

CENTRO ESTADUAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA PAULA SOUZA
UNIDADE DE PÓS-GRADUAÇÃO, EXTENSÃO E PESQUISA
MESTRADO PROFISSIONAL EM GESTÃO E TECNOLOGIA EM SISTEMAS
PRODUTIVOS

DOUGLAS ANTONIO AMANCIO

ESTUDO DA VIABILIDADE PIEZELÉTRICA E DA RIGIDEZ DIELÉTRICA EM
CERAMICA SINTERIZADA A PARTIR DE MATRIZ GRANITICA E POSSIVEIS
APLICAÇÕES EM PROCESSOS PRODUTIVOS

São Paulo

Junho/2020

A484e Amâncio, Douglas Antônio

Estudo da viabilidade piezelétrica e da rigidez dielétrica em cerâmica sinterizada a partir da matriz granítica e possíveis aplicações em processos produtivos / Douglas Antônio Amâncio. – São Paulo: CPS, 2020.
63 f. : il.

Orientador (a): Prof. Doutor Humber Furlan
Dissertação (Mestrado Profissional em Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos). – Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza, 2020.

1. Piezeletricidade. 2. Granito. 3. Quartzo. 4. Rigidez dielétrica. 5. Sinterização. I. Furlan, Humber. II. Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza. III. Título.

CRB8-8390

DOUGLAS ANTONIO AMANCIO

ESTUDO DA VIABILIDADE PIEZELÉTRICA E DA RIGIDEZ DIELÉTRICA EM
CERAMICA SINTERIZADA A PARTIR DE MATRIZ GRANITICA E POSSIVEIS
APLICAÇÕES EM PROCESSOS PRODUTIVOS

Projeto de Dissertação apresentado como exigência no Programa de Mestrado Profissional em Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos do Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza, sob a orientação do Prof. Dr. Humber Furlan.

São Paulo

Junho/2020

DOUGLAS ANTÔNIO AMÂNCIO

ESTUDO DA VIABILIDADE PIEZELÉTRICA E RIGIDEZ DIELETRICA EM
CERAMICA SINTERIZADA A PARTIR DE MATRIZ GRANITICA E POSSIVEIS
APLICAÇÕES EM PROCESSOS PRODUTIVOS

Prof. Dr. Humber Furlan

Prof. Dr. Antonio Hortencio Munhoz Junior

Prof. Dr. Eduardo Acedo Barbosa

São Paulo, 25 de maio de 2020

Ao meu orientador, que me acompanhou e
sustentou minhas bases nessa jornada, e a
minha mãe D^a Brasília, que me deu o
necessário para que eu chegasse até aqui, eu
dedico esse trabalho.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Professor Doutor Humber Furlan por seu empenho e dedicação em me apoiar ajudando na viabilidade da pesquisa.

A minha co-orientadora Professora Doutora Luciana Pires Reis Kassab que mesmo não seguindo até o fim do projeto sempre esteve disposta a auxiliar, orientar e organizar as tarefas. A equipe do laboratório de caracterização de materiais da FATEC, por estar sempre disposta a auxiliar e contribuir com sua experiência nas análises.

Ao laboratório de engenharia de materiais, em especial a Sr^a Liuba Maria da Universidade Presbiteriana Mackenzie, pelo apoio no início desse trabalho.

Ao aluno de graduação da FATEC São Paulo Wellington Alves por sua participação e apoio decisivos na confecção de corpos de prova.

Ao Grupo Polimix e seus representantes por ceder o granito usado na pesquisa.

A empresa Impercap saunas e aquecedores, seus funcionários e seu diretor, por entenderem esse trabalho como viável para uma aplicação industrial e cederem seu equipamento para análise de rigidez dielétrica.

A empresa MC Bauchemie, onde exerço minhas atividades profissionais pelo apoio dado para que eu pudesse concluir a dissertação.

O que sabemos é uma gota, o que ignoramos é
um oceano.

(Sir. Isaac Newton)

RESUMO

AMANCIO, D. A. **Estudo da viabilidade piezelétrica e da rigidez dielétrica em cerâmica sinterizada a partir da matriz granítica e possíveis aplicações em processos produtivos.**

63f. Dissertação (Mestrado Profissional em Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos).

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza, São Paulo, 2020.

A piezeletricidade é uma característica intrínseca ao quartzo, minério que faz parte da composição físico-química do mineral granito, já a rigidez dielétrica é uma constante que pode ser encontrada em todo material cerâmico com maior ou menor grandeza, utilizar essas propriedades em aplicações práticas pode contribuir para na solução de um gargalo encontrado na indústria de materiais para a construção civil, área onde o granito é amplamente utilizado, sofrendo até mesmo um volume alto de descarte, o presente trabalho tem por objetivo caracterizar um material cerâmico produzido a partir da matriz do pó de granito, afim de identificar o fenômeno de piezeletricidade bem como sua rigidez dielétrica. O método usado será a pesquisa empírica, onde serão coletados dados de experimentos feitos a partir de corpos de prova previamente confeccionados em laboratório por sinterização, os corpos de prova serão analisados com a montagem de um circuito elétrico no qual se pretende apurar a propriedade da piezeletricidade nos mesmos, esse circuito será composto de uma fonte alimentadora de 24V, uma placa Arduino que irá controlar a frequência e pressão exercida no corpo de prova, um osciloscópio para leitura da onda de resposta quando a mesma for obtida, para análise da rigidez dielétrica será utilizado o método Hi Pot, no qual consiste em passar uma alta tensão por dois polos conectados ao corpo de prova e verificar a ruptura do mesmo ou aumento na variação de tensão, obtendo dessa forma a rigidez dielétrica, também foi empregado o método de pesquisa científica bibliométrica com intuito de compilar a partir das palavras-chave utilizadas definições e conceitos que possam validar os dados obtidos nesse trabalho.

Palavras-chave: Piezeletricidade, granito, quartzo, rigidez dielétrica, sinterização.

ABSTRACT

AMANCIO, D. A. Study of piezoelectric viability and dielectric strength in sintered ceramic from the granite matrix and possible applications in production processes.

Dissertação (Mestrado Profissional em Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos). Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza, São Paulo, 2020.

Piezoelectricity is an intrinsic characteristic of quartz, an ore that is part of physical-chemical composition of the mineral granite, whereas dielectric strength is a constraint that can be found in all ceramic materials with greater or lesser magnitude, using this properties in practical applications can contribute to the solution of a bottleneck found in the materials industry for civil construction, an area where granite is widely used, even suffering a high volume of discard, the present work aims to characterize a ceramic material produced from the matrix of granite, in order to identify the phenomenon of piezoelectricity as well as its dielectric strength. The method used will be the empirical research, where data will be collected from experiments made from specimens previously made in the laboratory by sintering, the specimens will be analyzed with the assembly of an electrical circuit in which it is intended to determine the property of piezoelectricity. This circuit will be composed of a 24V power supply, an Arduino board that will control the frequency and pressure exerted on the specimen, an oscilloscope to read the response wave when it is obtained to analyze the dielectric strength. The Hipot method, which consists of passing a high voltage through two poles connected to the specimen and verifying its rupture or increase in voltage variation, thus obtaining the dielectric strength, was also employed the scientific research method, in order to compile from the keywords used definitions and concepts that can validate the data obtained in this work.

Keywords: Piezoelectricity, granite, quartz, dielectric strength, sintering.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1:	Resultados de porosidade aparente e absorção de água da amostra sinterizada a 1050°C	45
Tabela 2:	Resultados de porosidade aparente e absorção de água da amostra sinterizada a 950°C	46
Tabela 3:	Resultados de porosidade aparente e absorção de água da amostra sinterizada a 850°C	46
Tabela 4:	Correlação entre as grandezas	49
Tabela 5:	Dados de rigidez dielétrica a 1050°C	50
Tabela 6:	correlação entre rigidez, porosidade e absorção	50
Tabela 7:	Dados de rigidez dielétrica para amostra sinterizada a 950°C	52
Tabela 8:	Correlação entre rigidez, porosidade e absorção do material sinterizado a 950°C.....	52
Tabela 9:	Dados de rigidez dielétrica para cerâmica queimada a 850°C	52
Tabela 10:	Correlação da rigidez em relação a porosidade e absorção.....	53

LISTA DE FIGURAS

Figura 1:	Extração e beneficiamento de brita de granito	16
Figura 2:	Rejeito de granito em um processo de mineração.....	16
Figura 3:	Ciclo de produção da areia artificial de granito	18
Figura 4:	Representação esquemática de um piezelétrico genérico	19
Figura 5:	Representação bidimensional de um cristal de quartzo SiO_2	23
Figura 6:	Esquematização da rigidez dielétrica	26
Figura 7:	Diagrama de fases do quartzo	31
Figura 8:	Cerâmica Piezelétrica tipo PZT	36
Figura 9:	Forno mufla para sinterização do granítico.....	38
Figura 10:	Osciloscópio Modelo GWINSTEK GDS-2202	39
Figura 11:	Hipot tensão máxima 3500V.....	40
Figura 12:	Equipamento multímetro para medir resistência elétrica	40
Figura 13:	Equipamento de Infravermelho	41
Figura 14:	Equipamento de difração de raio X.....	42
Figura 15:	Espectros de Infravermelho comparativos entre diferentes tipos de sílica modificadas- Fonte Prado A.G.S et al.....	43
Figura 16	Difratograma da amostra de granito proveniente da Mineração Bom Jardim Pernambuco.....	45

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1:	Infravermelho de amostras sinterizadas a 1050°C e 1150°C	43
Gráfico 2:	Ensaio de difração de raio X em granito sinterizado e pó de granito...	44
Gráfico 3:	Absorção de água em função da temperatura de sinterização.....	47
Gráfico 4:	Porosidade em função da temperatura de sinterização	47
Gráfico 5:	Absorção em função da porosidade	48
Gráfico 6:	Rigidez dielétrica 1050°C - Corpo de prova saturado em água.....	51
Gráfico 7:	Rigidez dielétrica a 850°C	53
Gráfico 8:	Rigidez dielétrica corpo de prova saturado em água.....	54
Gráfico 9:	Rigidez dielétrica em função da temperatura de sinterização.....	54

LISTA DE SIGLAS

ABCERAM	Associação Brasileira de Cerâmica
AIA	Avaliação de Impacto Ambiental
ANEPAC	Associação Nacional das Entidades de Produtores de Agregados para Construção
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
DDP	Diferença de potencial
HIPOT	High Potential
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia
PZT	Titanato Zirconato de Chumbo
PA	Porosidade Aparente
AA	Absorção de Água
IC	Corrente de deslocamento ou corrente de carga capacitiva
IA	Corrente de absorção
IL	Corrente de dispersão ou corrente de fuga

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	15
1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
1.1 GRANITO	17
1.1.1 AREIA ARTIFICIAL DE GRANITO.....	17
1.2 PIEZELETRICIDADE	19
1.2.1 PRINCIPAIS USOS DE MATERIAIS PIEZOELÉTRICO	24
1.3 RIGIDEZ DIELETRICA	25
1.4 SINTERIZAÇÃO	28
1.5 ESTRUTURA CRISTALINA DOS CERAMICOS	31
2. MÉTODO.....	37
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	42
3.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOLOGICA MICROESTRUTURAL	42
3.2 RESULTADOS DE PIEZELETRICIDADE	49
3.3 RESULTADOS DE RIGIDEZ DIELETRICA	49
4. CONCLUSÃO	55
5. REFERÊNCIAS	56
ANEXO	59
ANEXO A -ABNT NBR 15577-3/08 ABNT NBR 15577-4/08 ANÁLISE PETROGRAFICA.....	59
ANEXO B – GOOGLE MAPS: VISTA POR SATÉLITE DA PEDREIRA DE ONDE PROVEM O GRANITO.....	62
ANEXO C – CARTA DE INTENÇÃO DA EMPRESA IMPERCAP SAUNAS PARA A UTILIZAÇÃO DO MATERIAL ESTUDADO	63

INTRODUÇÃO

O mineral granito é uma rocha ígnea ou magmática constituído basicamente por uma grande variedade de cristais de quartzo e feldspato, que compõe geralmente entre 85% e 95% da rocha bem como a mica, essa em menor quantidade, e pequenas impurezas. O granito é um material compacto, duro e resistente e por esse motivo é muito utilizado na construção civil como pedras ornamentais, revestimentos, areia artificial; ressalta-se que já existem estudos para sua utilização como agregado cimentício.

A produção brasileira de rochas ornamentais e de revestimentos em 2008 totalizou cerca de 8 milhões de toneladas, e estima-se que 70% dessa produção seja de rochas graníticas e a geração de resíduos seja de 25% da produção, totalizando 1,4 milhões de toneladas (ABIROCHAS, 2009). Neste processamento pode ocorrer até 80% de perda das rochas originais, desde a extração no maciço (lavra), passando pelo corte, até o polimento. O Brasil é o 5º exportador mundial de rochas ornamentais, com 3,3 milhões de toneladas em 2015, sendo os Estados Unidos o importador principal; já o mercado interno consumiu 6,2 milhões de toneladas, com o Espírito Santo respondendo pela metade da produção.

Segundo Silva (2006), a areia britada de rocha vem sendo amplamente utilizada como alternativa para substituição de areia natural ou areia de quartzo, proveniente dos leitos dos rios, na medida em que as jazidas de areia natural ou se esgotam ou sofrem restrição pela preservação ambiental.

Nesse contexto se faz importante avaliar a viabilidade de um uso mais amplo do resíduo gerado pela indústria de areia artificial e artefatos graníticos ornamentais, e também estudar certas propriedades do mineral, como a piezeletricidade e rigidez dielétrica na tentativa de minimizar o descarte desse material dentro do nicho da construção civil, já que, como mencionado por, Vieira (2005) é incontestável que a atividade de extração mineral é essencial ao desenvolvimento econômico da sociedade capitalista atual. Entretanto essa pratica é geradora de grande quantidade de resíduos que são descartados e podem em sua grande maioria agredir o meio ambiente.

A figura 1 mostra uma pedreira na qual é extraído o granito já em sua forma para comercialização e a figura 2 mostra uma pilha de rejeito desse mesmo material após seu uso e descarte na natureza.

Figura 1 Extração e beneficiamento de brita de granito



O processo de extração do granito é relativamente barato, não envolvendo tecnologias sofisticadas, a qualidade do material depende muito do local de extração do mineral, chamado de veio de rocha, e condições de armazenamento.

Figura 2 Rejeito de granito em um processo de mineração



Por ter o quartzo em sua composição o granito pode apresentar uma propriedade conhecida como piezoelectricidade, a qual é utilizada em diversas aplicações tecnológicas como as chamadas janelas inteligentes, medidores de densidade em processos industriais, pisos e pavimentos capazes de gerar energia elétrica etc. Já a rigidez dielétrica é característica comum a diversos tipos de materiais, entre os principais os plásticos e as cerâmicas, que são de grande

uso na indústria de isolantes elétricos e materiais refratários, desse modo o aproveitamento da cerâmica feita do pó de granito é de grande importância no âmbito socioeconômico e também no que se refere a diminuição ou mesmo extinção do processo de extração do quartzo, atividade que vem sendo cada vez mais restringida por órgãos controladores pois segundo a constituição federal e a Resolução CONAMA de 1986 a mineração é considerada uma atividade modificadora do ecossistema e, portanto, passível de uma avaliação de impacto ambiental (AIA).

Portanto identificar e quantificar as características piezelétricas e determinar a rigidez dielétrica na cerâmica sinterizada em uma matriz granítica, e ainda, por fim apontar possíveis aplicações tecnológicas, é o que buscaremos ao término do trabalho, para tanto será usada pesquisa empírica, onde serão coletados dados de experimentos feitos a partir de corpos de prova previamente confeccionados em laboratório. Também foi empregado o método de pesquisa científica bibliométrica com intuito de compilar a partir das palavras-chave utilizadas definições e conceitos que possam validar os dados obtidos nesse trabalho.

