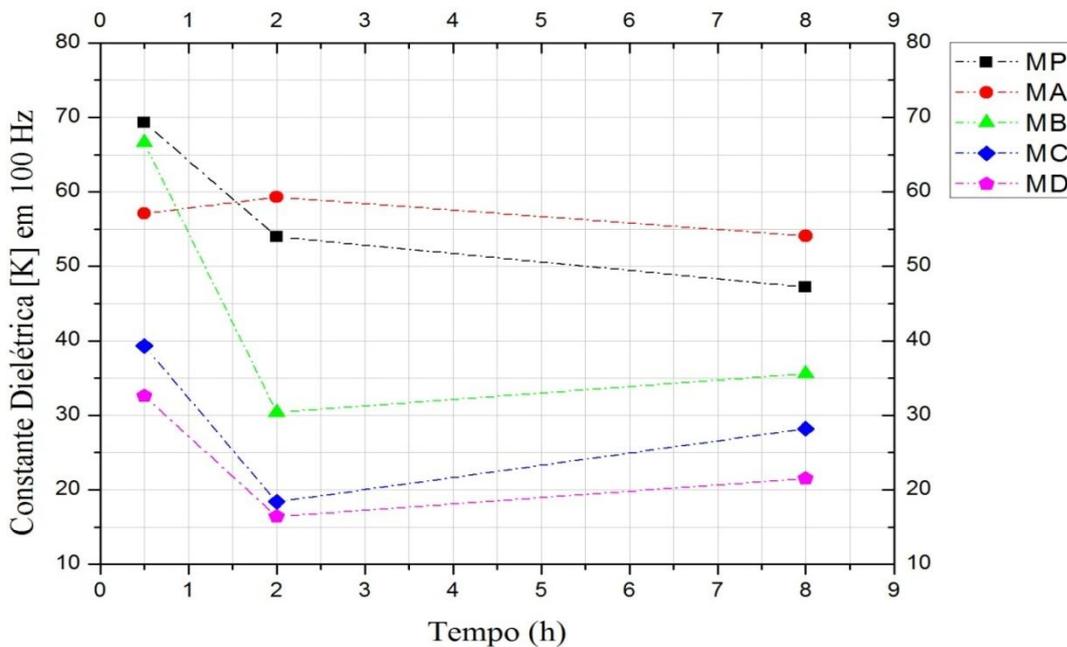


**Figura 40.** Resistividade em função do Tempo de Sinterização.

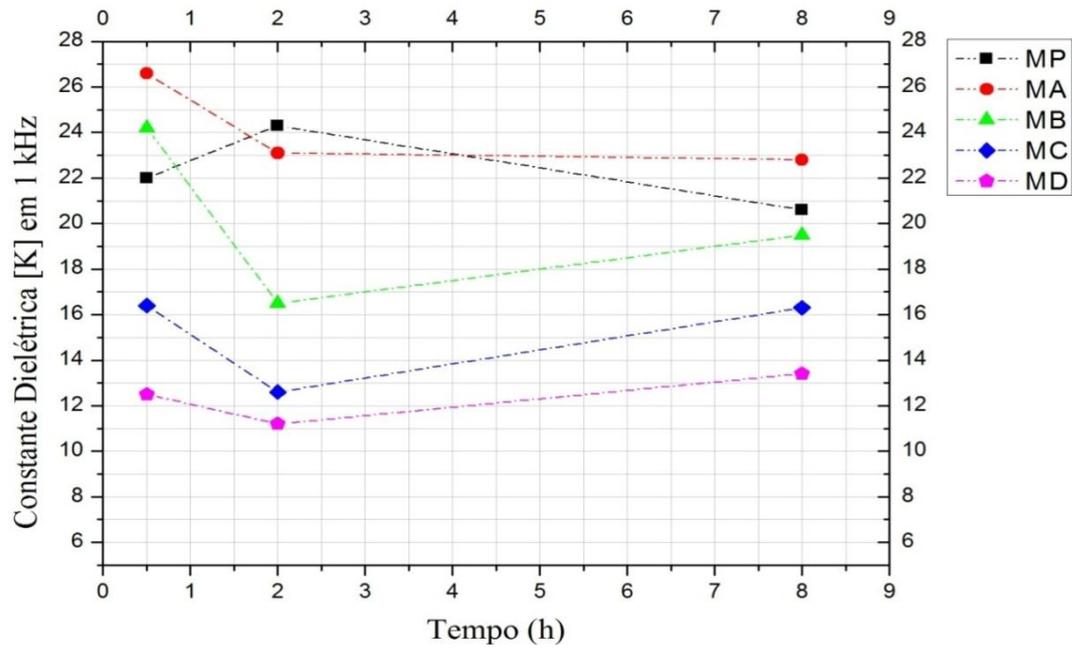
A formulação MC (Figura 40) foi à única que teve grande seu valor de resistividade aumentado em função do tempo T3. Os menores valores de resistividade mensurados neste trabalho estão acima dos obtidos por Silva (2010) em 1150°C por 2 h para obtenção de porcelana dielétrica.

#### 6.2.8 Constante Dielétrica (K) nas frequências de 100 Hz, 1 kHz e 10 kHz.

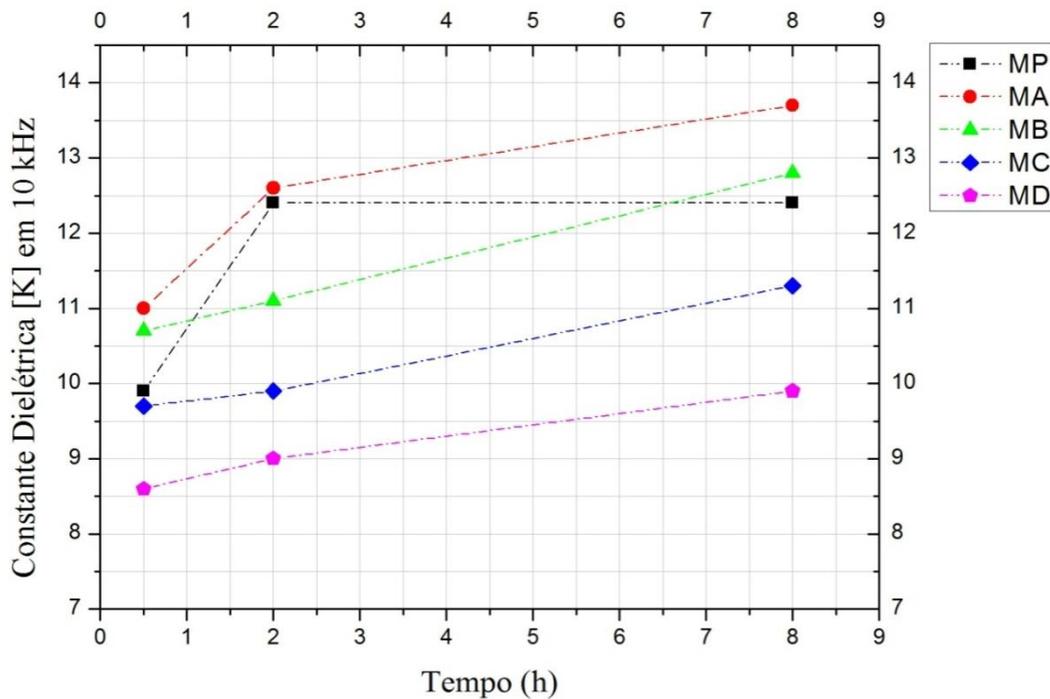
Todos os valores de K para as três frequências podem ser vistos no Anexo VIII.



**Figura 41.** Constante Dielétrica em 100 Hz em função do Tempo de Sinterização.



**Figura 42.** Constante Dielétrica em 1 kHz em função do Tempo de Sinterização.



**Figura 43.** Constante Dielétrica em 10 kHz em função do Tempo de Sinterização.

As constantes dielétricas para 100 Hz, 1 kHz e 10 kHz em função do tempo de sinterização estão representadas respectivamente pelas Figuras 41, 42 e 43.

Percebeu-se que os melhores resultados de K foram encontrados na frequência de 10 kHz (Figura 43). Esses valores estão dentro da faixa de bons dielétricos (BUCHANA, 1986). O aumento do tempo de sinterização teve influência quase linear com aumento da constante K em MB, MC e MD. MP não apresentou mudança após T2, e MA continuou a crescer em T3.

Importante observar que para a frequência de 1 kHz (Figura 42), embora os valores de K já possam ser considerados altos, estão na faixa de bons dielétricos (BUCHANA, 1986).

Os melhores valor de K para um ótimo isolador elétrico estão na faixa de 4 a 5,5 e para porcelanas de alta frequência esses valores podem variar de 6 a 6,5. O menor valor de K que obtivemos foi registrado na formulação MD em T1 (K = 8,6), considerado próximo de bons valores de isolamento. Temos levar em conta que a temperatura de sinterização não passou dos 1100°C.

Os valores de perda dielétrica para frequência de 100 Hz tiveram seus menores resultados na formulação MP-T3 e em ordem crescente pelas formulações MD-T3, MC-T3, MB-T3 e MA-T3. Os valores decresceram com aumento do tempo de sinterização.

Em 1 kHz, os menores valores de perdas dielétricas foram observados na formulação MD- T2 e em ordem crescente pelas formulações MC-T2, MP-T3, MA-T3 e MB-T3.

Na faixa de 10 kHz, os menores valores de perdas dielétricas foram observados na formulação MD- T2 e em ordem crescente pelas formulações MC-T2, MP-T3, MA-T3 e MB-T3. Foi em 10 kHz que obtivemos o menor fator de perda dielétrica (0,11) (Tabela 6).

**Tabela 6.** Perda dielétrica.

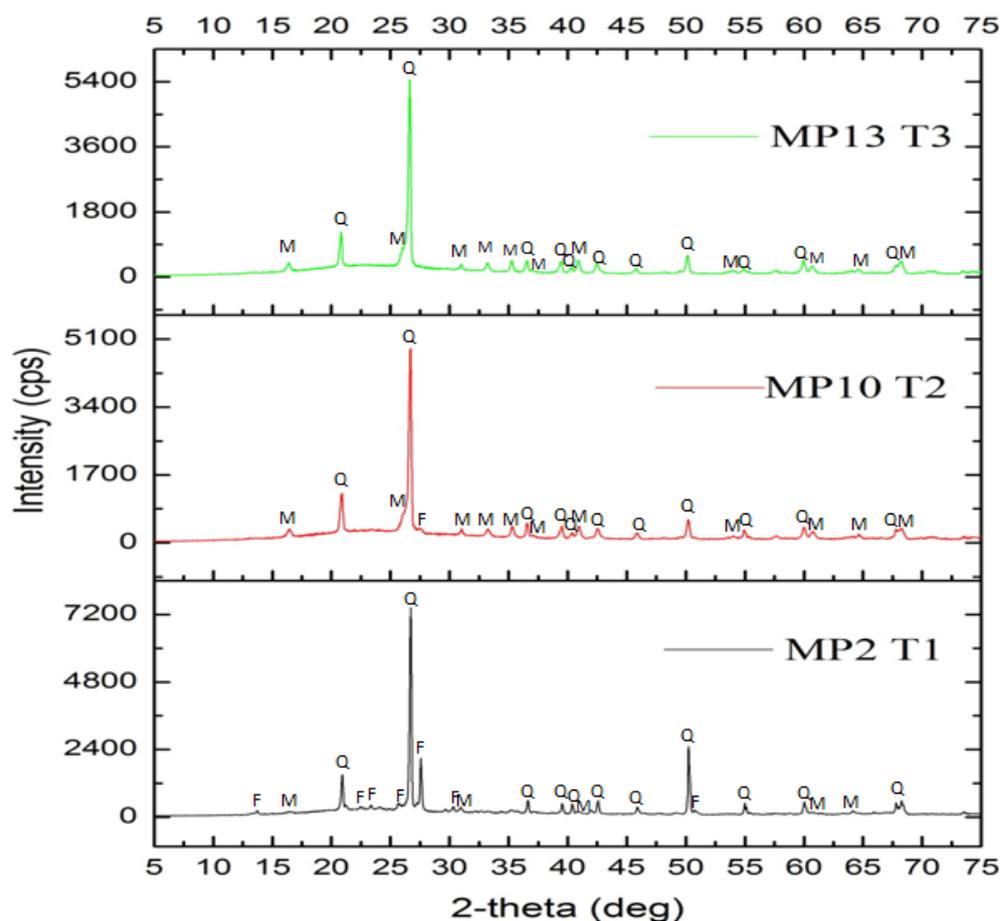
Frequência – 100Hz		Frequência – 1KHz		Frequência – 10KHz	
Massa Cerâmica	Tangente de Perda dielétric	Massa Cerâmica	Tangente de Perda dielétrica	Massa Cerâmica	Perda dielétrica
MP	100 Hz	MP	1 k Hz	MP	10 k Hz
T1	1,14	T1	1,14	T1	0,52
T2	0,89	T2	0,72	T2	0,40
T3	0,51	T3	0,55	T3	0,30
MA		MA		MA	
T1	2,71	T1	1,20	T1	0,59
T2	1,08	T2	0,76	T2	0,37
T3	1,29	T3	0,72	T3	0,36
MB		MB		MB	
T1	2,09	T1	1,24	T1	0,54
T2	1,43	T2	0,60	T2	0,24
T3	1,36	T3	0,60	T3	0,28
MC		MC		MC	
T1	1,54	T1	0,90	T1	0,33
T2	0,73	T2	0,35	T2	0,13
T3	0,69	T3	0,38	T3	0,19
MD		MD		MD	
T1	1,35	T1	0,75	T1	0,23
T2	0,91	T2	0,29	T2	0,11
T3	0,63	T3	0,30	T3	0,13

De acordo com Chaudhuri e Sarkar (2000) a constante dielétrica apresenta um comportamento parabólico em função da quantidade de cada uma das fases da porcelana

(mulita, quartzo, fase vítrea e cristobalita). O valor da constante dielétrica aumenta até um valor máximo depois cai com o aumento da quantidade de mulita e quartzo. Esse mesmo comportamento da constante dielétrica foi observado para as frequência de 100 Hz, 1 kHz e 10 kHz, onde K aumenta de T1 á T2 e depois decai em T3.

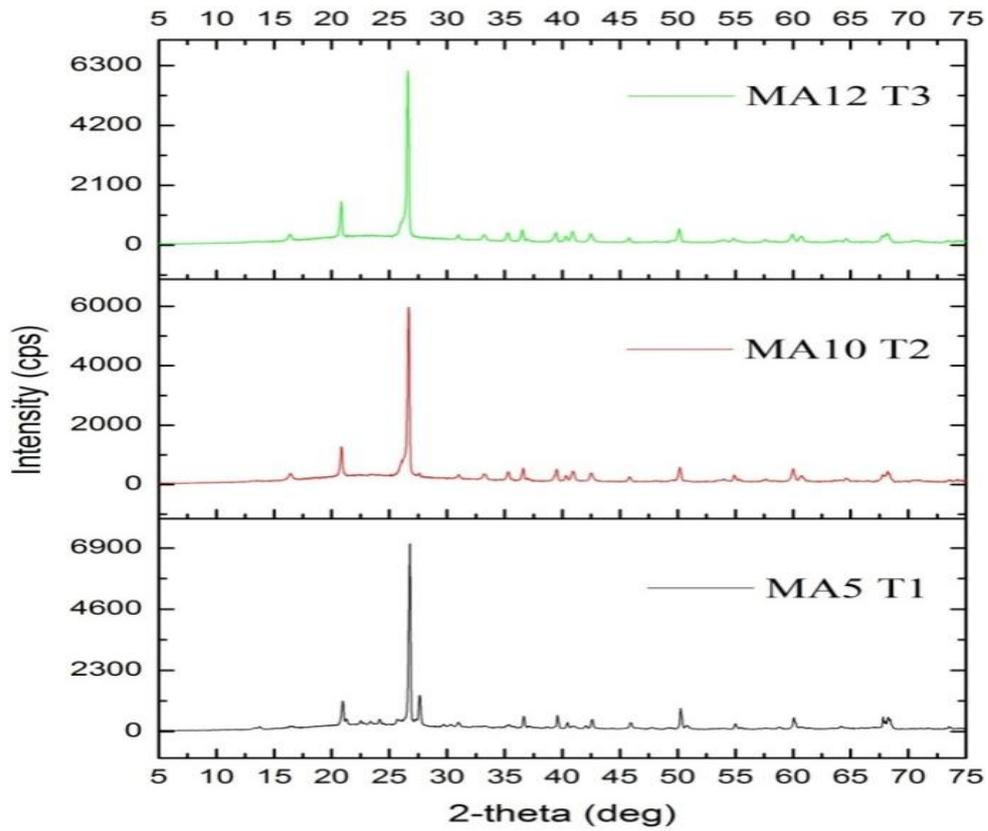
### 6.2.9 DRX

Fica claro nas Figuras 44, 45, 46, 47 e 48 que mesmo mantendo a temperatura constante, houve formação, aumento da fase e intensidade dos picos de mulita e com o aumento do tempo de sinterização. Esse aumento só tem representação significativa até 2 h, após esse período não há mudança considerável com relação às fases e a intensidade das mesmas. A fase vítrea também evolui com o tempo.

