



**UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA**  
**ESCOLA POLITÉCNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL**

**VANESSA RODRIGUES CAMPOS**

**O CONCEITO DE MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL  
APLICADO AO DESENVOLVIMENTO DE GESSO DE ALTO  
DESEMPENHO**

Salvador  
2023

**VANESSA RODRIGUES CAMPOS**

**O CONCEITO DE MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL  
APLICADO AO DESENVOLVIMENTO DE GESSO DE ALTO  
DESEMPENHO**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Escola Politécnica da Universidade Federal da Bahia, como requisito para obtenção do título de Doutora em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Cleber Marcos Ribeiro Dias

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo Fernandes Carvalho

Agência Financiadora: FAPESB

Salvador

2023

---

C198 Campos, Vanessa Rodrigues.

O conceito de materiais com gradação funcional aplicado ao desenvolvimento de gesso de alto desempenho/ Vanessa Rodrigues Campos. – Salvador, 2023.

203f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Cleber Marcos Ribeiro Dias.

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo Fernandes Carvalho.

Tese (doutorado) – Universidade Federal da Bahia. Escola Politécnica, 2023.

1. Gesso - construção civil. 2. Gesso conformado sob pressão. 3. Porosidade. I. Dias, Cleber Marcos Ribeiro. II. Carvalho, Ricardo Fernandes. III. Universidade Federal da Bahia. IV. Título.

---

CDD: 693

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO

Vanessa Rodrigues Campos

APRESENTADA AO DOUTORADO EM ENGENHARIA CIVIL, DA UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA, EM 14 DE JULHO DE 2023.

**BANCA EXAMINADORA**



---

Prof. Dr. Cleber Marcos Ribeiro Dias  
Orientador  
PPEC – UFBA

Documento assinado digitalmente

 **RICARDO FERNANDES CARVALHO**  
Data: 23/09/2023 15:10:06-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Prof. Dr. Ricardo Fernandes Carvalho  
Coorientador  
PPEC – UFBA

Documento assinado digitalmente

 **PAULO ROBERTO LOPES LIMA**  
Data: 27/09/2023 10:02:46-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Prof. Dr. Paulo Roberto Lopes Lima  
PPEC – UFBA

Documento assinado digitalmente

 **GLADIS CAMARINI**  
Data: 29/09/2023 11:18:00-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Profa. Dra. Gladis Camarini  
PPGDR – UNIS-MG

Documento assinado digitalmente

 **NORMANDO PERAZZO BARBOSA**  
Data: 25/09/2023 14:08:05-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Prof. Dr. Normando Perazzo Barbosa  
PPGEUA – UFPB e PPGEUCAM-UFPB

Documento assinado digitalmente

 **SERGIO FRANCISCO DOS SANTOS**  
Data: 27/09/2023 11:09:33-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

Prof. Dr. Sergio Francisco dos Santos  
PPG – UNESP

Dedico este trabalho à Deus, que me deu forças para vencer todas as dificuldades. À minha avó Therezinha (*in memoriam*), minha mãe Liliana, familiares e amigos que tornaram possível a conclusão deste trabalho.

## **PRODUÇÃO CIENTÍFICA ASSOCIADA À TESE**

### **ARTIGOS PUBLICADOS EM PERIÓDICOS:**

CAMPOS, V. R.; CARVALHO, R. F.; DIAS, C. M. R. Gesso conformado sob pressão: os efeitos dos parâmetros de conformação sobre as propriedades físicas e mecânicas. *Matéria (Rio J.)*, v. 28, n. 1, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1590/1517-7076-RMAT-2022-0267>

### **ARTIGOS COMPLETOS PUBLICADOS EM ANAIS DE EVENTOS:**

ANJOS, J. O. dos; CAMPOS, V. R.; CARVALHO, R. F.; DIAS, C. M. R. Otimização dos parâmetros de conformação para a obtenção de peças delgadas de gesso conformadas sob pressão. In: 4º Congresso Luso-Brasileiro de materiais de construção Sustentáveis (4 CLBMCS), p.1479-1491, Salvador, Bahia, Brasil, 2022.

QUEIROZ, J. C.; CAMPOS, V. R.; CARVALHO, R. F.; DIAS, C. M. R. Efeitos de diferentes adições nas propriedades mecânicas do gesso conformado sob pressão. In: 4º Congresso Luso-Brasileiro de materiais de construção Sustentáveis (4 CLBMCS), p.102-113, Salvador, Bahia, Brasil, 2022.

### **OUTRAS PRODUÇÕES NO PERÍODO**

SACRAMENTO, I. C. C.; CAMPOS, V. R.; FERNANDES, V. O.; FERREIRA, E. A. M. Veículo aéreo não tripulado como suporte à gestão de fluxos físicos em canteiros de obra. In: XI simpósio brasileiro de gestão e economia da construção (XI SIBRAGEC), VIII ENCUESTRO LATINOAMERICANO DE GESTIÓN Y ECONOMÍA DE LA CONSTRUCCIÓN (VIII ELAGEC), Londrina, Paraná, Brasil, p.10, 2019.

MATOS, S. R. C.; CAMPOS, V. R.; BRITO, C. M. S. R.; ANDRADE, H. M. C.; GONÇALVES, J. P.; SILVA, F. G. S. Produção de argamassa álcali-ativada com adição de cinzas agroindustriais. In: 59º Congresso Brasileiro do Concreto (59 CBC), Bento Gonçalves/ RN, 2017.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus por sempre ser meu Norte, meu caminho, minha fortaleza e por ter me estimulado a lutar até o fim!

Um agradecimento especial à minha família e amigos, sem os quais não teria chegado ao fim desta jornada, em especial, à minha mãe Liliana, ao meu pai Adeildo, à minha tia Juliana e aos amigos incondicionais, Cosme e família, Celeste, Sandra e Mel, Karine, Adriana e Viviane. Meus sinceros sentimentos de gratidão!

Ao professor Cleber Dias, pela orientação e ensinamentos concedidos a este trabalho. Ao professor Ricardo Carvalho, pela confiança depositada em diversos momentos. Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPEC/UFBA). À FAPESB, pelo apoio financeiro. Aos professores Sérgio Ferreira e Raildo Fiuza (Química/UFBA), Vanessa Silveira, Jardel Gonçalves e Daniel Vêras (PPEC/UFBA), Silvana Mattedi (PPEQ/UFBA), Rodrigo Coelho (PPGEM/UFBA) e Luiz Morais (UFTM). Aos técnicos Carina, Iure e Helder (IFBA), Romai e Armando (GEOTECNIA/UFBA), Jeová (GEOAMB/UFBA), Arnaldo (CETA-LEDMA/UFBA), Maria Carolina (TIMOSHENKO/UFBA) e, em especial, Paulo Santanna (CETA/UFBA) pela disponibilidade e apoio a esta pesquisa. À Dani da secretaria pela forma gentil com que trata todos os alunos e alunas. Agradecimentos especiais aos colegas Cheilane, Daniel Levi, Fabiana (Química/UFBA), Fábio (PPEQ/UFBA), Carlos (PPGEM/UFBA), Tiago Assunção, Ruan, Nilson, Silas e Gessivaldo (PPEC/UFBA), Érica (PEI/UFBA) e Catharine, Mariana Luna, Ana Rita, Luane, Vinícius e Samile (PPEC/UFBA) pelo apoio em diversos momentos deste trabalho. Aos colegas e amigos do coração Jaciara, Guilhermino, Elton e Leonardo pela amizade, apoio e momentos de descontração. Aos estagiários do CETA/UFBA Orlando, Gabriel e Pedro. Aos alunos de iniciação científica Adriele, Guilherme, em especial, à Jessica Anjos pela dedicação e disciplina que foram fundamentais para os resultados alcançados na reta final deste trabalho.

Gratidão a todos e todas que aqui não foram citados, mas contribuíram de forma direta ou indireta para este trabalho!

“O cientista surpreende as realidades da Sabedoria divina criadas para a evolução da criatura e revela-lhes a expressão visível ou perceptível ao conhecimento popular”.

(CHICO XAVIER/EMMANUEL, 2017, p.167).

## RESUMO

O presente trabalho evidencia a viabilidade do uso do conceito de materiais com gradação funcional (MGF) no desenvolvimento de gesso conformado sob pressão com elevado desempenho mecânico e melhoria frente à ação da água. A variação da porosidade de forma controlada foi obtida por meio da metodologia de otimização múltipla. Previamente, este trabalho busca compreender os parâmetros de conformação que controlam as propriedades físicas, mecânicas e em relação à ação da água do gesso conformado sob pressão (GCP). Posteriormente, emprega o conceito de materiais com gradação funcional da porosidade para alcançar um gesso de elevado desempenho mecânico e com menor susceptibilidade à água. A parte experimental deste trabalho foi composta por quatro estudos: (i) Gesso conformado sob pressão, os efeitos dos parâmetros de conformação sobre as propriedades físicas e mecânicas; (ii) Os efeitos do aditivo retardador e dos parâmetros de conformação nas propriedades do gesso conformado sob pressão; (iii) Otimização dos parâmetros de conformação para a avaliação do comportamento mecânico e frente à ação da água do gesso conformado sob pressão; (iv) Desenvolvimento de gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade. O planejamento experimental foi realizado a partir do uso do projeto fatorial completo  $2^k$  e do projeto composto central (PCC), conforme o estudo realizado. Os estudos mostraram que o nível de aplicação da pressão e o momento de prensagem, em relação ao tempo de pega do gesso, interferem no empacotamento e adesão entre os cristais de hemi-hidrato para a formação do di-hidrato, com interferência na porosidade, na resistência mecânica e no comportamento frente à ação da água. A presença do aditivo retardador funcionou como lubrificante, favorecendo a mobilidade dos grânulos de gesso durante a compactação, garantindo a aplicação da pressão, antes do início das reações de hidratação do gesso. Desta forma, contribuiu para o aumento da compacidade e resistência da peça final. A combinação dos parâmetros estudados, pressão, massa, relação água/gesso e presença de aditivo retardador permitiram alcançar um empacotamento máximo das partículas de ( $2,00 \text{ g/cm}^3$ ), um módulo de elasticidade dinâmico máximo de ( $24,9 \text{ GPa}$ ) e máximas resistências à tração na flexão ( $27,8 \text{ MPa}$ ) e à compressão ( $57,4 \text{ MPa}$ ). Os resultados apontaram uma redução na absorção por capilaridade do GCP ( $0,28 \text{ g/cm}^3$ ), superior a 95%, em relação à do GCC ( $5,51 \text{ g/cm}^3$ ). Durante os ciclos de molhagem e secagem, o GCP apresentou uma redução na absorção de água por imersão, em torno de 88%, em relação ao GCC. A absorção de água média por imersão do GCP, aos 7 ciclos ( $3,55 \pm 0,13$ ) % e aos 14 ciclos ( $3,52 \pm 0,28$ ) %, indicou características hidrofóbicas segundo a norma brasileira para blocos de gesso hidrofugados ( $\leq 5,0$  %) e a norma europeia para placas de gesso acartonado com baixo coeficiente de absorção de água ( $\leq 10,0$  %). Foi possível a obtenção de peças delgadas com espessuras de ( $6,88 \pm 0,32$ ) mm, baixa porosidade ( $22,90 \pm 1,72$ ) %, elevado módulo de elasticidade dinâmico ( $17,39 \pm 1,88$ ) GPa e elevada resistência à tração na flexão ( $10,66 \pm 1,20$ ) MPa. A aplicação do conceito de gradação funcional permitiu alcançar um gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade de elevada resistência à tração na flexão ( $15,0 \text{ MPa}$ ) na camada menos porosa, e de ( $9,7 \text{ MPa}$ ) na camada mais porosa. O gesso com gradação funcional chegou a alcançar ângulos de contato de ( $110,48^\circ > 90^\circ$ ) na face menos porosa e de ( $99,12^\circ > 90^\circ$ ) na face mais porosa, sendo classificado como hidrofóbico ( $\theta > 90^\circ$ ). Os resultados alcançados neste trabalho indicaram uma possível aplicação na produção de blocos e componentes pré-fabricados para uso estrutural e em áreas molhadas e molháveis.

**Palavras-chave:** Gesso conformado sob pressão. Gesso com gradação funcional. Porosidade. Gesso de alta resistência. Ciclo de molhagem e secagem. Ângulo de contato.

## ABSTRACT

This work shows the feasibility of using the concept of functionally graded materials (FGM) to develop pressure-formed plaster with high mechanical performance and improved resistance to water. Controlled porosity variation was achieved using the multiple optimization methodology. Firstly, this work seeks to understand the forming parameters that control the physical, mechanical and water properties of pressure-formed gypsum (PCG). Subsequently, it uses the concept of materials with a functional gradation of porosity to achieve a plaster with high mechanical performance and lower susceptibility to water. The experimental part of this work was made up of four studies: (i) Pressure-formed gypsum, the effects of forming parameters on physical and mechanical properties; (ii) The effects of the retarder additive and forming parameters on the properties of pressure-formed gypsum; (iii) Optimization of forming parameters for assessing the mechanical and water-resistant behaviour of pressure-formed gypsum; (iv) Development of pressure-formed gypsum with a functional gradation of porosity. The experimental design was carried out using the  $2^k$  full factorial design and the central composite design (CCD), according to the study carried out. The studies showed that the level of pressure applied and the time of pressing, in relation to the setting time of the gypsum, interfere with the packing and adhesion between the hemihydrate crystals to form the dihydrate, with interference in porosity, mechanical strength and behavior against the action of water. The presence of the retarder additive acted as a lubricant, favoring the mobility of the gypsum granules during compaction, ensuring that pressure was applied before the gypsum hydration reactions began. This helped to increase the compactness and strength of the final piece. The combination of the parameters studied, pressure, mass, water/gypsum ratio and the presence of a retarding additive, enabled the maximum particle packing of ( $2,00 \text{ g/cm}^3$ ), a maximum dynamic modulus of elasticity of ( $24,9 \text{ GPa}$ ) and maximum flexural tensile strength ( $27,8 \text{ MPa}$ ) and compressive strength ( $57,4 \text{ MPa}$ ) to be achieved. The results showed a reduction in capillary absorption of GCP ( $0,28 \text{ g/cm}^3$ ) of more than 95% compared to GCC ( $5,51 \text{ g/cm}^3$ ). During the wetting and drying cycles, GCP showed a reduction in immersion water absorption of around 88% compared to GCC. The average water absorption per immersion of the GCP, at 7 cycles ( $3,55 \pm 0,13$ ) % and 14 cycles ( $3,52 \pm 0,28$ ) %, indicated hydrophobic characteristics according to the Brazilian standard for water-repellent gypsum blocks ( $\leq 5,0$  %) and the European standard for plasterboard with a low water absorption coefficient ( $\leq 10,0$  %). It was possible to obtain thin pieces with thicknesses of ( $6,88 \pm 0,32$ ) mm, low porosity ( $22,90 \pm 1,72$ ) %, high dynamic modulus of elasticity ( $17,39 \pm 1,88$ ) GPa and high flexural tensile strength ( $10,66 \pm 1,20$ ) MPa. Applying the concept of functional gradation made it possible to achieve a pressure-formed plaster with a functional gradation of porosity with a high flexural tensile strength ( $15,0 \text{ MPa}$ ) in the less porous layer and ( $9,7 \text{ MPa}$ ) in the more porous layer. The functionally graded plaster reached contact angles of ( $110,48^\circ > 90^\circ$ ) on the less porous side and ( $99,12^\circ > 90^\circ$ ) on the more porous side, being classified as hydrophobic ( $\theta > 90^\circ$ ). The results achieved in this work indicate a possible application in the production of prefabricated blocks and components for structural use and in wet and wettable areas.

**Keywords:** Pressure-formed plaster. Functionally graded plaster. Porosity. High strength plaster. Wetting and drying cycle. Contact angle.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema geral da estrutura da tese. ....	29
Figura 2. Cristais de gesso hemi-hidrato: a) hemi-hidrato $\beta$ - Cristais pequenos (menores que $10\mu\text{m}$ ) e b) hemi-hidrato $\alpha$ - Cristais grandes (cerca de $20\mu\text{m}$ )..	33
Figura 3. Hidratação do gesso. ....	35
Figura 4. Processo de prensagem uniaxial. ....	45
Figura 5. Esquema de prensagem uniaxial: (a) efeito simples e (b) efeito duplo. ....	45
Figura 6. Variação da prensagem nas regiões do molde: (a) Gradientes de densidade através de secção longitudinal e (b) Gradientes de densidade através de secção longitudinal, obtidos por análise de ultrassom. ....	46
Figura 7. Deformação e empacotamento dos grânulos.....	47
Figura 8. Mecanismos de compactação.....	48
Figura 9. Estágios de compactação. ....	49
Figura 10. Mecanismos de compactação e os estágios de compactação.....	50
Figura 11. Proteção térmica em materiais convencionais e em MGF. ....	53
Figura 12. Diagrama esquemático do conceito de gradação: (a) Gradação contínua e (b) Gradação gradual.....	53
Figura 13. Microestrutura da fibra de bambu com gradação funcional.....	55
Figura 14. MGF natural: (a) Secção de um osso de colo do fêmur; (b) Gradação da porosidade na secção transversal de um osso animal.....	55
Figura 15. Gradação funcional da porosidade aplicada aos materiais de construção civil.....	60
Figura 16. Procedimento Experimental. ....	63
Figura 17. Padrões de DRX do gesso de construção. ....	68
Figura 18. Esquema de produção do gesso conformado sob pressão (GCP). ..	70
Figura 19. Superfície de resposta das amostras para a espessura, para $X= 0,20$ (relação a/g no ponto central).....	75
Figura 20. Superfície de resposta das amostras para a porosidade, para $M= 450$ g (massa conformada no ponto central).....	76
Figura 21. Superfície de resposta das amostras para o módulo de elasticidade dinâmico, para $M= 450$ g (massa conformada no ponto central). ....	79
Figura 22. Módulo de elasticidade dinâmico <i>versus</i> porosidade das amostras..	79
Figura 23. Superfície de resposta das amostras para a resistência à tração na flexão, para $M= 450$ g (massa conformada no ponto central). ....	80
Figura 24. Superfície de resposta das amostras para a resistência à compressão, para $M= 450$ g (massa conformada no ponto central).....	81
Figura 25. Resistência à compressão <i>versus</i> Porosidade.....	82
Figura 26. Micrografias da seção fraturada: (a) GCC – sem pressão (500x), (b) GCP - Série 2 (500x), (c) GCC – sem pressão (2.000x) e (d) GCP - Série 2 (2.000x).....	84
Figura 27. Fluxograma experimental.....	87
Figura 28. Padrões de DRX do gesso de construção. ....	91
Figura 29. Curva das análises térmicas TGA e DTG do gesso comercial.....	92
Figura 30. Micrografia do gesso de construção: (a) ampliação (500x) e (b) ampliação (2.200x).....	95
Figura 31. Matriz de compactação. ....	97

Figura 32. Procedimento de confecção dos corpos de prova: (a) conformação sob pressão e (b) desmoldagem.....	98
Figura 33. Correlação entre as espessuras das séries R e SR.....	103
Figura 34. Superfície de resposta para a espessura: (a) grupo SR (sem retardador), para *X= 0,20 e (b) grupo R (com retardador), para X= 0,20, (c) grupo SR (sem retardador), para **M= 450 e (d) grupo R (com retardador), para **M= 450. ....	104
Figura 35. Superfície de resposta das amostras para a porosidade: (a) grupo SR (sem retardador), para *X= 0,20 e (b) grupo R (com retardador), para X= 0,20, (c) grupo SR (sem retardador), para **M= 450 e (d) grupo R (com retardador), para M= 450. ....	106
Figura 36. Superfície de resposta das amostras para o módulo de elasticidade dinâmico: (a) grupo SR (sem retardador), para *X = 0,20, (b) grupo R (com retardador), para *X = 0,20, (c) grupo SR (sem retardador), para **M = 450 e (d) grupo R (com retardador), para **M = 450. ....	111
Figura 37. Módulo de elasticidade dinâmico em função da porosidade das amostras: SR (sem retardador) e R (com retardador). ....	113
Figura 38. Superfície de resposta das amostras para a resistência à tração na flexão: (a) grupo SR (sem retardador), para *X = 0,20 e (b) grupo R (com retardador), para X = 0,20, (c) grupo SR (sem retardador), para **M = 450 e (d) grupo R (com retardador). ....	115
Figura 39. Superfície de resposta das amostras para a resistência à compressão: (a) grupo SR (sem retardador), para *X = 0,20 e (b) grupo R (com retardador), para X = 0,20, (c) grupo SR (sem retardador), para **M = 450 e (d) grupo R (com retardador), para M = 45. ....	117
Figura 40. Resistência à compressão em função da porosidade das amostras: SR (sem retardador) e R (com retardador). ....	118
Figura 41. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCC – SR (sem pressão) e (b) GCC – R (sem pressão).....	119
Figura 42. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCP - SR (Série 13); (b) GCP - SR (Série 20); (c) GCP - R (Série 13) e (d) GCP - R (Série 20).....	121
Figura 43. Resumo metodológico.....	126
Figura 44. Representação do ângulo de contato: (a) $\theta > 90^\circ$ (superfície hidrofóbica); (b) $\theta < 90^\circ$ (superfície hidrofílica) e (c) $\theta \cong 0^\circ$ (molhagem completa). ....	137
Figura 45. Amostras submetidas ao ensaio de molhagem e secagem. ....	139
Figura 46. Ensaio de absorção por capilaridade aos 90 min : (a) GCP e (b) GCC. ....	142
Figura 47. Cinética do ângulo de contato de gotas em superfície de GCP e GCC. ....	144
Figura 48. Evolução do formato da gota em função do tempo: (a) GCP - 0 segundos, (b) GCP - 3 segundos, (c) GCC - 0 segundos e (d) GCC - 3 segundos. ....	145
Figura 49. Absorção de água média em função do tempo de imersão. ....	147
Figura 50. Resistência à compressão do gesso conformado GCP e GCC antes e depois do ensaio de molhagem e secagem. ....	149
Figura 51. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCC – Ciclo 0; (b) GCC – Ciclo 7; (c) GCC – Ciclo 14. ....	151
Figura 52. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCP – Ciclo 0; (b) GCP – Ciclo 7; (c) GCP – Ciclo 14.....	152

Figura 53. Resumo metodológico.....	156
Figura 54. Desenho ilustrativo de uma peça de gesso com graduação funcional ao longo da secção. ....	160
Figura 55. Procedimento de confecção dos corpos de prova de GGF <sub>η</sub> : (a) prensagem uniaxial por camada e (b) prensagem uniaxial simultânea das camadas.....	167
Figura 56. Esquema do ensaio de flexão para o gesso com graduação funcional da porosidade GGF <sub>η</sub> . ....	169
Figura 57. Superfície de resposta das amostras para espessura: (a) para X= 0,20 (relação água/gesso no ponto central) e (b) para P= 150 MPa (pressão no ponto central). ....	171
Figura 58. Superfície de resposta das amostras para a porosidade: (a) para X= 0,20 (relação água/gesso no ponto central) e (b) para M= 150 g (massa conformada no ponto central).....	173
Figura 59. Superfície de resposta das amostras: (a) módulo de elasticidade dinâmico, para M= 150 g (massa conformada no ponto central) e (b) resistência à tração na flexão para X= 0,22 (relação água/gesso no ponto central). ....	174
Figura 60. Propriedades mecânicas versus porosidade: (a) módulo de elasticidade dinâmico versus porosidade e (b) resistência à tração na flexão versus porosidade.....	176
Figura 61. Resistência à tração na flexão do GGF <sub>η</sub> . ....	180
Figura 62. Ângulo de contato de uma gota d' água nas faces do GGF <sub>η</sub> : (a) GGF <sub>η</sub> 01 – t = 7mm, (b) GGF <sub>η</sub> 01 – t = 13mm, (c) GGF <sub>η</sub> 02 – t = 7mm, (d) GGF <sub>η</sub> 02 – t = 13mm, (e) GGF <sub>η</sub> 03 – t = 7mm e (f) GGF <sub>η</sub> 03 – t = 13mm. ....	183
Figura 63. Cinética do ângulo de contato nas superfícies do GGF <sub>η</sub> .....	184
Figura 64. Micrografias de seções fraturadas do GCC. ....	185
Figura 65. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GGF <sub>η</sub> 01 – t = 7 mm (menos porosa); (b) GGF <sub>η</sub> 01 – t = 13 mm (mais porosa); (c) GGF <sub>η</sub> 02 – t = 7 mm (mais porosa) e (d) GGF <sub>η</sub> 02 – t = 13 mm (menos porosa).....	186
Figura 66. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GGF <sub>η</sub> 03 – t = 7 mm e (b) GGF <sub>η</sub> 03 – t = 13 mm. ....	187

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Temperaturas de calcinação do $\text{CaSO}_4$ .	31
Tabela 2. Sistemas cristalinos das fases da anidrita.	31
Tabela 3. Publicações sobre conformação de gesso sob pressão por molhamento mínimo.	38
Tabela 4. Condições operacionais e parâmetros para conformação de gesso sob pressão.	42
Tabela 5. Composição química do pó de gesso pela técnica de fluorescência de raios X (FRX).	67
Tabela 6. Matriz do projeto composto central: nível dos fatores e respostas experimentais.	73
Tabela 7. Correlação linear entre variáveis.	74
Tabela 8. Composição química do gesso comercial pela técnica de fluorescência de raios-X (FRX).	91
Tabela 9. Perdas de massa registrada nos eventos térmicos das curvas TGA/DTG do gesso comercial.	93
Tabela 10. Teores de di-hidratos e hemi-hidratos presentes no gesso comercial.	94
Tabela 11. Fatores e os níveis para o projeto composto central (PCC).	96
Tabela 12. Matriz do projeto composto central: níveis dos fatores e respostas experimentais.	99
Tabela 13. Correlação linear (r) entre variáveis para a série SR (sem retardador).	102
Tabela 14. Correlação linear (r) entre variáveis para a série R (com retardador).	102
Tabela 15. Correlação linear (r) entre variáveis para a série R (com retardador).	135
Tabela 16. Validação do modelo, valores previstos e experimentais.	141
Tabela 17. Absorção de água por capilaridade e coeficiente de capilaridade dos corpos de prova prismáticos.	142
Tabela 18. Valores iniciais das medições de ângulo de contato de gotas para as superfícies inferior e superior do GCP e GCC.	145
Tabela 19. Propriedades do gesso conformado antes e após os ciclos de molhagem e secagem.	148
Tabela 20. Fatores e os níveis para o projeto fatorial completo ( $2^k$ ).	162
Tabela 21. Matriz do projeto composto central: nível dos fatores e respostas experimentais.	163
Tabela 22. Soluções otimizadas.	165
Tabela 23. Correlação linear entre variáveis para a série.	170
Tabela 24. Valores previstos e experimentais de corpos de prova delgados de gesso conformados sob pressão para estudo das camadas do gesso com gradação funcional da porosidade ( $\text{GGF}_\eta$ ).	178
Tabela 25. Propriedades físico-mecânicas do $\text{GGF}_\eta$ .	179
Tabela 26. Valores iniciais das medições de ângulo de contato de gotas para as superfícies inferior e superior do GCP e GCC.	182

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AIC	Critério de Informação de Akaike
ANOVA	Análise de variância
ASTM	American Society for Testing and Materials Standards
ATCP	Advanced Impulse Excitation Technique
CAA	Concreto Aerado Autoclavado
CAAGF	Concreto Aerado Autoclavado com Gradação Funcional
CGF	Concreto com Gradação Funcional
CIF	Crystallography Information File
COD	Crystallography Open Database
DCCR	Delineamento Composto Central Rotacional
DTG	Termogravimetria derivada
EDD	Empacotamento Direto do Di-hidrato
FGM	Functionally Graded Materials
FRX	Fluorescência de Raios - X
GCC	Gesso Conformado pelo Método Convencional
GCP	Gesso Conformado sob Pressão
GCPGF	Gesso Conformado sob Pressão com Gradação Funcional
GF <sub>η</sub>	Gradação Funcional da Porosidade
GGF <sub>η</sub>	Gesso com Gradação Funcional da Porosidade
MEF	Método dos Elementos Finitos
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MGF	Material com Gradação Funcional
MGF's	Materiais com Gradação Funcional
MSR	Metodologia de superfície de resposta

PF	Perda ao fogo
PPC	Planejamento composto central
R	Com Retardador
SR	Sem Retardador
TGA	Análise termogravimétrica
UCOS	Umidificação, compactação e secagem

## LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcentagem
°C	Grau Celsius
$\alpha$	Alfa
$\beta$	Beta
kN	Quilonewtons
N	Newton
MPa	Megapascal
a/g	Água/gesso
GPa	Gigapascal
$P_f$	Pressão aparente de fluência
$\rho_t$	Densidade de compactação
$\rho_G$	Grau de compactação do grânulo
$t$	Espessura
$\eta$	Porosidade
$E$	Módulo de elasticidade Dinâmico
$R_t$	Resistência à tração na flexão
$R_c$	Resistência à compressão
$\rho_{ap}$	Densidade aparente (empacotamento dos grânulos)
t	Toneladas
g	Gramas
cm	Centímetro
mm	Milímetro
nm	Nanômetro
mA	Miliamperes
kV	Quilovolt

$\theta$	Teta
$\theta$	Ângulo de contato
k	Número de fatores
s	Segundo
rpm	Rotações por minuto
min	Minuto
$\mu\text{m}$	micrômetro
$\rho_{real}$	Densidade real
P	Pressão
M	Massa
X	Relação água/gesso
Hz	Hertz
$\mu\text{l}$	Microlitro
h	Hora

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>24</b>
1.1 OBJETIVO GERAL .....	27
<b>1.1.1 Objetivos específicos</b> .....	<b>27</b>
1.2 ESTRUTURA DA TESE .....	28
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>30</b>
2.1 GESSO DE CONSTRUÇÃO .....	30
2.2 GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO.....	37
<b>2.2.1 Conformação por prensagem</b> .....	<b>43</b>
<b>2.2.2 Estágios de prensagem</b> .....	<b>46</b>
2.3 MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL .....	51
<b>2.3.1 Materiais com gradação funcional na natureza</b> .....	<b>54</b>
<b>2.3.2 Materiais com gradação funcional artificiais</b> .....	<b>56</b>
<b>3 GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO: OS EFEITOS DOS PARÂMETROS DE CONFORMAÇÃO SOBRE AS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS</b> .....	<b>63</b>
3.1 INTRODUÇÃO.....	64
3.2 MATERIAIS E MÉTODOS .....	67
<b>3.2.1 Materiais</b> .....	<b>67</b>
<b>3.2.2 Métodos</b> .....	<b>69</b>
3.2.2.1 <i>Projeto fatorial 2<sup>k</sup></i> .....	69
3.2.2.2 <i>Preparação das amostras</i> .....	69
3.2.2.3 <i>Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas</i> .....	71
3.2.2.4 <i>Análises Estatísticas</i> .....	72
3.3 RESULTADOS.....	74
<b>3.3.1 Espessura</b> .....	<b>74</b>
<b>3.3.2 Porosidade</b> .....	<b>75</b>
<b>3.3.3 Propriedades mecânicas</b> .....	<b>78</b>
<b>3.3.4 Microestrutura</b> .....	<b>83</b>
3.4 CONCLUSÃO .....	85
<b>4 OS EFEITOS DO ADITIVO RETARDADOR E DOS PARÂMETROS DE CONFORMAÇÃO NAS PROPRIEDADES DO GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO</b> .....	<b>87</b>

4.1 INTRODUÇÃO .....	88
4.2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	90
<b>4.2.1 Materiais.....</b>	<b>90</b>
<b>4.2.2 Métodos.....</b>	<b>95</b>
4.2.2.1 Projeto composto central (PCC).....	95
4.2.2.2 Preparação das amostras .....	97
4.2.2.3 Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas.....	100
4.2.2.4 Análise estatística .....	101
4.3 RESULTADOS .....	102
<b>4.3.1 Espessura .....</b>	<b>102</b>
<b>4.3.2 Porosidade.....</b>	<b>105</b>
<b>4.3.3 Propriedades mecânicas .....</b>	<b>109</b>
<b>4.3.4 Microestrutura .....</b>	<b>119</b>
4.4 CONCLUSÃO.....	123
<b>5 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE CONFORMAÇÃO PARA A AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO E FRENTE À AÇÃO DA ÁGUA DO GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO.....</b>	<b>125</b>
5.1 INTRODUÇÃO .....	127
5.2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	132
<b>5.2.1 Materiais.....</b>	<b>132</b>
<b>5.2.2 Métodos.....</b>	<b>132</b>
5.2.2.1 Projeto composto central (PCC).....	132
5.2.2.2 Preparação das amostras .....	132
5.2.2.3 Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas.....	132
5.2.2.4 Análise estatística .....	133
5.2.2.5 Otimização múltipla .....	133
5.2.2.6 Absorção por capilaridade.....	136
5.2.2.7 Ângulo de contato .....	136
5.2.2.8 Ensaio de molhagem e secagem .....	138
5.3 RESULTADOS .....	140
<b>5.3.1 Otimização múltipla.....</b>	<b>141</b>
<b>5.3.2 Absorção de água por capilaridade.....</b>	<b>141</b>
<b>5.3.3 Ângulo de contato .....</b>	<b>144</b>
<b>5.3.4 Ensaio de ciclos de molhagem e secagem .....</b>	<b>146</b>

<b>5.3.5 Microestrutura .....</b>	<b>150</b>
5.4 CONCLUSÃO.....	153
<b>6 DESENVOLVIMENTO DE GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO COM GRADAÇÃO FUNCIONAL DA POROSIDADE .....</b>	<b>155</b>
6.1 INTRODUÇÃO .....	157
6.2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	161
<b>6.2.1 Materiais.....</b>	<b>161</b>
<b>6.2.2 Métodos.....</b>	<b>161</b>
6.2.2.1 Projeto fatorial completo $2^k$ .....	161
6.2.2.2 Planejamento da gradação funcional .....	164
6.2.2.3 Produção dos corpos de prova com gradação funcional.....	166
6.2.2.4 Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas.....	168
6.2.2.5 Análise estatística .....	170
6.2.2.6 Ângulo de contato .....	170
6.3 RESULTADOS .....	170
<b>6.3.1 Espessura .....</b>	<b>170</b>
<b>6.3.2 Porosidade.....</b>	<b>172</b>
<b>6.3.3 Propriedades mecânicas .....</b>	<b>173</b>
<b>6.3.4 Estudo do gesso com gradação funcional da porosidade .....</b>	<b>177</b>
<b>6.3.5 Ângulo de contato .....</b>	<b>182</b>
<b>6.3.6 Microestrutura .....</b>	<b>185</b>
6.4 CONCLUSÃO .....	188
<b>7 CONCLUSÕES GERAIS.....</b>	<b>191</b>
<b>8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>193</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>194</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O gesso é um dos materiais de construção mais antigos fabricados pelo homem, utilizado desde os tempos remotos na Grécia a.C. em pirâmides e tumbas egípcias, e mais tarde pelos romanos (RIBEIRO, 2006; RYAN, 1962). Atualmente é amplamente utilizado na construção civil em revestimentos de paredes internas, blocos, placas, forros e componentes, principalmente, devido à facilidade de fabricação, baixo consumo de energia, reduzidas emissões de CO<sub>2</sub>, baixo custo e efeitos estéticos (YU; BROUWERS, 2011a, 2011b). Apresentam, ainda, excelentes propriedades de isolamento térmico e acústico, resistência ao fogo (SOPHIA; SAKTHIESWARAN; GANESH BABU, 2016), devido a água cristalina em sua constituição (EUROGYPSUM, 2023), além da possibilidade de ser reciclado infinitamente (CAMARINI; PINHEIRO, 2014; CAMARINI *et al.*, 2016; PINHEIRO, 2011).

No entanto, as peças de gesso, destinadas à construção civil, apresentam baixa resistência mecânica e à ação da água (CORREIA; SOUZA, 2009) em virtude do elevado teor da água de suspensão utilizada na transformação do hemi-hidrato (CaSO<sub>4</sub>·0,5H<sub>2</sub>O) em di-hidrato (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O) (CORREIA; SOUZA, 2009; SOUZA, 2005) na conformação convencional. Este excesso de água e a elevada área superficial específica do gesso permitem uma rápida dissolução dos cristais de hemi-hidrato, que provoca um crescimento rápido e desordenado dos cristais de di-hidrato, contribuindo, assim, para a redução da resistência mecânica (KANNO, 2009). A evaporação da água excedente resulta na formação de poros, originando alta porosidade e, conseqüentemente, influência negativa no desempenho mecânico do gesso (CHEN; SUCECH; FABER, 2010; ÇOLAK, 2000; KANNO, 2009; SINGH; GARG, 1996; VEKINIS; ASHBY; BEAUMONT, 1993; YU; BROUWERS, 2012). Esta estrutura de poros formada facilita a percolação da água (JAKOBSMEIER, 2000), favorecendo a baixa resistência à ação da água, característica das peças finais de gesso.

Muitos estudos têm sido realizados para tornar o gesso hidrorrepelente. O uso de fibra de vidro como fase reforço de matrizes de gesso (SINGH; GARG, 1992), a adição de resíduo de vidro automotivo (BUGGAKUPTA *et al.*, 2020), resíduos poliméricos (termofixos e termoplásticos) (VIDALES-BARRIGUETE *et al.*, 2020),

betume, liberado durante a termólise da turfa, (MISNIKOV, 2018), cimento Portland de escória de alto forno (CPIII RS) (CAMARINI; DE MILITO, 2011) e resíduo de fosfogesso (SINGH; GARG; REHSI, 1989). Embora, tenham sido grandes os esforços para melhorar o comportamento do gesso em relação à ação da água, ainda são restritos no mercado os aditivos hidrofugantes adequados a materiais à base de gesso. Os atuais aditivos hidrofugantes apesar de melhorar a durabilidade frente à ação da água do gesso, apresentam como desvantagens, baixa trabalhabilidade, baixa resistência mecânica e perda de desempenho após o envelhecimento (ABERLE *et al.*, 2010). Além disso, os tratamentos e processos para tornar o gesso hidrorrepelente à água são de alto custo (SINGH; GARG; REHSI, 1989).

Além da incorporação de adições, para a melhoria das propriedades mecânicas, a busca tem sido por sistemas que permitam a hidratação do gesso com redução no teor da água de suspensão (SOUZA, 2005). Lange e Schlotthauer (1980) utilizaram um agente redutor de água à base de sal, com alto teor de potássio, produto da condensação de naftaleno e ácido sulfônico. Schwartz e Dehyar (2002) fizeram uso de uma formulação dispersante contendo um copolímero ramificado acrílico/poliéster.

A técnica de conformação do gesso sob pressão ao permitir o uso de uma quantidade de água, próxima da estequiométrica (0,186) na reação de hidratação do gesso, promove a redução no teor da água de suspensão (CORREIA; SOUZA, 2009; KANNO, 2009; SOUZA, 2005). Possibilitando, assim, a melhoria das propriedades mecânicas e no comportamento frente à ação da água do gesso.

A conformação de gesso sob pressão vem sendo estudada, utilizando como matéria-prima o sulfato de cálcio hemi-hidratado (CAMPOS; CARVALHO; DIAS, 2023; CÔRTE REAL, 2009; SOUZA, 2005; ZHOU *et al.*, 2015), o sulfato de cálcio hemi-hidratado e o di-hidratado (KANNO, 2009; SOUZA; ROSSETTO; KANNO, 2007), o fosfogesso (CORREIA; SOUZA, 2009; SOUZA, 2005), o sulfato de cálcio hemi-hidratado de baixo desempenho mecânico (AVELAR, 2012), o sulfato de cálcio hemi-hidratado com a incorporação de produto da combustão de carvão) (ALVES JÚNIOR, 2015) e o sulfato de cálcio hemi-hidratado reciclado com resíduos de cerâmica vermelha e de porcelana (GERALDO *et al.*, 2018). No entanto, ainda

existem lacunas referente a influência dos parâmetros de conformação, pressão, massa e relação água/gesso e da presença de aditivos retardadores nas propriedades do gesso conformado sob pressão. Desta maneira, para a incorporação do conceito de materiais com gradação funcional, utilizando a técnica de prensagem, foi necessário um estudo exaustivo do efeito destes parâmetros e sua influência nas propriedades do gesso conformado sob pressão.

Os materiais com gradação funcional (MGF's) consistem em materiais avançados, projetados a partir da variação espacial na estrutura e/ou na composição, que permitem o desenvolvimento de propriedades sob medida (KAWASAKI; WATANABE, 1997). À semelhança dos materiais compósitos, nos MGF's suas propriedades são melhoradas, em relação a seus componentes isolados. No entanto, a ausência de interfaces nítidas ou descontinuidades abruptas tornam os MGF's vantajosos em relação aos materiais compósitos tradicionais (AUAD, 2019), encontrando aplicação em diversas áreas.

Na engenharia civil o conceito de material com gradação funcional (MGF) tem sido aplicado no aprimoramento de diversos materiais, tais como, compósitos cimentícios (SHEN *et al.*, 2008; LAI *et al.*, 2017; GENG *et al.*, 2022), concretos (HERRMANN; SOBEK, 2017; TOADER; SOBEK; NICKEL, 2017; LIU *et al.*, 2018; PIETRAS; SADOWSKI, 2019; TORELLI, FERNÁNDEZ; LEES, 2020; ABBAS *et al.*, 2023; MAK; LEES, 2023; XIAO *et al.*, 2023) e fibrocimentos (DIAS; SAVASTANO Jr.; JOHN, 2010; DIAS, 2011).

A gradação funcional da porosidade tem sido alvo das investigações de diversos estudos. Herrmann e Sobek (2017) utilizaram com a finalidade de melhorar o desempenho estrutural e térmico do concreto. Toader, Sobek e Nickel (2017) objetivaram alcançar concretos com elevada capacidade de absorção de carga e leveza. Pietras e Sadowski (2019) empregaram o conceito de gradação da porosidade para obter melhoria do desempenho estrutural e isolamento térmico de concreto aerado autoclavado (CCA). Geng *et al.* (2022) promoveram o estudo da gradação da porosidade com a finalidade de associar as propriedades de elevada resistência mecânica e leveza, também, em concretos.

Apesar dos avanços nos estudos da gradação funcional em materiais de construção civil, a revisão de literatura apontou uma lacuna referente ao conceito

de MGF aplicado ao gesso. Os estudos realizados apontaram o potencial da técnica de conformação sob pressão para a fabricação de gesso com gradação funcional (GGF) da porosidade com elevado desempenho mecânico e em relação à ação da água. Estes resultados contribuíram para novas perspectivas na produção de elementos pré-fabricados de gesso para fins estruturais e uso em áreas molhadas e molháveis. Possibilitando, assim, a ampliação do uso do gesso na indústria da construção civil.

## 1.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a viabilidade da aplicação do conceito de materiais com gradação funcional em gesso conformado sob pressão para o desenvolvimento de componentes de gesso de elevado desempenho mecânico e melhoria em relação à ação da água.

### 1.1.1 Objetivos específicos

Os objetivos específicos necessários para alcançar o objetivo geral foram:

- (i) Investigar os efeitos dos parâmetros de conformação sobre as propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão;
- (ii) Analisar os efeitos do aditivo retardador nas propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão;
- (iii) Determinar as condições ótimas dos parâmetros de conformação para a avaliação do comportamento mecânico e frente à ação da água do gesso conformado sob pressão;
- (iv) Empregar o conceito de materiais com gradação funcional da porosidade em gesso conformado sob pressão para a obtenção de elevado desempenho mecânico e em relação à ação da água.

## 1.2 ESTRUTURA DA TESE

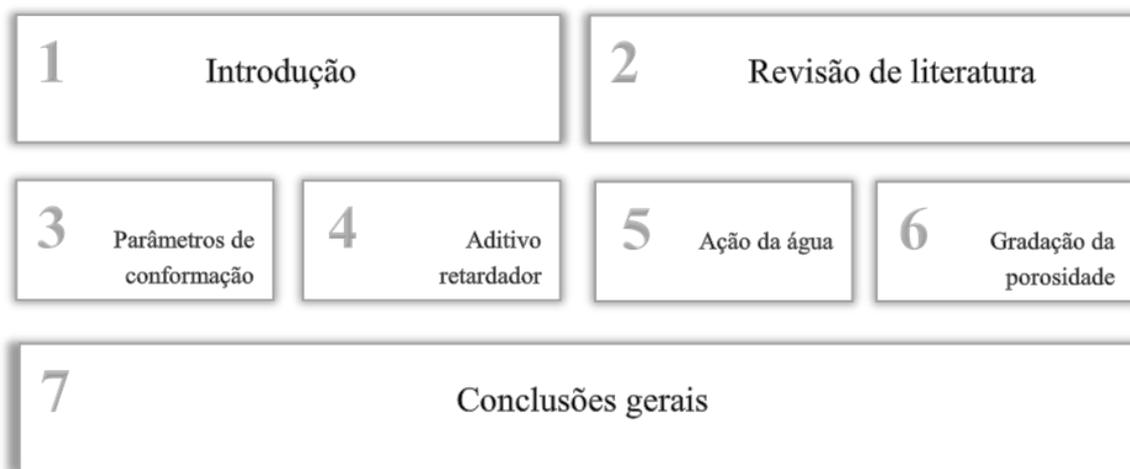
Esta tese está estruturada em sete capítulos, o esquema geral da organização da tese está apresentado na Figura 1.

O Capítulo 1, de caráter introdutório, apresenta uma contextualização da temática, os objetivos e a estrutura da tese. No Capítulo 2 é apresentado uma revisão de literatura sobre as características gerais do gesso de construção, do gesso conformado sob pressão e sobre o conceito de materiais com gradação funcional. Trata das diversas possibilidades de gradação aplicada aos materiais de construção civil, assim como, a ausência de estudos sobre a gradação funcional aplicada em gesso.

Os quatro capítulos seguintes referem-se a parte experimental deste trabalho e foram elaborados em formato de artigos científicos. Os Capítulos 3, 4 e 5 buscam compreender os parâmetros que controlam as propriedades físicas, mecânicas e em relação à ação da água do gesso conformado sob pressão e o Capítulo 6 analisa o emprego do conceito de materiais com gradação funcional aplicado ao gesso. O Capítulo 3 aborda sobre a influência dos parâmetros de conformação (pressão, massa e relação água/gesso) nas propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão. Neste capítulo foi desenvolvida uma matriz de compactação para a conformação sob pressão e uma metodologia que possibilitasse a obtenção de uma mistura homogênea entre o gesso e a água, com uma quantidade de água próxima da estequiométrica. O Capítulo 4 apresenta o estudo dos efeitos do aditivo retardador e dos parâmetros de conformação (pressão, massa e relação água/gesso) nas propriedades do gesso conformado sob pressão. Foi utilizado um aditivo retardador específico para gesso (citrato de sódio). Os estudos foram realizados em dois grupos, denominados sem retardador (SR) e com retardador (R). O Capítulo 5 trata do uso da metodologia de otimização múltipla para a determinação das condições ótimas e a avaliação do comportamento mecânico e frente à ação da água do gesso conformado sob pressão. O Capítulo 6 emprega o conceito de materiais com gradação funcional para o desenvolvimento de gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade, a fim de alcançar elevado desempenho mecânico e em relação à ação da água.

Finalmente, no Capítulo 7, as principais conclusões da tese são destacadas em relação aos avanços alcançados no estudo do gesso conformado sob pressão e na aplicação do conceito de materiais com gradação funcional aplicado ao gesso conformado sob pressão, para obtenção de elevado desempenho mecânico e em relação à ação da água.

Figura 1. Esquema geral da estrutura da tese.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 GESSO DE CONSTRUÇÃO

A gipsita constituída principalmente de sulfato de cálcio di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) é o mineral básico da matéria prima que origina o gesso e pode ser oriunda de fontes naturais ou residuais (JOHN; CINCOTTO, 2007). A gipsita natural provém de rochas sedimentares de alta solubilidade, os “evaporitos”, que tem composição mineralógica de cloretos e sulfatos de sódio, cálcio, magnésio e potássio (JOHN; CINCOTTO, 2007). A rocha gipsífera ou minério de gesso, como também é conhecida, tem como constituição principal o sulfato de cálcio di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), apresentando como contaminantes a anidrita, a argila, o quartzo, os carbonatos de cálcio, magnésio, os cloretos e outras formas de sulfatos (LUZ; LINS, 2005).

A gipsita possui estrutura cristalina prismática monoclinica, densidade igual a  $2,31 \text{ g/cm}^3$ , coloração de transparente à translúcido (MINERALOGY DATABASE, 2019) e dureza na escala Mohs entre 1,5 e 2,0 (KARNI; KARNI, 1995). Sua composição química apresenta 32,57% de CaO; 46,50% de  $\text{SO}_3$  e 20,93% de  $\text{H}_2\text{O}$  (MINERALOGY DATABASE, 2019). Conforme o aspecto visual, a gipsita pode ser denominada como acetinado, alabastro, selenita ou gesso fibroso (MINERALOGY DATABASE, 2019; KANNO, 2009), além da forma de rosetas chamado rosa do deserto (HABES; GHREFAT, 2011).

A gipsita residual, conhecida como gesso químico ou gesso sintético, é resultado dos processos industriais da fabricação do ácido fosfórico (fosfogesso), do ácido fluorídrico (fluorogesso), do ácido bórico (borogesso) e da dessulfurização dos gases de combustão (*flue gas desulfurisation* ou sulfogesso) (JOHN; CINCOTTO, 2007).

O sistema sulfato de cálcio e água ( $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) possui três fases cristalinas diferentes, devido a seu grau de hidratação, a gipsita (sulfato de cálcio di-hidratado -  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), a bassanita (sulfato de cálcio hemi-hidratado -  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ) e a anidrita (sulfato de cálcio anidro -  $\text{CaSO}_4$ ). Somente as fases gipsita e anidrita são estáveis, sendo a bassanita natural, raramente encontrada (OSSORIO *et al.*, 2014; HABES; GHREFAT, 2011). A fase anidra do sistema é dividida em anidrita I, anidrita

II e anidrita III obtidas a partir de diferentes temperaturas, descritas na Tabela 1 (SINGH; MIDDENDORF, 2007).

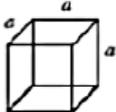
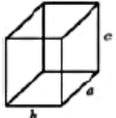
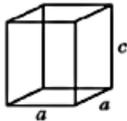
Tabela 1. Temperaturas de calcinação do  $\text{CaSO}_4$ .

Sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4$ )	Temperatura de calcinação ( $^{\circ}\text{C}$ )
Anidrita III	110 - 220
Anidrita II	> 300
Anidrita I	1180

Fonte: (SINGH; MIDDENDORF, 2007).

A anidrita I, II e III apresentam diferenças entre suas estruturas cristalográficas e a solubilidade. A anidrita I é considerada uma fase insolúvel com estrutura cristalina cúbica, enquanto a anidrita III é totalmente solúvel, apresentando estrutura hexagonal. A anidrita II é alvo de diversos estudos, sua solubilidade é relativamente mais baixa comparada à anidrita III e sua estrutura cristalina é ortorrômbica (PRIETO-TABOADA *et al.*, 2015; SCHAEFER, 2013; SEUFERT *et al.*, 2009). Na Tabela 2 é possível identificar as características das anidritas quanto à cristalinidade.

Tabela 2. Sistemas cristalinos das fases da anidrita.

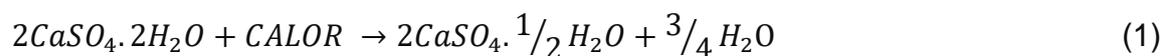
Designação		Estrutura Cristalina	
Anidrita I	Cúbica		$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Anidrita II	Ortorrômbica		$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Anidrita III	Hexagonal		$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^{\circ}$ $\gamma = 120^{\circ}$

Fonte: (CALISTER, 2012).

O gesso de construção civil é o hemi-hidrato de sulfato de cálcio  $\beta$  ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ) e consiste no aglomerante artificial mais antigo conhecido pela humanidade, utilizado nas construções mais remotas. Segundo investigações realizadas foi empregado nas construções das Pirâmides do Egito, há 4500 anos e em outros monumentos funerários (ASSO, 1977; RYAN, 1962; RIBEIRO, 2006).

Os aglomerantes podem ser classificados em quimicamente inertes, como o barro cru, ou quimicamente ativo, como a cal, o gesso e o cimento Portland. Na engenharia o maior interesse envolve estes últimos. Há indícios de que a origem dos aglomerantes quimicamente ativos tenha decorrido do uso do fogo. O calor proveniente da queima de lenha em um espaço com pedras gipsíferas ou calcárias, e com posterior umidade pode ter transformado parte dessas rochas em pasta aglomerante. Além disso, é provável que o endurecimento desse material nos interstícios pode ter originado à primeira alvenaria de pedra com aglomerante quimicamente ativo (PETRUCCI, 1993).

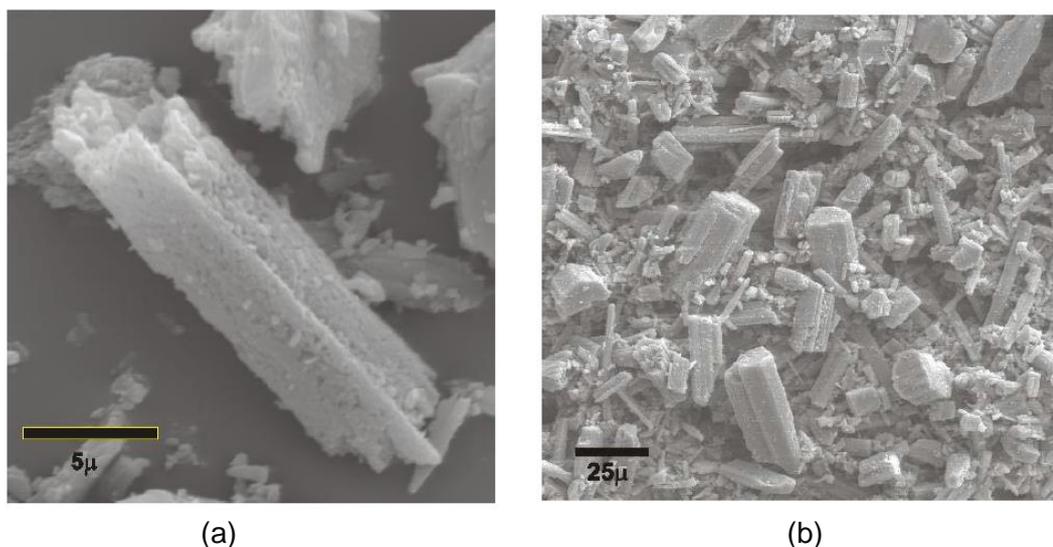
A temperatura para a calcinação do gesso cru ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) para produzir o gesso industrial, o sulfato de cálcio hemi-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ), é de  $150^\circ\text{C}$  (ABDEL; MAKSOUD, 1981). A calcinação consiste na desidratação da gipsita, em que  $\frac{3}{4}$  da água de hidratação do sulfato de cálcio di-hidratado é retirado para transformar-se em sulfato de cálcio hemi-hidratado, como mostra a equação (1) (KANNO, 2009).



Na construção civil o gesso é usado na forma hemi-hidratada em cimentos, para regular o tempo de pega, em revestimentos e na produção de forros e placas decorativas de gesso. Na agricultura é usado para neutralizar solos salinos e promover o crescimento de vegetais (HABES; GHREFAT, 2011). O hemi-hidrato de sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ), resultado da calcinação do di-hidratado de sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), é conhecido como “*Plaster of Paris*”, nos países de língua inglesa, e o di-hidratado como “*gypsum*”. No Brasil tanto o hemi-hidrato quanto o di-hidrato de sulfato de cálcio são conhecidos como gesso (KANNO,

2009). A calcinação da gipsita tem influência nas características físicas (formato, tamanho e estrutura) do cristal de hemi-hidrato (LUZ; LINS, 2005). A depender do tipo de calcinação, o hemi-hidrato pode ser dividido em hemi-hidrato  $\beta$  e hemi-hidrato  $\alpha$ , conforme mostra as micrografias apresentadas na Figura 2.

Figura 2. Cristais de gesso hemi-hidrato: a) hemi-hidrato  $\beta$  - Cristais pequenos (menores que  $10\mu\text{m}$ ) e b) hemi-hidrato  $\alpha$  - Cristais grandes (cerca de  $20\mu\text{m}$ ).



Fonte: (KANNO, 2009).

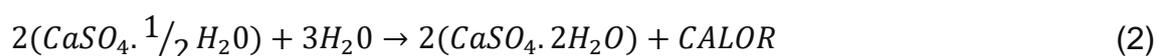
A calcinação sob pressão atmosférica, entre temperaturas de  $125^{\circ}\text{C}$  e  $160^{\circ}\text{C}$ , origina cristais pequenos de hemi-hidrato (menores que  $10\mu\text{m}$ ), malformados, porosos e heterogêneos, conhecidos como gesso  $\beta$  (LUZ; LINS, 2005). O gesso  $\beta$  (Figura 2a) pode apresentar diferentes características em função da temperatura de calcinação, referentes à sua utilização, podendo originar o gesso rápido/fundição ou o gesso lento/revestimento. Existem ainda, o gesso cerâmico que consiste em uma variedade mais nobre do gesso de fundição e o gesso *filler* que compreende a fração de finos que se recupera dos vapores que são lançados na atmosfera durante a calcinação (LYRA SOBRINHO *et al.*, 2001).

O gesso  $\beta$  dispõe de uma elevada área superficial específica graças à sua granulometria fina e cristais porosos exigem uma quantidade de água em excesso para a formação da suspensão aquosa. A elevada área superficial específica e o excesso de água utilizado na conformação fazem com que o gesso  $\beta$  dissolva

rapidamente, provocando o crescimento rápido e desordenado de um grande número de cristais de di-hidrato. Isto promove a baixa resistência mecânica do gesso  $\beta$  (KANNO, 2009).

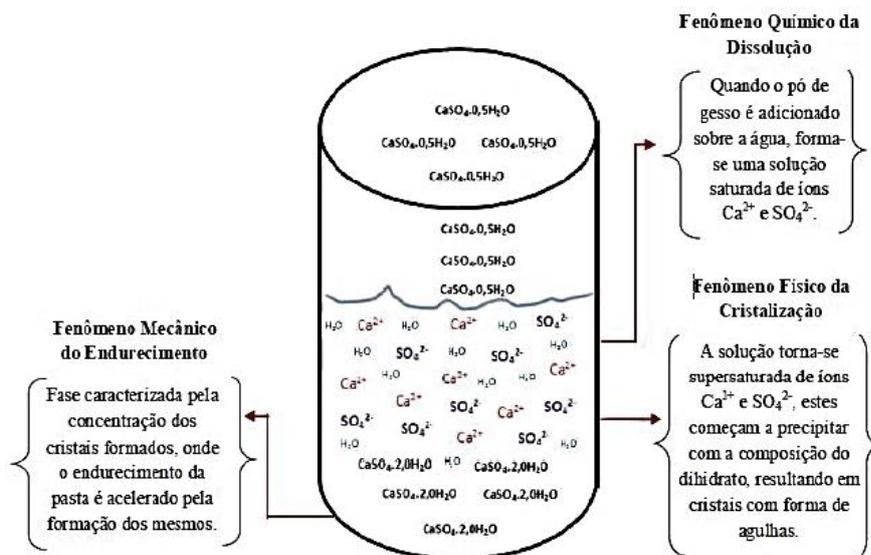
O gesso  $\alpha$  (Figura 2b) é originado a partir da calcinação sob pressão em autoclaves, e apresenta cristais maiores, bem definidos, homogêneos, sem poros e estrutura cristalina ligeiramente diferentes dos cristais de gesso  $\beta$  (LUZ; LINS, 2005; LYRA SOBRINHO *et al.*, 2001). Por apresentar menor área superficial específica, devido aos cristais grandes, bem formados e sem poros, o gesso hemi-hidrato  $\alpha$  necessita, por isso, de uma menor quantidade de água para formação da suspensão aquosa. A menor área específica do gesso  $\alpha$  induz um processo mais lento de dissolução dos cristais do hemi-hidrato e, por consequência, os cristais do di-hidratado crescem lentamente e de maneira ordenada, resultando num material de baixa porosidade e, por isso, com maior resistência mecânica (KANNO, 2009).

O hemi-hidratado  $\beta$  e a Anidrita III reagem com a água, na temperatura ambiente, formando o di-hidrato, que por sua vez origina o conhecido gesso comercial. Esta reação cria uma rede cristalina responsável pelas propriedades do material e como são reações exotérmicas, devem ser controladas para evitar a pega rápida (ABDEL; MAKSOUD, 1981). A equação (2) apresenta a reação responsável pela transformação do hemi-hidrato em di-hidrato (KANNO, 2009).



Os estudos de *Chatelier* e *Lavoisier* mostraram que a conformação do gesso ocorre pelo processo de “dissolução-precipitação” e não pela penetração da água na estrutura cristalina do hemi-hidrato transformando-o em di-hidrato, como era afirmado (KANNO, 2009; RIDGE; BERETKA, 1969). O processo envolve a dissolução de cristais de hemi-hidrato na água, seguido pela nucleação e crescimento dos cristais do di-hidrato. A “dissolução-precipitação” tem continuidade devido ao hemi-hidrato ter maior solubilidade em água em relação ao di-hidrato, tal fato permite que a solução de di-hidrato fique sempre supersaturada em relação ao hemi-hidrato (KANNO, 2009). O processo de hidratação do gesso, por dissolução – precipitação está apresentado na Figura 3.

Figura 3. Hidratação do gesso.



Fonte: (BARBOSA, 2012).

Os cristais do di-hidrato crescem em forma de agulhas entrelaçadas e por meio do entrelaçamento dos cristais, que precipitaram da solução saturada, inicia-se o endurecimento da pasta, que passa a ganhar resistência mecânica (HINCAPIÉ; CINCOTTO, 1997).

Os fenômenos denominados pega do gesso e ganho de resistência resultam da redução do volume de água líquida, e conseqüente, combinação com os anidros, formando o sulfato de cálcio hidratado, em volume superior ao dos sólidos originais. As partículas ao ficarem mais próximas se aglomeram aumentando a viscosidade aparente da pasta. A continuação do processo de hidratação conduz a formação de um sólido contínuo com redução da porosidade, e conseqüente aumento da resistência pelo aumento do grau de hidratação (GOMES, 2012).

Se o coeficiente de forma (*aspect ratio*) dos cristais de di-hidrato for muito elevado os cristais do di-hidrato são classificados como *Whiskers*. A presença de aditivos ou impurezas (íons ou moléculas) pode aumentar ou diminuir a velocidade de crescimento em determinados planos cristalográficos (ZHANG; NANCOLLAS, 1990). Além de aditivos e impurezas, a pressão e a temperatura, também, são responsáveis por esse crescimento. A forma final do cristal, agulhas ou placas, é determinada pela velocidade de crescimento dos cristais. A presença de íons potássio ( $\text{K}^+$ ) está relacionada com a formação de placas (KANNO, 2009).

O uso do gesso na construção civil como material aglomerante teve consolidação, principalmente, após descobertas de métodos para controlar o tempo de pega (endurecimento) do gesso. Na atualidade, a maior aplicação do gesso na construção civil está relacionada a revestimento de paredes, produção de molduras, fabricação de elementos para acabamento de interiores (sancas, molduras para teto, colunas, placas para revestimento de paredes e forros rebaixados para embutir caixas de som e *spots* de luz), painéis de acartonado (forros e paredes divisórias) etc (KANNO, 2009). Os tipos de pré-moldados principais de gesso são as placas, os blocos e os painéis de gesso acartonado, e bloquetes ou “tijolos” de gesso (LYRA SOBRINHO *et al.*, 2001).