1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

1.1 Granito

O granito é um mineral composto essencialmente de quartzo, mica e feldspato, em média a composição química dos granitos é 72,04% SiO_2 , 14,42% Al_2O_3 , 4,12% K_2O , 3,69% Na_2O , 1,82% CaO , 1,68% FeO , 1,22% Fe_2O_3 , 0,71% MgO , 0,30% TiO_2 , 0,12% P_2O_5 e 0,05% MgO . O granito é quase sempre compacto, duro e resistente, os cristais de quartzo apresentam o fenômeno piezelétrico e devido à grande quantidade desse mineral em sua estrutura, se presume que o granito possa apresentar tal propriedade, fato que apoia um estudo mais profundo sobre o tema, devido a sua capacidade de suportar altas temperaturas, podendo passar pelo processo de sinterização, o mineral granito também pode ser convertido em uma cerâmica, o que nos dá embasamento no estudo da rigidez dielétrica .

Nesse trabalho serão estudados cristais de granito provenientes de uma pedreira situada no interior do Estado de São Paulo, na qual produz areia artificial e tem como subproduto de seu processo o filler de granito material, que pode até mesmo, poluir o meio ambiente caso seja descartado de forma inadequada.

1.1.1 Areia artificial de Granito

Segundo Gonçalves (2005) no processo de beneficiamento de rochas para a produção de agregados graúdos é gerado um resíduo chamado “finos de britagem”, também conhecido

como “areia de brita” ou “areia de pedra britada” ou “pó de pedra”, que são resíduos de brita menores que 4,8 mm. A areia artificial é um material granular, com características de tamanho e área superficial semelhantes a areia natural (quartzo), e que passa por um processo industrial de para atingir tais propriedades físicas. A areia de brita representa, em massa, cerca de 20% do material processado nas pedreiras (MENDES, 1999), o que correspondeu a uma geração de 18,62 milhões de toneladas em 2000, conforme dados da ANEPAC.

Na construção civil, a areia é empregada como agregado para concreto, argamassa, blocos e pavimentação. A sua granulação e forma tem papel importante na redução do consumo de cimento, no preparo de argamassas ou de concreto (TANNO et al., 2003).

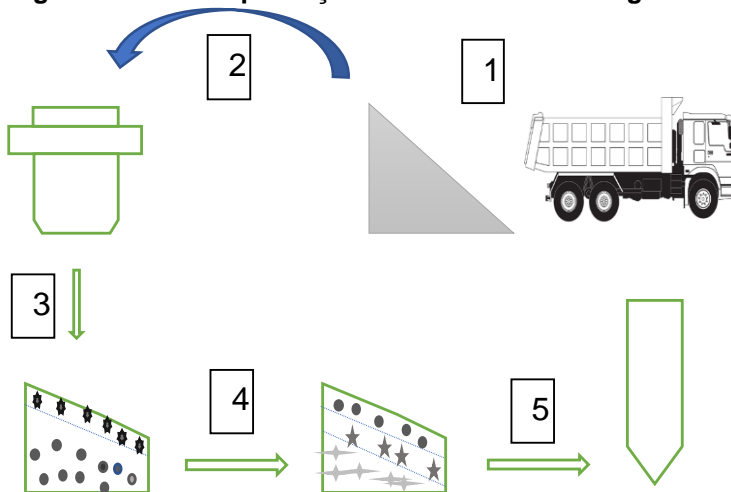
Segundo a NBR 9935 (2011), o agregado é definido como material granular pétreo, sem forma ou volume definido, na maioria das vezes quimicamente inerte, de dimensões e propriedades úteis para uso em obras de engenharia.

Quanto à origem, podem ser classificados como naturais - aqueles lavrados diretamente na forma de fragmentos, como areia e pedregulho, e artificiais - os que são submetidos a processos de fragmentação, como pedra e areia britadas.

De acordo com a NBR 7211 (2009), os agregados podem ser classificados quanto ao tamanho, como agregado graúdo, dimensão mínima superior a 4,8 mm, e agregado miúdo, dimensão máxima inferior a 4,8 mm. Essa norma é válida tanto para areia de procedência natural quanto artificial.

A figura 3 apresenta de forma resumida as etapas da produção da areia artificial em uma indústria de argamassas.

Figura 3: Ciclo de produção da areia artificial de granito



Fonte: O autor

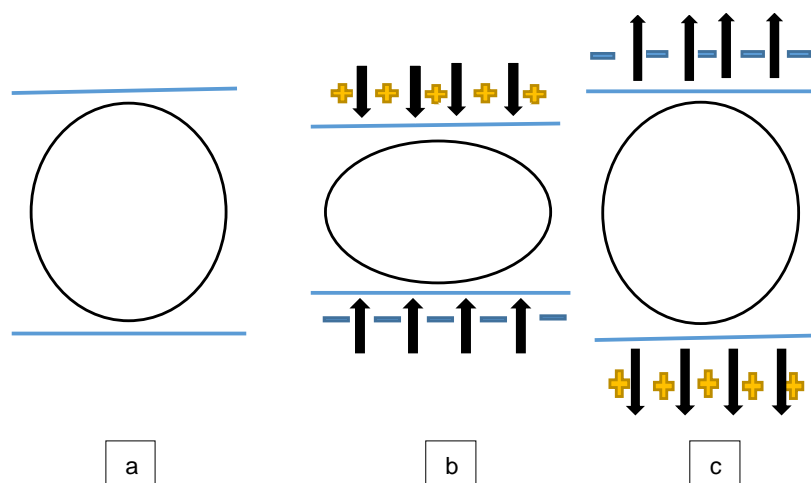
- 1- Brita de granito é descarregada em espaço previamente reservado
- 2- Esteira transporta material seco para processo de moagem
- 3- Material moído bruto é previamente classificado em peneiras
- 4- Areia pré-classificada é novamente peneirada e subdividida em diversas granulometrias de areia de acordo com uso
- 5- Areia artificial é armazenada em silos

1.2 Piezeletricidade

Piezeletricidade é um fenômeno onde um determinado material quando submetido a dada pressão gera energia elétrica. Materiais com esse comportamento veem sendo utilizado amplamente na área da eletrônica, e em diversas outras aplicações. O fenômeno da piezeletricidade descoberto por Pierre e Jaques Currie em 1880 na França, provou ser centro das atenções no desenvolvimento, de materiais com potencial, para nova classe de sensores e atuadores, sendo que sua primeira utilização prática foi feita por Paul Langevin no desenvolvimento de sonares durante a primeira guerra mundial. Utilizando cristais de quartzo acoplados a massas metálicas, inventado o transdutor tipo Langevin, foi possível gerar ultrassom na faixa de algumas dezenas de kHz's. (ARMENDANI et al. 2016).

A figura 4 apresenta esquematicamente um material piezelétrico submetido a estresse mecânico, e como as cargas positivas e negativas agem para compensar essa perturbação do sistema gerando uma diferença de potencial.

Figura 4: Representação esquemática de um piezelétrico genérico



Fonte: O autor

- a) Piezelétrico sem aplicação de tensão
- b) Material submetido a uma tensão de compressão, onde se inicia um alinhamento de cargas e uma diferença de potencial DDP.
- c) Material submetido a uma tensão de tração, com alinhamento de cargas gerando uma DDP.

A origem microscópica do efeito piezelétrico é decorrente do deslocamento de cargas iônicas dentro da estrutura cristalina. Na ausência de uma tensão mecânica externa, a distribuição de cargas dentro do cristal é simétrica e o momento de dipolo resultante é nulo. Ao aplicarmos uma tensão externa, as cargas serão deslocadas e sua distribuição no interior do cristal não será simétrica JORDAN (2001).

Vários cristais anisotrópicos exibem efeito piezelétrico, e de acordo com Callister (2002) essa característica está associada com a variância do espaçamento atômico ou iônico, com a direção cristalográfica, sendo que a deformação mecânica de tais cristais gera dipolos orientados e tensão elétrica. No oposto, tensão alternada aplicada sobre esses cristais excita vibrações. Essa característica é encontrada em alguns tipos de materiais cristalinos, e pelo fato de o fenômeno ser originado na estrutura cristalina do material, pode estar presente em 20 das 32 classes de cristal, mas sempre relacionado a uma simetria não central, a estrutura cristalina do cristal de quartzo é trigonal.

Quando há mudança de polaridade de acordo com a deformação aplicada, o material é dito piezelétrico se ao aplicar uma força externa obtém-se uma polarização elétrica interna, com intensidade diretamente relacionada a simetria do material, assim a esse efeito chamamos de piezeletricidade direta (TICHÝ et al 2010). O fenômeno piezelétrico direto pode ser expresso pela seguinte equação:

$$P_p = dT$$

Onde P_p é o vetor de polarização piezelétrica, d é o coeficiente de pressão piezelétrica e T é a tensão mecânica a que o material piezelétrico está submetida. (VIVES, 2004).

No efeito piezelétrico direto sabe-se que a carga gerada é proporcional a força aplicada para se obter a mesma, portanto podemos escrever:

$$Q = k.F$$

Sendo Q a carga gerada, k a constante piezelétrica e F a força aplicada.

A piezeletricidade inversa se baseia no mesmo fenômeno, porém ocorrendo de forma contrária, no qual sob aplicação de um campo elétrico externo o cristal se deforma. O efeito inverso foi matematicamente deduzido de princípios fundamentais da termodinâmica por Gabriel Lippmann em 1881, e posteriormente confirmado pelos irmãos Currie. O referido efeito é utilizado em todos os dispositivos que empregam osciladores ou ressonadores piezelétricos.

A temperatura crítica onde a estrutura cristalina do material sofre a transição de fase da simetria tetragonal para cúbica é chamada temperatura de Currie. Uma cerâmica policristalina que é submetida a uma temperatura superior ou igual à temperatura de Curie, quando resfriada recupera suas características piezelétricas microscópicas, mas não as macroscópicas, por perder a orientação preferencial dos domínios gerada pelo processo de polarização, que possibilita a utilização prática do material como transdutor eletromecânico. (PEREIRA, 2010).

Limite de tração dinâmico, é o limite máximo de tração a que o material pode ser submetido dinamicamente sem se romper/quebrar. Este limite deve ser levado em consideração principalmente no projeto de transdutores de potência, onde as cerâmicas piezelétricas são submetidas a altos campos elétricos que promovem tanto a contração (compressão) quanto à expansão (tração) do material. (PEREIRA, 2010).

Taxa de envelhecimento é a taxa com que as propriedades piezelétricas do material se alteram no tempo à medida que a orientação dos domínios de dipolos, realizada pelo processo de polarização, se esvaece. (PEREIRA, 2010).

A fase estável da sílica (SiO_2) à temperatura ambiente, conhecida como quartzo- α , é um dos minerais mais abundantes da crosta terrestre, cerca de 12% (FRONDEL, 1962). Devido à abundância de cristais com alto grau de perfeição cristalina, o quartzo- α foi o meio pelo qual vários fenômenos físicos foram descobertos. A piroeletricidade foi descoberta em 1824 por Brewster, os efeitos piezelétrico direto e inverso foram descobertos pelos irmãos Pierre e Jacques Curie em 1880 e 1881, o quartzo- α é o material mais utilizado para a produção de dispositivos piezelétricos para medidas de grandezas físicas por meio do monitoramento da frequência de ressonância no domínio dos ultrassons (BRICE, 1985).

Quando um cristal piezelétrico é cortado em convenientes formas e tamanhos, ele apresenta certas frequências naturais de vibração. Se um campo elétrico alternado, tendo a mesma frequência de vibração do material for então aplicado, a expansão e contração causada pelo campo irá colocar o cristal em ressonância com uma frequência bem definida. O efeito

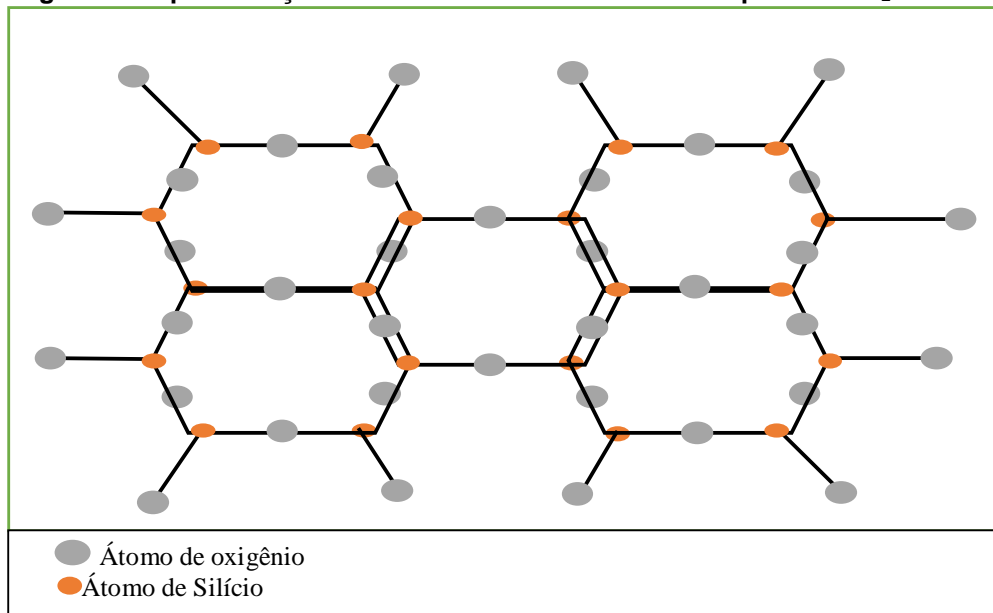
piezelétrico está intimamente relacionado a simetria dos cristais, e é condição primordial para o seu aparecimento, que o material não apresente centro de simetria, de todas as classes cristalinas, apenas os representantes centrossimétricos não podem apresentar o efeito. (NYE, 1957). Praticamente todas as outras classes exibem algum efeito piezelétrico diferente de zero, embora as vezes esse efeito seja muito pequeno. Quando um cristal está sob a influência e um efeito externo, como uma tensão, tração, tração uniforme, um campo elétrico estático ou de baixa frequência, deformações são produzidas nesse cristal.

Em se tratando da determinação das constantes piezelétricas, a grande vantagem do campo elétrico sobre a aplicação de uma tensão externa, está no fato de ser mais fácil produzir um campo elétrico uniforme, e mais difícil a obtenção de uma tensão uniforme.

Os raios X foram descobertos por um físico alemão em 1895, foi assim chamado devido a sua natureza desconhecida, são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda menor que aproximadamente 1\AA . Os métodos de difração de raio X começaram a ser utilizados na determinação das constantes piezelétricas. (BHALLA et al., 1971) e são os que envolvem apenas dois feixes, o incidente e o primário difratado. As desvantagens desse método é que a determinação da constante requer uma amostra orientada e cortada em uma direção conveniente para a aplicação do campo elétrico. (NYE, 1957).

Na figura 5 podemos ver uma representação bidimensional do cristal de quartzo composto de a cada átomo de silício dois oxigênios, essa é uma estrutura cristalina não centralizada onde os cátions e ânions estão em equilíbrio, porem se aplicada uma carga externa esses íons irão buscar se manter em equilíbrio ocorrendo dessa forma uma DDP, o que faz com que os elétrons se movam gerando energia, a esse fenômeno se dá o nome de piezeletricidade direta.

Figura 5: Representação bidimensional de um cristal de quartzo SiO_2 .