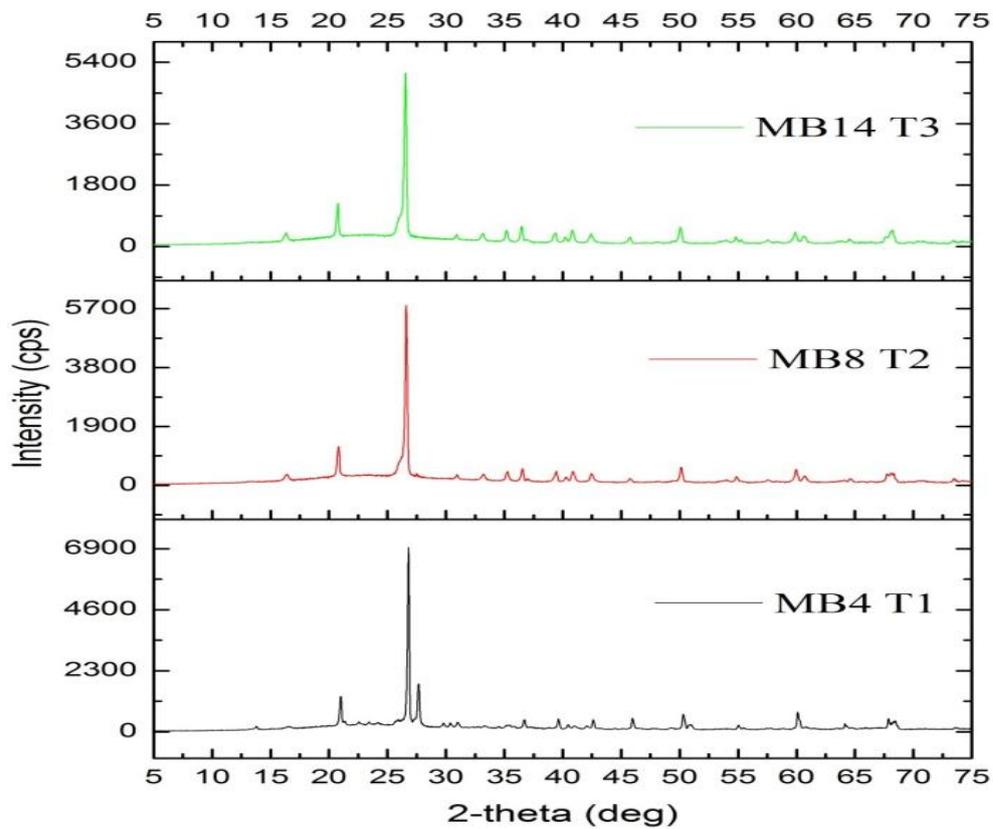


**Figura 44.** DRX dos CP's da massa MP. Onde Q - quartzo, F - feldspato potássico e M - mulita.

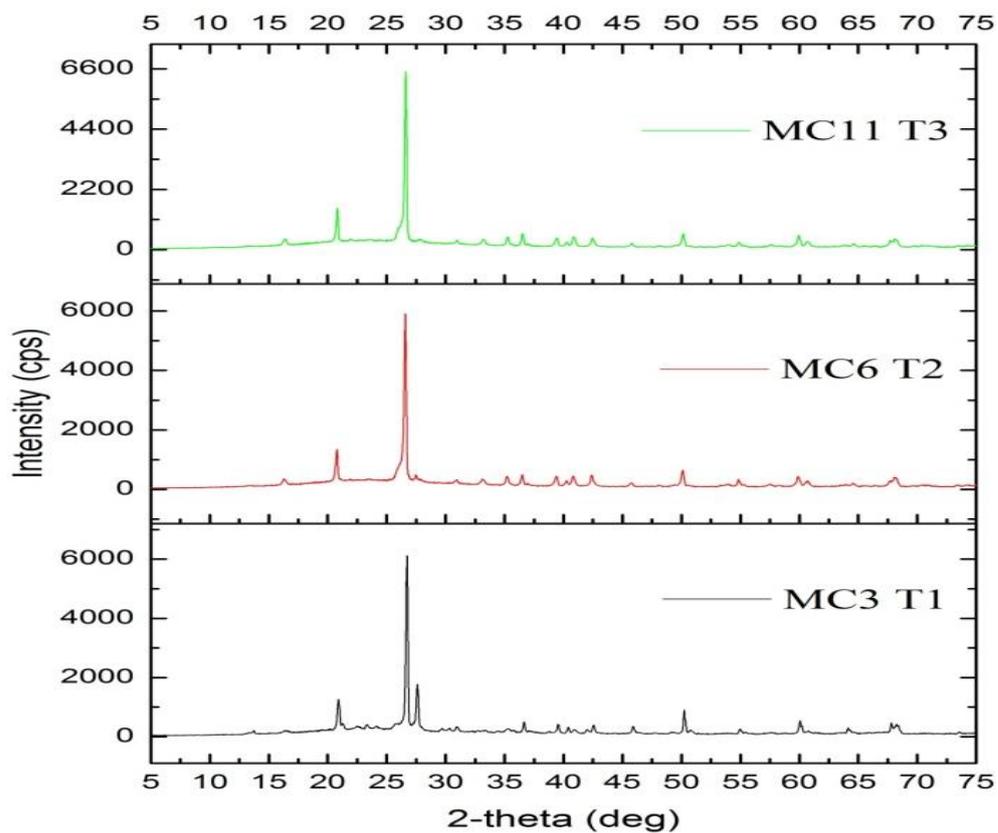
A identificação em dos picos em MP serve como parâmetro para avaliação das fases de mulita, quartzo e do feldspato potássico em todas as demais formulações.



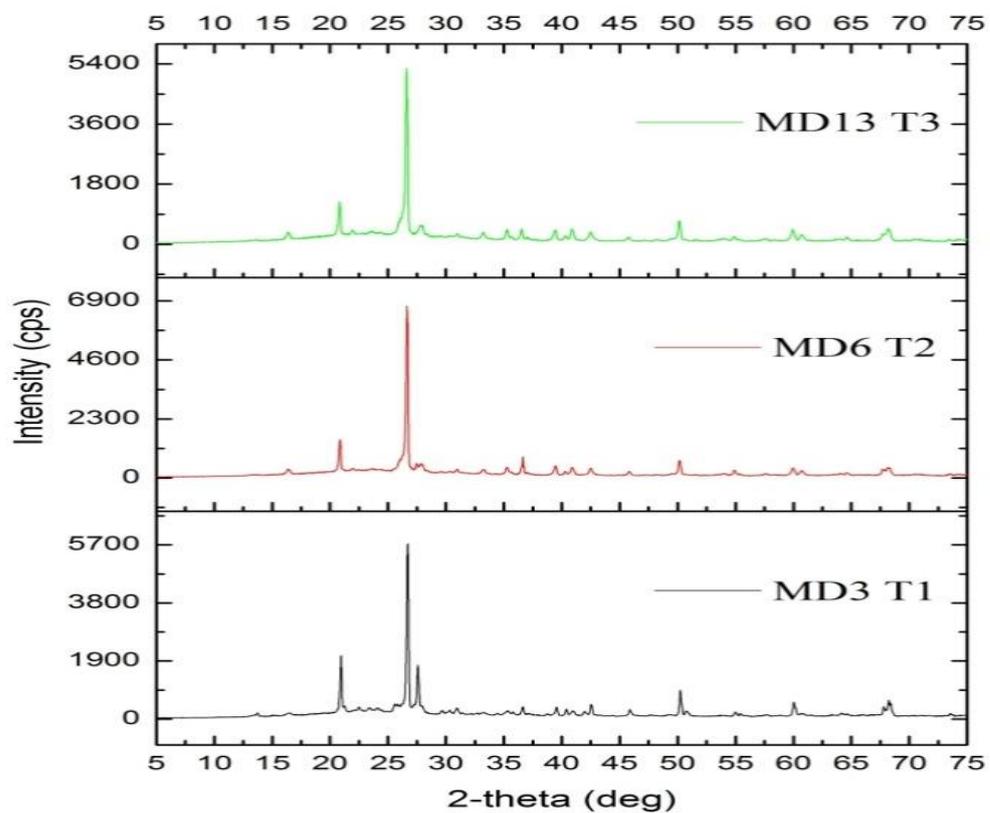
**Figura 45.** DRX dos CP's da massa MA.



**Figura 46.** DRX dos CP's da massa MB.



**Figura 47.** DRX dos CP's da massa MC.



**Figura 48.** DRX dos CP's da massa MD.

Nota-se ainda uma diminuição na intensidade dos picos do quartzo, também representativos até 2 h de sinterização (NUNES FREIRE, 2007).

A fase do feldspato potássio, microclíneo, deixa de existir após 2 h de sinterização, em compensação um grande aumento da fase mulita proveniente do argilomineral caulinita (NUNES FREIRE, 2007).

Os difratogramas das massas MA, MB, MC e MD diferem de MP, com relação ao surgimento da fase anidrita devido introdução do carago nas massas MA, MB, MC e MD.

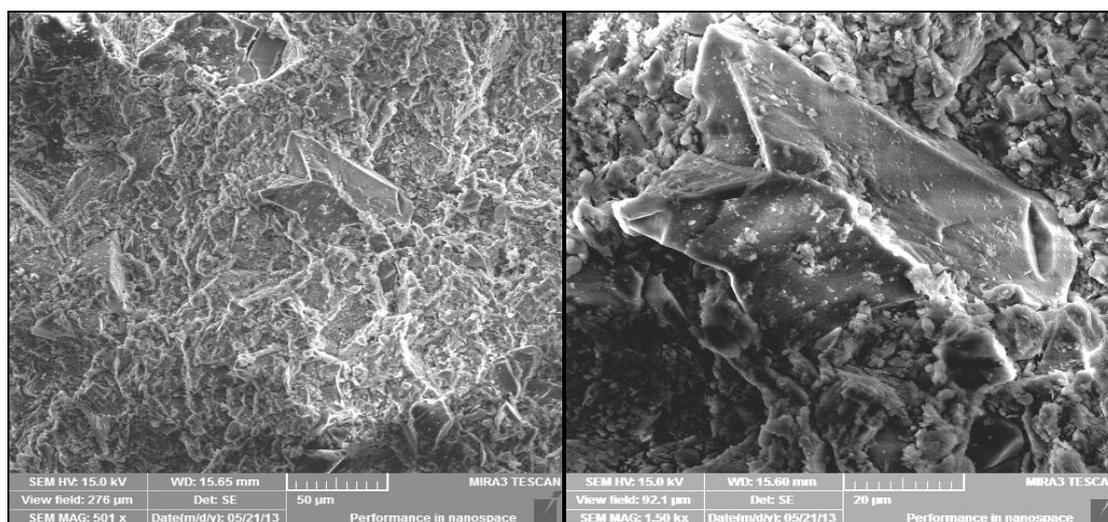
Não é possível informar se a formação de CaO, como se desejava neste trabalho, foi obtida pela reação:  $\text{CaSO}_{4(s)} \rightarrow \text{CaO}_{(s)} + \text{SO}_{3(g)}$ , como se desejava, proveniente da sinterização do carago ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) inserido na massa cerâmica padrão.

Nota-se a ocorrência de fase significativa de anidrita ( $\text{CaSO}_4$ ) em  $2\theta$  igual a  $24,40^\circ$ ,  $31,37^\circ$ ,  $38,65^\circ$ ,  $43,40^\circ$ , dentre outros, para formulação MA, MB, MC e MD (banco de dados do MAUD, 2011). Para que ocorresse a reação de obtenção de CaO dentro da estrutura cerâmica era necessário atingirmos  $1250^\circ\text{C}$ , o que não foi possível devido as limitações técnicas do forno. Outro composto formado foi a Wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ) que pode ser da reação do CaO residual contido nas matérias-primas com  $\text{SiO}_2$ . Essa fase, assim como a do sulfato de cálcio, não tem muita representatividade com relação às demais (mulita, fase vítrea e quartzo), mas, já tem condições de causar mudanças na propriedade mecânica da cerâmica, pois se trata de uma fase com baixo coeficiente de dilatação e baixa retração linear.

As fases de wollastonita, sulfato de cálcio, leucita e outras mais não foram identificadas nos difratogramas por se apresentarem com baixa intensidade.

## 6.2.10 MEV e EDS

Foram feitas aproximações de aproximadamente 500 e 1500x na superfície de fratura de cada corpo de prova. O aumento de 500x teve objetivo de fornecer uma visão panorâmica da superfície. Já com o de 1500x foi possível observar as trincas e os poros. Através do EDS pode-se determinar, ainda que pontual, a composição atômica das fases visualizadas.

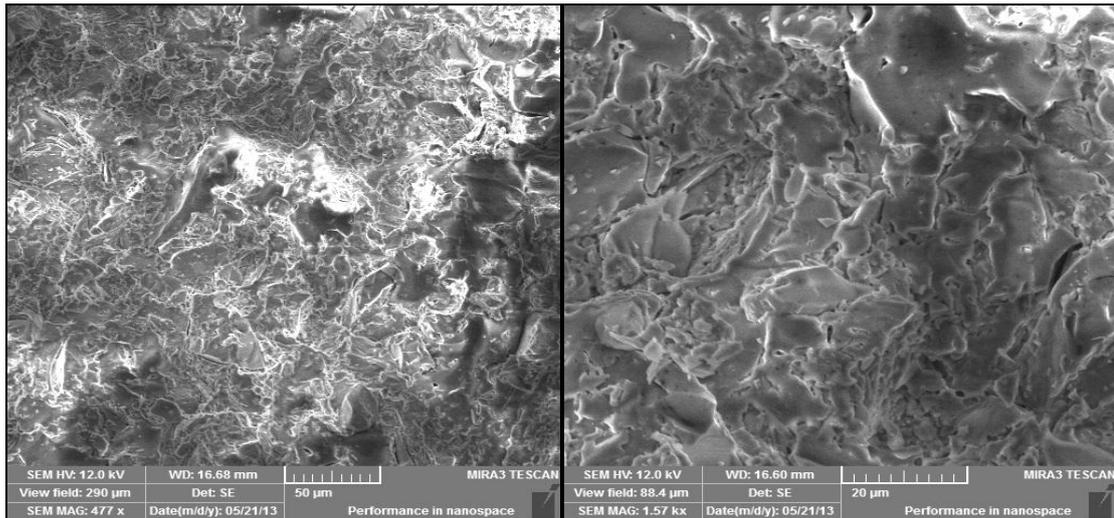


**Figura 49.** CP P2 da formulação MP-T1 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 7.** EDS do CP P2.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	55.96	56.48	SiO <sub>2</sub>
Na	0.67	0.77	Albite
Al	9.20	12.11	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	19.66	28.32	SiO <sub>2</sub>
K	1.52	2.12	KBr
Fe	0.11	0.19	Fe
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

P2 (Figura 49), com tempo T1, na ampliação de 1500x, percebemos a existência de fase vítrea, que apresenta formato semelhante ao de um grão, rodeada de aglomerados de partículas que possivelmente não dissolveram juntamente a parte líquida.



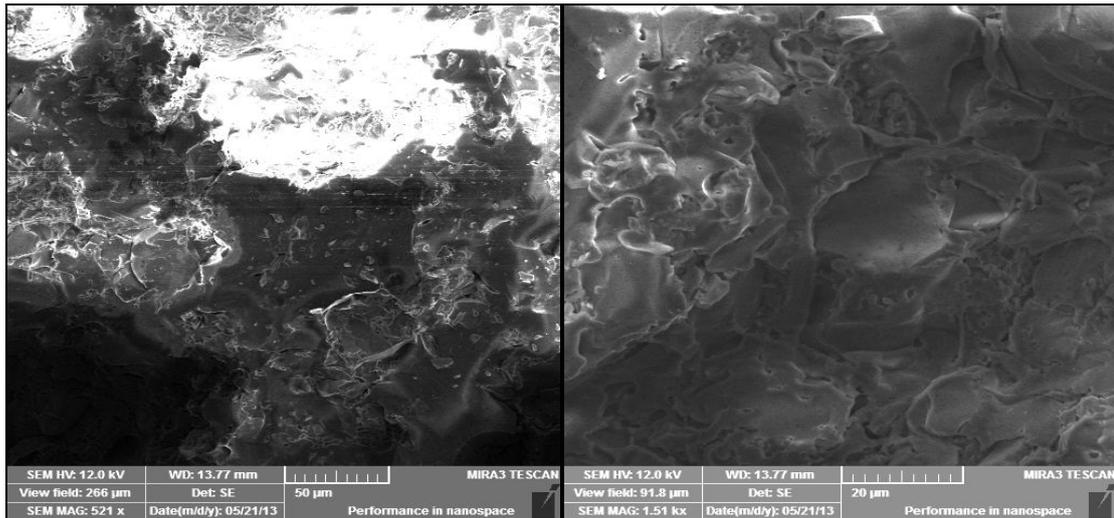
**Figura 50.** CP P10 da formulação MP-T2 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 8.** EDS do CP P10.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	31.37	57.54	SiO <sub>2</sub>
Na	0.45	0.97	Albite
Al	4.26	11.59	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	9.26	27.37	SiO <sub>2</sub>
K	0.84	2.53	KBr
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

P10 (Figura 50), na faixa de ampliação de 500x, apresenta uma superfície de fratura com textura mais lisa e regular em relação a P2 (Figura 49).