A elevada quantidade de macroporos, a solubilidade em água e o tamanho dos cristais de di-hidrato originados da hidratação do hemi-hidrato são fatores contribuintes para a significativa sensibilidade à água do gesso  $\beta$  (ABERLE *et al.*, 2010). Essas características conferem ao gesso uma série de limitações, como alta permeabilidade, baixa resistência mecânica e baixa durabilidade sob à ação da água, o que torna o uso desse material limitado a ambientes internos (SOPHIA; SAKTHIESWARAN; GANESH BABU, 2016).

Diversos estudos têm sido realizados buscando melhorar o desempenho mecânico e em relação a água do hemi-hidrato  $\beta$  ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ) utilizado na construção civil. Embora muitos avanços tenham sido realizados até este momento através da incorporação de aditivos, adições, reforço com fibras naturais e artificiais em gesso, este ainda é um campo de estudo promissor, devido as lacunas existentes em relação às propriedades mecânicas e frente à ação da água.

Os autores têm utilizado resíduos de polipropileno para alcançar melhorias nas propriedades físicas mecânicas e de resistência à água (ROMERO-GÓMEZ *et al.*, 2022). Resíduos de policarbonato para estudo do comportamento mecânico e ambiental de compósitos de gesso (PEDREÑO-ROJAS *et al.*, 2019a). Resíduos de madeira para avaliação da influência do processo de envelhecimento nas propriedades mecânicas dos compósitos gesso/madeira (PEDREÑO-ROJAS *et al.*, 2019b). Fibras de polipropileno e pedra-pomes basáltica moída para análise dos efeitos de ciclos de molhagem e secagem do gesso (DURGUN, 2020). Adesivos à base de tecido conjuntivo animal para a avaliação da resistência a intempéries de

compósitos à base de sulfato de cálcio (ELERT; BENAVIDES-REYES; CARDELL, 2019). Compósitos de gesso reforçados com fibras naturais (*cannabis sativa* e bananeira) para avaliação do comportamento mecânico e térmico (MUTUK *et al.*, 2023). Adição de hidro-repelentes para avaliação da durabilidade por envelhecimento acelerado (RODRIGUES; SOUSA; OLIVIER, 2022). Incorporação de resíduos de vidro automotivo em gesso reciclado para melhoria da resistência à água e resistência mecânica (BUGGAKUPTA *et al.*, 2020). Adição de resíduos poliméricos (termofixos e termoplásticos) no gesso, com a finalidade de melhorar as propriedades de resistência à ação da água (VIDALES-BARRIGUETE *et al.*, 2020). Uso de betume liberado durante a termólise da turfa para alcançar características hidrofóbicas do aglomerante gesso (MISNIKOV, 2018) e a adição do cimento Portland de escória de alto forno ao hemi-hidrato  $\beta$  para a melhoria do desempenho mecânico e resistência à água (CAMARINI; DE MILITO, 2011).

## 2.2 GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO

Grandes têm sido os esforços dos pesquisadores para promover melhorias nas propriedades do gesso, a fim de torná-lo um material competitivo, no setor da construção civil. A redução da água de suspensão pela compactação de um pó de gesso umedecido com uma quantidade de água, próxima à estequiométrica, tem apresentado resultados promissores, principalmente, quanto ao aumento da resistência mecânica. No entanto, os estudos ainda são incipientes exigindo estudos mais aprofundados sobre a temática. O estudo bibliométrico, por meio de bases de dados e repositórios digitais de teses e dissertações das Universidades, apontou, até o presente momento, onze trabalhos relacionados à conformação de gesso, através da técnica de prensagem. Foram encontradas três patentes (SOUZA, 2005; SOUZA, 2006; SOUZA; ROSSETTO; KANNO, 2007), quatro *papers* (CORREIA; SOUZA, 2009; GERALDO *et al.*, 2018; KANNO *et al.*, 2008; ZHOU *et al.*, 2015), três dissertações (ALVES JÚNIOR, 2015; AVELAR, 2012; CÔRTE REAL, 2009) e uma tese (KANNO, 2009). A Tabela 3 mostra os trabalhos sobre gesso conformado sob pressão, encontrados até o presente momento, seus títulos e respectivos anos de publicação.

Tabela 3. Publicações sobre conformação de gesso sob pressão por molhamento mínimo.

AUTOR	ANO	TÍTULO
Souza	2005	Gesso e compósitos de alta resistência mecânica e baixa permeabilidade e seu processo de fabricação.
Souza	2006	Fosfogesso e suas misturas com gesso mineral: matéria prima para produção de peças de gesso e métodos de preparação.
Souza, Rossetto e Kanno	2007	<i>High resistance gypsum parts and preparation method to obtain these parts.</i>
Kanno <i>et al.</i>	2008	<i>High strength phosphogypsum and its use as a building material.</i>
Côrte Real	2009	Determinação de condições operacionais adequadas para produção de pré-moldado de gesso de alta resistência mecânica.
Correia e Souza	2009	<i>Mechanical strength and thermal conductivity of low-porosity gypsum plates.</i>
Kanno	2009	Propriedades mecânicas do gesso de alto desempenho.
Avelar	2012	Otimização da produção de pré-moldados de gesso de alta resistência a partir de gesso de baixo desempenho mecânico.
Alves Júnior	2015	Avaliação das propriedades mecânicas do gesso com incorporação dos produtos da combustão.
Zhou <i>et al.</i>	2015	<i>Preparation of specific gypsum with advanced hardness and bending strength by a novel in-situ loading-hydration process.</i>
Geraldo <i>et al.</i>	2018	<i>Pressured recycled gypsum plaster and wastes: Characteristics of eco-friendly building components.</i>

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Souza (2005) patenteou o desenvolvimento de um gesso de elevada resistência mecânica e baixa permeabilidade, produzido a partir do sulfato de cálcio hemi-hidratado ou do fosfogesso, umedecido com relação a/g igual a 0,20, seguido de compressão uniaxial ou isostática. O mesmo procedimento foi utilizado para a produção de compósitos de gesso com fibras vegetais, poliméricas e metálicas. A adição de retardador de pega (carboximetilcelulose) pode ser usada para controlar o tempo de cura.

Souza (2006) desenvolveu a patente sobre a produção de peças de gesso a partir do hemi-hidrato do fosfogesso e suas misturas com os hemi-hidratos de sulfato de cálcio  $\alpha$  e  $\beta$  de origem mineral. O fosfogesso utilizado foi o produzido nas plantas industriais de ácido fosfórico, sendo transformado em hemi-hidrato. O processo foi realizado a partir do molhamento mínimo composto por três etapas: umedecimento, compactação e secagem. A fração máxima de fosfogesso utilizado foi determinado a partir do seu nível de radioatividade e pelas propriedades mecânicas finais que se desejou alcançar.

Souza, Rossetto e Kanno (2007) desenvolveram uma patente para a produção de gesso a partir do hemi-hidrato e do di-hidrato de alta resistência obtida com o auxílio de camadas de água com espessura manométrica. As peças foram obtidas a partir destes materiais puros ou misturados para uso, principalmente, em obras. As peças foram produzidas por compressão de seus pós levemente umidificados.

Kanno *et al.* (2008) utilizando o método umidificação, compactação e secagem (UCOS) construíram uma casa experimental em que as paredes e tetos foram confeccionadas em gesso e fosfogesso. Devido aos elementos radioativos do fosfogesso a aplicação de um índice de concentração de atividade foi utilizada. A utilização de um subproduto, o fosfogesso, de baixo custo e abundante, para a produção de componentes da construção civil contribuem para a redução do impacto ambiental e a preservação dos recursos naturais de gesso.

Côrte Real (2009) estudou as condições operacionais de pressão e de relação água/gesso para a produção de peças pré-moldadas prensadas. Os melhores resultados para resistência à compressão e resistência à tração obtidos para o gesso prensados foram obtidos para as condições operacionais de carga, equivalente à 44,80 MPa, e para a relação água/gesso próxima de 0,35. Foi adicionada pequena fração de retardador de pega para aumentar o início da cura e, por consequência, fazer com que a compactação ocorresse antes da hidratação do gesso.

Correia e Souza (2009) investigaram a resistência mecânica e a condutividade térmica de placas de gesso comuns e placas de gesso com celulose (fibrilas de nanocelulose). As amostras foram produzidas pelo método de compactação de

gesso umedecido, com baixa relação água/gesso. Os resultados apontaram que as placas foram produzidas para serem consideradas um material estrutural para uso em paredes internas e externas. Além disso, concluiu-se que a associação de fibras de celulose pode tornar o material leve e com baixa condutividade térmica. Contribuindo, assim, para o conforto térmico das futuras construções.

Kanno (2009) utilizou o método denominado Umedecimento, Compactação e Secagem (UCOS), que compreende o umedecimento, seguido da homogeneização e compactação do pó de gesso úmido. O umedecimento foi realizado através do uso de quantidade de água próxima da estequiométrica. O método originou um material com baixa porosidade e de elevada resistência à compressão e à tração na flexão, respectivamente, de 90 MPa e 30 MPa. Desenvolveu o método do empacotamento direto do di-hidrato (EDD) que consiste na compactação do di-hidrato umedecido com quantidade de água suficiente para a lubrificação e sob compressão dez vezes maior. Neste caso, não é observada a reação de hidratação, sendo a microestrutura final diretamente dependente das características do pó inicial. O autor utilizou-se de solução aquosa de Poli-vinil álcool e fibras poliméricas de Polipropileno para melhorar a resistência do gesso compactado à propagação de trincas, por ser um material de ruptura frágil.

Avelar (2012) investigou as condições otimizadas para a obtenção de gesso de alta resistência mecânica, a partir de gesso (hemi-hidrato) de baixo desempenho mecânico, pelo método de prensagem do pó de gesso umedecido com relação água/gesso próxima à estequiométrica. Os fatores analisados foram a carga uniaxial de prensagem e a relação água/gesso. A análise e identificação das condições operacionais otimizadas tiveram como variáveis resposta, a resistência à compressão, a resistência à tração da flexão, a dureza *Shore* e a absorção de água. O novo material pré-moldado alcançou valores superiores a 98 MPa de resistência à compressão e 32 MPa de resistência à tração na flexão. O hemi-hidrato foi classificado como de baixo desempenho mecânico com resistência à compressão de 4,5 MPa e de resistência à tração na flexão de 1,5 MPa, valores abaixo dos recomendados pela NBR 12.129 (ABNT, 2017) e pela NBR 12.128 (ABNT, 2019).

Alves Júnior (2015) analisou peças de gesso conformadas pelo método de Umedecimento, Compactação e Secagem (UCOS), com a incorporação de produto da combustão de carvão. Foram utilizados os ensaios de resistência à compressão, dureza e flexão três pontos. O autor concluiu que a incorporação de produto da combustão do carvão na mistura, em substituição ao gesso, afetou negativamente as propriedades mecânicas, no entanto, em geral, atenderam as exigências da NBR 12.129 (ABNT, 2017), com exceção de um dos níveis avaliados. O teor de 20% com relação a/g igual 0,2 atendeu a norma, e permitiu o reaproveitamento dos resíduos por meio do uso da técnica de prensagem, apresentando melhores resistências mecânicas, quando comparadas aos produtos usuais.

Zhou *et al.* (2015) propõe e demonstra uma abordagem que denominou processo hidratação-carregamento *in-situ*, que consiste na obtenção de um bloco compactado, com espessuras de 5 mm e 10 mm, a partir da compactação do hemi-hidrato com pressões de carga de 1, 10, 20, 30, 40, 50 ou 60 MPa. A água foi adicionada gota a gota, em uma taxa de 10 gotas/minuto, ao longo do espaço entre o cabeçote da prensa e o molde. A pressão foi mantida sob o material compactado por 3 horas. Neste período, houve a transformação do hemi-hidrato em di-hidrato, após o descarregamento da pressão, o bloco foi seco naturalmente por 7 dias, sendo obtido o bloco de gesso com alta compactação. Os resultados apontaram 20 MPa como sendo a pressão de carga ideal para originar um gesso de 17,5 MPa para a resistência à tração na flexão e 0,98 GPa para a dureza.

Geraldo *et al.* (2018) investigaram o comportamento de componentes de gesso comercial e de gesso reciclado, produzidos a partir da técnica de prensagem uniaxial. Foi utilizado uma relação água/gesso igual a 0,22 e pressão de conformação equivalente a 3 MPa. A quantidade de água definida foi incorporada por meio do uso de uma esponja saturada dentro do molde. Foi alcançado um valor de 9,5 MPa; 8,25 MPa e 9,31 MPa para a resistência à tração na flexão, e de 26,1 MPa, 33,9 MPa e 29,98 MPa para a resistência à compressão, considerando, respectivamente, as idades de 7, 28 e 56 dias. Os resultados de resistência à compressão ( $\geq 8,4$  MPa) foram superiores ao mínimo determinado pela NBR 12.129 (ABNT, 2019). Os resultados indicaram uso para aplicação em paredes de revestimento interno, divisórias, placas para teto e outros componentes pré-

fabricados de gesso. A Tabela 4 mostra as condições operacionais e parâmetros para conformação de gesso sob pressão utilizados pelos estudos analisados.

Tabela 4. Condições operacionais e parâmetros para conformação de gesso sob pressão.

AUTOR	Pressão (MPa)	a/g	Adições	Aditivo
Souza (2005)	Entre 4 e 6	0,20	Fibras vegetais, poliméricas e metálicas.	Retardador (Carboximetil celulose)
Souza (2006); Souza, Rossetto e Kanno (2007)	10	0,20	-	-
Côrte Real (2009)	38,08; 40,00; 44,80; 49,60 e 51,52	0,21; 0,25; 0,35; 0,45; 0,49	-	Retardador (Ácido tartárico).
Correia e Souza (2009)	0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0 e 10	0,20	Celulose (1%, 10%, 20% e 30%).	-
Kanno (2009)	UCOS: 10; EDD: 50 a 200	0,21; 0,25 e 0,35	Solução aquosa de PVAL e Fibras de Polipropileno (PP) e Poli - vinil álcool (PVAL).	Retardador (Ácido cítrico).
Avelar (2012)	6,5; 7,5; 10; 12,5 e 13,5	0,13; 0,15; 0,20; 0,25; 0,27	-	-
Alves Júnior (2015)	10	0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50	Produto da combustão do carvão.	-
Zhou <i>et al.</i> (2005)	1, 10, 20, 30, 40, 50 ou 60	Taxa de 10 gotas/min	-	-
Geraldo <i>et al.</i> (2018)	3	0,22	Resíduo de cerâmica vermelha e resíduo de porcelana.	-

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Os estudos sobre o gesso prensado apontaram para uma falta consenso em relação ao método para a obtenção de uma homogênea, a partir de uma baixa relação água/gesso ( $a/g \cong 0,186$ ). Outra lacuna identificada no estudo do gesso prensado é a ausência de um estudo aprofundado sobre a determinação e análise dos parâmetros de conformação sob pressão e sua influência nas propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão.

Além disso, os estudos mostraram apenas indícios na melhoria do comportamento em relação à ação da água sem apresentar, no entanto, uma análise minuciosamente aprofundada sobre a temática. Para as pressões de prensagem, apresentadas na Tabela 4, foi adotado o equivalente em (MPa) para os casos em que os autores apresentaram a força aplicada em (kN), conforme as dimensões dos corpos de prova conformados sob pressão em cada estudo.

### **2.2.1 Conformação por prensagem**

A prensagem de pós é um processo considerado “análogo cerâmico” à metalurgia do pó (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021; FONSECA *et al.*, 2016) e objetiva a fabricação de cerâmicas não porosas.

Independente do produto fabricado, o processamento cerâmico de forma simplificada, compreende quatro etapas: a preparação da massa, a prensagem, a secagem e a sinterização (BORGES, 2014). A produção da cerâmica, comumente, envolve a etapa de queima ou sinterização, que compreende no aquecimento, sem fusão da peça, para a obtenção do aumento da densificação da mesma e, conseqüentemente, uma otimização da etapa de compactação (FONSECA *et al.*, 2016).

A prensagem consiste em um método de conformação de elevada produtividade, facilidade de controle e monitoramento. Além disso, viabiliza a produção de peças com tamanhos e formas variadas sem contração por secagem e com baixa tolerância dimensional, sendo por isso, muito utilizada na indústria de materiais cerâmicos (AMORÓS ALBERO, 2000a). A prensagem é caracterizada por três fases básicas: o preenchimento do molde ou matriz, a compactação do pó e a extração da peça (SANTOS, 2012).

O processo de prensagem resulta em peças de boa qualidade, por causa da ausência de bolhas e da mínima quantidade de água utilizada. Apesar das vantagens citadas, associadas à simplicidade das operações, a possibilidade de produção em larga escala e a redução do tempo de secagem. O processo de prensagem apresenta algumas desvantagens, tais como, a exigência de capital inicial elevado, a renovação constante das matrizes e a limitação da geometria das peças (BAUER, 2019).

A maximização do grau de compactação e a minimização dos índices de vazios podem ser obtidas pela utilização de partículas com diferentes dimensões misturadas em teores apropriados. Durante o processo de compactação não há a ocorrência de deformação plástica das partículas de cerâmica, como pode ocorrer com os pós metálicos. Uma das funções do elemento aglutinante é permitir a lubrificação das partículas pulverizadas à medida que elas se movem umas contra as outras, durante o processo de compactação (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021).

A prensagem cerâmica de pós pode ser classificada em três modalidades: a prensagem uniaxial, a prensagem isostática (ou hidrostática) (ALBERO, 2000a; CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021) e a prensagem à quente (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021). A técnica utilizada neste trabalho para a conformação sob pressão de peças de gesso foi a prensagem uniaxial.

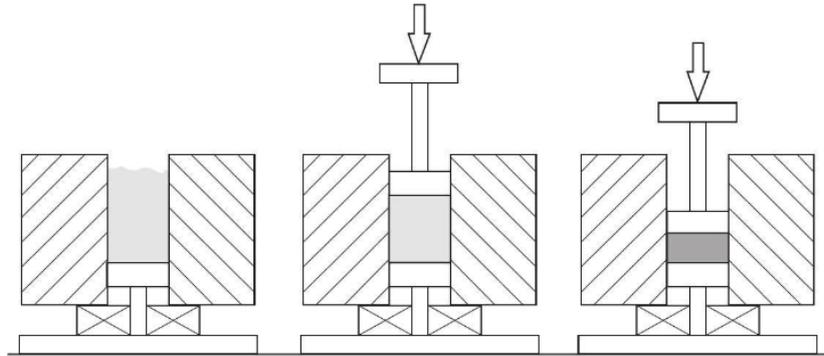
Na prensagem uniaxial, a compactação do pó ocorre em um molde metálico, mediante a aplicação da pressão em uma única direção (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021). Este método pode ser utilizado para conformação de peças com relativa simplicidade de formas (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021), que não apresentem relevo superficial na direção de prensagem (AMORÓS ALBERO, 2000a). O material é depositado na cavidade do molde e pressionado por um êmbolo ou macho superior no sentido uniaxial, e a extração é realizada pelo êmbolo inferior (REED, 1969), como apresentado na Figura 4.

Quando a carga é aplicada em apenas uma direção, somente em um dos êmbolos, a prensagem uniaxial é classificada como de efeito simples. Caso a carga seja aplicada em ambos os êmbolos do molde, em sentidos opostos, é considerada como de efeito duplo (SETZ; SILVA, 2019), conforme mostra a Figura 5.

A prensagem uniaxial de efeito simples pode ser utilizada na obtenção de peças pequenas e com geometria simples. Para a obtenção de peças espessas, com geometrias complexas e compactação uniforme é empregada a prensagem uniaxial de efeito duplo. Nestes casos são necessários moldes complexos e com múltiplos punções (AMORÓS ALBERO, 2000a). Em virtude disto, a prensagem uniaxial de efeito simples tende a apresentar maiores taxas de produção e baixos

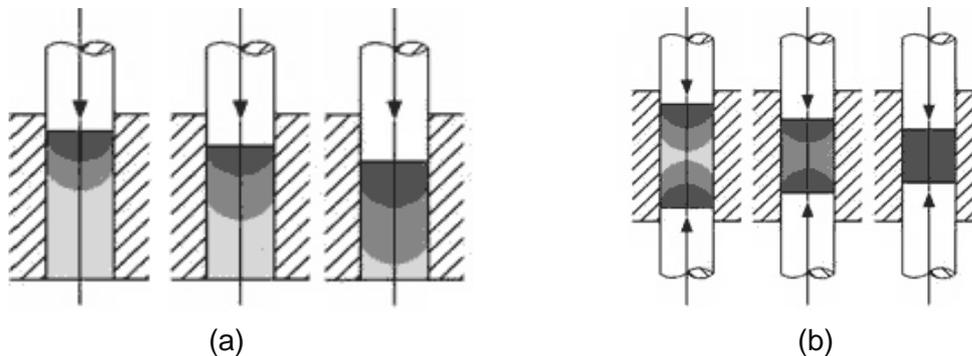
custos, em comparação com a prensagem uniaxial de efeito duplo (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021).

Figura 4. Processo de prensagem uniaxial.



Fonte: (SETZ; SILVA, 2019).

Figura 5. Esquema de prensagem uniaxial: (a) efeito simples e (b) efeito duplo.



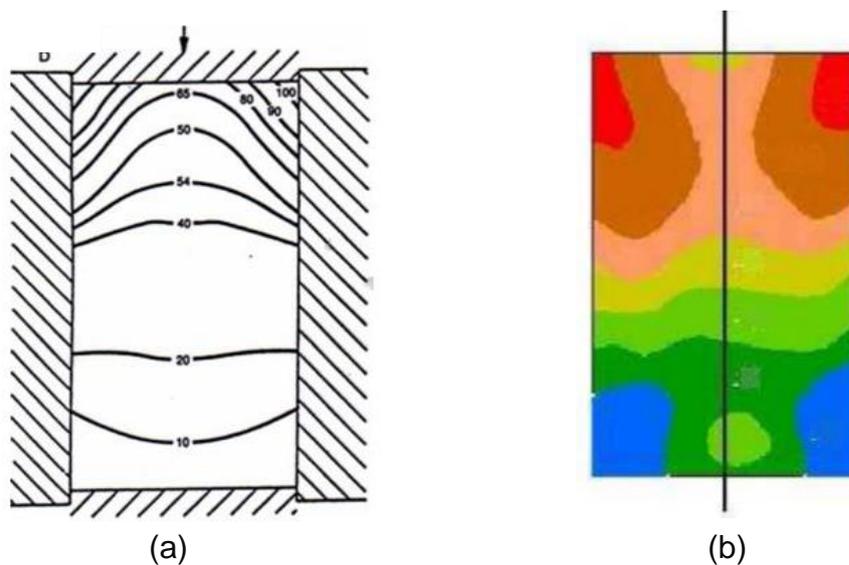
Fonte: Adaptado de (BVKI, 2023)

A técnica de prensagem possibilita a produção de uma ampla gama de tipos de peças cerâmicas, desde telhas, placas, materiais refratários, abrasivos, ferramentas de corte, até componentes eletro cerâmicos, magnéticos e dielétricos (SETZ; SILVA, 2019).

O método de prensagem uniaxial promove a fricção entre as partículas e entre estas e as paredes do molde, o que faz com que a pressão aplicada, não seja uniforme, provocando uma distribuição heterogênea da pressão de compactação nas regiões da peça. Em consequência, é observado o aparecimento de gradientes

de densidade nas peças conformadas (AMORÓS ALBERO, 2000a; PEDROTI, 2011), como mostra a Figura 6a.

Figura 6. Variação da prensagem nas regiões do molde: (a) Gradientes de densidade através de secção longitudinal e (b) Gradientes de densidade através de secção longitudinal, obtidos por análise de ultrassom.



Fonte: Adaptado de (AMORÓS ALBERO, 2000a; PEDROTI, 2011)

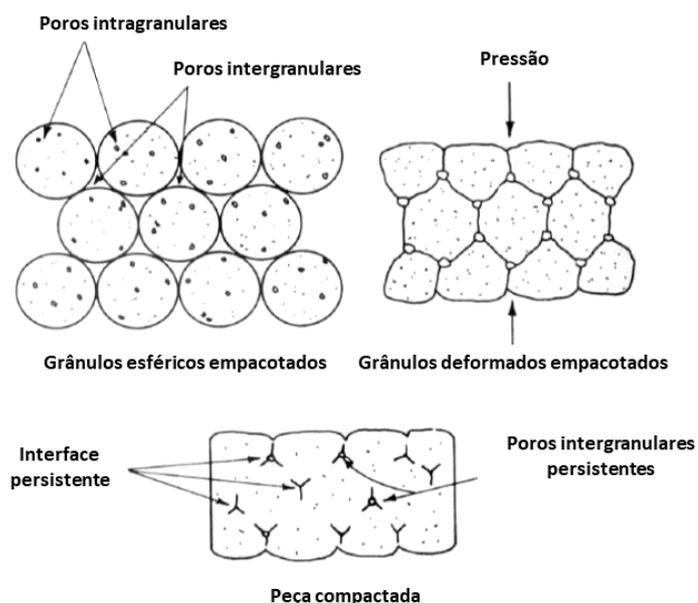
O diagrama apresentado Figura 6b, obtido por análise de ultrassom, representa o gradiente de densidade, ao longo da secção longitudinal e um corpo de prova compactado, após prensagem de 69 MPa. As cores representam a densidade da peça compactada em relação a densidade teórica. A cor azul simboliza a densidade mínima, equivalente a 50% da densidade teórica, e a cor vermelha representa a densidade máxima, equivalente a 56%, em relação a densidade teórica.

### 2.2.2 Estágios de prensagem

A prensagem não deve ser tratada de maneira isolada, pois, as características da peça final dependem das características microestruturais das matérias-primas, e das etapas anteriores à prensagem. Para tanto, a seleção, a dosagem das matérias-primas e as condições de operação envolvidas em todas as etapas do

processo de fabricação devem ser consideradas integralmente (AMORÓS ALBERO, 2000a). Na Figura 7 é possível observar o efeito da pressão durante a compactação na forma dos grânulos e no tamanho dos poros.

Figura 7. Deformação e empacotamento dos grânulos.



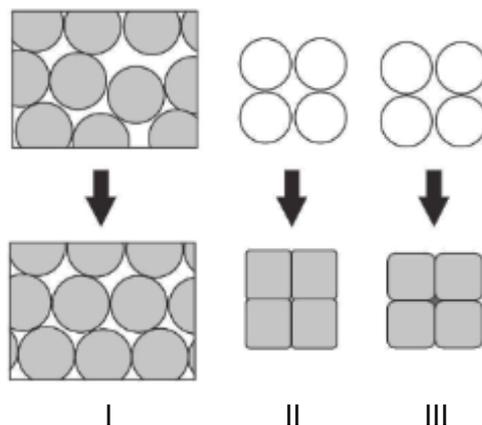
Fonte: (Adaptado de REED, 1998).

Os espaços ou poros entre os grânulos são denominados de espaços ou poros intergranulares, enquanto que os poros internos aos grânulos correspondem à porosidade intragranular (AMORÓS ALBERO, 2000a; SETZ; SILVA, 2019).

Os fenômenos referentes à diminuição do volume dos poros e dos tamanhos dos grãos de um material granular, sob pressão de prensagem, ocorrem mediante três mecanismos. O mecanismo I, rearranjo dos grânulos, compreende a redução de volume dos poros intergranulares pela reordenação e deslocamento dos grânulos. O mecanismo II relaciona-se com a redução do volume e tamanho dos espaços intergranulares por meio de deformação plástica e/ou destruição dos grânulos, a depender de suas características mecânicas, tais como, dureza, deformabilidade e resistência mecânica. No mecanismo III observa-se a diminuição de volume e tamanho dos poros intragranulares por meio de deslizamento e reordenação de partículas, com o fim de alcançar um empacotamento com maior

densidade (AMORÓS ALBARO, 2000b, SETZ; SILVA, 2019). A Figura 8 apresenta os mecanismos de compactação.

Figura 8. Mecanismos de compactação.



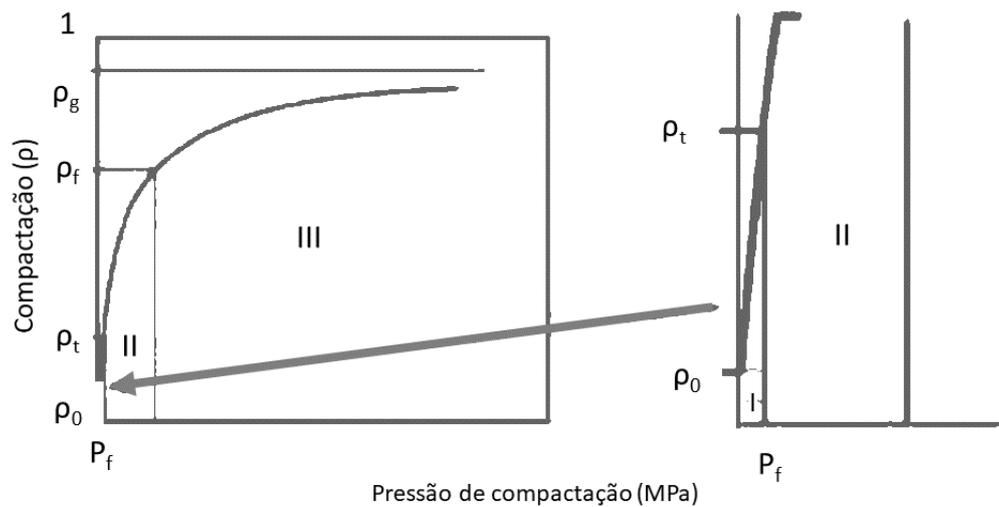
Fonte: (SETZ; SILVA, 2019).

Na tecnologia da cerâmica clássica, a análise da microestrutura e da densidade dos corpos de prova, durante a compactação, divide o processo de prensagem em três estágios (KATSNEL'SON; KERBEL, 2014). Estes estágios diferem entre si pela estabilidade do conjunto estrutural durante a compactação, e pela possibilidade de rearranjo de configuração ou desagregação em função de valores críticos relacionados à força de compactação (KATSNEL'SON; KERBEL, 2014). Considerando os mecanismos descritos, os estágios de compactação de um material granular estão relacionados com os intervalos de pressão característicos, e as mudanças estruturais da peça compactada, relativas ao aumento de pressão de prensagem ao longo da compactação (AMORÓS ALBARO, 2000b). A Figura 9 mostra os estágios de compactação.

O estágio I compreende o início da compactação do material até o valor em que os grânulos atingem o grau de empacotamento, sem a destruição ou deformação dos grânulos (AMORÓS ALBARO, 2000b). O final desse estágio coincide com a pressão aparente de fluência,  $P_f$ . A compactação nesse estágio pode ser considerada a compactação máxima que se pode obter por reordenação dos grânulos através da vibração do material (densidade de compactação -  $\rho_t$ ).

Identifica-se neste estágio, que o mecanismo de compactação predominante é o deslizamento e reordenação dos grânulos (AMORÓS ALBARO, 2000b). A área de contato entre os grânulos individuais é diretamente proporcional ao aumento da força externa e atinge o máximo antes da fratura dos grânulos, permanecendo não fraturados (Figura 9) durante todo este estágio (KATSNEL'SON; KERBEL, 2014).

Figura 9. Estágios de compactação.

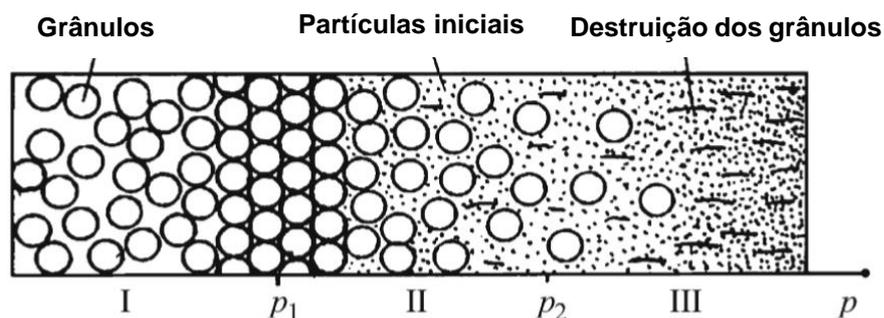


Fonte: (Adaptado de AMORÓS ALBARO, 2000b).

O valor de pressão aparente de fluência,  $P_f$ , caracteriza o início do estágio II que se estende até o momento que a compactação do corpo coincide com a do grânulo,  $\rho_g$ . A maior parte da compactação ocorre nesse estágio, através das características descritas no mecanismo II, ou seja, compactação por deformação e/ou destruição dos grânulos. O aumento da pressão propicia o aumento da área de contato entre os grânulos, conseqüentemente, a peça torna-se mais homogênea, embora, haja a identificação de alguns grânulos. Neste estágio é identificada a redução de volume e tamanho dos poros intergranulares e a distribuição de tamanho dos poros é identificada como bimodal. A redução da porosidade, nesse estágio, está relacionada com a porosidade intergranular, uma vez que a porosidade intragranular permanece praticamente inalterada (AMORÓS ALBARO, 2000b).

O início do estágio III começa quando o grau de compactação do corpo coincide com o grau de compactação do grânulo e, em teoria, não há porosidade intergranular. Neste estágio, o aumento da compactação do corpo relaciona-se com a diminuição da porosidade intragranular, por meio de deslizamento e reordenação das partículas, conforme o mecanismo III. O aumento da pressão proporciona a diminuição do volume e tamanho dos poros, o que faz com que as interfaces entre os grânulos se tornem imperceptíveis, e a microestrutura da peça, mais homogênea. A densificação neste estágio é baixa, principalmente sob altas pressões (30 a 40 MPa) como também quando as partículas são duras e frágeis, como a maioria dos materiais cerâmicos. A Figura 10 mostra os mecanismos e os estágios de compactação.

Figura 10. Mecanismos de compactação e os estágios de compactação.



Fonte: (Adaptado de KATSNEL'SON; KERBEL, 2014).

Considerando pressões elevadas, um aumento da pressão de prensagem pode, eventualmente, provocar a fratura de agregados porosos e/ou a destruição de aglomerados de partículas que tenham resistido a pressões menores, o que permite um aumento moderado da compactação do corpo. Neste estágio, a maior parte da carga aplicada é convertida em energia elástica, ou seja, ocorre a compressão elástica do material. A energia elástica armazenada é liberada com a retirada da carga (AMORÓS ALBARO, 2000b).

Com frequência verificam-se estes mecanismos atuando, simultaneamente, uma vez que os intervalos de pressão em que ocorrem não estão claramente definidos. O fluxo e a ordenação dos grânulos podem ser constatados paralelamente à deformação plástica e à destruição dos mesmos, ou seja,

suposições referentes aos mecanismos I e II. Da mesma maneira, é comum que o início do processo de redução da porosidade intragranular no mecanismo III, seja identificado antes da eliminação completa da porosidade intergranular, observada no mecanismo II (AMORÓS ALBARO, 2000b).

### 2.3 MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL

Materiais com Gradação Funcional (MGF's) ou *Functionally Graded Materials* (FGM's) são uma classe de materiais cujas propriedades variam ao longo do volume para se obter um desempenho desejado (MIYAMOTO *et al.*, 1999; DIAS, 2011; UDUPA; SHRIKANTHA RAO; GANGADHARAN, 2014). A variação espacial de um ou mais materiais permite ao MGF possuir propriedades de vários materiais diferentes, simultaneamente (ZHANG *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2018).

Os materiais com gradação funcional (MGF's) não apresentam uniformidade de propriedades, ao longo de sua estrutura, podendo ser projetados com variação nas propriedades químicas, mecânicas, magnéticas, térmicas e elétricas (DUMONT *et al.*, 2001; SAIYATHIBRAHIM; MOHAMED; DHANAPAL, 2015; NEMAT-ALLA *et al.*, 2011 e JIN *et al.*, 2009). Os MGF's podem, ainda, ser classificados conforme sua funcionalidade, ou seja, variação da composição química, da porosidade e da microestrutura (UDUPA; SHRIKANTHA RAO; GANGADHARAN, 2014; MAHAMOOD; AKINLABI, 2017).

Segundo Niino, Hirai, Watanabe (1987), a aplicação do conceito de gradação funcional para aplicação em engenharia, teve início na década de 80. Nesse período pesquisadores japoneses se dedicavam a resolver problemas relacionados ao desenvolvimento de um material compósito que tivesse a capacidade de suportar elevada diferença de temperatura, em um projeto de ônibus espacial. A aplicação exigia um material que fosse capaz de suportar uma temperatura da ordem de aproximadamente 2000 K (~1700°C), de tal forma, que a temperatura não ultrapassasse a outra face do material. O avião precisaria de um material que suportasse a exposição a um gradiente de temperatura por volta de 1000 K, entre o exterior e o interior.

No entanto, os materiais compósitos tradicionais não atendiam as especificações requeridas, uma vez que, apresentavam falhas na interface das

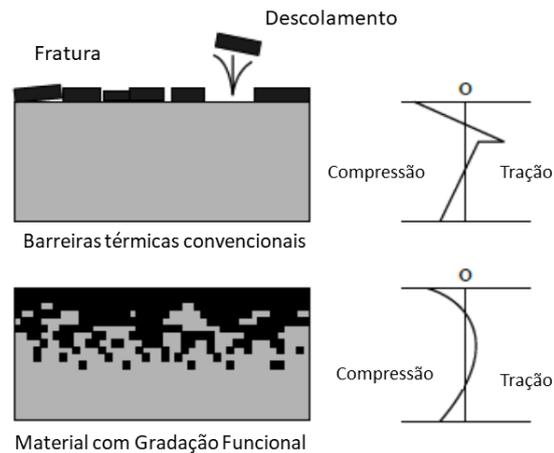
camadas, rompendo por delaminação, por ser uma região de descontinuidade e, por consequência, propícia à concentração de tensões. A diferença nas propriedades de expansão dos materiais do laminado provocava a delaminação após o compósito ser submetido a cargas térmicas. Os pesquisadores identificaram que a eliminação da interface nítida do compósito e sua transformação em uma interface gradual, resolveria o problema. Desta forma, na interface os materiais foram introduzidos gradualmente, variando o teor ao longo da secção, dando origem a uma interface gradual. Assim sendo, o compósito desenvolvido com gradação funcional foi capaz de atender as especificações requeridas para suportar o gradiente de temperatura (MAHAMOOD; AKINLABI, 2017).

O MGF apresenta propriedades que pode superar as deficiências dos materiais convencionais e dos compósitos tradicionais. Podem ser utilizados como camada de interface para ligar dois materiais incompatíveis proporcionando um aumento, expressivo, de resistência da união. Além disso, são usados para reduzir a tensão residual e térmica, podendo contribuir com a redução da força motriz das fissuras (UDUPA; SHRIKANTHA RAO; GANGADHARAN, 2014).

Da mesma forma que os compósitos laminados, os MGF's apresentam propriedades melhoradas em comparação às suas fases (reforço e matriz) analisadas isoladamente. Contudo, quando submetido à concentração de tensões, tensões residuais e fraturas, os MGF's possuem a vantagem de não serem constituídos por descontinuidades ou variações abruptas em suas interfaces, comum em materiais compósitos tradicionais (AUAD, 2019).

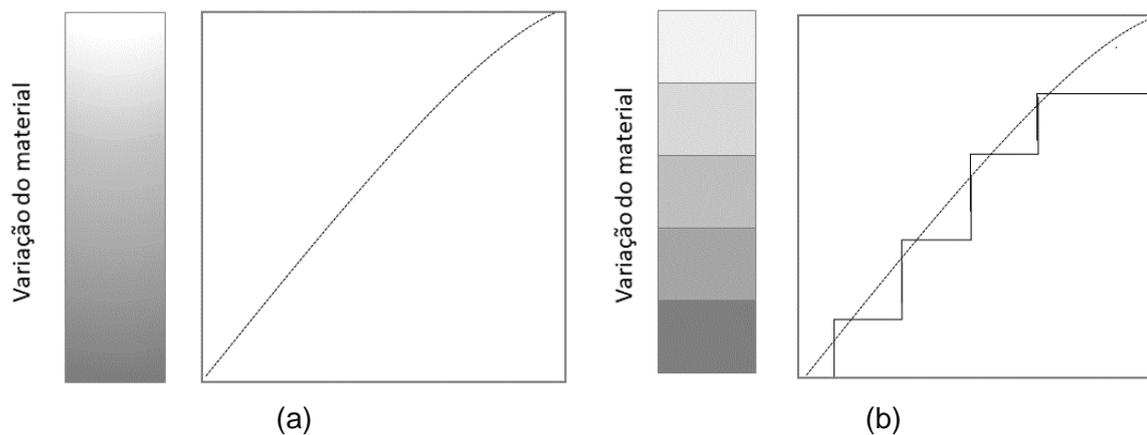
A Figura 11 mostra a resposta dos materiais compósitos tradicionais e dos MGF's quanto ao carregamento térmico na região de interface. Na Figura 12 é apresentada a microestrutura típica dos MGF's e pode ser classificada, em gradação contínua (Figura 12a) e em gradação gradual, por camada (Figura 12b).

Figura 11. Proteção térmica em materiais convencionais e em MGF.



Fonte: Adaptado de (AUAD, 2019; GUPTA; TALHA, 2015)

Figura 12. Diagrama esquemático do conceito de gradação: (a) Gradação contínua e (b) Gradação gradual.



Fonte: Adaptado de (AUAD, 2019, GUPTA; TALHA, 2015)

No caso da distribuição contínua dos constituintes, a mudança na composição e na microestrutura ocorre continuamente, ao longo da seção do material. Por outro lado, na distribuição gradual, por camada dos constituintes, as características da microestrutura muda de forma escalonada, dando origem a uma estrutura multicamadas, com interface existente entre camadas discretas (DUMONT *et al.*, 2001; SAIYATHIBRAHIM, MOHAMED; DHANAPAL, 2015; NEMAT-ALLA *et al.*, 2011 e JIN *et al.*, 2009; UDUPA; SHRIKANTHA RAO; GANGADHARAN, 2014).

Apesar de ser um material inovador e das vantagens que apresentam na produção de produtos e componente com gradação funcional com elevado

desempenho, para Yuki *et al.* (1990), os custos de preparação destes materiais ainda são altos.

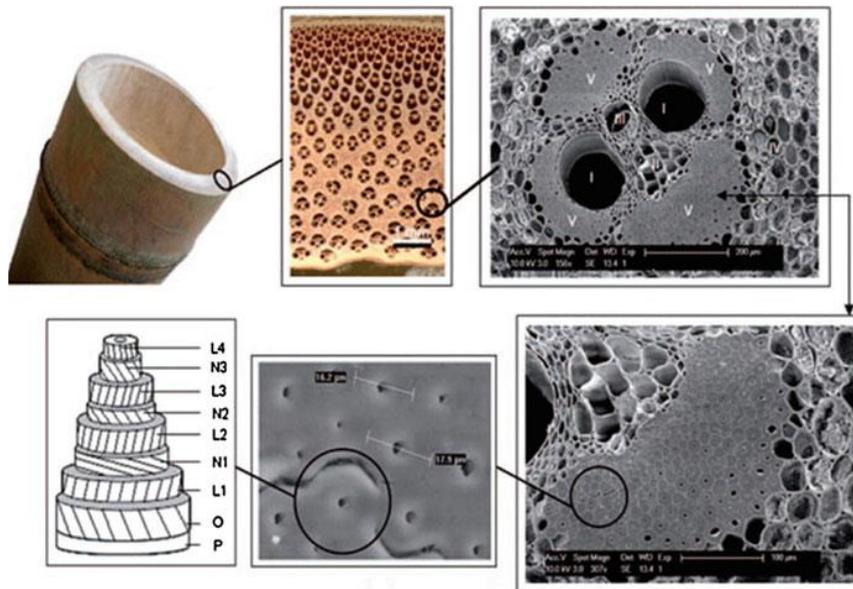
Sendo assim, os MGF's podem ser considerados como um material que quando sujeito a uma determinada ação (força, radiação térmica, ataques por agentes químicos, físicos e biológicos) apresentam no mínimo uma propriedade variando em uma ou mais direção (x, y ou z) de forma a atender a especificação exigida pelo material projetado. Desta forma, para que o conceito de gradação funcional seja aplicado a um determinado material, este deve atender a duas características básicas, a distribuição não homogênea de uma ou mais propriedades e o atendimento de uma função específica (DIAS, 2011).

### **2.3.1 Materiais com gradação funcional na natureza**

A natureza tem sido a inspiração para a solução de diversos problemas de engenharia. A maioria dos biomateriais são compósitos, e alguns apresentam gradação funcional. Vários materiais naturais, produzidos pela natureza, são baseados no conceito de gradação funcional e têm a finalidade de atender a uma determinada função no ambiente natural a que foi designado (MAHAMOOD; AKINLABI, 2017). Os dentes humanos, os ossos de animais e o bambu são exemplos de MGF's naturais (WANG; WANG, 2012). A Figura 13 mostra o bambu, um exemplo de material natural com gradação funcional e que possui gradação contínua de propriedades. O bambu é caracterizado por microestruturas que variam espacialmente e são produzidas por distribuições não uniformes de seus constituintes. A variação gradual propicia uma redução na concentração de tensão, e um aumento de resistência à adesão. O módulo de elasticidade efetivo varia continuamente na direção radial devido à distribuição gradual dos feixes vasculares de celulose (AHANKARI; KAR, 2017).

A natureza oferece diversos exemplos de MGF's, tais como, as células graduadas (esponjosas), dentro dos ossos, e as transições funcionais na estrutura celular das plantas ou da pele humana (HERRMANN; SOBEK, 2019).

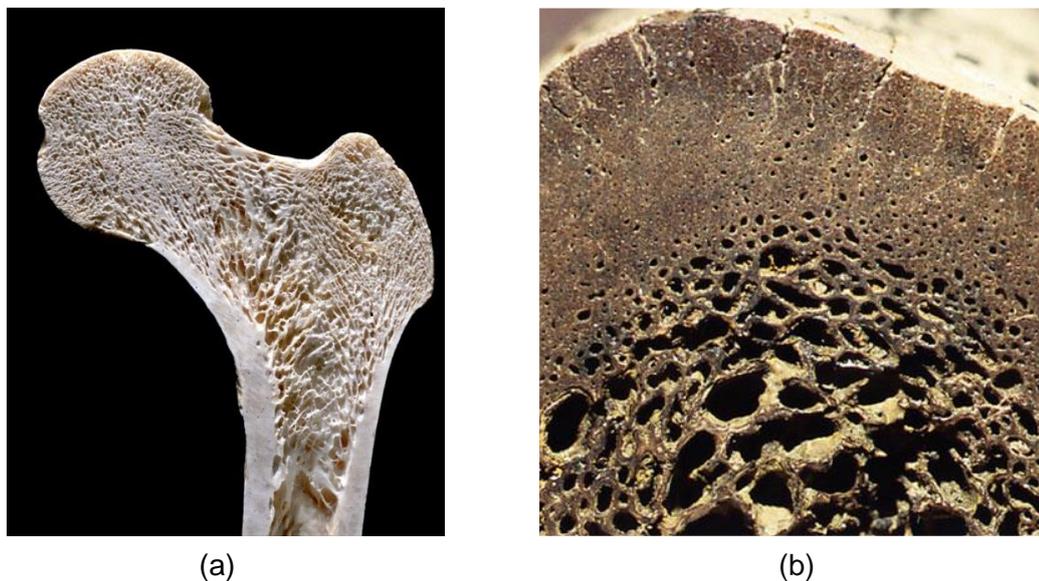
Figura 13. Microestrutura da fibra de bambu com gradação funcional.



Fonte: (ABDUL KHALIL *et al.*, 2012).

A Figura 14 apresenta uma secção típica de um osso humano e animal.

Figura 14. MGF natural: (a) Secção de um osso de colo do fêmur; (b) Gradação da porosidade na secção transversal de um osso animal.



(a)

(b)

Fonte: (HERRMANN; SOBEK, 2019; WANG; WANG, 2012).

É possível observar da superfície interna para a externa a redução da fração volumétrica e do tamanho dos poros (WANG; WANG, 2012). Sua constituição é composta por uma camada denominada superficial externa caracterizada por ser um material rígido, frágil e resistente ao desgaste, enquanto que, a parte interna é feita de um material macio e flexível que ajuda a absorver o choque e a prolongar a vida útil da parte externa rígida. A transição da parte externa para a interna é composta por camadas intermediárias de material com gradação funcional (MGF), em que a composição muda, gradualmente, de uma camada à outra (MAHAMOOD; AKINLABI, 2017).

A pele humana possui um sistema estrutural de multicamadas que compreende a epiderme, derme e hipoderme apresentando, cada uma destas camadas, propriedades e funções diferentes. As transições das articulações humanas são feitas por tecidos com gradação funcional, tais como, tendão/osso e cartilagem/osso os quais contêm ligamentos que conectam os tecidos e o disco intervertebral humano (MAHAMOOD; AKINLABI, 2017).

Outros materiais com gradação funcional podem ser encontrados na natureza, tais como, conchas de moluscos, que formam ligamentos de estrutura graduada; exoesqueletos de artrópodes, que possuem nano compósitos à base de quitina e fibras mineralizadas com organização hierárquica e presas da aranha e dentes de *narwhal* (presa de baleia), que consistem em uma junção graduada entre dentina e *cementum*. Os dentes humanos, também, são exemplos de MGF (MAHAMOOD; AKINLABI, 2017).

### **2.3.2 Materiais com gradação funcional artificiais**

O conceito de MGF vem sendo aplicado em diversas áreas do conhecimento científico. No ramo da medicina, Bahreinizad *et al.* (2018) utilizou para o desenvolvimento de *stent* bioabsorvíveis. Na ciência dos materiais Ganczarski e Szubartowski (2020) investigaram problemas de estruturas espessas em material com gradação funcional (MGF) submetidas às cargas termodinâmicas. Na física e astronomia Song *et al.* (2020) analisaram a vibração livre não linear de vigas laminadas compostas reforçadas com nano partículas de grafeno com fissuras na borda repousando sob uma base elástica de dois parâmetros em ambientes

térmicos. Na área da química, Qi *et al.* (2019) identificaram a estabilidade térmica de argirodite ( $\text{Ag}_9\text{GaSe}_6$ ) e sua potencialidade como material termoelétrico com gradação funcional. Na área de engenharia, Moita *et al.* (2020) apresentaram uma formulação para a análise de flambagem linear e a análise geométrica não linear de compósitos laminados e placas de MGF's sob cargas mecânicas uniaxiais e cargas térmicas.

A aplicação do conceito de materiais com gradação funcional vem se tornando alvo das investigações, também, na engenharia civil, para o desenvolvimento de materiais de construção com melhores desempenhos. O MGF tem sido utilizado nos estudos envolvendo compósitos cimentícios (GENG *et al.*, 2022; LAI *et al.*, 2017; SHEN *et al.*, 2008;), fibrocimentos (DIAS, 2011; DIAS; SAVASTANO JÚNIOR; JOHN, 2010) e concretos (ABBAS *et al.*, 2023; HERRMANN; SOBEK, 2017; LIU *et al.*, 2018; PIETRAS; SADOWSKI, 2017; PIETRAS; SADOWSKI, 2019; TOADER; SOBEK; NICKEL, 2017; TORELLI; GIMÉNEZ FERNÁNDEZ; LEES, 2020; XIAO *et al.*, 2023).

Maalej, Ahmed e Paramasivam (2003) analisaram a resposta estrutural e a durabilidade à corrosão de vigas de concreto com gradação funcional. A análise experimental envolveu uma camada de compósito cimentício, reforçado com fibras dúcteis, ao longo da seção longitudinal principal. Os autores concluíram que as vigas de concreto com gradação funcional apresentaram maior resistência à corrosão, em comparação com a vigas de concreto convencional. Apresentaram, também, melhor desempenho referente à presença de fissuras induzidas pela corrosão, e baixa tendência de delaminação, na região de cobrimento das armaduras do concreto armado.

Naghbdehi, Naghipour e Rabiee (2015) avaliaram o desempenho de vigas de concreto com gradação funcional (CGF) expostas à carga cíclica, com o uso de fibras de aço e de polipropileno. Os resultados apontaram que o uso do método de gradação funcional para reforçar a seção transversal da viga de concreto aumentou a energia dissipada devido à carga cíclica aplicada, quando comparada à seção transversal totalmente reforçada, sem gradação. Os autores concluíram que o CGF pode aumentar a capacidade dos elementos estruturais, em aplicações sísmicas.

Zhang *et al.* (2017) introduziram o conceito de materiais com gradação funcional (MGF) na análise de revestimento de parede espessa para melhorar seu desempenho, em relação a capacidade de suporte da carga elástica. Para isto, os autores desenvolveram um revestimento com variação do módulo de Young, ao longo das camadas. Os autores identificaram que a capacidade de suporte de carga elástica do revestimento com gradação funcional de duas camadas foi maior do que o revestimento tradicional de camada única.

Liu *et al.* (2018) avaliaram um método de controle da qualidade sustentável, quantidade de CO<sub>2</sub> incorporados, o desempenho mecânico, e custos de concretos com gradação funcional (CGF's), com incorporação de fibras e agregados reciclados. Os resultados mostraram que o CGF apresentou um desempenho de resistência à flexão pós fissura inferior ao concreto convencional. Mostrou-se, também, com alto potencial em termos de projeto estrutural, baseado nas especificações do *Model Code 2010*. Considerando os custos e a incorporação de CO<sub>2</sub>, o CGF apresentou boa perspectiva para ser usado como material estrutural em elementos de concreto sustentável.

Shen *et al.* (2008) utilizaram o conceito de gradação funcional para o desenvolvimento de um compósito cimentício com distribuição de fibras de diferentes teores, ao longo de quatro camadas. Os autores usaram uma fração volumétrica de 0% de fibra de na zona de compressão e de 2% de fibra na zona de tração para suportar maiores esforços de flexão. Os autores não identificaram delaminação entre as camadas, após a fratura das amostras. Quando comparados aos compósitos com reforço de fibra, com mesma fração volumétrica, os compósitos com gradação funcional reforçados com fibras exibiram um aumento cerca de 50% de resistência.

Dias, Savastano Júnior e John (2010) definiram o conceito de gradação funcional em fibrocimentos por meio do uso de projetos estatísticos de mistura para definição das formulações adequadas, na produção de componentes de fibrocimento em máquinas *Hatschek*. O estudo foi realizado por meio de investigações experimentais através da variação do teor de fibras de PVA, no desenvolvimento de fibrocimentos com gradação funcional. Os resultados apontaram que a variação no teor de fibra de PVA em fibrocimento com gradação

funcional permitiram uma redução do volume total de fibras, sem uma redução significativa, no módulo de ruptura do compósito. Os autores apontaram a gradação funcional em fibrocimentos como um novo conceito na tecnologia de fibrocimentos, com perspectivas promissoras para a redução de custos e melhoria no desempenho mecânico destes materiais. Concluíram que a variação no teor de fibras, ao longo de uma seção, é uma maneira efetiva de produzir fibrocimento com gradação funcional, que permitam uma redução do volume total de fibras, sem uma redução significativa do módulo de ruptura do compósito. Entretanto, o desempenho mecânico de fibrocimentos graduados pode ser sensível à direção da carga aplicada, bem como apresentar maior tendência à deformação durante secagem homogênea.

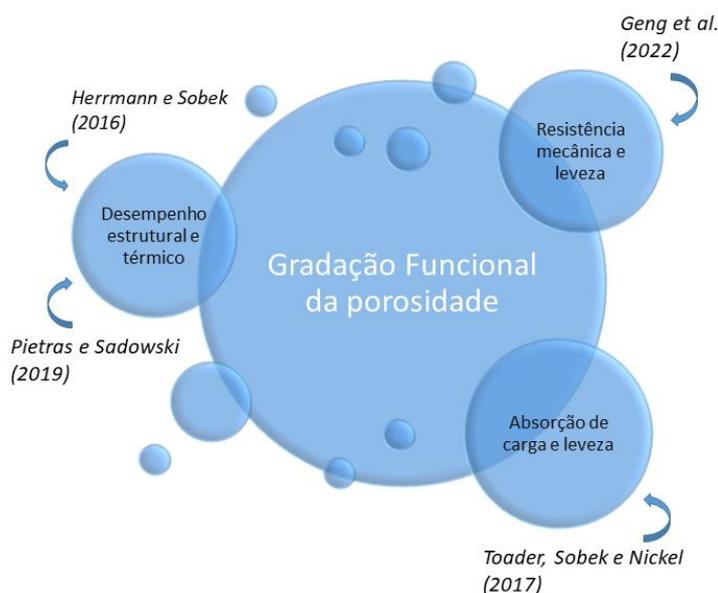
Lai *et al.* (2017) desenvolveram compósitos cimentícios com gradação funcional através da variação na distribuição de fibras de alta resistência e de agregados de ultra alto desempenho. Os resultados permitiram a obtenção de uma camada de anti-penetração e uma camada de resistência à fissura. Observou-se, ainda, que a profundidade de penetração, área das fissuras e danos foram diminuídos pelos efeitos sinérgicos entre as fibras de alta resistência e os agregados graúdos. As fissuras e fragmentação do concreto foram evitadas pela ação combinada das camadas de resistência à penetração e de resistência à fissura.

Elevados comportamentos mecânicos são obtidos a partir de uma menor porosidade, enquanto, que elevado desempenho térmico e acústico e leveza são alcançados por uma maior porosidade (PIETRAS; SADOWSKI, 2019; GENG *et al.*, 2022). Os estudos apontaram a eficiência dos MGF's em unir propriedades concorrentes sem apresentar falhas por concentração de tensões, ao eliminar as interfaces nítidas, presentes nos compósitos tradicionais.

Herrmann e Sobek (2017), Geng *et al.* (2022), Pietras e Sadowski (2019) e Toader, Sobek e Nickel (2017) mostraram ser possível alcançar elevado desempenho estrutural, térmico, resistência mecânica, capacidade de absorção de carga e redução de peso, a partir da gradação da porosidade em compósitos cimentícios e concreto, como mostra a Figura 15.

Herrmann e Sobek (2017) utilizaram métodos numéricos para desenvolver *layout* de gradação funcional em concreto para modelo digital e possibilitar o alinhamento da composição interna, com requisitos desejáveis de desempenho estrutural e térmico. A gradação foi realizada pela alteração contínua da porosidade, resistência ou rigidez, em até três dimensões espaciais. Foram realizados ensaios experimentais, que permitiram uma avaliação do comportamento estrutural destes elementos. Os autores concluíram que as simulações permitiram refletir o comportamento estrutural dos componentes de concreto com gradação funcional, considerando o material não linear. Os resultados mostraram uma redução de peso de até 62%, ao otimizar uma placa de piso plana de 5m de extensão, em comparação com um componente estrutural sólido sob carregamento equidistante.

Figura 15. Gradação funcional da porosidade aplicada aos materiais de construção civil.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Geng *et al.* (2022) estudaram compósitos a base de cimento com gradação da porosidade e distribuição de fibras com a finalidade de obter um material leve e de elevada resistência mecânica. O compósito de cimento com gradação funcional foi obtido a partir da deposição de cimento com diferentes densidades e teores de fibras nas posições projetadas. Em comparação com os materiais homogêneos os compósitos com gradação alcançaram resistência à flexão 75% a 92% superior e

2,2 vezes mais resistentes ao impacto. As simulações de elementos finitos revelaram uma redistribuição racional da tensão no interior dos compósitos graduados, que segue a distribuição de resistência dos materiais constituintes. Os resultados contribuíram para desempenhos mecânicos superiores.

Pietras e Sadowski (2019) desenvolveram um modelo numérico para descrever o comportamento mecânico do concreto aerado autoclavado (CAA) e do concreto aerado autoclavado com gradação funcional (CAAGF) com diferentes porosidades, para a melhoria do desempenho térmico. Este modelo numérico considerou os processos de danos e fraturas para aumentar precisão contribuindo para a otimização das curvas de gradação. Além disso os resultados experimentais foram obtidos entre as amostras de CAAGF. Concluiu-se que o comportamento mecânico do CAAGF foi modelado corretamente e o modelo proposto foi eficiente para a previsão das respostas mecânicas do CAA e do CAAGF. Tornando o CAAGF um material promissor para ser utilizado na engenharia civil para dimensionamento de elementos estruturais com isolamento térmico.

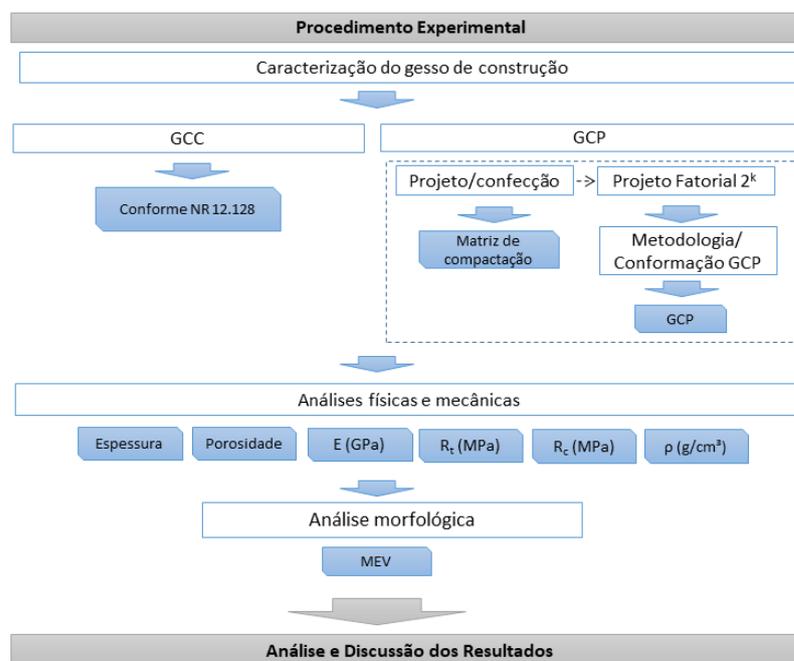
Toader, Sobek e Nickel (2017) desenvolveram componentes de concreto com gradação funcional (CGF) com alta absorção de energia, bioinspirados na estrutura dos ouriços do mar. Os ouriços do mar combinam propriedades desejáveis, tais como, fratura dúctil e gradual, e baixa densidade a partir de uma variação de porosidade entre 10% e 70%, ao longo de sua estrutura. O CGF foi desenvolvido em camadas, a partir de duas misturas com características diferentes, tais como, densidade, porosidade, resistência à compressão e módulo de elasticidade. Esta variação de porosidade ao longo da estrutura foi inspirada na estrutura interna dos ouriços do mar (*heterocentrotus mamillatus*). Os autores concluíram que as amostras de concreto com alteração da porosidade, ao longo da estrutura, podem contribuir para melhorar, significativamente, a capacidade dos componentes de concreto em absorver energia, quando submetido à força de compressão. Os autores afirmam que a combinação de propriedades em concretos com gradação funcional abre novas possibilidades para projetar e construir edifícios capazes de suportar cargas extremas. Os estudos mostraram que é possível atender a um desempenho desejado frente às propriedades de isolamento térmico, capacidade

de absorção e peso próprio, apenas alterando a microestrutura do material, através da variação gradual da porosidade ao longo de uma ou mais direção.