Fonte: O autor

Materiais piezelétricos são materiais que possuem momento de dipolo elétrico. Esta piezeletricidade muitas vezes não é percebida, pois os momentos de dipolo elétrico do material se anulam por estarem desalinhados e, só é percebida quando os dipolos elétricos do material são rearranjados em uma mesma direção, de modo que se somem de forma construtiva, formando domínios. O processo pelo qual obtemos o alinhamento destes dipolos é denominado polarização elétrica, Button (1998). A piezeletricidade é uma propriedade inerente a certos materiais, sendo que sua existência ou não em um material depende da simetria da estrutura deste material, exigindo a ausência de um centro de simetria no cristal. Só neste caso, haverá um deslocamento do centro elétrico de carga quando o cristal for submetido a um esforço, e uma resultante geração de carga sobre as faces do cristal (SILVA1993).

A polarização elétrica consiste na aplicação de um campo elétrico na cerâmica, de valor superior ao campo coercitivo, para que ocorra um realinhamento na estrutura atômica da mesma. A polarização é realizada enquanto a cerâmica está imersa em óleo isolante aquecido até a temperatura de Curie, que é a temperatura na qual o cristal perde totalmente suas orientações cristalográficas, que são facilmente redirecionadas sob a influência de um campo elétrico externo. Na prática, utilizam-se temperaturas abaixo do ponto de Curie, pois mesmo antes de perderem totalmente suas orientações cristalográficas, os dipolos dos materiais piezelétricos já são capazes de se realinhar com a direção do campo elétrico externo aplicado (IBRAHIM, 1991).

1.2.1 Principais usos de materiais piezelétricos

Materiais piezelétricos incluem titanato de bário e chumbo, zirconato de chumbo (PbZrO_3), dihidrogeno-fosfato de amônio ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) e quartzo. Essa propriedade é característica de materiais tendo estrutura cristalinas complexas com baixo grau de simetria. O comportamento piezoelétrico de uma amostra policristalina pode ser melhorado por aquecimento acima da sua temperatura Curie e a seguir resfriamento a temperatura ambiente num forte campo elétrico (CALLISTER et al, 2002). Nos últimos anos houve um crescente interesse na área conforme (MILANEZ et. al 2013) evidenciado pelo aumento de publicações e patentes, enquanto em 2005 houve um gasto nessa área de US\$ 4.5 bilhões em 2011 esse valor saltou para US\$ 10 bilhões.

O elemento piezelétrico pode ser usado na indústria de diversas formas, entre elas sensores, transdutores e até mesmo atuadores.

Em qualquer escala de frequência ou potência, o elemento ativo e núcleo da maioria dos transdutores ultrassônicos é piezelétrico, podendo ser classificado em cerâmicas piezelétricas, cristais de quartzo, compósitos piezelétricos, cristais hidrossolúveis, monocristais piezelétricos, semicondutores piezelétricos e polímeros piezelétricos

Um sensor piezelétrico tem como função captar um estímulo proveniente de um sistema ou circuito no qual exista necessidade de converter esse sinal em corrente ou pulso sonoro, o elemento que faz essa conversão chamamos de transdutor a quantidade de transdutores eletromecânicos presentes no dia-a-dia do homem moderno é enorme, citando os mais comuns têm-se os geradores eletromecânicos, eletroímãs, microfones, alto-falantes. (FALCONE, 1979). Cristais piezelétricos são utilizados em microfones para converter as vibrações mecânicas provocadas pelas ondas acústicas em um sinal elétrico correspondente. O mesmo processo, só que ao contrário, é encontrado nos alto-falantes que convertem os sinais elétricos em som.

Durante os anos 40 e 50 houve uma intensa pesquisa e desenvolvimento de materiais piezelétricos sintéticos, devido a dificuldade em excitar transdutores feitos a partir dos cristais de quartzo, essas pesquisas que envolviam a então URSS, Japão e EUA deram origem as cerâmicas piezelétricas de titanato de bário e o titanato zirconato de chumbo (PZTs), o desenvolvimento desses materiais foi revolucionário pois apresentam melhores propriedades do que os cristais quando polarizadas e também oferecem geometria e dimensões flexíveis por serem fabricadas através da sinterização de pós cerâmicos conformados via prensagem ou

extrusão, a cerâmica piezelétrica PZT em suas diversas variações, são as cerâmicas predominantes no mercado. Também podemos encontrar outros materiais, como exemplo, o PT (PbTiO_3) e o PMN ($\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$), utilizados em dispositivos que exigem propriedades especiais e muito específicas, como transdutores para alta temperatura. (PEREIRA, 2010d).

As cerâmicas tipo PZT, possuem estrutura cristalina tipo Perovskita, que apresenta simetria tetragonal, romboédrica ou cúbica simples, dependendo da temperatura em que o material se encontra, estando abaixo de uma determinada temperatura crítica, conhecida como temperatura de Curie, a estrutura Perovskita apresenta a simetria tetragonal em que o centro de simetria das cargas elétricas positivas não coincide com o centro de simetria das cargas negativas, dando origem a um dipolo elétrico. (PEREIRA, 2010e)

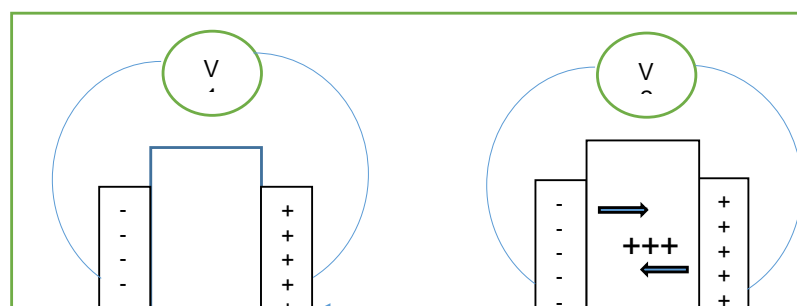
O uso dos chamados materiais inteligentes vem crescendo e ocupando um importante espaço no projeto de sistemas mecânicos. Tais materiais são usados como sensores e atuadores nos chamados sistemas inteligentes, possuem características adaptativas, modificando sua forma ou propriedades físicas a partir da imposição de um campo elétrico, magnético, temperatura ou carregamentos mecânicos. (PERLINGEIRO et al, 2016a).

Outra aplicação seria a instalação de geradores piezelétricos em estradas. Esta solução recolhe a energia mecânica transmitida pelo automóvel à estrada convertendo-a em eletricidade, aproveitando dessa forma energia que geralmente é desaproveitada. (PERLINGEIRO et al, 2016b). A piezeletricidade pode ser usada em aeroportos, locais de grande tráfego, ferrovias.

1.3 Rigidez Dielétrica

A rigidez dielétrica especifica a tensão máxima que pode ser aplicada entre dois eletrodos sem que ocorra o centelhamento, momento no qual a rigidez dielétrica é vencida e o material deixa de ser isolante. Em outras palavras, a rigidez mede a qualidade de um material como isolante. Um material dielétrico real é aquele onde ocorrem simultaneamente os processos de polarização e condução elétrica, quando submetidos a uma tensão DC (SCHOLZ, 2013). A figura 6 ilustra a esquematização do funcionamento da rigidez.

Figura 6 – Esquematização da rigidez dielétrica



Fonte: O autor

A rigidez dielétrica de um certo material é o valor limite de campo elétrico aplicado sobre a espessura do material, sendo que, a partir desse valor, os átomos que compõe o material se ionizam e o material dielétrico deixa de funcionar como um isolante.

A rigidez dielétrica é determinada pelo ensaio de ruptura dielétrica e é fortemente influenciada por condições experimentais como: geometrias da amostra e do eletrodo, espessura da amostra, tempo e tipo da sollicitação elétrica, meio que envolve a amostra, temperatura, etc. Além das condições experimentais, a rigidez dielétrica é afetada por variáveis como: estrutura e composição química, e microestrutura (morfologia e imperfeições) da amostra (ZANIN, 1997).

Quando o material dielétrico está sujeito à ação de um campo elétrico, as distribuições de cargas moleculares e atômicas, inicialmente neutras, sofrem alterações em suas posições de equilíbrio, onde as cargas positivas e negativas de módulo q são separadas por uma distância, o momento de dipolo induzido μ é representado por: $\mu=q.l$, e admite-se que sejam proporcionais ao campo elétrico local, $\mu= E.\alpha$ (SCHOLZ, 2013).

A resistência de isolamento mede a dificuldade oferecida à passagem de corrente pelos materiais isolantes e pode ser alterada dadas as condições ambientais como a umidade do ar ou mesmo poeira, causando assim alterações da capacitância do isolamento, da resistência total, das perdas superficiais e da temperatura do material, constituindo-se em uma boa indicação da deterioração dos equipamentos elétricos provocada por estas causas.

A resistência de isolamento é dividida em três componentes:

- a) Corrente de deslocamento ou corrente de carga capacitiva (IC);
- b) Corrente de absorção (IA);
- c) Corrente de dispersão ou corrente de fuga (IL)

A corrente de deslocamento ou de carga capacitiva (IC) é aquela que surge no instante inicial da energização e possui a mesma função que uma corrente de carga de um capacitor devido ao efeito capacitivo existente entre condutores ou entre condutor e a terra, dependendo do tipo e da forma do material isolante, ela assume seu valor máximo quando da energização e decresce rapidamente depois que a isolação foi carregada eletricamente por completo (MILASCH, 1984).

A corrente de absorção (IA) é aquela responsável pela polarização dos dipolos elétricos que constituem a massa do dielétrico. Em equipamentos de baixa capacitância, a corrente é alta pelos primeiros segundos e decresce vagarosamente a quase zero. Ao ensaiar equipamentos de alta capacitância ou isolação com teor de umidade elevado e contaminada, não haverá decréscimo na corrente de absorção por um longo período. Um exemplo prático desse fenômeno é o ressurgimento de tensão nos terminais de um capacitor quando se retira o curto empregado para descarregá-lo. Em função deste aspecto, é necessário observar que ela também assume o seu valor máximo próximo à energização e decresce a valor desprezível em um intervalo variável entre dez minutos e várias horas (MILASCH, 1984).

A corrente de dispersão ou de fuga (IL), por meio do dielétrico, flui pela superfície e pelo interior da massa do dielétrico, entre condutores ou de um condutor para a terra e é de caráter irreversível. Constitui-se no componente mais importante na medição do ensaio de isolamento em corrente contínua quando se deseja avaliar o estado em que se encontra o isolamento. Dentre as técnicas existentes para detecção de isolamentos defeituosos em serviço, a medição da corrente de fuga é amplamente reconhecida como um dos principais parâmetros para avaliação do desempenho de equipamentos. Através dela obtêm-se informações importantes acerca do estado de operação de um isolamento. Uma elevada corrente de fuga pode indicar presença de poluição, perda da capacidade isolante do isolador, carbonização. Tal corrente não varia com o tempo de aplicação de tensão e, nestas condições, se houver alguma elevação de seu nível é indicativo que o isolamento pode vir a falhar (MILASCH, 1984).

Para aferir a rigidez dielétrica, ou tensão suportável, de um material ou equipamento o ensaio mais utilizado é o HIPOT, do inglês High Potencial (alta tensão). Fabricantes e laboratórios frequentemente realizam esse tipo de ensaio para garantir a segurança e qualidade de seus produtos, no Brasil alguns seguimentos da indústria tem esse ensaio como obrigatório:

Eletrodomésticos: Fabricantes de eletrodomésticos realizam esse ensaio em 100% dos equipamentos produzidos, segundo a portaria INMETRO 371/2009.

Equipamentos médicos: Fabricantes de equipamentos eletromédicos devem realizar esse ensaio em 100% dos equipamentos produzidos, segundo a portaria INMETRO 350/2010.

Bebedouros: Fabricantes de bebedouros devem realizar esse ensaio em 100% dos equipamentos produzidos, segundo a portaria INMETRO 191/2003.

Estabilizadores e no-breaks: os fabricantes desses equipamentos, devem realizar esse ensaio em 100% dos equipamentos produzidos, segundo a portaria INMETRO 262/2007.

Plugues e tomadas: Fabricantes de plugues e tomadas devem realizar esse ensaio por amostragem nos produtos fabricados, segundo a portaria INMETRO 85/2006.

Outros seguimentos da indústria de eletroeletrônicos fazem o HIPOT para atenderem demanda interna ou de clientes, setores tais como, luminárias, painéis elétricos, luvas isolantes, tapetes isolantes de borracha, óleo de transformador entre outros.

Os isoladores mais utilizados nos sistemas elétricos são os fabricados com porcelana vitrificada e vidro temperado, devido às propriedades: mecânicas e elétricas; preços reduzidos dessas matérias-primas; a fabricação simples e a elevada rigidez dielétrica, nesse cenário substituir o vidro por um material reaproveitado da indústria da construção civil como o granito sinterizado pode ser uma alternativa economicamente viável já que existe uma grande procura por novas combinações de materiais que superem os atuais requisitos de projeto no ramo de isoladores, visto que há uma tendência de expansão e recapacitação de linhas de transmissão para tensões mais elevadas. Estudos relacionados a materiais de recobrimento de isoladores e análise de características hidrofóbicas foram alguns dos principais temas de pesquisa no âmbito da engenharia elétrica ao longo da última década (ABREU AT ALL, 2010).

1.4 Sinterização

Existem várias teorias envolvidas no processo de sinterização, o mesmo pode ser descrito como uma adesão entre as partículas, onde os pontos de contato crescem de acordo com a temperatura sem que haja redução de volume inicialmente, na medida em que a temperatura aumenta também aumenta a densidade acompanhados da esferoidização e progressivo fechamento de vazios e finalmente mediante a difusão nos contornos dos grãos, desaparecem os últimos vazios arredondados e isolados, a difusão atômica via lacunas é obtida pelas mudanças da posição de átomos com lacunas. A movimentação de lacunas ocorre de uma região de elevada concentração para uma região com baixa concentração de defeitos, enquanto a movimentação atômica acontece em direção oposta. O resultado é a formação de um pescoço de sinterização entre duas partículas em contato. (GERMAN, 1996).

Em síntese a sinterização baseia-se na ligação atômica entre a superfície de partículas vizinhas. No processo de sinterização, as áreas de contato formadas durante a compactação apresentam redução da área superficial e do raio de curvatura, podendo ocorrer uma perda do contorno original da partícula. A movimentação dos átomos propicia a união das partículas, por meio da formação de um pescoço de sinterização, que eleva a resistência do sinterizado. (GERMAN, 1998).

De acordo com Neves (2005) a principal força motriz da sinterização é a redução da energia livre de superfície do sistema. Isto significa que todo o sistema tem a tendência de atingir um estado de menor energia livre acompanhada pela diminuição das interfaces das micropartículas sólidas compactadas. A ocorrência se dá nas áreas de suas superfícies de contato, sendo que a redução se obtém através da combinação de dois processos a conversão de muitas partículas de pequenas dimensões em partículas de dimensões maiores, porém proporcionalmente menor número. Para assegurar a continuidade da sinterização é necessário que os átomos tenham mobilidade suficiente para atingir novas posições. A mobilidade atômica depende da temperatura. (MOON, 1979).

A sinterização é o método mais antigo para a fabricação de cerâmicas, especialmente de tijolos, telhas, pisos, azulejos e utensílios. A sinterização também é aplicada na produção de refratários, polímeros, metais e alguns tipos de materiais compósitos. Tais materiais apresentam vasto campo de aplicações tecnológicas das quais podemos citar a tecnologia *Low Temperature Co-Fired Ceramics* (LTCC), que foi desenvolvida por Hughes e DuPont afim de produzir circuitos eletrônicos militares (GARCÍA, 2007). Esta tecnologia pode ser denominada *low temperature* porque o processo de sinterização se dá a temperaturas abaixo dos 1000°C. O termo “co-fired” se refere à possibilidade de sinterização juntamente com outros materiais. Com esta tecnologia se é capaz de produzir circuitos densamente encapsulados em cerâmica, onde resistores, capacitores, indutores podem estar integrados a estruturas e a outros componentes de circuitos microeletrônicos, portanto é cada vez mais exigido o desenvolvimento de materiais dielétricos que possam ser utilizados nestes circuitos (MOULSON; HERBERT, 2003).