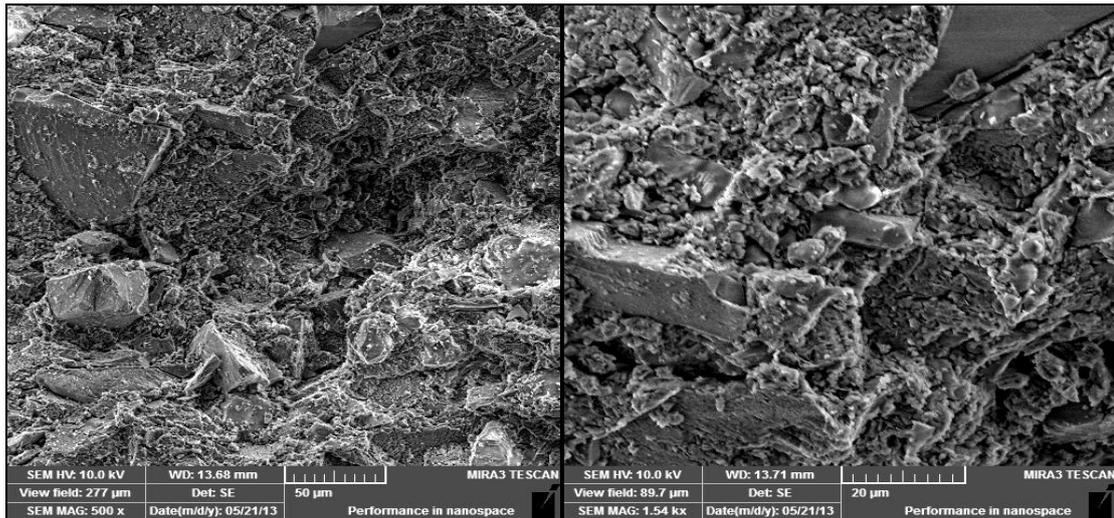
Com ampliação de 1500x verifica-se uma boa formação de fase vítrea, com grande presença de micro-poros com tamanhos diferenciados e micro-trincas com tamanho que pode chegar a 10 µm em P10. Embora P2 (Figura 49) tenha mesma composição de P10 (Figura 50), um maior tempo de sinterização possibilitou a P10 maior formação de maior quantidade de fase vítrea.



**Figura 51.** CP P13 da formulação MP-T3 com aumento de 500x e 1500x.

Com relação aos CP's P10 (Figura 50), P13 (Figura 51) apresenta também boa quantidade de fase vítrea e uma considerável redução na quantidade de micro-poros e trincas.

Não foi possível a realização do EDS no CP P13 da formulação MP-T3, pois a região de varredura estava apresentando modificações superficiais desconhecidas e constantes que poderiam danificar aparelho, então a execução da medida foi cancelada.

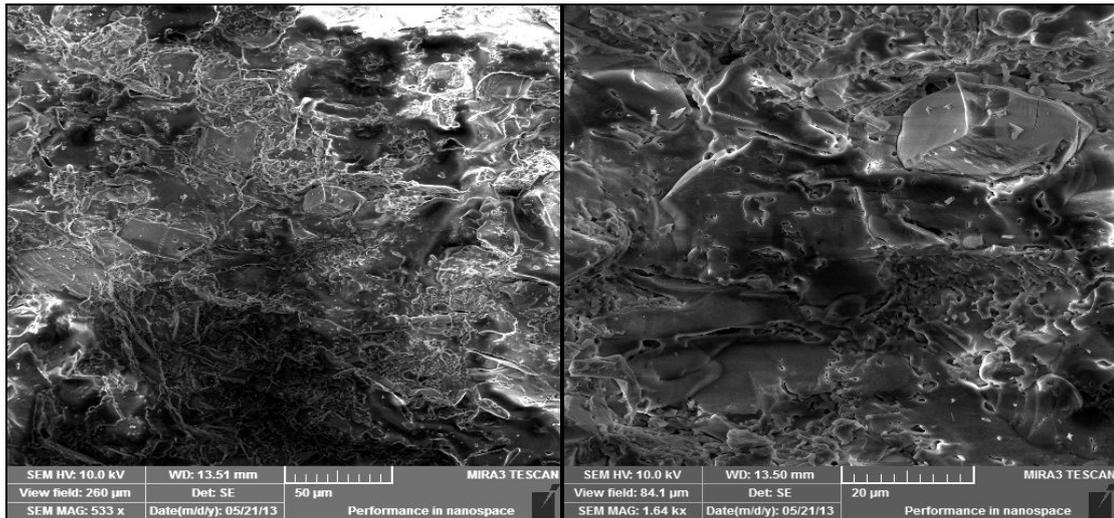


**Figura 52.** CP A5 da formulação MA-T1 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 9.** EDS do CP A5.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	32.41	52.77	SiO <sub>2</sub>
Na	0.46	0.80	Albite
Al	6.41	13.86	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	12.32	29.52	SiO <sub>2</sub>
K	1.17	2.80	KBr
Fe	0.08	0.25	Fe
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

Nota-se um aglomerado de composições, resultado de baixa quantidade de formação de fase vítrea em A5 (Figura 52) no aumento de 500 x e 1500 x, assim como visto em P2 (Figura 49), para tempo de sinterização T1.

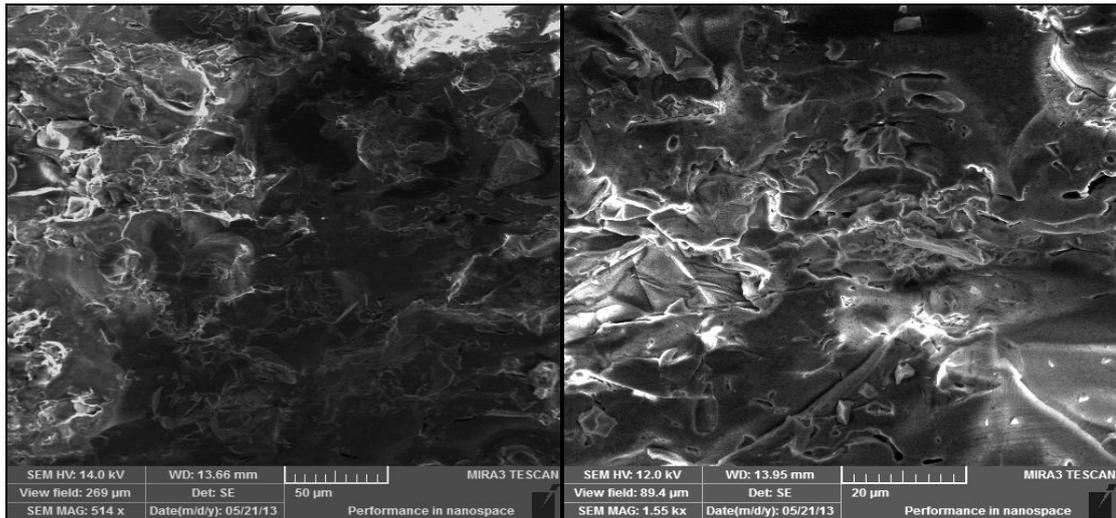


**Figura 53.** CP A10 da formulação MA-T2 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 10.** EDS do CP A10.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	9.55	54.67	SiO <sub>2</sub>
Na	0.14	0.92	Albite
Al	1.46	13.12	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	2.89	28.36	SiO <sub>2</sub>
K	0.28	2.93	KBr
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

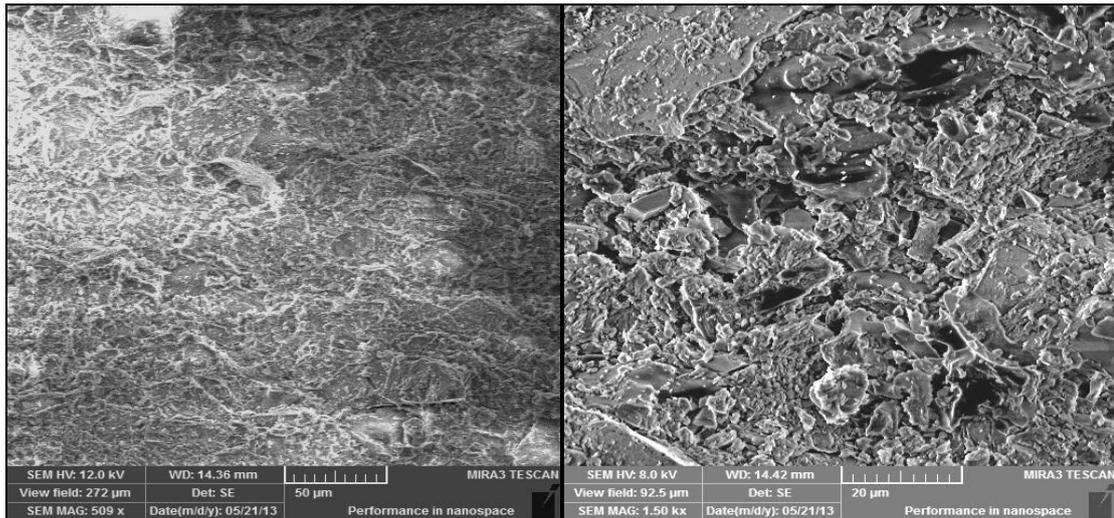
A10 (Figura 53) se mostra grande evolução da fase vítrea com relação a A5 (Figura 52), assim como ocorreu de P10 (Figura 50) em relação a P2 (Figura 49). Mas ainda é possível enxergar mais homogeneidade na superfície em A10.



**Figura 54.** CP A12 da formulação MA-T3 com aumento de 500x e 1500x.

Novamente está claro uma melhor formação de fase vítrea em A12 (Figura 54) sinterizado no tempo T3 com relação a A10 (Figura 53) sinterizado no tempo T2.

Mais uma vez não foi possível execução da medida de EDS pelo mesmo motivo ocorrido com o CP P13.

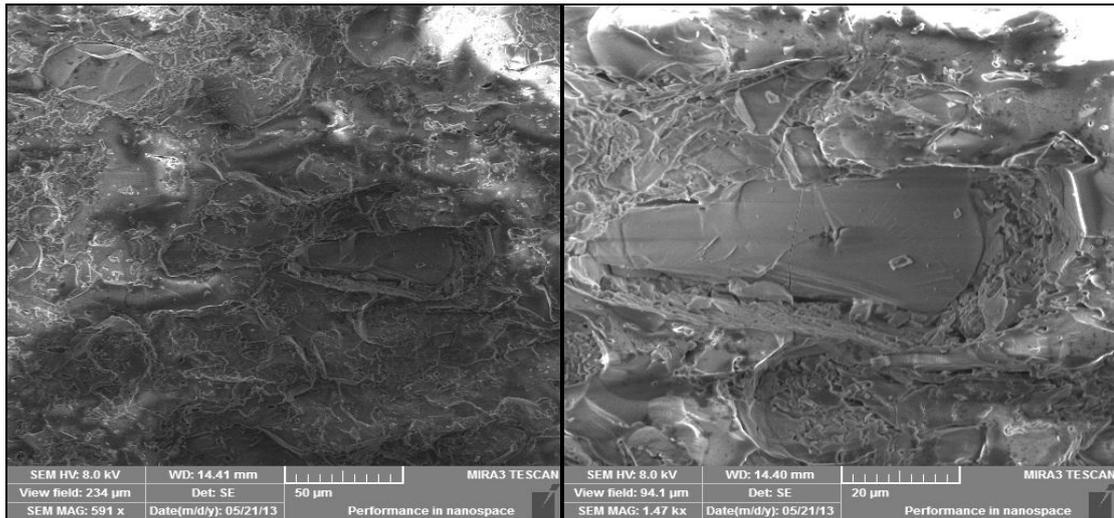


**Figura 55.** CP B4 da formulação MB-T1 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 11.** EDS do CP B4.

<b>EDS da região de fratura</b>			
<b>Elemento</b>	<b>Concentração Aparente</b>	<b>(%) Peso</b>	<b>Fases</b>
<b>O</b>	<b>11.49</b>	<b>53.49</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>Na</b>	<b>0.17</b>	<b>0.89</b>	<b>Albite</b>
<b>Al</b>	<b>1.88</b>	<b>13.42</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Si</b>	<b>3.66</b>	<b>28.58</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>K</b>	<b>0.36</b>	<b>3.00</b>	<b>KBr</b>
<b>Ca</b>	<b>0.07</b>	<b>0.61</b>	<b>Wollastonite</b>
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

B4 (Figura 55) no tempo de sinterização T1 formou uma quantidade considerável de fase vítrea, diferentemente de P2 (Figura 49) e A5 (Figura 52) que apresentaram uma formação mínima e um grande aglomerado de grãos.

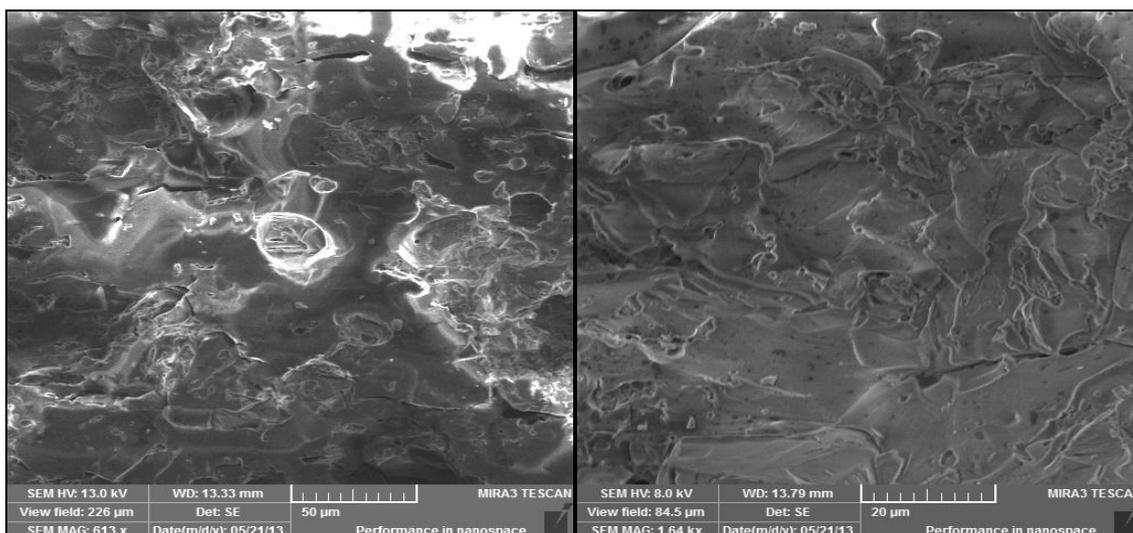


**Figura 56.** CP B8 da formulação MB-T2 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 12.** EDS do CP B8.

<b>EDS da região de fratura</b>			
<b>Elemento</b>	<b>Concentração Aparente</b>	<b>(%) Peso</b>	<b>Fases</b>
<b>O</b>	<b>36.10</b>	<b>55.96</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>Na</b>	<b>0.58</b>	<b>1.02</b>	<b>Albite</b>
<b>Al</b>	<b>6.13</b>	<b>13.24</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Si</b>	<b>11.17</b>	<b>26.49</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>K</b>	<b>1.28</b>	<b>3.02</b>	<b>KBr</b>
<b>Fe</b>	<b>0.09</b>	<b>0.27</b>	<b>Fe</b>
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

B8 (Figura 56) no tempo T2 apresenta uma quantidade maior de fase vítrea e mais homogênea em comparação a B4 (Figura 55).