### 3 GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO: OS EFEITOS DOS PARÂMETROS DE CONFORMAÇÃO SOBRE AS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS

Este capítulo compreende um estudo preliminar sobre as peculiaridades do uso da técnica de conformação sob pressão na produção de peças de gesso. O estudo é feito pela primeira vez utilizando a massa conformada, como forma de controlar a espessura das peças de gesso prensadas. Estudos anteriores consideraram apenas, a pressão e a relação água/gesso. O programa experimental deste capítulo foi dividido em: (i) Caracterização do gesso; (ii) Confeção dos corpos de prova de gesso por conformação convencional (GCC); (iii) Desenvolvimento da matriz de compactação; (iv) Planejamento experimental (projeto fatorial  $2^k$ ); (v) Determinação de uma metodologia de mistura; (vi) Confeção dos corpos de prova de gesso sob pressão (GCP) e (vii) Avaliação das propriedades físicas, mecânicas e morfológicas das amostras. A Figura 16 apresenta o programa experimental deste capítulo.

Figura 16. Procedimento Experimental.



GCC = Gesso conformado  $R_c$  pelo método convencional; GCP = Gesso conformado sob pressão;  $t$  = espessura;  $\eta$  = porosidade;  $E$  = módulo de elasticidade dinâmico;  $R_t$  = resistência à tração na flexão;  $R_c$  = resistência à compressão e  $\rho_{ap}$  = densidade aparente.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Este capítulo é baseado no seguinte manuscrito publicado na Revista Matéria (Rio de Janeiro): CAMPOS, Vanessa Rodrigues; CARVALHO, Ricardo Fernandes; DIAS, Cleber Marcos Ribeiro. **Gesso conformado sob pressão: os efeitos dos parâmetros de conformação sobre as propriedades físicas e mecânicas.** v. 28, N.01. 2022. <https://doi.org/10.1590/1517-7076-RMAT-2022-0267>

### 3.1 INTRODUÇÃO

O baixo custo, a alta disponibilidade, a leveza, o bom isolamento térmico e acústico, a resistência ao fogo e o baixo consumo de energia na sua produção tornam o gesso de construção, um dos materiais mais utilizados na construção civil. No entanto, seu comportamento frágil e baixa resistência mecânica limitam seu uso neste setor (MARTIAS; JOLIFF; FAVOTTO, 2014). Estas características mecânicas conferem uma aplicabilidade limitada a peças não estruturais e em situações que não exijam segurança, resistência e confiabilidade (PORTO *et al.*, 2016).

O comportamento mecânico depende da natureza do gesso utilizado (gesso  $\alpha$  e  $\beta$ ), do processo de fabricação, da consistência (relação água/gesso) e da presença de aditivos. O uso de aditivos tende a elevar o custo do produto final, podendo dificultar a reciclagem após o uso, sem melhoria significativa na resistência (XIUCHUN; CUIYU; BAIPING, 1986). O endurecimento do gesso resulta de reações de hidratação, em que o sulfato de cálcio hemi-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ) combina com a água para formar o sulfato de cálcio di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) resultando em uma suspensão fluida e trabalhável. O teor de água teórico (estequiométrico) necessário para que ocorra a reação completa de hidratação do hemi-hidrato é de 18,6% de sua massa (FERREIRA, 2017; SOUZA, 2005). No entanto, o gesso conformado pelo método convencional (GCC) exige uma quantidade de água em excesso para alcançar uma pasta com a fluidez necessária à aplicação. Parte desta água é consumida na reação de hidratação e a outra, em excesso, é evaporada originando uma estrutura porosa e de baixa resistência (HERNÁNDEZ-OLIVARES *et al.*, 1999; KARNI; KARNI, 1995; SOUZA, 2005). A busca por um processo capaz de incorporar baixos teores de água na formação do di-hidrato para a conformação de componentes de gesso foi objeto de estudos e das patentes desenvolvidas por Souza, Rossetto e Kanno (2007) e Souza (2005). Estes autores utilizaram a técnica de prensagem uniaxial ou isostática para

a compactação de uma massa de gesso umedecida com um volume de água de 20% da massa do hemi-hidrato, quantidade abaixo da mínima necessária para produzir uma suspensão, e próxima do teor de água estequiométrico necessário à formação do di-hidrato. Este pequeno excesso de água teve como finalidade facilitar a aproximação entre os grãos de gesso, agindo como lubrificante, durante a prensagem. Assim, a água passou a agir como um lubrificante de fácil disponibilidade e baixo custo. No entanto, deve ser considerado um teor máximo de água, de forma a preferencialmente, não causar exsudação durante a prensagem (SOUZA, 2005). O método originou um gesso de elevada resistência mecânica e baixa permeabilidade (SOUZA, 2005; SOUZA; ROSSETTO; KANNO, 2007).

Pesquisas têm sido desenvolvidas com o objetivo de melhorar o desempenho mecânico por meio da prensagem do pó de gesso umedecido, com uma quantidade de água próxima da mínima necessária à reação de hidratação. A técnica de moldagem sob pressão tem sido uma alternativa promissora para a redução da porosidade e aumento da resistência mecânica de peças pré-moldadas de gesso. Kanno *et al.* (2008) desenvolveram placas de gesso de elevada resistência à tração na flexão (22 MPa) e à compressão (65 MPa), a partir da umidificação, por aspersão do gesso  $\beta$  (gesso comercial), com relação água/ gesso (0,20), seguida por compressão uniaxial, reação de hidratação e secagem, utilizando o método patenteado por Souza (2005). Correia e Souza (2009) obtiveram placas de gesso por prensagem, com dimensões (7,0 x 3,0 x 1,3) cm<sup>3</sup>, a partir da metodologia de Souza (2005) que podem alcançar resistência à flexão e à compressão de 30 MPa e 100 MPa, respectivamente. Os autores estudaram a variação da pressão de compactação entre 0,5 e 10 MPa, com a relação água/gesso de 0,20. Geraldo *et al.* (2018) estudaram componentes para a construção civil produzidos por meio da prensagem uniaxial do gesso comercial e do gesso reciclado, com incorporação de resíduos de cerâmica vermelha e de porcelana, com relação água/gesso igual a 0,22 e pressão de conformação equivalente a 3 MPa. A água foi introduzida no pó de gesso através de uma esponja saturada dentro do molde. Os resultados obtidos para o gesso comercial prensado, sem incorporação de adições, nas idades de 7, 28 e 56 dias para a resistência à tração na flexão, foram 9,5 MPa; 8,25 MPa e 9,31 MPa, respectivamente, e para a

resistência à compressão foram 26,1 MPa, 33,9 MPa e 29,98 MPa, respectivamente.

A prensagem de pós é comumente empregada na produção de materiais cerâmicos, incluindo cerâmicas magnéticas e dielétricas, ferramentas de corte, pisos, entre outros. Para a maioria dos materiais cerâmicos a prensagem dos pós é acompanhada pela etapa de cozimento à altas temperaturas para redução de poros e ganho de resistência (REED, 1998). A pressão aplicada promove a redução no volume e tamanho dos poros, em materiais cerâmicos granulares (AMORÓS ALBARO, 2000b; AMORÓS ALBERO, 2000a). O mesmo princípio pode ser aplicado para a prensagem de misturas cerâmicas à base de gesso, no entanto, a mistura à base de gesso deve ser considerada como uma suspensão reativa altamente concentrada. Portanto, a eficiência da prensagem do gesso tem relação com a pressão aplicada e o momento da aplicação da pressão em relação ao tempo de pega.

A pega e o endurecimento do gesso são diretamente influenciados por aditivos (SINGH; MIDDENDORF, 2007) misturas minerais, impurezas, energia e tempo de mistura, relação água/gesso, temperatura, finura e forma das partículas (CAMARINI; PINHEIRO, 2014). Apesar de ser uma técnica promissora para o desenvolvimento de um gesso de alta resistência, os estudos sobre o gesso conformado sob pressão (GCP), ainda, são incipientes, e não há consenso sobre os efeitos dos parâmetros de conformação em suas propriedades. A técnica de prensagem aplicada à conformação de peças de gesso pode ser considerada um método potencialmente sustentável, que requer baixo consumo de energia, uma vez que não exige a etapa de cozimento, em altas temperaturas, para reduzir a porosidade, e conseqüente, ganho de resistência, como ocorre na prensagem de alguns materiais cerâmicos.

Este artigo visa investigar os efeitos da pressão ( $P$ ), massa conformada ( $M$ ) e relação água/gesso ( $X$ ) nas propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão (GCP). A conformação sob pressão apresenta-se como uma técnica potencial para a obtenção de gesso com elevado comportamento mecânico. Assim sendo, este trabalho pretende contribuir para a ampliação do uso do gesso no setor da construção civil e para substanciar e preencher algumas

lacunas existentes no uso da técnica de prensagem para a produção de componentes pré-fabricados de elevado desempenho mecânico.

## 3.2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.2.1 Materiais

Com a finalidade de analisar e compreender os fenômenos que envolvem a prensagem do gesso, foi utilizado apenas o hemi-hidrato e a água, como matéria-prima, sem a presença de aditivos retardadores de pega. Neste estudo, utilizou-se uma amostra de gesso de fundição para construção civil, passado em uma peneira com abertura de malha igual a 2,0 mm, e água deionizada. O gesso apresentou densidade real, obtida por picnometria a gás hélio, em um analisador de densidade da *Micromeritics*, modelo *Accu Pyc II 1340*, igual a  $(2,5988 \pm 0,0023)$  g/cm<sup>3</sup>, que corresponde aproximadamente à densidade teórica do hemi-hidrato. O módulo de finura do gesso, foi igual a 1,06 (<1,10) e classificado como gesso fino para fundição, obtido conforme procedimento e classificação da NBR 12.127 (ABNT, 2019). A composição química do pó de gesso obtida através da técnica de fluorescência de raios-X (FRX), em espectrômetro *Bruker S2 Ranger*, é apresentada na Tabela 5. Verificou-se que a composição química do gesso utilizado atendeu aos requisitos estabelecidos pela NBR 13.207 (ABNT, 2017).

Tabela 5. Composição química do pó de gesso pela técnica de fluorescência de raios X (FRX).

Determinação	Massa (%)
CaO	38,40 ( $\geq 38$ %) **
SO <sub>3</sub>	55,29 ( $\geq 53$ %) **
SiO <sub>2</sub>	0,80
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,44
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,10
MgO	0,60
Na <sub>2</sub> O	4,00
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,23
SrO	0,09
PF*	8,76

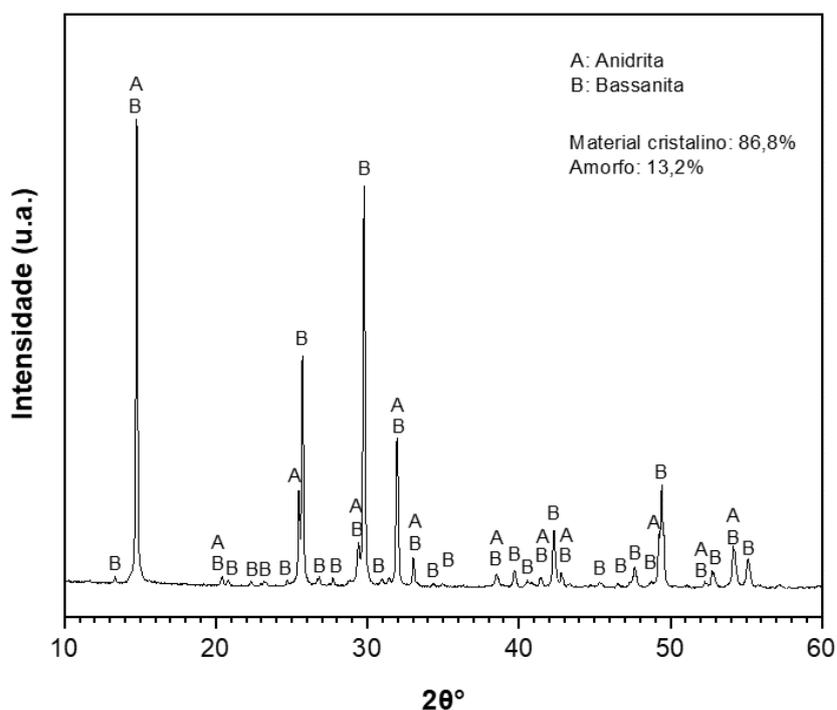
\* Perda ao fogo a 1000 °C.

\*\* Requisitos NBR 13.207 (ABNT, 2017)

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 17 mostra o difratograma do gesso obtido em um difratômetro de raios-X *Bruker D2 Phaser*, com um tubo de cobre ( $\lambda = 0,15406$  nm), ajustado em 30 kV e 10 mA. As fases mineralógicas foram identificadas usando o pacote de software *DifracEva* e o *Crystallography Open Database (COD)*. A quantificação das fases foi realizada pelo método de *Rietveld* pelo software *TOPAS da Bruker* e *CIF (Crystallography Information File)*. A aquisição foi realizada com faixa de varredura de  $10^\circ$  a  $60^\circ$  ( $2\theta$ ) e incremento de  $0,02^\circ/\text{segundo}$ . O DRX do pó de gesso mostrou que a amostra analisada é composta, essencialmente, por hemi-hidrato, pois foram identificados picos característicos de Bassanita (B) ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ).

Figura 17. Padrões de DRX do gesso de construção.



Fonte: (A AUTORA, 2023)

A depender das condições de calcinação e eficiência do forno, além do hemi-hidrato, o gesso comercial, usado em construções, pode conter anidrita (A) ( $\text{CaSO}_4$ ), em menores proporções, como um subproduto da calcinação da gipsita JOHN; CINCOTTO (2007).

### 3.2.2 Métodos

#### 3.2.2.1 Projeto fatorial $2^k$

Um planejamento fatorial completo  $2^k$  foi usado para investigar os efeitos dos parâmetros de conformação nas propriedades do GCP.

Três fatores numéricos foram usados: pressão de conformação (P), massa conformada (M) e relação água/gesso (X). O ponto central (0) foi adicionado ao projeto experimental para avaliar efeitos de segunda ordem. Foram realizadas três replicatas do ponto central para a determinação da significância da falta de ajuste dos modelos, e a estimativa do erro experimental. Os níveis mínimo e máximo de P e X foram estabelecidos considerando dados da literatura (KANNO, 2009; CÔRTE REAL, 2009; ZHOU *et al.*, 2015). Os níveis de M, por sua vez, foram determinados a partir de experimentos preliminares, de modo a obter corpos de prova prismáticos com comprimento de 160 mm, largura de 40 mm e espessuras próximas de 40 mm. As seguintes propriedades compreenderam as respostas experimentais do projeto: espessura ( $t$ ), porosidade ( $\eta$ ), módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ), resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) e resistência à compressão ( $R_c$ ) de corpos de prova prismáticos. A matriz experimental do projeto fatorial  $2^k$  e as respostas experimentais para as diferentes séries são apresentadas na Tabela 6. O sequenciamento foi produzido de forma aleatória.

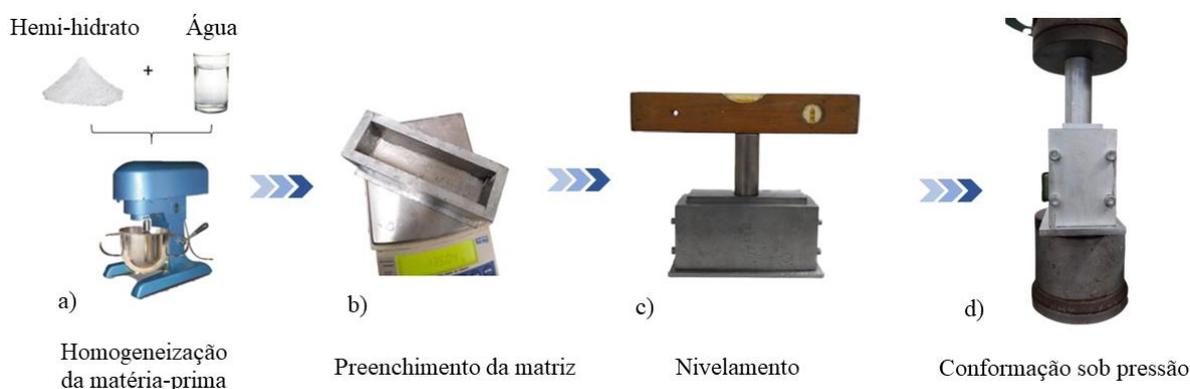
#### 3.2.2.2 Preparação das amostras

Para a conformação dos corpos de prova, foi desenvolvida uma matriz de aço galvanizado, composta por uma placa inferior, uma célula e um pistão. Os corpos de prova foram preparados com as seguintes etapas: a) homogeneização dos materiais (gesso e água), em um misturador mecânico planetário, em baixa rotação ( $62 \pm 5$ ) rpm, por 1 min; seguida de um intervalo de 30s de homogeneização manual; e 30s finais de homogeneização mecânica; b) preenchimento da matriz com a massa homogeneizada, c) nivelamento por intermédio de um nível de bolha e d) conformação do gesso sob pressão, como mostra a Figura 18.

A conformação sob pressão da massa homogeneizada foi realizada em uma prensa eletro-hidráulica universal, com capacidade de 30t. As amostras foram conformadas por pressão de carga uniaxial, com controle da taxa de deslocamento

do pistão em aproximadamente 1 mm/s até atingir a carga máxima de estudo (5, 10 ou 15 MPa). Esta pressão foi mantida por 1 min. Após a desmoldagem, as amostras foram levadas à estufa à 45 °C por 14 dias, onde foi realizada a cura. O tempo de preparação da massa, entre o instante em que o pó de gesso entra em contato com a água, o processo de mistura, o preenchimento da matriz e o nivelamento até o início da prensagem variou entre 15 a 30 min. O processo completo para a conformação de cada amostra, envolvendo a prensagem e a desmoldagem, até a amostra ser levada à estufa para cura totalizou 40 a 50 min.

Figura 18. Esquema de produção do gesso conformado sob pressão (GCP).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Para comparação, corpos de prova de gesso foram produzidos por conformação convencional (sem pressão), utilizando o procedimento descrito na NBR 12.128 (ABNT, 2019). Neste caso, o gesso de construção foi polvilhado na quantidade total de água, no intervalo de 1 min., permanecendo em repouso por 2 min, logo após, para homogeneização da mistura, foram realizados movimentos circulares, com uma espátula, por 1 min. NBR 12.128 (ABNT, 2019). As pastas obtidas com este procedimento foram colocadas em moldes prismáticos com dimensões iguais a  $(40 \times 40 \times 160) \text{ mm}^3$ . Neste caso, as pastas foram preparadas com relação água/gesso igual a 0,52, que corresponde à quantidade de água para a obtenção da consistência normal. Os tempos do início de pega (13,5 min) e do fim de pega (28,5 min) foram obtidos a partir da média de duas determinações, por meio do aparelho de Vicat. A relação água/gesso para a obtenção da consistência

normal e os tempos de início e fim de pega, foram obtidos conforme procedimentos descritos na NBR 12.128 (ABNT, 2019).

### 3.2.2.3 Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas

A espessura dos corpos de prova ( $t$ ) foi medida no centro e nas duas extremidades dos corpos de prova usando um paquímetro com resolução de 0,02 mm. A porosidade ( $\eta$ ) foi determinada usando a equação (3).

$$\eta = \left(1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_{real}}\right) \cdot 100 \quad (3)$$

Em que,  $\eta$  é a porosidade,  $\rho_{ap}$  é a densidade aparente e  $\rho_{real}$  é a densidade real.

A densidade aparente ( $\rho_{ap}$ ) é a razão entre a massa seca e o volume total da amostra, calculado multiplicando suas dimensões externas (largura, espessura e comprimento), medidas com um paquímetro com resolução de 0,02 mm. A densidade real ( $\rho_{real}$ ) é a razão entre a massa seca e o volume real do corpo de prova, e foi determinada em picnômetro de gás hélio *Micromeritics*, modelo AccuPyc II 1340. Para este caso, os corpos de prova foram moídos em almofariz com pistilo de porcelana e passados em peneira com malha de 150  $\mu\text{m}$ . As amostras foram secas a 45 °C, em estufa até massa constante.

O módulo de elasticidade dinâmico (E) dos corpos de prova foi determinado usando o *software Sonelastic*® da ATCP, modelo de suporte SA-BC, usando o modo de vibração flexional, conforme procedimentos da ASTM E1876 (2015) e ASTM C215 (2014). Os ensaios de flexão de três pontos foram realizados com a distância entre os apoios de 100 mm, a uma taxa de carregamento de 50 kN/s e os ensaios de compressão foram realizados a uma taxa de carregamento de 500 N/s. Ambos os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaios servo controlada, com capacidade de 20t, seguindo os procedimentos descritos na NBR 13.279 (ABNT, 2005).

De forma complementar, micrografias de amostras extraídas de corpos de prova de gesso foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio eletrônico JEOL JSM 6610LV. As amostras extraídas

dos corpos de prova de GCP que apresentaram maiores resistências e dos corpos de provas de GCC foram revestidas com ouro para análise no microscópio.

### 3.2.2.4 Análises Estatísticas

Os resultados experimentais, com exceção das micrografias, foram analisados por meio do *software Design Expert®*, versão 13. A correlação linear entre as variáveis equação (4) foi o primeiro parâmetro analisado. Devido à curvatura estatisticamente significativa ( $\alpha=0,05$ ) em algumas respostas experimentais, optou-se por utilizar o modelo de superfície de resposta de segunda ordem equação (5) para ajustar os dados experimentais. Os modelos de segunda ordem foram reduzidos usando o método de retroeliminação e o critério de informação de Akaike (AIC) (MONTGOMERY; RUNGER, 2018).

$$r = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})}{s_x} \cdot \frac{(y_i - \bar{y})}{s_y} \quad (4)$$

Em que,  $r$  é a correlação linear entre as variáveis  $X$  e  $y$ .  $X_i$  e  $y_i$  são os  $i$ ésimos valores das variáveis  $X$  e  $y$ , respectivamente.  $\bar{X}$  e  $\bar{y}$  são as médias dos valores  $X$  e  $y$ , respectivamente.  $s_x$  e  $s_y$  são os desvios padrão dos valores  $X$  e  $y$ , respectivamente, e  $N$  é o número de pares  $X$  e  $y$ .

$$\hat{y} = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{i < j} \sum \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 \quad (5)$$

Em que,  $\hat{y}$  é o valor previsto para a resposta experimental,  $\beta_0$  é intersecção da superfície de resposta,  $\beta_j$ ,  $\beta_{ij}$  e  $\beta_{jj}$  são os coeficientes do modelo, e  $x_j$  são os níveis dos fatores.

$R^2$ ,  $R_{adj}^2$  e  $R_{pred}^2$  e as significâncias das faltas de ajuste dos modelos para  $\alpha = 0,05$  foram usados para avaliar a qualidade de ajuste dos modelos. Além disso, foi realizada uma análise da distribuição dos resíduos para verificar a normalidade dos dados e para tomada de decisão quanto à aplicação de transformações não lineares e eliminação de valores espúrios.

Tabela 6. Matriz do projeto composto central: nível dos fatores e respostas experimentais.

SÉRIE	NÍVEL DOS FATORES			RESPOSTAS EXPERIMENTAIS					$\rho_{ap}$ (g/cm <sup>3</sup> )
	P (MPa)	M (g)	X	t (mm)	$\eta$ (%)	E (GPa)	$R_t$ (MPa)	$R_c$ (MPa)	
1	(+1) 15**	(+1) 550	(+1) 0,22	44,9	26,2	14,7	5,6	21,0	1,73
2	(+1) 15	(+1) 550	(-1) 0,18	41,7	20,1	20,0	12,6	53,5	1,90
3	(+1) 15	(-1) 350	(+1) 0,22	29,1	28,1	12,2	5,1	19,4	1,69
4	(+1) 15	(-1) 350	(-1) 0,18	26,4	21,8	19,1	11,6	47,2	1,85
5	(-1) 5	(+1) 550	(+1) 0,22	53,2	36,8	5,52	2,2	5,51	1,49
6	(-1) 5	(+1) 550	(-1) 0,18	45,9	25,9	14,7	9,3	21,3	1,75
7	(-1) 5	(-1) 350	(+1) 0,22	30,3	29,6	10,8	4,0	14,7	1,65
8	(-1) 5	(-1) 350	(-1) 0,18	28,4	24,0	15,3	9,9	20,6	1,79
9*	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	35,0	22,7	16,9	9,7	43,9	1,84
10*	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	34,7	20,7	16,9	6,0	41,4	1,87
11*	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	35,7	23,9	15,0	7,5	28,8	1,80
Mínimo	(-1) 5	(-1) 350	(-1) 0,18	26,4	20,1	5,5	2,2	5,5	1,49
Máximo	(+1) 15	(+1) 550	(+1) 0,22	53,2	36,8	20,0	12,6	53,5	1,90
<i>Moldagem convencional</i>	---	---	0,52	---	46,8 ± 0,22	8,3 ± 0,10	4,6 ± 0,45	17,2 ± 0,39	1,25 ± 0,0051

Obs.: \* Pontos centrais; \*\*Os níveis codificados estão entre parênteses.

P = Pressão de conformação; M = Massa conformada e X = Relação água/gesso.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

### 3.3 RESULTADOS

#### 3.3.1 Espessura

As espessuras dos corpos de prova ( $t$ ) variaram de 26,4 mm a 53,2 mm (ver Tabela 6). Os resultados mostraram que há forte correlação linear entre a espessura e a massa conformada, conforme Tabela 7.

Tabela 7. Correlação linear entre variáveis.

VARIÁVEL	P	M	X	$t$ (mm)	$\eta$ (%)	$R_t$ (MPa)	$R_c$ (MPa)	$E$ (GPa)
$t$ (mm)	0,043	<b>0,9750</b>	- 0,053	1,0000	- 0,076	0,074	0,018	0,140
$\eta$ (%)	- 0,4680	0,129	0,6730	- 0,076	1,0000	- 0,802	- 0,883	- 0,9430
$R_t$ (MPa)	0,325	- 0,033	- 0,898	0,074	- 0,802	1,0000	0,779	0,845
$R_c$ (MPa)	0,576	- 0,004	- 0,5980	0,018	- 0,883	0,779	1,0000	0,918
$E$ (GPa)	0,434	0,340	- 0,715	0,140	<b>- 0,943</b>	<b>0,8450</b>	<b>0,9180</b>	1,0000

Fonte: (A AUTORA, 2023).

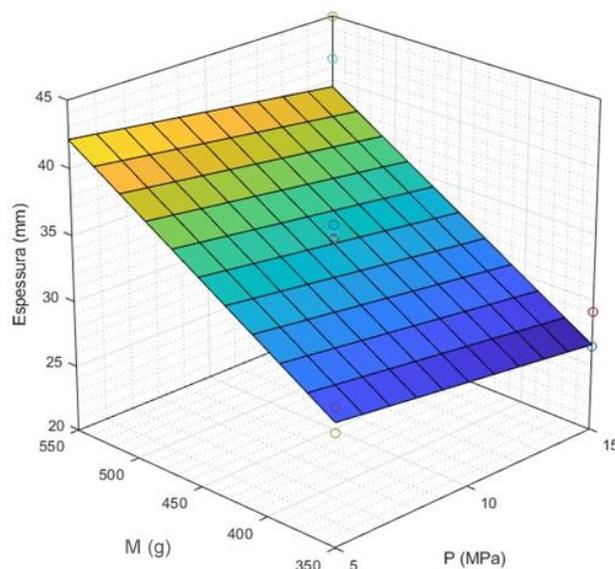
A espessura dos corpos de prova pode ser estimada usando a equação (6) ( $R^2= 0,98$ ,  $R_{adj}^2= 0,97$ ). A análise estatística mostrou que a massa conformada (M) afetou de forma significativa ( $\alpha= 0,05$ ) a espessura. Portanto, estes resultados apontaram a massa conformada como o fator mais importante a ser considerado para a determinação da espessura de amostras conformadas sob pressão, considerando o intervalo e as condições de conformação analisadas.

$$t = -8,414 - 0,2239P + 0,0809M + 52,465X \quad (6)$$

Em que,  $t$  é a espessura prevista. P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão, massa e relação água/gesso.

A Figura 19 apresenta o gráfico da superfície de resposta para a espessura. É possível identificar que a espessura aumenta significativamente quando M aumenta, reduz ligeiramente quando P aumenta, e aumenta ligeiramente quando ocorre o aumento de X.

Figura 19. Superfície de resposta das amostras para a espessura, para  $X= 0,20$  (relação a/g no ponto central).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Segundo Souza (2005), para uma compactação adequada dos grãos de gesso, a aplicação da pressão deve ocorrer antes do início da reação de hidratação para que a água possa atuar como lubrificante, e facilitar a aproximação entre os grãos durante a prensagem. O tempo de produção da amostra até o início da prensagem (40 a 50 min) (ver item 3.2.2.2) foi maior que o tempo do início de pega do gesso comercial (13,5 min) (ver item 3.2.2.2), utilizado neste trabalho, demonstrando que as amostras foram prensadas com diferentes graus de hidratação, e que parte da água que atuaria como lubrificante, durante a prensagem, foi consumida na formação do di-hidrato.

Sendo a quantidade de água insuficiente para permitir a mobilidade adequada dos grãos durante a prensagem, a contribuição da pressão e da relação água/gesso ficou subestimada. O que explica a massa conformada (M) como fator predominante, e a contribuição pouco expressiva da pressão de compactação e da relação água/gesso na determinação da espessura ( $t$ ) (ver Tabela 7 e Figura 19).

### 3.3.2 Porosidade

As porosidades dos corpos de prova variaram de 20,1% a 36,8%. Estes valores são significativamente inferiores aos obtidos para os corpos de prova

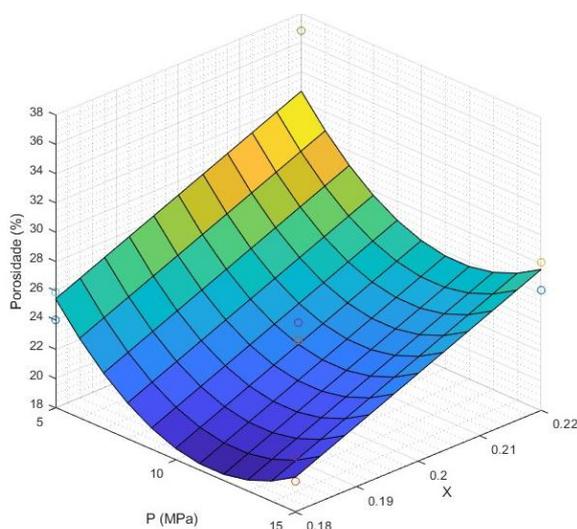
conformados pelo método convencional (GCC) (ver Tabela 6). As porosidades dos corpos de prova podem ser estimadas usando a equação (7) ( $R^2 = 0,83$ ,  $R^2_{adj} = 0,76$ ).

$$\eta = 7,775 - 3,797P + 180,75X + 0,1647P^2 \quad (7)$$

Em que,  $\eta$  é a porosidade prevista. P e X são respectivamente, os níveis de pressão e relação água/gesso.

Apenas P e X afetaram de forma significativa ( $\alpha = 0,05$ ) a porosidade. No gráfico da superfície de resposta apresentado na Figura 20 é possível identificar que a porosidade dos corpos de prova aumenta quando X aumenta, independentemente da pressão aplicada.

Figura 20. Superfície de resposta das amostras para a porosidade, para M= 450 g (massa conformada no ponto central).



Fonte:(A AUTORA, 2023).

Os resultados mostraram que a porosidade dos corpos de prova reduz drasticamente quando a pressão é aumentada de 5 MPa para 10 MPa, mas é levemente modificada quando a pressão passa de 10 MPa para 15 MPa, independentemente do valor de X. Estes resultados apontaram a necessidade do uso de retardadores para possibilitar o empacotamento adequado dos grãos de

gesso, principalmente, em aplicações de pressões mais altas, para misturas à base de gesso, conforme Correia e Souza (2009).

Observa-se que P apresentou um efeito significativo de segunda ordem na porosidade, equação (7). Este efeito de segunda ordem pode ser explicado pela teoria da compactação de sistemas cerâmicos particulados que estabelece três estágios de compactação (AMORÓS ALBARO, 2000b; AMORÓS ALBERO, 2000a).

a) Estágio I (baixa pressão): a aproximação das partículas ocorre sem deformar ou destruir aglomerados ou partículas, início de redução da porosidade intergranular.

b) Estágio II (pressão moderada): responsável pela maior parte da compactação; os aglomerados mais fracos de partículas são destruídos e a área de contato entre as partículas aumenta; a porosidade intragranular permanece inalterada e apenas se observam reduções no volume e tamanho dos poros intergranulares.

c) Estágio III (alta pressão): o aumento da pressão provoca a destruição de aglomerados mais fortes e a porosidade intergranular torna-se teoricamente nula; partículas porosas fraturam e a redução da porosidade é alcançada eliminando a porosidade intragranular.

Para as pastas de gesso, devemos considerar que o sistema é composto pelo material granular (gesso em pó) e água, e que a água funciona inicialmente como lubrificante, facilitando a organização das partículas durante a prensagem (KANNO, 2009).

Então, a água da mistura, que faz com que os vazios intergranulares permaneçam no estágio II, funciona como um reagente para a formação do di-hidrato. Se a pega do gesso acontece antes da prensagem, parte da água que funcionaria como lubrificante se combina com o hemi-hidrato, reduzindo a lubrificação. Além disso, aglomerados de di-hidrato formados prejudicam o empacotamento durante a prensagem. Assim, em pastas de gesso prensadas, deve-se considerar o nível de pressão aplicado e o momento da prensagem em relação ao tempo de início de pega.

Como já relatado, os resultados apontaram que a pega dos GCP iniciou antes da prensagem (ver item 3.2.2.2). Assim, parte da água que atuaria como lubrificante

durante a prensagem foi consumida nas reações de hidratação do gesso, fazendo prevalecer o efeito da água como formador de poros e os aglomerados de cristais de di-hidrato prejudicaram a compactação dos corpos de prova. Com os cristais já formados, provavelmente, não foi possível uma aproximação das partículas, e sim um esmagamento com deformação e destruição dos aglomerados, sem haver a redução adequada do tamanho dos poros intergranulares e intragranular, prejudicando o empacotamento dos grãos e a redução da porosidade.

### 3.3.3 Propriedades mecânicas

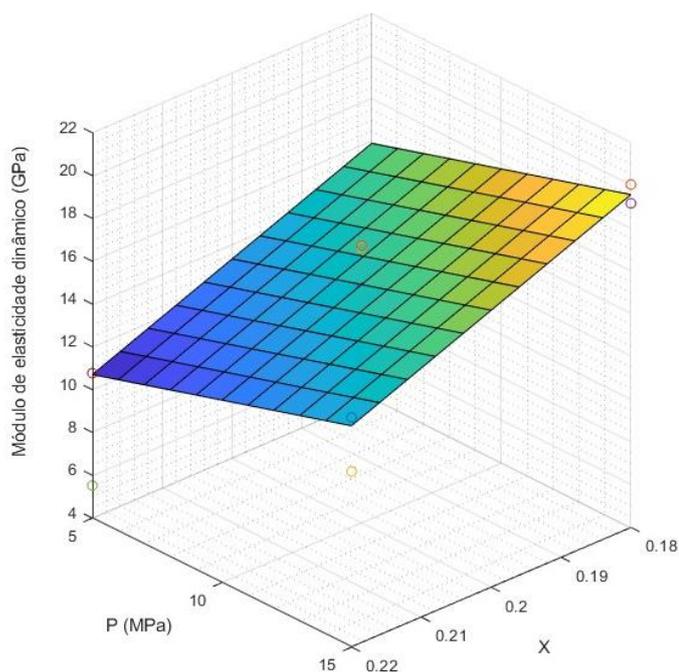
O módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) dos corpos de prova variou de 5,5 a 20,0 GPa (ver Tabela 6). Estes valores são predominantemente mais elevados do que os obtidos para o GCC (ver Tabela 6). A Tabela 7 mostrou que existem fortes correlações lineares negativas entre ( $E$ ) e a porosidade ( $\eta$ ). O módulo de elasticidade pode ser estimado pela equação (8) ( $R^2 = 0,82$ ,  $R^2_{adj} = 0,77$ ). Apenas P e X afetaram de forma significativa ( $\alpha = 0,05$ ) o módulo de elasticidade.

$$E = 37,52 + 0,3636P - 130,14X \quad (8)$$

Em que,  $E$  é o módulo de elasticidade dinâmico previsto. P e X são respectivamente, os níveis de pressão e relação água/gesso.

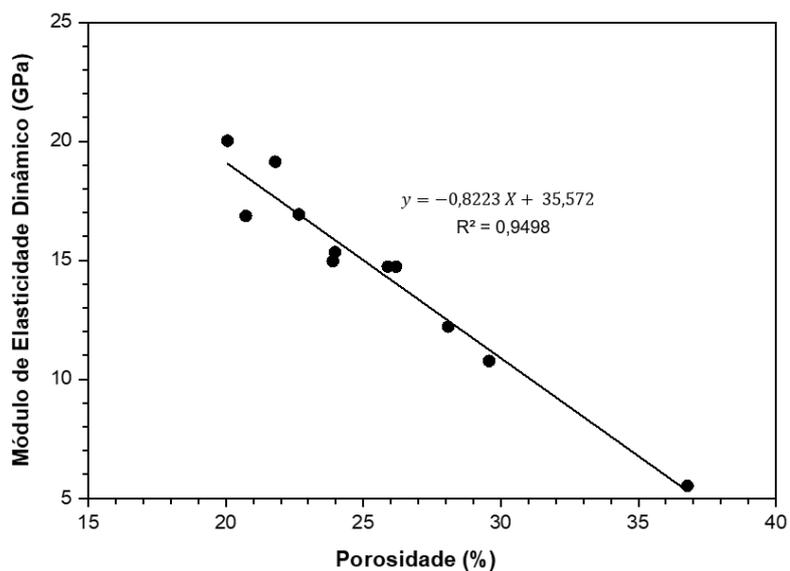
No gráfico da superfície de resposta na Figura 21 é possível observar que o módulo de elasticidade reduz significativamente com o aumento de X e aumenta ligeiramente quando P aumenta. A Figura 22 apresenta o gráfico de  $E$  versus  $\eta$ , com ajuste de um modelo linear, com  $R^2 = 0,9498$ . Constatou-se a forte correlação linear negativa entre a porosidade e o módulo de elasticidade (ver Tabela 7), ou seja, quanto menor a porosidade maior o módulo de elasticidade. O aumento do módulo de elasticidade confere rigidez às amostras de GCP, e conseqüentemente, uma menor deformação elástica quando submetido à uma tensão, o que confirma a melhoria no comportamento mecânico das amostras conformadas sob pressão.

Figura 21. Superfície de resposta das amostras para o módulo de elasticidade dinâmico, para M= 450 g (massa conformada no ponto central).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Figura 22. Módulo de elasticidade dinâmico *versus* porosidade das amostras



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) e a resistência à compressão ( $R_c$ ) máximas dos corpos de prova foram iguais a 12,6 MPa e 53,5 MPa,

respectivamente. Estes valores são significativamente maiores dos que os obtidos para os corpos de prova do GCC ( $R_t = 4,6$  MPa) e ( $R_c = 17,2$  MPa), (ver Tabela 6).

A resistência à tração na flexão dos corpos de prova pode ser estimada usando a equação (9) ( $R^2 = 0,91$ ,  $R_{adj}^2 = 0,89$ ), enquanto a equação (10) ( $R^2 = 0,89$ ,  $R_{adj}^2 = 0,84$ ), por sua vez, pode ser usada para estimar a resistência à compressão. Observa-se que apenas P e X afetaram de forma significativa ( $\alpha = 0,05$ ) a resistência à tração na flexão, e que para a resistência à compressão, além da influência de P e X evidenciou-se o efeito de segunda ordem da pressão.

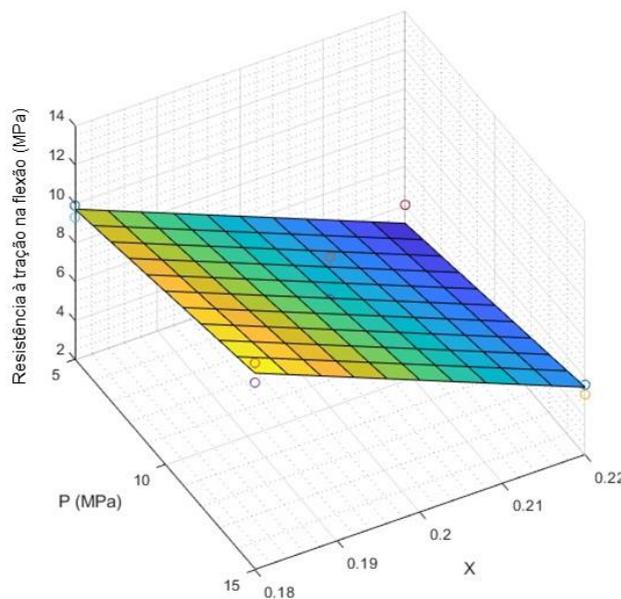
$$R_t = 38,32 + 0,24P - 165,63X \quad (9)$$

$$R_c = 56,30 + 15,79P - 512,25X - 0,6909P^2 \quad (10)$$

Em que,  $R_t$  é a resistência à tração na flexão e  $R_c$  é a resistência à compressão, previstas. P e X são os níveis de pressão e relação a/g, respectivamente.

A Figura 23 apresenta a superfície de resposta da resistência à tração na flexão. É observado que a resistência à tração na flexão reduz significativamente quando X aumenta e aumenta ligeiramente quando P aumenta.

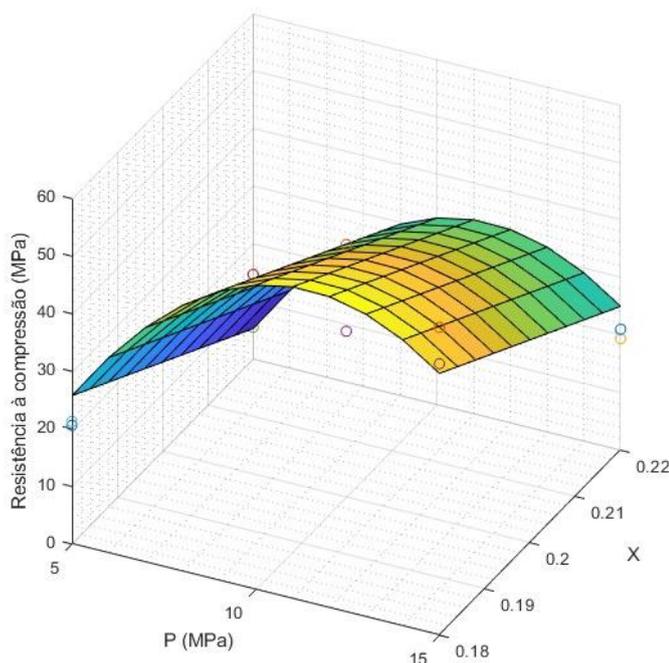
Figura 23. Superfície de resposta das amostras para a resistência à tração na flexão, para M= 450 g (massa conformada no ponto central).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 24 mostra a superfície de resposta da resistência à compressão, observa-se que a área da superfície de resposta da resistência à compressão dos corpos de prova é o inverso do comportamento da superfície de resposta da porosidade. Resultado este, em conformidade com a teoria para cerâmicas porosas em que se observa a tendência da redução das propriedades mecânicas, como módulos elásticos, resistência e tenacidades com o aumento da porosidade (GIBSON; ASHBY, 1988). P afetou de forma significativa ( $\alpha = 0,05\%$ ) a resistência à compressão, enquanto que o aumento de X provocou a sua redução. Evidenciou-se o efeito de segunda ordem da pressão, demonstrando a importância deste fator no empacotamento das partículas e no crescimento das forças de adesão, e conseqüente, melhoria na resistência à compressão (CORREIA; SOUZA, 2009).

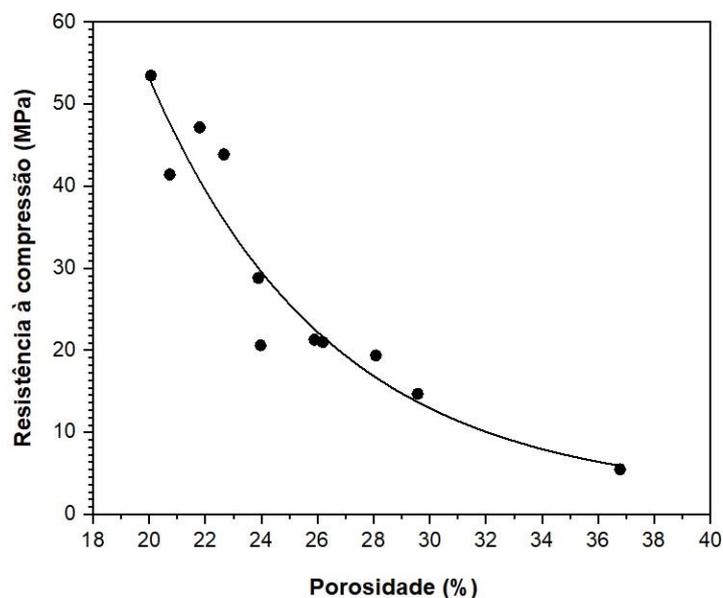
Figura 24. Superfície de resposta das amostras para a resistência à compressão, para M= 450 g (massa conformada no ponto central).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A resistência mecânica dos corpos de prova tende a aumentar à medida que há um melhor empacotamento dos grãos (maior densidade aparente), ver Tabela 6, e conseqüentemente, redução da porosidade. A Figura 25 apresenta o gráfico de  $\eta$  versus  $R_c$ , com ajuste de um modelo exponencial, com  $R^2 = 0,9415$ .

Figura 25. Resistência à compressão *versus* Porosidade.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Um dos fatores que influenciaram estes resultados foram as ligações intercrystalinas que se formaram nas superfícies de contato entre os cristais de di-hidrato, em consequência da aplicação da pressão, propiciando um aumento da resistência do material (KANNO, 2009).

Na compactação do gesso, a água apresenta três funções a seguir: a de lubrificante, auxiliando no empacotamento e adesão das partículas e a de reagente, participando da dissolução-hidratação do hemi-hidrato (CORREIA; SOUZA, 2009; KANNO, 2009).

Os resultados apontaram que à medida que a densidade aumenta, existe uma maior quantidade de ligações intercrystalinas e, consequentemente, maior resistência do material (KANNO, 2009). O aumento da densidade ( $\rho_{ap} = 1,90 \text{ g/cm}^3$ ) do GCP mostra corpos de prova menos porosos ( $\eta = 20,1\%$ ), mais resistentes ( $R_t = 12,6 \text{ MPa}$  e  $R_c = 53,5 \text{ MPa}$ ) e com elevado módulo de elasticidade ( $E = 20,0 \text{ GPa}$ ), em relação ao GCC (ver Tabela 6).

Embora não tenham sido observadas diferenças significativas entre as densidades reais nas diferentes séries, após o procedimento de secagem, as amostras mantiveram uma relação água/gesso (a/g) igual a 0,135, em média. Não foi observada diferença significativa entre as relações a/g das diferentes séries após a secagem. Além disso, a relação a/g não atingiu o mínimo necessário para

completar a hidratação do pó de gesso. Estes resultados apontaram a necessidade da cura após a desmoldagem, e antes dos corpos de prova serem levados à estufa, para garantir uma completa hidratação do gesso.

Concluiu-se que, a partir de, somente, dois componentes, água e gesso, com modificação apenas no método de conformação é possível a obtenção de um gesso de elevado desempenho mecânico, através do empacotamento dos cristais e redução da porosidade. Os resultados apontaram que a conformação do gesso sob pressão deve levar em consideração, além do nível de pressão aplicado, o momento da prensagem em relação ao tempo de início de pega. Assim sendo, o

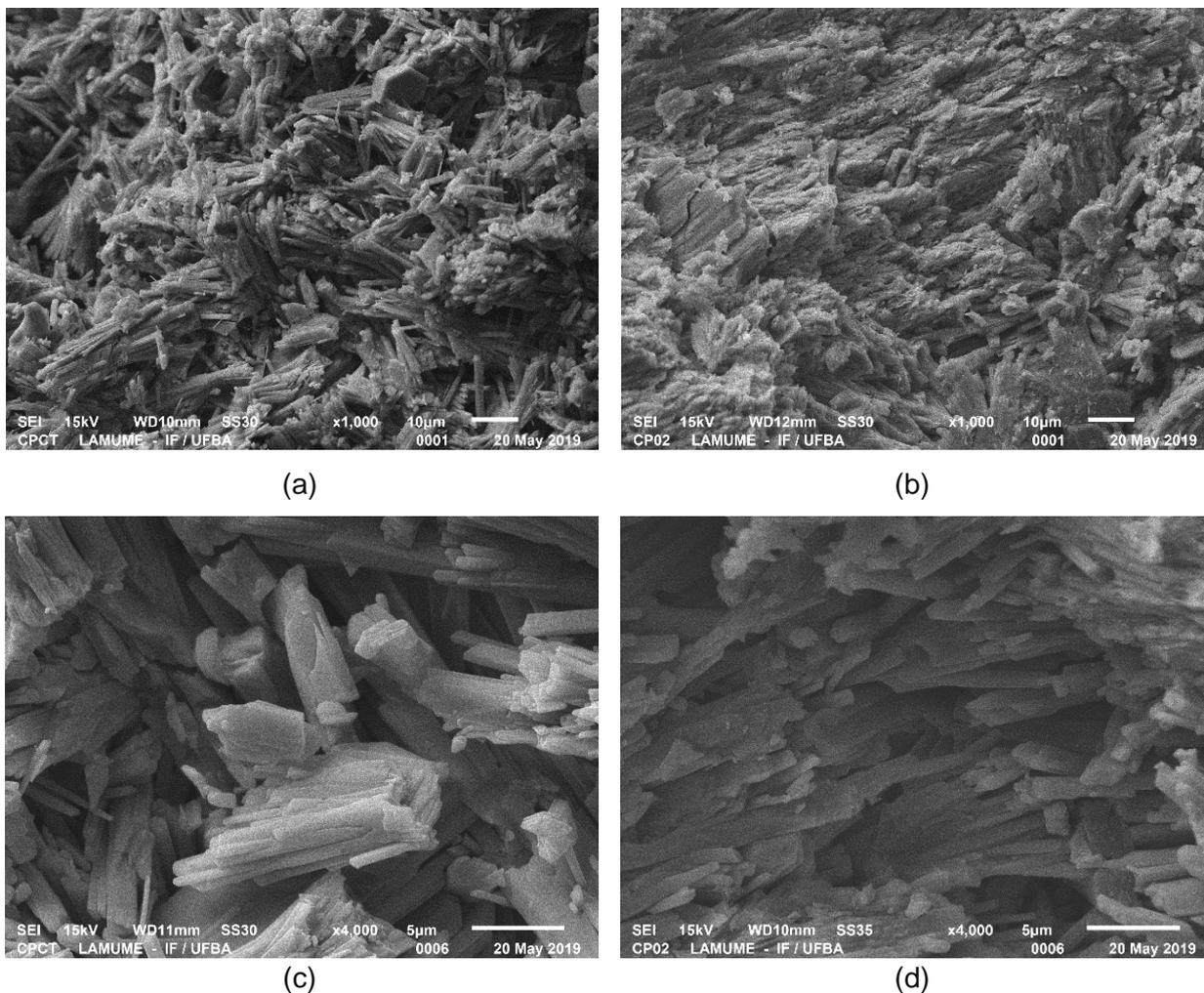
O uso de retardadores de pega pode contribuir para impedir a cristalização antes da prensagem, o que permitiria um melhor empacotamento dos cristais (KANNO, 2009) com influência na microestrutura, no grau de compactação (GERALDO *et al.*, 2018; KANNO, 2009).

#### **3.3.4 Microestrutura**

As micrografias obtidas pelo MEV do GCC, conformado sem pressão, e do GCP, conformado sob pressão, foram registradas, em diferentes ampliações, e estão apresentadas na Figura 26. As amostras conformadas pelo método convencional, GCC – sem pressão, Figuras 26a e 26c, apresentaram cristais alongados aciculares e em forma de placas, com predominância de cristais pequenos e malformados e em organização aleatória. Observou-se um crescimento radial em forma de tufo, alguns cristais mantêm contato direto entre si, e há cristais que se entrelaçam. Foi observado, também, a presença de vazios entre os cristais, causada pela perda excessiva de água (GERALDO *et al.*, 2018; PINHEIRO, 2011).

A elevada porosidade e o reduzido desempenho mecânico do GCC (ver Tabela 6) encontraram justificativa na morfologia dos cristais e no arranjo microestrutural. As Figuras 26b e 26d apresentaram as micrografias de amostra extraída do GCP, série 2, conformado com pressão de 15 MPa e relação a/g igual a 0,18 (ver Tabela 6). Nesta micrografia notou-se a predominância de cristais aciculares alongados e bem formados, em aglomerados alinhados e interconectados.

Figura 26. Micrografias da seção fraturada: (a) GCC – sem pressão (500x), (b) GCP - Série 2 (500x), (c) GCC – sem pressão (2.000x) e (d) GCP - Série 2 (2.000x).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Foi possível a identificação de uma microestrutura mais densa e compacta, com menos vazios, o que justifica o alto grau de compactação ( $\rho_{ap} = 1,90 \text{ g/cm}^3$ ) e a alta resistência à compressão ( $R_c = 53,5 \text{ MPa}$ ) alcançados por esta série.

O di-hidrato geralmente consiste em um material frágil e sua resistência mecânica depende das forças de adesão entre seus cristais (KANNO *et al.*, 2008). Os resultados mostraram que o método de prensagem do gesso contribuiu para melhorar a adesão entre os cristais. As Figuras 26b e 26d mostraram cristais bem conectados que favoreceram a formação de um emaranhado alinhado de cristais, que proporcionaram uma microestrutura mais compacta, contribuindo para a

conformação de um gesso de elevado desempenho mecânico (KANNO *et al.*, 2008; GERALDO *et al.*, 2018).

### 3.4 CONCLUSÃO

Este estudo investigou os efeitos da pressão, massa conformada e relação água/gesso nas propriedades do gesso conformado sob pressão (GCP) através do planejamento fatorial  $2^k$ , para a produção de componentes de gesso com elevado desempenho mecânico para uso na construção civil.

Constatou-se que as espessuras dos corpos de prova foram fortemente correlacionadas linearmente com a massa conformada, o que torna a massa um fator chave para controlar as espessuras dos corpos de prova, considerando o intervalo e as condições de prensagem deste estudo. Foram identificadas, também, fortes correlações lineares negativas entre o módulo de elasticidade e a porosidade.

Verificou-se que os parâmetros de conformação, pressão e relação a/g afetaram, significativamente, a porosidade, o módulo de elasticidade e a resistência à tração na flexão e à compressão, e que a massa somente teve influência significativa para a espessura dos corpos de prova, nas condições de estudo apresentadas.

Os resultados mostraram que houve uma redução significativa da porosidade e um aumento substancial das propriedades mecânicas analisadas ( $E$ ,  $R_t$  e  $R_c$ ) do GCP, em relação ao GCC. As investigações mostraram que algumas séries foram prensadas após o início da pega, com diferentes graus de hidratação e que sendo a pasta de gesso uma suspensão reativa altamente concentrada, a eficiência da compactação está relacionada com o nível de pressão aplicada, e o momento de prensagem, em relação ao tempo de pega.

Para o GCP – série 2 observou-se a predominância de cristais bem formados, em formato de agulhas, alinhados e interconectados. A região fraturada do GCP apresentou uma microestrutura mais densa e compacta, com cristais bem conectados e com menos vazios, o que justifica o alto grau de compactação ( $\rho_{ap} = 1,90 \text{ g/cm}^3$ ) e, conseqüentemente, elevado comportamento mecânico ( $E = 20,0 \text{ GPa}$ ,  $R_t = 12,6 \text{ MPa}$  e  $R_c = 53,5 \text{ MPa}$ ) alcançado pelo GCP, quando comparado com o GCC.

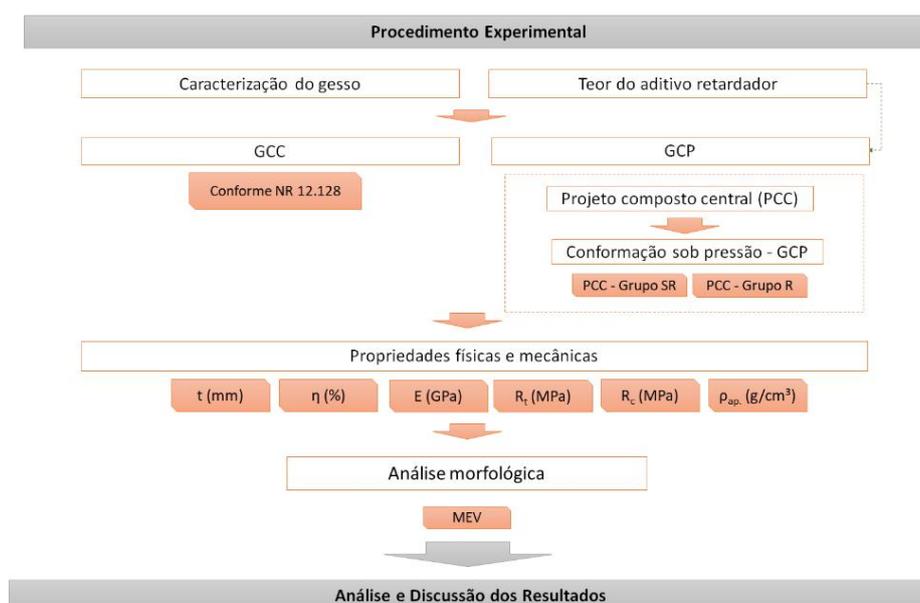
A técnica de compactação do gesso por pressão, com relação a/g próxima da estequiométrica, apresentou-se como um método de conformação promissor na produção de um gesso de baixa porosidade. Os resultados mostraram que o GCP chegou a alcançar uma redução de 57% da porosidade, quando comparada com a conformação do gesso pelo método convencional. Os resultados indicaram que as combinações adequadas de níveis dos parâmetros de conformação resultaram em um gesso prensado de alta resistência. Os resultados, ainda, apontaram a importância do uso de um aditivo retardador de pega na conformação do GCP, para garantir uma prensagem antes do início da pega. Assim, contribuindo para uma uniformidade no processo de prensagem, melhorando, desse modo, a adesão entre os grânulos de gesso ao garantir o empacotamento e não o esmagamento dos mesmos, e conseqüentemente, alcançando maiores valores para a resistência mecânica.

Desta forma, compreender os parâmetros de conformação (P, M e X) e o fatores que influenciam no comportamento mecânico, como a adesão entre os cristais e os elementos que tem influência no processo de hidratação do GCP, faz-se fundamental para a aplicação da técnica de prensagem em materiais à base de gesso. Os resultados apontaram que o gesso conformado sob pressão é um material com potencial para a produção de componentes pré-fabricados de gesso com elevado desempenho mecânico.

#### 4 OS EFEITOS DO ADITIVO RETARDADOR E DOS PARÂMETROS DE CONFORMAÇÃO NAS PROPRIEDADES DO GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO.

Este capítulo busca compreender os efeitos do aditivo retardador de pega na produção de gesso conformado sob pressão (GCP). A aplicação da pressão uniaxial, antes do início da pega do gesso, pode contribuir para assegurar a eficiência da compactação dos grânulos e, conseqüentemente, da melhoria das propriedades físicas e mecânicas. O programa experimental foi composto pelas seguintes etapas: (i) Caracterização do gesso comercial de construção; (ii) Determinação do teor de aditivo retardador; (iii) Confecção dos corpos de prova de gesso por conformação convencional (GCC); (iv) Planejamento experimental a partir do projeto composto central (PCC); (v) Confecção das séries de GCP para os grupos SR (sem retardador) e R (com retardador); (vi) Avaliação das propriedades físicas, mecânicas e morfológicas das amostras de GCC e GCP e (vii) Análise e discussão dos resultados. O fluxograma deste programa experimental esta apresentado na Figura 27.

Figura 27. Fluxograma experimental.



GCC = Gesso conformado pelo método convencional; GCP = Gesso conformado sob pressão;  $t$  = espessura;  $\eta$  = porosidade;  $E$  = módulo de elasticidade dinâmico;  $R_t$  = resistência à tração na flexão,  $R_c$  = resistência à compressão e  $\rho_{ap}$  = densidade aparente.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

## 4.1 INTRODUÇÃO

O gesso é um dos materiais mais antigos e versáteis utilizado no setor da construção civil, com emprego difundido, também, no desenvolvimento de produtos cerâmicos, cirúrgicos e dentários (LEIMEN, 1989). Caracteriza-se por endurecer rapidamente, com a adição de água, devido ao seu processo natural de cristalização. No entanto, para se alcançar um nível desejável para as aplicações comerciais é necessário encontrar um nível desejável de retardamento do gesso (SINGH; GARG, 1997). Produtos químicos variados têm sido investigados para atender a função de retardador de pega do gesso. Moghadam e Mirzaei (2019) estudaram os efeitos do tripolifosfato de sódio; Linlin, Guozhong e Jianrui (2014) investigaram o bórax, o ácido cítrico, o carboximetilcelulose e a gelatina; Singh e Garg (1997) utilizaram o kaflata, o ácido tartárico, o tartarato de potássio e sódio, o citrato de potássio, o bórax, o ácido cítrico, o fosfato monocálcio monohidratado e o açúcar, de forma a atender aos requisitos comerciais de aplicação do gesso, considerando o processo convencional de moldagem.

De forma geral, a maioria destes autores identificaram a potencialidade destes produtos na redução da velocidade de cristalização, porém, com interferência negativa nas propriedades mecânicas do gesso. Além disso, que a redução da resistência mecânica está relacionada com o tipo e o teor do retardador analisado (MOGHADAM; MIRZAEI, 2019; LINLIN; GUOZHONG; JIANRUI, 2014). Singh e Garg (1997) identificaram que os retardadores provocaram alternância no hábito e na morfologia dos cristais e, conseqüentemente, nas propriedades do gesso endurecido. Moghadam e Mirzaei (2019) concluíram que o uso do tripolifosfato de sódio, como aditivo retardador, parcialmente inibiu a hidratação do gesso de hemi-hidrato para di-hidrato e, que a morfologia mudou significativamente da forma de agulha para coluna ou placa, o que levou a uma menor resistência mecânica e maior absorção de água.

A técnica de prensagem tem se mostrado promissora no desenvolvimento de pré-fabricados de gesso com elevado desempenho mecânico (ALVES JÚNIOR, 2015; AVELAR, 2012; CAMPOS; CARVALHO; DIAS, 2023; CORREIA; SOUZA, 2009; CÔRTE REAL, 2009; GERALDO *et al.*, 2018; KANNO, 2009; KANNO *et al.*, 2008; SOUZA, 2005, 2006; SOUZA; ROSSETTO; KANNO, 2007; ZHOU *et al.*,

2015). A técnica consiste na compactação de uma massa de gesso umedecida com uma quantidade de água próxima da relação água/gesso estequiométrica (0,186).

Este método de conformação tem origem na metalurgia do pó, frequentemente, utilizada para a transformação de pós de metais, metalóides ou ligas metálicas. Em algumas situações é utilizada para a transformação de substâncias não metálicas em peças resistentes, na forma desejada, utilizando-se de pressão e calor (PATNAIK, 2002). Este processo de fabricação de peças possui vasto campo de aplicações, incluindo, por exemplo, a fabricação de peças para componentes automotivos, eletrodomésticos, ferramentas de corte, materiais de fricção, ferramentas elétricas, fabricação de componentes dentários e biomédicos, entre outros (SOUZA; AZEVÊDO, 2018). Na indústria de materiais cerâmicos, o análogo à metalurgia do pó é a prensagem de pós, frequentemente, utilizada na produção de composições argilosas e não argilosas, abrangendo cerâmicas eletrônicas e magnéticas, além de alguns produtos como os tijolos refratários (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021). A conformação por prensagem é comumente utilizada na produção do grés e grés porcelanato pertencente à classe das placas cerâmicas obtidas por prensagem. Esta técnica possibilita um controle mais preciso das dimensões e melhor acabamento da superfície quando comparadas às peças obtidas por extrusão (BIFFI, 2002; MELO, 2006; PALMA, 2010; PINHEIRO, 2011).