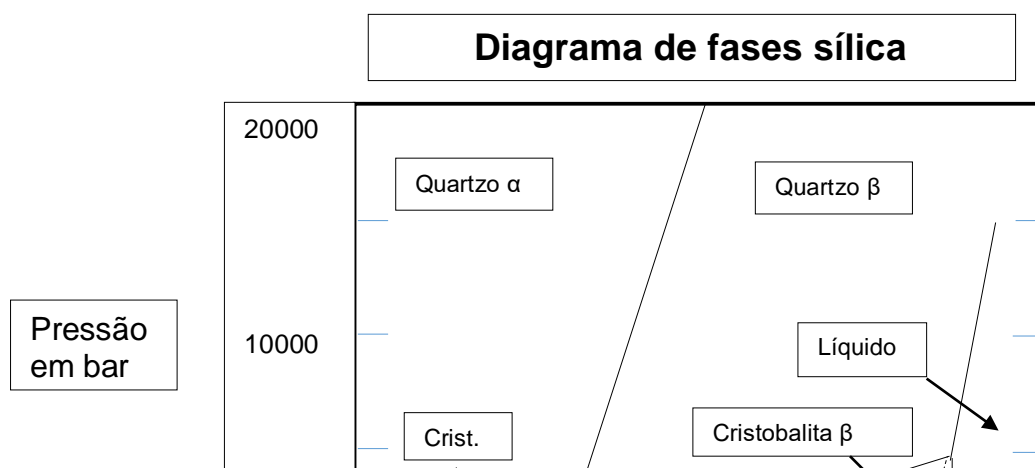
A sinterização de polímeros é técnica amplamente utilizada em vários ramos industriais, como a indústria automobilística, eletroeletrônica etc. São exemplos de compósitos obtidos por processo de sinterização, as ferramentas de carbonetos (ou carbetos), peças e componentes de fibra de vidro, compósitos metal-cerâmicos resistentes ao calor (refratários), materiais abrasivos etc.

A sinterização é um fenômeno de caráter universal. Ela ocorre, por exemplo, quando partículas de no máximo poucas centenas de micrometros de diâmetro encontram-se em estreito contato e a temperatura do ambiente é suficientemente alta para produzir a união por coalescência, isto é, pela fusão de superfícies adjacentes, muitas vezes as partículas em contato podem ser até milimétricas, mas se a temperatura do ambiente ultrapassar o ponto de fusão de algumas partículas, ocorrerá a sinterização pela formação de uma fase líquida e em ambas as situações para que a sinterização ocorra é necessário que o sistema de partículas esteja o mais empacotado possível e que os vazios existentes entre elas sejam também, no máximo, micrométricos.

Em uma sinterização ocorrem mudanças de fases dos componentes envolvidos, devido aos mesmos estarem sujeitos a altas temperaturas que podem chegar próximas a temperatura de fusão dos materiais envolvidos, por isso a utilização do diagrama de fases é uma ferramenta de extrema importância quando se trabalha com esse processo.

O diagrama de fases ajuda a analisar e a entender o que ocorre em uma variação de estado do material em termos de temperatura e pressão, e nos dá diretrizes de como isso pode afetar certas propriedades dos materiais estudados. Acima de 573°C o quartzo- α passa por uma mudança de fase para quartzo β , sendo que esse efeito, no entanto é reversível ao resfriamento do material, e suas características originais permanecem preservadas. O quartzo é uma das formas cristalinas da sílica (SiO_2), sendo as outras duas a cristobalita e a tridimita. Ele cristaliza no sistema hexagonal, apresenta densidade $2,65\text{g/cm}^3$, dureza 7 e ponto de fusão da ordem de 1720°C . O quartzo é estável abaixo de 870°C . A figura 7 apresenta o diagrama de fases da sílica e as diferentes transformações de fase da mesma em diferentes temperaturas.

Figura 7 Diagrama de fases do quartzo



Fonte: O autor

1.5 Estrutura cristalina dos cerâmicos

A palavra cerâmica é de origem grega e vem de *keramikos* e significa "material queimado", o que indica que as propriedades desejáveis destes materiais são normalmente encontradas através de um processo de tratamento térmico de alta temperatura denominado queima (CALLISTER, 2002).

Cerâmica compreende todos os materiais inorgânicos, não metálicos, obtidos em geral após tratamento térmico em temperaturas elevadas e, segundo a Associação Brasileira de Cerâmica (ABCERAM, 2019), seguem em geral a seguinte classificação:

- Cerâmica vermelha; compreende aqueles materiais com coloração avermelhada empregados na construção civil (tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas) e também utensílios de uso doméstico e de adorno.
- Materiais de revestimento (Placas cerâmicas); são aqueles materiais, na forma de placas usados na construção civil para revestimento de paredes, pisos, bancadas e piscinas de ambientes internos e externos. Recebem designações tais como: azulejo, pastilha, porcelanato, grês, lajota, piso, etc.
- Cerâmica Branca; Este grupo é bastante diversificado, compreendendo materiais constituídos por um corpo branco e em geral recobertos por uma camada vítrea transparente e incolor e que eram assim agrupados pela cor branca da massa, necessária por razões estéticas e/ou técnicas. Com o advento dos vidrados opacificados, muitos dos produtos enquadrados neste grupo passaram a ser fabricados, sem prejuízo das características para uma dada aplicação, com matérias-primas com certo grau de impurezas, responsáveis pela coloração.

- **Materiais refratário;** Este grupo compreende uma diversidade de produtos, que têm como finalidade suportar temperaturas elevadas nas condições específicas de processo e de operação dos equipamentos industriais, que em geral envolvem esforços mecânicos, ataques químicos, variações bruscas de temperatura e outras solicitações. Para suportar estas solicitações e em função da natureza das mesmas, foram desenvolvidos inúmeros tipos de produtos, a partir de diferentes matérias-primas ou mistura destas. Dessa forma, podemos classificar os produtos refratários quanto a matéria-prima ou componente químico principal em: sílica, sílico-aluminoso, aluminoso, mulita, magnesianocromítico, cromítico-magnésiano, carbetto de silício, grafita, carbono, zircônia, zirconita, espinélio e outros.
- **Isolantes térmicos;** os produtos deste segmento podem ser classificados em:
 - a) refratários isolantes que se enquadram no segmento de refratários,
 - b) isolantes térmicos não refratários, compreendendo produtos como vermiculita expandida, sílica diatomácea, diatomito, silicato de cálcio, lã de vidro e lã de rocha, que são obtidos por processos distintos ao do item a) e que podem ser utilizados, dependendo do tipo de produto até 1100°C e
 - c) fibras ou lãs cerâmicas que apresentam características físicas semelhantes as citadas no item b), porém apresentam composições tais como sílica, sílica-alumina, alumina e zircônia, que dependendo do tipo, podem chegar a temperaturas de utilização de 2000° C ou mais.
- **Fritas e Corantes;** Estes dois produtos são importantes matérias-primas para diversos segmentos cerâmicos que requerem determinados acabamentos. Frita (ou vidrado fritado) é um vidro moído, fabricado por indústrias especializadas a partir da fusão da mistura de diferentes matérias-primas. É aplicado na superfície do corpo cerâmico que, após a queima, adquire aspecto vítreo. Este acabamento tem por finalidade aprimorar a estética, tornar a peça impermeável, aumentar a resistência mecânica e melhorar ou proporcionar outras características. Corantes constituem-se de óxidos puros ou pigmentos inorgânicos sintéticos obtidos a partir da mistura de óxidos ou de seus compostos. Os pigmentos são fabricados por empresas especializadas, inclusive por muitas das que produzem fritas, cuja obtenção envolve a mistura das matérias-primas, calcinação e moagem. Os

corantes são adicionados aos esmaltes (vidrados) ou aos corpos cerâmicos para conferir-lhes colorações das mais diversas tonalidades e efeitos especiais.

- Abrasivos; Parte da indústria de abrasivos, por utilizarem matérias-primas e processos semelhantes aos da cerâmica, constituem-se num segmento cerâmico. Entre os produtos mais conhecidos podemos citar o óxido de alumínio eletrofundido e o carbetto de silício.
- Vidro, Cimento e Cal; São três importantes segmentos cerâmicos e que, por suas particularidades, são muitas vezes considerados à parte da cerâmica.
- Cerâmica de alta tecnologia/Cerâmica avançada; O aprofundamento dos conhecimentos da ciência dos materiais proporcionaram ao homem o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento das existentes nas mais diferentes áreas, como aeroespacial, eletrônica, nuclear e muitas outras e que passaram a exigir materiais com qualidade excepcionalmente elevada. Tais materiais passaram a ser desenvolvidos a partir de matérias-primas sintéticas de altíssima pureza e por meio de processos rigorosamente controlados. Estes produtos, que podem apresentar os mais diferentes formatos, são fabricados pelo chamado segmento cerâmico de alta tecnologia ou cerâmica avançada. Eles são classificados, de acordo com suas funções, em: eletroeletrônicos, magnéticos, ópticos, químicos, térmicos, mecânicos, biológicos e nucleares. Os produtos deste segmento são de uso intenso e a cada dia tende a se ampliar. Como alguns exemplos, podemos citar: naves espaciais, satélites, usinas nucleares, materiais para implantes em seres humanos, aparelhos de som e de vídeo, suporte de catalisadores para automóveis, sensores (umidade, gases e outros), ferramentas de corte, brinquedos, acendedor de fogão, etc.

A estrutura física dos materiais sólidos depende fundamentalmente do arranjo estrutural de seus átomos, íons e moléculas, em geral os materiais usados em engenharia exibem um arranjo geométrico de seus átomos bem definido, segundo Duarte (2003) uma estrutura é considerada cristalina quando a molécula tem uma regularidade estrutural, porque as ligações covalentes determinam um número específico de vizinhos para cada átomo e a orientação no espaço dos mesmos constituindo uma estrutura cristalina, que é um arranjo ordenado de seus átomos, íons e moléculas e se repete em três dimensões de tal forma que é possível descrever um conjunto de pontos ou posições atômicas repetitivo chamado de célula unitária.

Uma célula unitária é também definida como a menor porção do cristal que ainda conserva as propriedades originais do mesmo. O sólido perfeito pode ser visualizado como um conjunto de blocos idênticos de átomos justapostos. Ao espaço definido pelo grupo mínimo de átomos, que permite a reprodução do sólido, chamamos de célula primitiva. Algumas vezes é preferível a utilização de um grupo de átomos maior que aquele correspondente à célula primitiva, como por exemplo, quando dois ou mais grupos mínimos de átomos idênticos representam com mais clareza o sólido em questão. A todo grupo de átomos que por reprodução repetitiva, permita a geração do sólido, corresponde um espaço físico que chamamos de célula unitária. A célula primitiva é, assim, a menor célula unitária para um dado sólido, (LEITE e CASTRO, 1978).

O estudo da estrutura interna dos materiais necessita da utilização de sete arranjos atômicos básicos, que podem representar as estruturas de todas as substâncias cristalinas conhecidas. As técnicas utilizadas para estudo e análise dos cristais em sua maioria são de difração de raio X, essas técnicas permitem obter informações detalhadas sobre dimensões, presença de defeitos e orientação da rede cristalina, isso é possível pois o comprimento de onda do raio X tem valores próximos aos da distância entre os planos cristalinos, essa análise é verificada por franjas de interferência geradas pelas resultantes da difração da luz incidente no cristal ordenado, observa-se interferências construtivas e destrutivas em direções específicas.

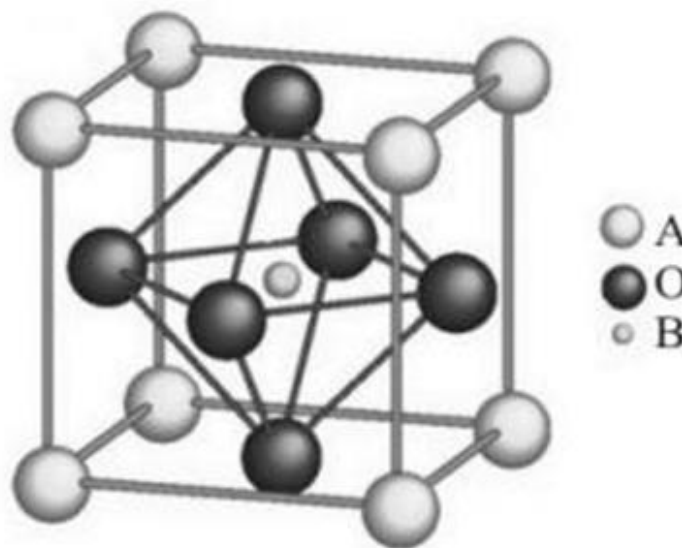
O raio X foi descoberto em 1895 por Wilhelm Conrad Roentgen e em 1896 o The New York Times revelou a descoberta de uma nova forma de se fazer fotografia que era capaz de penetrar madeira, papel e carne, e expor os ossos do corpo humano. A partir dessa descoberta, em 1912 William Lawrence Bragg iniciou estudos utilizando o raio-X e cristais de NaCl e ZnS, conseguindo observar a difração do raio X por meio de cristais elaborando dessa forma a lei de Bragg, que relaciona o comprimento de onda do raio X com o ângulo de reflexão da onda, e em 1913 o pai de Bragg, William Henry Bragg construiu o primeiro espectrômetro de raio X, que junto com a lei de Bragg lhes rendeu em 1915 o prêmio Nobel a ambos.

A difração de raios X é essencialmente uma relação de fases entre duas ou mais ondas, um fenômeno de espalhamento. Quando um feixe de raio X de um único comprimento de onda incide em um material, os raios X são espalhados em todas as direções. A maioria da radiação espalhada por um átomo anula a radiação espalhada pelos outros átomos. Entretanto, raios X que incidem em certos planos cristalográficos, em ângulos específicos, são reforçados ao invés de anulados, portanto há uma interferência construtiva de ondas espalhadas pelo arranjo periódico dos átomos no cristal.

Materiais cerâmicos em sua maioria policristalinos, apresentam um processo de obtenção no qual há possibilidade de serem preparados em uma grande variedade de composições, o que permite controlar ou alterar suas propriedades físicas, e serem produzidos numa maior variedade de geometrias. Os materiais cerâmicos pertencem à classe dos materiais ferroelétricos e quando recém-produzidos, são isotrópicos, não apresentando uma orientação macroscópica da polarização espontânea. Por isso, para que seja possível utilizá-los como elementos piezelétricos, precisam ser polarizados sob a aplicação de altos campos elétricos. Assim, durante o processo de polarização, é possível escolher a direção da polarização macroscópica. O estado polarizado é, por isso, metaestável e pode variar com o tempo, com o aumento da temperatura ou sob a aplicação de altos campos elétricos (da ordem do campo de polarização), com sentidos diferentes ao do campo de polarização (LIMA, 2013).

A figura 8 apresenta a estrutura cubica Perovskita, com configuração ABO_3 , sendo A representante dos cátions divalentes (Pb^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+} ..), B são cátions divalentes, trivalentes, tetravalentes ou pentavalentes (Nb^{5+} , Mg^{2+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} , La^{3+} ...) e O é o oxigênio.

Figura 8 Cerâmica Piezelétrica tipo PZT



Fonte: <http://parquedaciencia.blogspot.com/2013/08/a-piezoelasticidade-no-cotidiano.html>

Das 32 classes cristalográficas em que todos os materiais cristalinos podem ser divididos, 21 classes são de cristais que não apresentam centro de simetria. Destas, 20 classes apresentam piezeletricidade. Dentre estas 20 classes, 10 são de cristais que no estado não deformado possuem um eixo polar (um momento de dipolo elétrico). Nestes cristais que possuem um único eixo polar, quando aquecidos uniformemente ocorre variação na intensidade

de dipolo com a temperatura, sendo denominados piroelétricos. Frequentemente esta polarização espontânea não pode ser detectada pelas cargas na superfície do cristal porque a distribuição de cargas no interior do cristal é aleatória e estas cargas acabam se anulando. No entanto, a polarização espontânea é em geral dependente da temperatura e a existência desta pode ser detectada observando o fluxo de cargas de elétrons, de e para a superfície do cristal, como resultado da mudança de temperatura, que é chamada piroeletricidade, (LINES e GLASS, 1977). Nas outras 10 classes de cristais piezelétricos restantes o momento de dipolo resultante do cristal não deformado é nulo, e o dipolo só deixará de ser nulo se o cristal for deformado não isostaticamente ou se for aquecido não uniformemente, (IBRAHIM, 1991).