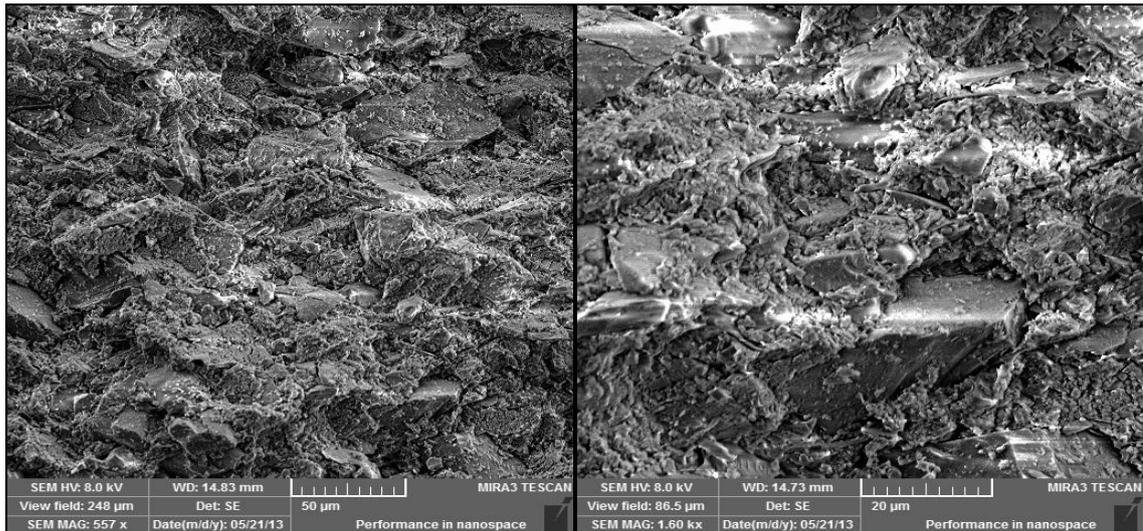


**Figura 57.** CP B14 da formulação MB-T3 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 13.** EDS do CP B14.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	13.55	58.31	SiO <sub>2</sub>
Na	0.22	1.16	Albite
Al	1.71	12.11	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	3.27	25.17	SiO <sub>2</sub>
K	0.35	2.79	KBr
Fe	0.04	0.46	Fe
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

B14 (Figura 57) com T3 teve a porosidade e as trincas reduzidas pela boa formação vítrea em comparação a B8 (Figura 56).

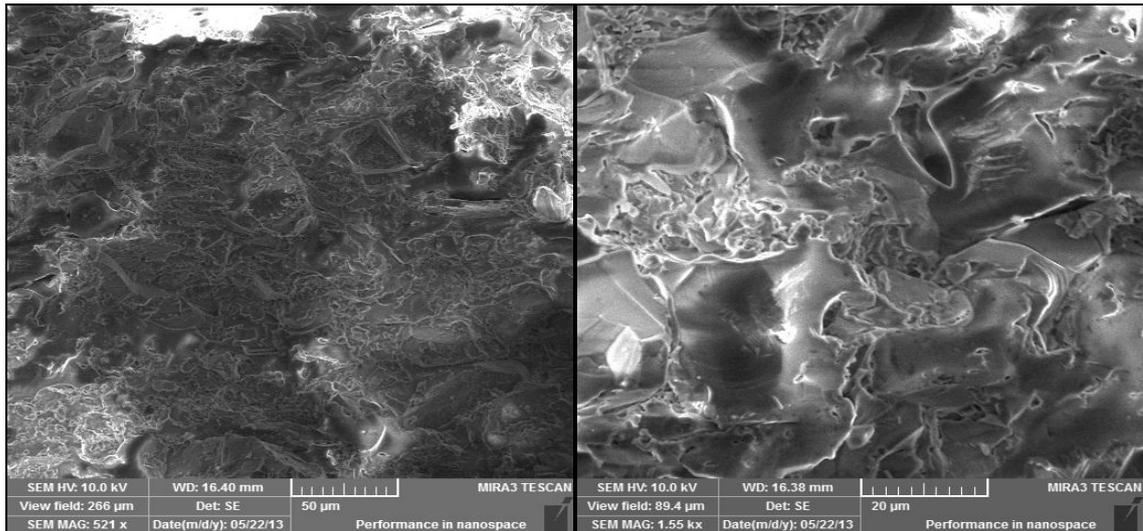


**Figura 58.** CP C3 da formulação MC-T1 com aumento de 500x e 1600x.

**Tabela 14.** EDS do CP C3.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	49.87	54.98	SiO <sub>2</sub>
Na	0.69	0.83	Albite
Al	9.33	12.86	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	18.38	27.90	SiO <sub>2</sub>
K	1.82	2.66	KBr
Ca	0.34	0.51	Wollastonite
Fe	0.15	0.27	Fe
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

C3 (Figura 58) assim como P2 (49) e A5 (Figura 52) apresenta pouca fase vítrea e uma formação de aglomerados.

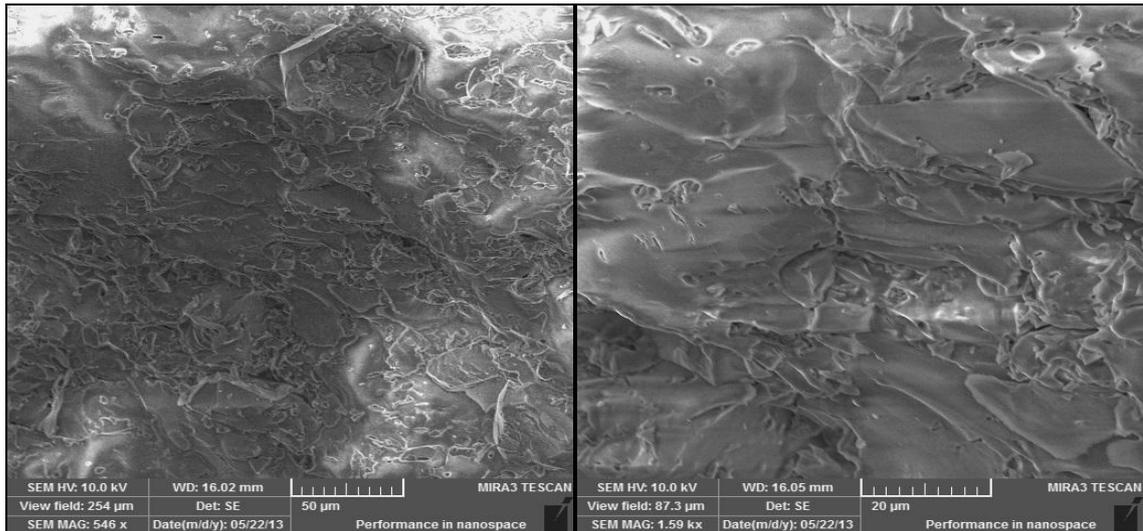


**Figura 59.** CP C6 da formulação MC-T2 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 15.** EDS do CP C6.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	12.12	56.03	SiO <sub>2</sub>
Na	0.18	0.98	Albite
Al	1.41	10.23	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	3.75	29.42	SiO <sub>2</sub>
K	0.36	2.98	KBr
Ca	0.04	0.37	Wollastonite
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

C6 (Figura 59) teve uma boa evolução de fase vítrea com tempo T2 em relação a C3 (Figura 58).

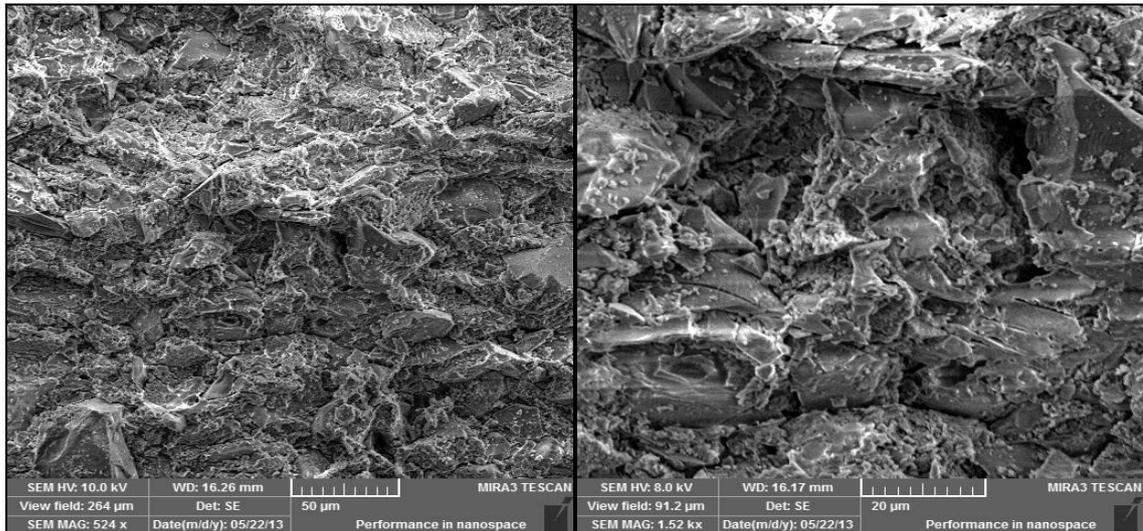


**Figura 60.** CP C11 da formulação MC-T3 com aumento de 500x e 1600x.

**Tabela 16.** EDS do CP C11.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	11.11	52.40	SiO <sub>2</sub>
Na	0.18	0.93	Albite
Al	1.99	14.17	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	3.63	28.39	SiO <sub>2</sub>
K	0.44	3.65	KBr
Ca	0.05	0.45	Wollastonite
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

C11 (Figura 60) teve um comportamento idêntico ao que vem acontecendo a com as formulações MP, MA e MB em T3, com redução de porosidade aberta e trincas.

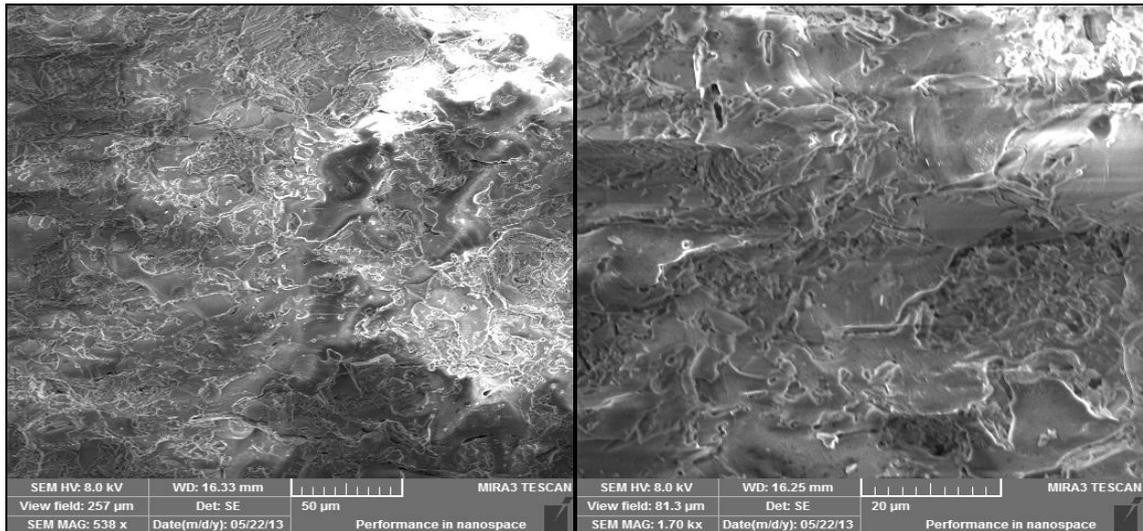


**Figura 61.** CP D3 da formulação MD-T1 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 17.** EDS do CP D3.

<b>EDS da região de fratura</b>			
<b>Elemento</b>	<b>Concentração Aparente</b>	<b>(%) Peso</b>	<b>Fases</b>
<b>O</b>	<b>25.68</b>	<b>52.41</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>Na</b>	<b>0.34</b>	<b>0.72</b>	<b>Albite</b>
<b>Al</b>	<b>4.30</b>	<b>11.54</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Si</b>	<b>10.00</b>	<b>29.22</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>S</b>	<b>0.24</b>	<b>0.77</b>	<b>FeS<sub>2</sub></b>
<b>K</b>	<b>0.82</b>	<b>2.45</b>	<b>KBr</b>
<b>Ca</b>	<b>0.82</b>	<b>2.53</b>	<b>Wollastonite</b>
<b>Fe</b>	<b>0.09</b>	<b>0.36</b>	<b>Fe</b>
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

D3 (Figura 61) teve um bom início de fase vítrea já em T1, semelhante B4 (Figura 55).

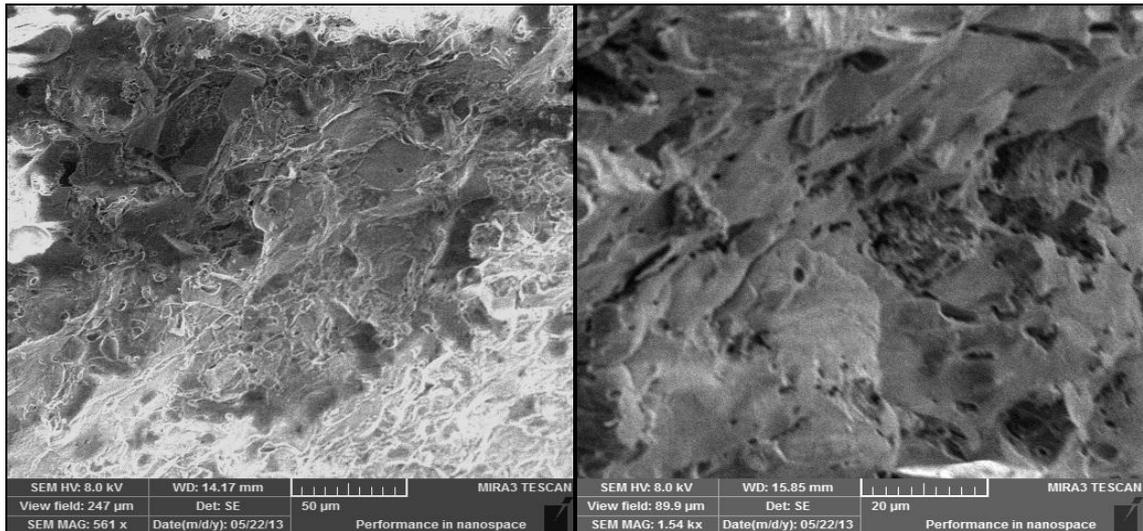


**Figura 62.** CP D6 da formulação MD-T2 com aumento de 500x e 1700x.

**Tabela 18.** EDS do CP D6.

<b>EDS da região de fratura</b>			
<b>Elemento</b>	<b>Concentração Aparente</b>	<b>(%) Peso</b>	<b>Fases</b>
<b>O</b>	<b>18.38</b>	<b>53.11</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>Na</b>	<b>0.33</b>	<b>1.03</b>	<b>Albite</b>
<b>Al</b>	<b>3.44</b>	<b>14.16</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Si</b>	<b>5.79</b>	<b>26.25</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>
<b>K</b>	<b>0.73</b>	<b>3.38</b>	<b>KBr</b>
<b>Ca</b>	<b>0.35</b>	<b>1.68</b>	<b>Wollastonite</b>
<b>Fe</b>	<b>0.07</b>	<b>0.40</b>	<b>Fe</b>
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

Novamente está claro que em T2, D6 (Figura 62), obteve mais fase vítrea que D3 (Figura 61).



**Figura 63.** CP D13 da formulação MD-T3 com aumento de 500x e 1500x.

**Tabela 19.** EDS do CP D13.

EDS da região de fratura			
Elemento	Concentração Aparente	(%) Peso	Fases
O	32.02	55.06	SiO <sub>2</sub>
Na	0.50	0.94	Albite
Al	5.28	12.13	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	10.82	27.09	SiO <sub>2</sub>
K	1.22	3.03	KBr
Ca	0.49	1.26	Wollastonite
Fe	0.16	0.48	Fe
<b>Total:</b>		<b>100.00</b>	

Diferentemente do que aconteceu com as formulações MP, MA, MB e MC com seus CP's em T3, D13 (Figura 63) em T3 não teve uma boa constituição de fase vítrea. Apresentou-se bem mais poroso com relação a D6 (Figura 62).

## 7. CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Embora tenha se buscado a reprodutibilidade em todo o procedimento experimental, há a necessidade de uma nova investigação mais rigorosa, principalmente relacionada à elevação da temperatura para garantir a inserção da matéria-prima secundária (o carago) na rota de fabricação de cerâmica dielétrica.

No tocante à moagem, com tempo de 3 h obtive-se o melhor resultado do carago com granulometria desejada (#200 mesh), esse fato foi observado durante as varias moagens realizadas.

Com relação às medidas de densidade real, fica a dica de não realizar nenhum procedimento de seleção de partícula antes da medida. Realizar moagem e fazer medida.

Não foi possível identificar se o tempo de mistura utilizado (2 h) foi ideal, uma vez que estamos trabalhando com matérias com diferentes densidades.

Os recipientes adaptados ao moinho, com volume inferior ao mesmo, ajudaram a melhorar o contato entre as massas e a diminuir a perda de massa se comparada a do recipiente de moagem. Observação feita durante as misturas realizadas.