Na conformação do gesso sob pressão, deve-se garantir a aplicação da pressão antes do início da pega do gesso, o que pode ser feito a partir do uso de um aditivo retardador de pega (CAMPOS; CARVALHO; DIAS, 2023; SOUZA, 2005). A presença do retardador ao contribuir para a eficiência na compactação dos grânulos, conseqüentemente, alcança uma melhoria das propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão (CAMPOS; CARVALHO; DIAS, 2023). Souza (2005) utilizou o carboximetilcelulose para promover a transferência progressiva da água na hidratação do gesso, após a prensagem.

O uso da técnica de prensagem na conformação de peças de gesso, ainda são embrionários, apesar de ser uma técnica com potencial relevante para a produção de gesso de elevada resistência mecânica. Os efeitos do aditivo retardador de pega nas propriedades do GCP ainda é uma lacuna a ser preenchida.

Neste Capítulo, investigou-se a influência do aditivo retardador de pega e dos parâmetros de conformação, pressão (P), massa conformada (M) e relação água/gesso (X), bem como de suas interações, nas propriedades físicas e mecânicas do gesso conformado sob pressão (GCP). A conformação sob pressão associada ao uso de um aditivo retardador apresentou-se como uma técnica potencial para a obtenção de gesso com elevado comportamento mecânico. Além disso, contribuiu para a redução da variabilidade dos resultados, ao evitar que as amostras sejam prensadas com diferentes graus de hidratação. Assim sendo, este trabalho pretende contribuir para substanciar e preencher algumas lacunas existentes no uso da técnica de prensagem em gesso associada à presença de um aditivo retardador. Além de possibilitar, a ampliação do uso do gesso no setor da construção civil para a produção de componentes pré-fabricados de gesso com elevado desempenho mecânico.

## 4.2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.2.1 Materiais

No presente estudo foram utilizados os seguintes materiais: a) gesso de fundição, para construção civil, passado em uma peneira com abertura de malha igual a 2,0 mm; b) citrato de sódio P.A – ACS (99,75%) como aditivo retardador de pega e c) água deionizada em um sistema por osmose reversa OS20LXE da marca Gehaka. O gesso apresentou densidade real obtida por picnometria a gás hélio, em um analisador de densidade da Micromeritics, modelo Accu Pyc II 1340 igual a  $(2,5865 \pm 0,0053)$  g/cm<sup>3</sup>, valor próximo ao da densidade teórica do hemi-hidrato que é de 2,73 g/cm<sup>3</sup>. O módulo de finura do gesso foi igual a 1,09 (<1,10), conforme procedimentos descritos em NBR 12.127 (ABNT, 2019). Foi determinado o início de pega igual a 10,0 min (entre 4 – 10 min) e o fim de pega igual a 20,40 min (entre 20 – 45 min), de acordo com a NBR 12.128 (ABNT, 2019). Tais características do módulo de finura, do início e do fim de pega classificam o gesso como gesso fino para fundição, conforme NBR 13.207 (ABNT, 2017). A composição química do pó de gesso, obtida através da técnica de fluorescência de raios-X (FRX) em espectrômetro de marca PANalytical e modelo MiniPal4, é apresentada na Tabela 8. Verificou-se que a composição química do gesso utilizado atendeu aos requisitos

de percentual mínimo de CaO igual a 38% e de SO<sub>3</sub>, igual a 53%, estabelecidos pela NBR 13.207 (ABNT, 2017).

Tabela 8. Composição química do gesso comercial pela técnica de fluorescência de raios-X (FRX).

Determinação	Massa (%)
CaO	40,824 (≥ 38 %)**
SO <sub>3</sub>	57,130 (≥ 53 %)**
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,884
SrO	0,162
PF*	8,72

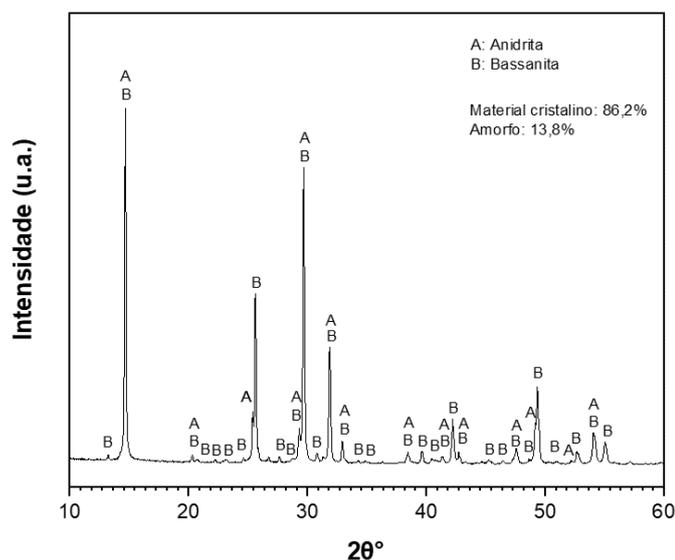
\* Perda ao fogo a 1000 °C.

\*\* Requisitos NBR 13.207 (2017).

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 28 mostra o difratograma do gesso obtido em um difratômetro de raios-X *Bruker D2 Phaser*, com um tubo de cobre ( $\lambda = 0,15406$  nm), ajustado em 30 kV e 10 mA.

Figura 28. Padrões de DRX do gesso de construção.



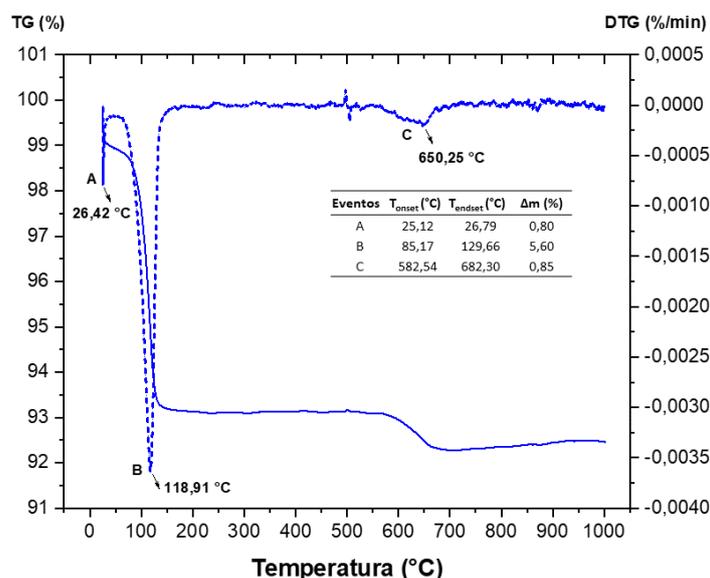
Fonte: (A AUTORA, 2023).

As fases mineralógicas foram identificadas usando o pacote de *software DifracEva* e o *Crystallography Open Database (COD)*. A aquisição foi realizada com faixa de varredura de 10° a 60° (2θ) e incremento de 0,02°/s. O DRX do pó de gesso

mostrou que a amostra analisada é composta, essencialmente, por hemi-hidrato, pois foram identificados os picos característicos de Bassanita (B) ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ). A depender das condições de calcinação e eficiência do forno, além do hemi-hidrato, o gesso comercial, usado nas construções, pode conter anidrita (A) ( $\text{CaSO}_4$ ), em menores proporções, podendo ser considerada um subproduto da calcinação da gipsita (JOHN; CINCOTTO, 2007).

As análises térmicas foram realizadas através da técnica de termogravimetria (TGA) e sua derivada (DTG), em um analisador térmico simultâneo DTG-60H da *Shimadzu*. Os termogramas do gesso foram obtidos em uma atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 ml/min, em uma faixa de temperatura de 25 a 1000 °C e com taxa de aquecimento de 10 °C/min. As curvas das análises TGA/DTG do gesso comercial em estudo, estão apresentadas na Figura 29.

Figura 29. Curva das análises térmicas TGA e DTG do gesso comercial.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A análise das curvas TGA/DTG permitiram verificar três eventos que representam as transformações térmicas significativas ocorridas no gesso comercial utilizado neste trabalho.

O pico “A”, em torno de 26,42 °C, representa uma reação endotérmica com perda de massa do material equivalente à liberação de água livre, que geralmente

ocorre à temperatura ambiente até 60 °C (GERALDO *et al.* 2017; CIPRIANO *et al.*, 2021) e, segundo John e Cincotto (2007) e SNIP (2002) até 100 °C.

O pico “B”, em torno de 118,91 °C, que consiste em uma reação endotérmica, em que a perda de massa do material está relacionada à liberação da água de cristalização dos produtos hidratados. Segundo Pinheiro (2011), a liberação da água de cristalização do hemi-hidrato  $\alpha$  e  $\beta$ , tem início à temperatura de 106 °C e como velocidade da reação nesta temperatura é muito baixa utiliza-se a temperatura de 140 °C a 160 °C, para fins industriais.

O pico “C”, em torno de 650,25 °C, representa a perda de massa do material relativa à reação de liberação do carbono presente no material (PINHEIRO, 2011). É possível que o carbono esteja combinado em fases amorfas uma vez que não aparecem picos de carbonatos no DRX (ver Figura 28).

A partir dos resultados apresentados na Figura 29 foi possível determinar os teores de água livre e de água de cristalização presente no gesso comercial. Os resultados apresentados na Tabela 9 mostraram que o GC analisado atendeu às especificações para o teor de água livre ( $\leq 1,3\%$ ) e para o teor de água de cristalização (4,2% a 6,2%) estabelecidos pela NBR 13.207 (ABNT, 2017).

Tabela 9. Perdas de massa registrada nos eventos térmicos das curvas TGA/DTG do gesso comercial.

Material	Perdas de massa (%)				
	Água livre	Água de cristalização	Carbono fixo	Perda de massa total	Cinzas
Gesso comercial	0,803	5,604	0,854	7,260	92,740
Requisitos da NBR 13.207 (ABNT, 2017)	$\leq 1,3$	4,2 a 6,2	-	-	-

Fonte: (A AUTORA, 2023).

O teor da água de cristalização demonstra a condição de calcinação da gipsita e por consequência a composição do gesso (gipsita, hemi-hidratos e anidritas). Teores acima de 6,2% podem indicar a presença de matéria não calcinada e abaixo de 4,2% pode ser um indício de matéria super calcinada (FERREIRA, 2017).

Jonh e Cincotto (2007) propuseram uma hipótese simplificada, de caráter qualitativo, para a determinação dos constituintes do gesso com base no teor de

água combinada (água de cristalização). Se  $H_2O_{\text{cristalização}} < 6,2\%$ , há anidrita e hemi-hidrato; se  $H_2O_{\text{cristalização}} > 6,2\%$ , há gipsita e hemi-hidrato e se  $H_2O_{\text{cristalização}} = 6,2\%$ , há somente hemi-hidrato. Assim sendo, o teor água de cristalização igual a 5,604% (<6,2%) (ver Tabela 9), indica que no gesso analisado não há gipsita, apresentando em sua constituição somente hemi-hidrato e anidrita. Esta composição é confirmada pela presença de bassanita e anidrita na análise por DRX. Com base nas perdas de massa apresentadas nos termogramas da Figura 29 e na Tabela 9 foram determinados os teores de di-hidrato e hemi-hidrato para o gesso comercial, conforme apresentados na Tabela 10. Estes valores apresentados foram compatíveis com os encontrados na literatura (JOHN; CINCOTTO, 2007; PINHEIRO, 2011).

Tabela 10. Teores de di-hidratos e hemi-hidratos presentes no gesso comercial.

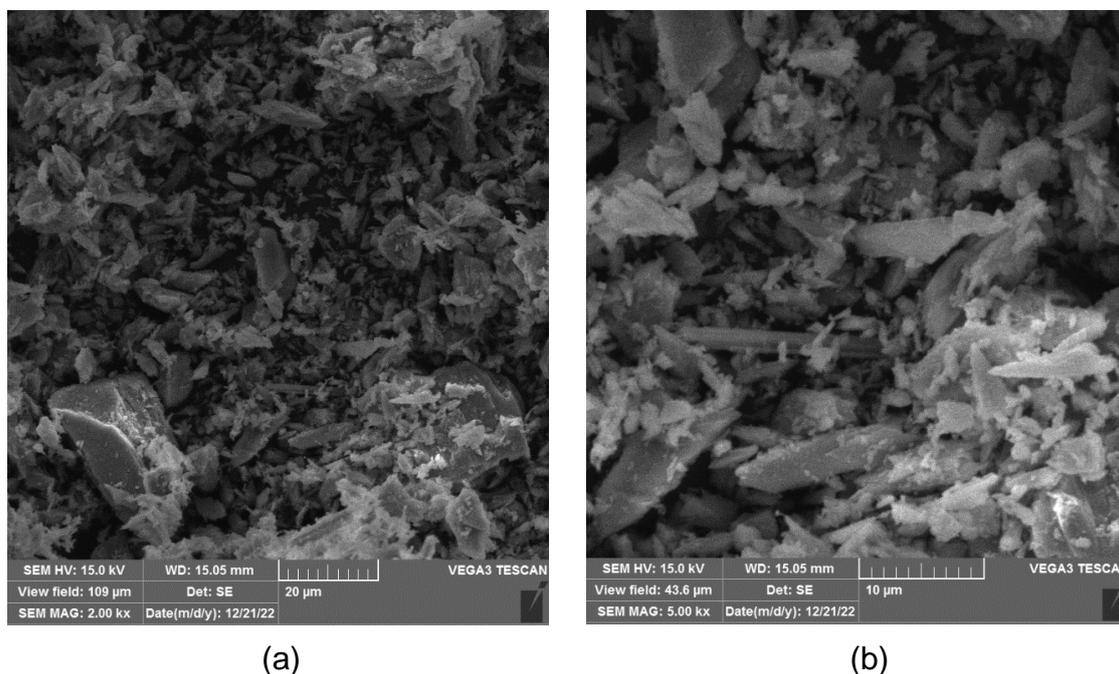
Material	Teores (%)		
	Di-hidrato ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ )	Hemi-hidrato ( $CaSO_4 \cdot 0,5H_2O$ )	Outros
Gesso comercial	0,00	90,38	9,62

Fonte: (A AUTORA, 2023).

As análises morfológicas dos cristais de gesso foram realizadas por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) através do Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JSM 6610LV. As amostras em pó foram pulverizadas sobre a fita de carbono e recobertas por uma fina camada de ouro. As imagens foram obtidas utilizando detector de elétrons secundário (SE) e tensão 15 kV.

A Figura 30 mostra as características microestruturais do gesso em pó, em diferentes ampliações. A observação microscópica dos cristais do hemi-hidrato  $\beta$  registou cristais pequenos com orientação variada, forma alongada aciculares e diferentes tamanhos com uma superfície heterogênea. Morfologicamente semelhantes aos descritos por Lewry e Williamson (1994a) para os cristais do hemi-hidrato  $\beta$ .

Figura 30. Micrografia do gesso de construção: (a) ampliação (500x) e (b) ampliação (2.200x).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

## 4.2.2 Métodos

### 4.2.2.1 Projeto composto central (PCC)

O projeto composto central (PCC) foi elaborado utilizando o *software Design Expert, Stat Ease®* versão 13 e foi aplicado para investigar os efeitos dos parâmetros de conformação nas propriedades do GCP. Três fatores numéricos foram usados: pressão de conformação (P), massa conformada (M) e relação água/gesso (X). Os níveis mínimo e máximo de P e X foram estabelecidos considerando dados da literatura (KANNO, 2009; CÔRTE REAL, 2009; ZHOU *et al.*, 2015). Os níveis de M, por sua vez, foram determinados a partir de experimentos preliminares, de modo a obter corpos de prova prismáticos com comprimento de 160 mm, largura de 40 mm e espessuras próximas de 40 mm.

Conceitualmente o PCC ou (em estrela) consiste em um projeto fatorial completo ( $2^k$ ) ou um projeto fatorial fracionário, associado a pontos axiais e pontos centrais (MONTGOMERY, 2013). Os pontos axiais ( $\alpha$ ) do PCC dependem do número de variáveis e foram calculados por ( $\alpha = \sqrt[4]{2^k}$ ) (NOVAES *et al.*, 2017) para

garantir a rotacionabilidade. Segundo Perázio (2010), a rotacionabilidade propicia variâncias idênticas para pontos situados à mesma distância do centro, em qualquer direção. Os valores de alfa ( $\alpha$ ) compreendem a distância entre cada ponto axial, conhecido por ponto estrela, e estão além dos níveis inferior e superior para os fatores. Os níveis mínimo e máximo para as três variáveis independentes analisadas e os pontos axiais são mostrados na Tabela 11.

Tabela 11. Fatores e os níveis para o projeto composto central (PCC).

Fatores	Níveis				
	- $\alpha$	-1	0	+1	+ $\alpha$
P: Pressão de prensagem (MPa)	1,59	5	10	15	18,41
M: Massa da mistura (g)	281,82	350	450	550	618,18
X: Relação a/g	0,17	0,18	0,20	0,22	0,23

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Foram elaborados dois projetos PCC, sem retardador (SR) e com retardador (R). Para o grupo com retardador (R) foi utilizado o teor de 0,05% de aditivo retardador, citrato de sódio, em relação à massa do gesso.

O planejamento em blocos consiste em um procedimento que tem a finalidade de eliminar o efeito de um ou mais fatores em que não há interesse de estudo no resultado do experimento. Assim, é possível alcançar condições mais homogêneas para a realização dos experimentos, aumentando a precisão, ou seja, os efeitos dentro de cada bloco (CARPINETTI, 2009). Como as amostras, neste trabalho, foram conformadas em dias diferentes foram inseridos dois blocos. Neste caso, foram removidas da análise, matematicamente, qualquer interferência causada pela variação diária.

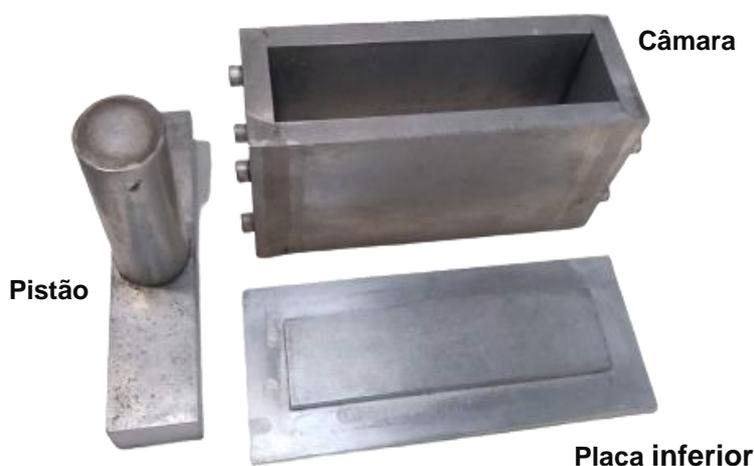
As seguintes propriedades compreenderam as respostas experimentais do projeto: espessura ( $t$ ), porosidade ( $\eta$ ), módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ), resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) e resistência à compressão ( $R_c$ ) de corpos de prova prismáticos. A matriz experimental do projeto composto central e as respostas experimentais para as diferentes séries dos grupos SR e R são apresentadas na Tabela 12. A densidade aparente (Tabela 12) foi calculada para determinação da porosidade (ver 3.2.2.3, Capítulo 3), portanto, não foi considerada

com resposta experimental do projeto. Os experimentos foram randomizados, produzidos de forma aleatória e realizados em 20 séries (ver Tabela 12).

#### 4.2.2.2 Preparação das amostras

Para a conformação dos corpos de prova prensados foi desenvolvida uma matriz de compactação com dimensões iguais a  $(40 \times 80 \times 160) \text{ mm}^3$ , composta por uma placa inferior, uma câmara e um pistão (Figura 31).

Figura 31. Matriz de compactação.



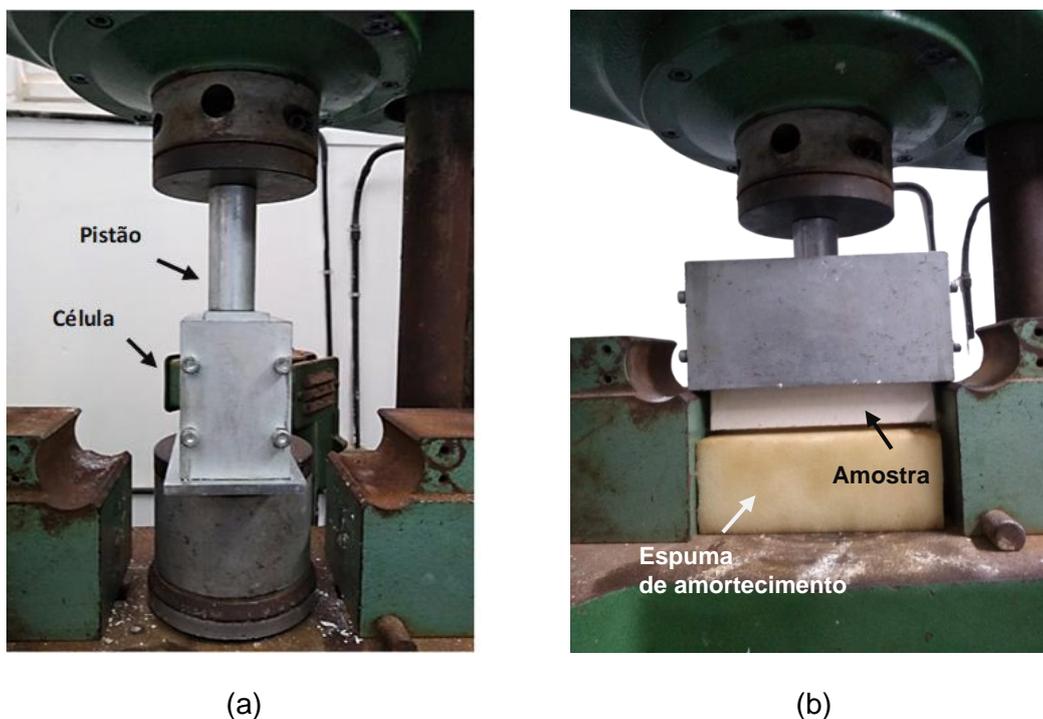
Fonte: (A AUTORA, 2023).

Os corpos de prova foram preparados com as seguintes etapas: a) homogeneização da matéria-prima (gesso e água), em misturador mecânico planetário, em baixa rotação ( $62 \pm 5$ ) rpm, por 1 min, seguida de um intervalo de 30s de homogeneização manual, e 30s finais de homogeneização mecânica; b) preenchimento da matriz com a massa homogeneizada, c) nivelamento por intermédio de um nível de bolha e d) conformação do gesso sob pressão.

A conformação sob pressão da massa homogeneizada foi realizada em uma prensa eletro-hidráulica universal, com capacidade de 30 toneladas (Figura 32a). As amostras foram conformadas por pressão uniaxial, com controle da taxa de deslocamento do pistão em aproximadamente 1 mm/s, até atingir a carga máxima de estudo (5, 10 ou 15 MPa). Esta pressão foi mantida por 1 min, após a desmoldagem (Figura 32b), as amostras foram mantidas em sacos plásticos herméticos por 72 horas (3 dias) para a cura, e posteriormente, foram mantidas em

estufa à 45 °C, até a estabilização de massa. O mesmo procedimento foi realizado para ambas as séries, sem retardador (SR) e com retardador (R).

Figura 32. Procedimento de confecção dos corpos de prova: (a) conformação sob pressão e (b) desmoldagem.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

O tempo de preparação da massa, entre o instante em que o pó de gesso entra em contato com a água, englobando, o processo de mistura, o preenchimento da matriz e o nivelamento até o início da prensagem variou entre 10 a 15 min. O processo completo para a conformação de cada amostra, incluindo a prensagem e a desmoldagem até a acomodação das amostras em sacos plásticos herméticos (cura) totalizou 35 a 40 min.

Considerando a necessidade de uma compactação antes do início da pega do gesso, foi realizado um estudo de amostra com e sem a presença de aditivo retardador de pega. Além disso, para ambos os grupos foi realizado um monitoramento da temperatura, com auxílio de um termômetro digital infravermelho. A massa da pasta monitorada corresponde às massas conformadas das séries em estudo (ver Tabela 12).

Tabela 12. Matriz do projeto composto central: níveis dos fatores e respostas experimentais.

Séries	Block	Níveis dos fatores*			Respostas experimentais												
		P (MPa)	M (g)	X	t (mm)		$\eta$ (%)		E (GPa)		R <sub>t</sub> (MPa)		R <sub>c</sub> (MPa)		$\rho_{ap}$ (g/cm <sup>3</sup> )		
					SR <sup>d</sup>	R <sup>e</sup>	SR	R	SR	R	SR	R	SR	R	SR	R	
1	1	<sup>c</sup> (-1) 5	(+1) 550	(+1) 0,22	49,89	42,78	32,82	22,51	9,24	19,85	3,89	19,12	8,86	39,37	1,56	1,83	
2 <sup>a</sup>	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	38,51	33,65	28,28	19,11	14,13	22,86	10,39	23,29	17,26	51,24	1,67	1,91	
3 <sup>a</sup>	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	37,29	33,44	25,60	18,98	15,23	22,95	11,95	23,76	23,54	48,01	1,73	1,92	
4	1	(-1) 5	(+1) 550	(-1) 0,18	54,00	44,80	35,77	24,31	8,34	17,88	4,36	15,47	7,04	33,04	1,50	1,79	
5	1	(+1) 15	(-1) 550	(-1) 0,18	47,94	40,73	29,35	17,27	12,82	24,33	6,86	20,71	13,69	57,33	1,66	1,96	
6	1	(+1) 15	(-1) 350	(-1) 0,18	28,67	25,66	24,37	16,96	17,09	24,48	13,96	27,78	25,96	50,00	1,77	1,97	
7	1	(-1) 5	(-1) 350	(-1) 0,18	29,40	28,22	26,12	23,71	15,24	18,31	12,85	17,00	29,03	33,49	1,72	1,81	
8	1	(+1) 15	(+1) 550	(+1) 0,22	44,40	36,51	26,00	16,48	15,58	22,58	9,24	18,28	22,26	57,37	1,73	1,98	
9 <sup>a</sup>	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	38,45	33,56	28,35	19,16	13,88	22,90	9,33	22,29	17,32	51,97	1,68	1,91	
10 <sup>a</sup>	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	37,16	33,74	26,76	19,21	15,82	22,76	12,30	22,78	21,49	54,68	1,73	1,91	
11	1	(-1) 5	(-1) 350	(+1) 0,22	30,84	27,01	32,76	22,69	12,63	20,23	6,36	20,04	10,86	37,21	1,59	1,83	
12	1	(+1) 15	(-1) 350	(+1) 0,22	27,69	23,15	25,23	17,10	15,76	21,46	10,55	20,61	24,57	42,25	1,77	1,96	
13 <sup>b</sup>	2	(-1,68) 1,59	(0) 450	(0) 0,20	46,67	39,57	40,96	30,70	5,94	12,65	2,86	9,43	4,22	18,39	1,38	1,64	
14 <sup>b</sup>	2	(0) 10	(-1,68) 281,82	(0) 0,20	24,08	20,97	28,80	19,81	12,99	22,02	8,37	17,40	16,26	43,72	1,68	1,90	
15 <sup>a</sup>	2	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	37,84	33,61	27,13	19,19	14,61	22,90	10,95	22,59	17,20	48,07	1,70	1,91	
16 <sup>a</sup>	2	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	37,26	33,66	25,71	19,31	15,67	22,79	12,33	21,64	22,13	49,39	1,73	1,91	
17 <sup>b</sup>	2	(+1,68) 18,41	(0) 450	(0) 0,20	36,48	31,12	25,25	15,31	15,87	24,92	11,98	18,27	19,83	53,04	1,75	2,00	
18 <sup>b</sup>	2	(0) 10	(0) 450	(-1,68) 0,17	40,63	34,81	29,87	19,86	11,92	20,83	7,60	18,89	15,35	41,47	1,63	1,90	
19 <sup>b</sup>	2	(0) 10	(0) 450	(+1,68) 0,23	37,24	30,46	27,91	19,12	13,35	20,48	5,72	17,24	17,49	36,39	1,70	1,91	
20 <sup>b</sup>	2	(0) 10	(+1,68) 618,18	(0) 0,20	53,38	46,53	28,93	18,92	13,34	22,78	7,98	21,34	15,66	57,45	1,66	1,91	
Mínimo	-	(-1) 5	(-1) 350	(-1) 0,18	24,1	20,97	24,37	15,3	5,94	12,6	2,86	9,43	4,22	18,4	1,38	1,64	
Máximo	-	(+1) 15	(+1) 550	(+1) 0,22	54,0	46,53	40,96	30,7	17,1	24,9	13,96	27,8	29,0	57,4	1,77	2,00	
GCC-SR <sup>f</sup>		---	---	0.62	40,4 ± 0,04	50,9 ± 0,44	7,2 ± 0.10	5,6 ± 0,90	12,2 ± 1,34	1,16 ± 0,01							
GCC-R <sup>g</sup>		---	---	0.62	41,0 ± 0,55	50,4 ± 1,04	6,3 ± 0,43	4,5 ± 0,10	9,2 ± 0,62	1,16 ± 0,02							

Obs.: <sup>a</sup>Pontos centrais; <sup>b</sup>Pontos axiais, <sup>c</sup>Os níveis codificados estão entre parênteses; SR<sup>d</sup>= sem retardador e R<sup>e</sup>= com retardador; GCC-SR<sup>f</sup> = gesso conformado por método convencional, sem retardador e GCC-R<sup>g</sup> = gesso conformado por método convencional, com retardador. P = Pressão de conformação; M = Massa conformada e X = Relação água/gesso.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Para comparação, corpos de prova de gesso foram produzidos por conformação convencional (sem pressão), utilizando o procedimento descrito na NBR 12.128 (ABNT, 2019). Estes procedimentos estão descritos no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.2).

#### 4.2.2.3 *Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas*

A determinação da espessura ( $t$ ) e da porosidade ( $\eta$ ) dos corpos de prova foi realizada, de acordo com os procedimentos descritos no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.3). A preparação das amostras para a determinação da densidade real, utilizada no cálculo da porosidade, utilizou-se de um moinho planetário de bolas, com potes (250 ml) e esferas de zircônia (20 unidades) e de um almofariz com pistilo de porcelana, como auxiliar da moagem. As amostras foram moídas entre 30 a 40 min, em uma frequência de 30 Hz. Após a moagem o material foi passado em peneira com malha de 150  $\mu\text{m}$  e secas em estufa à 45 °C, até massa constante.

O módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) dos corpos de prova foram obtidos, conforme equipamentos e procedimentos descritos no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.3). Os ensaios de resistência à tração na flexão ( $R_t$ ), em três pontos, e de resistência à compressão ( $R_c$ ) foram realizados em uma máquina de ensaio universal INSTRON da marca EMIC, com capacidade máxima de 300 kN, com velocidade de 2 mm/min. Para os ensaios de resistência à tração na flexão em três pontos foi utilizado uma distância entre os apoios de 100 mm, uma célula de carga de 50 N e velocidade de 2 mm/min. No ensaio de resistência à compressão foi utilizada a célula de carga de 300 kN, com velocidade de 2 mm/min. Ambos os ensaios foram realizados seguindo os procedimentos descritos na NBR 13.279 (ABNT, 2005).

De forma complementar, micrografias de amostras extraídas de corpos de prova de gesso foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio eletrônico JEOL JSM 6610LV. As amostras extraídas dos corpos de prova do GCP que apresentaram maiores resistências, de ambas as séries, SR e R, bem como dos corpos de provas de GCC, foram revestidas com ouro para análise no microscópio.

#### 4.2.2.4 Análise estatística

Os resultados experimentais do projeto foram analisados por intermédio do software *Design Expert*®, versão 13. A correlação linear entre as variáveis, equação (11), foi o primeiro parâmetro analisado.

$$r = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})}{s_x} \cdot \frac{(y_i - \bar{y})}{s_y} \quad (11)$$

Em que,  $r$  é a correlação linear entre as variáveis  $X$  e  $y$ .  $X_i$  e  $y_i$  são os  $i$ ésimos valores das variáveis  $X$  e  $y$ , respectivamente.  $\bar{X}$  e  $\bar{y}$  são as médias dos valores  $X$  e  $y$ , respectivamente.  $s_x$  e  $s_y$  são os desvios padrão dos valores  $X$  e  $y$ , respectivamente, e  $N$  é o número de pares  $X$  e  $y$ .

Devido a presença de curvaturas identificadas no uso do projeto fatorial completo ( $2^k$ ) no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.3) optou-se, neste estudo, pelo projeto composto central (PPC), que utiliza um modelo polinomial de segunda ordem equação (12) para ajustar os dados experimentais (NOVAES *et al.*, 2017).

$$\hat{y} = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 \quad (12)$$

Em que,  $\hat{y}$  é o valor previsto para a resposta experimental,  $\beta_0$  é intersecção da superfície de resposta,  $\beta_j$ ,  $\beta_{ij}$  e  $\beta_{jj}$  são os coeficientes do modelo,  $x_i$  e  $x_j$  são os níveis dos fatores.

O projeto composto central (PPC) consiste em um planejamento para ajuste de funções quadráticas e possibilitam uma melhor descrição do comportamento dos dados mesmo na presença de curvatura (NOVAES *et al.*, 2017). A redução dos modelos de segunda ordem foi realizada usando o método de eliminação *Backward* e o critério de informação de Akaike (AIC) (MONTGOMERY; RUNGER, 2018). Os valores de  $R^2$ ,  $R_{adj}^2$  e  $R_{pred}^2$  e as significâncias das faltas de ajuste dos modelos para ( $\alpha = 0,05$ ) foram utilizados para avaliação da qualidade de ajuste dos modelos. A análise da distribuição dos resíduos foi utilizada para verificação da normalidade dos dados e para tomada de decisão quanto à aplicação de transformações não lineares e eliminação de valores espúrios.

## 4.3 RESULTADOS

### 4.3.1 Espessura

As espessuras ( $t$ ) dos corpos de prova variaram de 24,1 mm a 54,0 mm para o grupo SR (sem retardador) e de 21,0 mm a 46,5 mm para o grupo R (com retardador) (ver Tabela 12). Para ambos os grupos, os resultados mostraram que há forte correlação linear entre a espessura ( $t$ ) e a massa conformada (M) (ver Tabela 13 e 14).

Tabela 13. Correlação linear (r) entre variáveis para a série SR (sem retardador).

Variáveis	P	M	X	$t$ (mm)	$\eta$ (%)	E	$R_t$	$R_c$
$t$ (mm)	-0,263	<b>0,936</b>	-0,104	1,0000				
$\eta$ (%)	-0,843	0,228	-0,085	0,549	1,0000			
E (GPa)	0,711	-0,489	0,105	-0,687	<b>-0,949</b>	1,0000		
$R_t$ (MPa)	0,379	-0,535	-0,246	-0,649	-0,859	0,904	1,0000	
$R_c$ (MPa)	0,800	-0,367	0,08	-0,647	-0,951	0,942	0,871	1,0000

Fonte (A AUTORA, 2023).

Tabela 14. Correlação linear (r) entre variáveis para a série R (com retardador).

	P	M	X	$t$ (mm)	$\eta$ (%)	E	$R_t$	$R_c$
$t$ (mm)	-0,280	<b>0,939</b>	-0,156	1,0000				
$\eta$ (%)	-0,925	0,037	-0,065	0,298	1,0000			
E (GPa)	0,783	-0,039	0,037	-0,192	<b>-0,891</b>	1,0000		
$R_t$ (MPa)	0,507	-0,181	-0,094	-0,331	-0,722	0,700	1,0000	
$R_c$ (MPa)	0,750	0,29	-0,038	0,047	-0,893	0,859	0,722	1,0000

Fonte: (A AUTORA, 2023).

O modelo quadrático apresentou melhor ajuste para os resultados (ver Equações 13 e 14).

$$t_{SR} = -40,91 - 0.625P + 0.218M + 180,90X - 0.0019PM - 0.507M + 0.050P^2 \quad (13)$$

$$t_R = -66,99 + 2.070P + 0.194M + 467,52X - 0.0085PM - 4.375PX - 0.158MX + 0.0217P^2 - 0,000086M^2 - 1040,373X^2 + 0,000008PM^2 \quad (14)$$

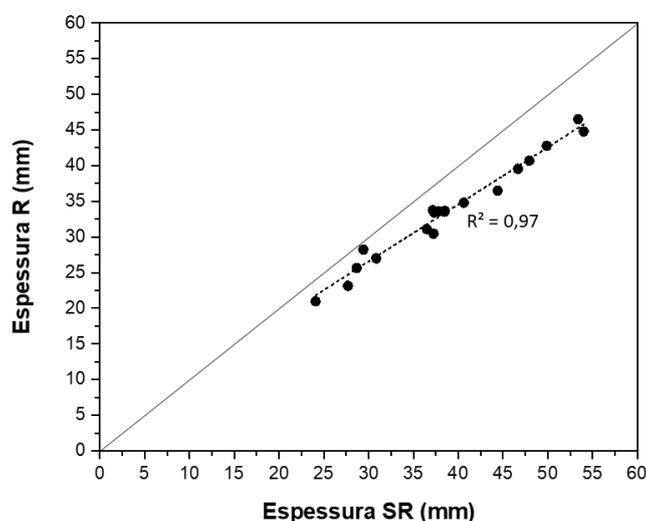
Em que,  $t_{SR}$  e  $t_R$  são as espessuras previstas para os grupos sem retardador e com retardador, respectivamente. P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão, massa conformada e relação água/gesso.

As espessuras dos corpos de prova para o grupo SR e R podem ser estimadas usando a equação (13) ( $R^2= 0,99$ ,  $R_{adj}^2= 0,98$ ) e equação (14) ( $R^2= 0,99$ ,  $R_{adj}^2= 0,99$ ), respectivamente. O controle da espessura de peças produzidas em escala industrial pode ser realizado com o controle da pressão, massa, relação a/g para misturas com ou sem retardador usando as equações.

A análise estatística mostrou que todos os fatores, pressão (P), massa conformada (M) e relação a/g (X), afetaram de forma significativa ( $\alpha= 0,05$ ) a espessura, para ambos os grupos SR e R. Em ambos os casos houve uma predominância do fator massa conformada na influência da espessura, como o esperado. Observou-se que os efeitos dos fatores analisados influenciaram com maior intensidade o grupo R, comparativamente. Este fato pode ser comprovado pelo efeito de segunda ordem para todos os fatores estudados, e para a interação entre P e M, para o grupo R. Enquanto para o grupo SR foi identificado um efeito de segunda ordem, apenas para P.

Os resultados apontaram que a presença do retardador tende a facilitar a mobilidade dos grãos de gesso durante a compactação contribuindo para os efeitos da água como lubrificante sendo elemento importante a ser considerado no controle e redução da espessura. A Figura 33 mostra que as espessuras da série R são menores que da série SR, observa-se que essa diferença tende a ampliar à medida que ocorre o aumento da espessura.

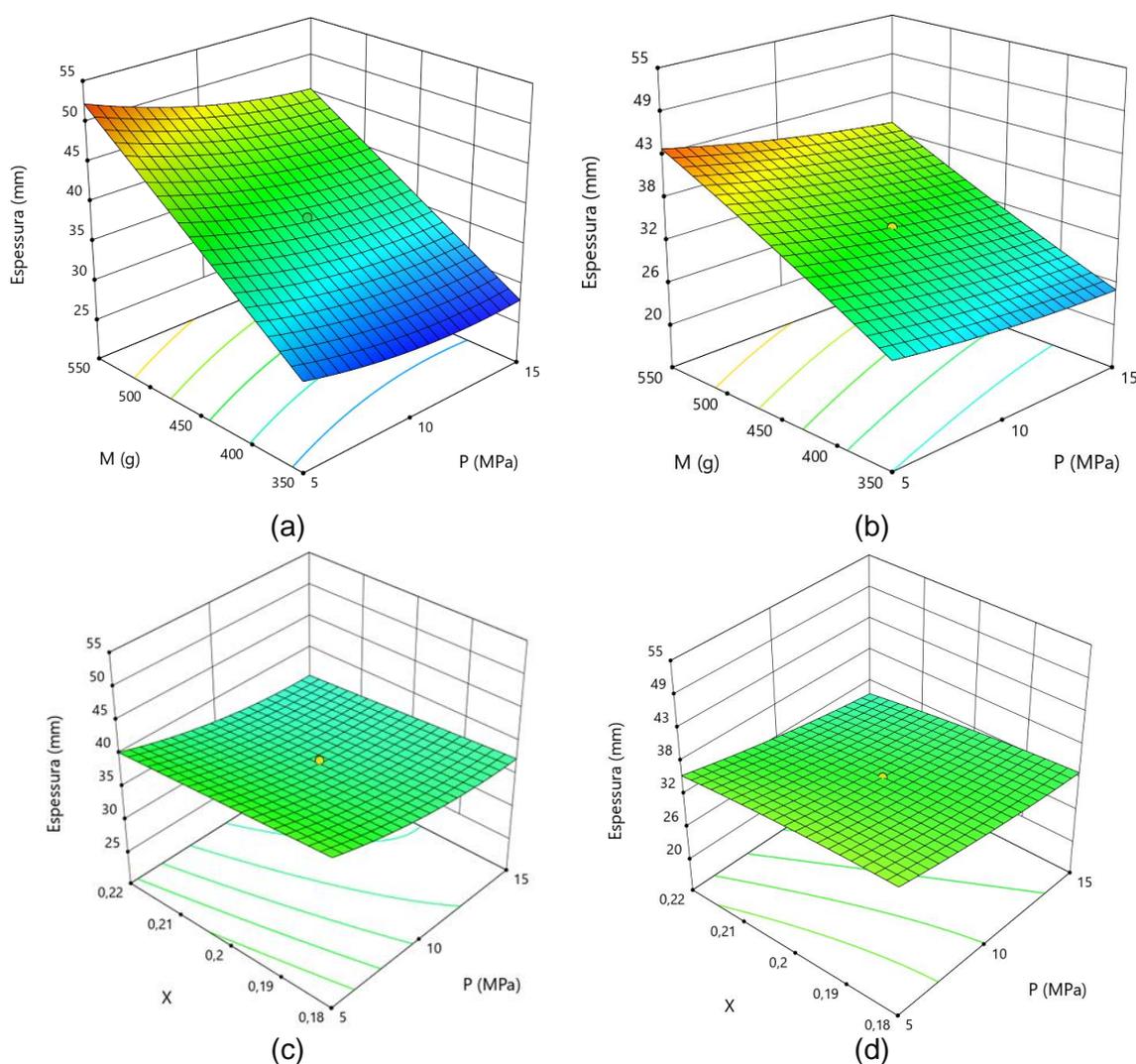
Figura 33. Correlação entre as espessuras das séries R e SR.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Estes resultados evidenciam a contribuição do aditivo retardador na eficiência do processo de compactação dos grãos de gesso, considerando o intervalo e as condições de conformação analisadas. A análise dos resultados mostra que para condições controladas de prensagem e de hidratação, todos os fatores foram importantes para controlar a espessura das amostras conformadas sob pressão, em ambos os grupos SR e R. A Figura 34 apresenta o gráfico da superfície de resposta para os grupos SR e R.

Figura 34. Superfície de resposta para a espessura: (a) grupo SR (sem retardador), para  $*X= 0,20$  e (b) grupo R (com retardador), para  $X= 0,20$ , (c) grupo SR (sem retardador), para  $**M= 450$  e (d) grupo R (com retardador), para  $**M= 450$ .



$*X= 0,20$  (relação a/g no ponto central);  $**M= 450$  (massa conformada no ponto central).

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Estes resultados apontam que a presença do retardador contribuiu para uma melhor compactação dos grãos ao garantir a aplicação da pressão antes do início da pega do gesso, potencializando, assim, o efeito da água como lubrificante, facilitando a aproximação entre os grãos durante a prensagem. Desta forma, é possível observar que a presença do retardador ao permitir melhor compactação dos grãos refletiu na redução da média da espessura dos corpos de prova conformados sob pressão do grupo R.

### 4.3.2 Porosidade

As porosidades dos corpos de prova variaram de 24,4% a 40,96% para o grupo SR (sem retardador) e de 15,3% a 30,7 % para o grupo R (com retardador) (ver Tabela 12). Estes valores são significativamente inferiores aos obtidos para os corpos de prova conformados pelo método convencional (GCC) (ver Tabela 12), confirmando a eficiência do método de conformação sob pressão na redução da porosidade do gesso. As porosidades dos corpos de prova sem retardador e com retardador podem ser estimadas usando a equação (15) ( $R^2 = 0,91$ ,  $R^2_{adj} = 0,89$ ) e equação (16) ( $R^2 = 0,99$ ;  $R^2_{adj} = 0,99$ ), respectivamente.

$$\eta_{SR} = 40.18 - 2.796P + 0.0106M + 0.1038P^2 \quad (15)$$

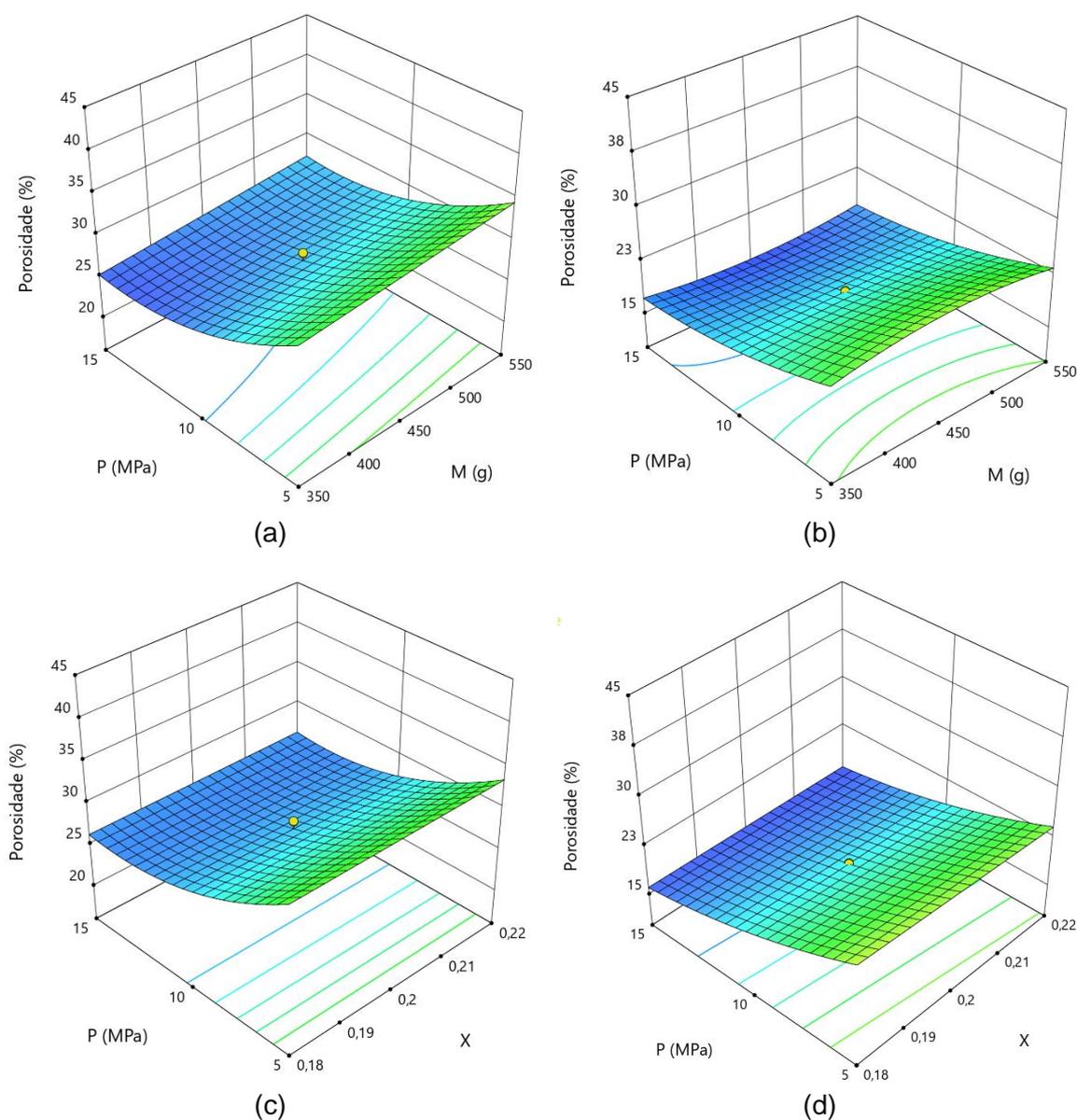
$$\eta_R = -27.90 + 3.248P + 0.2918M + 0.336X - 0.025PM + 2.720PX - 0.107MX + 0.0518P^2 - 0,000298M^2 + 0,000028PM^2 \quad (16)$$

Em que,  $\eta_{SR}$  e  $\eta_R$  são as porosidades previstas para os grupos sem retardador e com retardador, respectivamente. P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão e relação água/gesso.

Apenas P e M tiveram efeito significativo ( $\alpha = 0,05$ ) sobre a porosidade das amostras do grupo SR e não houve efeito significativo da interação entre os fatores, para este grupo. Para o grupo R, os fatores P e X apresentaram efeito significativo ( $\alpha = 0,05$ ) e M foi acrescentado à equação (16) para atender a hierarquia, uma vez que houve interação significativa ( $\alpha = 0,05$ ) entre a pressão e a massa e entre a pressão e a relação a/g.

A Figura 35 apresenta as superfícies de resposta da porosidade, para  $X=0,20$  (relação a/g no ponto central) e para  $M = 450$  g (massa conformada no ponto central), respectivamente. Nesta figura é possível identificar que a porosidade reduz com o aumento da pressão para ambos os grupos SR e R. Os resultados apontam que é possível alcançar reduções ainda maiores da porosidade para maiores valores de pressão de compactação.

Figura 35. Superfície de resposta das amostras para a porosidade: (a) grupo SR (sem retardador), para  $X=0,20$  e (b) grupo R (com retardador), para  $X=0,20$ , (c) grupo SR (sem retardador), para  $M=450$  e (d) grupo R (com retardador), para  $M=450$ .



\* $X=0,20$  (relação a/g no ponto central); \*\* $M=450$  (massa conformada no ponto central)

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Para  $X=0,20$  no grupo SR (Figura 35a) o aumento de  $M$  provoca o aumento da porosidade, independentemente da pressão aplicada. Observa-se os menores valores para a porosidade no canto inferior esquerdo do gráfico, o qual corresponde a altos valores de pressão de compactação e menores valores de massa. Em paralelo, os maiores valores para a porosidade estão no canto superior direito do gráfico, o qual compreende elevados valores para a massa e menores para a pressão (Figura 35a).

Para  $X=0,20$  no grupo R (Figura 35b) a curvatura acentuada no eixo  $M$  evidencia os efeitos de segunda ordem para a massa, presente na equação (16). Para  $P=5$  MPa observa-se a influência positiva da massa, provocando, levemente, o aumento da porosidade, enquanto que, para  $P=15$  MPa o aumento da massa provoca, levemente, a redução da porosidade (Figura 35b). Constatou-se que, neste caso do grupo R, os menores valores para a porosidade estão na porção central esquerda do gráfico, o qual corresponde a altos valores de pressão e ao ponto médio da massa.

Para  $M=450$  g no grupo SR (Figura 35c) observou-se que a relação água/gesso não apresentou influência estatisticamente significativa para a porosidade dos corpos de prova, independentemente, da pressão aplicada, como visto na equação (15). Por outro lado, verificou-se que a porosidade dos corpos de prova do grupo R para  $M=450$  g (Figura 35d) reduz, levemente, com o aumento da relação água/gesso, independentemente, da pressão aplicada.

É evidente a redução significativa da porosidade do grupo R (Figura 35b e 35d) em comparação com o grupo SR (Figura 35e 35c). Comprovando a função e eficiência do retardador como lubrificante e facilitador da mobilidade dos grãos durante a compactação, contribuindo para o aumento da compacidade (densidade aparente) do GCP e por consequência na redução da porosidade. Estes resultados mostraram que além de retardar a pega, permitindo uma compactação antes do início da pega do gesso, o retardador assumiu, também, a função de lubrificante.

As curvaturas nos gráficos evidenciaram que os modelos contêm termos quadráticos estatisticamente significativos. O efeito de segunda ordem para a massa foi identificado, apenas, para o grupo R (ver equação 16). Este resultado demonstrou que o retardador ao agir como um lubrificante funcionou como um atenuador do atrito entre as partículas e entre estas e as paredes da matriz de

compactação, durante a conformação. Assim sendo, ao favorecer a compressibilidade dos pós houve um melhor aproveitamento da pressão de compactação aplicada a massa, contribuindo para o aumento das forças interatômicas de ligação (forças de adesão), conforme afirma Moraes (2022). Tornando a pressão e a massa fatores importantes na compactação do gesso conformado sob pressão e redução da porosidade, o que justifica os efeitos de segunda ordem observados para a massa no grupo R.

Os efeitos de segunda ordem para a pressão observados para ambos os grupos SR e R (ver equações 15 e 16), também, podem ser explicados pela teoria da compactação de sistemas cerâmicos particulados que estabelece três estágios de compactação (AMORÓS ALBARO, 2000b; AMORÓS ALBERO, 2000a):

a) Estágio I (baixa pressão): a aproximação das partículas ocorre sem deformar ou destruir aglomerados ou partículas, início de redução da porosidade intergranular.

b) Estágio II (pressão moderada): responsável pela maior parte da compactação; os aglomerados mais fracos de partículas são destruídos e a área de contato entre as partículas aumenta; a porosidade intragranular permanece inalterada e apenas se observam reduções no volume e tamanho dos poros intergranulares.

c) Estágio III (alta pressão): o aumento da pressão provoca a destruição de aglomerados mais fortes e a porosidade intergranular se torna teoricamente nula; partículas porosas fraturam e a redução da porosidade é alcançada eliminando a porosidade intragranular.

Para as pastas de gesso, devemos considerar que o sistema é composto pelo material granular (gesso em pó) e água, e que a água funciona inicialmente como lubrificante, facilitando a organização das partículas durante a prensagem (SOUZA, 2005). No caso grupo R, além da água, o retardador, também, apresenta a função de lubrificante. Então, a água da conformação, que faz com que os vazios intergranulares permaneçam no estágio II, funciona como um reagente para a formação do di-hidrato. Se a pega do gesso acontece antes da prensagem, parte da água que funcionaria como lubrificante se combina com o hemi-hidrato, reduzindo a lubrificação. Além disso, aglomerados de di-hidrato formados prejudicam o empacotamento durante a prensagem. Assim, em pastas de gesso

prensadas, deve-se considerar o nível de pressão aplicado e o momento da prensagem em relação ao tempo de início de pega.

Os resultados mostraram que o monitoramento do calor de hidratação foi uma alternativa importante, principalmente, para o grupo SR (sem retardador). Considerando a tentativa de garantir que parte da água não fosse consumida nas reações de hidratação do gesso antes da compactação, e possa, então, ter atuado como lubrificante, durante a prensagem. No caso do grupo R (com retardador), além do monitoramento do calor de hidratação, o uso do aditivo retardador garantiu a aplicação da pressão de compactação antes do início das reações de hidratação. Neste caso, além da água, não consumida nas reações de hidratação do gesso, o retardador, também, funcionou como lubrificante, favorecendo à ação das forças de adesão das partículas no processo de compactação do gesso. Assim sendo, foi possível uma adequada aproximação das partículas, e uma redução adequada do teor de poros, facilitando o empacotamento dos grãos e a redução da porosidade.

O contato superficial das partículas tem importância relevante nas características físicas do compactado. Isto porque, quanto maior a área de contato das partículas, maior será à ação das forças de adesão, com consequência na resistência do compactado (MORAES, 2022).

#### 4.3.3 Propriedades mecânicas

O módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) dos corpos de prova variou de 5,9 a 17,1 GPa para o grupo SR, e de 12,6 a 24,9 GPa para o grupo R. Estes valores são predominantemente mais elevados que os obtidos para os corpos de prova do GCC (ver Tabela 12). O módulo de elasticidade dinâmico dos corpos de prova dos grupos SR e R podem ser estimados usando as Equações (17) ( $R^2= 0,91$ ,  $R_{adj}^2= 0,86$ ) e (18) ( $R^2= 0,99$ ,  $R_{adj}^2= 0,99$ ), respectivamente.

$$E_{SR} = -81.35 + 1.438P - 0.0127M + 901.12X - 0,047P^2 - 2195,66X^2 \quad (17)$$

$$E_R = -86,37 + 3,0516P + 0,00985M + 900,74X + 0,000734PM - 12,27PX - 0,0242P^2 - 0,000017M^2 - 1969,24X^2 \quad (18)$$

Em que,  $E_{SR}$  e  $E_R$  são os módulos de elasticidade dinâmico previstos para os grupos sem retardador e com retardador, respectivamente. P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão, massa e relação água/gesso.

Todos os fatores analisados P, M e X tiveram efeito significativo ( $\alpha = 0,05$ ) sobre o módulo de elasticidade dinâmico para as amostras do grupo SR e R (ver equações 17 e 18). Para o grupo SR não houve efeito significativo da interação entre os fatores, em contrapartida para o grupo R houve interação significativa ( $\alpha = 0,05$ ) entre a pressão e a massa e entre a pressão e a relação a/g (ver equação 18). A Figura 36 apresenta as superfícies de resposta correspondentes ao módulo de elasticidade dinâmico, para  $X = 0,20$  (relação a/g no ponto central) e para  $M = 450$  g (massa conformada no ponto central). Em ambos os grupos SR e R, os maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico foram alcançados a partir da aplicação de elevados valores de pressão, considerando o intervalo estudado. As curvaturas nos gráficos evidenciaram que os modelos contêm termos quadráticos estatisticamente significativos.

Para  $X = 0,20$  no grupo SR (Figura 36a) observaram-se os maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico no canto inferior esquerdo do gráfico, que corresponde a elevados valores de pressão de compactação e menores valores de massa. Em contrapartida, para  $X = 0,20$  no grupo R (Figura 36b) os maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico foram encontrados no canto superior esquerdo do gráfico que coincide com os maiores valores para a pressão e para a massa.

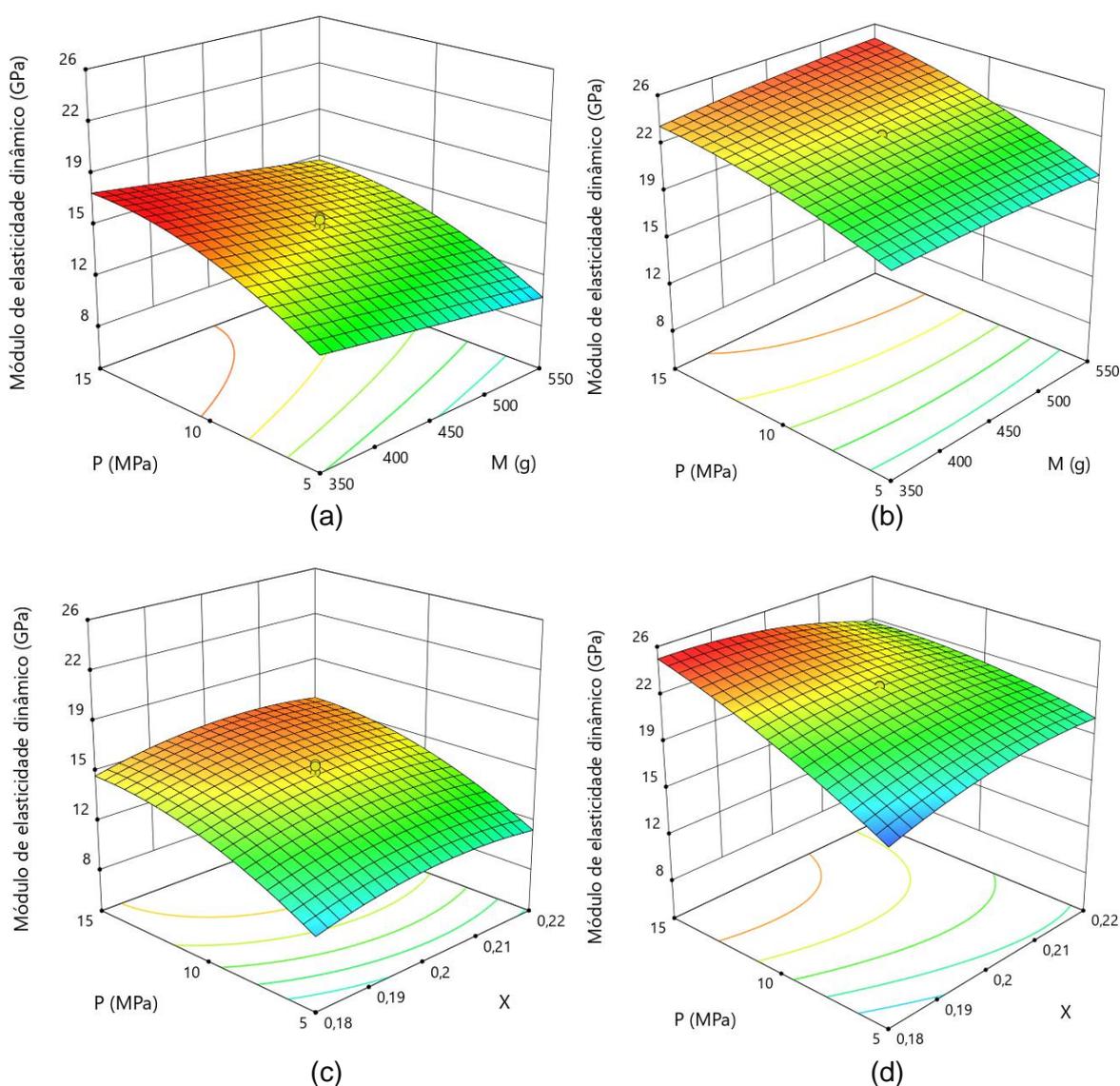
Para  $M = 450$  g no grupo SR (Figura 36c) os maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico foram identificados no canto superior esquerdo do gráfico, que compreende os maiores valores para pressão de compactação e relação água/gesso. Em compensação, para  $M = 450$  g no grupo R (Figura 36d) os maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico foram encontrados no canto inferior esquerdo do gráfico que coincide com os maiores valores para a pressão e menores valores para a relação água/gesso.

A contribuição da massa como fator relevante para o aumento do módulo de elasticidade dinâmico no grupo R (com retardador) (Figura 36a), em detrimento do que ocorre no grupo SR (sem retardador) (Figura 36b) encontram justificativas na hipótese de função dupla assumidas pelo retardador na compactação do gesso.

Além de agir como retardador das reações de hidratação, garantindo a aplicação da pressão antes do início da pega agiu, também, como lubrificante. Neste último caso contribuiu para reduzir as forças de atrito originadas entre as

partículas e entre estas e as paredes da matriz, favorecendo a compressibilidade do gesso durante a compactação. Para Moraes (2022) a lubrificação favorece a compressibilidade dos pós contribuindo para o aumento das forças interatômicas de ligação (forças de adesão).