Para selecionar um material piezelétrico para aplicações tecnológicas procura-se, em geral, conhecer suas propriedades dielétricas, elásticas e piezelétricas, que irão determinar sua eficiência como elemento piezelétrico. Os parâmetros práticos mais importantes dos materiais piezelétricos são: a orientação do corte (para cristais) ou da polarização (para cerâmicas), as constantes dielétricas, o fator de acoplamento eletromecânico, os coeficientes piezelétricos, entre outros. Buscando intensificar algumas dessas propriedades, otimizando a performance do material piezelétrico numa determinada aplicação, tem-se buscado ainda preparar materiais piezelétricos na forma de filmes finos ou na forma de compósitos.

Materiais cerâmicos piezelétricos, estão entre aqueles materiais ferroelétricos cujos centros de cargas positivas e negativas não coincidem. Esse tipo de material, por exemplo, o quartzo ou o BaTiO_3 , se alonga ou se contrai submetido a um campo elétrico alternado, pois os comprimentos dos dipolos são alterados por gradientes de tensão elétrica. Essa é uma forma de se transformar energia elétrica em mecânica, pois o cristal vibra com a frequência do campo alternado aplicado e com intensidade proporcional à tensão elétrica (M.G. Duarte, 2003). Piezocerâmicas, como os tipos de titanato zirconato de chumbo (PZT-4, PZT-5, PZT7, e PZT-8) possuem suas propriedades dielétricas, piezelétricas e mecânicas geralmente fornecidas pelos fabricantes, com pequenas variações de um fabricante para outro (em torno de 5%), (NADER, 2002).

2 MÉTODO

Buscando quantificar o grau de piezeletricidade, e também, rigidez dielétrica do granito foram preparadas as amostras pelo método de sinterização, seguindo alguns parâmetros pré-estabelecidos, conforme a seguir:

- a) O pó de granito com partículas entre 0,15 á 0,075mm foi previamente misturado ao ligante álcool polivinílico para uma melhor consolidação das partículas do cerâmico verde
- b) O pó de granito já misturado ao ligante foi colocado em um molde de dimensões 5x20mm e submetido a uma carga de 12Kgf por um min
- c) O prensado também chamado cerâmica verde foi cuidadosamente desformado e posicionado no forno para submeter-se ao processo de sinterização
- d) Foi utilizada uma Mufla MA 385 partindo da temperatura ambiente até a temperatura de patamar 573°C, onde o quartzo muda de fase, essa temperatura foi mantida por 1h e posteriormente e novamente continuou-se a aquecer o cerâmico verde até a temperatura 1050°C, mantendo-o na mesma por 2h, desligando-se a mufla após esse período.
- e) Após queima o sinterizado foi deixado no forno até que o mesmo atingisse novamente a temperatura ambiente, e posteriormente pode ser retirado para análise.

Figura 9 Forno mufla para sinterização do granítico



As pastilhas de granito sinterizadas foram submetidas a ensaios piezelétricos direto, e a testes de rigidez dielétrica seco e úmido.

Afim de averiguar o comportamento piezelétrico foi desenvolvido um dispositivo para acoplar os corpos de prova e submeter o material a um golpe com determinada intensidade, o aparato é composto de:

- a) Uma fonte geradora a qual permitiu regular amperagem
- b) Uma placa arduino ligada a um computador para controlar o pistão que bate no material cerâmico a uma determinada frequência pré estabelecida.
- c) O osciloscópio, mostrado na figura 10, onde a frequência foi monitorada

Figura 10 Osciloscópio modelo GWINSTEK GDS-2202



A rigidez dielétrica foi medida usando o seguinte aparato:

- a) Dois eletrodos, de mesmo diâmetro das pastilhas, colocados em contato com a amostra a ser ensaiada, foram presos a dois jacarés conectados ao Hipot da marca GALILEO modelo HCV, com tensão máxima de 3250 V, mostrado na figura 11.
- b) Ao ligar o equipamento considerou-se a necessidade de aplicar tensões em patamares de 500 Volts já que não se conhecia a resistência do material.

- c) Após medição com o Hipot também foi medida a resistência do material a corrente com um multímetro da marca Vici modelo VC60B conforme figura 12, com o material ainda conectado a fonte geradora e aos eletrodos.
- d) Depois de medir as mostras as mesmas foram previamente pesadas e posteriormente umedecidas, dessa forma foram refeitas as medições conforme explicado anteriormente em a, b e c.

Figura 11 Hipot tensão máxima 3500V



Figura 12 Equipamento multímetro para medir resistência elétrica



O material em estudo também foi caracterizado por meio de infravermelho, difração de raio X e absorção de água, dessa forma se pode conhecer melhor sua microestrutura e propriedades de estabilidade em temperatura ambiente, bem como, sua condutividade.

A porosidade aparente (PA) e a absorção de água (AA) foram determinadas pelo método de Arquimedes, que pode ser enunciado como “Um fluido em equilíbrio age sobre um monólito nele imerso (parcial ou totalmente) com uma força vertical orientada de baixo para cima, denominada empuxo, aplicada no centro de gravidade do volume do fluido deslocado, cuja a intensidade é igual à do peso do volume de fluído deslocado. Nesse método, os corpos-de-prova são imersos em água destilada em ebulição, e deixados por 2 h. Após esfriarem são feitas medidas do peso saturado (PSAT) e do peso imerso (PI) em uma balança analítica hidrostática. Inicialmente, é medido o peso seco (PS) dos corpos-de-prova. O cálculo dessas propriedades foi determinado pelas seguintes equações:

A. **PA (%)** = $(Psat - Ps) \div (Psat - PI) \times 100$

B. **AA (%)** = $(Psat - Ps) \div (Psat) \times 100$

No ensaio de infra vermelho, bem como, DRX ensaiou-se a amostra siterizada conforme o procedimento descrito de preparo das amostras, e também o granito in natura, dessa forma pode-se ter uma ideia da variação morfológica sofrida pelo material após a queima.

As figuras 13 e 14 mostram os equipamentos de Difração de Infravermelho e o Difração de raio X respectivamente.

Figura 13 Equipamento de infravermelho



A espectroscopia de infravermelho é de absorção, na qual a energia absorvida se encontra na região do infravermelho do espectro eletromagnético.

Figura 14 Equipamento de Difração de raio X



Na difração de raio X a amostra é disponibilizada no equipamento para incidência de radiação monocromática, caso haja interferência construtiva entre as ondas difratadas na

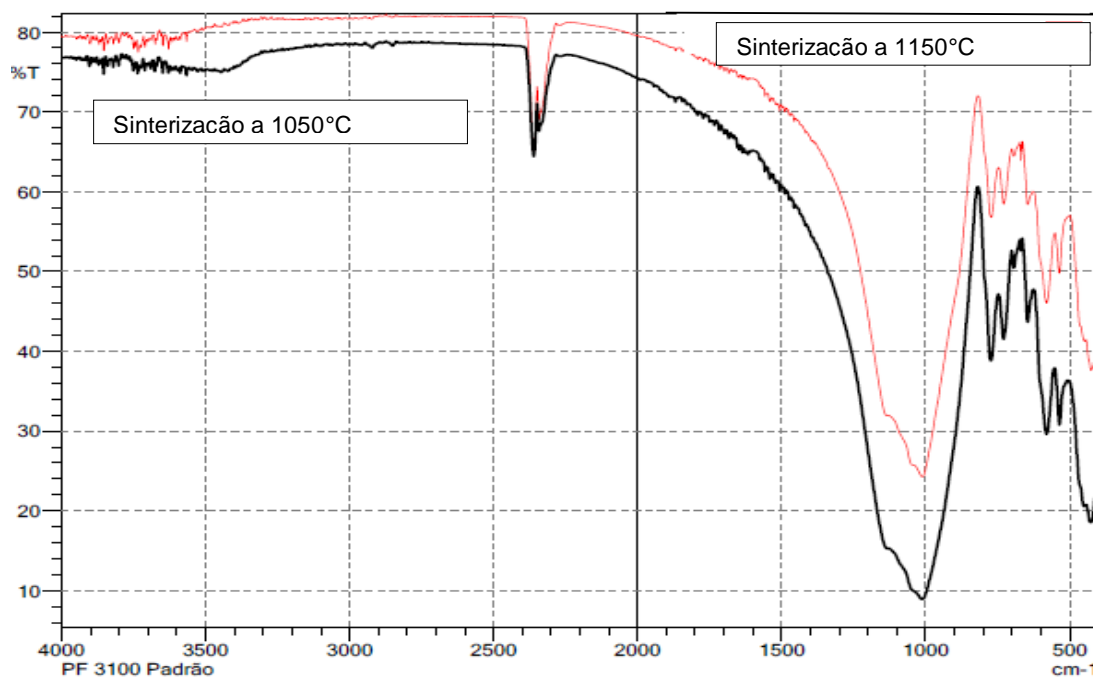
amostra em um determinado ângulo, haverá o aparecimento de um pico de difração, o resultado pode ser comparado com uma amostra de referência ou em um banco de dados para análise qualitativa e também para realização de cálculos baseados nas intensidades dos picos em uma análise quantitativa, ou ainda para realização de cálculos baseados nas posições dos picos para caracterização estrutural.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização morfológica e microestrutural

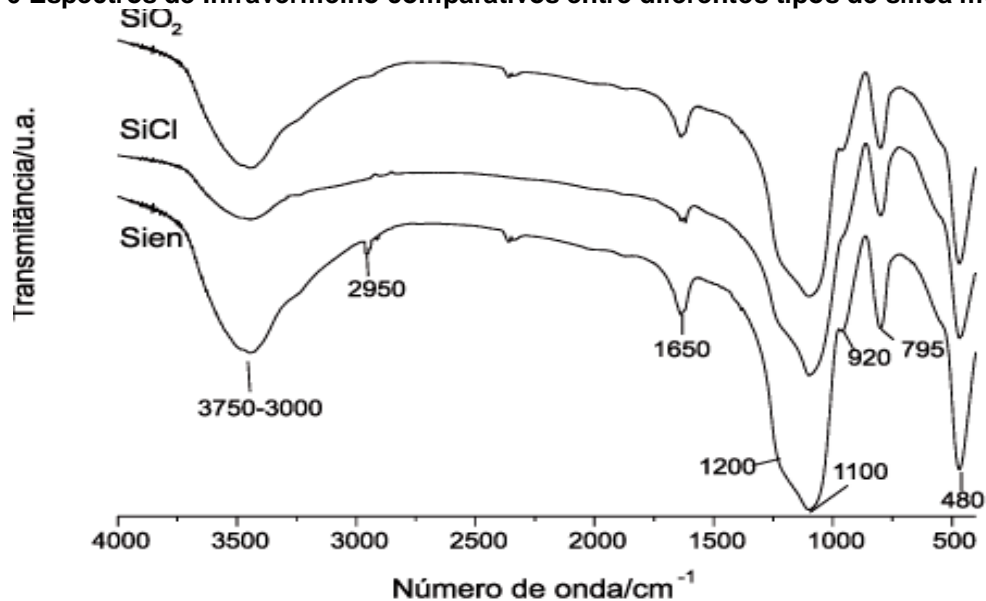
O ensaio de infravermelho foi utilizado exclusivamente para caracterizar duas amostras sinterizadas em diferentes temperaturas, a 1150°C e 1050°C, conforme gráfico 1, afim de comparar e verificar alguma mudança morfológica, o que não foi observado, optando-se na continuação do estudo para a sinterização a 1050°C onde o gasto energético é menor, e posteriormente adotando também as temperaturas de 950°C e 850°C para o estudo.

Gráfico 1 Infravermelho de amostras sinterizadas a 1050°C e 1150°C



Os picos de infravermelho do gráfico 1 um para ambas as temperaturas analisadas são idênticos, indicando não haver grandes mudanças, contudo para uma análise mais precisa de cada pico e das fases formadas após a queima, se faz necessário um banco de dados específico onde tais faixas já conhecidas, estão catalogadas, porém esse não é o objetivo desse trabalho sendo a análise visual satisfatória, a figura 15 mostra a sílica em diferentes faixas de temperatura e como a mesma sofre pouca variação, mesmo com diferentes configurações.

Figura 6 Espectros de Infravermelho comparativos entre diferentes tipos de sílica modificadas



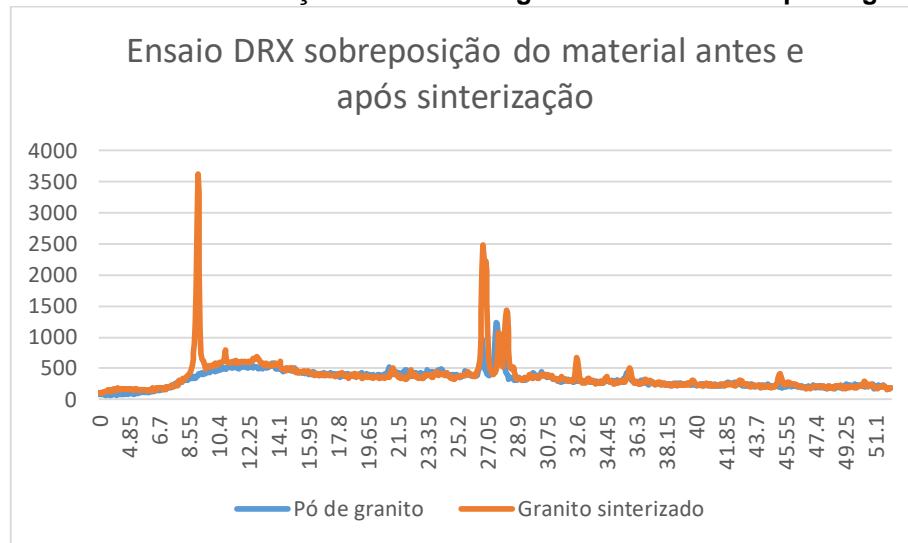
Fonte Prado: <http://www.abq.org.br/cbq/2006/trabalhos2006/4/157-276-12-T2.htm>

O granito como já mencionado é um material que tem na sua composição grande quantidade de quartzo, portanto é composto basicamente de sílica, e pode-se observar uma simetria regular entre ambos os graficos na qual mostra o material de estudo no grafico 1 e diferentes tipos de silica modificadas conforme estudado em Prado A.G.S et al.

O ensaio DRX nos permitiu comparar o pó de granito com o ceramico sinterizado a 1050°C, atraves da tecnica de difração de raio X (DRX), informações de carater qualitativo quanto a composição química do material podem ser obtidas mediante a analise em banco de dados especificos, bem como sobre a estrutura cristalina do material.