A prensa não permitiu uma uniformidade na aplicação da carga de compressão, além do que todas as amostras prensadas foram removidas da matriz com aplicação de uma carga considerável que chegava 0,25 ton. Como estamos analisando relações entre as medidas mecânicas e elétricas, esse fator pode ocasionar algumas deformações indesejadas internamente ou externamente nas peças confeccionadas prejudicando medidas.

O aumento da perda de massa convergiu juntamente com aumento do carago nas formulações, e pode esta ligada as impurezas contidas no resíduo.

Houve diminuição dos micro-poros e micro-trincas em função do tempo de sinterização. Embora o ensaio tenha sido em função do tempo e não da temperatura, houve uma redução significativa com relação ao tamanho e quantidade dos micro-poros e micro-trincas nas amostras. Essa diminuição pode estar relacionada com aumento da fase vítrea, provavelmente da dissolução do feldspato potássico.

O não aparecimento do cálcio e enxofre no EDS de alguns CP's pode está ligado à pontualidade da medida. Para resultados de EDS mais claros e uniformes, será necessário coletar informações de diversos pontos da amostra e comparar valores.

O que mais se desejava com a inserção do carago era aproveitar produção de “Ca” no processo de sinterização. A presença de “Ca” livre e eliminação do enxofre no decorrer da sinterização era um dos acontecimentos desejados. Mais isso não foi possível, pois a

temperatura utilizada foi inferior à necessária para romper totalmente a ligação das moléculas do sulfato, com foi visto na difração, o sulfato ficou na composição do material sinterizado.

Em relação à massa padrão, o módulo de Young em MA, MC, MB e MD evoluiu de T1 a T2. Mas a única massa que continuou evoluindo significativamente até T3 foi MD.

A grande formação das fases de mulita e quartzo nos difratogramas refletem as características de obtenção de um porcelã dielétrica. Podemos dizer que as propriedades elétricas e mecânicas foram melhoradas com o tempo de sinterização e formação de fases secundárias. Pelos valores do módulo de elasticidade e constante dielétrica, é possível enxergar de uma forma geral que a adição do resíduo apresentou melhorias significativas com relação à massa padrão, como está nos gráficos de “E” e “K”.

Os valores de K estão dentro da faixa de bons isoladores (baixa e alta tensão em redes elétricas, velas de ignição, receptáculos de lâmpadas incandescentes e fluorescentes).

Fica como sugestão a diminuição a quantidade de quartzo na mistura, uma vez o que mesmo se encontra presente em quase todas as composições.

Apesar da limitação técnica, foi decidido estudar as composições na temperatura de 1100 °C, onde teríamos um gasto menor de energia. Uma sugestão é averiguar os dados em patamares de temperaturas maiores, já que houve uma pequena melhoria nas propriedades elétricas e mecânicas. Logo, o presente trabalho contribuiu como um estudo prévio para o desenvolvimento de cerâmicas dielétricas com a incorporação do carago, um resíduo, ao qual se pode agregar valor tornando-o uma matéria-prima secundária.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABC (2011). Informações Técnicas – Processo de Fabricação. Disponível em: < <http://www.abceram.org.br/site/?area=4&submenu=50> >. Acesso em: 20 de março de 2013.

ACCHAR, W. **Materiais Cerâmicos: Caracterização e Aplicações**. Natal: EDUFRRN, 2006. 146p.

ACCHAR, W. **Materiais cerâmicos: o que são e para que servem?** Natal: EDUFRRN, 2008. 90 p.

ACCHAR, W. **Estrutura e propriedades de materiais cerâmicos**. Natal: EDUFRRN, 2010. 146p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRAS DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 7222**: Argamassa e concreto: determinação de resistência à tração por compressão diametral de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 1994.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRAS DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 6502**: Rochas e solos: esta norma define os termos relativos aos materiais da crosta terrestre, rochas e solos, para fins de engenharia geotécnica de fundações e obras de terra. Rio de Janeiro, 1993.

ATKINS, P.; JONES, L. Principles of Chemistry: challenging the modern life and the environment. Traduzido por Caracelli, I. Porto Alegre: Bookman, 2001. 912p.

BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. F.; LUZ, A. B. Gipsita. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas & Minerais Industriais**: usos e especificações. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. 867p. p.449-470.

BAUCIA JR, J. A. KOSHIMIZU, L.; GIBERTONI, C.; MORELLI, M. R. Estudo de fundentes alternativos para uso em formulações de porcelanato. **Cerâmica**, v.56, n.339, p.262-272. 2010.

BRINDLEY, G.W. ROBINSON, K. The structure of kaolinite. **Mineralogical Magazine and Journal of the Mineralogical Society**. V.27, p.242-253. 1946.

BROWN, B. E. The crystal structure of maximum microcline. *Norsk Geologisk Tidsskrift*. V.42, p.25-36. 1962.

BUCHANAN, R. C. Ceramic Materials for Electronics. Processing; Properties, and Applications. Marcel Dekker, New York (1986).

CALLISTER Jr., W.D. **Materials Science and Engineering**. 7. ed. New York: John Wiley & Sons, Inc, 2007.

CALVO, J. P. **Yeso**. Curso Internacional de Técnico Especialista em Rocas y Minerales Industriales. Ilustre Colégio Oficial de Geólogos – Madrid, 2003. 16p.

CASAGRANDE, M. C.; SARTOR, M. N.; GOMES, V.; DELLA, V. P.; HOTZA, D.; OLIVEIRA, A. P. N. Reaproveitamento de Resíduos Sólidos Industriais: Processamento e

Aplicações no Setor Cerâmico. **Cerâmica Industrial**, v. 13, p. 34-42. 2008. CHAUDHURI, S. P.; SARKAR, P. *Ceram. Int.*, v. 26, p. 865-875. 2000.

CHIAVERINE, V. *Tecnologia Mecânica*. 2. ed. São Paulo: McGraw-Hill, v.1, 1986. 266p.

CHINELATTO, A. L.; SOUZA, D. P. F. Porcelanas elétricas aluminosas: Parte I - revisão da literatura. **Cerâmica**, v.50, p. 62-68. 2004.

CULLITY, B. **Element of X-Ray Diffraction**. 2. ed. Notre Dame: Addison-Wesley Publishing Company, 1977. 555p.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I. MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura: aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 60p.

DNPM. **Sumário Mineral**, Brasília, v. 32, 136p. , 2012.

GOMES, U. U. **Tecnologia dos Pós: fundamentos aplicações**. Natal: UFRN, 1993. 160p.

GOMES, M. F. **Otimização no tempo e temperatura no processamento da gipsita oriunda dos cristalizadores da produção de sal para obter gesso de uso na construção civil**. 2012. 115f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012.

GUHA, J. P. Reaction chemistry and subsolidus phase equilibria in lead-based relaxor systems: part II. **Journal of Materials Science**. v. 36, p. 5219, 2001.

GUBIANI, P. I.; REINERT, D. J.; REICHERT, J. M. Método alternativo para a determinação da densidade de partículas do solo – exatidão, precisão e tempo de processamento. **Ciência Rural**, v.36, n.2, p.664-668. 2006.

GUZZO, P. L. Quartzo. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas & Minerais Industriais: usos e especificações**. 2 ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. 990p. p. 681-721.

HENRY, P. F. *et al.* Neutron powder diffraction in materials with incoherent scattering: an illustration of Rietveld refinement quality from non deuterated gypsum. **Journal of Applied Crystallography**. v.42, n.6, p.1176-1188. 2009.

HIBBELER, R. C. **Resistência dos Materiais**. Traduzido por Marques, A. S. 7.ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2010. 637p.

HIGGINS, R. A. **Propriedades e Estruturas dos Materiais Em Engenharia**. São Paulo: Difel, 1982. 471 p.

IMA (2011). Disponível em:< [www.ima-eu.org](http://www.ima-eu.org)>. Acesso em: 21 de abril de 2013.

JORGENSEN, D.B. Gypsum and anhydrite. In: *Industrial Mineral Rocks*. Carr, D.D. (Editor). Colorado: Society for Mining, Metallurgy and Exploration, 1994.

KITTEL, C. **Introdução a Física do Estado Sólido**. Traduzido por Biasi, R. S. 8.ed.. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2006. 578p.

KOLDAYEVA, Y. **Processamento e caracterização de cerâmica  $Ba_2Ti_9O_{20}$  sem e com dopagens de  $ZrO_2$  para aplicação como ressoadores dielétricos de micro-ondas.** 2005. 115f. Dissertação (Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais). INEP, São José dos Campos-SP, 2005.

KREIMER, D. B.; CHISTYAKOVA, T. L. **Glass Ceram**, V.46, p. 11-12/489-491. 1989.

LEGLER, H. C. M. Controle de porosidade em fases vítreas pela ação de fundentes em cerâmicas gresificadas. 2006. 177f. Tese (Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do rio Grande do Sul. Porto Alegre-RS, 2006.

LEMOS, R. C.; SANTOS, R. D. **Manual de descrição e coleta de solo no campo.** Sociedade Brasileira de Ciência do Solo – Centro Nacional de Pesquisa de Solos. 3ª Ed., p. 83, Campinas-SP, 1996.

LIMA, R. M. F.; LUZ, J. A. M. Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes. **Revista Escola de Minas**, v. 54, n.2, p.155-159. 2001. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672001000200014> >. Acesso em: 20 de abril de 2013.

LUTTEROTTI, L. The program MAUD. 1997-2011.

LUZ, A. B.; CAMPOS, A. R.; CARVALHO, E. A.; BERTOLINO, L. C. Caulim. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas & Minerais Industriais: usos e especificações.** Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. 867p. p.231-262.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. Areia Industrial. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas & Minerais Industriais: usos e especificações.** Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. 867p. p.107-126.

MACHADO, K. D. **Teoria do Eletromagnetismo.** Ponta Grossa: UEPG, v. 2, 2002. 900p.

MELCHIADES, F. G.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A. O. A Curva de Gresificação: parte I. **Cerâmica Industrial**, v.1, p. 30-31. 1996.

MELO, M. C. S.; SILVA, R. H. L. **Avaliação da absorção de água de porcelanas triaxiais com substituição parcial de feldspato por quartzo.** II SEMANA NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO IFPE – CAMPUS CARUARU 17 a 21 de outubro de 2011. Caruaru – Pernambuco – Brasil.

MIGLIORINI, A. V.; GUIMARÕES, A. T. C.; OZÓRIO, B. P. M. Verificação das resistências do concreto exposto ao ambiente marítimo com inserção de fibras de aço em teor próximo ao volume crítico. **Vetor**, v.21, n. 1, p. 130-148, 2012.

NAGATANI, T.; SAITO, S.; SATO, M.; YAMADA, M. Development of an ultra high resolution scanning electron microscope by means of a field emission source and in-lens system. **Scanning Microsc.**, v.11, p.901-909. 1987.

NASCIMENTO, G. B.; PREIRA, M. G.; ANJOS, L. H. C.; SOARES, E. D. R.; SOUZA, M. R. P. F. Determinação da classe textural de amostras de terra através de planilha eletrônica. **Rev. Univ. Rural**, Sér. Ci. Vida. Seropédica, RJ, EDUR, v. 23, n. 1, jan.-jun., 2003. p. 27-30.

NETO, G. S. **Estudo de matérias-primas do Rio Grande do Norte para uso em revestimento poroso: influência do teor de dolomita e temperatura de calcinação das propriedades físico-mecânicas**. 2007. 115f. (Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Estado do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2007.

NORTON, F. H. Introdução à Tecnologia Cerâmica. Traduzido por Jefferson Vieira de Souza. São Paulo: Edgard Blücher, 1973.

NUNES FREIRE, M. **Uso de matérias-primas argilosas do estado do rio de janeiro em massas cerâmicas para porcelanato: formulação, propriedades físicas e microestrutura**. 2007. 344f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes-RJ, 2007.

NUSSENZVEIG, H. M. **Eletromagnetismo**: Curso de Física Básica.1.ed. São Paulo: Edgard Blucher, v. 3, 1997. 323p.

OLIVEIRA, I. S; JESUS, V. L. B. **Introdução a Física do Estado Sólido**. São Paulo: Livraria da Física, 2005. 360p.

ORTIGÃO, J. A. R. **Introdução a Mecânica dos Solos dos Estados Críticos**. 3 ed. Rio de Janeiro: Terratek, 2007. 391p.

PAULA, J.L.; DUARTE, M. N. **Manual de Métodos de Análise de Solos**. 2. ed. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CNPS, 1997. 212p. (Centro Nacional de Pesquisa de Solos da Embrapa. Documentos, 1).

PINHEIRO, L. M. **Fundamentos do concreto e projeto de edifícios**. São Carlos: USP-EESC, 2007. 380p.

REED, J. S. Introduction to the principles of ceramic processing. USA, 1988.

RICE, R. W. J. **Mater. Sci.** v.31, p.102. 1996.

REITZ, J. R. **Fundamentos da Teoria Eletromagnética**. Traduzido por Sander, R. B. Rio de Janeiro: Elsevier, 1982. 515p.

REIS, R. N. **Síntese de cerâmicas ferroelétricas de PMN e PMN-PT livres de fases pirocloro**. 2005. 91 f. Dissertação de Mestrado ( Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais), Universidade Estadual Paulista – UNESP, Ilha Solteira – SP, 2005.

RUSSELL, J. B. **Química Geral**. Traduzido por Sanioto, D. L. São Paulo: McGraw-Hill do Brasil, 1981. 878p.

SÁNCHEZ-MUÑOZ, L.; CAVA, S. S.; PASKOCIMAS, C. A.; CERISUELO, E.; LONGO, E.; CARDA, J. B. Influência da composição das matérias-primas no processo de gresificação de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica**, v. 48, n. 307, p. 137-145, 2002a.

SÁNCHEZ-MUÑOZ, L. S.; CAVA, S. S.; PASKOCIMAS, C. A.; CERISUELO, E. Modelamento do processo de gresificação de massas cerâmicas de revestimento. **Cerâmica**, vol.48, n. 308, p.217-222, 2002b.

SCHMIDT, W. **Materiais elétricos: isolantes e magnéticos**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, v.2, 1979, 166p.

SILVA, A. G. P.; JÚNIOR, C. A. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, v.44, n.290, p. 225-232. 1998. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69131998000600004>>. Acesso em: 28 de abril de 2013.

SILVA, E. C. **Obtenção de uma porcela dielétrica a partir de matérias-primas do Rio grande do Norte**. 2010. 250p. Tese (Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Federal do Estado do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2010.

SOUSA, L.D.A.; HARIMA, E.; LEITE, J.Y.P. Rejeito de Caulim de APL de Pegmatito do RN/PB uma fonte promissora para Cerâmica Branca. **Holos**, v.3, p. 212-222, 2007.

SOUZA, S. J. D. **Desenvolvimento de placas cerâmicas para revestimento poroso usando matérias-primas do Norte Fluminense**. Tese (Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais). – Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes-RJ, 2008.

TARÈIEV, B. M. **Física de los materiales dieléctricos**. Traduzido por Consuelo, F. A. Moscou: Mir, 1978. 473p.

TEDESCO, M. J. *et al.* **Análises do solo, plantas e outros materiais**. 2 ed. ver. e ampl. Porto Alegre: UFRGS, 1995. 174p. (Boletim Técnico de Solos/UFRGS. Departamento de Solos: n.5)

TIPLER, P. A. **Física para cientistas e engenheiros: eletricidade e magnetismo**. Traduzido por Silva, F. R. e Neto, M. S. Rio de Janeiro : LTC, v. 2, 2006. 550p.

VARGAS, M. **Introdução à Mecânica dos Solos**. São Paulo: McGraw-Hill, 1977. 509p.

VLACK, L. H. V. **Princípios de Ciência dos materiais**. Traduzido por Edgard Blücher. São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA, 2000, 412 p.

YOUNG, H. D.; FREEDMAN. R. A. **Física III: eletromagnetismo**. Traduzido por Yamamoto, S. M. 12ed. São Paulo: Addison Wesley, 2009. 425p.

ZUSSAMAN, J. **Physical Methods in Determinative Mineralogy**. London: Academic Press, 1967.514p.

<http://www.alunosonline.com.br/fisica/capacitor-plano.html>.

<http://www.crystallography.net/result.php>.

<http://www.efeitojoule.com/2013/03/tensao-e-tensao-de-cisalhamento.html>.

<http://www.emic.com.br/produtos.php?codigo=62>

<http://www.minipa.com.br/sac>.

<http://www.mundoeducacao.com/fisica/o-que-um-dieletrico.htm>.

[http://www.norsal.com.br/como\\_produz/produzido.html](http://www.norsal.com.br/como_produz/produzido.html).

<http://www.rc.unesp.br/museudpm/banco/grm.html>

## ANEXOS

**Anexo I.** Análise Granulométrica por Dispersão Total (método da Pipeta) para solos normais e salinos descrito por Paula & Duarte (1997).