Figura 36. Superfície de resposta das amostras para o módulo de elasticidade dinâmico: (a) grupo SR (sem retardador), para  $*X = 0,20$ , (b) grupo R (com retardador), para  $*X = 0,20$ , (c) grupo SR (sem retardador), para  $**M = 450$  e (d) grupo R (com retardador), para  $**M = 450$ .



$*X = 0,20$  (relação a/g no ponto central);  $**M = 450$  (massa conformada no ponto central).

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Desta forma, a presença do retardador possibilitou um melhor aproveitamento da pressão de compactação no empacotamento eficiente de valores elevados de massa. No grupo R, a presença do retardador possibilitou alcançar um empacotamento máximo (densidade aparente) das partículas de  $2,00 \text{ g/cm}^3$  para elevados valores de massa e pressão. Para o grupo SR o empacotamento máximo (densidade aparente) das partículas de  $1,77 \text{ g/cm}^3$ , somente, foi possível para elevados valores de pressão e os menores valores de massa. Isto justifica, também, os efeitos de segunda ordem para a massa identificados, apenas, para o grupo R (ver equação 18).

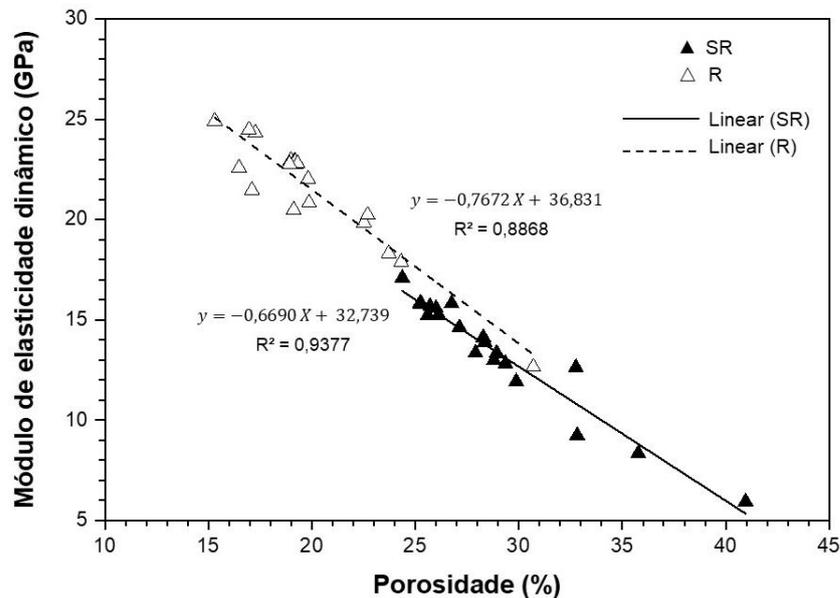
No grupo SR (sem retardador), somente, a água teve a função de lubrificante, então, o pequeno excesso de água, em relação à quantidade estequiométrica ( $a/g=0,18$ ) teve a função de facilitar a aproximação entre os grãos de gesso durante a aplicação da pressão, agindo como um lubrificante, conforme Souza (2005). Isto justifica o aumento do módulo de elasticidade dinâmico com o aumento da relação água/gesso que pode ser visto na Figura 36c.

É possível que no caso do grupo R (com retardador) embora o pequeno excesso de água possa ter auxiliado na lubrificação das partículas durante a compactação, é provável que houve uma predominância do retardador como lubrificante. Isto fez com que os melhores resultados do módulo de elasticidade dinâmico fossem encontrados para valores de relação água/gesso próximos da quantidade estequiométrica ( $a/g=0,18$ ), como mostra a Figura 36d.

As Tabelas 13 e 14 mostraram que existem fortes correlações lineares negativas entre o módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) e a porosidade ( $\eta$ ) para as amostras de ambos os grupos SR e R.

A Figura 37 ilustra as relações lineares existentes entre o módulo de elasticidade dinâmico e a porosidade através do gráfico  $\eta$  versus  $E$  para as amostras dos grupos SR e R. É possível identificar que as amostras do grupo R apresentaram módulo de elasticidade dinâmico, predominantemente, superiores aos das amostras do grupo SR (Figura 37). Concluiu-se que a presença do retardador ao facilitar a mobilidade das partículas, reduzindo as forças de atrito possibilitou um melhor empacotamento das partículas provocando a redução da porosidade e aumento da rigidez das amostras com influência significativa no aumento do módulo de elasticidade dinâmico.

Figura 37. Módulo de elasticidade dinâmico em função da porosidade das amostras: SR (sem retardador) e R (com retardador).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A superioridade do módulo de elasticidade dinâmico dos corpos de prova do grupo R (com retardador), em relação, ao grupo SR (sem retardador), também, foi observada na Figura 36, em que a maior parte da área da superfície de resposta do módulo de elasticidade dinâmico dos corpos de prova do grupo R está sobre a superfície de resposta do grupo SR. Estes resultados apontaram a participação do retardador como elemento importante na eficiência da compactação de materiais a base de gesso, facilitando a mobilidade das partículas durante a conformação e garantindo uma compactação antes do início das reações do gesso.

A resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) máxima alcançada foi 14,0 MPa para o grupo SR e 27,8 MPa para o grupo R. Os valores obtidos foram predominantemente maiores que os obtidos para os corpos de prova conformados pelo método convencional (GCC) (ver Tabela 12).

A resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) dos corpos de prova do grupo SR pode ser estimada usando a equação (19) ( $R^2= 0,91$ ,  $R_{adj}^2= 0,86$ ) e a equação (20) ( $R^2= 0,96$ ,  $R_{adj}^2= 0,93$ ) pode ser usada para estimar a resistência à tração na flexão das amostras do grupo R.

$$R_{t_{SR}} = -101,72 + 0,33P - 0,1716M + 1578,34X + 0,738MX - 4878,32X^2 \quad (19)$$

$$R_{t_R} = -146,30 + 7,54P - 0,0678M + 1496,04X - 0,0017PM - 20,36PX - 0,1121P^2 + 0,000078M^2 - 3283,05X^2 \quad (20)$$

Em que,  $R_{t_{SR}}$  e  $R_{t_R}$  são as resistências à tração na flexão previstas para os grupos sem retardador e com retardador, respectivamente. P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão, massa e relação água/gesso.

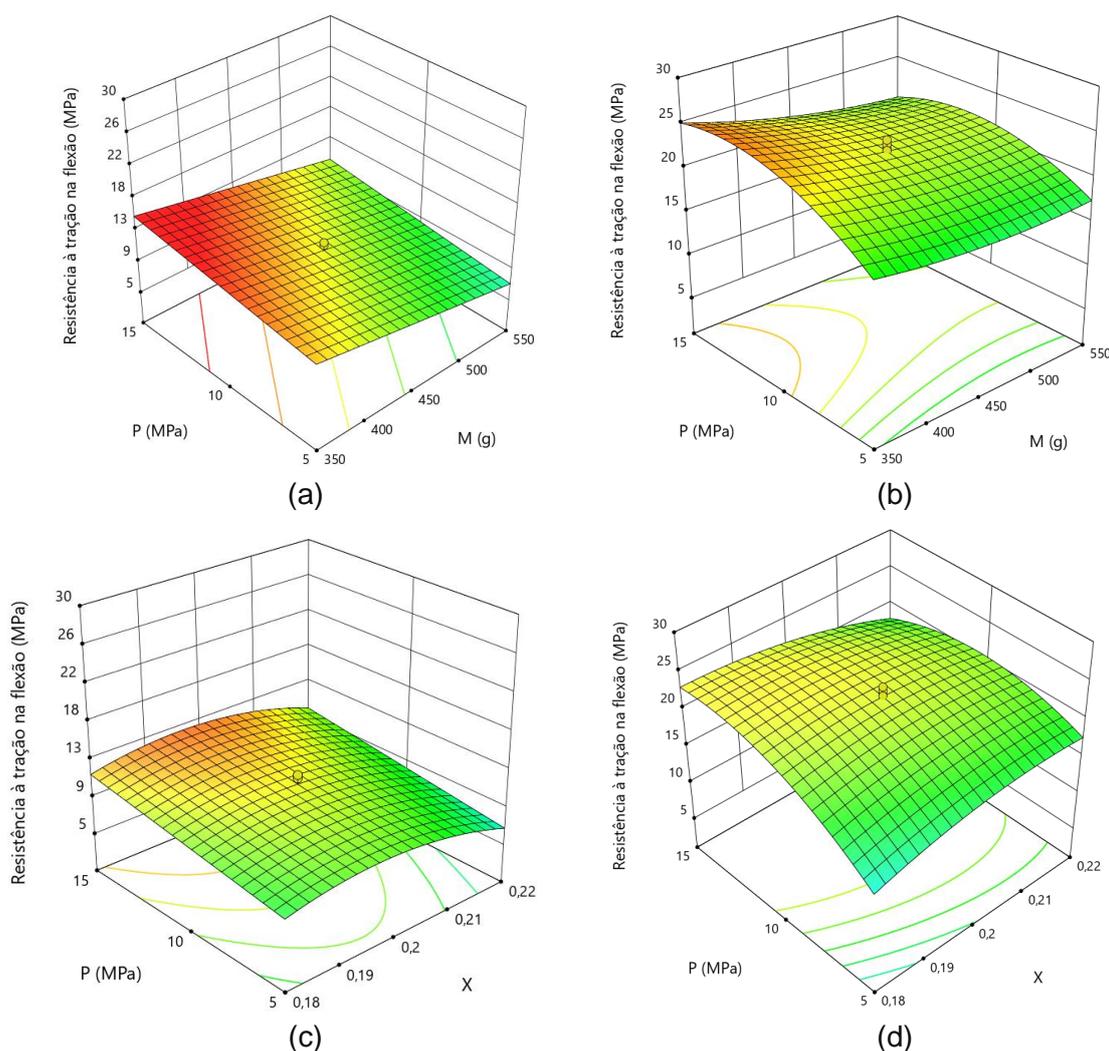
Todos os fatores analisados P, M e X tiveram efeito significativo ( $\alpha= 0,05$ ) para a resistência à tração na flexão das amostras do grupo SR e R (ver equações 19 e 20). Foi identificado um efeito de segunda ordem na resistência à tração na flexão dos corpos de prova do grupo SR para X e interação entre os fatores M e X (ver equação 19). Para o grupo R, o efeito de segunda ordem foi observado para todos os fatores (ver equação 20), além de interação entre os fatores P e M, e P e X. Estes resultados corroboraram para comprovar a importância do uso de um retardador de pega para a eficiência do processo de conformação de gesso sob pressão.

A Figura 38 apresenta as superfícies de resposta da resistência à tração na flexão, para  $X= 0,20$  (relação a/g no ponto central) e  $M= 450$  g (massa conformada no ponto central), respectivamente. Para  $M= 450$  g, X apresenta influência significativa ( $\alpha= 0,05$ ) para a resistência à tração na flexão dos corpos de prova do grupo SR e R, independentemente da pressão aplicada (Figura 38a e 38b). Para  $X= 0,20$ , observou-se a influência do fator massa na resistência à tração na flexão, independentemente da pressão aplicada, para ambos os grupos SR e R. No grupo SR, foi possível identificar que a redução da massa contribuiu para o aumento da resistência à tração na flexão, com maior intensidade para  $P= 15$  MPa (Figura 38a).

Para o grupo R, os maiores valores de resistência à tração na flexão podem ser obtidos para os valores mínimo ( $M= 350$  g) e máximo ( $M= 550$  g) da massa, para  $P= 5$  MPa. Para  $P= 15$  MPa, os maiores valores de resistência à tração na flexão são encontrados para os menores valores de massa, mostrando que a pressão atua melhor no empacotamento das partículas com menores valores de massa, para esta propriedade.

A análise das Figura 38 mostraram que a área da superfície de resposta da resistência à tração na flexão dos corpos de prova do grupo R está sobre a superfície de resposta do grupo SR, para ambas as condições, e é o inverso do comportamento das superfícies de resposta da porosidade.

Figura 38. Superfície de resposta das amostras para a resistência à tração na flexão: (a) grupo SR (sem retardador), para  $*X = 0,20$  e (b) grupo R (com retardador), para  $X = 0,20$ , (c) grupo SR (sem retardador), para  $**M = 450$  e (d) grupo R (com retardador).



$*X = 0,20$  (relação a/g no ponto central);  $**M = 450$  (massa conformada no ponto central).

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A resistência à compressão ( $R_c$ ) máxima alcançada foi 29,0 MPa para o grupo SR e 57,4 MPa para o grupo R. Os valores obtidos foram, predominantemente, maiores que os obtidos para os corpos de prova conformados pelo método convencional (GCC) (ver Tabela 12). A resistência à compressão dos corpos de prova do

grupo SR pode ser estimada usando a equação (21) ( $R^2= 0,84$ ,  $R_{adj}^2= 0,80$ ) e a equação (22) ( $R^2= 0,96$ ,  $R_{adj}^2= 0,93$ ) pode ser usada para estimar a resistência à compressão das amostras do grupo R.

$$R_{c_{SR}} = 9,70 + 2,955P - 0,0253M - 0,094P^2 \quad (21)$$

$$R_{c_R} = -377.52 + 7.68P - 0.0172M + 3791,70X + 0.0052PM - 22.199PX - 0.189P^2 - 8981,04X^2 \quad (22)$$

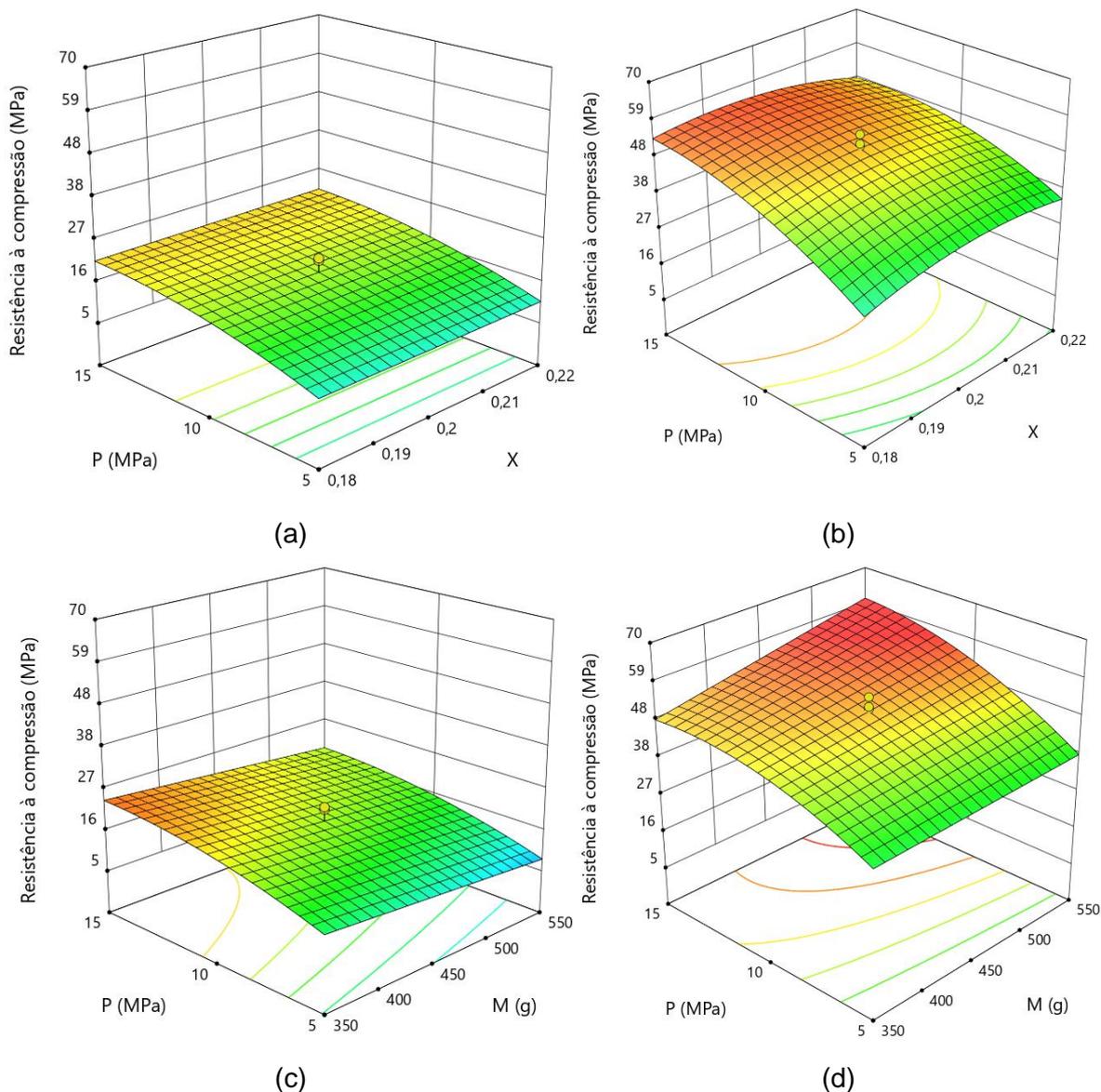
Em que,  $R_{c_{SR}}$  e  $R_{c_R}$  são as resistências à compressão previstas para os grupos sem retardador e com retardador, respectivamente. P, M e X são os níveis de pressão, massa e relação a/g, respectivamente.

P e M tiveram efeito significativo ( $\alpha= 0,05$ ) para a resistência à compressão dos corpos de prova do grupo SR (ver equação 21), enquanto X não apresentou influência significativa para este grupo. Todos os fatores P, M e X tiveram influência significativa ( $\alpha= 0,05$ ), para o grupo R (ver equação 22). Para ambos os grupos, evidenciou-se o efeito de segunda ordem da pressão (ver equações 21 e 22). Entretanto, o efeito de segunda ordem para a relação a/g e efeitos de interação entre P e M e entre P e X na resistência à compressão foi observado, apenas, para o grupo R (ver equação 22).

A Figura 39 apresenta as superfícies de resposta da resistência à compressão, para M= 450 g (massa conformada no ponto central) e X = 0,20 (relação a/g no ponto central), respectivamente. Nas Figura 39 pode-se observar que a maior parte da área da superfície de resposta da resistência à compressão dos corpos de prova do grupo R, está sobre a superfície de resposta do grupo SR, que é o inverso do comportamento das superfícies de resposta da porosidade.

Estes resultados indicaram que a presença do retardador, ao impedir a cristalização antes da compactação, contribui para um melhor empacotamento dos cristais e melhoria do comportamento mecânico (ZHOU *et al.*, 2015). Evidenciou-se o efeito de segunda ordem da pressão, demonstrando a importância deste fator no empacotamento das partículas e no crescimento das forças de adesão e, conseqüente, melhoria na resistência à compressão (CORREIA; SOUZA, 2009).

Figura 39. Superfície de resposta das amostras para a resistência à compressão: (a) grupo SR (sem retardador), para  $*X = 0,20$  e (b) grupo R (com retardador), para  $X = 0,20$ , (c) grupo SR (sem retardador), para  $**M = 450$  e (d) grupo R (com retardador), para  $M = 45$ .



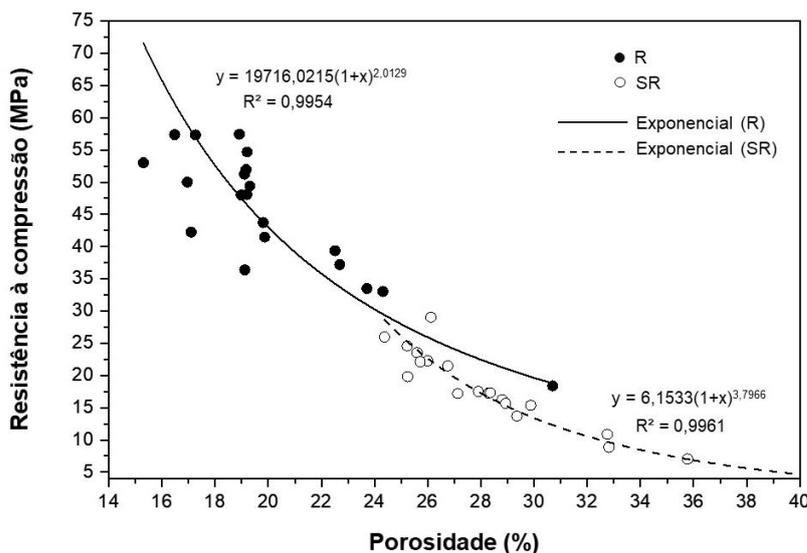
$*X = 0,20$  (relação a/g no ponto central);  $**M = 450$  (massa conformada no ponto central).

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Independentemente do grupo SR (sem retardador) ou R (com retardador) a resistência mecânica tende a aumentar com a redução da porosidade. Um dos fatores que influenciam esses resultados são as ligações inter cristalinas que se formam nas superfícies de contato entre as partículas, como resultado da aplicação de pressão, proporcionando um aumento na resistência do material propiciando melhor empacotamento dos grãos (maior densidade aparente) (ZHOU *et al.*, 2015),

(ver Tabela 12). A Figura 40 apresenta as correlações exponenciais entre  $R_c$  e  $\eta$  para os corpos de prova dos grupos SR e R.

Figura 40. Resistência à compressão em função da porosidade das amostras: SR (sem retardador) e R (com retardador).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

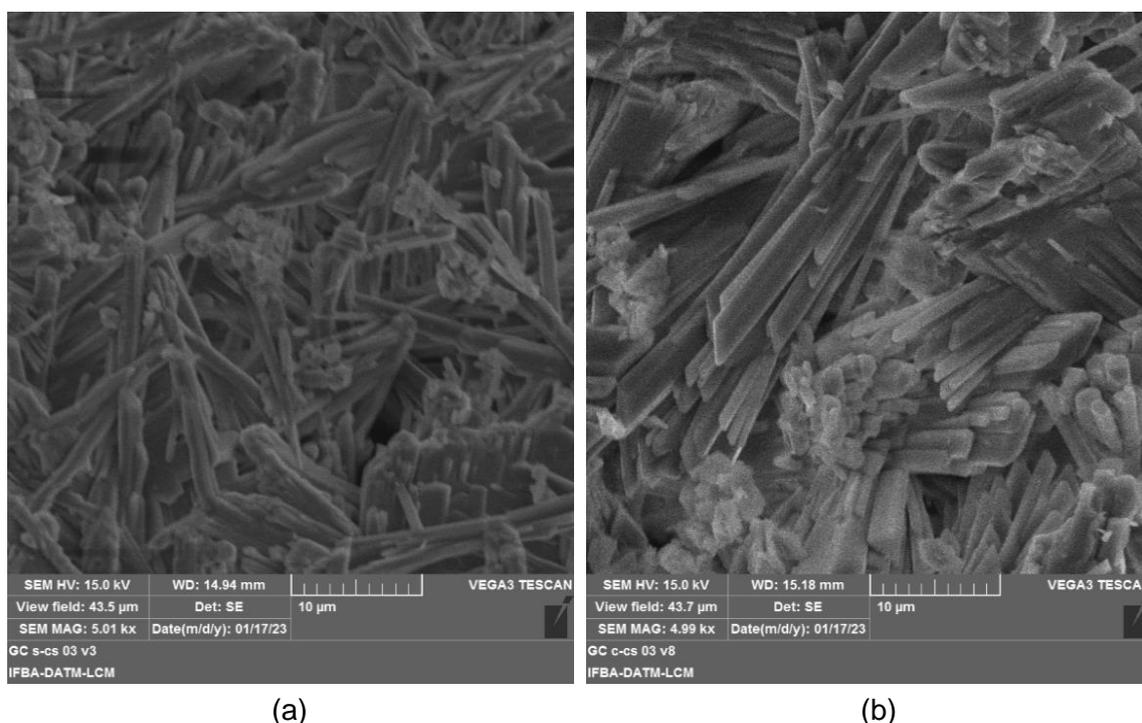
Os resultados estão em conformidade com a teoria para cerâmicas porosas, em que se observa a tendência da redução das propriedades mecânicas, módulos elásticos, resistência e tenacidades, com o aumento da porosidade (GIBSON, 1988). Pode-se observar na Figura 40, um deslocamento da curva do grupo R para a esquerda e acima da curva SR, indicando que o uso do retardador conferiu melhor empacotamento dos cristais de di-hidrato e, conseqüentemente, melhorou o comportamento mecânico do grupo R.

O tamanho e a geometria dos defeitos nos corpos de prova são fatores que, também, determinam a resistência do material. Os corpos de prova que manifestam maiores defeitos apresentam menor resistência do que os que são identificados com menores defeitos. Deste modo, quanto mais compacto o material reduz a probabilidade da existência de grandes defeitos, logo aumento na resistência do material (KANNO, 2009). Desta forma, um estudo exaustivo do comportamento físico e mecânico e a influência do aditivo retardador no processo de conformação sob pressão do gesso são elementos imprescindível para viabilizar o estudo da incorporação do conceito de materiais com gradação funcional (MGF) a partir da técnica de prensagem no gesso.

#### 4.3.4 Microestrutura

A Figura 41 apresenta as micrografias obtidas por MEV do GCC, conformado sem pressão. Nas micrografias do GCC-SR, sem retardador, foi identificada a predominância de cristais em forma de agulhas, em organização aleatória, com crescimento radial em forma de tufo (Figura 41). Observou-se que alguns destes cristais mantêm algum contato direto entre si, e há cristais que se entrelaçam. Foi identificada a presença de vazios entre os cristais, causada pela perda excessiva de água (CORREIA; SOUZA, 2009; PINHEIRO, 2011).

Figura 41. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCC – SR (sem pressão) e (b) GCC – R (sem pressão).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A elevada porosidade e o reduzido desempenho mecânico do GCC-SR (ver Tabela 12) encontram justificativa na morfologia dos cristais e no arranjo microestrutural apresentado na Figura 41a. A Figura 41b mostra que a adição do retardador, citrato de sódio, provocou parcialmente a inibição da hidratação do gesso de hemi-hidrato para di-hidrato, modificando a morfologia da forma de agulha para coluna ou placa, contribuindo para a redução da resistência mecânica observada no grupo GCC-R, em relação ao grupo GCC-SR. Estes resultados para

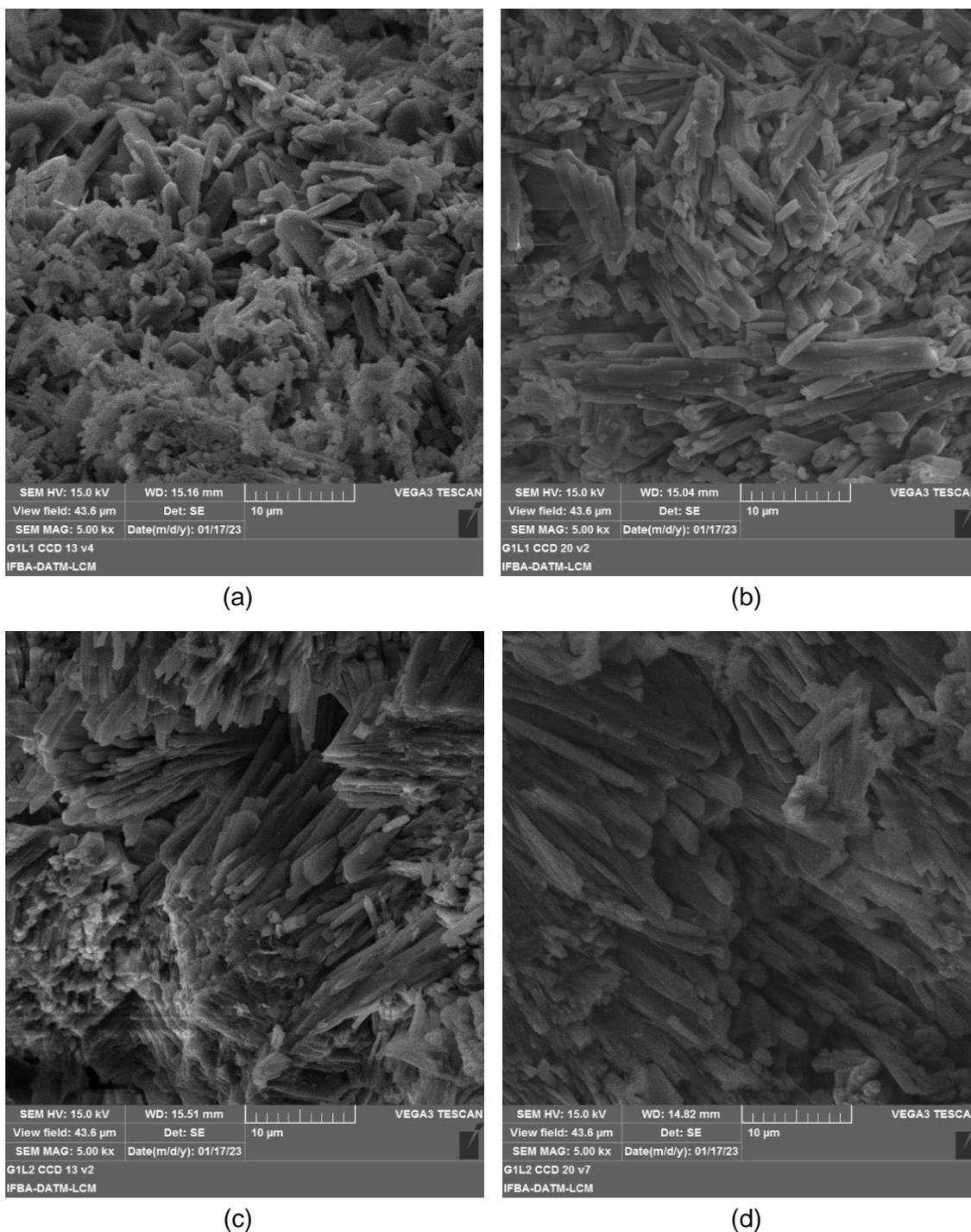
a morfologia, também, foram identificados por Singh e Garg (1997) para o uso do tripolifosfato de sódio, como aditivo retardador. Estes resultados justificam a redução das propriedades mecânicas analisadas ( $E$ ,  $R_t$  e  $R_c$ ) em relação às amostras GCC-SR (ver Tabela 12). Alves *et al.* (2012) afirmam que o retardador contribui para a queda da resistência devido ao enfraquecimento da disposição e morfologia dos cristais e seu entrelaçamento, como visto na Figura 41.

Assim sendo, a análise comparativa entre as micrografias dos cristais do GCC-SR e do GCC-R mostrou que a incorporação do aditivo retardador contribuiu para a redução da resistência mecânica das amostras conformadas pelo método convencional. Estes resultados corroboram com a literatura, uma vez que Alves *et al.* (2012) afirma que a presença do citrato de sódio, aditivo retardador utilizado neste trabalho, age reduzindo a resistência mecânica do gesso conformado pelo método convencional.

A Figura 42 apresenta as micrografias das amostras de gesso conformado sob pressão (GCP), sem retardador (SR) e com retardador (R). Foram analisadas as amostras do grupo GCP-SR (Figura 42a e 42b) e suas correspondentes no grupo GCP-R (Figura 42c e 42d), com mesmas condições de conformação (P, M e X) e tempo de hidratação (Tabela 12).

Nas micrografias das amostras extraídas do GCP-R (Figura 42c e 42d) notou-se a predominância de cristais aciculares alongados, bem formados, em aglomerados alinhados e interconectados originando uma microestrutura mais densa e compacta, com menos vazios. A morfologia das amostras GCP-R justificou o alto grau de empacotamento (densidade aparente) alcançado por este grupo. Comportamento observado tanto para a série 13 ( $\rho_{ap}= 1,64 \text{ g/cm}^3$ ), quanto para a série 20 ( $\rho_{ap}= 1,91 \text{ g/cm}^3$ ) quando comparadas ao grau de empacotamento alcançadas pelas amostras GCP-SR, para as mesmas séries, série 13 ( $\rho_{ap}= 1,38 \text{ g/cm}^3$ ) e série 20 ( $\rho_{ap}= 1,66 \text{ g/cm}^3$ ), respectivamente, (ver Tabela 12).

Figura 42. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCP - SR (Série 13); (b) GCP - SR (Série 20); (c) GCP - R (Série 13) e (d) GCP - R (Série 20).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A comparação entre as micrografias dos grupos GCP-SR e GCP-R (Figura 42) mostraram que o retardador ao garantir uma compactação dos grânulos antes do início da reação de hidratação, facilitou a aproximação das partículas, conforme

o estabelecido pelos três estágios de compactação (AMORÓS ALBARO, 2000b; AMORÓS ALBERO, 2000a), explicados pela teoria da compactação de sistemas cerâmicos particulados. A redução do volume e tamanhos dos poros intergranulares (estágio II) (AMORÓS ALBARO, 2000b; AMORÓS ALBERO, 2000a) foram responsáveis pelo elevado comportamento mecânico alcançado pelo grupo GCP-R.

Estes resultados podem ser observados a partir da análise do arranjo dos cristais apresentados na Figura 42d para a série 20 do grupo GCP-R. Os cristais altamente desta série (Figura 42d) apresentaram cristais aglomerados alinhados significativamente, interconectados com microestrutura mais densa e compacta, com menos vazios quando comparadas as demais amostras analisadas (Figura 42a, 42b e 42c). Esta morfologia justifica o elevado comportamento mecânico ( $E = 22,8$  GPa,  $R_f = 21,3$  MPa e  $R_c = 57,4$  MPa) e baixa porosidade ( $\eta = 18,92\%$ ) alcançados por esta série, como mostra a Tabela 12.

Os resultados apontaram que a adição do aditivo retardador no processo de conformação sob pressão do gesso teve a função, apenas, de retardar a reação de hidratação do gesso, contribuindo para uma compactação antes do início da pega. Desta forma, ao garantir uma compactação dos grânulos de gesso, antes do início da pega, permitiu que a água exercesse sua função de reagente e de lubrificante. Assim, a pressão aplicada na conformação das amostras de gesso pôde promover o empacotamento eficiente das partículas, originando cristais bem formados, alinhados, interconectados e como menor índices de vazios.

O di-hidrato geralmente consiste em um material frágil e sua resistência mecânica depende das forças de adesão entre seus cristais KANNO *et al.* (2008).

Os resultados mostraram que o método de conformação por compactação do gesso, associado ao emprego de um aditivo retardador, em especial o citrato de sódio, contribuiu para melhorar a adesão entre os cristais. As Figura 42c e 42d mostraram cristais bem conectados que favoreceram a formação de um emaranhado alinhado de cristais, que proporcionaram uma microestrutura mais compacta, contribuindo para a conformação de um gesso de elevado desempenho mecânico (KANNO *et al.*, 2008; GERALDO *et al.*, 2018).

#### 4.4 CONCLUSÃO

Este estudo investigou os efeitos do aditivo retardador e dos parâmetros de conformação (P, M e X) e nas propriedades do gesso conformado sob pressão (GCP) para a produção de componentes de gesso com elevado desempenho mecânico para uso na construção civil.

Constatou-se que todos os fatores (P, M e X) foram significantes para as espessuras dos corpos de prova, para ambos os grupos GCP-SR e GCP-R, com predominância do fator massa. Embora, os fatores analisados tenham apresentado maior influência, comparativamente, para o grupo R. Os resultados mostraram que todos os fatores (P, M e X) foram importantes para controlar as espessuras das amostras conformadas sob pressão, considerando o intervalo e as condições de prensagem deste estudo.

Os resultados mostraram que o uso de um aditivo retardador de pega impediu a cristalização antes da compactação, favorecendo um eficiente empacotamento dos cristais de gesso, com consequente, redução da porosidade e melhoria do comportamento mecânico. Amostras de GCP-R chegaram a alcançar densidade aparente igual a  $2,0 \text{ g/cm}^3$  e porosidade de 15,3%.

Desta forma, ao garantir uma compactação dos grânulos de gesso, antes o início da pega, a presença do aditivo retardador permitiu que a água exercesse sua função de reagente e de lubrificante. E que a pressão aplicada pudesse promover o empacotamento eficiente das partículas, originando cristais bem formados, alinhados, interconectados e como menor índices de vazios. Este emaranhado alinhado de cristais proporcionaram uma microestrutura mais compacta, contribuindo para a conformação de um gesso de elevado desempenho mecânico ( $E= 22,8 \text{ GPa}$ ,  $R_f= 21,3 \text{ MPa}$  e  $R_c= 57,4 \text{ MPa}$ ).

Os resultados mostraram que independentemente do grupo SR (sem retardador) ou R (com retardador) a viabilidade do uso da técnica de conformação sobre pressão na produção de peças de gesso menos porosas e com elevado comportamento mecânico. Os resultados mostraram a importância do uso de um aditivo retardador de pega nos fenômenos de adesão entre os cristais no processo de conformação sob pressão em materiais à base de gesso. Desta forma, faz-se importante a compreensão exaustiva dos fenômenos que envolvem a produção de

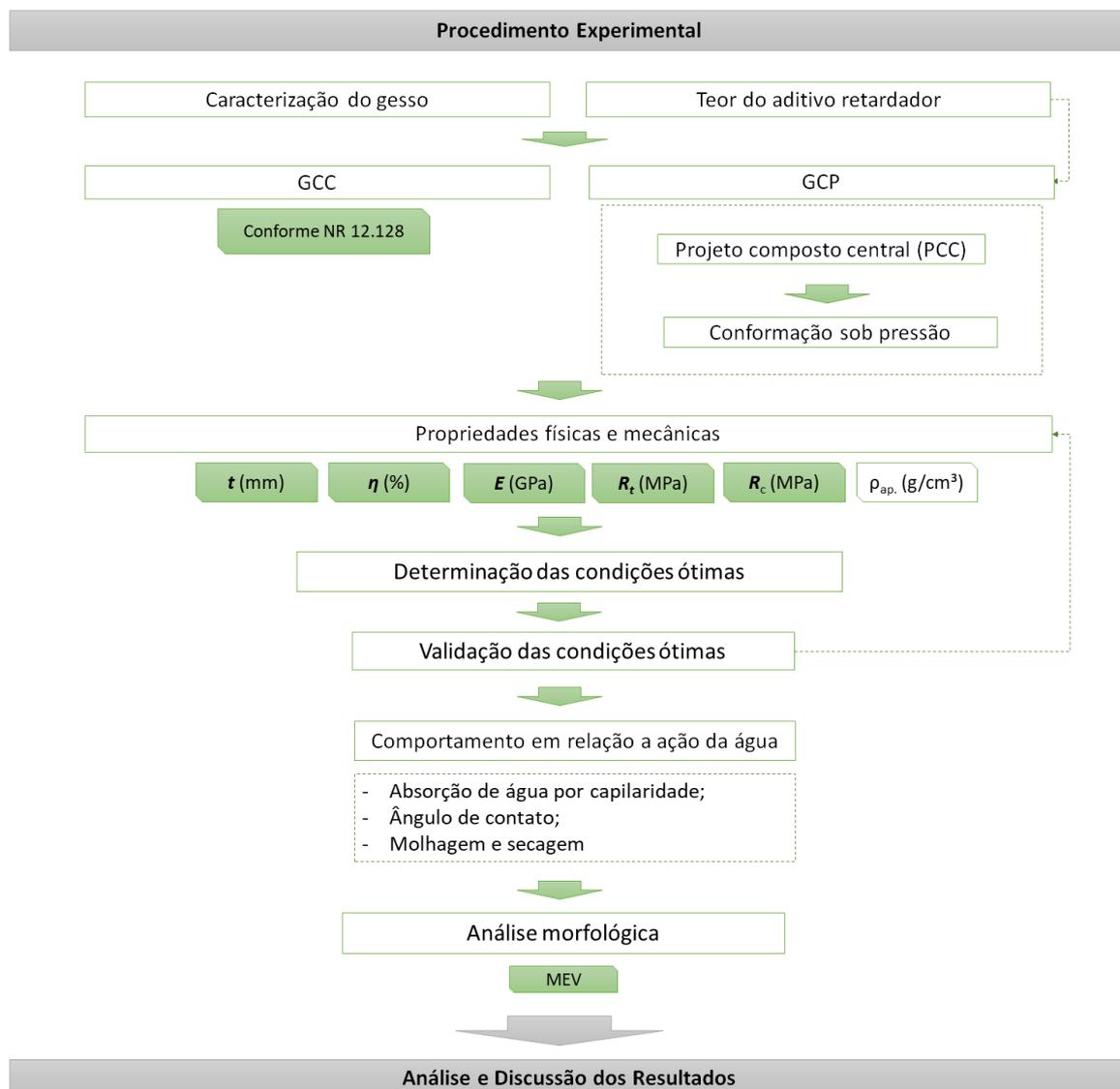
gesso de elevado desempenho mecânico, através da conformação sob pressão uniaxial.

Os resultados apontaram o gesso conformado sob pressão como um material com potencial para a produção de componentes pré-fabricados de gesso de elevado desempenho mecânico e importância do aditivo retardador na uniformidade e melhoria dos resultados

## **5 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE CONFORMAÇÃO PARA A AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO E FRENTE À AÇÃO DA ÁGUA DO GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO.**

Este Capítulo avança no estudo do gesso conformado sob pressão (GCP) através do uso da metodologia de otimização múltipla. Esta metodologia foi utilizada para a determinação das condições ótimas do grupo R (com retardador), estudado no Capítulo 4, para a avaliação do comportamento mecânico e frente à ação da água do GCP. A discussão apresentada neste capítulo é inovadora pois contribuiu para alcançar uma redução na susceptibilidade do gesso em relação a ação da água, a partir da redução da porosidade por meio da técnica de conformação sob pressão. Além de preencher as lacunas no campo de pesquisa sobre o GCP. O estudo apresentado mostra ser possível a produção de peças pré-fabricadas de elevada resistência mecânica e com melhoria do comportamento frente à ação da água, sem a presença de aditivos hidrofugantes que possam influenciar nas propriedades de reciclabilidade do gesso. O desenvolvimento do programa experimental foi composto pelas seguintes etapas: (i) Caracterização do gesso comercial de construção; (ii) Confecção dos corpos de prova de gesso por conformação convencional (GCC); (iii) Elaboração do planejamento estatístico experimental, a partir de um projeto composto central (PCC); (iv) Confecção das séries do PCC de corpos de prova de gesso conformado sob pressão (GCP); (v) Avaliação das propriedades físicas, mecânicas e morfológicas das séries (estas etapas foram realizadas no Capítulo 4); (vi) Determinação e validação das condições ótimas para a produção de GCP de elevado comportamento mecânico e baixa porosidade; (vii) Estudo do comportamento do gesso frente à ação da água, a partir das condições ótimas e (viii) Análise morfológica das amostras. O resumo metodológico do programa experimental relacionado a este trabalho, está apresentado na Figura 43.

Figura 43. Resumo metodológico.



GCC = Gesso conformado pelo método convencional; GCP = Gesso conformado sob pressão;  $t$  = espessura;  $\eta$  = porosidade;  $E$  = módulo de elasticidade dinâmico;  $R_f$  = resistência à tração na flexão;  $R_c$  = resistência à compressão e  $X$  = relação água/gesso.

Fonte (A AUTORA, 2023).

## 5.1 INTRODUÇÃO

O gesso na forma do hemi-hidrato de sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) para uso na construção civil, apresenta enumeras vantagens, tais como, alta resistência ao fogo, baixas temperaturas de calcinação ( $\sim 140^\circ\text{C}$ ), redução na emissão de  $\text{CO}_2$ , baixa retração e leveza (ABERLE, 2010). Além das vantagens que o gesso apresenta na reversibilidade de suas reações de transformação, possibilitando a constância de suas propriedades, após vários ciclos de reciclagem (PINHEIRO, 2011). No entanto, a elevada sensibilidade do gesso à água limita seu uso à ambientes internos secos. Para aplicações em locais em que são exigidos o mínimo de resistência à água como em banheiros, cozinhas, escadas, depósitos, porões, garagens, armazéns ou áreas à beira-mar, é necessário o uso de formulações de gesso hidrofobizadas (ABERLE, 2010).

O transporte de água em um material é altamente dependente de sua estrutura de poros. A hidroflicidade, capacidade de molhabilidade pela água de uma superfície, depende do volume, distribuição, tamanho e forma geométrica dos poros. Estes parâmetros determinam a absorção do material (JAKOBSMEIER, 2000). O gesso conformado é constituído por cerca de 50% a 60% de poros. O volume de poros depende diretamente da relação água/gesso que compõe a pasta. Quanto maior esta relação, maior o volume de poros e menor a densidade aparente do gesso endurecido. A maioria dos poros do gesso apresenta raios entre 0,3 e 1  $\mu\text{m}$ , que compreende a faixa de dimensão que caracteriza os macroporos cilíndricos abertos (poros capilares). Estes poros transportam água no estado líquido, região em que atuam as forças de sucção capilar (JAKOBSMEIER, 2000).

A melhoria do comportamento do gesso em relação à ação da água é comumente estudada através da incorporação de adições e aditivos com características hidrofugantes (CAMARINI; DE MILITO, 2011; MISNIKOV, 2018; BUGGAKUPTA *et al.*, 2020; VIDALES- BARRIGUETE *et al.*, 2020 e RODRIGUES, SOUSA e OLIVIER, 2022).

Rodrigues, Sousa e Olivier (2022) avaliaram a durabilidade do gesso com a adição de hidrorrepelente quando submetido ao envelhecimento acelerado. Os autores fixaram a relação água/gesso em 0,7 e estudaram os teores de 0%, 0,2% e 0,4% de hidrorrepelente em relação à massa de gesso. Foram avaliados após 10 e 20 ciclos de secagem e molhagem e realizados os ensaios de dureza, resistência

à compressão, absorção por imersão total, absorção por capilaridade e análises de MEV e EDS para o gesso referência e com as adições. Os resultados mostraram que após 20 ciclos de envelhecimento acelerado os valores de resistência à compressão permaneceram superiores ao mínimo de 8,4 MPa exigidos na norma NBR 13.207 (ABNT, 1994). Houve uma redução significativa na absorção por imersão e na absorção por capilaridade dos corpos de prova contendo o hidrorrepelente em relação aos corpos de prova referência. Observaram, ainda, a presença de hidrorrepelente formando um “filme” sobre os cristais, após os 20 ciclos, porém, com uma distribuição não uniforme e concentração na superfície do corpo de prova.

Buggakupta *et al.* (2020) tiveram como objetivo produzir materiais à base de gesso com melhoria da resistência à água e resistência à compressão, a partir de gesso reciclado, oriundo de moldes de gesso, com incorporação de resíduos de vidro do processo de usinagem de vidros automotivos. Foram estudadas formulações de argamassas de gesso com teores de 5%, 10%, 15% e 20% de resíduos de pó de vidro e teores fixos de cimento Portland tipo I (9%) e de cimento com elevado teor de alumina (1%). As argamassas de gesso com adição de resíduos de pó de vidro apresentaram maior resistência mecânica e resistência à água comparadas às argamassas sem adição. O melhor resultado para a resistência à compressão foi de 6,9 MPa para a argamassa de gesso reciclado, com adição de 10% de resíduos de pó de vidro. Os resultados mostraram que o comportamento mecânico depende diretamente da proporção entre o hemi-hidrato e os resíduos de pó de vidro utilizado na mistura.

Vidales-Barriguete *et al.* (2020) investigaram a incorporação de uma mistura diversificada de resíduos poliméricos (termofixos e termoplásticos) no gesso, com a finalidade de melhorar as propriedades de resistência à ação da água sem afetar suas propriedades higrotérmicas. Para tanto, foi utilizada a moldagem convencional do gesso com relação água/gesso igual a 0,8. Foram avaliados a incorporação dos teores de 0%, 50%, 60% e 70% de resíduos poliméricos, em relação a massa do gesso. A capacidade de retenção de água das misturas alcançou valores de 27,10%, 25,78% e 24,96% para o gesso com incorporação de resíduos poliméricos nos dos teores de 50%, 60% e 70%, respectivamente. Estes resultados foram inferiores aos alcançados pelas amostras referência, que apresentaram retenção

de água de 35,03% de água. Esta redução na capacidade de retenção de água mostra que os resíduos poliméricos funcionam como uma barreira, dificultando a entrada das moléculas de água na mistura. Assim sendo, os resultados apontaram uma redução na capacidade de absorção e retenção de água, sem afetar as propriedades higrotérmicas do gesso, ou seja, a capacidade de regular a umidade relativa do ar no interior das edificações. Isto devido à redução do volume total de poros e manutenção do tamanho dos poros para os corpos de prova com adições. Além disso, às propriedades mecânicas do gesso foram mantidas acima dos valores mínimos indicados pelas normas. Os melhores resultados foram alcançados para os teores de 50% e 60% de teores de resíduos poliméricos. Assim, o material estudado é uma boa alternativa para a aplicação nas áreas externas das edificações, expostas à água, e contribuir para a redução dos impactos ambientais.

Misnikov (2018) propõe como alternativa promissora para a modificação hidrofóbica do aglomerante gesso utilizando o betume liberado durante a termólise da turfa, método proposto por Misnikov (2016) para o cimento. Como o autor identificou sobreposição entre as faixas de temperatura utilizadas na fabricação do aglomerante gesso e às faixas necessárias para os estágios iniciais de decomposição termoquímica da turfa propôs alcançar a hidrofobização durante o processo de fabricação. Os resultados do estudo indicaram ser possível uma tecnologia industrial para a produção do aglomerante gesso com modificação hidrofóbica por aditivos de turfa. O método proposto não requer alterações tecnológicas nos equipamentos e processos atuais utilizados no processo de produção do hemi-hidrato. O autor concluiu que com o teor de 0,5% - 1% de aditivo de turfa foi possível preservar a resistência mecânica e seu tempo de armazenamento, sem endurecimento, mesmo em condições adversas, com 100% de umidade relativa. A otimização da composição quantitativa dos aditivos de turfa permitiu a obtenção de um ligante de gesso hidrofobicamente modificado, com baixa capacidade de sorção de vapor d'água, sem alterar a resistência. Além disso, a implementação proposta não prevê aumento no custo do produto modificado, pois o valor do aditivo de turfa é semelhante ao custo do gesso bruto.

Camarini e De Milito (2011) investigaram o efeito da adição do cimento Portland de escória de alto forno ao hemi-hidrato  $\beta$ , com relação água/gesso igual a 0,7 visando melhorar o desempenho do gesso. Os resultados mostraram que

após exposição à ambiente externo por três anos, a resistência apresentou semelhanças com o comportamento das amostras em ambiente interno. Não houve aumento expressivo da resistência à compressão das amostras com adição, no entanto, as amostras apresentaram uma melhoria na resistência à ação da água. As microestruturas das amostras com adição apresentaram-se mais compactas e foi identificado um filme sobre os cristais em forma de agulha do di-hidrato protegendo-os contra o ataque da água. Após os três anos de exposição não foi identificado fissuras e vazios oriundo da dissolução do di-hidrato e nem a presença de etringita. Os autores identificaram a potencialidade da adição em originar um compósito de gesso resistente à água, no entanto, ainda são necessários estudos adicionais para resolver questões teóricas e quanto à aplicação.

Embora os avanços referentes à hidrofobização do gesso sejam promissores, ainda existem muitas lacunas referentes ao estudo da eficiência e durabilidade dos aditivos e adições para viabilizar o uso do gesso em ambientes externos. Outra questão pouco discutida foi a interferência das adições estudadas nas propriedades de reciclabilidade do gesso.

A conformação sob pressão consiste na produção de peças de gesso a partir de hemi-hidrato, di-hidratado ou fosfogesso utilizando uma quantidade de água mínima, seguida da aplicação de uma pressão de compactação (ALVES JÚNIOR, 2012; AVELAR, 2012; CORREIA; SOUZA, 2009; CÔRTE REAL, 2009; GERALDO *et al.*, 2018; KANNO, 2009; KANNO *et al.*, 2008; SOUZA, 2005; SOUZA 2006; SOUZA, ROSSETTO; KANNO, 2007; ZHOU *et al.*, 2015). A conformação do gesso sob pressão tem sido o alvo de pesquisas para o desenvolvimento de peças de gesso com redução da porosidade e aumento da resistência mecânica e redução da permeabilidade.

Souza (2005) e Kanno (2009) buscaram desenvolver o processo de fabricação, a partir da técnica de prensagem, um gesso de alta resistência mecânica e baixa permeabilidade. Geraldo *et al.* (2018) estudaram a produção de componentes de gesso comercial e do gesso reciclado conformados a partir da prensagem uniaxial com incorporação de resíduos de cerâmica vermelha e de porcelana. Os autores concluíram o gesso prensado com cerâmica vermelha apresentou absorção de água 50% maior que o gesso prensado referência mostrando que esta adição contribuiu para o aumento da porosidade.

No entanto, os estudos sobre o comportamento do gesso conformado sobre pressão, em relação à ação da água, ainda são incipientes e exigem estudos mais aprofundados. Os estudos mostraram que existe uma lacuna de estudos referente ao desempenho do GCP, em relação à água.

O comportamento frente à ação da água pode ser medido através da absorção por capilaridade NBR 15.259 (ABNT, 2005), do envelhecimento acelerado, por meio de ciclos de molhagem e secagem (DIAS, 2005; VIDALES-BARRIGUETE, 2020; DURGUN, 2020) e da molhabilidade, por intermédio do ângulo de contato (OLIVEIRA, 2011; dos SANTOS; LASMAR; FERREIRA, 2013; ISMAIL *et al.*, 2022).

A propriedade de molhabilidade do líquido em uma determinada superfície pode ser determinada com base na propagação da gota de um líquido em uma superfície. O grau de molhabilidade pode ser definido por meio do ângulo de contato (JAKOBSMEIER, 2000; MOITA NETO, 2006; YUAN *et al.*, 2013).

Assim sendo, o método de conformação sob pressão possibilita o uso de uma quantidade de água estequiométrica e passa a ser uma alternativa viável no desenvolvimento de um gesso com baixa porosidade e, conseqüentemente, elevada resistência mecânica e baixa vulnerabilidade à ação da água. A melhoria do desempenho do gesso, em relação à ação da água, sem a incorporação de aditivos hidrofugantes, pode contribuir para o avanço tecnológico do setor gesseiro, aliado à sustentabilidade, uma vez que contribui para manter as propriedades de reciclabilidade do gesso. Segundo Pinheiro (2011) a sustentabilidade do setor gesseiro é garantida devido à constância das propriedades do gesso ao passar pelos ciclos de reciclagem, portanto, redução do consumo da matéria-prima e da geração de resíduos.

Desta forma, este trabalho visa determinar as condições ótimas dos parâmetros de conformação, a partir da metodologia de otimização múltipla, para a avaliação do comportamento mecânico e frente à ação da água de gesso conformado sob pressão.

## 5.2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 5.2.1 Materiais

Os materiais utilizados neste estudo foram os mesmos utilizados no Capítulo 4, o gesso de fundição, para construção civil, o citrato de sódio como aditivo retardador de pega e a água deionizada. Os procedimentos para a caracterização física, química (FRX), morfológica (MEV), mineralógica (DRX) e a análises térmicas (TG/DTG) do gesso estão descritas no Capítulo 4 (ver item 4.2.1).

### 5.2.2 Métodos

#### 5.2.2.1 Projeto composto central (PCC)

Este estudo foi realizado, a partir do projeto composto central (PCC) elaborado no Capítulo 4, para o grupo R (com retardador) (ver item 4.2.2.1). A matriz experimental deste projeto e as respostas experimentais para as diferentes séries estão apresentadas na Tabela 15. A partir da análise deste planejamento experimental foi possível a utilização da metodologia de otimização múltipla (ver item 5.2.2.5) para a avaliação do comportamento do GCP, em relação à ação da água.

#### 5.2.2.2 Preparação das amostras

A matriz de aço desenvolvida para a fabricação do GCP, as etapas de preparação das amostras, a conformação e a desmoldagem foram realizadas conforme procedimentos e equipamentos descritos no Capítulo 4 (ver item 4.2.2.2). Para fins de comparação, foram produzidos corpos de prova de gesso por conformação convencional (sem pressão), utilizando o procedimento descrito na NBR 12.128 (ABNT, 2019). Os detalhes destes procedimentos estão apresentados no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.2).

#### 5.2.2.3 Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas

A determinação das respostas experimentais, espessura ( $t$ ), porosidade ( $\eta$ ), módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ), resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) e

resistência à compressão ( $R_c$ ) dos corpos de prova de GCP. Os procedimentos para a realização do ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) estão descritos no Capítulo 4 (ver item 4.2.2.3).

#### 5.2.2.4 Análise estatística

As análises estatísticas foram realizadas utilizando *software Design Expert, Stat Ease®* versão 13. As correlações lineares entre as variáveis, a redução e ajuste dos modelos quadráticos, a análise dos valores,  $R_{adj}^2$  e  $R_{pred}^2$  e as significâncias das faltas de ajuste dos modelos para ( $\alpha= 0,05$ ), utilizados para avaliar a qualidade de ajuste dos modelos estão apresentados no Capítulo 4 (ver item 4.2.2.3).

#### 5.2.2.5 Otimização múltipla

A necessidade de serem otimizadas várias respostas ao mesmo tempo pode ser solucionada pela aplicação de uma função desejabilidade. Este tratamento foi proposto por Derringer e Suich em 1980 (COSTA; LOURENÇO; PEREIRA, 2011; MONTGOMERY, 2013). Esta metodologia respalda-se em uma conversão de cada resposta individual em uma escala adimensional de desejabilidades individuais ( $d_i$ ). Esta escala pode variar de 0 (para uma resposta inaceitável) a 1 (para uma resposta desejada). Assim é possível combinar os resultados obtidos para as propriedades medidas, em diferentes ordens de grandeza (COSTA; LOURENÇO; PEREIRA, 2011). A desejabilidade global (D) (ver equação 23) é obtida a partir da determinação das desejabilidades individuais ( $d_i$ ) e pode ser definida como a média geométrica das desejabilidades individuais (ver equação 24):

$$D = \sqrt[m]{d_1 \cdot d_2 \dots d_m} \quad (23)$$

Em que,  $m$  é o número de respostas estudadas no processo de otimização.

Desta forma, o processo de otimização simultânea deve calcular os níveis das variáveis que maximizem a desejabilidade global.

$$D = \begin{cases} 0 & \text{se } y < L \\ \left(\frac{y-L}{T-L}\right)^S & \text{se } L \leq y \leq T \\ 1 & \text{se } y > T \end{cases} \quad (24)$$

Em que,  $L$  é o menor valor aceitável para a resposta e  $S$  é o peso. Então, quando  $S = 1$ , a função desejabilidade é linear e quando  $S > 1$ , maior importância é dada aos valores próximos ao ótimo.

Funções para o cálculo de desejabilidades individuais, também, podem ser estabelecidas em casos cujo “alvo” seja um valor mínimo ou máximo, ou ainda, esteja localizado entre um valor mínimo e um valor máximo. A aplicação da função de desejabilidade na otimização de métodos analíticos oferecem eficiência, economia e objetividade na otimização de procedimentos com múltiplas respostas (CALADO; MONTGOMERY, 2003; CANDIOTI *et al.*, 2014). A otimização consiste em maximizar, minimizar ou atingir um alvo em uma dada propriedade.

Como o transporte de água em um material é altamente dependente de sua estrutura (JAKOBSMEIER, 2000), pretendeu-se alcançar uma melhoria no comportamento do gesso em relação à ação da água, por meio da redução da porosidade. Com este propósito foi realizada uma simulação utilizando o *software Design Expert Stat Ease®* versão 13. Assim sendo, para a otimização múltipla foram adotados os seguintes critérios para as variáveis independentes,  $P$  (“igual a”),  $M$  e  $X$  (“no intervalo”) e para as variáveis dependentes  $t$  (“alvo”) igual a 40 mm,  $\eta$  (“minimizar”),  $E$ ,  $R_t$  e  $R_c$  (“maximizar”).

Estes critérios foram adotados para a determinação das condições ótimas para o desenvolvimento de um GCP de baixa susceptibilidade à água e elevado comportamento mecânico. A simulação realizada permitiu a obtenção de uma solução ótima dos parâmetros de conformação,  $P = 18,409$  MPa,  $M = 538,884$  g e  $X = 0,17$  com desejabilidade global igual a 0,86. As soluções foram previstas para a obtenção de corpos de prova com espessuras, aproximadamente, iguais a 40 mm.

Tabela 15. Correlação linear (r) entre variáveis para a série R (com retardador).

Séries	Blocos	NÍVEIS DOS FATORES			RESPOSTAS EXPERIMENTAIS					$\rho_{ap}$ (g/cm <sup>3</sup> )
		P (MPa)	M (g)	X	t (mm)	$\eta$ (%)	E (GPa)	R <sub>t</sub> (MPa)	R <sub>c</sub> (MPa)	
1	1	***(-1) 5	(+1) 550	(+1) 0,22	42,78	22,51	19,85	19,12	39,37	1,83
2*	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	33,65	19,11	22,86	23,29	51,24	1,91
3*	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	33,44	18,98	22,95	23,76	48,01	1,92
4	1	(-1) 5	(+1) 550	(-1) 0,18	44,80	24,31	17,88	15,47	33,04	1,79
5	1	(+1) 15	(-1) 350	(-1) 0,18	40,73	17,27	24,33	20,71	57,33	1,96
6	1	(+1) 15	(-1) 350	(-1) 0,18	25,66	16,96	24,48	27,78	50,00	1,97
7	1	(-1) 5	(-1) 350	(-1) 0,18	28,22	23,71	18,31	17,00	33,49	1,81
8	1	(+1)15	(+1) 550	(+1) 0,22	36,51	16,48	22,58	18,28	57,37	1,98
9*	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	33,56	19,16	22,90	22,29	51,97	1,91
10*	1	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	33,74	19,21	22,76	22,78	54,68	1,91
11	1	(-1) 5	(-1) 350	(+1) 0,22	27,01	22,69	20,23	20,04	37,21	1,83
12	1	(+1) 15	(-1) 350	(+1) 0,22	23,15	17,10	21,46	20,61	42,25	1,96
13**	2	(-1,68) 1,59	(0) 450	(0) 0,20	39,57	30,70	12,65	9,43	18,39	1,64
14**	2	(0) 10	(-1,68) 281,82	(0) 0,20	20,97	19,81	22,02	17,40	43,72	1,90
15*	2	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	33,61	19,19	22,90	22,59	48,07	1,91
16*	2	(0) 10	(0) 450	(0) 0,20	33,66	19,31	22,79	21,64	49,39	1,91
17**	2	(+1,68) 18,41	(0) 450	(0) 0,20	31,12	15,31	24,92	18,27	53,04	2,00
18**	2	(0) 10	(0) 450	(-1,68) 0,17	34,81	19,86	20,83	18,89	41,47	1,90
19**	2	(0) 10	(0) 450	(+1,68) 0,23	30,46	19,12	20,48	17,24	36,39	1,91
20**	2	(0) 10	(+1,68) 618,18	(0) 0,20	46,53	18,92	22,78	21,34	57,45	1,91
Mínimo		(-1,68) 1,59	(-1,68) 281,82	(-1,68) 0,17	20,97	15,3	12,6	9,4	18,4	1,64
Máximo		(+1,68) 18,41	(+1,68) 618,18	(+1,68) 0,23	46,5	30,7	24,9	27,8	57,4	2,00
GCC		---	---	0.62	---	50,9 ± 0,44	7,2 ± 0,10	5,6 ± 0,90	12,2 ± 1,34	1,16 ± 0,01

Obs.: \* Pontos centrais; \*\*Pontos axiais e \*\*\*Os níveis codificados estão entre parênteses.