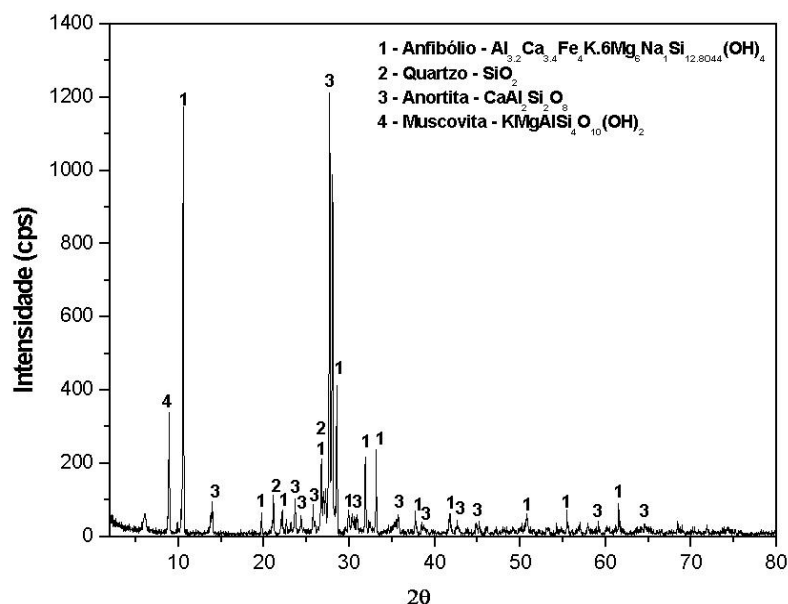
O grafico 2 mostra as analises em DRX para o pó de granito e a cêramica feita apartir da matriz granitica a 1050°C, o mesmo apresenta simetria nos picos de quartzo e o material ceramico mostra um pico no eixo X ângulo de 2 Θ entre 8,4 e 10,2 graus que pode representar a fase vitrificada do material sinterizado, uma vez que a mica inicia sua fusão a 1050°C, agindo como um ligante na estrutura do sinterizado.

Gráfico 2 Ensaio de difração de raio X em granito sinterizado e pó de granito



A figura 16 mostra um difratograma de raio X de um granito, indicando os picos característicos de cada mineral que faz parte da composição do material caracterizado, com esta análise pode-se verificar de forma mais específica as faixas de difração nas quais verificamos, sobretudo, o quartzo que é o minério de maior interesse deste estudo.

Figura 16 Difratograma da amostra de granito proveniente da Mineração Bom Jardim Pernambuco



Fonte: J.Y.P Leite https://www.researchgate.net/figure/Figura-7-Difratograma-da-amostra-de-granito-proveniente-da-Mineracao-Bom-JardimPernambuco_fig19_275210090

A tabela 1 mostra os resultados de absorção de água AA e a porosidade aparente PA da cerâmica sinterizada a 1050°C, apesar da baixa variação entre o peso das amostras, e da uniformidade das mesmas após sinterizadas, os corpos de prova tiveram grande variabilidade

entre si no que diz respeito a porosidade aparente e a absorção, o que pode ser visto pelo coeficiente de variação calculado com a formula:

$$CV (\%) = (\text{Desv. Padrão} \div \text{Média}) \times 100$$

Tabela 1 Resultados de porosidade aparente e absorção de água da amostra sinterizada a 1050°C

Amostras	Peso Seco	Peso saturado	Peso imerso	PA (%)	AA %
1	1,126 g	1,252 g	1,243 g	14%	10,1%
2	1,282 g	1,427 g	1,421 g	24,2%	10,2%
3	1,097 g	1,220 g	1,215 g	24,6%	10,1%
4	1,026 g	1,147 g	1,134 g	9,3%	10,5%
5	1,114 g	1,127 g	1,120 g	1,86%	1,2%
Média	1,129 g	1,235 g	1,226 g	14,8%	8,4
Desv Padrão	0,0612	0,084	0,084	7,7	0,029
CV %	5%	7%	7%	52%	35%

Na tabela 2 temos os resultados medidos para as pastilhas sinterizadas a 950°C, nessas condições as cerâmicas obtidas ficaram mais quebradiças ao serem retiradas do forno mufla, por essa razão obtivemos apenas 3 corpos de prova em boas condições de serem medidos, os coeficientes de variação nessas amostras no que diz respeito a porosidade estão muito próximos ao das pastilhas sinterizadas a 1050°C, já os resultados de absorção de água, do material sinterizado a 950°C, obtiveram a menor variação com um CV de 1%.

Tabela 2 Resultados de porosidade aparente e absorção de água da amostra sinterizada a 950°C

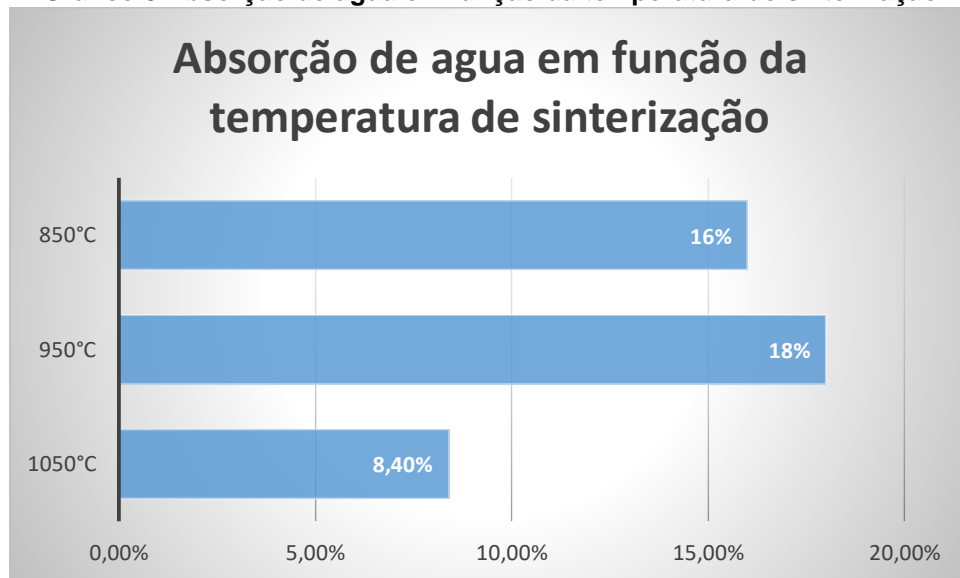
Amostras	Peso Seco	Peso saturado	Peso imerso	PA (%)	AA %
1	1,122 g	1,371 g	1,347 g	10,37%	18%
2	1,233 g	1,516 g	1,475 g	6,9%	19%
3	1,016 g	1,244 g	1,193 g	4,5%	18%
Média	1,124 g	1,377 g	1,338g	7,25%	18%
Desv Padrão	0,073	0,093	0,097	2,08	0,002
CV %	6%	7%	7%	29%	1%

Os resultados da tabela 3 são referentes as pastilhas sinterizadas a 850°C a porosidade aparente apresentou resultados mais dispersos, essas pastilhas, assim como as moldadas a 950°C, ficaram mais frágeis e quebradiças, essas em particular também apresentaram pó na superfície, o coeficiente de variação da absorção de água foi relativamente baixo, como nas pastilhas queimadas no forno mufla a 950°C, podendo indicar alguma correlação da temperatura de queima com essa propriedade, mais adiante a correlação entre tais propriedades será analisada.

Tabela 3 Resultados de porosidade aparente, absorção de água amostra sinterizada a 850°C

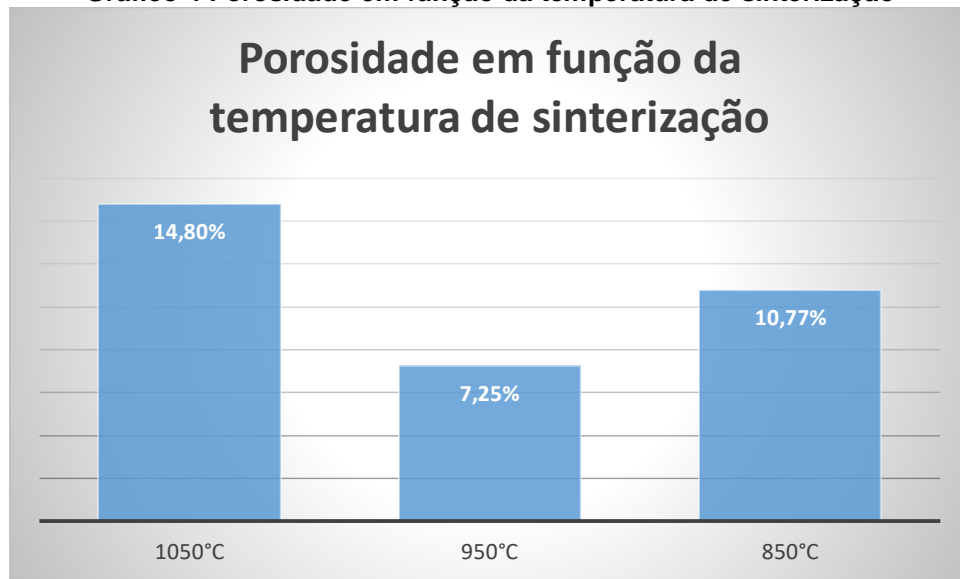
Amostras	Peso Seco	Peso saturado	Peso imerso	PA (%)	AA %
1	0,93 g	1,148 g	1,112 g	6,0%	19%
2	1,08 g	1,256 g	1,199 g	3,1%	14%
3	1,027 g	1,228 g	1,216 g	16,75%	16%
4	0,97 g	1,159 g	1,148 g	17,2%	16%
Média	1,0 g	1,20	1,170 g	10,77%	16%
Desv Padrão	0,052	0,044	0,04	6,2	0,013
CV %	5%	4%	3%	58%	8%

A absorção de água em função da temperatura de sinterização pode ser analisada no gráfico 3, fazendo a análise estatística de correlação observou-se uma tendência de crescimento da absorção com o decréscimo de temperatura, porém essa correlação é negativa e forte, mas não muito forte, não sendo uma reta decrescente perfeita.

Gráfico 3 Absorção de água em função da temperatura de sinterização

A porosidade em função da temperatura de sinterização tem uma correlação positiva moderada não sendo, portanto, linearmente proporcionais entre si, o gráfico 4 mostra a relação entre essas duas variáveis.

Gráfico 4 Porosidade em função da temperatura de sinterização



Até aqui foram analisadas as variáveis porosidade e absorção em função da temperatura a que o granito sinterizado foi submetido, observando suas respectivas correlações, a partir do gráfico 5, será analisada a correlação dessas propriedades entre si, essa avaliação é de extrema importância no que diz respeito ao controle de tais propriedades durante o processo industrial, pois dependendo do uso que pode ser dado ao material cerâmico o controle de tais variáveis é de grande utilidade.

A correlação entre absorção e porosidade é inversamente proporcional, ou seja, quando uma cresce a outra decresce, seu valor de -0,96 é classificado como correlação negativa muito forte.

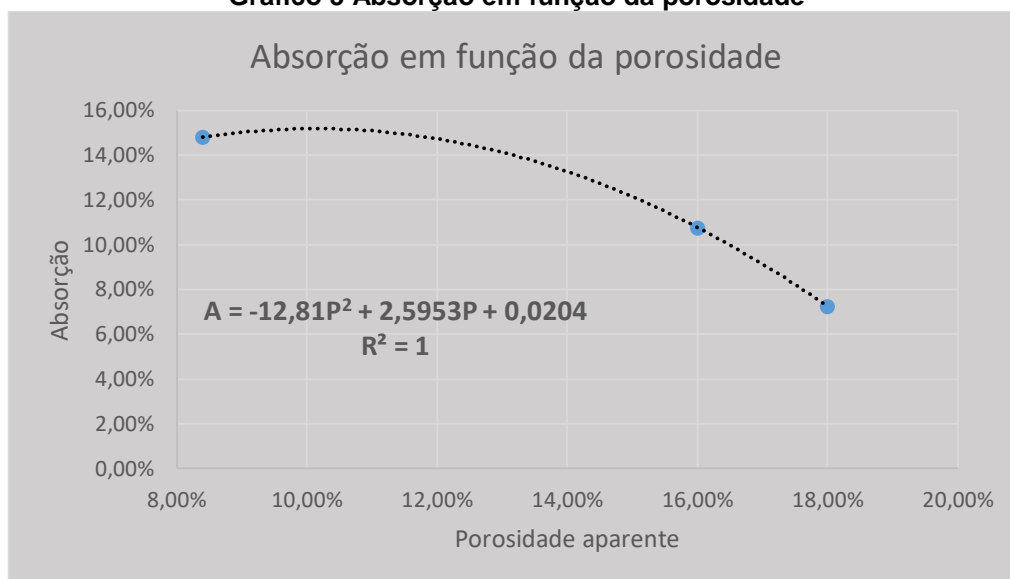
O gráfico 5 nos traz a curva dessa análise que assim como na anterior nos dá um polinômio de grau 2, porém dessa vez inclinado para baixo, o $R^2 = 1$ neste caso também mostra que a curva representa com fidelidade a correlação entre os dados, com a equação;

$$A = -12,81P^2 + 2,5953P + 0,0204 \text{ na qual:}$$

A = absorção (%)

P = porosidade aparente (%)

Ao atribuímos valores para o eixo x, a porosidade, obtemos valores em y, a absorção, essa função é muito útil para qualquer material cerâmico pois afeta inúmeras propriedades, entre elas como será apresentado adiante a rigidez dielétrica do material, no qual tem sua resistência consideravelmente diminuída ao ser umedecida.

Gráfico 5 Absorção em função da porosidade

O coeficiente de correlação conforme já analisado, deve estar sempre entre -1, revelando uma associação negativa, e +1, para associações positivas, com valores iguais a 0 correspondendo a não associações entre as variáveis. Uma correlação positiva é quando $r < 0$, ou seja a medida que uma variável cresce a outra decresce, quanto maiores os valores tanto positivos, quanto negativos, mais forte a associação entre eles, caso $r = 1$ ou $r = -1$ todos os pontos no gráfico de dispersão caem em uma linha reta, no caso de $r = 0$ não existe associação linear. A tabela 4 apresenta os valores obtidos nas correlações entre as variáveis estudadas.

Tabela 4 Correlação entre as grandezas

Correlação	Valores	Tipo de correlação
Absorção e Temperatura de queima	-0,75	Negativa forte
Porosidade e Temperatura de queima	0,53	Positiva moderada
Absorção e Porosidade	-0,96	Negativa muito forte

3.2 Resultados de piezeletricidade

A piezeletricidade não foi detectada nas amostras ensaiadas, a razão principal como analisado na literatura é de que para o fenômeno ocorrer é necessário que os cristais estejam alinhados em uma única direção, mesmo o quartzo apresentando tal propriedade, os diferentes vetores de alinhamento cristalográfico na amostra se anulam ao sofrer um esforço de compressão.

3.3 Resultados de rigidez dielétrica

O ensaio de rigidez dielétrica foi feito em duas condições distintas, com os corpos de prova secos e posteriormente saturados com água, em ambos os casos feitos em temperatura ambiente.

O equipamento utilizado alcança tensão nominal de 3,25kV e é utilizado para medição de rigidez dielétrica em equipamentos usados em saunas e piscinas, onde o nível de exigência é muito grande, porém para a temperatura de sinterização de 1050°C, rigidez dielétrica dos corpos de prova secos ultrapassa a tensão máxima exercida pelo equipamento, para calcular a rigidez nessas condições se utilizou a tensão máxima medida no aparelho de 3,25kV, deixando por tanto indicado que o valor obtido é menor que é o valor real. Foi medida a rigidez dielétrica para o material úmido, a mesma obteve um coeficiente de variação muito baixo o que indica a constância dos resultados, o que por extrapolação também é possível supor para o mesmo experimento a seco, porém neste caso a amostra 5 foi retirada pois sua absorção foi extremamente baixa indicando uma relação forte entre diminuição da rigidez dielétrica no material e a absorção de água do mesmo. A tabela 5 apresenta os resultados obtidos no ensaio Hipot para o material sinterizado a 1050°C.