✓ Colocar 20 g de solo em copo plástico de 250 ml. Adicionar 100 ml de água e 10 ml de solução normal de hidróxido de sódio, ou 10 ml de hexametáfosfato de sódio, tamponado com carbonato de sódio. Agitar com bastão de vidro e deixar em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio.

✓ Transferir o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico “stirrer” com o auxílio de um jato de água, deixando o volume em torno de 300 ml. Colocar o copo no agitador e proceder à agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos.

✓ Passar o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malha de 0,053 (nº 270), colocada sobre um funil apoiado em um suporte, tendo logo abaixo uma proveta de 1.000 ml ou um cilindro de sedimentação (Koettgen ou outro). Lavar o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter uma pressão uniforme na mangueira e uma lavagem eficiente e rápida das areias. Completar o volume do cilindro até o aferimento, com o auxílio de uma pisseta.

✓ Agitar a suspensão durante 20 segundos com um bastão, tendo este, na sua extremidade inferior, uma tampa de borracha contendo vários furos e de diâmetro um pouco menor do que o do cilindro ou proveta. Marcar o tempo após concluir a agitação.

✓ Preparar a prova em branco, colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000 ml contendo água. Completar o volume, agitar durante 20 segundos e marcar o tempo. Medir a temperatura da prova em branco e da amostra e verificar no Quadro II o tempo de sedimentação da fração argila para 5 cm de profundidade. Calculado o tempo, introduzir uma pipeta de 50 ml, colocada em pipetador automático de borracha, até a profundidade de 5 cm, e coletar a suspensão.

✓ Transferir para cápsula de porcelana, ou béquer numerado e de peso conhecido, juntamente com a porção proveniente da lavagem da pipeta. Repetir esta operação para a prova em branco. Colocar a cápsula na estufa e deixar durante uma noite ou até evaporar completamente a suspensão. Retirar, colocar em dessecador, deixar esfriar e pesar com aproximação de 0,0001 g, concluindo, assim, a determinação da argila e do resíduo da prova em branco.

- ✓ Completar a lavagem da areia retida na peneira de 0,053 mm com jato forte de água de torneira. Transferir a fração areia para lata de alumínio numerada e de peso conhecido, eliminar o excesso de água e colocar na estufa. Após secagem (3 a 5 horas), deixar esfriar e pesar, com aproximação de 0,05 g, obtendo-se assim o peso da areia grossa + areia fina. Transferir essa fração para peneira de 20 cm de diâmetro e malha 0,2 mm (nº 70), colocada sobre recipiente metálico de mesmo diâmetro, e proceder à separação da areia grossa.
- ✓ Transferir a areia fina para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar.
- ✓ Colocar as duas frações de areia separadamente em sacos plásticos e anotar o número da amostra, a fim de serem enviadas para análise mineralógica (quando solicitadas).
- ✓ Calcular os valores das frações de acordo com as expressões do Quadro I.

$$\text{teor de argila} = [ \text{argila (g)} + \text{dispersante (g)} ] - \text{dispersante (g)} \times 1.000$$

$$\text{teor de areia fina} = \text{areia fina (g)} \times 50$$

$$\text{teor de areia grossa} = [ \text{areia fina (g)} + \text{areia grossa (g)} ] - \text{areia fina} \times 50$$

$$\text{teor de silte} = 1.000 - [ \text{argila (g)} + \text{areia fina (g)} + \text{areia grossa (g)} ]$$

**Quadro I.** Equações pra cálculo de frações de teor de argila, areia grossa e silte.

- ✓ Calcular o tempo de sedimentação da argila (fração menor que 0,002mm de diâmetro), em suspensão aquosa, para uma profundidade de 5cm, a diversas temperaturas, de acordo com os dados constantes no Quadro II.

Temperatura °C	Tempo	Temperatura °C	Tempo
10	5h 11'	23	3h 43'
11	5h 03'	24	3h 38'
12	4h 55'	25	3h 33'
13	4h 47'	26	3h 28'
14	4h 39'	27	3h 24'
15	4h 33'	28	3h 19'
16	4h 26'	29	3h 15'
17	4h 20'	30	3h 10'
18	4h 12'	31	3h 07'
19	4h 06'	32	3h 03'
20	4h 00'	33	2h 58'
21	3h 54'	34	2h 55'
22	3h 48'	35	2h 52'

**Quadro II.** Relação de Temperatura e Tempo de sedimentação.

Observação:

Calculada pela Lei de Stokes, considerando a densidade de partícula (real) igual a 2,65.

✓ Reagentes:

- Solução de NaOH - pesar 40g do NaOH e dissolver em água destilada, completando o volume para 1 litro.
- Solução de hexametáfosfato de sódio - pesar 35,7g do hexametáfosfato ou calgon, dissolver em água contida em balão de 1 litro, adicionar 7,94g do carbonato de sódio anidro e completar o volume.
- Álcool a 60 % - diluir 600 ml de álcool etílico 98° GL em água até completar 1 litro. Aferir a solução com um alcoômetro.
- Água oxigenada a 30 volumes - obtida diretamente no comércio.
- Solução de HCl a 10 % - diluir 100 ml de HCl concentrado em água e completar o volume para 1 litro.

✓ Equipamentos:

- Stirrer.
- Estufa.
- Dessecador.

**Anexo II.** Protocolo para obtenção do extrato de saturação do solo (RHOADES, 1982) e Cálculo da Condutividade Elétrica do Solo.

### **A) Obtenção do extrato de saturação do solo**

#### **Material**

- a) Cápsulas de porcelana ou aço inoxidável de tamanho adequado.
- b) Filtros de Büchner, aparelho de pressão (100 lb) ou centrífuga.
- c) Filtro Millipore.

#### **Soluções**

- a) As mesmas utilizadas no procedimento de clarificação da água de escorrimento, se necessário.

#### **Procedimento**

- a) Tarar a cápsula com a espátula (Ta) e pesar na cápsula 200-400 g de solo seco (P1).
- b) Adicionar água dest até próximo ao ponto de saturação do solo.
- c) Deixar a mistura em repouso por 2-3 horas.
- d) Adicionar mais água até atingir uma pasta solo-água uniformemente saturada. Misturar bem com a espátula.
- e) Cobrir e deixar durante a noite. Após este período, ver se a pasta ainda está em ponto de saturação. Misturar bem novamente.
- f) Pesar a pasta na cápsula (P2).
- g) Deixar em repouso mais 4 horas, transferir para filtro de poros finos e extrair a água com vácuo até começar a passar ar pelo solo.
- h) Se a porção inicial do filtrado sair turva, refiltrar.
- i) Medir imediatamente o pH e a CE do extrato e diluir 2x com água destilada.
- j) Guardar o restante do extrato para análises químicas, se necessárias.
  - a) Não utilizar solo seco a 105°C (ver obs. 2.19.1.4g).
  - b) Utilizar espátula para misturar o solo.
  - c) Para o solo absorver a água.
  - d) Neste ponto a pasta apresenta uma superfície brilhante.
  - e) Ou por 4 horas no mínimo. Não deve acumular água na superfície.
  - f) Com a espátula.
  - g) Um extrator de umidade por pressão pode também ser usado, ou centrífuga (10.000 rpm).
  - i) Utilizar proveta. A diluição é para evitar a precipitação de CaCO<sub>3</sub> em solos alcalinos.

#### **Observações**

- a) A quantidade de solo a utilizar depende das análises a serem feitas. O rendimento de extrato é de 1/4 a 1/3 do peso do solo.

- b) Solos orgânicos (de turfeiras) não devem ser secados (ao ar) antes da saturação. Necessitam também de um tempo maior para a saturação com água (uma noite).
- c) Em solos muito argilosos é conveniente a adição da água de saturação de uma só vez, sem agitar, para evitar o empastamento do solo.
- d) Em solos muito arenosos, a água deve ser adicionada com cuidado para não passar do ponto.
- e) Para análises químicas podem ser utilizados os métodos de clarificação do extrato utilizados para águas de escorrimento (capítulo 4).
- f) Os métodos de análise química são os mesmos da água de escorrimento. Os extratos de saturação, entretanto são mais concentrados, exigindo maior diluição.
- g) Medir a densidade do solo, para expressar os resultados analíticos em relação ao volume de solo.
- h) Para a determinação da condutividade elétrica, ver as observações do item 2.19.2.4.

### Cálculos

- a) Teor de umidade da amostra seca a 105 °C por 2 horas em relação à amostra seca ao ar:

$$\% \text{ água a } 105^{\circ}\text{C} = \frac{\text{peso am seca ao ar} - \text{peso am seca a } 105^{\circ}\text{C}}{\text{peso am seca a } 105^{\circ}\text{C}}$$

- b) Quantidade de água inicial da amostra:

$$\text{Peso da água (inicial)} = \frac{(P1 - Ta) \times (\% \text{ de água a } 105^{\circ}\text{C})}{100 + (\% \text{ de água a } 105^{\circ}\text{C})}$$

- c) Quantidade total de água da amostra:

$$\text{Peso da água} = (P2 - P1) + (\text{peso (inicial) da água})$$

- d) Peso do solo seco a 105 °C:

$$\text{Peso do solo} = \frac{(P1 - Ta)}{100 + (\% \text{ de água a } 105^{\circ}\text{C})} \times 100$$

- e) Percentagem de saturação do solo seco a 100°C:

$$\% \text{ saturação} = \frac{\text{Peso da água}}{\text{Peso do solo}} \times 100$$

(Obs.: valores de % expressos em m m<sup>-1</sup>).

## B) Condutividade elétrica nos extratos de saturação e na relação 1:5

Extratos de solo nas proporções de 1:1 e 1:5 são às vezes utilizados devido à maior facilidade de execução e maior rendimento de líquido. A determinação da condutividade elétrica (CE) no extrato de 1:5 pode ser relacionada ao extrato de saturação pela equação:  $CE_{es} = 0,004 + 12,08 CE_{1:5}$  ( $r^2 = 0,98$ ) para solos com predominância de cloretos (PEREIRA *et al.*, 1981).

### Material

- a) Centrífuga (2.000 rpm) com tubos de 50 ml e Condutivímetro.

### Soluções

- a) Padrão de condutividade de KCl 0,010M: pesar 0,7456 g de KCl (seco a 105 °C por 1 hora) e dissolver a 1 L com água destilada. Este padrão tem a condutividade de 1,412 mS cm<sup>-1</sup> (ou 1,412 mmhos cm<sup>-1</sup>) a 25 °C.

### Procedimento

- a) Medir 5 ml solo em tubo de centrífuga de 50 ml.
- b) Adicionar 25 mL de água destilada e agitar intermitentemente por 1 hora.
- c) Centrifugar a 2.000 rpm por 15 min e decantar o líquido sobrenadante.
- d) Determinar a condutividade elétrica com o condutivímetro, lavando antes a célula com água destilada e com um pouco de extrato a ser determinada a condutividade.

Observações para os seguintes itens do procedimento:

- b) Usar recipiente calibrado.
- c) Agitar antes com bastão de vidro.
- f) Verificar a exatidão do aparelho com a solução de KCl 0,010M.

### Observações

- a) Em caso de utilização de extratos 1:1 deve-se levar em conta nos cálculos o teor de umidade do solo, se esta for elevada.
- b) Consultar o manual de instruções sobre o uso do condutivímetro e a constante da célula em uso. Em caso de leituras não reprodutíveis, ou dificuldade de calibração do aparelho, pode ser necessária a replatinização da célula, a ser feita cf o procedimento especificado por RICHARDS *et al.* (1954).

### Cálculos

- a) Condutividade elétrica é obtida diretamente pela leitura do condutivímetro. Se este não possui compensação de temperatura, esta deve ser medida aplicando-se o fator de correção apropriado (RICHARDS *et al.*, 1954).
- b) A condutividade elétrica é expressa em mS cm<sup>-1</sup> referida á temperatura de 25°C.

**Anexo III.** Tabela da perda de massa por formulação.

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato e 20 % quartzo em massa.

<b>Perda de Massa</b>					
<b>MP</b>	<b>Mv (g)</b>	<b>Ms (g)</b>	<b>PM (%)</b>	<b>[MP] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>P1</b>	0,9660	0,9129	5,50	5,49	0,01
<b>P2</b>	0,9682	0,9150	5,49		
<b>P3</b>	0,9668	0,9137	5,49		
<b>P4</b>	0,9669	0,9140	5,47		
<b>P5</b>	0,9653	0,9121	5,51		
<b>P6</b>	0,9644	0,9095	5,69	5,71	0,03
<b>P7</b>	0,9667	0,9112	5,74		
<b>P8</b>	0,9665	0,9110	5,74		
<b>P9</b>	0,9690	0,9140	5,68		
<b>P10</b>	0,9693	0,9141	5,69		
<b>P11</b>	0,9645	0,9093	5,72	5,76	0,03
<b>P12</b>	0,9679	0,9122	5,75		
<b>P13</b>	0,9640	0,9083	5,78		
<b>P14</b>	0,9660	0,9106	5,73		
<b>P15</b>	0,9696	0,9135	5,79		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>Mv (g)</b>	<b>Ms (g)</b>	<b>PM (%)</b>	<b>[MP] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>A1</b>	0,9643	0,9075	5,89	5,81	0,05
<b>A2</b>	0,9677	0,9121	5,75		
<b>A3</b>	0,9682	0,9118	5,83		
<b>A4</b>	0,9685	0,9124	5,79		
<b>A5</b>	0,9665	0,9103	5,81		
<b>A6</b>	0,9649	0,9065	6,05	6,09	0,06
<b>A7</b>	0,9660	0,9079	6,01		
<b>A8</b>	0,9678	0,9080	6,18		
<b>A9</b>	0,9686	0,9097	6,08		
<b>A10</b>	0,9660	0,9070	6,11		
<b>A11</b>	0,9626	0,9039	6,10	6,13	0,02
<b>A12</b>	0,9661	0,9067	6,15		
<b>A13</b>	0,9676	0,9081	6,15		
<b>A14</b>	0,9698	0,9102	6,15		
<b>A15</b>	0,9679	0,9087	6,12		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>Mv (g)</b>	<b>Ms (g)</b>	<b>PM (%)</b>	<b>[MP] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>B1</b>	0,9669	0,9075	6,14	6,18	0,04
<b>B2</b>	0,9673	0,9078	6,15		
<b>B3</b>	0,9702	0,9104	6,16		
<b>B4</b>	0,9627	0,9031	6,19		
<b>B5</b>	0,9677	0,9074	6,23		
<b>B6</b>	0,9667	0,9048	6,40	6,40	0,02
<b>B7</b>	0,9649	0,9033	6,38		
<b>B8</b>	0,9687	0,9068	6,39		
<b>B9</b>	0,9640	0,9021	6,42		
<b>B10</b>	0,9710	0,9090	6,39		
<b>B11</b>	0,9658	0,9032	6,48	6,44	0,04
<b>B12</b>	0,9621	0,8997	6,49		
<b>B13</b>	0,9676	0,9057	6,40		
<b>B14</b>	0,9640	0,9021	6,42		
<b>B15</b>	0,9692	0,9068	6,44		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>Mv (g)</b>	<b>Ms (g)</b>	<b>PM (%)</b>	<b>[MP] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>C1</b>	0,9689	0,9040	6,70	6,70	0,05
<b>C2</b>	0,9643	0,9002	6,65		
<b>C3</b>	0,9617	0,8970	6,73		
<b>C4</b>	0,9629	0,8978	6,76		
<b>C5</b>	0,9617	0,8978	6,64		
<b>C6</b>	0,9643	0,8967	7,01	7,01	0,02
<b>C7</b>	0,9629	0,8953	7,02		
<b>C8</b>	0,9671	0,8993	7,01		
<b>C9</b>	0,9657	0,8983	6,98		
<b>C10</b>	0,9674	0,8994	7,03		
<b>C11</b>	0,9631	0,8954	7,03	7,03	0,03
<b>C12</b>	0,9622	0,8945	7,04		
<b>C13</b>	0,9635	0,8956	7,05		
<b>C14</b>	0,9652	0,8970	7,07		
<b>C15</b>	0,9662	0,8987	6,99		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>Mv (g)</b>	<b>Ms (g)</b>	<b>PM (%)</b>	<b>[MP] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>D1</b>	0,9634	0,8898	7,64	7,63	0,02
<b>D2</b>	0,9640	0,8902	7,66		
<b>D3</b>	0,9647	0,8909	7,65		
<b>D4</b>	0,9668	0,8933	7,60		
<b>D5</b>	0,9681	0,8943	7,62		
<b>D6</b>	0,9618	0,8833	8,16	8,22	0,03
<b>D7</b>	0,9673	0,8875	8,25		
<b>D8</b>	0,9654	0,8862	8,20		
<b>D9</b>	0,9742	0,8940	8,23		
<b>D10</b>	0,9660	0,8865	8,23		
<b>D11</b>	0,9651	0,8853	8,27	8,26	0,03
<b>D12</b>	0,9584	0,8796	8,22		
<b>D13</b>	0,9663	0,8864	8,27		
<b>D14</b>	0,9601	0,8805	8,29		
<b>D15</b>	0,9625	0,8833	8,23		