P = Pressão de conformação; M = Massa conformada e X = Relação água/gesso.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

### 5.2.2.6 Absorção por capilaridade

A absorção de água por capilaridade foi determinada conforme procedimentos estabelecidos pela NBR 15.259 (ABNT, 2005). O ensaio foi realizado com a finalidade de analisar a taxa pela qual a água sobe por capilaridade através de amostras prismáticas de GCP e GCC. Após a secagem, as amostras foram pesadas para determinação da massa inicial ( $m_0$ ). As amostras foram dispostas em posição vertical sobre suportes, em um recipiente de ensaio com nível de água constante a  $(5 \pm 1)$  mm, acima da face de contato com a água. A absorção de água por capilaridade foi determinada usando a equação (25) para o tempo de 90 min.

$$A_t = \frac{m_t - m_0}{S} \quad (25)$$

Em que,  $A_t$  é a absorção de água por capilaridade, para cada tempo,  $m_t$  é a massa do corpo de prova em cada tempo,  $m_0$  é a massa inicial do corpo de prova,  $t$  corresponde ao tempo de 90 min e  $S$  é a área da seção transversal do corpo de prova em contato com a água.

Foi determinada a massa de cada corpo de prova, aos 10 min ( $m_{10}$ ) e aos 90 min ( $m_{90}$ ) para a determinação do coeficiente de capilaridade para cada corpo de prova. O coeficiente de capilaridade (C) é calculado de acordo com a equação (26), conforme a NBR 15.259 (ABNT, 2005), e pode ser definido, aproximadamente, como sendo igual ao valor médio das diferenças de massa aos 90 min e aos 10 min.

$$C = (m_{90} - m_{10}) \quad (26)$$

Em que, C é o coeficiente de capilaridade e  $m_{10}$  e  $m_{90}$  são, respectivamente, a massa do corpo de prova aos 10 min e 90 min.

As amostras de GCP para os ensaios de capilaridade foram conformadas a partir das condições otimizadas.

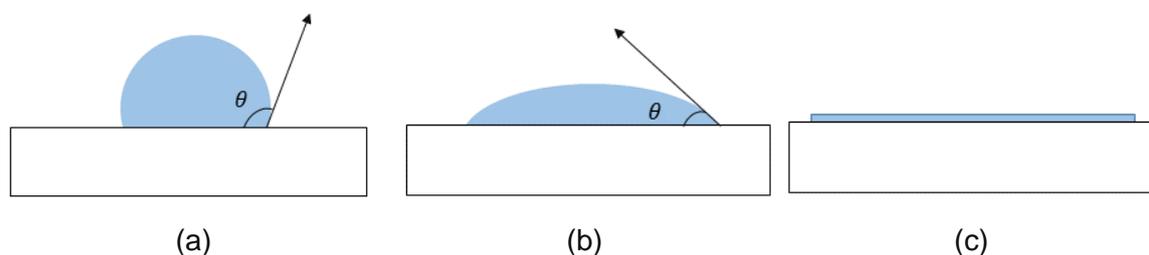
### 5.2.2.7 Ângulo de contato

As medidas de ângulo de contato foram realizadas em um equipamento medidor de ângulo de contato da *Theta Lite Optical Tensiometer*, modelo TL 100

com CCD de 60 frames por segundo. As amostras foram secas em estufa a 50 °C até estabilização da massa, e permaneceram em sacos plásticos hermeticamente fechados, com sílica gel, até o início do ensaio. Os corpos de prova foram divididos em duas partes na região transversal e na direção longitudinal, utilizando uma retífica elétrica, para a obtenção de amostras com 80 mm x 20 mm. As amostras foram inseridas na cabine para a realização do ensaio. Foram depositadas gotas de água destilada de 5 $\mu$ l, em triplicatas. As gotas foram depositadas nas superfícies com o mesmo volume.

Nas superfícies em que os ângulos de contato foram medidos não foi feito o uso de desmoldantes, a fim de evitar a contaminação e interferência nos ensaios. Para tanto, nas superfícies do pistão e da placa inferior foram utilizados filmes PVC para facilitar a desmoldagem. A Figura 44 mostra a representação do ângulo de contato e a molhabilidade da superfície.

Figura 44. Representação do ângulo de contato: (a)  $\theta > 90^\circ$  (superfície hidrofóbica); (b)  $\theta < 90^\circ$  (superfície hidrofílica) e (c)  $\theta \cong 0^\circ$  (molhagem completa).



Fonte (A AUTORA, 2023).

Quando  $\theta > 90^\circ$ , (superfície hidrofóbica), não há molhamento do sólido pelo líquido, ou seja, não ocorre o espalhamento (Figura 44a); quando  $\theta < 90^\circ$ , (superfície hidrofílica), há o molhamento e o líquido se espalha espontaneamente na superfície (Figura 44b) e quando  $\theta \cong 0$ , (molhagem completa), o líquido se espalha indefinidamente sobre o sólido, ou seja, o molhamento é total (Figura 44c) (ANEZIRIS; HOMOLA, 2005; FERREIRA, 2013; HADIAN; DREW, 1994; MOITA NETO, 2006; NASCIMENTO; MARTINELLI; BUSCHINELLI, 2003; RAHAMAN, 1995).

Com os resultados foi possível determinar, também, a cinética do ângulo de contato por intermédio da variação do ângulo de contato médio, ao longo do tempo, nas superfícies do GCP e do GCC.

#### 5.2.2.8 Ensaio de molhagem e secagem

As amostras otimizadas foram submetidas aos ciclos de molhagem e secagem. A etapa de molhagem foi realizada por imersão total das amostras em água, acondicionadas sobre suportes, à temperatura ambiente. Os estudos mostram que a taxa de desidratação é lenta em temperaturas abaixo de 70 °C e o que aumento da velocidade ocorre em temperaturas acima de 100 °C (PUTNIS *et al.*, 1990). Entretanto, em temperaturas superiores a 63°C pode ocorrer a desidratação com a perda de água estrutural e desintegração do cristal (KANNO, 2009). Assim sendo, a secagem foi realizada em estufa à temperatura de 50 °C.

O tempo de imersão em água e a secagem, em cada ciclo, foram estabelecidos por experimentos prévios em balança hidrostática. Amostras cúbicas de GCC foram submersas em água por 24 h. Nos primeiros 10 minutos do ensaio, o ganho de massa foi medido de 1 em 1 min. Nos 20 minutos seguintes, as medições foram feitas de 5 em 5 min e após 30 min, realizadas de 10 em 10 min. No período de 1 h as medições passaram a ocorrer de 15 em 15 min e após 2 horas de ensaio foram realizadas de 1 em 1 h, durante 7 horas. Após este período a última medição foi realizada no dia seguinte, totalizando 24 h de imersão em água. Finalizada esta etapa as amostras foram colocadas em estufa por 50 °C. Os resultados mostraram que o ganho de massa, até a estabilização, ocorreu em média por 2 h e a perda de massa, até a estabilização, deu-se em média de 3 a 4 dias.

A quantidade de ciclos foi definida com base em literatura e com a finalidade de otimizar o ensaio, tornando possível realizá-lo manualmente. Vidales-Barriguete *et al.* (2020) avaliaram a durabilidade do gesso, a partir de 2 ciclos de molhagem e secagem, utilizando-se da adição de resíduos poliméricos em diferentes teores. Rodrigues, Sousa e Olivier (2022) submeteram as amostras a 10 e 20 ciclos de molhagem e secagem para avaliarem a durabilidade do gesso com adição de

hidrorrepelentes. Pedreño-Rojas *et al.* (2019b) submeteu compósitos gesso/madeira a 5, 10 e 15 ciclos de molhagem e secagem em câmara climática.

Considerando não ser eficiente a avaliação da durabilidade com apenas 2 ciclos e com a finalidade de otimizar o ensaio quanto ao tempo de duração adotou-se 7 e 14 ciclos. Rodrigues, Sousa e Olivier (2022) realizaram adaptações do ensaio de molhagem e secagem para torná-lo mais curto e menos abrupto, para possível alcançar uma evolução gradual do processo de degradação. Desta forma, com base nestes resultados experimentais e na literatura, cada ciclo foi composto de 2h de molhagem e cerca de 21h de secagem, em estufa. O ciclo de molhagem e secagem está apresentado na Figura 45.

Figura 45. Amostras submetidas ao ensaio de molhagem e secagem.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

O primeiro ciclo teve início com os corpos de prova em estufa a 50°C. A seguir após 21 h em estufa, os corpos de prova foram retirados e permaneceram em temperatura ambiente por 1 h (intervalo) para evitar possíveis fissuras devido às variações bruscas de temperatura. Após esse período os corpos de prova foram imersos em água por 2 h. Depois do tempo de imersão, as amostras foram retiradas da água e permaneceram em temperatura ambiente por 10 min (intervalo), sendo previamente enxutas com pano úmido, antes de cada pesagem. Logo após, as amostras retornaram para a estufa novamente, finalizando assim, o primeiro ciclo

de molhagem e secagem (Figura 45). As amostras foram submetidas a 7 e 14 ciclos. Foram utilizados três corpos de prova do GCP e do GCC para cada análise.

A massa das amostras foi medida, periodicamente ao longo do ensaio, antes e após os ciclos de molhagem e secagem. Utilizando-se de uma balança digital, com precisão 0,01 g, foram determinadas as massas iniciais secas ( $m_0$ ) e as massas parciais imersas ( $m_i$ ) ao longo dos ciclos. A absorção de água  $A$  (%) foi calculada usando a equação (27).

$$A (\%) = \frac{m_i - m_0}{m_0} \cdot 100 \quad (27)$$

Em que,  $A$  é a absorção de água,  $m_0$  é a massa inicial seca e  $m_i$  é a massa parcial imersa.

A partir do ensaio de molhagem e secagem foi determinada a absorção de água do GCP e do GCC correspondente a imersão total em água de 14 h e 28 h, referentes aos 7 ciclos e 14 ciclos, respectivamente. Além disso, foi avaliado o efeito da água na resistência à compressão, antes e após os ciclos de molhagem e secagem. A resistência à compressão foi determinada conforme procedimentos descrito no Capítulo 4 (ver item 4.2.2.3).

### 5.3 RESULTADOS

As análises estatísticas, os modelos e as superfícies de resposta da espessura ( $t$ ), a porosidade ( $\eta$ ), módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ), resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) e resistência à compressão  $R_c$ , correspondentes as análises do grupo R (com retardador), estão apresentados no Capítulo 4 (ver itens 4.3.1 a 4.3.3). Neste capítulo foi apresentada a otimização múltipla, referente ao projeto composto central do grupo R (com retardador), para a obtenção de GCP com baixa porosidade e elevado comportamento mecânico. A partir destas condições ótimas obtidas pela metodologia de otimização múltipla foi avaliado o comportamento do GCP por meio dos ensaios de absorção de água por capilaridade, ângulo de contato e molhagem e secagem.

### 5.3.1 Otimização múltipla

A metodologia de otimização múltipla realizada a partir do emprego da função de desejabilidade proposta por Derringer e Suich (1980) (COSTA; LOURENÇO; PEREIRA, 2011; MONTGOMERY, 2013) permitiu a obtenção das condições para a fabricação de um GCP menos porosos e com elevadas propriedades mecânicas. A partir destas condições foi possível a avaliação do seu comportamento em relação à ação da água.

As simulações e a validação do modelo, assim como, os valores previstos pelo modelo, o intervalo de confiança e os respectivos resultados experimentais estão apresentados na Tabela 16.

Tabela 16. Validação do modelo, valores previstos e experimentais.

Variável resposta	Valor previsto pelo modelo	Intervalo de confiança 95%		Resultado Experimental da Otimização	Desvio padrão
		Limite inferior	Limite superior		
$t$ (mm)	40,00	39,40	40,60	39,57	0,12
$\eta$ (%)	16,96	16,52	17,39	17,36	0,06
$E$ (GPa)	27,08	26,50	27,67	25,08	0,46
$R_t$ (MPa)	19,12	15,75	22,50	22,05	2,19
$R_c$ (MPa)	57,45	49,01	65,88	55,13	0,73

Fonte: (A AUTORA, 2023).

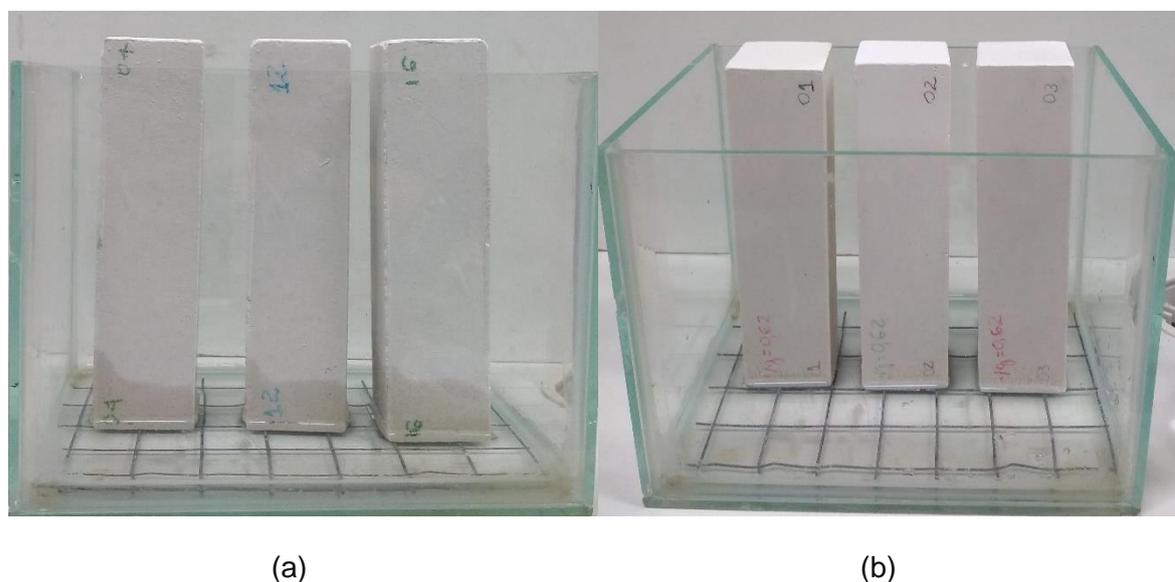
Observa-se que os modelos otimizados foram eficientes na previsão das propriedades, com baixo erro associado, e com resultados experimentais dentro do intervalo de confiança. A solução otimizada permitiu a obtenção de um gesso conformado sob pressão (GCP) com uma espessura  $t = 39,57 (\pm 0,12)$  mm, baixa porosidade  $\eta = 17,36 (\pm 0,06)$  % e elevado desempenho mecânico  $E = 25,08 (\pm 0,46)$  GPa,  $R_t = 22,05 (\pm 2,19)$  MPa e  $R_c = 55,13 (\pm 0,73)$  MPa. A condição otimizada foi utilizada para avaliar o desempenho do GCP, em relação à ação da água.

### 5.3.2 Absorção de água por capilaridade

Durante o ensaio de absorção de água por capilaridade, para  $t = 90$  min, as amostras de GCP apresentaram uma ascensão capilar de água em torno de 25 m

(Figura 46a). Para as amostras de GCC, no mesmo intervalo de tempo, a água ascendeu por toda altura dos corpos de prova (Figura 46b).

Figura 46. Ensaio de absorção por capilaridade aos 90 min: (a) GCP e (b) GCC.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A partir dos procedimentos estabelecidos pela NBR 15.259 (ABNT, 2005) foram determinados a absorção por capilaridade e o coeficiente de capilaridade do GCP e do GCC. A absorção de água por capilaridade e o coeficiente de capilaridade do GCP mostraram-se significativamente inferior, em relação ao GCC, como mostra a Tabela 17.

Tabela 17. Absorção de água por capilaridade e coeficiente de capilaridade dos corpos de prova prismáticos.

Amostras	Absorção de água por capilaridade (g/cm <sup>3</sup> )	Coeficiente de capilaridade (g/dm <sup>2</sup> .min <sup>1/2</sup> )
GCP	0,28	2,74
GCC	5,51	54,77

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Os resultados apontaram uma redução superior a 95% para a capacidade de absorção por capilaridade e para o coeficiente de capilaridade de amostras de

gesso conformadas sob pressão, em relação à conformação convencional. Estes resultados demonstraram a eficiência do GCP no bloqueio da absorção capilar.

Estes resultados podem ser explicados porque a conformação convencional exige uma trabalhabilidade adequada necessária à moldagem, que somente pode ser alcançada com uma relação água/gesso maior que a estequiométrica. Este método de moldagem resulta em elevadas porosidades que resultantes da evaporação da água que não combinada.

A elevada porosidade ( $50,4\% \pm 1,04\%$ ) e, conseqüente, menor densidade aparente ( $1,16 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ ) do GCC justificam os elevados valores alcançados para a ascensão capilar de água e para a absorção por capilaridade e o coeficiente de capilaridade alcançados por estas amostras. Estes resultados apontam a presença de poros ramificados e interligados. Esta conexão entre os poros facilita a subida da água por capilaridade para o GCC.

A morfologia dos cristais e sua disposição no espaço determinam a compacidade do material. Assim sendo, as formas das cavidades formadas vão caracterizar o sistema de poros. Desta maneira, existem poros abertos e fechados, poros ramificados e interligados (JAKOBSMEIER, 2000).

Por outro lado, os resultados apontam a conformação sob pressão como uma técnica promissora na produção de peças de gesso com redução da porosidade ( $17,36 \pm 0,06 \%$ ). Isto porque possibilita uma conformação de peças de gesso, a partir de uma quantidade de água próxima à estequiométrica, o que reduz a evaporação da água não consumida na reação de hidratação, resultando na baixa formação de poros. Além disso, a aplicação da pressão promove a aproximação das partículas o que pode ser comprovada pelo elevado valor alcançado para a densidade aparente ( $1,99 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ ) comparada a do GCC, o que contribui para a redução da porosidade dos GCP.

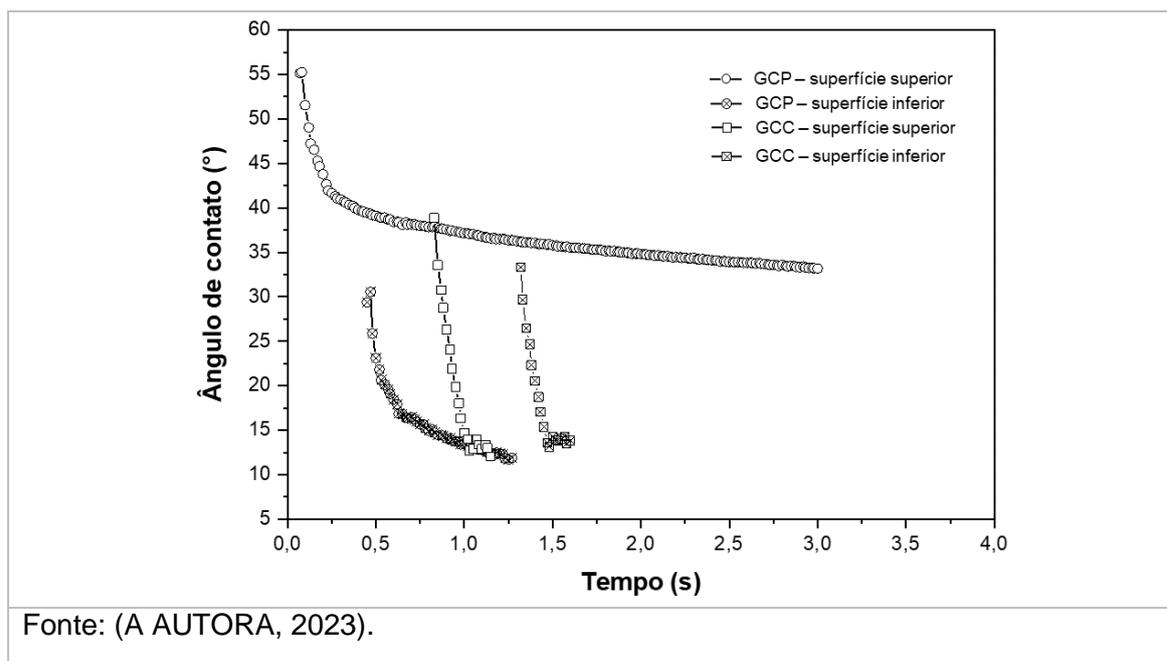
A redução do volume de poros e aumento da densidade aparente permite depreender que a técnica de conformação sob pressão pode ter reduzido, também, a quantidade de poros que pertencem a faixa de dimensão que caracterizam os macroporos cilíndricos abertos (poros capilares). Reduzindo, assim, a região em que atuam as forças de sucção capilar. Os resultados ainda sugerem que dos poros existente no GCP, há a possibilidade de que a maioria possa ser de poros fechados, o que pode ter dificultado a ascensão da água por capilaridade, uma vez que os

poros não se comunicam. Jakobsmeier (2000); Marvila *et al.* (2017), afirmam que a ascensão capilar depende do tamanho e disposição dos poros.

### 5.3.3 Ângulo de contato

As medidas de ângulo de contato permitiram avaliar quantitativamente a molhabilidade das superfícies do GCP e do GCC. A Figura 47 apresenta a cinética do ângulo de contato nas superfícies do GCP e do GCC. Devido a velocidade da câmara para processar as imagens e aos ensaios serem realizados manualmente, as curvas não apresentaram o mesmo tempo inicial. No entanto, este atraso não interfere nos resultados, uma vez que o importante é a avaliação do comportamento da curva.

Figura 47. Cinética do ângulo de contato de gotas em superfície de GCP e GCC.



O ângulo de contato médio, em ambas as superfícies do GCP e do GCC, e sua classificação quanto a molhabilidade estão apresentadas na Tabela 18. Os resultados mostraram que embora as superfícies do GCP e do GCC tenham sido classificadas como hidrofílicas ( $\theta < 90^\circ$ ), a superfície superior do GCP apresentou ângulo de contato médio maior que o obtido para superfície superior do GCC (Tabela 18). Estes resultados apontaram para uma menor molhabilidade do GCP, indicando, assim, uma melhoria no comportamento do GCP.

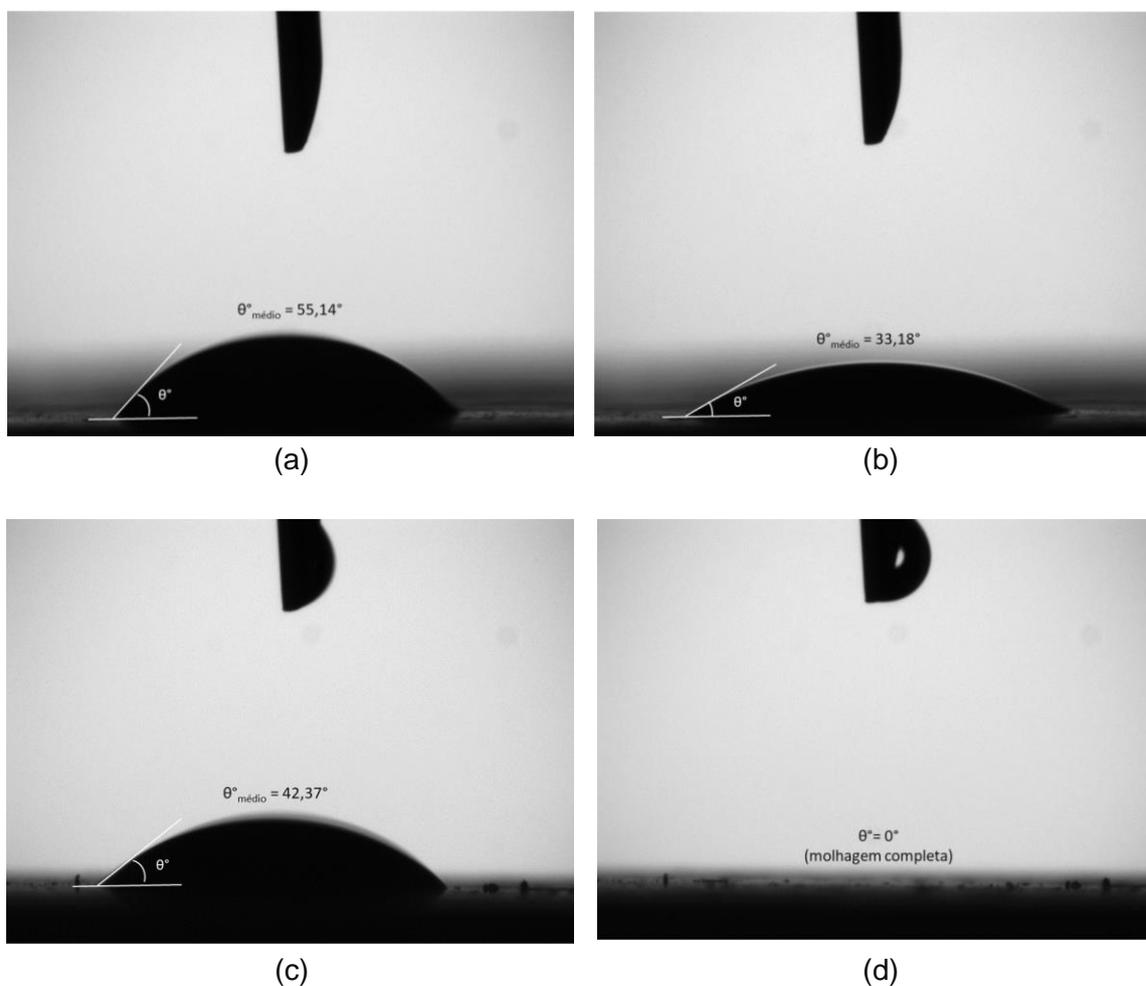
Tabela 18. Valores iniciais das medições de ângulo de contato de gotas para as superfícies inferior e superior do GCP e GCC.

Superfície	Ângulo de contato (°)	Classificação da superfície
GCP- superior	$52,34 \pm 7,53$	Hidrofílica ( $\theta < 90^\circ$ )
GCP - inferior	$34,23 \pm 6,72$	Hidrofílica ( $\theta < 90^\circ$ )
GCC - superior	$45,67 \pm 8,93$	Hidrofílica ( $\theta < 90^\circ$ )
GCC - inferior	$35,31 \pm 6,71$	Hidrofílica ( $\theta < 90^\circ$ )

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 49 mostra a evolução do ângulo de contato nas superfícies do GCP e do GCC.

Figura 48. Evolução do formato da gota em função do tempo: (a) GCP - 0 segundos, (b) GCP - 3 segundos, (c) GCC - 0 segundos e (d) GCC - 3 segundos.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Os valores dos ângulos de contato foram maiores e permaneceram por mais tempo na superfície do GCP, em relação à superfície do GCC (ver Figura 47 e 48). Foi observado, também, que na região de aplicação da força para a conformação do gesso sob pressão (superfície superior) foi identificada a presença de ângulos de contato maiores, em relação à superfície oposta à aplicação da força (superfície inferior) (Figura 47). Isto pode ser explicado pelo gradiente de densidade formado ao longo da secção longitudinal de um corpo de prova conformado sob pressão (AMORÓS ALBERO, 2000a; PECHENTKOVSKII, 1973; PEDROTI, 2011; RADOMYSELSKII; SHTERN; PECHENTKOVSKII, 1982; SHTERN, 2014). Supõe-se que na superfície superior dos corpos de prova, devido à aplicação da força para a compactação do gesso, há um melhor empacotamento das partículas, o que justifica os maiores ângulos de contato identificados nesta região (Figura 47). Isto sugere uma variação da molhabilidade, ao longo da secção longitudinal do GCP, originando uma gradação de propriedades, intrínseca à técnica de conformação sob pressão.

#### **5.3.4 Ensaio de ciclos de molhagem e secagem**

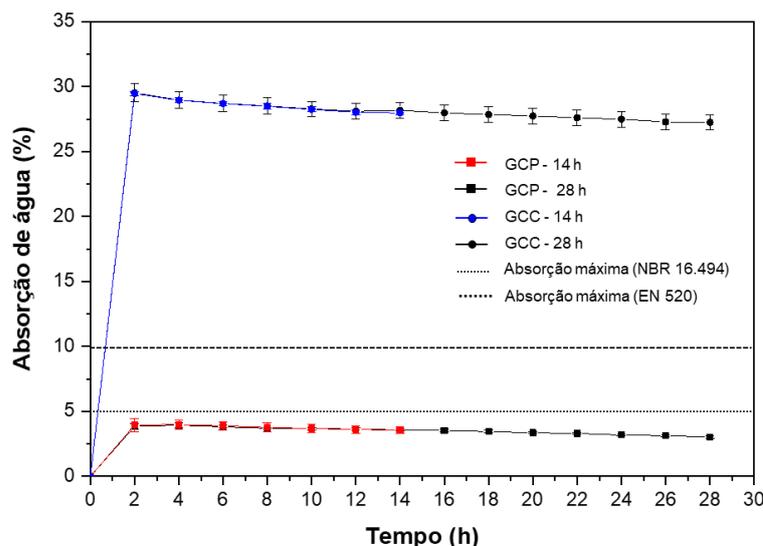
As amostras de GCP e GCC foram submetidas aos ciclos de molhagem e secagem. Foi determinada a capacidade de absorção de água das amostras após 7 e 14 ciclos, representando os tempos totais de imersão em água de 14 h e 28 h, respectivamente, referentes a etapa de molhagem. Para verificar o efeito da água na resistência mecânica das amostras de GCP e do GCC foi realizada uma comparação entre os resultados da resistência à compressão, antes e após as amostras de GCP e de GCC serem submetidas ao ensaio de molhagem e secagem.

##### *a) Absorção de água*

A Figura 49 mostra as curvas de absorção do GCP e do GCC para 7 e 14 ciclos de molhagem e secagem. Cada ponto, equivale ao valor médio de 3 corpos de prova. Observou-se um comportamento de absorção de água semelhante para ambos os estudos de GCP e de GCC. As curvas mostraram uma taxa de absorção inicialmente elevada, apontando um período inicial de difusão linear nas primeiras 2h, para ambos os métodos de conformação do gesso. No entanto, a absorção de

água do GCC foi significativamente superior à do GCP nos períodos avaliados (Figura 49). Não foram observadas diferenças, estatisticamente, significantes entre os ciclos do mesmo grupo. A absorção de água do GCP representou uma redução de 88,16%, em relação à absorção de água do GCC.

Figura 49. Absorção de água média em função do tempo de imersão.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Estes resultados foram, expressivamente, superiores aos alcançados por Rodrigues, Sousa e Olivier (2022) que obtiveram uma redução de 20,04% e 73,09% na absorção de água para diferentes teores de aditivo hidrorrepelente em relação aos corpos de prova referência após 20 ciclos. Outro inconveniente identificado por Rodrigues, Sousa e Olivier (2022) foi a perda do hidrorrepelente provocado pelo desgaste durante os ciclos, o que resultou em um aumento da absorção ao longo dos ciclos analisados.

A absorção de água do GCP aos 7 ciclos ( $3,55 \pm 0,13$ ) % e aos 14 ciclos ( $3,52 \pm 0,28$ ) % e atendeu aos limites exigidos pela norma brasileira NBR 16.494 (ABNT, 2017) para blocos de gesso hidrofugados destinados à vedação vertical ( $\leq 5,0$  %) e pela norma europeia EN 520 (2009) para placas de gesso acartonado com baixo coeficiente de absorção de água ( $\leq 10,0$  %). Estes resultados para o GCP representaram uma redução de 87,6% e 87,5% na absorção por imersão para os 7 ciclos ( $28,54 \pm 0,53$ ) % e 14 ciclos ( $28,10 \pm 0,65$ ) % de molhagem e secagem, respectivamente, em relação ao GCC. Estes resultados indicam uma possível

aplicação na produção de blocos e componentes pré-fabricados para uso em áreas molhadas e molháveis.

Estes resultados podem ser explicados porque o gesso conformado sob pressão apresentou um elevado empacotamento dos grãos de gesso ( $1,99 \pm 0,012$  g/cm<sup>3</sup>) em relação ao GCC ( $1,16 \pm 0,01$  g/cm<sup>3</sup>). Assim sendo, o melhor empacotamento dos grânulos do GCP e diminuição dos poros justificam uma melhoria na capacidade de resistir à penetração de água, refletindo em uma menor absorção de água do GCP (Figura 49). Desta forma, os resultados indicam ser possível a produção de um gesso com baixos índices de absorção de água, sem a presença de aditivos hidrofugantes, normalmente, de elevado e proporcionando a manutenção das propriedades de reciclabilidade do gesso.

#### *b) Efeito da água na resistência mecânica*

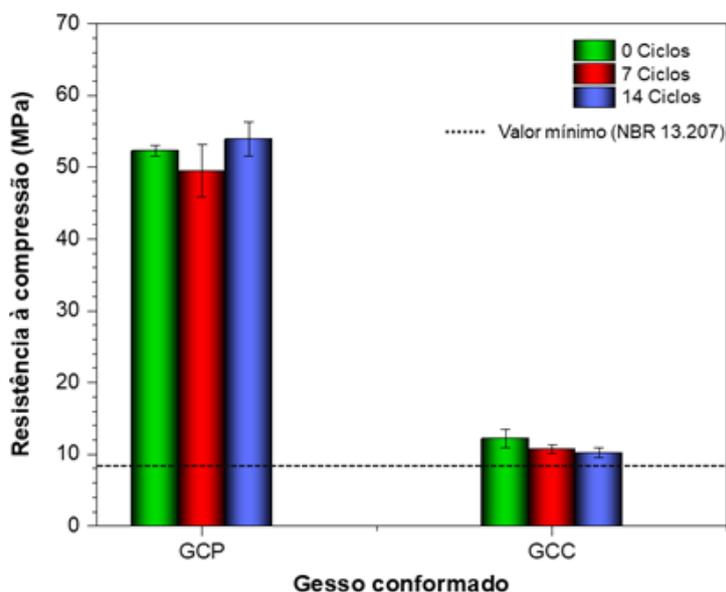
A influência da água na resistência mecânica do GCP e do GCC foi determinada através da comparação entre os resultados da resistência à compressão das amostras, antes e depois de serem expostas aos ciclos de molhagem e secagem. Os resultados para a resistência compressão, assim como, as espessuras médias e o empacotamento dos grânulos de gesso (densidade aparente), antes e após os ciclos, estão apresentadas Tabela 19. A Figura 50 apresenta o gráfico de barras com a comparação da resistência à compressão antes (ciclo 0) e após (7 e 14 ciclos) o ensaio de molhagem e secagem.

Tabela 19. Propriedades do gesso conformado antes e após os ciclos de molhagem e secagem.

	<b>Ciclos</b>	<b>t (mm)</b>	<b>R<sub>c</sub> (MPa)</b>	<b>ρ (g/cm<sup>3</sup>)</b>
GCP	0	39,6 ± 0,12	52,3 ± 0,73	1,99 ± 0,01
	7	39,3 ± 0,11	49,5 ± 3,64	1,99 ± 0,01
	14	39,6 ± 0,06	53,9 ± 2,34	1,98 ± 0,05
GCC	0	40,6 ± 0,27	12,2 ± 1,34	1,16 ± 0,01
	7	40,7 ± 0,47	10,7 ± 0,58	1,15 ± 0,002
	14	40,2 ± 0,04	10,2 ± 0,72	1,15 ± 0,01

Fonte: (A AUTORA, 2023).

Figura 50. Resistência à compressão do gesso conformado GCP e GCC antes e depois do ensaio de molhagem e secagem.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

É evidente a superioridade da resistência à compressão dos corpos de prova de GCP em relação ao GCC. Estes resultados estão diretamente relacionados com o elevado empacotamento dos grânulos de gesso (densidade aparente) alcançados pela técnica de conformação sob pressão (Tabela 19). Os resultados de resistência à compressão do GCP foram, significativamente, superiores ao valor mínimo ( $\geq 8,4$  MPa) exigido pela norma brasileira para gesso NBR 13.207 (ABNT, 2017), conforme mostra a Figura 50. Segundo Moraes (2022) o aumento da área de contato entre as partículas contribui para a ação das forças de adesão e por consequência para o aumento da resistência do material.

A análise estatística teste *t*, comparação entre médias, mostrou que não houve diferença significativa, ao nível de confiança de 95%, entre a resistência à compressão das amostras de GCP referência (ciclo 0) e a resistência à compressão das amostras submetidas a 7 ciclos ( $p = 0,2612 > 0,05$ ) e a 14 ciclos ( $p = 0,3174 > 0,05$ ) de molhagem e secagem. A análise da resistência à compressão entre os 7 ciclos e os 14 ciclos ( $p = 0,1518 > 0,05$ ), também, não apresentou diferença estatisticamente significativa, ao nível de confiança de 95%. Estes resultados, também foram identificados para o GCC. A comparação entre a resistência à compressão entre os 7 ciclos ( $p = 0,1335 > 0,05$ ) e os 14 ciclos ( $p = 0,0680 > 0,05$ ) de molhagem

e secagem e entre os ciclos ( $p = 0,3537 > 0,05$ ) mostram que não houve diferença significativa, ao nível de confiança de 95% para o GCC. Estes resultados mostraram que para a quantidade de ciclos de molhagem e secagem analisadas não houve degradação suficiente nas amostras analisadas para promover uma redução da resistência à compressão do GCP e GCC. No entanto, os valores para a absorção de água alcançados para o GCP indicaram características hidrofóbicas do GCP (ver item 5.3.4 - absorção de água).

Estes resultados sugerem o potencial do GCP para aplicação na produção de blocos e componentes pré-fabricado para fins estruturais na construção civil, com possibilidade de uso em áreas molhadas e molháveis. No entanto, faz-se necessário um estudo mais aprofundado com uma maior quantidade de ciclos de molhagem e secagem para ampliar o conhecimento acerca do desempenho do GCP em relação à ação da água, assim como, de suas propriedades microscópicas, estrutura cristalina, forças de adesão entre as partículas e processo de hidratação.

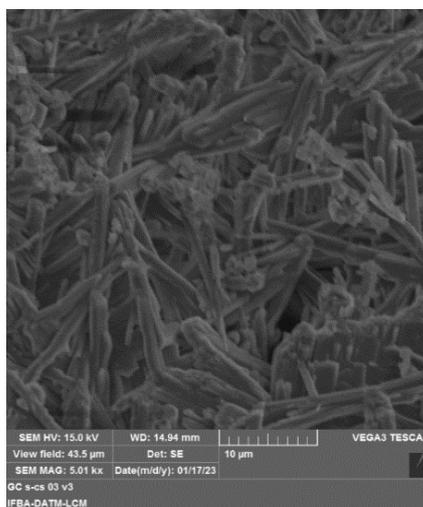
### 5.3.5 Microestrutura

A Figura 51 apresenta as micrografias obtidas pelo MEV das amostras do GCC, conformado sem pressão, antes e após serem submetidas ao ensaio de molhagem e secagem. Assim como, a Figura 52 mostra as micrografias das amostras do GCP, conformado sob pressão, antes e após serem submetidas ao ensaio de molhagem e secagem por 7 e 14 Ciclos.

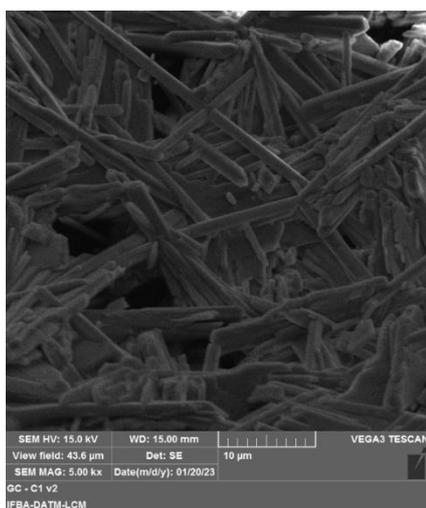
As Figura 51 e 52 apresenta, respectivamente, as micrografias obtidas pelo MEV das amostras do GCC, conformado sem pressão, e do GCP, conformado sob pressão, antes e após serem submetidas ao ensaio de molhagem e secagem.

Nas micrografias do GCC, antes e após o ensaio de molhagem e secagem (Figura 51), foi identificada a presença de cristais alongados aciculares e em forma de placas, em organização aleatória, com crescimento radial em forma de tufo. Observou-se que alguns destes cristais mantêm algum contato direto entre si, e há cristais que se entrelaçam. Foi identificada a presença de vazios entre os cristais, causada pela perda excessiva de água (GERALDO *et al.*, 2018; PINHEIRO, 2011). Não foi identificada diferença significativa entre os cristais do GCC, antes e após o ensaio de molhagem e secagem.

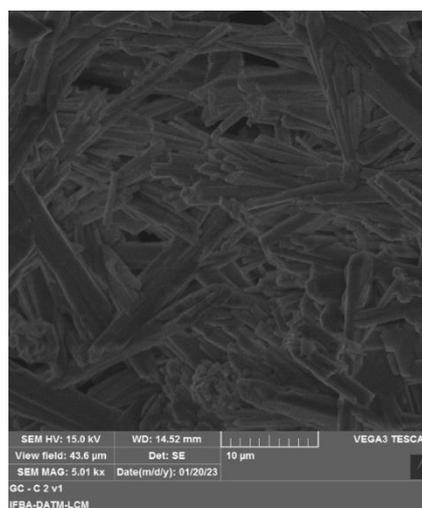
Figura 51. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCC – Ciclo 0; (b) GCC – Ciclo 7; (c) GCC – Ciclo 14.



(a)



(b)



(c)

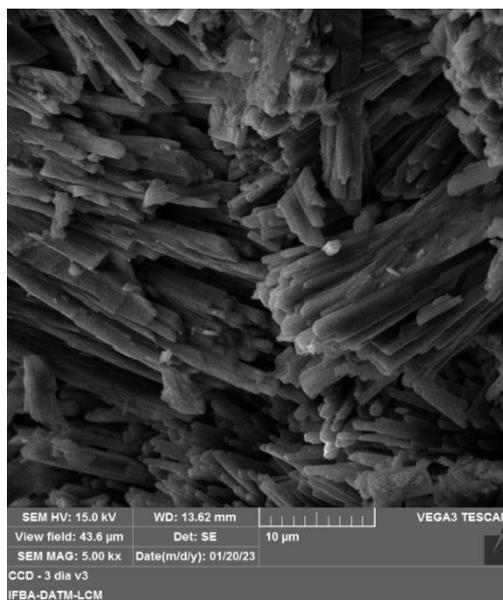
Fonte: (A AUTORA, 2023).

Nas micrografias, antes e após o o ensaio de molhagem e secagem (Figura 52), notou-se a predominância de cristais aciculares alongados, bem formados, em aglomerados alinhados e interconectados originando uma microestrutura mais densa e compacta, com menor teor de vazios, em relação ao GCC. Esta morfologia contribuiu para a conformação de um gesso de elevada resistência à compressão, mesmo após serem submetidos ao ensaio de mmolhagem e secagem.

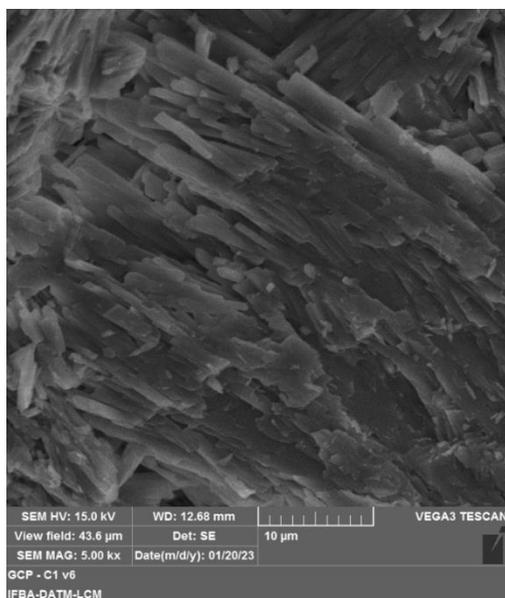
O di-hidrato geralmente consiste em um material frágil e sua resistência mecânica depende das forças de adesão entre seus cristais (KANNO *et al.* 2008). Os

resultados mostraram que a técnica de conformação sob compactação do gesso contribuiu para melhorar a adesão entre os cristais.

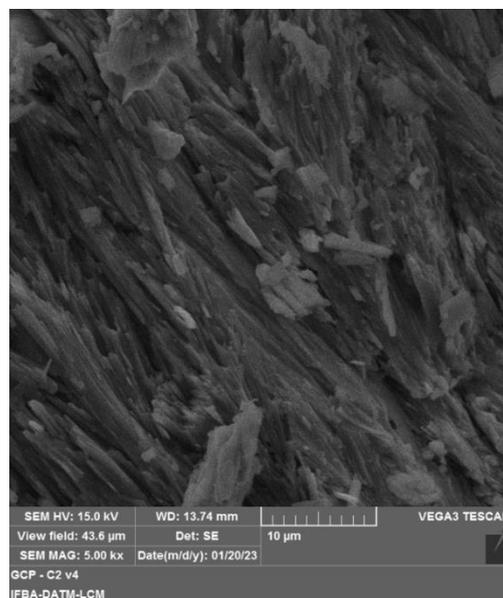
Figura 52. Micrografias de seções fraturadas de: (a) GCP – Ciclo 0; (b) GCP – Ciclo 7; (c) GCP – Ciclo 14.



(a)



(b)



(c)

Fonte (A AUTORA, 2023).

Não foi identificada diferença significativa entre os cristais do GCP, antes e após o ensaio de molhagem e secagem. Após os ciclos de molhagem e secagem, os cristais do GCP mantiveram em aglomerados alinhados e interconectados, propiciando uma microestrutura densa e compacta, com menor teor de vazios, semelhantes às amostras, antes do o ensaio de molhagem e secagem (Figura 52). Estes resultados para a morfologia dos cristais justificam a manutenção dos valores elevados do GCP, para a resistência à compressão (ver Tabela 12) após os ciclos.

No entanto, os resultados apontaram para a necessidade de estudos mais aprofundados, com uma maior quantidade de ciclos de molhagem e secagem, assim como, a avaliação da microestrutura e dos fenômenos que envolvem a água livre e água de constituição do GCP, antes e após o ensaio de molhagem e secagem.

#### 5.4 CONCLUSÃO

Os resultados mostraram que o projeto composto central associado à metodologia de otimização múltipla foi eficiente na conformação de componentes de GCP com elevado desempenho mecânico ( $E = 25,1 \pm 0,46$  GPa), ( $R_t = 22,0 \pm 2,19$  MPa) e ( $R_c = 52,3 \pm 0,73$  MPa) e reduzida porosidade ( $\eta = 17,4 \pm 0,06$  %). A solução ótima para a obtenção de um gesso com menor susceptibilidade à água por meio da redução da porosidade foi  $P=18,409$  MPa,  $M=538,884$  g e  $X=0,17$ . A partir destas condições ótimas foi realizada a avaliação do comportamento do GCP frente à ação da água.

A absorção de água por capilaridade ( $0,28$  g/cm<sup>3</sup>) do GCP apresentou uma redução de 95%, em relação à absorção de água por capilaridade ( $5,51$  g/cm<sup>3</sup>) do GCC. Estes resultados demonstraram a eficiência do GCP no bloqueio da absorção capilar proveniente dos reduzidos teores de porosidade ( $17,36 \pm 0,06$  %) e elevado empacotamento dos grãos de gesso ( $\rho_{ap}=1,99 \pm 0,012$  g/cm<sup>3</sup>). Isto porque o transporte de água está relacionado com o sistema de poros que compõe o material.

De acordo com a análise do ângulo de contato, as superfícies do GCP ( $\theta = 52,34 \pm 7,53^\circ < 90^\circ$ ) e do GCC ( $\theta = 45,67 \pm 8,93^\circ < 90^\circ$ ) foram consideradas hidrofílicas. No entanto, o GCP apresentou maiores ângulos de contato e a gota perma-

neceu por mais tempo na superfície do GCP, em relação à superfície do GCC. Observou-se que a conformação sob pressão, ao promover a aproximação das partículas, proporcionou uma redução do grau de molhabilidade do gesso, sendo, por consequência, indícios de uma melhoria no comportamento do gesso em relação à ação da água.

Durante os ciclos de molhagem e secagem, o GCP apresentou uma redução na absorção de água por imersão, em torno de 88%, em relação ao GCC. A redução nos valores de absorção de água por imersão do GCP em relação ao GCC, indicaram características hidrofóbicas do GCP, segundo norma brasileira para blocos de gesso hidrofugados ( $\leq 5,0\%$ ) e norma europeia para placas de gesso acartonado com baixo coeficiente de absorção de água ( $\leq 10,0\%$ ).

A análise estatística mostrou que não houve diferença estatisticamente significativa entre a resistência à compressão das amostras de GCP e GCC, antes e após serem submetidas aos ciclos de molhagem e secagem. Não foi encontrada, também, diferença estatisticamente significativa para a resistência à compressão entre os ciclos analisados (7 e 14 ciclos). Considerando, o número de ciclos analisados, não houve degradação suficiente para promover queda da resistência à compressão. Assim sendo, para resultados mais conclusivos sobre o efeito da água na resistência à compressão do GCP faz-se-á necessário a avaliação de uma quantidade maior de ciclos de molhagem e secagem.

Os resultados apontaram a conformação sob pressão como uma técnica com potencial de produzir gesso com baixos índices de absorção de água, sem a presença de aditivos hidrofugantes. Isto pode apresentar influência na redução do custo final e na manutenção das propriedades de reciclabilidade do gesso.

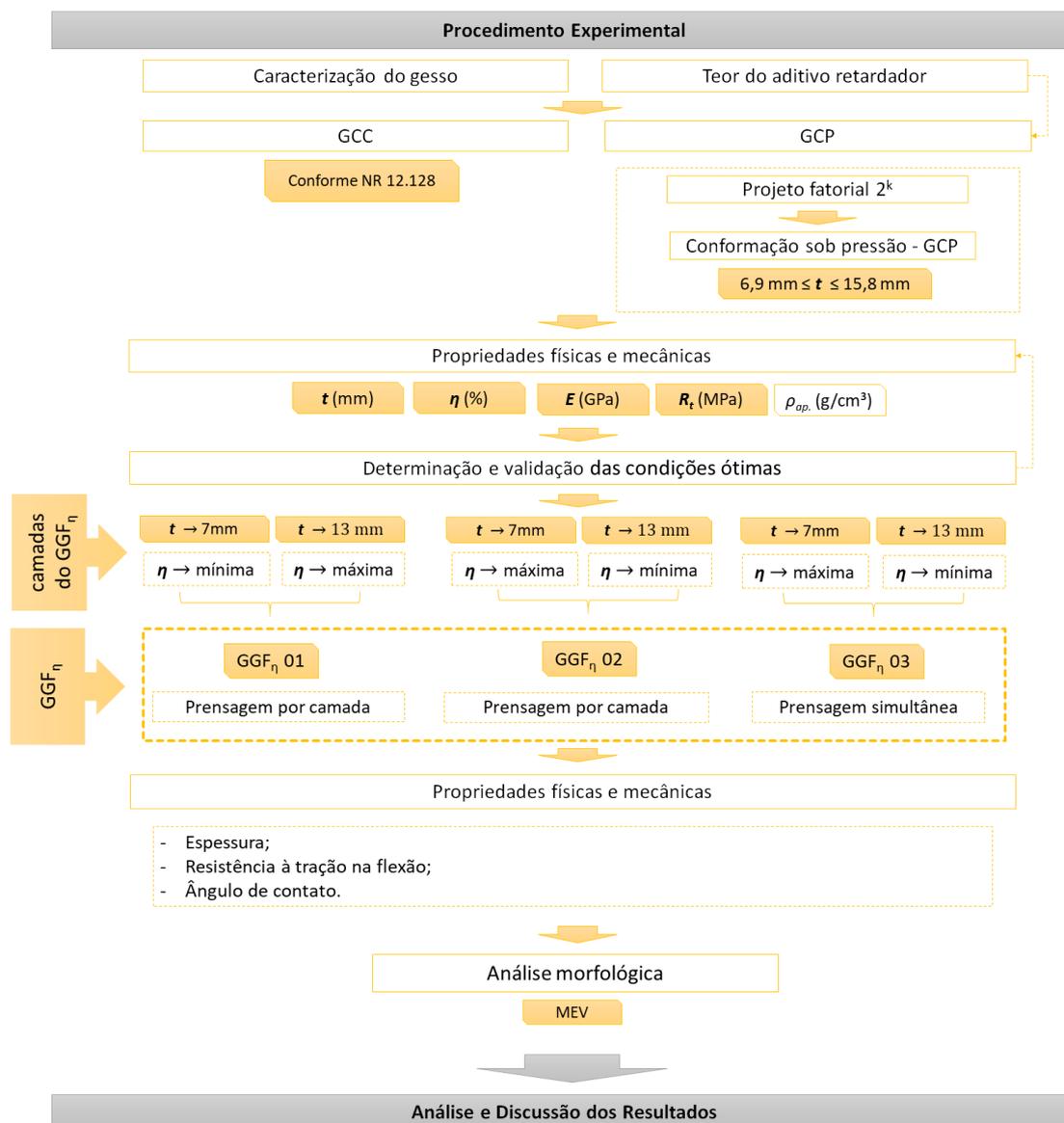
A conformação sob pressão, com uma quantidade de água próxima a estequiométrica, promoveu um elevado nível de empacotamento das partículas de di-hidrato ao reduzir o número de vazios do gesso conformado e, conseqüentemente, menor afinidade com água. Desta forma, originou um material de elevado comportamento mecânico e características hidrofóbicas, com possibilidade para aplicação para fins estruturais e uso em áreas molhadas e molháveis na construção civil.

## 6 DESENVOLVIMENTO DE GESSO CONFORMADO SOB PRESSÃO COM GRADAÇÃO FUNCIONAL DA POROSIDADE

Este capítulo demonstra a viabilidade técnica de fabricar gesso com gradação funcional da porosidade, utilizando a técnica de conformação sob pressão. Para tanto, foi realizado um estudo da influência dos parâmetros de conformação nas propriedades físico-mecânicas de peças delgadas de gesso conformadas sob pressão, utilizando o projeto fatorial completo  $2^k$ . A metodologia de otimização múltipla possibilitou a determinação das condições ótimas para tornar possível a variação planejada da porosidade ao longo da secção longitudinal do gesso conformado sob pressão (GCP). Na otimização foram previstas peças delgadas de GCP, com espessuras iguais a  $t \cong 7$  mm e  $t \cong 13$  mm e diferentes porosidades, para o estudo individual das camadas da gradação. Para a produção do gesso conformado sob pressão com gradação funcional foi concebido dois procedimentos tecnológicos: a) prensagem uniaxial por camada e b) prensagem uniaxial simultânea das camadas para alcançar uma variação da porosidade ao longo da secção.

O programa experimental, deste estudo, foi composto pelas seguintes etapas: (i) Caracterização do gesso de construção comercial (ver Capítulo 4); (ii) Confeção dos corpos de prova de gesso conformado pelo método convencional (GCC) (ver Capítulo 4); (iii) Elaboração do planejamento estatístico experimental, a partir do projeto fatorial completo  $2^k$ ; (iv) Confeção das séries do projeto fatorial, para a produção de peças delgadas de gesso conformadas sob pressão; (v) Avaliação das propriedades físicas e mecânicas das séries do projeto fatorial; (vi) Determinação e validação das séries otimizadas, com espessuras de  $t \cong 7$  mm e  $t \cong 13$  mm e diferentes porosidades, correspondente às faces da gradação; (vii) Confeção dos corpos de prova de gesso com gradação funcional da porosidade (GGF<sub>n</sub>); (viii) Estudo do comportamento físico-mecânico das camadas individuais e do GGF<sub>n</sub>; (ix) Análise do ângulo de contato do GGF<sub>n</sub> e (x) Análise morfológica das amostras de GGF<sub>n</sub>. O programa experimental está apresentado no fluxograma, conforme Figura 53.

Figura 53. Resumo metodológico.



GCC = Gesso conformado pelo método convencional; GCP = Gesso conformado sob pressão e GGF<sub>η</sub> = Gesso com gradação funcional da porosidade.  $t$  = espessura;  $\eta$  = porosidade;  $E$  = módulo de elasticidade dinâmico e  $R_t$  = resistência à tração na flexão.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

## 6.1 INTRODUÇÃO

A técnica de prensagem de pós é comumente utilizada na indústria metalúrgica na conformação de peças metálicas (PATNAIK, 2002; SOUZA e AZEVÊDO, 2018). Na construção civil seu uso é comum na produção do grês porcelanato utilizado como sistema de pavimento ou revestimento interno e externo, pela alta resistência e durabilidade que apresentam (DULTRA, 2013; SOUSA, 2014; PARANHOS, 2015 e BIFFI, 2022).

A técnica de prensagem foi idealizada para a produção de peças de gesso, pela primeira vez, por Souza (2005) através de patente desenvolvida para a fabricação de peças de gesso de elevada resistência e baixa permeabilidade. A base da técnica consiste na conformação sob pressão de uma massa de gesso umedecida com uma quantidade de água próxima à mínima necessária a reação de hidratação. Devido ao potencial que apresenta, a temática continua sendo alvo do estudo de diversos pesquisadores, tais como, Alves Júnior, 2012; Avelar, 2012; Campos; Carvalho; Dias, 2023; Correia; Souza, 2009; Côte Real, 2009; Geraldo *et al.*, 2018; Kanno, 2009; Kanno *et al.*, 2008; Souza, 2005; Souza 2006; Souza; Rossetto; Kanno, 2007; Zhou *et al.*, 2015. No gesso, a pressão aplicada promove a redução do volume e tamanho dos poros, similar ao que ocorre com os materiais cerâmicos granulares (AMORÓS ALBARO, 2000b; AMORÓS ALBERO, 2000a).

Os estudos sobre a conformação de gesso sob pressão ainda são recentes, portanto, embrionários. No entanto, este material apresenta resultados promissores devido ao potencial que apresentam na produção de peças de gesso com elevado desempenho mecânico e melhoria do comportamento em relação à ação da água. Assim sendo, são exigidos estudos que promovam o aperfeiçoamento da técnica de conformação de gesso sob pressão, assim como, o preenchimento das lacunas que ainda restringem o uso de gesso na construção civil.

O conceito de materiais projetados com gradação funcional tem inspiração na natureza. Diversos sistemas naturais, como caules de plantas e ossos de animais evoluíram, engenhosamente, desenvolvendo composição, microestrutura e propriedades espacialmente graduadas para atenderem aos estímulos externos (NOGATA; TAKAHASHI, 1995; GHAVAMI; RODRIGUES; PACIORNIK, 2003; AMADA; UNTAO, 2001; KOCH, 2018). Para um material ser classificado como material com gradação funcional (MGF) deve apresentar uma distribuição não

homogênea, de uma ou mais propriedades, com a finalidade de atender a uma determinada função. Além disso, apresentar no mínimo uma propriedade variando ao longo de uma ou mais direção, de maneira a atender um desempenho desejado frente a uma ação (DIAS, 2011).

Na área da engenharia civil, os materiais com gradação funcional (MGF's) têm sido utilizados com frequência na solução de problemas envolvendo compósitos cimentícios (GENG *et al.*, 2022; LAI *et al.*, 2017; SHEN *et al.*, 2008), fibrocimentos (DIAS, 2011; DIAS; SAVASTANO JÚNIOR; JOHN, 2010) e concretos (ABBAS *et al.*, 2023; HERRMANN; SOBEK, 2017; LIU *et al.*, 2018; PIETRAS; SADOWSKI, 2017; PIETRAS; SADOWSKI, 2019; TOADER, SOBEK; NICKEL, 2017; TORELLI; GIMÉNEZ FERNÁNDEZ; LEES, 2020; XIAO *et al.*, 2023).

A gradação funcional da porosidade vem sendo alvo de estudos em materiais de construção, para a alcançar a melhoria de desempenho térmico e estrutural de concretos (HERRMANN; SOBEK, 2017; PIETRAS; SADOWSKI, 2019), da resistência mecânica e leveza de materiais cimentícios (GENG *et al.*, 2022) e aumento da capacidade de absorção de energia e leveza de elementos de concreto (TOADER, SOBEK; NICKEL, 2017).

Herrmann e Sobek (2017) promoveram o desenvolvimento de elementos de concretos, a partir da variação contínua da porosidade. Utilizaram a minimização da porosidade para otimizar as propriedades de isolamento térmico, e a maximização da porosidade para a redução do peso próprio. Para alcançar estes objetivos os autores desenvolveram misturas homogêneas de concreto com sete estágios diferentes de porosidade. Para a obtenção da gradação camada por camada foi desenvolvido dois procedimentos tecnológicos: a moldagem por camadas e a pulverização graduada. Estes procedimentos tecnológicos permitiram uma mudança gradual contínua da porosidade ao longo da seção da viga de concreto. O uso de agregados leves altamente isolantes permitiu ser possível projetar seções de paredes delgadas que atendessem às especificações estruturais e de isolamento térmico. Os resultados permitiram uma redução de peso de até 62% em comparação a um componente estrutural sólido, ao otimizar uma laje plana com vão de 5m sob carga equidistante.

Toader, Sobek e Nickel (2017) desenvolveram um concreto com gradação funcional (CGF) da porosidade a partir de duas misturas de referência com

características opostas, em termos de densidade, porosidade, resistência à compressão e módulo de elasticidade. A primeira mistura foi composta por um concreto de densidade normal,  $2160 \text{ kg.m}^{-3}$  e a segunda mistura compreende um concreto leve, com densidade de  $830 \text{ kg.m}^{-3}$ . As amostras de CGF foram constituídas por camadas alternadas de diferentes porosidades. A variação de porosidade ao longo da seção nas amostras de CGF analisadas foi inspirada na estrutura interna dos espinhos do ouriço do mar da espécie *heterocentrotus mammillatus*. Foi alcançado um modelo promissor para o desenvolvimento de materiais com elevada capacidade de absorção de carga na engenharia biomimética. As análises do modelo biológico permitiram a transformação de um material frágil, como é o caso do concreto com densidade normal, em um material quase plástico, apenas com alterações da microestrutura originando o CGF. O conceito de concreto com gradação funcional é uma abordagem inovadora para a obtenção de componentes de construção com peso otimizado e capacidade de carga comparável aos componentes de concreto normais. Os resultados mostraram ser possível transferir as características de elevada capacidade de absorção de carga e deformabilidade, presentes nos espinhos de ouriço-do-mar, para elementos de concreto por meio da aplicação do conceito de MGF em concretos. Estes resultados abrem novas possibilidades para projetar e construir edifícios capazes de suportar cargas extremas.

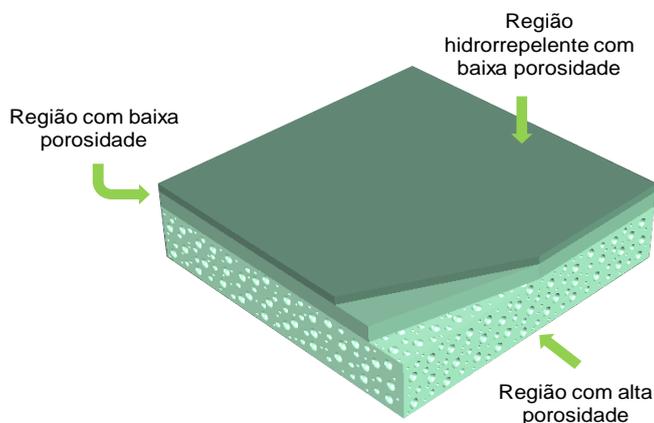
Pietras e Sadowski (2019) propuseram um concreto aerado autoclavado com gradação funcional (CAAGF). A partir dos resultados experimentais foi desenvolvido um modelo numérico para avaliar as propriedades do concreto aerado autoclavado (CAA) com diferentes porosidades. O modelo numérico foi construído utilizando o método dos elementos finitos (MEF) e considerou os processos de danos e fraturas para evitar ajustes longos e imprecisos dos parâmetros. A precisão é um elemento importante em projetos de estruturas de engenharia civil e na otimização das curvas de gradação. Ao comparar os ensaios experimentais de flexão, em três pontos, entre as amostras de CAAGF e de CAA concluiu-se que o comportamento mecânico do CAAGF foi modelado corretamente. O modelo proposto tem potencialidade para ser aplicado na engenharia civil para a previsão de respostas mecânicas do CAA e do CAAGF. O CAAGF foi considerado um

material promissor para uso na engenharia civil para dimensionamento de elementos estruturais com isolamento térmico.