Tabela 5 Dados de rigidez dielétrica a 1050°C					
Ensaio rigidez dielétrica e resistência elétrica sinterização a 1050°C					
Amostra seca			Amostra úmida		
Voltagem HIPOT kV	Espessura cm	Rigidez dielétrica a kv/cm	Voltagem HIPOT kV	Espessura cm	Rigidez dielétrica a kv/cm
3,25	0,29	> 11,21	2,8	0,29	9,7
3,25	0,32	> 10,16	3,2	0,32	8,8
3,25	0,27	> 12,04	2,7	0,27	10,4
3,25	0,28	> 11,61	2,8	0,28	10,0
3,25	0,28	> 11,61	-	-	-
Média	0,29	11,32	2,9	0,29	9,69
CV %	-	-	7%	-	6%

A rigidez dielétrica a 1050°C não tem proporcionalidade linear com as demais propriedades ensaiadas, a tabela 6 mostra os valores obtidos de correlação nessa temperatura.

Tabela 6 Correlação entre rigidez, porosidade e absorção		
Temperatura de sinterização 1050°C		
Correlação	Valores	Tipo de correlação
Rigidez dielétrica e porosidade	-0,32	Negativa fraca

Rigidez e absorção	-0,21	Negativa fraca
---------------------------	--------------	-----------------------

A correlação entre a rigidez dielétrica e as propriedades de porosidade aparente, absorção e massa específica aparente foram todas negativas e fracas, portanto, não indicam uma proporcionalidade apreciável entre elas.

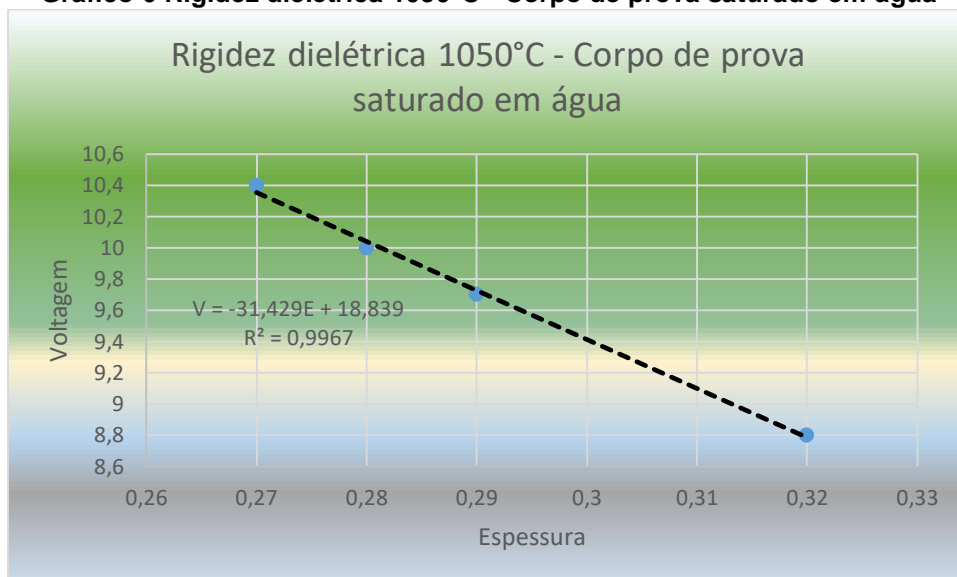
A rigidez dielétrica com as pastilhas sinterizadas, saturadas em água para a queima a 1050°C obteve um comportamento linear, conforme demonstrado no gráfico 6, onde atribuindo valores de espessura no eixo X, são obtidos valores para a voltagem na qual a rigidez dielétrica é atingida para o material com um $R^2 = 0,9967$ e equação da reta descrita por:

$$V = -31,429E + 18,839, \text{ sendo:}$$

$$V = \text{Voltagem (V)}$$

$$E = \text{Espessura (cm)}$$

Gráfico 6 Rigidez dielétrica 1050°C - Corpo de prova saturado em água



A rigidez dielétrica para a temperatura de queima de 950°C apresentou valores menores em relação a amostra analisada anteriormente, com coeficiente de variação CV 10% tanto na rigidez obtida, quanto para a voltagem reprovada na qual com essa tensão aplicada o material não apresentou rigidez, ou seja, não é isolante, não foi possível calcular o coeficiente de correlação para esse conjunto de amostras pois as pastilhas eram da mesma espessura, ou seja, essa não varia com a rigidez obtida, tendo-se portanto, uma correlação = 0, não existindo portanto correlação linear.

Os resultados da rigidez dielétrica para a temperatura de sinterização a 950°C são apresentados na tabela 7 a seguir.

Tabela 7 Dados de rigidez dielétrica para amostra sinterizada a 950°C							
Ensaio rigidez dielétrica e resistência elétrica sinterização a 950°C							
Amostra seca				Amostra úmida			
Voltage m HIPOT kV	Espessur a cm	Rigidez dielétric a kv/cm	Voltagem reprovad a HIPOT kV	Voltage m HIPOT kV	Espessur a cm	Rigidez dielétric a kv/cm	Voltagem reprovad a HIPOT kV
2,5	0,29	8,62	3,25	0,5	0,29	1,72	1,0
2,5	0,29	8,62	3,0	0,5	0,29	1,72	1,0
2,0	0,29	6,90	2,5	0,5	0,29	1,72	1,0
Média	0,29	8,05	2,9	0,5	0,29	1,72	1,0
CV %	-	10%	10%	-	-	0%	0%

Na tabela 8 pode-se averiguar a correlação entre a rigidez dielétrica a porosidade e a absorção, sendo essa última correlação positiva forte, indicando uma proporcionalidade entre elas em que quando a porosidade aumenta a rigidez dielétrica diminui.

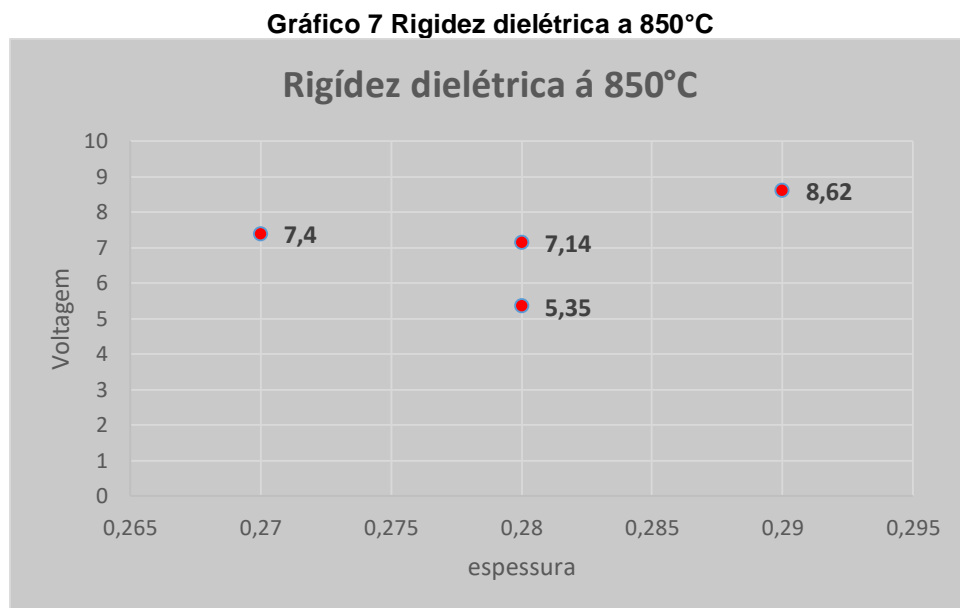
Tabela 8 Correlação entre rigidez e porosidade, absorção e massa específica aparente do material sinterizado a 950°C		
Temperatura de sinterização 950°C		
Correlação	Valores	Tipo de correlação
Rigidez dielétrica e porosidade	0,81	Positiva Forte
Rigidez e absorção	0,19	Positiva Fraca

Já a rigidez dielétrica para os corpos de prova feitos a 850°C foi a mais baixa entre todas as medições, devido ao corpo de prova ser mais quebradiço em sua superfície foi detectado certo teor de pó que ao se desprender durante o ensaio do Hipot criou um pequeno curto entre a cerâmica e o eletrodo em alguns casos, havendo a necessidade de, após a limpeza cuidadosa do material, repetir a medição. Contudo essa ocorrência não foi um empecilho no desenvolvimento do ensaio, a tabela 9 a seguir trás os resultados obtidos para essa medição.

Tabela 9 Dados de rigidez dielétrica para cerâmica queimada a 850°C							
Ensaio rigidez dielétrica e resistência elétrica sinterização a 850°C							
Amostra seca				Amostra úmida			
Voltage m HIPOT kV	Espessur a cm	Rigidez dielétric a kv/cm	Voltagem reprovad a HIPOT kV	Voltage m HIPOT kV	Espessur a cm	Rigidez dielétric a kv/cm	Voltagem reprovad a HIPOT kV
1,5	0,28	5,35	3,20	0,5	0,28	1,78	2,5
2,5	0,29	8,62	3,25	0,5	0,29	1,72	2,5
2,0	0,27	7,4	2,50	0,5	0,27	1,85	2,5
2,0	0,28	7,14	1,5	0,5	0,28	1,78	2,5
Média	0,28	7,12	2,61	0,5	0,28	1,78	2,5

CV %	-	12%	23%	-	-	2%	-
------	---	-----	-----	---	---	----	---

Os ensaios demonstram um coeficiente de variação relativamente baixo para as amostras ensaiadas a seco, e uma maior dispersão dos dados no que se refere a voltagem hipot onde o material já não é resistente a passagem da corrente, para a rigidez dielétrica do mesmo material, com temperatura de sinterização de 850°C, e saturado em água a rigidez obteve uma constancia bem maior entre os demais resultados para a mesma condição e sua voltagem onde o material está reprovado como um resistor ficou em 2,5kV sem qualquer dispersão dos dados, portanto constante. O gráfico 7 apresenta os dados de rigidez dieletria para a ceramica seca plotados em um grafico, é possível notar que para esses valores não se pode dizer que existe uma variação significativa com relação a espessura, tendo em vista, como já apresentado que a rigidez dieletrica é uma medida da voltagem elétrica dividida pela espessura, e como analisamos no material sinterizado a 1050°C essa correlação quando linear nos permite ajustes de grande valia no processo de produção.



A tabela 10 apresenta a correlação entre a rigidez dielétrica e as demais variáveis ensaiadas para a temperatura de sinterização de 850°C, a correlação entre a rigidez e a absorção é negativa e muito forte para os corpos de prova ensaiados, indicando que quando uma cresce a outra decresce, já a porosidade apresentou proporcionalidade significativa em relação a rigidez dielétrica.

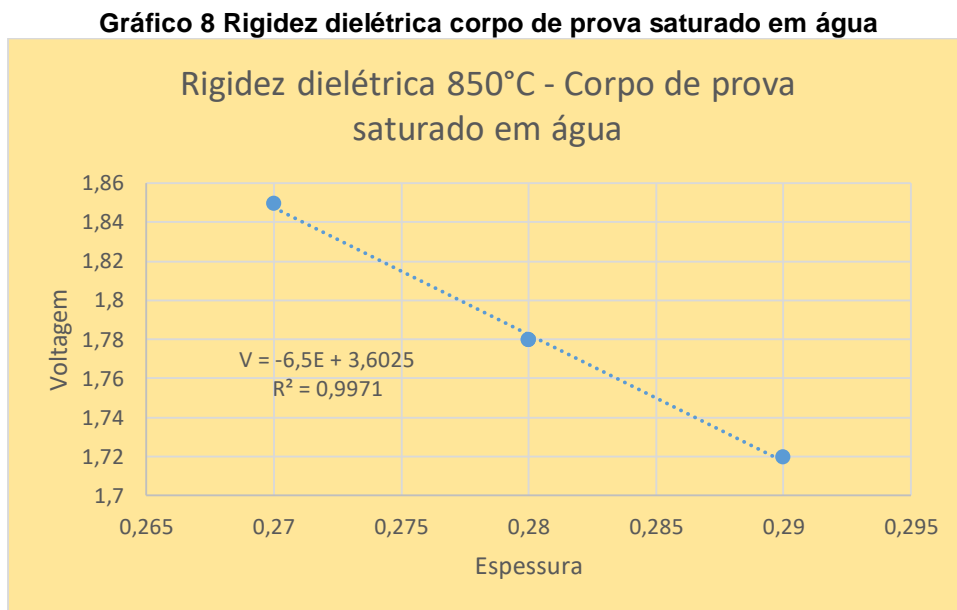
Tabela 10 Correlação da rigidez em relação a porosidade e absorção
Temperatura de sinterização 850°C

Correlação	Valores	Tipo de correlação
------------	---------	--------------------

Rigidez dielétrica e porosidade	-0,047	Negativa muito fraca
Rigidez e absorção	-0,99	Negativa muito forte

O gráfico 8 mostra a rigidez dielétrica para o granito sinterizado a 850°C após saturado em água, o $R^2 = 0,9971$ indica que a curva de tendência para os dados plotados no gráfico é ideal, pois é a que melhor representa os mesmos, a curva exibe a seguinte equação:

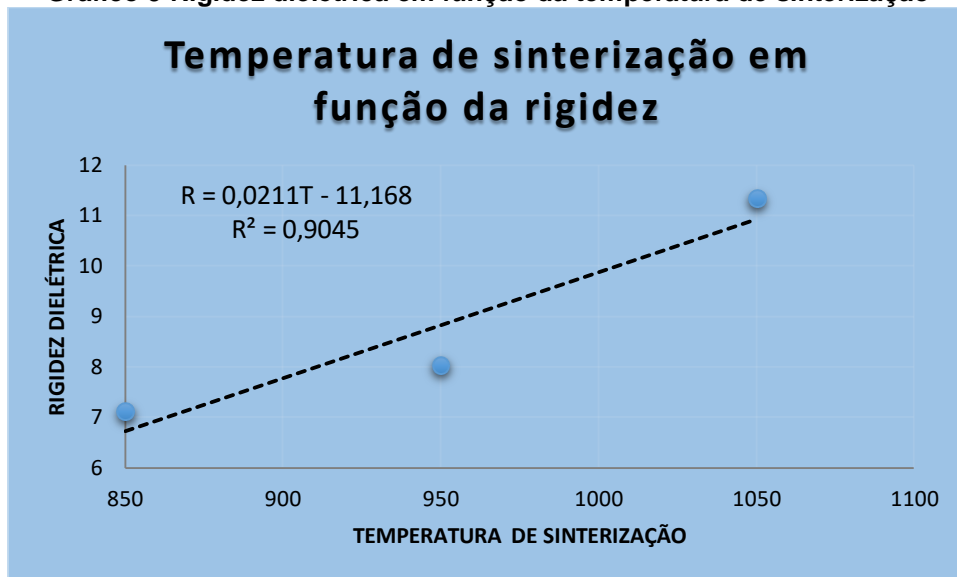
$$V = -6,5 E + 3,6025$$



Em análise geral pode-se notar com os dados obtidos que a rigidez dielétrica aumenta conforme aumentamos a temperatura de sinterização, o gráfico 9 mostra essa relação entre a temperatura em que o material cerâmico é produzido e sua rigidez, ambas grandezas obtiveram uma correlação positiva forte de 0,95 confirmando a proporcionalidade entre elas, o $R^2 = 0,90$ indica que a linha de tendência usada na análise gráfica é coerente aos dados, a equação da reta é dada por:

$R = 0,0211T - 11,168$, onde ao atribuir valores para T que é a temperatura obtém-se R a rigidez dielétrica

Gráfico 9 Rigidez dielétrica em função da temperatura de sinterização



4 CONCLUSÃO

- ❖ O Granito descartado pode ser reprocessado e utilizado como uma cerâmica, pois contém as propriedades de materiais cerâmicos após processo de sinterização.
- ❖ A piezeletricidade não pode ser observada nos corpos de prova ensaiados, porém com a alta quantidade de quartzo contida no material buscar novos métodos para quantificar essa propriedade é algo de extrema importância visto o potencial econômico e suas aplicações tecnológicas.
- ❖ Algumas propriedades físico-químicas da cerâmica granítica, como porosidade aparente e absorção, podem ser controladas durante o processamento com ajuste da temperatura de queima, contudo tal temperatura impacta diretamente no custo do processo e no caso de uma produção em grande escala é necessário trabalhar com essas variáveis de controle.
- ❖ Para todas as amostras testadas em diferentes temperatura foi quantificada a rigidez dielétrica, por essa ser uma característica intrínseca de materiais cerâmicos, e essa propriedade também variou com a temperatura de sinterização.
- ❖ A empresa Impercap, apoiadora desse trabalho onde foram feitas medidas de rigidez dielétrica mostrou interesse no estudo e uso desse material como

refratário, caso o mesmo apresente tais características aliada com a rigidez dielétrica já estudada pode ter um uso na fabricação de seus produtos.