**Anexo IV.** Tabela da retração linear dos corpos de prova das formulações.

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>Retração Linear do Diâmetro</b>					
<b>MP</b>	<b>Dv (mm)</b>	<b>Ds (mm)</b>	<b>RL (%)</b>	<b>[RL] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>P1</b>	10,20	10,10	0,98	1,18	0,44
<b>P2</b>	10,20	10,00	1,96		
<b>P3</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>P4</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>P5</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>P6</b>	10,20	9,70	4,90	4,90	0,00
<b>P7</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>P8</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>P9</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>P10</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>P11</b>	10,20	9,65	5,39	5,49	0,22
<b>P12</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>P13</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>P14</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>P15</b>	10,20	9,60	5,88		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>Dv (mm)</b>	<b>Ds (mm)</b>	<b>RL (%)</b>	<b>[RL] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>A1</b>	10,20	10,10	0,98	1,27	0,44
<b>A2</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>A3</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>A4</b>	10,20	10,05	1,47		
<b>A5</b>	10,20	10,00	1,96		
<b>A6</b>	10,20	9,65	5,39	5,29	0,22
<b>A7</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>A8</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>A9</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>A10</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>A11</b>	10,20	9,60	5,88	5,88	0,00
<b>A12</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>A13</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>A14</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>A15</b>	10,20	9,60	5,88		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>Dv (mm)</b>	<b>Ds (mm)</b>	<b>RL (%)</b>	<b>[RL] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>B1</b>	10,20	10,00	1,96	1,37	0,41
<b>B2</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>B3</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>B4</b>	10,20	10,05	1,47		
<b>B5</b>	10,20	10,05	1,47		
<b>B6</b>	10,20	9,65	5,39	5,00	0,22
<b>B7</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>B8</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>B9</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>B10</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>B11</b>	10,20	9,60	5,88	5,78	0,22
<b>B12</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>B13</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>B14</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>B15</b>	10,20	9,65	5,39		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>Dv (mm)</b>	<b>Ds (mm)</b>	<b>RL (%)</b>	<b>[RL] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>C1</b>	10,20	10,10	0,98	1,57	0,41
<b>C2</b>	10,20	10,05	1,47		
<b>C3</b>	10,20	10,05	1,47		
<b>C4</b>	10,20	10,00	1,96		
<b>C5</b>	10,20	10,00	1,96		
<b>C6</b>	10,20	9,65	5,39	5,00	0,22
<b>C7</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>C8</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>C9</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>C10</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>C11</b>	10,20	9,60	5,88	5,69	0,27
<b>C12</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>C13</b>	10,20	9,60	5,88		
<b>C14</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>C15</b>	10,20	9,65	5,39		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>Dv (mm)</b>	<b>Ds (mm)</b>	<b>RL (%)</b>	<b>[RL] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>D1</b>	10,20	10,05	1,47	1,57	0,41
<b>D2</b>	10,20	10,00	1,96		
<b>D3</b>	10,20	10,05	1,47		
<b>D4</b>	10,20	10,10	0,98		
<b>D5</b>	10,20	10,00	1,96		
<b>D6</b>	10,20	9,85	3,43	3,73	0,27
<b>D7</b>	10,20	9,80	3,92		
<b>D8</b>	10,20	9,80	3,92		
<b>D9</b>	10,20	9,80	3,92		
<b>D10</b>	10,20	9,85	3,43		
<b>D11</b>	10,20	9,70	4,90	5,10	0,27
<b>D12</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>D13</b>	10,20	9,65	5,39		
<b>D14</b>	10,20	9,70	4,90		
<b>D15</b>	10,20	9,65	5,39		

**Anexo V.** Tabela da absorção d'água dos corpos de prova das formulações.

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>Absorção D'água</b>					
<b>MP</b>	<b>Msi (g)</b>	<b>Msiu (g)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>[AA] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>P1</b>	0,9129	1,0191	11,63	11,73	0,17
<b>P2</b>	0,9150	1,0202	11,50		
<b>P3</b>	0,9137	1,0228	11,94		
<b>P4</b>	0,9140	1,0223	11,85		
<b>P5</b>	0,9121	1,0192	11,74		
<b>P6</b>	0,9095	0,9532	4,80	4,89	0,23
<b>P7</b>	0,9112	0,9538	4,68		
<b>P8</b>	0,9110	0,9566	5,01		
<b>P9</b>	0,9140	0,9620	5,25		
<b>P10</b>	0,9141	0,9574	4,74		
<b>P11</b>	0,9093	0,9357	2,90	3,09	0,17
<b>P12</b>	0,9122	0,9400	3,05		
<b>P13</b>	0,9083	0,9389	3,37		
<b>P14</b>	0,9106	0,9384	3,05		
<b>P15</b>	0,9135	0,9416	3,08		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>Msi (g)</b>	<b>Msiu (g)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>[AA] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>A1</b>	0,9075	1,0111	11,42	11,26	0,24
<b>A2</b>	0,9121	1,0136	11,13		
<b>A3</b>	0,9118	1,0165	11,48		
<b>A4</b>	0,9124	1,0119	10,91		
<b>A5</b>	0,9103	1,0140	11,39		
<b>A6</b>	0,9065	0,9442	4,16	4,22	0,15
<b>A7</b>	0,9079	0,9454	4,13		
<b>A8</b>	0,9080	0,9480	4,41		
<b>A9</b>	0,9097	0,9493	4,35		
<b>A10</b>	0,9070	0,9438	4,06		
<b>A11</b>	0,9039	0,9288	2,75	2,81	0,06
<b>A12</b>	0,9067	0,9320	2,79		
<b>A13</b>	0,9081	0,9338	2,83		
<b>A14</b>	0,9102	0,9353	2,76		
<b>A15</b>	0,9087	0,9350	2,89		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>Msi (g)</b>	<b>Msiu (g)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>[AA] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>B1</b>	0,9075	1,0114	11,45	11,37	0,14
<b>B2</b>	0,9078	1,0096	11,21		
<b>B3</b>	0,9104	1,0146	11,45		
<b>B4</b>	0,9031	1,0045	11,23		
<b>B5</b>	0,9074	1,0120	11,53		
<b>B6</b>	0,9048	0,9433	4,26	4,17	0,17
<b>B7</b>	0,9033	0,9384	3,89		
<b>B8</b>	0,9068	0,9450	4,21		
<b>B9</b>	0,9021	0,9396	4,16		
<b>B10</b>	0,9090	0,9485	4,35		
<b>B11</b>	0,9032	0,9262	2,55	2,69	0,15
<b>B12</b>	0,8997	0,9231	2,60		
<b>B13</b>	0,9057	0,9322	2,93		
<b>B14</b>	0,9021	0,9265	2,70		
<b>B15</b>	0,9068	0,9311	2,68		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>Msi (g)</b>	<b>Msiu (g)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>[AA] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>C1</b>	0,9040	1,0115	11,89	11,51	0,36
<b>C2</b>	0,9002	1,0054	11,69		
<b>C3</b>	0,8970	1,0012	11,62		
<b>C4</b>	0,8978	1,0006	11,45		
<b>C5</b>	0,8978	0,9959	10,93		
<b>C6</b>	0,8967	0,9371	4,51	4,36	0,15
<b>C7</b>	0,8953	0,9348	4,41		
<b>C8</b>	0,8993	0,9395	4,47		
<b>C9</b>	0,8983	0,9356	4,15		
<b>C10</b>	0,8994	0,9375	4,24		
<b>C11</b>	0,8954	0,9170	2,41	2,34	0,10
<b>C12</b>	0,8945	0,9163	2,44		
<b>C13</b>	0,8956	0,9171	2,40		
<b>C14</b>	0,8970	0,9171	2,24		
<b>C15</b>	0,8987	0,9186	2,21		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>Msi (g)</b>	<b>Msiu (g)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>[AA] média (%)</b>	<b>D.P. (%)</b>
<b>D1</b>	0,8898	0,9993	12,31	11,90	0,26
<b>D2</b>	0,8902	0,9941	11,67		
<b>D3</b>	0,8909	0,9950	11,68		
<b>D4</b>	0,8933	0,9990	11,83		
<b>D5</b>	0,8943	1,0016	12,00		
<b>D6</b>	0,8833	0,9426	6,71	6,79	0,31
<b>D7</b>	0,8875	0,9459	6,58		
<b>D8</b>	0,8862	0,9439	6,51		
<b>D9</b>	0,8940	0,9591	7,28		
<b>D10</b>	0,8865	0,9473	6,86		
<b>D11</b>	0,8853	0,9217	4,11	3,98	0,09
<b>D12</b>	0,8796	0,9140	3,91		
<b>D13</b>	0,8864	0,9215	3,96		
<b>D14</b>	0,8805	0,9149	3,91		
<b>D15</b>	0,8833	0,9188	4,02		

**Anexo VI.** Tabela do Módulo de Elasticidade dos corpos de prova das formulações.

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>MP</b>	<b>ε (mm)</b>	<b>Força (N)</b>	<b>σr (MPa)</b>	<b>E (MPa)</b>	<b>[E] médio (Mpa)</b>	<b>D.P. (MPa)</b>
<b>P1</b>	0,07523	311,99	3,54	475,73	357,88	93,39
<b>P2</b>	0,15879	482,46	5,69	358,20		
<b>P3</b>						
<b>P4</b>	0,15210	472,81	5,27	350,26		
<b>P5</b>	0,17460	373,10	4,28	247,34		
<b>P6</b>	0,14871	942,40	11,25	733,52	804,95	219,82
<b>P7</b>	0,12265	836,26	9,89	782,10		
<b>P8</b>	0,07575	768,71	9,17	1174,67		
<b>P9</b>	0,16739	855,87	10,12	586,50		
<b>P10</b>	0,20109	1299,40	15,51	747,95		
<b>P11</b>	0,19997	1026,00	12,42	599,33	727,90	188,63
<b>P12</b>	0,24453	1022,80	12,38	488,59		
<b>P13</b>	0,13985	1167,50	14,13	975,16		
<b>P14</b>	0,14498	987,43	11,95	795,58		
<b>P15</b>	0,17226	1151,50	14,01	780,84		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>ε (mm)</b>	<b>Força (N)</b>	<b>σr (MPa)</b>	<b>E (MPa)</b>	<b>[E] médio (Mpa)</b>	<b>D.P. (MPa)</b>
<b>A1</b>	0,19545	517,84	5,73	295,91	283,85	21,77
<b>A2</b>	0,20214	556,64	6,16	307,56		
<b>A3</b>	0,20214	501	5,44	272,04		
<b>A4</b>						
<b>A5</b>	0,25625	601,46	6,66	259,87		
<b>A6</b>	0,10459	945,61	11,34	1046,50	745,96	214,36
<b>A7</b>	0,20935	958,48	11,50	529,94		
<b>A8</b>	0,15393	874,85	10,49	657,85		
<b>A9</b>	0,16235	852,84	10,23	608,04		
<b>A10</b>	0,14724	1128,9	13,47	887,46		
<b>A11</b>	0,10198	1038,9	12,88	1212,23	888,68	195,40
<b>A12</b>	0,19241	1157,9	14,09	702,95		
<b>A13</b>	0,14611	1067,8	12,99	853,68		
<b>A14</b>	0,14541	1116,1	13,58	896,59		
<b>A15</b>	0,11649	768,71	9,44	777,97		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>ε (mm)</b>	<b>Força (N)</b>	<b>σr (MPa)</b>	<b>E (MPa)</b>	<b>[E] médio (Mpa)</b>	<b>D.P. (MPa)</b>
<b>B1</b>	0,1480	678,65	7,51	507,62	501,69	75,42
<b>B2</b>	0,1305	607,89	6,78	524,98		
<b>B3</b>	0,1214	656,14	7,26	603,90		
<b>B4</b>	0,1663	707,60	7,86	475,34		
<b>B5</b>	0,1230	440,64	4,85	396,64		
<b>B6</b>	0,1709	997,08	11,85	669,35	735,43	188,74
<b>B7</b>	0,1688	865,20	10,32	593,35		
<b>B8</b>	0,1239	1067,80	12,74	997,79		
<b>B9</b>	0,1368	1019,60	12,17	862,64		
<b>B10</b>	0,1707	816,96	9,75	554,00		
<b>B11</b>	0,1349	1016,40	12,37	880,11	835,93	83,73
<b>B12</b>	0,1339	868,42	10,66	764,83		
<b>B13</b>	0,1552	968,13	11,78	728,52		
<b>B14</b>	0,1391	1093,60	13,31	918,56		
<b>B15</b>	0,1329	1009,90	12,22	887,64		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

MC	$\xi$ (mm)	Força (N)	$\sigma_r$ (MPa)	E (MPa)	[E] médio (Mpa)	D.P. (MPa)
C1	0,2080	559,65	6,13	297,95	408,08	148,94
C2	0,2505	578,95	6,38	255,87		
C3	0,1505	643,27	7,15	477,54		
C4	0,1697	585,38	6,48	382,03		
C5	0,1045	591,81	6,55	627,02		
C6	0,1799	1305,80	15,66	840,16	867,61	194,45
C7	0,1147	1151,50	13,74	1162,44		
C8	0,1589	1267,30	15,26	931,74		
C9	0,1519	974,56	11,74	749,29		
C10	0,1631	913,45	11,00	654,41		
C11	0,2197	1055,00	13,08	571,46	699,07	86,03
C12	0,1902	1045,13	12,95	654,03		
C13	0,1365	887,72	11,11	781,35		
C14	0,1695	1038,90	12,81	729,43		
C15	0,1598	1019,60	12,57	759,10		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

MD	$\xi$ (mm)	Força (N)	$\sigma_r$ (MPa)	E (MPa)	[E] médio (Mpa)	D.P. (MPa)
D1						
D2	0,1604	556,43	6,21	387,35	441,65	91,46
D3	0,1438	704,39	7,83	547,24		
D4	0,1905	665,79	7,36	390,34		
D5						
D6	0,1883	1170,80	13,76	719,58	616,44	108,33
D7	0,1575	926,32	10,94	680,81		
D8	0,1839	984,21	11,62	619,47		
D9	0,1637	623,98	7,30	437,34		
D10	0,1665	890,94	10,57	624,98		
D11	0,1412	1003,50	12,20	837,62	1051,76	212,31
D12	0,0878	874,85	10,63	1174,40		
D13	0,1361	1399,10	17,09	1211,75		
D14	0,1629	1100,00	13,49	803,67		
D15	0,0855	884,50	10,91	1231,35		

**Anexo VII.** Tabela da resistência e resistividade elétrica dos copos de prova das formulações.

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>MP</b>	<b>R (MΩ)</b>	<b>ρ (MΩ.m)</b>	<b>[ρ] média (MΩ.m)</b>	<b>D.P. (MΩ.m)</b>
<b>P1</b>	111,40	1,61	1,88	0,53
<b>P2</b>	131,30	1,91		
<b>P3</b>	163,70	2,30		
<b>P4</b>	171,50	2,43		
<b>P5</b>	77,90	1,13		
<b>P6</b>	206,00	2,77	3,49	0,84
<b>P7</b>	370,00	4,93		
<b>P8</b>	246,00	3,31		
<b>P9</b>	233,00	3,10		
<b>P10</b>	248,00	3,33		
<b>P11</b>	506,00	6,79	7,22	0,74
<b>P12</b>	519,00	6,96		
<b>P13</b>	636,00	8,54		
<b>P14</b>	515,00	6,91		
<b>P15</b>	518,00	6,88		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>R (MΩ)</b>	<b>ρ (MΩ.m)</b>	<b>[ρ] média (MΩ.m)</b>	<b>D.P. (MΩ.m)</b>
<b>A1</b>	190,20	2,67	2,19	0,67
<b>A2</b>	192,80	2,71		
<b>A3</b>	91,60	1,27		
<b>A4</b>	192,60	2,63		
<b>A5</b>	122,60	1,67		
<b>A6</b>	683,00	9,08	8,25	2,21
<b>A7</b>	690,00	9,18		
<b>A8</b>	704,00	9,36		
<b>A9</b>	702,00	9,34		
<b>A10</b>	320,00	4,30		
<b>A11</b>	301,00	4,07	3,62	0,84
<b>A12</b>	284,00	3,77		
<b>A13</b>	303,00	4,02		
<b>A14</b>	160,00	2,12		
<b>A15</b>	305,00	4,09		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>R (MΩ)</b>	<b>ρ (MΩ.m)</b>	<b>[ρ] média (MΩ.m)</b>	<b>D.P. (MΩ.m)</b>
<b>B1</b>	65,20	0,89	1,04	0,13
<b>B2</b>	70,40	1,00		
<b>B3</b>	86,00	1,21		
<b>B4</b>	82,40	1,15		
<b>B5</b>	70,90	0,98		
<b>B6</b>	105,00	1,38	1,48	0,72
<b>B7</b>	185,00	2,49		
<b>B8</b>	46,70	0,63		
<b>B9</b>	79,10	1,06		
<b>B10</b>	137,70	1,85		
<b>B11</b>	130,70	1,74	1,33	0,47
<b>B12</b>	123,40	1,65		
<b>B13</b>	40,50	0,54		
<b>B14</b>	100,30	1,33		
<b>B15</b>	102,70	1,38		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>R (MΩ)</b>	<b>ρ (MΩ.m)</b>	<b>[ρ] média (MΩ.m)</b>	<b>D.P. (MΩ.m)</b>
<b>C1</b>	494,00	6,88	7,71	1,12
<b>C2</b>	701,00	9,67		
<b>C3</b>	532,00	7,40		
<b>C4</b>	536,00	7,32		
<b>C5</b>	531,00	7,25		
<b>C6</b>	1483,73	19,73	34,54	10,61
<b>C7</b>	2058,68	27,66		
<b>C8</b>	3173,90	43,04		
<b>C9</b>	3290,73	44,62		
<b>C10</b>	2777,38	37,66		
<b>C11</b>	7200,11	97,41	63,69	36,74
<b>C12</b>	7808,23	105,64		
<b>C13</b>	4214,76	57,56		
<b>C14</b>	2466,59	33,72		
<b>C15</b>	1762,75	24,10		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>R (MΩ)</b>	<b>ρ (MΩ.m)</b>	<b>[ρ] média (MΩ.m)</b>	<b>D.P. (MΩ.m)</b>
<b>D1</b>	350,09	4,92	4,31	0,83
<b>D2</b>	297,88	4,10		
<b>D3</b>	333,82	4,65		
<b>D4</b>	350,09	4,92		
<b>D5</b>	215,69	2,95		
<b>D6</b>	1692,55	23,45	26,86	5,74
<b>D7</b>	1483,73	20,35		
<b>D8</b>	1921,06	26,35		
<b>D9</b>	2108,82	28,66		
<b>D10</b>	2537,81	35,48		
<b>D11</b>	1879,01	25,71	24,44	8,56
<b>D12</b>	1659,41	22,71		
<b>D13</b>	2692,82	36,47		
<b>D14</b>	1799,95	24,86		
<b>D15</b>	911,83	12,47		

**Anexo VIII.** Tabela da capacitância, constante dielétrica e fator de perda para as frequências de 100 Hz, 1 kHz e 10 k Hz.