Os estudos sobre gradação funcional da porosidade mostraram que é possível atender a um desempenho desejado através da variação gradual da porosidade ao longo de uma ou mais direção. Propriedades de isolamento térmico, capacidade de absorção e peso próprio foram obtidas através da gradação funcional, apenas, alterando a microestrutura do material.

A principal lacuna na literatura sobre o conceito de MGF's, aplicado aos materiais de construção, refere-se à ausência de estudos sobre gesso com gradação funcional (GGF). A incorporação do conceito de gradação funcional da porosidade no gesso conformado sob pressão mostrou-se como uma alternativa viável para produzir um gesso de elevado comportamento mecânico e baixa susceptibilidade à água. Estas combinações de propriedades abrem novas perspectiva construtivas para o uso do gesso na construção civil. A concepção ideal seria projetar a face com porosidade mínima na parte contrutiva externa, em contato com a umidade, por ser uma região que apresenta menor susceptibilidade à ação da água. E a outra face, com maior porosidade, deve ser localizada na parte construtiva interna, protegidas do meio ambiente, com menor contato com a umidade. A Figura 54 apresenta um esquema ilustrativo de uma solução hipotética da aplicação do conceito de gradação funcional da porosidade em gesso.

Figura 54. Desenho ilustrativo de uma peça de gesso com gradação funcional ao longo da secção.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Além das vantagens já apresentadas, a gradação funcional da porosidade no gesso pode contribuir, também, para a redução de custos com hidrorrepentes, concentrando este material somente na camada superficial, em contato com a umidade.

Desta forma, este trabalho tem como objetivo empregar o conceito de MGF no desenvolvimento de gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade para alcançar elevado desempenho mecânico e melhoria em relação à ação da água. Para tanto, foram desenvolvidos procedimentos tecnológicos, para a fabricação do gesso com gradação funcional, e procedimentos experimentais para a verificação das propriedades da gradação. O estudo do gesso com gradação funcional contribuiu para a ampliação do uso do gesso no setor da construção civil, tanto para uso estrutural quanto para ser usado em ambientes internos ou externos, sujeitos à umidade.

## 6.2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 6.2.1 Materiais

Neste estudo foram empregados os materiais utilizados no Capítulo 4: a) gesso de fundição, para construção civil, passado em uma peneira com abertura de malha igual a 2,0 mm; b) citrato de sódio P.A – ACS (99,75%), como aditivo retardador de pega e c) água deionizada em um sistema por osmose reversa OS20LXE da marca Gehaka. Os procedimentos para a caracterização física, química (FRX), morfológica (MEV), mineralógica (DRX) e a análises térmicas (TG/DTG) do gesso estão descritas no Capítulo 4 (ver item 4.2.1).

### 6.2.2 Métodos

#### 6.2.2.1 Projeto fatorial completo $2^k$

Um projeto fatorial completo  $2^k$  foi usado para investigar os efeitos e os fatores que apresentaram maior influência nas propriedades físico-mecânicas dos componentes delgados de GCP. Três fatores numéricos foram estudados: pressão de conformação (P), massa conformada (M) e relação água/gesso (X). O ponto central (0) foi adicionado ao projeto experimental para avaliar efeitos de segunda

ordem, determinação da significância da falta de ajuste dos modelos e a estimativa do erro experimental. Os níveis mínimo e máximo de P e X foram estabelecidos considerando dados da literatura (KANNO, 2009; CÔRTE REAL, 2009; ZHOU *et al.*, 2015). Os níveis de M, por sua vez, foram determinados a partir de experimentos preliminares, de modo a obter corpos de prova prismáticos com comprimento de 160 mm, largura de 40 mm e espessuras entre  $t \cong 7$  mm e  $t \cong 13$  mm. Os níveis mínimo e máximo para as três variáveis independentes analisadas são mostrados na Tabela 20.

Tabela 20. Fatores e os níveis para o projeto fatorial completo ( $2^k$ ).

Fatores	Níveis		
	-1	0	+1
P: Pressão de conformação (MPa)	5	10	15
M: Massa da mistura (g)	100	150	200
X: Relação a/g	0,18	0,20	0,22

Fonte: (A AUTORA, 2023).

O projeto foi elaborado utilizando o teor de 0,05% de aditivo retardador, citrato de sódio, em relação à massa do gesso. Os valores de  $R^2$ ,  $R_{adj}^2$  e  $R_{pred}^2$  e as significâncias das faltas de ajuste dos modelos para ( $\alpha=0,05$ ), foram usados para avaliar a qualidade de ajuste dos modelos. Além disso, foi realizada uma análise da distribuição dos resíduos para verificar a normalidade dos dados e para tomada de decisão quanto à aplicação de transformações não lineares e eliminação de valores espúrios.

As propriedades analisadas correspondentes às respostas experimentais do projeto fatorial foram: espessura ( $t$ ), porosidade ( $\eta$ ), módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) e resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) de corpos de prova delgados conformados sob pressão. A avaliação dos parâmetros de conformação na espessura e o estudo de corpos de prova delgados de GCP contribuíram para o planejamento da variação da porosidade, ao longo da seção e produção do GGF $_{\eta}$ . A matriz experimental do projeto fatorial completo  $2^k$  e as respostas experimentais para as diferentes séries estão apresentadas na Tabela 21. Os experimentos foram randomizados, produzidos de forma aleatória, e realizados em 8 séries e 3 replicatas do ponto central.

Tabela 21. Matriz do projeto composto central: nível dos fatores e respostas experimentais.

Série	NÍVEIS DOS FATORES		RESPOSTAS EXPERIMENTAIS					$\rho_{ap}$ (g/cm <sup>3</sup> )
	P (MPa)	M (g)	$t$ (mm)	$\eta$ (%)	$E$ (GPa)	$R_t$ (MPa)		
10 *	10	150	1,88	11,03	22,44	15,70	8,75	1,88
5	5	100	1,73	7,85	28,36	9,81	5,29	1,73
1	5	100	1,66	8,06	33,73	9,18	4,07	1,66
8	15	200	1,90	12,97	20,67	18,79	12,87	1,90
3	5	200	1,76	15,83	27,25	12,18	6,02	1,76
2	15	100	1,89	7,11	23,82	15,39	10,42	1,89
11*	10	150	1,81	11,45	25,41	11,22	6,64	1,81
9*	10	150	1,87	11,15	23,04	13,34	6,11	1,87
7	5	200	1,83	15,42	21,92	18,01	11,34	1,83
6	15	100	1,88	6,87	23,08	15,47	9,25	1,88
4	15	200	1,91	14,74	21,24	16,22	9,01	1,91
Mínimo	<b>5</b>	<b>100</b>	<b>1,66</b>	<b>6,87</b>	<b>20,67</b>	<b>9,18</b>	<b>4,07</b>	<b>1,66</b>
Máximo	<b>15</b>	<b>200</b>	<b>1,91</b>	<b>15,83</b>	<b>33,73</b>	<b>18,79</b>	<b>12,87</b>	<b>1,91</b>
GCC	---	---	<i>1,16 ± 0,01</i>	---	<i>50,9 ± 0,44</i>	<i>7,2 ± 0,10</i>	<i>5,6 ± 0,90</i>	<i>1,16 ± 0,01</i>

Obs.: \* Pontos centrais; \*\*Os níveis codificados estão entre parênteses.

P = Pressão de conformação; M = Massa conformada e X = Relação água/gesso.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

### 6.2.2.2 Planejamento da gradação funcional

A metodologia de otimização múltipla foi utilizada para planejar a variação da porosidade na fabricação do gesso com gradação funcional da porosidade ( $GGF_{\eta}$ ). Este método foi realizado pelo emprego da função desejabilidade proposta por Derringer e Suich (1980) (COSTA; LOURENÇO; PEREIRA, 2011; MONTGOMERY, 2013) que consiste no peso atribuído entre 0 e 1, dado o valor da propriedade, conforme detalhes apresentados no Capítulo 5 (ver item 5.3.1).

A otimização buscou uma combinação de níveis de fatores que satisfizessem simultaneamente os critérios estabelecidos para cada uma das respostas e fatores analisados. A otimização numérica se utilizou dos modelos para pesquisar no espaço de fatores as melhores combinações para alcançar os objetivos múltiplos. Para isto, foi escolhida a meta desejada para cada fator e resposta (STATEASE, 2023).

Os objetivos possíveis foram: maximizar, minimizar, dentro do intervalo, nenhum (apenas para respostas) e definir um valor exato (apenas fatores). Os objetivos foram combinados em uma função de desejabilidade geral (STATEASE, 2023).

As otimizações foram realizadas no *software Design Expert Stat Ease®* versão 13. A variação da porosidade ao longo da seção foi concebida a partir de misturas homogêneas determinadas pela metodologia de otimização múltipla para a obtenção dos máximos e mínimos valores de porosidade. Foram planejados três tipos de gradação funcional, denominadas,  $GGF_{\eta}$  01,  $GGF_{\eta}$  02 e  $GGF_{\eta}$  03. Cada grupo de  $GGF_{\eta}$  foi constituído por duas camadas, com variação da porosidade ao longo das espessuras,  $t = 7$  mm e  $t = 13$ mm, originando corpos de prova de  $GGF_{\eta}$  com espessuras médias de 20 mm.

A Tabela 22 mostra as soluções otimizadas, ou seja, as melhores combinações para alcançar os objetivos múltiplos determinados para cada camada na produção do  $GGF_{\eta}$ . No total, foram obtidas seis soluções otimizadas para a produção dos três tipos de gradação funcional.

O grupo com gradação funcional  $GGF_{\eta}$  01 foi planejado de modo que a camada com espessura de 7 mm alcançasse uma porosidade mínima e, conseqüentemente, máximos valores para as propriedades mecânicas analisadas (módulo de elasticidade dinâmica e resistência à tração na flexão). Assim como, a camada com 13 mm de espessura atingisse uma porosidade máxima e, por conseguinte, mínimos valores

para as propriedades mecânicas analisadas. As soluções ótimas para a obtenção deste grupo alcançaram uma desejabilidade global igual a 0,716 e 0,904, respectivamente.

Tabela 22. Soluções otimizadas.

$GGF_{\eta}$	Soluções otimizadas	Nº camadas	Camadas	P (MPa)	M (g)	X
01	1	1	$\eta_{\text{mín.}} (t_1 \rightarrow 7 \text{ mm})$	15	102,52	0,22
	2	2	$\eta_{\text{máx.}} (t_2 \rightarrow 13 \text{ mm})$	5	166,26	0,18
02	3	1	$\eta_{\text{mín.}} (t_1 \rightarrow 13 \text{ mm})$	14,2	183,54	0,21
	4	2	$\eta_{\text{máx.}} (t_2 \rightarrow 7 \text{ mm})$	8,6	100,00	0,18
03	5	1	$\eta_{\text{mín.}} (t_1 \rightarrow 13 \text{ mm})$	10	175,67	0,22
	6	2	$\eta_{\text{máx.}} (t_2 \rightarrow 7 \text{ mm})$	10	100,31	0,18

Fonte: (A AUTORA, 2023).

O  $GGF_{\eta}$  02 corresponde a versão simétrica do  $GGF_{\eta}$  01. Portanto, a camada com espessura de 7 mm foi planejada para alcançar uma porosidade máxima com valores mínimos para as propriedades mecânicas. Enquanto que para a camada de 13 mm de espessura foi projetada para atingir uma porosidade mínima e, consequentemente, máximos valores para as propriedades mecânicas. As soluções ótimas para a obtenção deste grupo alcançaram uma desejabilidade global igual a 0,782 e 0,725, respectivamente. Ambos os grupos  $GGF_{\eta}$  01 e  $GGF_{\eta}$  02 foram obtidos mediante procedimento tecnológico prensagem por camada (ver item 6.2.2.3).

O  $GGF_{\eta}$  03 foi obtido pela técnica de prensagem simultânea das camadas (ver item 6.2.2.3). Neste caso, a pressão foi fixada em 10 MPa. A camada com espessura igual a 13 mm foi planejada para atingir um teor mínimo de porosidade, assim como a camada de 7 mm de espessura foi definida para alcançar porosidade máxima. Em ambos as situações as propriedades mecânicas foram mantidas, dentro do intervalo. As soluções ótimas para a obtenção deste grupo, para ambas as camadas, alcançaram uma desejabilidade global igual a 1,0.

As espessuras das camadas da gradação funcional,  $t = 7 \text{ mm}$  e  $t = 13 \text{ mm}$ , foram definidas com base nas espessuras das chapas de gesso acartonado destinadas à execução de paredes, forros e revestimentos internos, conforme NBR 14.715-1 (ABNT, 2021).

### 6.2.2.3 Produção dos corpos de prova com gradação funcional

A variação da porosidade ao longo da seção para a obtenção da gradação funcional da porosidade nos corpos de prova de gesso, conformados sob pressão, foi alcançada a partir das soluções otimizadas por otimização múltipla.

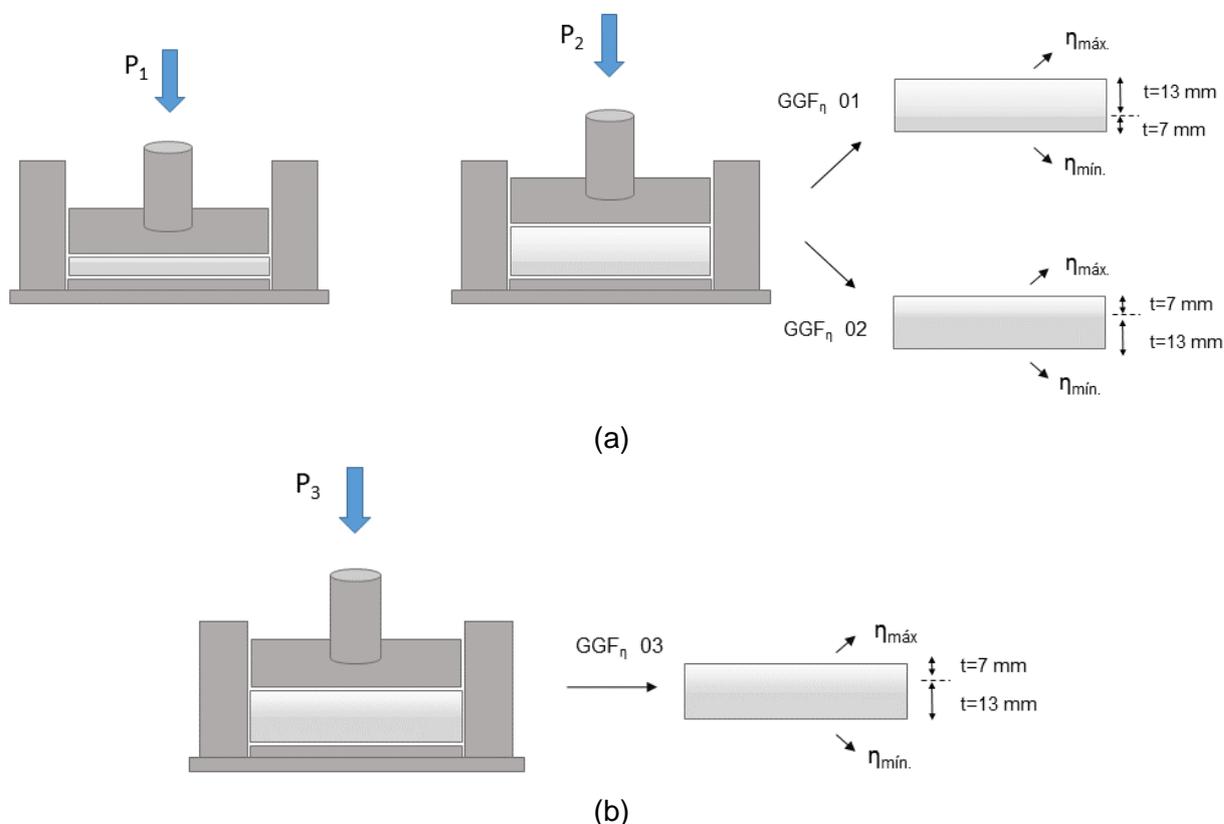
O gesso com gradação funcional da porosidade ( $GGF_{\eta}$ ) foi produzido utilizando a matriz de compactação em aço, desenvolvida para esta tese, apresentada no Capítulo 4 (ver item 4.2.2.2). As etapas de homogeneização da mistura (gesso e água), nivelamento e conformação sob pressão e desmoldagem estão detalhadas no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.2). Deste modo, foram produzidas as séries do projeto fatorial com espessuras entre 6,9 mm e 15,8 mm, os corpos de prova com gradação funcional,  $GGF_{\eta}$ , e os corpos de prova delgados, correspondentes às camadas individuais do  $GGF_{\eta}$ . Para fins comparativos foram estudadas amostras mantidas em sacos plásticos herméticos para a cura por 24 horas (1 dia) e secas em estufa à 45 °C até a estabilização de massa. Para a validação das séries otimizadas e estudo do  $GGF_{\eta}$  foram utilizadas a média de três corpos de prova.

Os corpos de prova de gesso com gradação funcional da porosidade ( $GGF_{\eta}$ ) foram conformados, a partir da técnica camada por camada, através de dois procedimentos tecnológicos, idealizados para este trabalho: a) prensagem uniaxial por camada e b) prensagem uniaxial simultânea das camadas. Para tanto, foram desenvolvidas misturas homogêneas de gesso cuja porosidade foi definida em dois estágios diferentes, a partir das condições ótimas através da maximização e minimização da porosidade.

O procedimento tecnológico denominado, prensagem uniaxial por camada consiste no empilhamento das camadas através da aplicação da carga uniaxial em cada mistura homogênea de gesso com diferentes porosidades e espessuras, estabelecidas pelas soluções otimizadas, conforma mostra a Figura 55a. A partir deste método, foram confeccionados os corpos de prova com gradação, correspondentes, ao grupo  $GF_{\eta}$  01 e à sua versão simétrica  $GF_{\eta}$  02.

Na prensagem simultânea das camadas, as misturas com diferentes teores de porosidade foram empilhadas e a gradação funcional é obtida a partir da aplicação de apenas uma carga uniaxial, definida na otimização (Figura 55b).

Figura 55. Procedimento de confecção dos corpos de prova de GGF<sub>η</sub>: (a) prensagem uniaxial por camada e (b) prensagem uniaxial simultânea das camadas.



GGF<sub>η</sub> = Gesso com gradação funcional da porosidade;  $\eta_{\text{máx}}$  = Porosidade máxima e  $\eta_{\text{mín.}}$  = Porosidade mínima.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

O grupo GF<sub>η</sub> 03 foi confeccionado por este método. Estes procedimentos foram desenvolvidos para a obtenção da gradação funcional da porosidade no gesso, a partir da técnica de conformação sob pressão. O processo de compactação de todos os *layouts* de gradação tem início com a compactação da camada menos porosa, a compactada com a maior pressão.

A conformação completa dos corpos de prova com gradação funcional, GCPGF<sub>η</sub>, incluindo prensagem, desmoldagem, disposição das amostras em sacos plásticos herméticos e cura, totalizou em média 50 min. Foi realizado um monitoramento da temperatura, durante essas etapas, para controle do início da pega, por meio de um termômetro digital infravermelho.

Para fins de comparação, corpos de prova de gesso foram produzidos por conformação convencional (sem pressão) utilizando procedimentos descrito na NBR

12.128 (ABNT, 2019), conforme procedimentos apresentados no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.2).

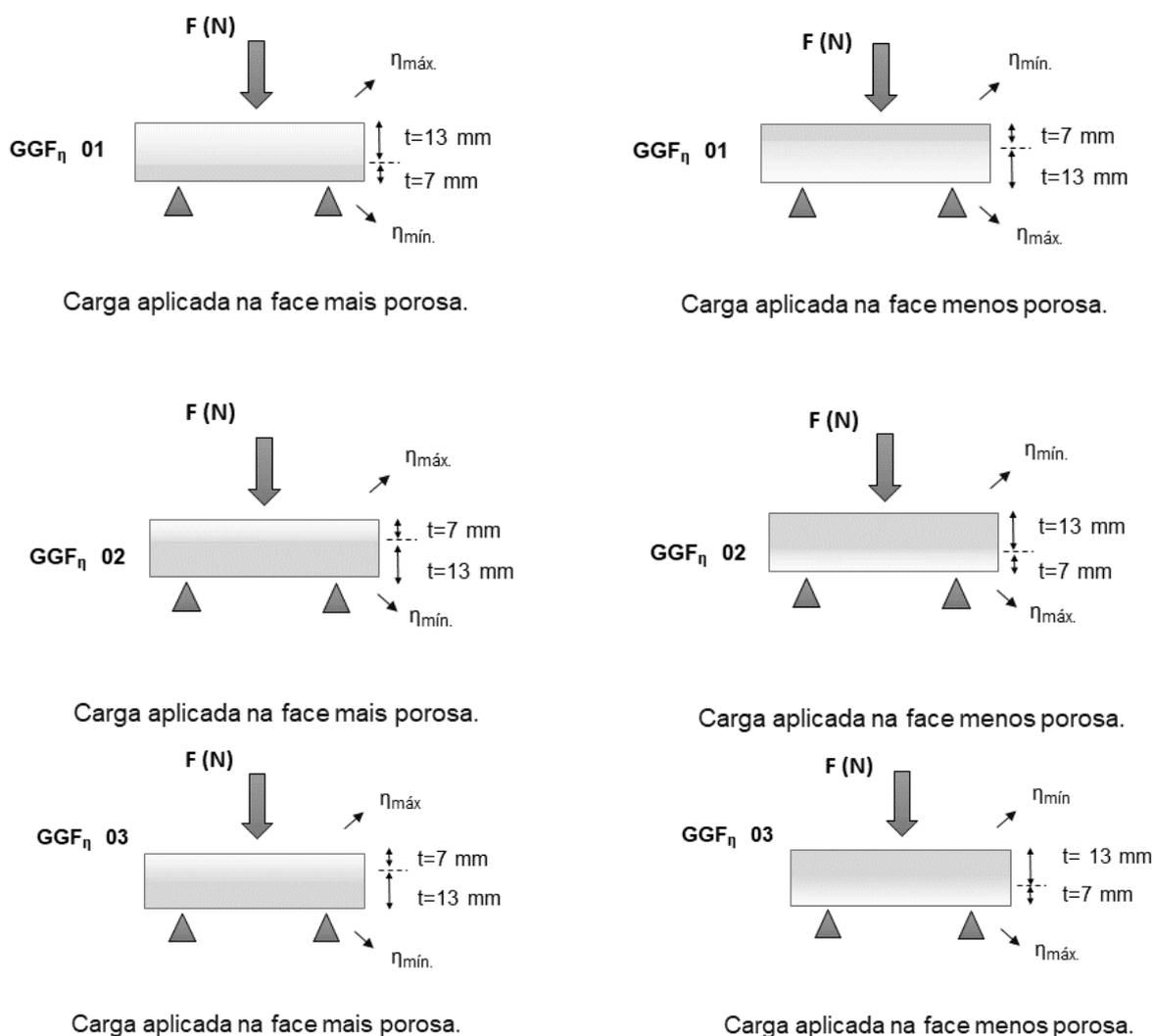
#### 6.2.2.4 Propriedades físicas, mecânicas e morfológicas

Os procedimentos utilizados para a determinação da espessura ( $t$ ) e da porosidade ( $\eta$ ) dos corpos de prova delgados (série do projeto e camadas individuais da gradação) estão descritos no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.3). A determinação da espessura é um elemento importante na variação da porosidade ao longo da secção do GGF $_{\eta}$ . O módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) dos corpos de prova delgados foram determinados usando o *Software Sonelastic*® da ATCP, mediante procedimentos descritos no Capítulo 3 (ver item 3.2.2.3). Os ensaios de resistência à tração na flexão das amostras foram obtidos em três pontos e realizados em uma máquina universal de ensaios INSTRON da marca EMIC série 23 - 5D, com capacidade máxima de 5kN e célula de carga de 5kN, com velocidade de 1mm/min, e distância entre os apoios de 100 mm. Os ensaios foram realizados com base na NBR 13.279 (ABNT, 2005).

Devido à ausência de procedimentos experimentais para verificação das propriedades de gradação, a resistência à tração na flexão para o GGF $_{\eta}$  foi determinada em ambas as superfícies dos corpos de prova, conforme mostra o esquema da Figura 56. Foram conformados seis corpos de prova de GGF $_{\eta}$ , três corpos de prova foram ensaiados mediante a aplicação da carga na superfície de porosidade máxima e os outros três na superfície de porosidade mínima.

Os métodos empregados neste trabalho, para a determinação da porosidade, módulo de elasticidade dinâmico e resistência à tração na flexão não foram apropriados para os corpos de prova de gesso com gradação funcional. Para Pietras e Sadowski (2019) a falta de métodos simplificados para avaliar as propriedades de gradação e descrição de processos tecnológicos ainda são uma lacuna no estudo dos MGF's. O *Software Sonelastic*®, apresenta resultados confiáveis, apenas, para materiais isotrópicos, que apresentam as mesmas propriedades ao longo de suas dimensões. Como as amostras de GCPGF $_{\eta}$  é um material anisotrópico não foi possível a determinação do módulo de elasticidade dinâmico pelo *Software Sonelastic*®. Foi utilizada a análise estatística, teste t, comparação entre médias, para amostras independentes para a avaliação dos dados amostrais dos grupos de GGF.

Figura 56. Esquema do ensaio de flexão para o gesso com gradação funcional da porosidade  $GGF_{\eta}$ .



Fonte: (A AUTORA, 2023).

De forma complementar, as micrografias de amostras extraídas de corpos de prova de  $GCPGF_{\eta}$  foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio eletrônico JEOL JSM 6610LV. As amostras foram extraídas dos corpos de provas de GCC e de ambas as regiões internas das amostras com gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade ( $GCPGF_{\eta}$ ) para avaliação da microestrutura. As amostras foram revestidas com ouro para análise no microscópio.

### 6.2.2.5 Análise estatística

A análise estatística do projeto fatorial completo  $2^k$  foi realizada utilizando o software Design Expert, Stat Ease® versão 13. A avaliação do projeto, estatísticas de análise de variância (ANOVA) e gráficos de diagnósticos foram verificados para garantir que os modelos fornecessem um bom ajuste e a boa estimativa da superfície de resposta. Os detalhes dos procedimentos para as análises estatísticas estão apresentados no Capítulo 3.

### 6.2.2.6 Ângulo de contato

As medidas e a cinética do ângulo de contato nas superfícies, inferiores e superiores, dos corpos de prova de GCPGF<sub>η</sub> 01, 02 e 03 foram determinadas em medidor de ângulo de contato da *Theta Lite Optical Tensiometer*, modelo TL 100 com CCD de 60 frames por segundo. Os procedimentos para a realização do ensaio estão apresentados no Capítulo 5 (ver item 5.2.2.7).

## 6.3 RESULTADOS

### 6.3.1 Espessura

As espessuras ( $t$ ) dos corpos de prova delgados de GCP variaram de 6,9 mm a 15,8 mm (ver Tabela 23). Os resultados mostraram que há forte correlação linear entre a espessura ( $t$ ) e a massa conformada (M) (ver Tabela 23).

Tabela 23. Correlação linear entre variáveis para a série.

Variáveis	P	M	X	$t$ (mm)	$\eta$ (%)	$E$ (GPa)	$R_t$ (MPa)
$t$ (mm)	-0,27	<b>0,99</b>	-0,17	1,00	-	-	-
$\eta$ (%)	-0,65	-0,52	-0,35	-0,34	1,00	-	-
$E$ (GPa)	0,86	0,45	0,19	0,14	<b>-0,89</b>	1,00	-
$R_t$ (MPa)	0,47	0,46	0,41	0,26	-0,82	0,94	1,00

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A espessura pode ser estimada usando a equação (28) ( $R^2 = 0,99$ ,  $R^2_{adj} = 0,99$ ). A análise estatística mostrou que todos os fatores analisados P, M e X afetaram de forma significativa ( $\alpha = 0,05$ ) a espessura.

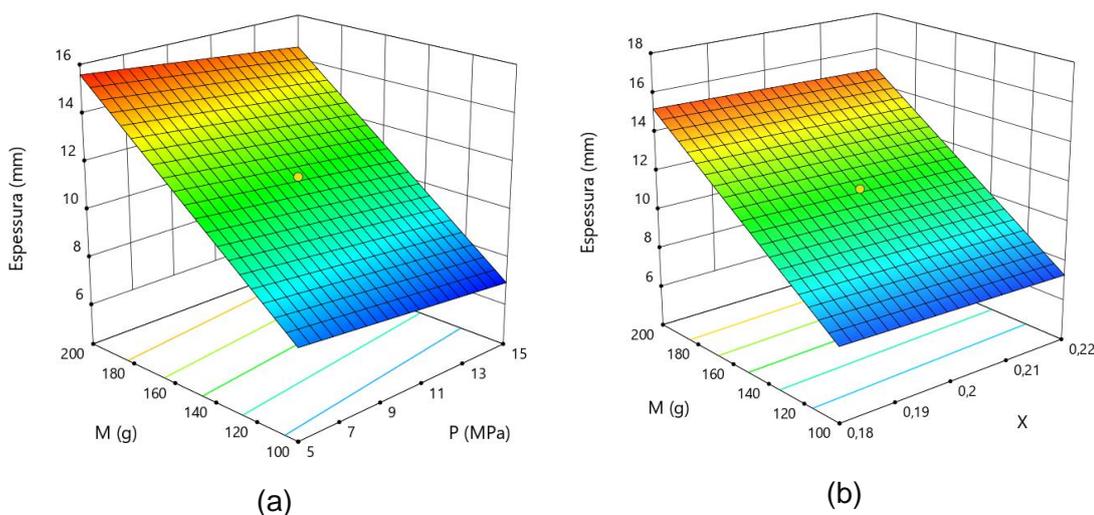
$$t = 2,26 - 0,0999P + 0,0763M - 7,24X \quad (28)$$

Em que,  $t$  é a espessura prevista; P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão, massa de mistura e relação água/gesso.

A Figura 57 apresenta o gráfico da superfície de resposta da espessura. É possível identificar que a espessura aumenta, significativamente, quando M aumenta e reduz quando P aumenta (Figura 57a). Na Figura 57b é possível observar, que a espessura reduz, levemente, com o aumento de X.

Isto ocorre porque com o aumento da relação água/gesso surge um pequeno excesso de água, em relação à quantidade estequiométrica ( $a/g=0,186$ ), que passa a facilitar a aproximação entre os grãos de gesso durante a aplicação da pressão. A água passa, então, a agir como um lubrificante (SOUZA, 2005), facilitando o empacotamento das partículas e por consequência contribuindo com a redução da espessura.

Figura 57. Superfície de resposta das amostras para espessura: (a) para  $X = 0,20$  (relação água/gesso no ponto central) e (b) para  $P = 150$  MPa (pressão no ponto central).



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Os resultados mostraram que o controle da espessura para a produção de corpos de prova retangulares delgados de GCP dependem de todos os fatores estudados, pressão, massa conformada e relação água/gesso, com predominância do fator massa conformada, como mostra a Figura 57.

A identificação dos fatores que apresentaram maior influência sobre a espessura teve papel relevante no estudo da aplicação do conceito de gradação funcional da porosidade em gesso, utilizando a técnica de conformação sob pressão.

### 6.3.2 Porosidade

As porosidades dos corpos de prova delgados de GCP variaram de 20,7% a 33,7% para o GCP (ver Tabela 15). Estes valores foram significativamente inferiores aos obtidos para os corpos de prova conformados pelo método convencional (GCC) (ver Tabela 15). Os resultados confirmaram a eficiência do método de conformação sob pressão para a obtenção de corpos de provas delgados com redução da porosidade.

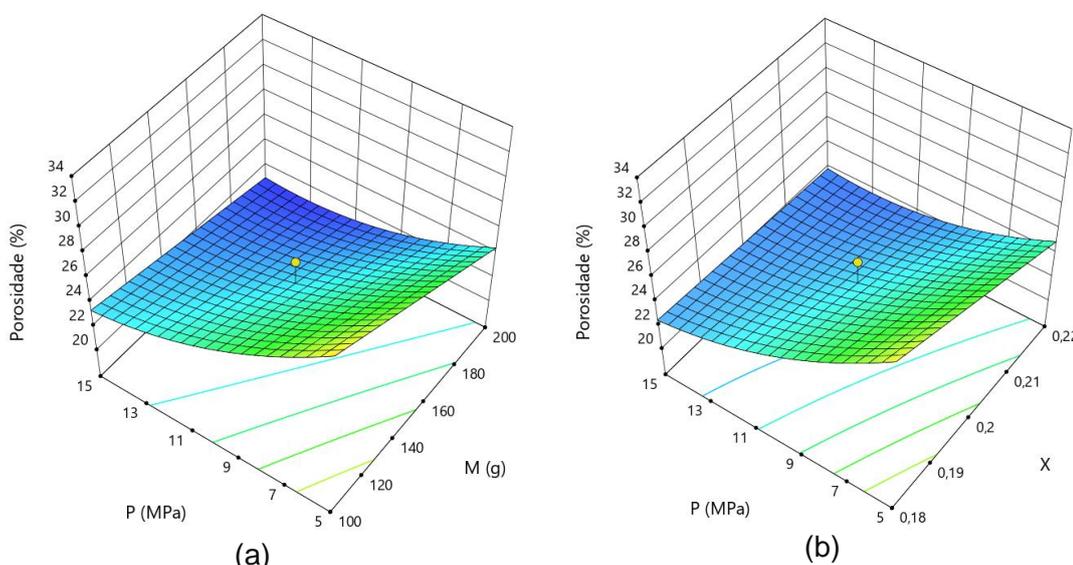
As porosidades dos corpos de prova podem ser estimadas usando a equação (29) ( $R^2 = 0,97$ ,  $R_{adj}^2 = 0,92$ ). P, M e X influenciaram de forma significativa ( $\alpha = 0,05$ ) a porosidade e uma interação significativa ( $\alpha = 0,05$ ) entre P e X foi identificada. Parcelas relativas à interação entre os fatores P e M e os efeitos de segunda ordem do fator P permitiram obter um modelo com bom ajuste aos dados experimentais.

$$\eta = 85,91 - 4,6069P - 0,0844M - 192,4701X + 0,00397PM + 11,7423PX + 0,0551P^2 \quad (29)$$

Em que,  $\eta$  é a porosidade prevista. P, M e X são respectivamente, os níveis de pressão, massa e relação água/gesso.

A Figura 58 apresenta a superfície de resposta para a porosidade. Houve uma redução da porosidade com o aumento de P, M e X. No entanto, observou-se que a porosidade reduziu com o aumento de P, de forma mais acentuada do que com a variação de M ( Figura 58a) e X ( Figura 58b).

Figura 58. Superfície de resposta das amostras para a porosidade: (a) para  $X= 0,20$  (relação água/gesso no ponto central) e (b) para  $M= 150$  g (massa conformada no ponto central).



Fonte (A AUTORA, 2023).

Os estágios de compactação, elucidados no Capítulo 3 (ver item 3.3.2), referentes a aproximação das partículas a partir da pressão aplicada durante a prensagem de sistemas cerâmicos explicam os efeitos de segunda em P equação (29). Estes resultados mostraram serem válidas para os corpos de prova delgados as conclusões apresentadas nos Capítulos 3, 4 e 5 sobre a avaliação da porosidade considerando a compactação de matrizes de gesso.

### 6.3.3 Propriedades mecânicas

O módulo de elasticidade dinâmico ( $E$ ) dos corpos de prova delgados de GCP variou de 9,2 GPa a 18,8 GPa (ver Tabela 21) enquanto que a resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) dos corpos de prova delgados de GCP variou de 4,1 a 12,9 MPa (ver Tabela 21). Estes valores são significativamente mais elevados do que os obtidos para o gesso moldado pelo método convencional (ver Tabela 21). O módulo de elasticidade dinâmico pode ser estimado usando a equação (30) ( $R^2= 0,86$ ,  $R_{adj}^2= 0,75$ ) e a resistência à tração na flexão ( $R_t$ ) dos corpos de prova delgados de GCP através da equação (31) ( $R^2= 0,92$ ,  $R_{adj}^2= 0,83$ ).

$$E = 5,88 + 0,0246P + 0,0234M - 7,4711X + 2,7102PX \quad (30)$$

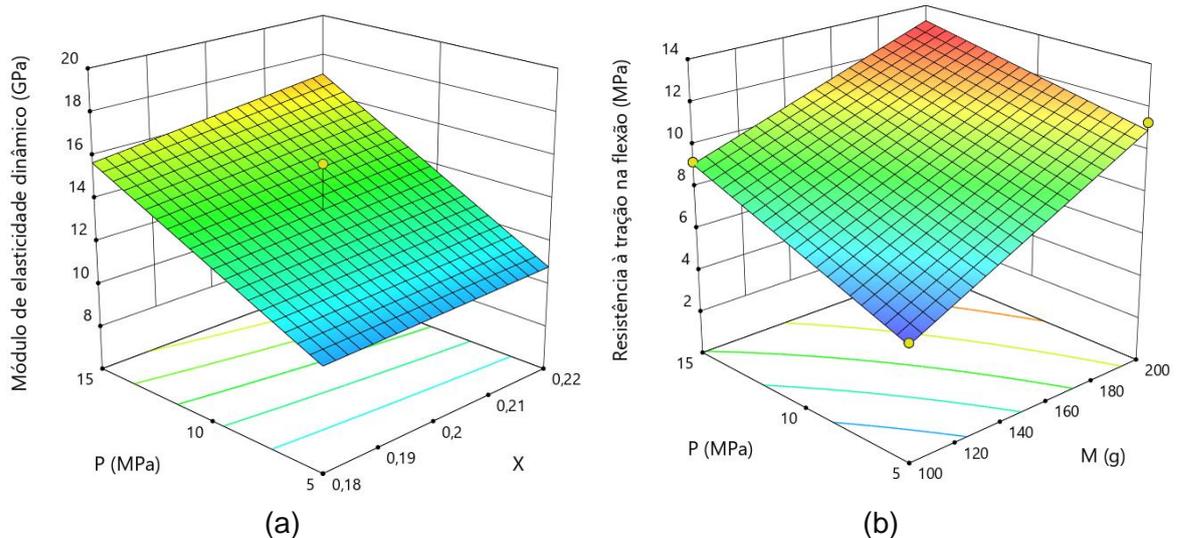
Em que,  $E$  é o módulo de elasticidade dinâmico previsto.  $P$ ,  $M$  e  $X$  são respectivamente, os níveis de pressão, massa e relação água/gesso.

$$R_t = -29,19 + 0,5662P + 0,0663M + 117,152X - 0,0017PM \quad (31)$$

Em que,  $R_t$  é a resistência à tração na flexão prevista.  $P$ ,  $M$  e  $X$  são os níveis de pressão, massa e relação a/g, respectivamente.

Apenas  $P$  afetou de forma significativa ( $\alpha= 0,05$ ) o módulo de elasticidade dinâmico. Os fatores  $M$  e  $X$  e parcelas relativas à interação entre  $P$  e  $X$  permitiram obter um modelo com bom ajuste aos dados experimentais. Para a resistência à tração na flexão todos os fatores analisados  $P$ ,  $M$  e  $X$  tiveram efeito significativo ( $\alpha= 0,05$ ) para o modelo e uma interação significativa ( $\alpha= 0,05$ ) entre  $P$  e  $M$  foi identificada. A Figura 59 apresentada as superfícies de resposta correspondentes ao módulo de elasticidade dinâmico, para  $M = 450$  g (massa conformada no ponto central) e à resistência à tração na flexão, para  $X= 0,22$  (relação a/g no ponto central).

Figura 59. Superfície de resposta das amostras: (a) módulo de elasticidade dinâmico, para  $M= 150$  g (massa conformada no ponto central) e (b) resistência à tração na flexão para  $X= 0,22$  (relação água/gesso no ponto central).



Fonte (A AUTORA, 2023).

Observou-se na Figura 59a os maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico foram encontrados no canto superior esquerdo do gráfico que coincide com os maiores valores para a pressão e maiores valores para a relação água/gesso, considerando o intervalo analisado. A Figura 59b mostra que os maiores valores para a resistência à tração estão localizados no canto superior esquerdo do gráfico que coincide com os maiores valores para a pressão e maiores valores para a massa, considerando o intervalo analisado.

Estes resultados enfatizaram o efeito da água como lubrificante na conformação do gesso sob pressão. Neste caso, o pequeno excesso de água ao facilitar na mobilidade das partículas, promove o melhor empacotamento dos grânulos de gesso, reduzindo a porosidade e, por conseguinte a melhoria do desempenho mecânico do GCP. Divergindo da conformação convencional, em que o aumento do teor de água promove a formação de poros aumentando a porosidade do gesso e, conseqüentemente, com efeitos negativos no comportamento mecânico.

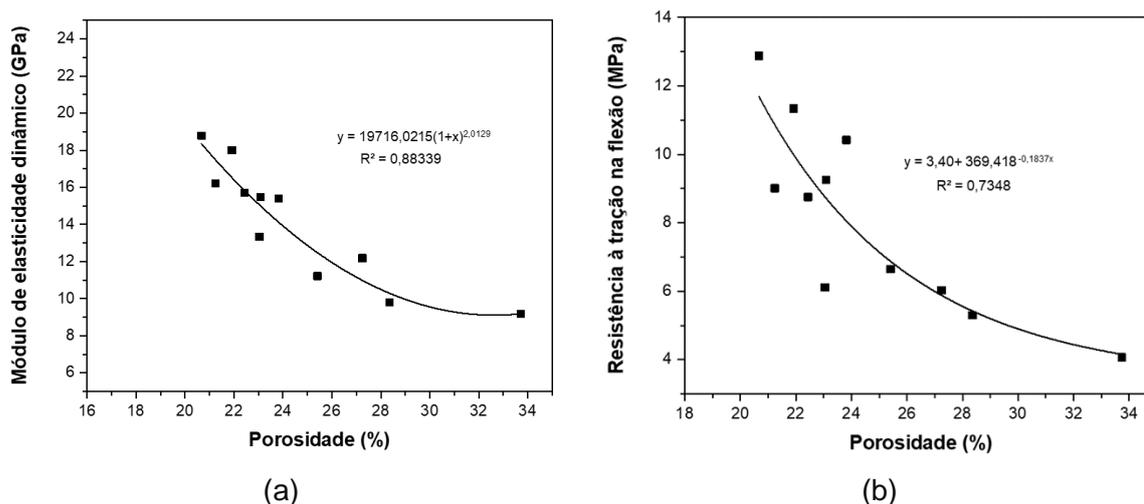
Os resultados mostraram que uma massa de 200g umedecida com uma relação água/gesso de 0,22, conformada sob uma pressão de 15 MPa alcançou um empacotamento das partículas (densidade aparente) de  $\rho_{ap} = 1,90 \text{ g/cm}^3$ . Este empacotamento ao possibilitar o crescimento das forças de adesão permitiu a produção de placas retangulares delgadas de gesso com espessura de 12,97 mm com elevado módulo de elasticidade dinâmico (18,79 MPa) e resistência à tração na flexão (12,87 MPa). Os valores de resistência à tração na flexão foram superiores aos determinados pela norma NBR 14.715 (ABNT, 2005) para chapas de gesso acartonado com espessura de  $(12,5 \pm 0,5) \text{ mm}$ . A norma estabelece o limite entre 550 N e 210 N, equivalente, a 12,10 MPa e 4,60 MPa, para carga aplicada na face do verso e na face da frente do gesso acartonado, respectivamente.

A comparação entre as superfícies de respostas mostrou, também, que a área da superfície de resposta do módulo de elasticidade dinâmico e da resistência à tração na flexão (Figura 59) dos corpos de prova é o inverso do comportamento das superfícies de resposta da porosidade (Figura 58), como o esperado. A Figura 60 mostra relação inversamente proporcional entre o módulo de elasticidade dinâmico e a resistência à tração na flexão *versus* porosidade.

Embora a forte correlação linear (-0,89) identificada entre  $E$  e  $\eta$  (ver Tabela 21), identificou-se o modelo quadrático com o mais adequado, neste caso, para um bom

ajuste dos dados. Corroborando com Callister Júnior e Rethwisch (2021), que afirma ser a relação quadrática a mais apropriada para relacionar o módulo de elasticidade e a porosidade, em materiais cerâmicos.

Figura 60. Propriedades mecânicas versus porosidade: (a) módulo de elasticidade dinâmico versus porosidade e (b) resistência à tração na flexão versus porosidade.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

A redução da porosidade pressupõe um aumento da rigidez das amostras que confere uma menor deformação elástica quando submetido à uma tensão (REED, 1998). A porosidade tem influência negativa sobre as propriedades elásticas e a resistência do material. Em função da porosidade, alguns materiais cerâmicos têm seu módulo de elasticidade reduzido (CALLISTER JÚNIOR; RETHWISCH, 2021; SHACKELFORD, 2008).

A resistência mecânica dos corpos de prova tende a aumentar à medida que há um melhor empacotamento dos grãos (densidade aparente) (CORREIA; SOUZA, 2009) e, conseqüente, redução da porosidade, como mostram as correlações para os corpos de prova delgados de GCP (Figura 60b). As baixas porosidades observadas nestas curvas (ver Figura 60 e Tabela 21) indicam a conformação sob pressão, como uma técnica potencial para a obtenção de peças retangulares delgadas pré-fabricadas de gesso, com baixa porosidade e elevada resistência à tração na flexão.

Um dos fatores que influenciaram esses resultados são as ligações intercristalinas que se formam nas superfícies de contato entre as partículas, como resultado da aplicação de pressão, proporcionando um aumento na resistência do material

propiciando melhor empacotamento dos grãos (maior densidade aparente) (ZHOU *et al.*, 2015) (ver Tabela 21).

Os resultados evidenciaram a dependência existente entre os parâmetros de conformação, pressão aplicada, massa e relação água/gesso e as propriedades do gesso conformado sob pressão, para a produção de peças delgadas de gesso. Assim sendo, fica evidente a necessidade da compreensão exaustiva dos parâmetros de conformação para ser possível a obtenção de uma variação controlada da porosidade na aplicação do conceito de materiais com gradação funcional em gesso, a partir de técnica de conformação sob pressão.

#### 6.3.4 Estudo do gesso com gradação funcional da porosidade

O estudo do gesso com gradação funcional teve início com o uso da metodologia de otimização múltipla para o planejamento da variação da porosidade ao longo da seção do GCPGF <sub>$\eta$</sub> . A otimização permitiu identificar os níveis ótimos dos fatores (Pressão, massa e relação água/gesso) para promover a variação de porosidade ao longo das diferentes seções (espessuras) irão compor a gradação funcional do GCP.

Os valores previstos pelo modelo para cada solução otimizada, o intervalo de confiança e os respectivos resultados experimentais estão apresentados na Tabela 24. Pode-se observar que os resultados experimentais se apresentaram com baixo erro associado e dentro do intervalo de confiança mostrando que os modelos otimizados foram eficientes na previsão das propriedades investigadas. Os resultados mostraram ser possível alcançar de peças de gesso prensado, consideravelmente, delgadas com espessura média de  $(6,88 \pm 0,32)$  mm, baixa porosidade  $(22,90 \pm 1,72)$  % e elevado desempenho mecânico,  $E = (17,39 \pm 1,88)$  GPa e  $R_t = (10,66 \pm 1,20)$  MPa, conforme Tabela 24. Além disso, apresentaram, também, elevado empacotamento das partículas de gesso (densidade aparente),  $\rho_{ap} = (1,89 \pm 0,04)$  g/cm<sup>3</sup>. Desta forma, pode-se observar que a combinação adequada dos parâmetros de conformação (pressão aplicada, massa e relação água/gesso) contribuíram para a aproximação entre os grânulos de gesso. Possibilitando, deste modo, alcançar peças delgadas de gesso, conformadas sob pressão, com elevado empacotamento das partículas e conseqüentemente, elevado desempenho mecânico.

Tabela 24. Valores previstos e experimentais de corpos de prova delgados de gesso conformados sob pressão para estudo das camadas do gesso com gradação funcional da porosidade ( $GGF_{\eta}$ ).

$GGF_{\eta}$	Variável resposta	Valor previsto pelo modelo	Intervalo de confiança 95%		Resultado Experimental da Otimização	Erro (%)
			Limite inferior	Limite superior		
01	t (mm)	<b>7,00</b>	6,67	7,32	<b>6,88 ± 0,32</b>	0,02
	$\eta$ (%)	22,68	19,88	26,24	<b>22,90 ± 1,72</b>	0,01
	E (GPa)	15,32	12,03	19,88	<b>17,39 ± 1,88</b>	0,14
	$R_t$ (MPa)	10,23	6,06	12,46	<b>10,66 ± 1,20</b>	0,04
	t (mm)	<b>13,00</b>	12,86	13,45	<b>13,21 ± 0,04</b>	0,02
	$\eta$ (%)	29,06	26,57	32,30	<b>29,62 ± 1,27</b>	0,02
	E (GPa)	11,08	7,41	14,59	<b>10,47 ± 0,52</b>	0,05
	$R_t$ (MPa)	4,92	1,51	7,17	<b>4,71 ± 0,52</b>	0,04
02	t (mm)	<b>13,00</b>	12,99	13,64	<b>13,33 ± 0,10</b>	0,03
	$\eta$ (%)	22,68	18,39	23,55	<b>21,37 ± 2,12</b>	0,10
	E (GPa)	15,32	13,86	20,41	<b>17,86 ± 1,23</b>	0,17
	$R_t$ (MPa)	10,23	9,07	13,99	<b>11,24 ± 1,63</b>	0,10
	t (mm)	<b>7,69</b>	7,42	8,02	<b>7,89 ± 0,09</b>	0,03
	$\eta$ (%)	29,646	25,83	31,64	<b>25,87 ± 2,22</b>	0,13
	E (GPa)	11,630	7,91	14,74	<b>11,44 ± 1,62</b>	0,02
	$R_t$ (MPa)	6,853	1,42	5,55	<b>5,10 ± 0,42</b>	0,26
03	t (mm)	<b>13,00</b>	12,78	13,38	<b>13,06 ± 0,02</b>	0,00
	$\eta$ (%)	21,994	18,18	23,9	<b>22,90 ± 0,42</b>	0,04
	E (GPa)	14,149	11,06	18,08	<b>17,58 ± 1,58</b>	0,24
	$R_t$ (MPa)	7,578	8,54	13,27	<b>11,30 ± 2,08</b>	0,49
	t (mm)	<b>7,52</b>	7,32	7,90	<b>7,69 ± 0,09</b>	0,02
	$\eta$ (%)	28,249	24,34	30,22	<b>25,07 ± 2,22</b>	0,11
	E (GPa)	12,416	8,66	15,41	<b>12,57 ± 1,62</b>	0,01
	$R_t$ (MPa)	7,578	6,54	8,61	<b>8,56 ± 0,42</b>	0,13

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A otimização múltipla mostrou ser eficaz na introdução de uma variação controlada da porosidade no GCP, mostrando ser possível a aplicação do conceito de materiais com gradação funcional (MGF's) em peças de gesso. Estes valores mostraram um desempenho superior ao obtido para o gesso moldado pelo método convencional (ver Tabela 21). Isto porque, a técnica convencional para moldagem de gesso exige elevado teor da água de suspensão, o que favorece o aparecimento de poros, após o endurecimento da suspensão, devido a evaporação da água não consumida no processo de hidratação.

Os resultados experimentais para a verificação das propriedades do GGF<sub>η</sub> e das camadas individuais da gradação, após 24 h de cura, estão apresentados na Tabela 25. Pode-se observar que a face menos porosa das camadas individuais da gradação e do GGF<sub>η</sub> apresentaram os maiores valores para as propriedades mecânicas analisadas, módulo de elasticidade dinâmico e resistência à tração na flexão, como o esperado.\*

Tabela 25. Propriedades físico-mecânicas do GGF<sub>η</sub>.

CP's	Especificação	<i>t</i> (mm)	<i>η</i> (%)	<i>E</i> (GPa)	<i>R<sub>t</sub></i> (MPa)
Camadas individuais	<i>t</i> = 7 mm; <i>η</i> <sub>mín</sub>	6,87 (± 0,10)	20,64 (± 0,24)	20,59 (± 0,89)	16,95 (± 0,73)
	<i>t</i> = 13 mm; <i>η</i> <sub>máx</sub>	13,25 (± 0,09)	24,06 (± 0,65)	16,54 (± 0,58)	10,15 (± 0,94)
GF 01	<i>t</i> 13; <i>η</i> <sub>máx</sub> *	20,20 (± 0,48)	29,06***	11,08***	9,68 (± 0,69)
	<i>t</i> 7; <i>η</i> <sub>mín</sub> **	20,53 (± 0,25)	22,68***	15,32***	15,00 (± 2,25)
Camadas individuais	<i>t</i> = 7 mm; <i>η</i> <sub>máx</sub>	7,81 (± 0,29)	27,39 (± 2,58)	15,29 (± 2,60)	9,87 (± 3,28)
	<i>t</i> = 13 mm; <i>η</i> <sub>mín</sub>	13,28 (± 0,15)	18,58 (± 0,24)	21,56 (± 1,40)	16,14 (± 4,95)
GF 02	<i>t</i> 13; <i>η</i> <sub>mín</sub> **	20,71 (± 0,63)	22,68***	15,32***	9,15 (± 2,58)
	<i>t</i> 7; <i>η</i> <sub>máx</sub> *	20,42 (± 0,16)	29,65***	11,63***	7,12 (± 1,23)
Camadas individuais	<i>t</i> = 7 mm; <i>η</i> <sub>máx</sub>	7,72 (± 0,14)	22,28 (± 0,52)	15,93 (± 0,50)	8,07 (± 0,35)
	<i>t</i> = 13 mm; <i>η</i> <sub>mín</sub>	13,27 (± 0,13)	21,45 (± 0,62)	18,14 (± 1,49)	10,76 (± 2,35)
GF 03	<i>t</i> 13; <i>η</i> <sub>mín</sub> **	20,41 (± 0,30)	21,99***	14,15***	14,88 (± 1,84)
	<i>t</i> 7; <i>η</i> <sub>máx</sub> *	20,80 (± 0,70)	28,25***	12,42***	13,22 (± 0,64)

\* = Face mais porosa exposta às tensões de tração. Carga aplicada na face menos porosa.

\*\* = Face menos porosa exposta às tensões de tração. Carga aplicada na face mais porosa.

\*\*\* = Valor previsto pelo modelo para a camada individual.

GF = Gradação funcional.

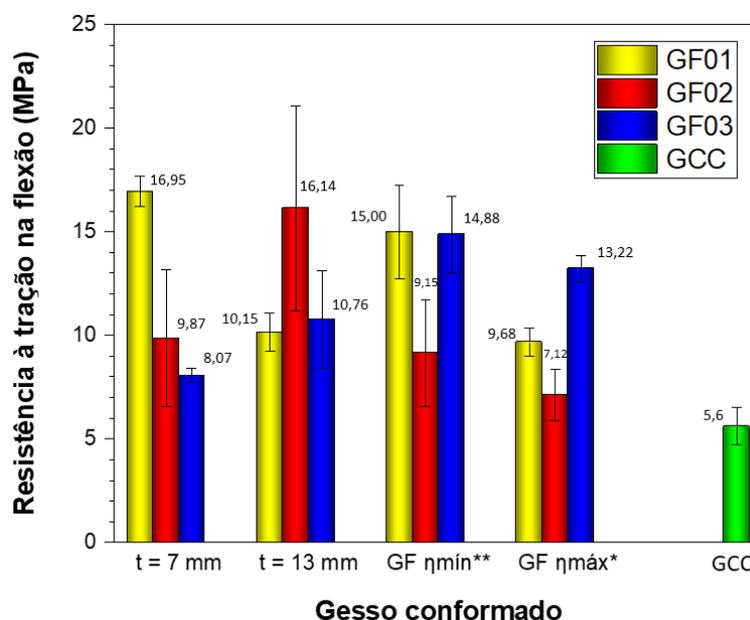
Fonte: (A AUTORA, 2023).

A resistência à tração na flexão para as camadas individuais da gradação e para o GGF<sub>η</sub> foi apresentada na Figura 61. É perceptível a superioridade do comportamento mecânico das camadas individuais da gradação e do GGF<sub>η</sub>, conformados sob pressão, em relação ao gesso conformado pelo método convencional (GCC).

O GGF<sub>η</sub> 01 apresentou resultados equivalentes às suas respectivas camadas individuais analisadas, como mostra a Figura 61. A análise estatística do teste *t*, comparação entre médias, mostrou que a resistência à tração na flexão da face menos porosa do GGF<sub>η</sub> 01 é estatisticamente ( $p = 0,0173 < 0,05$ ) superior à face mais porosa. Estes resultados indicaram que houve uma variação da porosidade ao longo

da secção do GGF<sub>η</sub> 01. Isto mostra que o *layout* e o procedimento tecnológico, prensagem uniaxial por camada, utilizados para a obtenção da gradação funcional neste grupo viabilizou a incorporação da gradação funcional da porosidade, possibilitando um elevado empacotamento dos grãos de gesso e uma adesão eficiente entre as camadas da gradação. Os resultados mostraram que a face menos porosa do GGF<sub>η</sub> 01 exerceu a função de reforço, quando exposta aos esforços de tração, devido a sua maior capacidade em suportar os esforços de tração, em comparação com a face mais porosa.

Figura 61. Resistência à tração na flexão do GGF<sub>η</sub>.



GF = Gradação funcional;

Camadas individuais da GF:

t = 7 mm - $\eta_{\text{mín}}$  e t = 13 mm - $\eta_{\text{máx}}$  (GF 01);

t = 7 mm - $\eta_{\text{máx}}$  e t = 13 mm - $\eta_{\text{mín}}$  (GF 02);

t = 7 mm - $\eta_{\text{máx}}$  e t = 13 mm - $\eta_{\text{mín}}$  (GF 03);

GF  $\eta_{\text{mín}}$ \*\* = Face menos porosa exposta às tensões de tração. Carga aplicada na face mais porosa, GF  $\eta_{\text{máx}}$ \* = Face mais porosa exposta às tensões de tração. Carga aplicada na face menos porosa.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

O GGF<sub>η</sub> 02, versão simétrica do grupo GGF<sub>η</sub> 01, apresentou comportamento inferior às suas camadas individuais (Figura 61). Além disso, estatisticamente, não foi identificada diferença significativa ( $p = 0,1180 > 0,05$ ) entre a face menos porosa

e a mais porosa. Estes resultados indicaram que não houve uma variação da porosidade ao longo da secção do grupo GGF<sub>n</sub> 02, mostrando que o *layout* utilizado para a gradação funcional neste grupo inviabilizou a incorporação da gradação funcional da porosidade. Isto porque, na prensagem uniaxial por camada (ver item 6.2.2.3), a camada mais porosa, prensada após à camada menos porosa, foi a menos espessa ( $t = 7 \text{ mm}$ ), portanto, com menor massa.

Os resultados mostraram que este *layout* de gradação não foi eficiente para promover a adesão adequada entre as camadas, gerando uma interface nítida, que contribuiu para o aparecimento das falhas por delaminação, observadas neste grupo, reduzindo, assim, o comportamento mecânico. Segundo Mahamood e Akinlabi (2017), uma interface nítida, característica de compósitos, favorece falhas por delaminação entre as camadas.

Na gradação GGF<sub>n</sub> 03 a resistência à tração na flexão foi superior aos valores obtidos para às suas respectivas camadas individuais (Figura 61). No entanto, estatisticamente, não foi identificada diferença significativa ( $p = 0,1180 > 0,05$ ) entre as faces menos porosas e mais porosas do GGF<sub>n</sub> 03. Estes resultados mostraram que este aumento da resistência nas amostras de GGF<sub>n</sub> 03 não foi proveniente da gradação da porosidade, uma vez que não foi identificada variação da porosidade ao longo da seção do GGF<sub>n</sub> 03. O aumento da resistência dos corpos de prova com gradação em relação às suas camadas individuais pode ser explicado pela análise dos parâmetros de conformação para peças delgadas de GCP (ver item 6.3.1.3).

Além dos parâmetros pressão, massa e relação água/gesso na resistência à tração na flexão, também, foram considerados significantes, a interação entre a pressão e a massa. Assim sendo, a aplicação de uma mesma pressão em uma quantidade de massa maior que a quantidade utilizada para as camadas da gradação individualmente provocou o aumento da resistência à tração na flexão. Este resultado pressupõe uma ausência de interface devido ao procedimento tecnológico utilizado neste grupo, prensagem simultânea das camadas (ver item 6.2.2.3) sugerindo a ausência da gradação no GGF<sub>n</sub> 03 e o mesmo tenha funcionado com um material uniforme, sem gradação.

Os resultados mostraram, ainda, que o procedimento experimental adotado para a verificação das propriedades da gradação (ver item 6.2.2.4 e Figura 56), além

de ser simples, foi eficiente para avaliar os esforços de tração dos  $GGF_{\eta}$  quanto a resistência à tração na flexão.

### 6.3.5 Ângulo de contato

As medidas de ângulo de contato e a classificação quanto à molhabilidade de ambas as faces do  $GGF_{\eta}$  estão apresentadas na Tabela 26. Considera-se que as gotas foram depositadas nas superfícies com o mesmo volume.

Ambas as faces do grupo  $GGF_{\eta 01}$  apresentaram ângulos de contato superior à  $90^{\circ}$ , caracterizando-as como superfícies hidrofóbicas ( $\theta > 90^{\circ}$ ) (Tabela 26 e Figura 62a e 62b). Estes resultados mostraram que a gradação funcional da porosidade viabilizou a produção de um gesso com características hidrofóbicas. Estas características podem ser explicadas pelo eficiente empacotamento das partículas de gesso e a eficaz adesão entre as camadas da gradação alcançadas por este grupo. Isto devido a combinação eficiente dos parâmetros de conformação sob pressão associada ao *layout* da gradação e ao procedimento tecnológico, prensagem uniaxial por camada (ver item 6.2.2.3), utilizado na obtenção da gradação funcional da porosidade no grupo  $GGF_{\eta 01}$ .

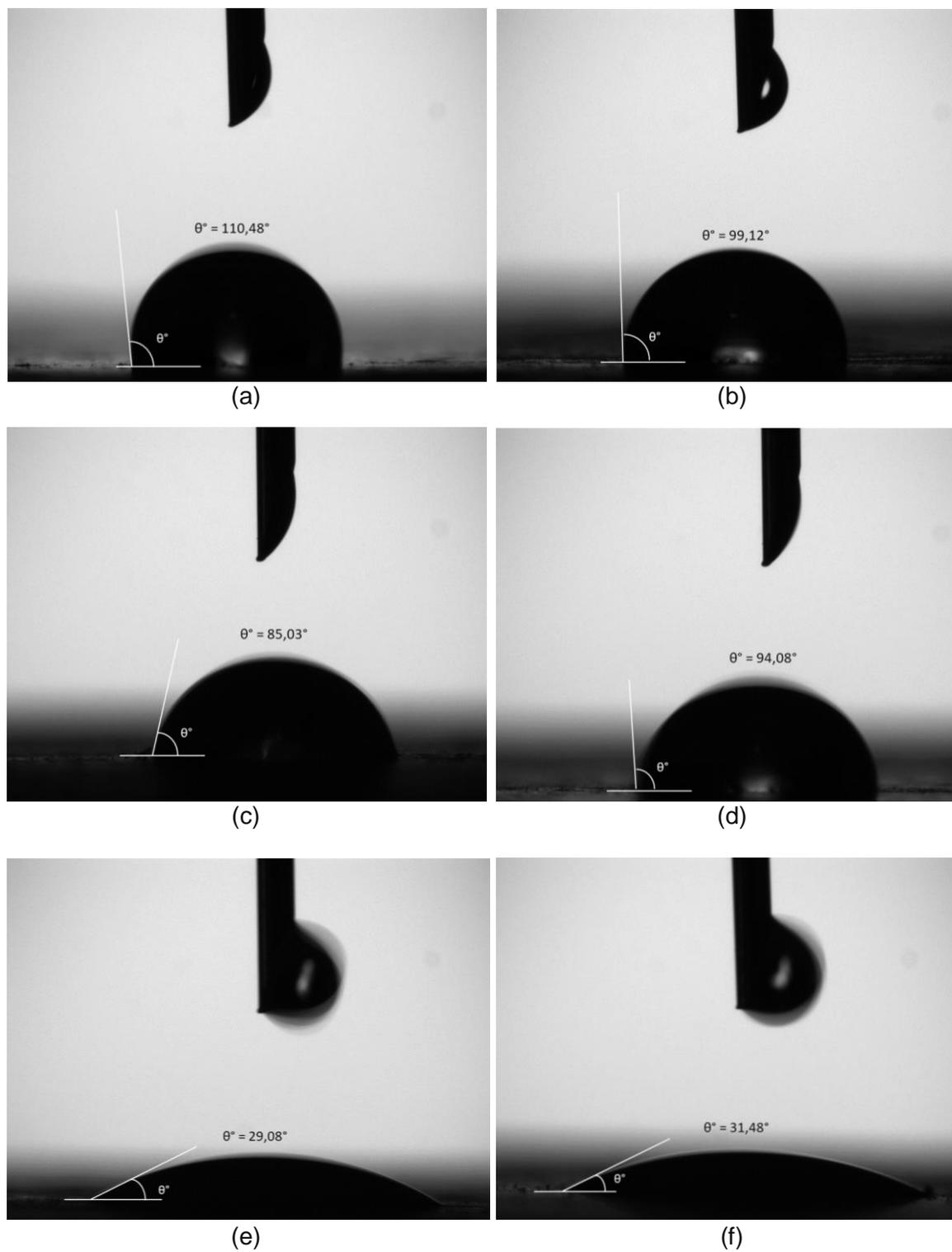
Tabela 26. Valores iniciais das medições de ângulo de contato de gotas para as superfícies inferior e superior do GCP e GCC.

Gradação Funcional	Superfície	Ângulo de contato ( $^{\circ}$ )	Classificação da superfície
$GGF_{\eta 01}$	t=7mm ( $\eta_{\min}$ )	$95,40 \pm 13,88$	Hidrofóbica ( $\theta > 90^{\circ}$ )
	t=13mm ( $\eta_{\max}$ )	$92,29 \pm 6,76$	Hidrofóbica ( $\theta > 90^{\circ}$ )
$GGF_{\eta 02}$	t=7mm ( $\eta_{\max}$ )	$75,46 \pm 10,92$	Hidrofílica ( $\theta < 90^{\circ}$ )
	t=13mm ( $\eta_{\min}$ )	$84,45 \pm 10,92$	Hidrofílica ( $\theta < 90^{\circ}$ )
$GGF_{\eta 03}$	t=7mm ( $\eta_{\max}$ )	$27,88 \pm 1,79$	Hidrofílica ( $\theta < 90^{\circ}$ )
	t=13mm ( $\eta_{\min}$ )	$30,25 \pm 1,85$	Hidrofílica ( $\theta < 90^{\circ}$ )

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 62 mostra as imagens dos ângulos de contato de uma gota d'água nas superfícies do  $GGF_{\eta}$ . As Figura 62a e 62b mostraram as características hidrofóbicas de ambas as faces do  $GF_{\eta 01}$  expressas pelos ângulos de contato na face menos porosa ( $\theta = 110,48^{\circ} > 90^{\circ}$ ) e na face mais porosa ( $\theta = 99,12^{\circ} > 90^{\circ}$ ) do gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade.

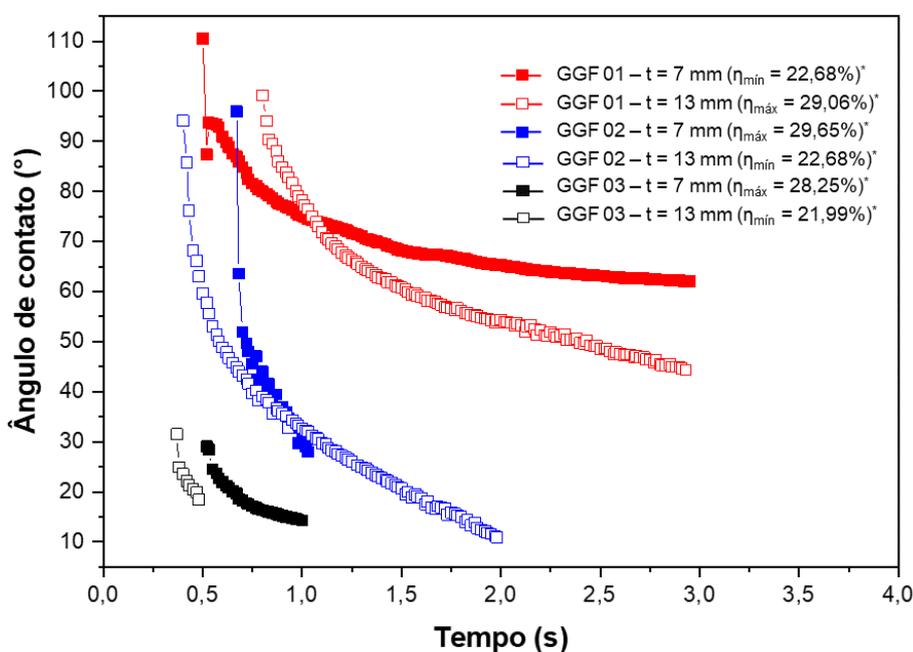
Figura 62. Ângulo de contato de uma gota d' água nas faces do GGF<sub>η</sub>: (a) GGF<sub>η</sub>01 – t = 7mm, (b) GGF<sub>η</sub>01 – t = 13mm, (c) GGF<sub>η</sub>02 – t = 7mm, (d) GGF<sub>η</sub>02 – t = 13mm, (e) GGF<sub>η</sub>03 – t = 7mm e (f) GGF<sub>η</sub>03 – t = 13mm.



Fonte: (A AUTORA, 2023).

Ambas as superfícies do GGF<sub>η</sub>02 e do GGF<sub>η</sub>03 apresentaram ângulos de contato inferiores à 90°, caracterizando as superfícies como hidrofílica ( $\theta < 90^\circ$ ) (Tabela 26 e Figura 62c, 63d, 63e e 63f). Embora, ambas as superfícies tenham sido classificadas como hidrofílica, os elevados ângulos de contato (Tabela 26 e Figura 62c e 63d) apresentados pelas superfícies do GGF<sub>η</sub>02 indicam uma menor molhabilidade da superfície, em relação ao GGF<sub>η</sub>03 (Figura 62e e 63f). Este ensaio, também, permitiu a avaliação da cinética do ângulo de contato das gotas nas superfícies do GGF<sub>η</sub>, conforme apresentado na Figura 63.

Figura 63. Cinética do ângulo de contato nas superfícies do GGF<sub>η</sub>.



GGF<sub>η</sub>01 – t = 7 mm: superfície com porosidade mínima, GGF<sub>η</sub>01 – t = 13 mm: superfície com porosidade máxima, GGF<sub>η</sub>02 – t = 7 mm: superfície com porosidade máxima, GGF<sub>η</sub>02 – t = 13 mm: superfície com porosidade mínima, GGF<sub>η</sub>03 – t = 7 mm: superfície com porosidade máxima, GGF<sub>η</sub>03 – t = 13 mm: superfície com porosidade mínima. \* Valor previsto pelo modelo.

Fonte: (A AUTORA, 2023).

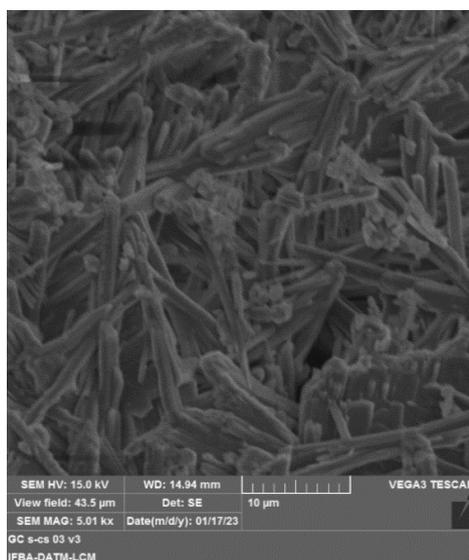
Os ângulos de contato foram maiores e permaneceram por mais tempo em ambas as faces, a menos porosa e a mais porosa, do GGF<sub>η</sub>01, em relação as demais gradações (Figura 63). Isto ocorreu devido a maior dificuldade de percolação da água pela menor quantidade de poros apresentada nestas superfícies graças ao empacotamento das partículas e eficiente adesão entre as camadas de gradação.

A velocidade da câmara no processamento das imagens e a colocação da gota na superfície pelo método manual podem ter sido a causa do atraso das curvas, porém, não interfere na análise dos resultados. O importante é avaliação do comportamento da curva.

### 6.3.6 Microestrutura

A Figura 64 apresenta as micrografias obtidas pelo MEV para as amostras do GCC. Nas micrografias do GCC observou-se a presença de cristais alongados aciculares e em forma de placas, em organização aleatória, com crescimento radial em forma de tufo. Observou-se que alguns destes cristais mantêm algum contato direto entre si, e há cristais que se entrelaçam. Foi identificada a presença de vazios entre os cristais, causada pela perda excessiva de água (GERALDO *et al.*, 2018; PINHEIRO, 2011) (Figura 64).

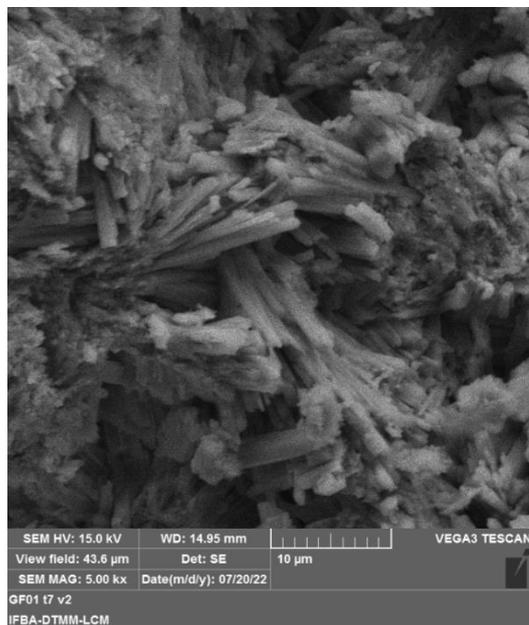
Figura 64. Micrografias de seções fraturadas do GCC.



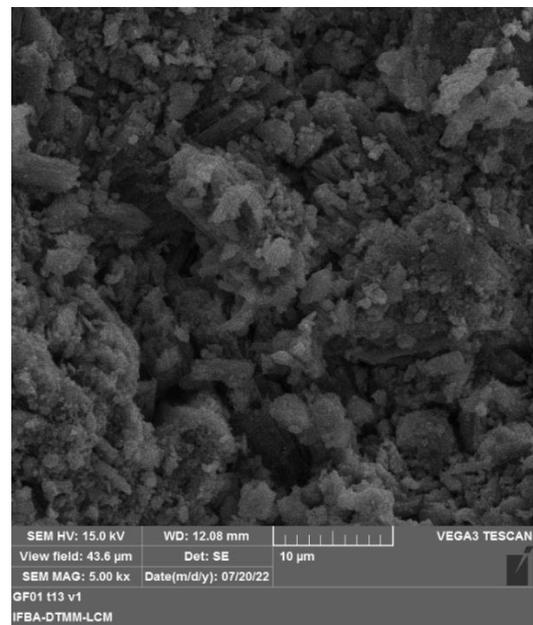
Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 65 apresentou as micrografias obtidas pelo MEV para ambas as superfícies, das amostras dos grupos  $GGF_{\eta}$  01 e  $GGF_{\eta}$  02. A elevada porosidade e o reduzido desempenho mecânico do GCC encontram justificativa na morfologia dos cristais apresentados na Figura 65.

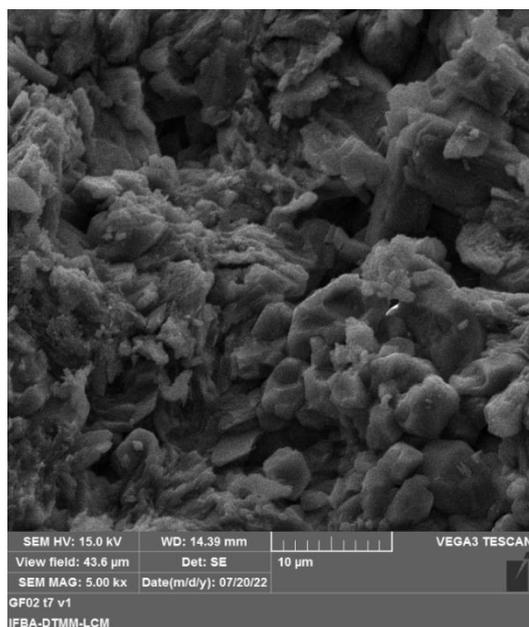
Figura 65. Micrografias de seções fraturadas de: (a)  $GGF_{\eta} 01 - t = 7 \text{ mm}$  (menos porosa); (b)  $GGF_{\eta} 01 - t = 13 \text{ mm}$  (mais porosa); (c)  $GGF_{\eta} 02 - t = 7 \text{ mm}$  (mais porosa) e (d)  $GGF_{\eta} 02 - t = 13 \text{ mm}$  (menos porosa).



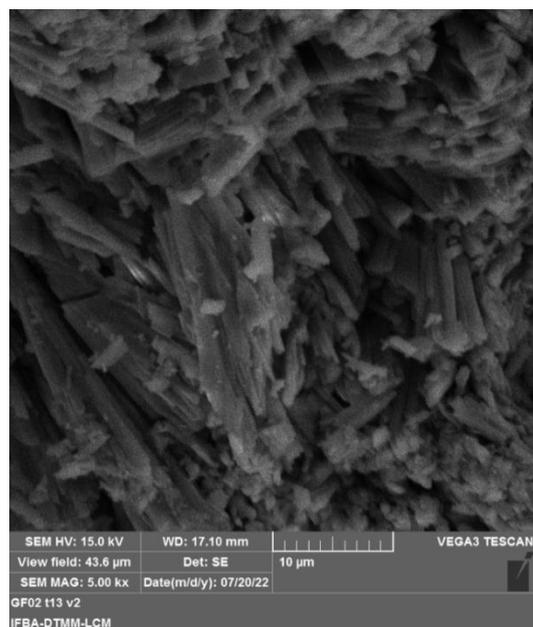
(a)



(b)



(c)



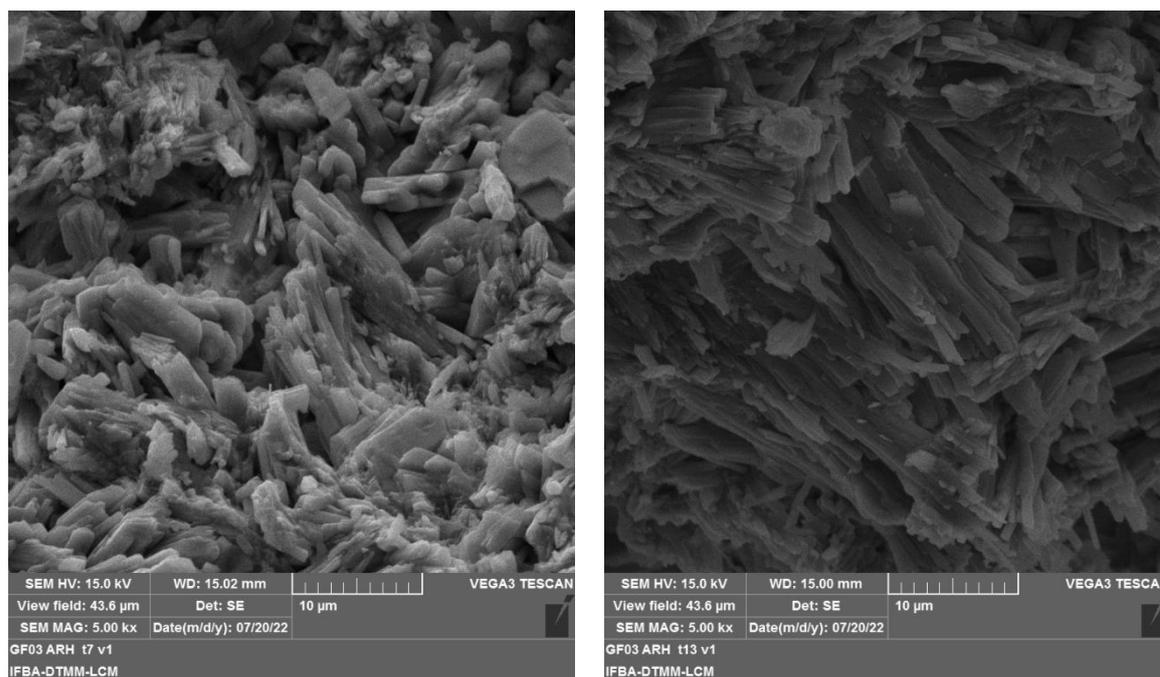
(d)

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A Figura 66 mostrou as micrografias para ambas as superfícies das amostras do grupo  $GGF_{\eta} 03$ . Observou-se que a face menos porosa do  $GGF_{\eta} 01$  (Figura 65a),  $GGF_{\eta} 02$  (Figura 65d) e do  $GGF_{\eta} 03$  (Figura 66b) apresentaram uma predominância

de cristais aciculares alongados, bem formados, em aglomerados alinhados e interconectados originando uma microestrutura mais densa e compacta, com menos vazios.

Figura 66. Micrografias de seções fraturadas de: (a)  $GGF_{\eta}$  03 –  $t = 7$  mm e (b)  $GGF_{\eta}$  03 –  $t = 13$  mm.



(a)

(b)

Fonte: (A AUTORA, 2023).

A morfologia dos cristais mostrou que a conformação sob pressão e a incorporação da gradação funcional da porosidade ao longo da seção do gesso prensado possibilitaram um empacotamento eficiente das partículas, originando cristais bem formados, alinhados, interconectados e com menores índices de vazios. O di-hidrato geralmente consiste em um material frágil e sua resistência mecânica depende das forças de adesão entre seus cristais (SOUZA, ROSSETTO; KANNO, 2007).

Os resultados mostraram que o conceito de materiais com gradação funcional pode ser empregado no desenvolvimento de gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade, permitindo alcançar um gesso de elevado desempenho mecânico e melhoria no comportamento em relação à ação da água, com potencial para alcançar características hidrofóbicas.

## 6.4 CONCLUSÃO

Gesso com gradação funcional é um novo conceito na tecnologia do gesso, com perspectivas promissoras para a melhoria do desempenho mecânico e frente à ação da água. A gradação funcional dos componentes de gesso permitiu a variação das propriedades ao longo da sua seção transversal. Para atingir esse objetivo, foram desenvolvidas misturas homogêneas de gesso cuja porosidade foi definida em dois teores diferentes. Foram concebidos dois processos de produção denominados prensagem uniaxial por camada e prensagem uniaxial simultânea das camadas para a obtenção do gesso conformado sob pressão com gradação funcional. O procedimento experimental desenvolvido para a verificação da resistência à tração na flexão da gradação, além de ser simples, mostrou-se adequado para avaliar os esforços de tração do gesso com gradação.

O projeto fatorial completo  $2^k$  permitiu a identificação dos fatores que mais influenciaram as séries delgadas ( $6,9 \text{ mm} < t < 15,8 \text{ mm}$ ) do projeto. Os fatores P, M e X, as interações PX e PM e o efeito de segunda ordem em P permitiram a obtenção de um modelo com bom ajuste aos dados experimentais, para a avaliação da porosidade. Os resultados experimentais apresentaram-se dentro do intervalo de confiança e com baixo erro associado, mostrando que os modelos otimizados foram eficientes na previsão das propriedades analisadas. A metodologia de otimização múltipla mostrou-se eficaz no planejamento da variação da porosidade, para a obtenção da gradação ao longo da seção do gesso conformado sob pressão. Além disso, as soluções otimizadas foram utilizadas para a confecção e avaliação individual das camadas correspondentes a face menos porosa e a mais porosa da gradação.

A resistência à tração na flexão entre a face mais porosa e a menos porosa do GGF<sub>n</sub> 01 apresentou diferença estatisticamente significativa, indicando que houve uma variação da porosidade ao longo da seção. Estes resultados mostraram que o procedimento tecnológico, prensagem uniaxial por camada e o *layout* (disposição das camadas) viabilizaram a incorporação da gradação funcional da porosidade no gesso. O elevado empacotamento dos grãos e a adesão eficiente entre as camadas da gradação permitiram alcançar um gesso com elevada resistência e equivalente aos valores alcançados para as camadas da gradação, avaliadas individualmente. Os resultados mostraram que a camada menos porosa ( $15,00 \pm 2,25$ ) MPa, utilizada na região submetida aos esforços de tração, pode funcionar como reforço no GGF<sub>n</sub>

01, devido a sua maior capacidade em suportar os esforços de tração, em comparação com a camada mais porosa ( $9,68 \pm 0,69$ ) MPa.

Em ambos os grupos, GGF<sub>n</sub> 02 e GGF<sub>n</sub> 03, não foi observada diferença estatisticamente significativa entre a resistência à tração na flexão da face mais porosa e da face menos porosa, sugerindo ausência da variação da porosidade nestes grupos. Estes resultados mostraram que os procedimentos tecnológicos associados ao *layout* (disposição das camadas) utilizados para a produção do gesso com gradação dos grupos GGF<sub>n</sub> 02 e GGF<sub>n</sub> 03 não foram eficientes para promover a incorporação da gradação funcional da porosidade no gesso conformado sob pressão. No grupo GGF<sub>n</sub> 02 não foi observada uma adesão adequada entre as camadas, gerando uma interface nítida, que contribuiu para o aparecimento das falhas por delaminação e redução da resistência deste grupo. Já no GGF<sub>n</sub> 03 a resistência dos corpos de prova com gradação foi superior às suas camadas individuais, e pode ser explicado pela interação significativa entre P e M, identificada no modelo para a resposta resistência à tração na flexão.

O GGF<sub>n</sub> 01 foi classificado como hidrofóbico segundo a análise do ângulo de contato. A face menos porosa e a mais porosa alcançaram ângulos de contato médio de ( $\theta = 95,40 \pm 13,88 > 90^\circ$ ) e ( $\theta = 92,29 \pm 6,76 > 90^\circ$ ), respectivamente. Além disso, a gota permaneceu por mais tempo, em ambas as faces do GGF<sub>n</sub> 01, em relação aos grupos GGF<sub>n</sub> 02 e GGF<sub>n</sub> 03. Estes resultados podem ser explicados pela dificuldade de percolação da água nas superfícies do GGF provocados pelo elevado empacotamento das partículas de gesso e a eficiente adesão entre as camadas da gradação. Os resultados mostraram que foi possível alcançar elevado desempenho mecânico e hidrofobicidade, apenas pela variação da microestrutura ao longo da seção do gesso. Estes resultados se justificam pelo empacotamento das partículas (densidade aparente) gerando a predominância de cristais aciculares alongados, bem formados, em aglomerados alinhados e interconectados originando uma microestrutura mais densa e compacta nas superfícies de menor porosidade do gesso com GGF<sub>n</sub>.

Gesso com gradação funcional é uma abordagem inovadora para a obtenção de componentes de construção com características hidrofóbicas e comportamento mecânico superior às dos componentes de gesso convencionais. A concepção construtiva ideal seria projetar a face com menor porosidade na parte construtiva externa, em maior contato com a umidade, e a face com maior porosidade na região interna,

com menor contato com a umidade. Tal combinação de propriedades abre novas possibilidades para o uso de componentes de gesso em elementos estruturais e em áreas molhada e molháveis na construção civil.

## 7 CONCLUSÕES GERAIS

Esta tese buscou avançar: (i) na compreensão dos parâmetros de conformação que regem o comportamento do gesso conformado sob pressão, e (ii) no desenvolvimento de gesso como gradação funcional da porosidade para alcançar elevado desempenho mecânico e frente à ação da água.

O estudo mostrou que as propriedades físicas, mecânicas e em relação à ação da água de componentes de gesso conformado sob pressão são dependentes dos parâmetros de conformação, pressão, massa, relação água/gesso e a presença de aditivo retardador. O amplo entendimento das propriedades do gesso conformado sob pressão deriva do conhecimento da microestrutura do material, morfologia dos cristais, adesão entre as partículas e dos fenômenos de dissolução-hidratação do hemi-hidrato.

As investigações mostraram que a pasta de gesso é uma suspensão reativa altamente concentrada. Portanto, o nível de aplicação da pressão e o momento de prensagem, em relação ao tempo de pega do gesso, definem o nível de empacotamento e adesão entre as partículas, com interferência na porosidade e, por conseguinte no comportamento mecânico e frente à ação da água do gesso conformado sob pressão. A presença do aditivo retardador, além de garantir a aplicação da pressão antes do início das reações de hidratação do gesso, funcionou como lubrificante facilitando a mobilidade dos grânulos de gesso durante a compactação. A combinação entre os fatores pressão, massa, relação água/gesso e a presença de aditivo retardador possibilitaram alcançar um empacotamento máximo das partículas de ( $2,0 \text{ g/cm}^3$ ) superior ao obtido pelo gesso convencional de ( $1,16 \text{ g/cm}^3$ ). A conformação do gesso sob pressão originou cristais aciculares alongados, bem formados, alinhados e interconectados originando uma microestrutura mais densa e compacta. Sendo possível alcançar um módulo de elasticidade dinâmico máximo de ( $24,9 \text{ GPa}$ ) e máximas resistências à tração na flexão ( $27,8 \text{ MPa}$ ) e à compressão ( $57,4 \text{ MPa}$ ).

Desta forma, a obtenção de um gesso conformado sob pressão com gradação funcional da porosidade exige a compreensão dos parâmetros de conformação para alcançar uma variação controlada da porosidade ao longo da seção.

O gesso com gradação funcional apresentou-se como um novo conceito na tecnologia do gesso com perspectivas promissoras para a melhoria do desempenho mecânico e frente à ação da água. O gesso com gradação funcional da porosidade alcançou elevada resistência à tração da flexão, tanto na camada mais porosa (9,7 MPa) quanto na camada menos porosa (15,0 MPa). Comportamento este, superior ao alcançado pelo gesso conformado pelo método convencional para a resistência à tração na flexão (5,6 MPa). Os resultados indicaram o uso da camada menos porosa em regiões em que a peça esteja submetida à esforços de tração, uma vez que esta face tende a funcionar com reforço no gesso com gradação funcional da porosidade.

O gesso com gradação funcional chegou a alcançar ângulos de contato superiores a  $90^\circ$ , indicando características de hidrofóbicas do gesso. Estes resultados foram explicados pelo nível de empacotamento e adesão entre os cristais de di-hidrato que associados à adesão entre as camadas proveniente do entrelaçamento dos grânulos provocados pela gradação da porosidade, nesta região, conferiram ao gesso elevada resistência e características hidrofóbicas. O elevado comportamento mecânico e a baixa susceptibilidade à água alcançados pelo GGF conferem potencial uso deste material em elementos estruturais e em áreas molhadas e molháveis na construção civil.

## 8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Estudar o gradiente de densidade ao longo da secção longitudinal do GCP obtidos por prensagem uniaxial em ação simples;
- b) Desenvolver gesso conformado sob pressão, a partir da prensagem uniaxial em ação dupla;
- c) Analisar a interferência da água de cristalização na resistência do gesso conformado sob pressão;
- d) Gradação funcional com adições de hidrorrepelentes;
- e) Analisar a gradação funcional com adição de fibras;
- f) Estudar da interferência das adições na água de cristalização do gesso conformado sob pressão;
- g) Avaliar o envelhecimento acelerado com 25, 50 e 100 ciclos de molhagem e secagem e o envelhecimento natural do GCP e do GGF.

## REFERÊNCIAS

- ABBAS, H.; ALMUSALLAM, T.; ABADEL, A.; ALENZI, S.; AL-SALLOUM, Y. **Shear strength of functionally graded self-compacting concrete deep beams reinforced with steel and GFRP bars**. v. 18, e01872, 2023.
- ABDEL, M.; MAKSOUD, A. A. **Heat of Hydration as a Method for Determining the Composition of Calcined Gypsum**. *Thermochemica Acta*, 46, p. 303-308, 1981.
- ABDUL KHALIL, H. P. S.; BHAT, I. U. H.; JAWAID, M.; ZAIDON, A.; HERMAWAN, D.; HADI, Y. S. **Bamboo fibre reinforced biocomposites: a review**. *Mater Des*, v. 42, p. 353–368, 2012.
- ABERLE, T.; EMMENEGGER, P.; VALLÉE, F.; HERSCHKE, L. **New Approaches to Increase Water resistance of Gypsum based building Materials**. *Drymix Mortar Yearbook*, 2010.
- AHANKARI, S. S.; KAR, K. K. **Functionally Graded Composites: Processing and Applications**. *Composite Materials*, 2017.
- ALVES JÚNIOR, F. N. **Avaliação das propriedades mecânicas do gesso com incorporação dos produtos da combustão do carvão**. Dissertação em Engenharia e Ciência de Materiais - UFC, Fortaleza, 2015.
- ALVES, B. C. A.; CAVALCANTI, R. A. A.; ROMANO, R. C. O.; JOHN, V. M.; PÓVOAS, Y. V. **Interferência do citrato de sódio na calorimetria da pasta de gesso**. XIV ENTAC – Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído, 2012.
- AMADA, S.; UNTAO, S. **Fracture properties of bamboo**. *Compos. Part B Eng.*, v. 32, p. 451-459, 2001.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM C215**. Standard Test Method for Fundamental Transverse, Longitudinal, and Torsional Resonant Frequencies of Concrete Specimens. In: *Annual Book of ASTM Standards*, 2014.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM E1876**. Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. In: *Annual Book of ASTM Standards*, 2015.
- AMORÓS ALBARO, J. L. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte II: A Compactação**. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 6, 2000b.
- AMORÓS ALBERO, J. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde**. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 5, 2000a.
- ANEZIRIS, C. G.; HOMOLA, F. **High temperature wettability of refractories in contact with melts**. *Handbook, German Ceram. Soc., Technical*, 2005.
- ASSO, F. O. **Materiales de Construcción**. Editorial Dossat, S.A. 7 ed. Madrid, 1977.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13.207**. Gesso para construção civil - Especificação. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12.127**. Gesso para construção civil — Determinação das propriedades físicas do pó. Rio de Janeiro, 2019.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12.128**. Gesso para construção - Determinação das propriedades físicas da pasta. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12.129**. Gesso para construção - Determinação das propriedades mecânicas. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13.279**. Argamassa para assentamento e revestimentos de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14715-1**. Chapas de gesso para drywall, Parte 1 – Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2021.
- AUAD, S. P. **Análise Isogeométrica de Cascas Cilíndricas de Material com Graduação Funcional**. Dissertação em Engenharia Civil, Fortaleza, 2019.
- AVELAR, T. D. C. **Otimização da produção de pré-moldados de gesso de alta resistência a partir de gesso de baixo desempenho mecânico**. Dissertação de Mestrado, Universidade Católica de Pernambuco, Recife, 2012.
- BAHREINIZAD, H.; BANI, M. S.; KHOSRAVI, A.; KARIMI, A. **A numerical study on the application of the functionally graded bioabsorbable materials in the stent design**. Artery Research, v. 24, p. 1 – 8, 2018.
- BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. F.; LUZ, A. B. **Gipsita. Comunicação interna**. Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) - Ministério da Ciência e Tecnologia, Rio de Janeiro.p.23, 2005.
- BARBOSA, A. A. **Estudo da conversão química de compósitos a base de gesso em hidroxiapatita**. Dissertação de mestrado em Ciência dos Materiais. Universidade Federal do Vale do São Francisco – UNIVASF, Juazeiro, 2012.
- BAUER, L. A. F. **Materiais de Construção**. LTC. v.1 – 6ª ed. 2019.
- BORGES, A. N. **Estudo do aproveitamento de resíduos PAE no desenvolvimento de materiais cerâmicos**. Tese de doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN, Natal, São Carlos, 2014.
- BOSBACH, D.; HOHELLA JÚNIOR, M. **Gypsum Growth in the Presence of Growth Inhibitors: a Scanning Force Microscopy Study**. Chemical Geology, v. 132, n. 1-4, p. 227-236, 1996.
- BUGGAKUPTA, W.; TOUNCHUEN, K.; PANPA, W.; JINAWATH, S. **Early Production of High Strength and Improved Water Resistance Gypsum Mortars from Used Plaster Mould and Cullet Waste**. Journal of Materials in Civil Engineering, v.32, N. 6, p. 1-9, 2020.
- BUSCHINELLI, A. J. A. **Review article: recent advances in metal-ceramic brazing**, Cerâmica 49, p.178-198, 2003.
- BVKI (Bundesverband Keramische Industrie e.V.). Disponível em: [www.keramverband.de/pic/ebild54.gif](http://www.keramverband.de/pic/ebild54.gif). Acesso em: 23 ago. 2023.

CALLISTER JÚNIOR, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2021.

CAMARINI, G. **Pressured recycled gypsum plaster and wastes: Characteristics of eco-friendly building components**. *Construction and Building Materials*, v. 191, p. 136-144, 2018.

CAMARINI, G.; PINHEIRO, S. M. M. **Microstructure of recycled gypsum plaster by SEM**. *Advanced Materials Research*, v. 912-914, p. 243-246, 2014.

CAMARINI, G.; PINTO, M. C. C.; MOURA, A. G. de; MANZO, N. R. **Effect of citric acid on properties of recycled gypsum plaster to building components**. *Construction and Building Materials*, v. 124, p. 383-390, 2016.

CAMARINI, G.; DE MILITO, J. A. **Gypsum hemihydrate–cement blends to improve renderings durability**. *Construction and Building Materials*, v. 25, p.4121-4125, 2011.

CAMPOS, V. R.; CARVALHO, R. F.; DIAS, C. M. R. **Gesso conformado sob pressão: os efeitos dos parâmetros de conformação sobre as propriedades físicas e mecânicas**. *Revista Matéria*, v.28, n.1, 2023.

CARPINETTI, L. C. R. **Planejamento e análise de experimentos**. 5 ed. São Carlos, 2009.

CHEN, Z.; SUCECH, S.; FABER, K. **A hierarchical study of the mechanical properties of gypsum**. *J. Mater. Sci.*, v. 45, p. 4444-4453, 2010.

CIPRIANO, P. B.; GALDINO, T. S. G.; SÁ, C. S.; FERRAZ, A. de V. **Avaliação dos parâmetros de calcinação do resíduo de gesso nas propriedades do gesso reciclado**. *Revista Matéria*, v. 26, n. 3, 2021.

ÇOLAK, A. **Density and strength characteristics of foamed gypsum**. *Cem. Concr. Compos.* v. 22, p. 193-200, 2000.

CORREIA, C. M. P.; SOUZA, M. F. **Mechanical Strength and Thermal Conductivity of Low-Porosity Gypsum Plates**. *Materials Research*, v. 12, n. 1, 95-99, 2009.

CÔRTE REAL, J. C. **Determinação de condições operacionais adequadas para produção de pré-moldado de gesso de alta resistência mecânica**. Dissertação em Desenvolvimento em Processos Ambientais - UNICAP, Recife, 2009.

COSTA, N. R.; LOURENÇO, J.; PEREIRA, Z. L. **Desirability function approach: A review and performance evaluation in adverse conditions**. v. 107, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, v. 107, p. 234-244, 2011.

DIAS, C. M. R. **Efeitos do envelhecimento na microestrutura e no comportamento mecânico dos fibrocimentos**. Dissertação de Mestrado apresentada a USP. São Paulo, 2005.

DIAS, C. M. R. **Fibrocimentos com Gradação Funcional**. Tese de doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana, Universidade de São Paulo - USP, São Paulo, 2011.

DIAS, C. M. R.; SAVASTANO JÚNIOR, H.; JOHN, V. M. **Exploring the potential of functionally graded materials concept for the development of fiber cement**. *Construction and Building Materials*, 24, p. 140–146, 2010.

DUMONT, A.L.; BONNET, J.P.; CHARTIER, T.; FERREIRA, J.M.F. **MoSi<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> FGM: Elaboration by tape casting and SHS**. J. Eur. Ceram. Soc. 21, 2353–2360, 2001.

DURGUN, M. Y. **Effect of wetting - drying cycles on gypsum plasters containing ground basaltic pumice and polypropylene fibers**. Journal of Building Engineering. v. 32, p. 101801, 2020.

ELERT, K.; BENAVIDES-REYES, C.; CARDELL, C. **Effect of animal glue on mineralogy, strength and weathering resistance of calcium sulfate-based composite materials**. Cement and Concrete Composites. v. 96, p. 274-283, 2019.

EUROGYPSUM. Disponível em: <<https://eurogypsum.org/>>. Acesso em: 07 jul. 2023.

FERREIRA, F. C. **Estudo de caracterização do gesso para revestimento produzido no polo gesseiro do Araripe**. Tese de M.Sc., UFPE, Recife, 2017.

FERREIRA, L. M. V. **Revestimentos Hidrofóbicos**, Dissertação de Mestrado, FCT/Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, Portugal, 2013.

FONSECA, M. H. de F.; BARBOSA, M. P. S.; VILAR, Z. T.; LUCENA JÚNIOR, U. P. de; LOBO, C. J. de S. **Estudo da influência da porosidade em materiais cerâmicos**. 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECi-Mat), p.1341 – 1352, Natal – RN, 2016.

FRAIRE – LUNA, P.E; ESCALANTE-GACIA, J.L; GOROKHOVSKY, A. **Composite Systems Fluorgypsum blast furnace slag-metakaolin, strength and microstructures**. Cement and Concrete Research. v.36, p. 1048-1055, 2006.

GANCZARSKI, A.; SZUBARTOWSKI, D. **Problems of Thick Functionally Graded Material Structures Under Thermomechanical Loadings**. Advances in Mechanics of High-Temperature Materials. Advanced Structured Materials, v. 117, p.57-78, 2020.

GENG, Z.; PAN, H.; ZUO, W.; SHE, W. **Functionally graded lightweight cement-based composites with outstanding mechanical performances via additive manufacturing**. Additive Manufacturing, v. 56, 102911, 2022.

GERALDO, R. H.; PINHEIRO, S. M. M.; SILVA, J. S.; ANDRADE, H. M.C.; DWECK, J.; GONÇALVES, J. P.; CAMARINI, G. **Gypsum plaster waste recycling: a potential environmental and industrial solution**. Journal of Cleaner Production, v. 164, p.288-300, 2017.

GERALDO, R. H.; SOUZA, J.D.; CAMPOS, S.C.; FERNANDES, L.F.R.; CAMARINI, G. **Pressured recycled gypsum plaster and wastes: Characteristics of eco-friendly building componentes**. Construction and Building Materials, v. 191, p. 136-144, 2018.

GHAVAMI, K.; RODRIGUES, C. de S.; PACIORNIK, S. **Bamboo: functionally graded composite material**. Asian J. Civ. Eng., v. 4, p. 1-10, 2003.

GIBSON, L. J., ASHBY, M. F. **Cellular solids-structure and properties**, New York, Pergamon, 1988.

GOMES, M. F. **Otimização do tempo e temperatura no processamento da gipsita oriunda dos cristalizadores da produção de sal para obter gesso de uso na**

**construção civil.** Dissertação de mestrado em química. Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Natal, 2012.

GUPTA, A.; TALHA, M. **Recent development in modeling and analysis of functionally graded materials and structures.** Progress in Aerospace Sciences, Elsevier, v. 79, p. 1–14, 2015.

HABES, A.; GHREFAT, F. M. **Gypsum: Properties, Production and Applications.** Delia H. Sampson, 2011.

HADIAN, A. M.; DREW, A. L. **Thermodynamic modelling of wetting at silicon nitride/Ni-Cr-Si alloy interfaces**. Mater. Sci. Eng. A189, p. 209-217, 1994.

HERNÁNDEZ-OLIVARES, F.; BOLLATI, M. R.; DEL RIO, M.; PARGA-LANDA, B. **Development of cork-gypsum composites for building applications.** Construction & Building Materials, v. 13, n. 4, pp. 179–186, 1999.

HERRMANN, M.; SOBEK, W. **Development of Weight-Optimised, Functionally Graded Precast Slabs.** Building Future, Federal Ministry of Transport, Building and Urban Affairs, 2019.

HERRMANN, M.; SOBEK, W. **Functionally graded concrete: Numerical design methods and experimental tests of mass-optimized structural components.** Structural Concrete, v. 18, p. 54-66, 2017.

HINCAPIÉ, A. M.; CINCOTTO, M.A. **Efeito de retardadores de pega no mecanismo de hidratação e na microestrutura do gesso de construção.** Ambiente construído, v.1, n. 2, São Paulo, p. 7-16, 1997.

JAKOSBSMEIER, L. **Reaktivität und Wechselwirkungen siliciumorganischer Verbindungen in einer  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  – Matrix.** Dissertation wurde am bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät Chemie, 2000 (Alemanha).

JIN, X.; WU, L.; SUN, Y.; GUO, L. **Microstructure and mechanical properties of  $\text{ZrO}_2/\text{NiCr}$  functionally graded materials.** Mater. Sci. Eng. A 509, 63 –68, 2009.

JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. **Gesso de construção civil.** *Ibracon*, pp. 727-760, 2007.

KANNO, W. M. **Propriedades Mecânicas do Gesso de Alto Desempenho.** Tese de doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, São Carlos, 2009.

KANNO, W. M.; ROSSETTO, H. L.; SOUZA, M. F. de; MÁDUAR, F.; CAMPOS, M. P. de; MAZZILLI, B. P. **High Strength Phosphogypsum and Its Use as a Building Material.** AIP Conference Proceedings, 1034, 307, 2008.

KARNI, J.; KARNI, E. **Gypsum in Construction Origin and Properties.** Materials and Structures, v.28, p.92-100, 1995.

KATSNEL'SON, L. M.; KERBEL, B. M. **Determination of the optimal uniaxial pressing pressure for ceramic powders.** Glass and Ceramics, v. 70, p. 9 – 10, 2014.

KAWASAKI, A.; WATANABE, R. **Concept and P/M fabrication of functionally gradient materials.** *Ceramics international*, v.23, Issue 1, p.73-83, 1997.

KOCH, J. C. **The laws of bone architecture**. Am. J. Anat., v. 21, p. 177-298, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1002/aja.1000210202>.

LAI, J.; WANG, H.; YANG, H.; ZHENG, X.; WANG, Q. **Dynamic properties and SPH simulation of functionally graded cementitious composite subjected to repeated penetration**. Construction and Building Materials, v.146, p. 54–65, 2017.

LANGE, R. G.; SCHLOTTHAUER, H. L. **Plaster composition containing water-reducing agente**. US Patent 15 4.184.887,1980.

LEIMEN, G. F. **Influence of various retarders on the crystallization and strength of plaster of Paris**. Zement-Kalk-Gips, v. 5, p. 229-232, 1989.

LINLIN, L.; GUOZHONG, L.; JIANRUI, H. **The impact of retarder on the properties of gypsum foamed materials**. Applied Mechanics and Materials, v. 540, p. 221-224, 2014.

LIU, X.; YAN, M.; GALO BARDES, I.; SIKORA, K. **Assessing the potential of functionally graded concrete using fibre reinforced and recycled aggregate concrete**. Construction and Building Materials, v. 171, p. 793-801, 2018.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas & minerais industriais: usos e especificações**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005.

LYRA SOBRINHO, A. C. P.; AMARAL, A. J. R.; DANTAS, J. O. C.; DANTAS, J. R. A. **Balanço mineral brasileiro 2001**: Gipsita. Brasília: Departamento Nacional de Produção Mineral, 23 p., 2001.

MAALEJ, M.; AHMED, S. F. U.; PARAMASIVAM, P. **Corrosion Durability and Structural Response of Functionally-Graded Concrete Beams**. Journal of Advanced Concrete Technology, v. 1, n. 3, p. 307-316, 2003.

MAHAMOOD, R.M.; AKINLABI, E.T. **Functionally Graded Materials – Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering**. Springer International Publishinh AG, 2017.

MAK, M. W. T.; LEES, J. M. **Carbon reduction and strength enhancement in functionally graded reinforced concrete beams**. Engineerig Structure, v. 277, p. 115358, 2023.

MARTIAS, C.; JOLIFF, Y., FAVOTTO, C. **Effects of the addition of glass fibers, mica and vermiculite on the mechanical properties of a gypsum-based composite at room temperature and during a fire test**. Composites. Part B, Engineering, v. 62, pp. 37–53, 2014.

MERINO, M. DEL R. **Elaboración y aplicaciones constructivas de paneles prefabricados de escayola aligerada y reforzada con fibras de vidrio e y otros aditivos**. PhD, Universidad Politécnica de Madrid, España, 1999.

MINERALOGY DATABASE. **Gypsum Mineral Data**. Disponível em: <http://webmineral.com/?newsid=../help/FlameTest.shtml#.XgYUuUdKg2w>. Acesso em: 27 dez. 2019.

MISNIKOV, O. **The hydrophobic modification of gypsum binder by peat products: physico-chemical and technological basis**. v. 21, n. 7, p. 1-14, 2018.

MIYAMOTO, Y.; KAYSSER, W.A.; RABIN, B.H; KAWASAKI, A.; FORD, R.G. **Functionally graded materials: design, processing and applications**. Materials technology series. Kluwer Academic Publisher; New York, 1999.

MOGHADAM, H. A.; MIRZAEI, A. **Comparing the effects of a retarder and accelerator on properties of gypsum building plaster**. Journal of Building Engineering, 2019.

MOITA NETO, J. M. **Molhamento e ângulo de contato**. Teresina: Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Piauí, 2006.

MOITA, J. S.; ARAÚJO, A. L.; CORREIA, V. F.; SOARES, C. M. M.; HERSKOVITS, J. **Buckling behavior of composite and functionally graded material plates**. European Journal of Mechanics - A/Solids, v. 80, 103921, 2020.

MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 8 ed., John Wiley & Sons, 2013.

MONTGOMERY, D.; RUNGER, G. C. **Applied statistics and probability for engineers**. 7 ed., New York, John Wiley & Sons, 720 p., 2018.

MORAES, G. A de. **Desenvolvimento da metalurgia do pó**. EDUFRRN, Natal, 2022.

MUTUK, T.; ARPACIOĞLU, K.; ALIŞIR, S.; DEMIR, G. **Thermal and mechanical evaluation of natural fibers reinforced gypsum plaster composite**. Journal of Metals, Materials and Minerals. v. 33, n. 1, p. 116-123, 2023.

NAGHIBDEHI, M. G.; NAGHIPOUR, M.; RABIEE, M. **Behaviour of functionally graded reinforced-concrete beams under cyclic loading**. Građevinar, v.67, p. 427-439, 2015.

NASCIMENTO, R. M.; MARTINELLI, A. E.; BUSCHINELLI, A. J. A. **Review article: recent advances in metal-ceramic brazing**. Cerâmica 49, p.178-198, 2003.

NEMAT-ALLA, M. M.; ATA, M. H.; BAYOUMI, M. R.; KHAIR-ELDEEN, W. **Powder metallurgical fabrication and microstructural investigations of aluminum/steel functionally graded material**. Mater. Sci. Appl. 2, p.1708–1718, 2011.

NIINO, M., HIRAI, T., WATANABE, R. **The Functionally Gradient Materials**. J. Jpn. Soc. Compos. Mater. 13, p.257–264, 1987.

NOGATA, F.; TAKAHASHI, H. **Intelligent functionally graded material: bamboo**. Compos. Eng., v. 5, p. 743-751, 1995.

NOVAES, C. G.; YAMAKI, R. T.; de PAULA, V. F.; do NASCIMENTO JÚNIOR, B. B.; BARRETO, J. A.; VALASQUES, G. S.; BEZERRA, M. A. **Otimização de Métodos Analíticos Usando Metodologia de Superfícies De Resposta - Parte I: Variáveis de Processo**. Rev. Virtual Quim., 9 (3), p. 1184-1215, 2017.

OSSORIO, M.; VAN DRIESSCHE, A. E. S.; PÉREZ, P.; GARCÍA-RUIZ, J. M. **The gypsum – anhydrite paradox revisited**. Chemical Geology, v. 386, p. 16–21, 2014.

PATNAIK, P. **Handbook of inorganic chemicals**. Mac Graw-Hill, 2002.

PECHENTKOVSKII, E. L. **Effect of Press Molding Elements on Density Distribution in Metal Powder Parts [in Russian]**. Author's Abstract of PhD Thesis, Inst. Probl. Materialoved. AN USSR, Kiev, p. 184, 1973.

PEDREÑO-ROJAS, M. A.; MORALES-CONDE, M. J.; PÉREZ-GÁLVEZ, F.; RUBIO-DE-HITA, P. **Influence of polycarbonate waste on gypsum composites: mechanical and environmental study**. Journal of Cleaner Production. v. 218, p. 21-37, 2019a.

PEDREÑO-ROJAS, M. A.; MORALES-CONDE, M. J.; RUBIO-DE-HITA, P. R.; PÉREZ-GÁLVEZ, F. **Impact of Wetting–Drying Cycles on the Mechanical Properties and Microstructure of Wood Waste–Gypsum Composites**. *Materials*, 2019b.

PEDROTI, L. G. **Desenvolvimento de massa cerâmica com o uso de resíduo de granito para obtenção de blocos cerâmicos prensados de encaixe de matriz argilosa**. Tese em Engenharia e Ciência dos Materiais pela Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF, Campos dos Goytacazes – RJ, 2011.

PERÁZIO, B. A. de A. **Efeito dos pontos axiais e centrais sobre eficiência do delineamento composto central**. Dissertação de mestrado em estatística aplicada, Universidade Federal de Viçosa - UFV, Viçosa, 2010.

PETRUCCI, E. G. **Materiais de Construção**. 9 ed. Editora Globo. São Paulo, 1993.

PIETRAS, D.; SADOWSKI, T. **A numerical model for description of mechanical behaviour of a Functionally Graded Autoclaved Aerated Concrete created on the basis of experimental results for homogenous Autoclaved Aerated Concretes with different porosities**. *Construction and Building Materials*, v. 204, p. 839-848, 2019.

PINHEIRO, S. M. de M. **Gesso Reciclado: Avaliação de Propriedades para uso em Componentes**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil – Unicamp, Campinas, 2011.

PORTO, J. A. S.; LIMA, Y. C. C.; OLIVEIRA, R. R.; SOARES, R. A. L.; BRANDIM, A.; CARVALHO, T. M. P.; FREITAS, J. C.; PEREIRA, W. N. **Caracterização mecânica de placas de gesso utilizados em forro residencial**. In: 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECiMat), 2016.

PRIETO-TABOADA, N.; LARRAÑAGA, A.; GÓMEZ-LASERNA, O., MARTÍNEZ ARKARAZO, I.; OLAZABAL, M. A; MADARIAGA, J. M. **The relevance of the combination of XRD and Raman spectroscopy for the characterization of the CaSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O system compounds**. v. 122, p. 102 -109, 2015.

PUTNIS, A.; WINKLER, B.; FERNANDEZ-DIAS, L. **In situ IR spectroscopic and thermogravimetric study of the dehydration of gypsum**. *Mineralogical Magazine*, v. 54, n. 374, p. 123-128, 1990.

QI, X.; CHEN, J.; GUO, K.; HE, S.; YANG, J. LI, Z. JUANJUAN, X. HU, J.; LUO, H.; ZHANG, W.; LUO, J. **Thermal stability of Ag<sub>9</sub>GaSe<sub>6</sub> and its potential as a functionally graded thermoelectric material**. *Chemical Engineering Journal* v. 374, p. 494-501, 2019.

RADOMYSELSKII, I. D.; SHTERN, M. B.; PECHENTKOVSKII, E. L. **Density distribution and powder displacement in pressing in closed dies**. *Powder Metall. Met. Ceram.*, 21, n. 1, p.8–12, 1982.

RAHAMAN, M. N. **Ceramic Processing and Sintering**, 1ª Ed., Marcel Dekker, Nova York, EUA, 770, 1995.

REED, J. S. **Introduction to the Principles of Ceramic Processing**. John Wiley & Sons, New York, 1998.

REED, J. S. **Principles of Ceramics Processing**. 2. ed. New York: John Wiley & Sons, 1995. *Reviews of the Pure and Applied Chemistry*, v. 19, p. 17-44, 1969.

- RIBEIRO, A. S. **Produção de gesso reciclado a partir de resíduos oriundos da construção civil**. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Urbana, Departamento de Centro Tecnológico, Universidade Federal da Paraíba – UFPB, João Pessoa, 2006.
- RIDGE, M. J.; BERETKA, J. **Calcium sulfate hemihydrate and its hydration**. 1969
- RODRIGUES, S. D. de S.; SOUSA, J. G. G. de; OLIVIER, N. C. **Efeitos do envelhecimento acelerado sobre o gesso beta com a adição de hidrorrepelente de massa**. *Ambiente Construído*, v. 22, n. 4, p. 355-369, 2022.
- ROMERO-GÓMEZ, M. I.; SILVA, R. V.; FLORES-COLES, I.; de BRITO, J. **Influence of polypropylene residues on the physico-mechanical and water resistance properties of gypsum plasters**. *Journal of Cleaner Production*. v. 371, p. 133674, 2022.
- RYAN, J.V. **Study of gypsum plates exposed to fire**. *J. Res. Nat. Bur. Stand.*, v. 66c, n. 4, p. 373-387, 1962.
- SAIYATHIBRAHIM, A.; MOHAMED, N. S. S.; DHANAPAL, P. **Processing techniques of functionally graded materials - A Review**. In: *International Conference on Systems, Science, Control, Communication, Engineering and Technology*, pp. 98–105, 2015.
- SANTOS, A. A. dos. **Estudo das variáveis no processo de compactação de pós à base de alumina**. Dissertação de Mestrado em Ciências na área de tecnologia Nuclear – Materiais – IPEN, São Paulo, 2012.
- SCHAEFER, C. O. **Valorização de Fonte alternativa de Sulfato de Cálcio para a produção de argamassas autonivelantes**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis, 2013.
- SCHWARTZ, S. A.; DEHYAR, M. A. **Use of comb-branched copolymers in gypsum compositions comprising comb-branched copolymers**. US Patent 6.527.850, 2002.
- SETZ, L. F. G.; SILVA, A. C. da. **O processamento cerâmico sem mistério**. São Paulo: Blucher, 2019.
- SEUFERT, S.; HESSE, C.; GOETZ-NEUNHOEFFER, F.; NEUBAUER, J. **Quantitative determination of anhydrite III from dehydrated gypsum by XRD**. v. 39, n. 10, p. 936-941, 2009.
- SHACKELFORD, J.F. **Introdução à ciência dos materiais para engenheiro**. (Tradução) São Paulo: Pearson Prentice Hall, 6ª edição, 2008. ISBN 978-85-7605-160-2.
- SHEN, B.; HUBLER, M.; PAULINO, G. H.; STRUBLE, L. J. **Functionally-graded fiber-reinforced cement composite: Processing, microstructure, and properties**. *Cement & Concrete Composites*, v.30, p. 663–673, 2008.
- SHTERN, M. B. **Density–pressure dependence and density distribution during powder pressing**. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, v. 53, p. 3-4, July, 2014 (Russian Original Vol. 53, Nos. 3-4, 2014).
- SING, M.; GARG, M. **Relationship between mechanical properties and porosity of water-resistant gypsum binder**. *Cement and Concrete Research*, 1996.

SING, M.; GARG, M. **Retarding action of various chemicals on setting and hardening characteristics of gypsum plaster at different pH.** Cement and Concrete Research, v. 27, n.6, p. 947-950, 1997.

SINGH, M.; GARG, M. **Glass fibre reinforced water-resistant gypsum-based composites.** Cem. Concr. Compos. v. 14, p. 23-32, 1992.

SINGH, M.; GARG, M. **Relationship between mechanical properties and porosity of water-resistant gypsum binder.** Cem. Concr. Res., v. 26, p. 449-456, 1996.

SINGH, M.; GARG, M.; REHSI, S. S. **Water resistant gypsum binder from waste phosphogypsum.** In: **International Congress CIB 89: Quality for Building Users throughout the World**, Paris (France), Achere d'imprimev sur les presses de l'imprimerie Tardy, Quercy a Cahors (LOT), France, 19-23 June, v. 2, Theme 2, p. 339-352, 1989.

SINGH, N. B.; MIDDENDORF, B. **Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization.** Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials, v. 53, n. 1, p. 57 - 77, 2007.

SONG, M.; GONG, Y.; YANG, J.; ZHU, W.; KITIPORNCHAI, S. **Nonlinear free vibration of cracked functionally graded graphene platelet-reinforced nanocomposite beams in thermal environments.** Journal of Sound and Vibration, v. 468, 2020.

SOPHIA, M.; SAKTHIESWARAN, N.; GANESH BABU, O. **Gypsum as a Construction Material - A Review of Recent Developments.** International Journal for Innovative Research in Science & Technology. v. 2, Issue 12. ISSN (online): 2349-6010, 2016.

SOUZA, H. V.; AZEVÊDO, B. de. **Metalurgia do pó aplicada na fabricação de ferramentas de corte: efeito da adição de WC e Co na sinterização e propriedades mecânicas da alumina.** Edufrn, 1. ed. 2018.

SOUZA, M. F. **Fosfogesso e suas misturas com gesso mineral: matéria prima para produção de peças de gesso e métodos de preparação.** Patente Industrial - PI 0402314-5 A, n. 002931, 2006.

SOUZA, M. F. **Gesso e compósitos de alta resistência mecânica e baixa permeabilidade e seu processo de fabricação.** Patente – PI 0303814-9 A, 2005.

SOUZA, M. F.; ROSSETTO, H. L.; KANNO, W. M. **High resistance gypsum parts and preparation method to obtain these parts.** PCT/BR2006/000192, 2007.

STATEASE. Disponível em: < <https://www.statease.com/docs/v11/navigation/numerical-optimization/>>. Acesso em: 01 jun. 2023.

SNIP (SYNDICAT NATIONAL DES INDUSTRIES DU PLATRE) (França). **O gesso: físicoquímico, fabricação e sua utilização.** Tradução de Paulo Mariano Lopes. [s.l.: s.n.], 2002.

TOADER, N.; SOBEK, W.; NICKEL, K. G. **Energy Absorption in Functionally Graded Concrete Bioinspired by Sea Urchin Spines.** Journal of Bionic Engineering, v.14, p. 369–378, 2017.

TORELLI, G.; GIMÉNEZ FERNÁNDEZ, M.; LEES, J. M. **Functionally graded concrete: design objectives, production techniques and analysis methods for**

**layered and continuously graded elements.** *Construction and Building Materials*, v. 242, 118040, 2020.

UDUPA, G.; SHRIKANTHA RAO, S.; GANGADHARAN, K. V. **Functionally graded composite materials: an overview.** *Procedia Materials Science*, Elsevier, v. 5, p. 1291–1299, 2014.

VEKINIS, G.; ASHBY, M.; BEAUMONT, P. **Plaster of Paris as a model material for brittle porous solids.** *J. Mater. Sci.*, v. 28, p. 3221-3227, 1993.

VIDALES-BARRIGUETE, A.; ATANES-SÁNCHEZ, E.; RÍO-MERINO, M. del.; PIÑA-RAMÍREZ, C. **Analysis of the improved water-resistant properties of plaster compounds with the addition of plastic waste.** *Construction and Building Materials*, v.230, 2020.

WANG, Q.; WANG, C. **Preparation and evaluation of a biomimetic scaffold with porosity gradients in vitro.** *Anis Da Academia Brasileira de Ciências*, v. 84, n.1, p. 9–16, 2012.

XAVIER, F. C. (Chico Xavier). **Fonte Viva** (obra mediúnica pelo espírito Emmanuel). 37. ed. Brasília: FEB, 2017.

XIAO, X.; TAN, A. C. Y.; UNLUER, C.; YANG, E. H. **Development of a functionally graded bacteria capsule for self-healing concrete.** *Cement and Concrete Composites*, v. 136, 104863, 2023.

XIUCHUN, H.; CUIYU, Y.; BAIPING, Y. **Action mechanism of water reducer on Portlans cement.** *Journal of the Chilean Chemical Society*, v. 14, n. 4, pp. 392–399, 1986.

YU, Q.L.; BROUWERS, H.J.H. **Development of a self-compacting gypsum-based lightweight composite.** *Cem. Concr. Compos*, v. 34, p. 1033-1043, 2012.

YU, Q.L.; BROUWERS, H.J.H. **Microstructure and mechanical properties of  $\beta$ -hemihydrate produced gypsum: an insight from its hydration process.** *Constr. Build. Mater.* v. 25, p. 3149-3157, 2011a.

YU, Q.L.; BROUWERS, H.J.H. **Thermal properties and microstructure of gypsum board and its dehydration products: a theoretical and experimental investigation.** *Fire Mater.* v. 36, p. 575-589, 2011b.

YUKI, M.; MURAYAMA, T.; IRISAWA, T.; KAWASAKI, A.; WATANABE, R. **Temperature gradient sintering of PSZ/Mo functionally gradient material by laser beam heating**, in *Proc. of The First Int'l. Symp. on FGM'90, Sendai* (eds. M. Yamanoichi, M. Koizumi, T. Hirai, and I. Shiota), Functionally Gradient Materials Forum, p. 203–208, 1990.

ZHANG, B.; JAISWAL, P.; RAI, R.; NELATURI, S. **Additive Manufacturing of Functionally Graded Material Objects: A Review.** *Journal of Computing and Information Science in Engineering*, v. 18, p. 1-16, 2018.

ZHANG, J. W.; NANCOLLAS, G. H. **Mechanisms of Growth and Dissolution of Sparingly Soluble Salts.** *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, v. 23, n. 1, p. 365-396, 1990.

ZHANG, N.; LU, A.; LI, C. C.; ZHOU, J.; ZHANG, X.; WANG, S.; CHEN, X. **Support performance of functionally graded concrete lining.** *Construction and Building Materials*, v. 147, p. 35-47, 2017.

ZHOU, J.; LIU, C.; SHU, Z.; YU, D.; ZHANG, Q.; LI, T.; XUE, Q. **Preparation of specific gypsum with advanced hardness and bending strength by a novel in-situ loading-hydration process.** Cement and Concrete Research, v. 67, p. 179-183, 2015.