### 1-Frequência de medição em 100 Hz

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>MP</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg δ</b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>P1</b>	11,0	1,0155	86,06	69,25	11,70
<b>P2</b>	9,0	0,9895	69,89		
<b>P3</b>	9,0	0,5773	72,32		
<b>P4</b>	8,0	1,3377	63,72		
<b>P5</b>	7,0	1,7789	54,27		
<b>P6</b>	3,0	0,3414	25,22	54,01	20,38
<b>P7</b>	5,0	0,4929	42,41		
<b>P8</b>	7,0	1,0839	58,84		
<b>P9</b>	9,0	1,3708	76,34		
<b>P10</b>	8,0	1,1853	67,25		
<b>P11</b>	6,0	0,4316	50,50	47,23	4,71
<b>P12</b>	5,0	0,4905	42,08		
<b>P13</b>	5,0	0,5641	42,08		
<b>P14</b>	6,0	0,5331	50,50		
<b>P15</b>	6,0	0,5464	51,02		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg δ</b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>A1</b>	6,0	2,3999	48,21	57,06	11,34
<b>A2</b>	9,0	1,6024	72,32		
<b>A3</b>	6,0	3,7581	49,06		
<b>A4</b>	6,0	3,1889	49,55		
<b>A5</b>	8,0	2,6188	66,15		
<b>A6</b>	7,0	0,6731	59,45	59,35	8,63
<b>A7</b>	8,0	0,8287	67,95		
<b>A8</b>	8,0	0,7463	67,95		
<b>A9</b>	6,0	1,2313	50,96		
<b>A10</b>	6,0	1,9016	50,43		
<b>A11</b>	6,0	1,2216	50,09	54,11	7,44
<b>A12</b>	6,0	0,8702	51,02		
<b>A13</b>	6,0	1,8826	51,02		
<b>A14</b>	6,0	1,1888	51,02		
<b>A15</b>	8,0	1,2696	67,41		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg δ</b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>B1</b>	8,0	1,5313	66,15	66,61	11,18
<b>B2</b>	7,0	3,1091	55,75		
<b>B3</b>	7,0	1,9768	56,25		
<b>B4</b>	9,0	1,7628	73,04		
<b>B5</b>	10,0	2,0698	81,86		
<b>B6</b>	4,0	1,4558	34,28	30,39	4,73
<b>B7</b>	4,0	0,7972	33,62		
<b>B8</b>	4,0	1,6932	33,62		
<b>B9</b>	3,0	1,9625	25,22		
<b>B10</b>	3,0	1,2519	25,22		
<b>B11</b>	5,0	0,7585	42,52	35,58	3,88
<b>B12</b>	4,0	1,3977	33,70		
<b>B13</b>	4,0	1,9406	34,02		
<b>B14</b>	4,0	1,1467	34,02		
<b>B15</b>	4,0	1,5518	33,66		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>C1</b>	4,0	1,4977	32,42	39,34	7,11
<b>C2</b>	4,0	1,7656	32,75		
<b>C3</b>	5,0	1,3507	40,58		
<b>C4</b>	5,0	1,8120	41,34		
<b>C5</b>	6,0	1,2968	49,61		
<b>C6</b>	2,0	0,8583	16,99	18,42	3,67
<b>C7</b>	2,0	0,7792	16,81		
<b>C8</b>	2,0	0,6207	16,66		
<b>C9</b>	3,0	0,6631	24,99		
<b>C10</b>	2,0	0,7163	16,66		
<b>C11</b>	4,0	0,6556	33,39	28,23	4,71
<b>C12</b>	4,0	0,7583	33,39		
<b>C13</b>	3,0	0,6813	24,81		
<b>C14</b>	3,0	0,6616	24,78		
<b>C15</b>	3,0	0,6768	24,78		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>D1</b>	4	1,7120	32,18	32,57	6,10
<b>D2</b>	4	1,2694	32,79		
<b>D3</b>	4	1,1746	32,46		
<b>D4</b>	3	1,2687	24,11		
<b>D5</b>	5	1,3116	41,34		
<b>D6</b>	2	1,5892	16,30	16,40	0,18
<b>D7</b>	2	0,6332	16,47		
<b>D8</b>	2	0,7900	16,47		
<b>D9</b>	2	0,7072	16,62		
<b>D10</b>	2	0,8161	16,16		
<b>D11</b>	3	0,7429	24,76	21,48	4,61
<b>D12</b>	3	0,6347	24,76		
<b>D13</b>	3	0,5583	25,02		
<b>D14</b>	2	0,5942	16,35		
<b>D15</b>	2	0,5973	16,52		

## 2-Frequência de medição em 1 kHz

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>MP</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>P1</b>	2,5	1,2747	19,56	22,04	1,82
<b>P2</b>	3,0	1,1031	23,30		
<b>P3</b>	3,0	1,0093	24,11		
<b>P4</b>	2,8	1,1783	22,30		
<b>P5</b>	2,7	1,1571	20,93		
<b>P6</b>	2,1	0,4021	17,65	24,30	4,89
<b>P7</b>	2,5	0,5460	21,21		
<b>P8</b>	3,0	0,8404	25,22		
<b>P9</b>	3,5	0,8974	29,69		
<b>P10</b>	3,3	0,8915	27,74		
<b>P11</b>	2,5	0,5124	21,04	20,58	0,79
<b>P12</b>	2,4	0,6031	20,20		
<b>P13</b>	2,3	0,4492	19,36		
<b>P14</b>	2,5	0,5773	21,04		
<b>P15</b>	2,5	0,6029	21,26		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>A1</b>	2,8	1,0741	22,50	26,60	2,62
<b>A2</b>	3,4	1,1527	27,32		
<b>A3</b>	3,3	1,2879	26,98		
<b>A4</b>	3,2	1,2179	26,42		
<b>A5</b>	3,6	1,2636	29,77		
<b>A6</b>	2,4	0,5991	20,38	23,05	1,61
<b>A7</b>	2,8	0,7701	23,78		
<b>A8</b>	2,9	0,7583	24,63		
<b>A9</b>	2,7	0,7359	22,93		
<b>A10</b>	2,8	0,9375	23,54		
<b>A11</b>	2,7	0,7149	22,54	22,83	0,19
<b>A12</b>	2,7	0,5360	22,96		
<b>A13</b>	2,7	0,7930	22,96		
<b>A14</b>	2,7	0,7147	22,96		
<b>A15</b>	2,7	0,8436	22,75		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>B1</b>	2,7	1,0413	22,33	24,17	1,38
<b>B2</b>	3,0	1,3499	23,89		
<b>B3</b>	3,0	1,1702	24,11		
<b>B4</b>	3,0	1,2209	24,35		
<b>B5</b>	3,2	1,4165	26,20		
<b>B6</b>	2,1	0,7362	18,00	16,54	1,07
<b>B7</b>	1,9	0,5065	15,97		
<b>B8</b>	2,0	0,6922	16,81		
<b>B9</b>	2,0	0,6256	16,81		
<b>B10</b>	1,8	0,4641	15,13		
<b>B11</b>	2,3	0,5500	19,56	19,48	0,10
<b>B12</b>	2,3	0,7077	19,38		
<b>B13</b>	2,3	0,6299	19,56		
<b>B14</b>	2,3	0,5237	19,56		
<b>B15</b>	2,3	0,5996	19,36		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>C1</b>	1,6	0,8359	12,97	16,38	3,61
<b>C2</b>	1,6	0,8935	13,10		
<b>C3</b>	2,6	1,0023	21,10		
<b>C4</b>	1,9	0,9752	15,71		
<b>C5</b>	2,3	0,7964	19,02		
<b>C6</b>	1,5	0,4701	12,74	12,57	0,11
<b>C7</b>	1,5	0,2853	12,61		
<b>C8</b>	1,5	0,2719	12,49		
<b>C9</b>	1,5	0,4442	12,49		
<b>C10</b>	1,5	0,3005	12,49		
<b>C11</b>	2,1	0,3834	17,53	16,27	1,02
<b>C12</b>	2,0	0,4109	16,70		
<b>C13</b>	2,0	0,3996	16,54		
<b>C14</b>	1,9	0,3472	15,70		
<b>C15</b>	1,8	0,3430	14,87		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>D1</b>	1,6	0,8465	12,87	12,53	1,20
<b>D2</b>	1,6	0,7191	13,11		
<b>D3</b>	1,4	0,6973	11,36		
<b>D4</b>	1,4	0,5649	11,25		
<b>D5</b>	1,7	0,9204	14,06		
<b>D6</b>	1,4	0,2947	11,41	11,16	0,52
<b>D7</b>	1,4	0,3435	11,53		
<b>D8</b>	1,3	0,3170	10,71		
<b>D9</b>	1,4	0,2926	11,63		
<b>D10</b>	1,3	0,1951	10,50		
<b>D11</b>	1,7	0,3151	14,03	13,38	0,69
<b>D12</b>	1,7	0,2991	14,03		
<b>D13</b>	1,6	0,2802	13,34		
<b>D14</b>	1,6	0,1730	13,08		
<b>D15</b>	1,5	0,4141	12,39		

### 3-Frequência de medição de 10 kHz

Massa cerâmica P (MP) – 40 % caulim, 40 % feldspato, 20 % quartzo e 0 % de carago em massa.

<b>MP</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>P1</b>	1,20	0,5261	9,39	9,88	0,43
<b>P2</b>	1,34	0,5255	10,41		
<b>P3</b>	1,27	0,5308	10,20		
<b>P4</b>	1,24	0,5188	9,88		
<b>P5</b>	1,23	0,5179	9,54		
<b>P6</b>	1,23	0,2284	10,34	12,40	1,44
<b>P7</b>	1,37	0,3410	11,62		
<b>P8</b>	1,51	0,4434	12,69		
<b>P9</b>	1,63	0,5293	13,83		
<b>P10</b>	1,61	0,4685	13,53		
<b>P11</b>	1,46	0,2726	12,29	12,36	0,23
<b>P12</b>	1,45	0,2971	12,20		
<b>P13</b>	1,44	0,2665	12,12		
<b>P14</b>	1,49	0,3177	12,54		
<b>P15</b>	1,49	0,3244	12,67		

Massa cerâmica A (MA) – 40 % caulim, 39,5 % feldspato, 20 % quartzo e 0,5 % de carago em massa.

<b>MA</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>A1</b>	1,30	0,5188	10,45	11,04	0,38
<b>A2</b>	1,36	0,5903	10,93		
<b>A3</b>	1,37	0,6195	11,20		
<b>A4</b>	1,36	0,5714	11,23		
<b>A5</b>	1,38	0,6347	11,41		
<b>A6</b>	1,39	0,3210	11,81	12,56	0,49
<b>A7</b>	1,52	0,3824	12,91		
<b>A8</b>	1,52	0,3830	12,91		
<b>A9</b>	1,45	0,3842	12,32		
<b>A10</b>	1,53	0,4017	12,86		
<b>A11</b>	1,61	0,3431	13,44	13,67	0,18
<b>A12</b>	1,60	0,3242	13,61		
<b>A13</b>	1,60	0,4043	13,61		
<b>A14</b>	1,62	0,3360	13,78		
<b>A15</b>	1,65	0,3727	13,90		

Massa cerâmica B (MB) – 40 % caulim, 39 % feldspato, 20 % quartzo e 1 % de carago em massa.

<b>MB</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>B1</b>	1,24	0,4277	10,25	10,66	0,25
<b>B2</b>	1,36	0,5826	10,83		
<b>B3</b>	1,32	0,5464	10,61		
<b>B4</b>	1,32	0,5255	10,71		
<b>B5</b>	1,33	0,6072	10,89		
<b>B6</b>	1,36	0,2806	11,66	11,14	0,45
<b>B7</b>	1,30	0,2064	10,93		
<b>B8</b>	1,36	0,2805	11,43		
<b>B9</b>	1,33	0,2409	11,18		
<b>B10</b>	1,25	0,2047	10,51		
<b>B11</b>	1,54	0,2988	13,10	12,76	0,20
<b>B12</b>	1,51	0,2898	12,72		
<b>B13</b>	1,50	0,2733	12,76		
<b>B14</b>	1,48	0,2681	12,59		
<b>B15</b>	1,50	0,2873	12,62		

Massa cerâmica C (MC) – 40 % caulim, 38 % feldspato, 20 % quartzo e 2 % de carago em massa.

<b>MC</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>C1</b>	1,10	0,3178	8,92	9,70	0,73
<b>C2</b>	1,10	0,2487	9,01		
<b>C3</b>	1,31	0,4413	10,63		
<b>C4</b>	1,19	0,2948	9,84		
<b>C5</b>	1,22	0,3613	10,09		
<b>C6</b>	1,19	0,1413	10,11	9,94	0,19
<b>C7</b>	1,17	0,1123	9,83		
<b>C8</b>	1,18	0,1383	9,83		
<b>C9</b>	1,22	0,1513	10,16		
<b>C10</b>	1,17	0,1113	9,75		
<b>C11</b>	1,41	0,2338	11,77	11,32	0,41
<b>C12</b>	1,40	0,1765	11,69		
<b>C13</b>	1,37	0,2090	11,33		
<b>C14</b>	1,32	0,1878	10,91		
<b>C15</b>	1,32	0,1658	10,91		

Massa cerâmica D (MD) – 40 % caulim, 36 % feldspato, 20 % quartzo e 4 % de carago em massa.

<b>MD</b>	<b>C (pF)</b>	<b>tg <math>\delta</math></b>	<b>K</b>	<b>[K] médio</b>	<b>D.P.</b>
<b>D1</b>	1,09	0,2692	8,77	8,59	0,25
<b>D2</b>	1,03	0,2089	8,44		
<b>D3</b>	1,03	0,1708	8,36		
<b>D4</b>	1,05	0,2059	8,44		
<b>D5</b>	1,08	0,2757	8,93		
<b>D6</b>	1,09	0,1312	8,89	8,96	0,11
<b>D7</b>	1,11	0,1322	9,14		
<b>D8</b>	1,08	0,1053	8,89		
<b>D9</b>	1,08	0,1027	8,97		
<b>D10</b>	1,10	0,0995	8,89		
<b>D11</b>	1,23	0,1397	10,15	9,94	0,26
<b>D12</b>	1,23	0,1606	10,15		
<b>D13</b>	1,21	0,1045	10,09		
<b>D14</b>	1,18	0,1283	9,65		
<b>D15</b>	1,17	0,1305	9,67		