REFERÊNCIAS

- ABNT NBR 9935: **Agregados – terminologia**. Rio de Janeiro, 2011.
- ABNT NBR 7211: **Agregados para concreto – Especificações**. Rio de Janeiro, 2009.
- ABIROCHAS -. **Situação atual e perspectivas brasileiras no setor de rochas ornamentais**. Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais Informe nº 2. 2009.
- ARMENDANI, Willian Alves et al. **Conhecendo a Piezeletricidade Uma Nova Forma de Geração de Energia Elétrica**. Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento. Ano 1. Vol. 9. outubro / novembro de 2016.
- ANEPAC. Associação Nacional das Entidades de Produtores de Agregados para Construção. <https://www.anepac.org.br/>. Consulta junho 2019.
- ABREU A.M, SAAVEDRA A. R., ARUJOJ. A., MURÇA L. B., FRAGELLI R. R., FRONTIN S. O., RÊGO V. B., **Prospecção e Hierarquização de Inovações Tecnológicas Aplicadas a Linhas de Transmissão**, 1ª Edição. Brasília: Wiley, Teixeira Gráfica e Editora, pp. 224, 230-231.)
- BHALLA, A. S., Bose, D. N., While, E. W., and Cross, L. E. *Phisica Status Solid*, 1971
- BRICE, J. C. **Crystals for quartz resonators**. *Reviews of Modern Physics*, vol. 57, nº1. 1985.
- BUTTON, V. L. S. N. **Efeitos da Polarização Não-Uniforme de Cerâmicas Piezelétricas no Campo de Transdutores de Ultra-som**. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica) - Departamento de Engenharia Biomédica (DEB), Universidade Estadual de Campinas

(UNICAMP). Campinas, 1998.

CALLISTER, W.D.J, **Fundamentals of materials Science and engineering an introduction**. 5^a ed., 2002.

CONAMA. **Resolução CONAMA n°001**. 23 de janeiro de 1986. <http://www2.mma.gov.br/port/conama/res/res86/res0186.html>.

DUARTE, M.G. **Estudo da apodização de cerâmicas piezelétricas**. Dissertação (Mestrado em engenharia elétrica) – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de engenharia elétrica e de computação. FEEC. Campinas. SP, 2003.

FALCONE, A.G. **Eletromecânica: transformadores e transdutores, conversão eletromecânica de energia, máquinas elétricas**. São Paulo: E. Blücher, 1979.

FRONDEL, C. **The System of Mineralogy: Silica Minerals**. vol.3, 7^a edição, John Wiley & Sons. Nova York, 1962.

GARCÍA, N. I. **Miniaturización de Analizadores Químicos Mediante la Tecnología LTCC**. Ph.D tese, UAB, Bellaterra 2007.

GERMAN, R. M. **Sintering- Theory and Practice**, 1^a Ed., John Wiley & Sons, Inc., 1996.

GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy of Iron and Steel**, New York, N.Y.: John Wiley&Sons Inc, 1st Ed., 1998.

GONÇALVES, J. P. **Desenvolvimento e caracterização de concretos de baixo impacto ambiental contendo argila calcinada e areia artificial**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – UFRJ, RJ, 2005.

IBRAHIM, R. C. **Caracterização de Propriedades Físicas de um Material Cerâmico Ferroelétrico do Sistema PZT**. Tese (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Campinas, 1991.

INMETRO. **Portaria n°371**, 29 de dezembro de 2009.

INMETRO. **Portaria n°350**, 6 de dezembro de 2010.

INMETRO. **Portaria n°191**, 10 de dezembro de 2003.

INMETRO. **Portaria n°262**, 12 de julho de 2007.

INMETRO. **Portaria n°85**, 03 de abril de 2006.

JORDAN, T.L.; OUNAIES, Z. **Piezoelectric Ceramics Characterization**. Hampton: ICASE - NASA Langley Research Center, 2001.

MENDES, K. S. **Viabilidade do emprego de finos de basalto em concreto compactado a rolo**. Dissertação (Mestrado Escola Politécnica da USP). São Paulo, 1999.

MILANEZ, D.H. et al. **Development of carbon-based nanomaterials indicators using the analytical tools and data provided by the web of science database**. Mat. Res. [online]. vol.16, n.6, 2013.

MILASCH, M. Manutenção de transformadores em líquido isolante. São Paulo: Edgard Blucher, 1984.

MOON, J. R. **Sintering of metal powders**. Powder Metall. Inter., v.3, n.3, 1979.

MOULSON, A. J. HERBERT, J. M. **Electroceramics, Materials, Properties, Applications**, second Edition, Wiley, 2003.

NEVES, M.D.M. **Sinterização de misturas de pós de ligas de ferro para aplicações automotivas**. 131f. Tese (Doutorado em ciências na área de tecnologia nuclear- materiais). IPEN, São Paulo, 2005.

NYE, J.F. **Physical properties of crystals**. Oxford Science Publications. Clarendon press. Oxford, 1957.

PEREIRA, A.H.A. **Cerâmicas piezelétricas: funcionamento e propriedades**. ATPCP Engenharia física. São Carlos. SP, 2010.

PERLINGEIRO, A.R et al. **Geração de energia através de materiais piezelétricos**. CEFET/RJ, 2016.

SCHOLZ, R.C. **Avaliação do comportamento dielétrico dos materiais isolantes utilizados em transformadores de distribuição por meio de espectroscopia dielétrica**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciencia dos materiais). Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2013.

SILVA, N. G. **Argamassa de revestimento de cimento, cal e areia britada de rocha calcária**. 180 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) – Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

SILVA, E. C. N. **Modelagem Vibracional de Transdutores de Ultra-Som Piezelétricos Pelo Método De Elementos Finitos**. Tese (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – (SP), 1993.

TANNO, L. C.; SINTONI, A. **Mineração e município: bases para planejamento e gestão dos recursos minerais**. São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas, Publicações IPT, 2003.

TICHÝ, Jan ; ERHART, Jirí ; KITTINGER, Erwin; Prívratská, Jana . **Fundamentals of Piezoelectric Sensorics: Mechanical, Dielectric, and Thermodynamical Properties of Piezoelectric Materials**. Springer, 2010. Pg. 219

VIEIRA, E. H. A. **O licenciamento ambiental de portos de areia da bacia do rio corumbataí como instrumento para a recuperação de áreas de preservação permanente**. São Paulo. 2005.

VIVES, A. A. **Piezoelectric Transducers and Applications**. Springer , 2004.

ZANIN, M, UEKI, M.M **Influencia de aditivos na rigidez dielétrica do polietileno de alta densidade**. Polímeros: Ciência e tecnologia, Outubro 1997.

ANEXO

ANEXO A – ABNT NBR 15577-3/08 ABNT NBR 15577-4/08 ANÁLISE PETROGRAFICA

 Associação Brasileira de Cimento Portland	ÁREA DE TECNOLOGIA - LABORATÓRIO RELATÓRIO DE ENSAIO Nº 111710	1/3
	Interessado: Polimix Concreto Ltda Endereço: Av. Constran, 132 Parte – CEP: 06516-300 – Santana de Parnaíba/SP Referência: Orçamento 74.689	
Amostra nº: 206.370. Data de entrada: 22/03/2017 Material declarado: Brita Período de realização dos ensaios: 22.03.2017 a 12.04.2017 Objetivo: Análise petrográfica		

1. INTRODUÇÃO

Este relatório apresenta o resultado do estudo referente a uma amostra de rocha, coletada e enviada pelo Interessado, com o objetivo de avaliar sua qualidade como agregado para concreto do ponto de vista mineralógico, no que se refere a sua potencialidade à reação álcali-agregado (RAA). A amostra recebeu a seguinte identificação:

ABCP	Identificação do Interessado
206.370	Amostra de Brita 1 – Polimix- Iro coletada em 20/03/2017

2. MÉTODO DE ENSAIO E DOCUMENTO REFERENCIADO

ABNT NBR 15577-3/08	Agregados – Reatividade álcali-agregado. Parte 3: Análise petrográfica para verificação da potencialidade reativa de agregados em presença de álcalis do concreto
ABNT NBR 15577-4/08	Agregados – Reatividade álcali-agregado. Parte 4: Determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado

3. ANÁLISE PETROGRÁFICA

A análise petrográfica foi realizada primeiramente ao microscópio estereoscópico, sendo complementada por observação de lâmina delgada ao microscópio óptico de luz transmitida. No Quadro 1 é apresentada as principais características do agregado.



QUADRO 1 - Síntese das características petrográficas da amostra 206.370 (Polimix- Iro coletada em 20/03/2017)

Mineralogia	Principal	Quartzo, feldspatos (plagioclásio e microclínio) e biotita
	Subordinada	Sericita, anfibólio, epidoto, clorita, titanita e opacos
	Reativa/ deletéria	Quartzo com extinção ondulante (25°): <5%; quartzo microcristalino: <5% e feldspato alterado: <5%
Cor	Cinza clara com faixas claras e escuras	
Estrutura	Levemente Foliada	
Textura	Granoblástica	
Granulação	Inequigranular – Média a fina	
Deformação do agregado	Quartzo deformado (ângulo de extinção ondulante de 20°); e minerais estrados segundo a orientação preferencial da rocha.	
Feldspatos (texturas potencialmente reativas)	Mirmequitas e perlitais: 2%	
Quartzo deformado (< extinção ondulante)	<5%	
Quartzo microgranular (%)	<5%	
Microfissuração	Fracas	
Tipo	Brita	
Grau de alteração	Rocha pouco alterada	
Propriedades físico-mecânicas	Rocha muito coerente	
Tipo de rocha	Metamórfica	
Classificação petrográfica	Biotita Gnaisse	
Reatividade potencial	Potencialmente Inócua	

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Através do estudo petrográfico a amostra **rocha** foi considerada **potencialmente inócua** com relação a sua reatividade frente aos álcalis do concreto.

No entanto, deve-se considerar que o grau de reatividade desta rocha só poderá ser avaliado através de ensaios específicos de desempenho.

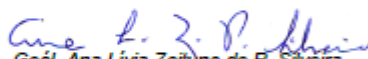


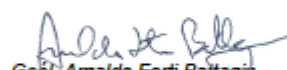
3/3

Relatório de ensaio nº 111710

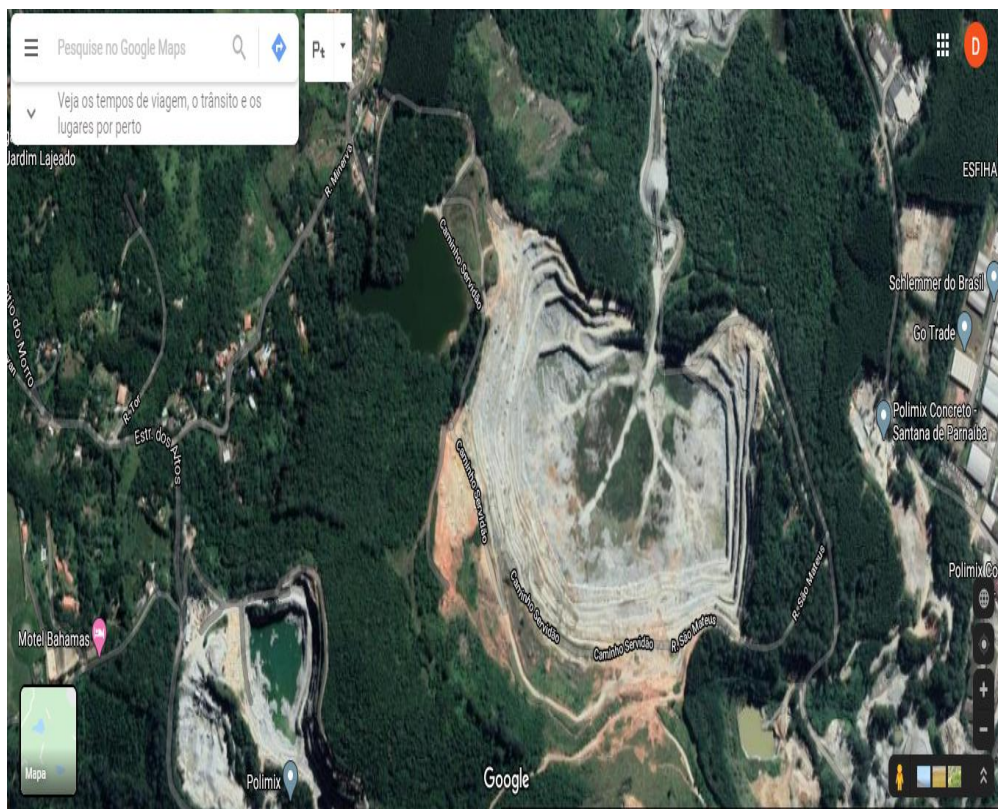
Neste sentido, sugere-se a realização de ensaios de reatividade álcali-agregado tais como a NBR 15577-4, a partir do qual e levando-se em consideração as condições de exposição da estrutura de concreto, seu tipo e nível de responsabilidade e o teor de álcalis do concreto poderão ser tomadas as medidas preventivas necessárias para evitar a ocorrência de manifestações patológicas devidas à reação álcali-agregado.

São Paulo, 12 de abril de 2017


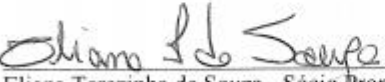

Geól. Ana Livia Zeijune de P. Silveira
Supervisora de Mineralogia
CREA nº- 5061047639


Geól. Arnaldo Forti Battaglin
Chefe do Laboratório
CREA nº- 0600588647

ANEXO B – GOOGLE MAPS: VISTA POR SATÉLITE DA PEDREIRA DE ONDE PROVEM O GRANITO



ANEXO C – CARTA DE INTENÇÃO DA EMPRESA IMPERCAP SAUNAS PARA A UTILIZAÇÃO DO MATERIAL ESTUDADO.

	<p>Impercap Indústria e Comércio de Saunas Hidros Ltda- ME CNPJ: 74.472.663/0001-45 I.E: 492.397.616.114</p>
<p>Osasco, 10 de junho 2020</p>	
<p>Carta de Intenção</p>	
<p>A empresa IMPERCAP Saunas Ind e Com. de Saunas e Hidros Ltda.ME vem declarar que há interesse tecnológico sobre desenvolvimento e aplicações do trabalho do Aluno de Mestrado dessa Instituição , Douglas Amâncio intitulado "Estudo da viabilidade piezoelétrica em cerâmica sintetizada a partir de matriz gramática e possíveis aplicações em processos produtivos". Nossa empresa possui "know-how" em fabricação de saunas ^ vapor e saunas secas e, por isso, necessita conhecer novos desenvolvimentos nas áreas de materiais isolantes térmicos, isolantes elétricos sendo eles cerâmicos ou não. Somos impar na produção de saunas em nosso País, onde prezamos por qualidade e eficiência energética e esse material nos parece promissor para nossas aplicações. Salienta-se que este poder ser objeto de PATENTE no âmbito de Modelo de Utilidade de um de nossos produtos.</p>	
<p>Sem mais para momento,</p>	
<p> Eliana Terezinha de Souza - Sócio Proprietário IMPERCAP Saunas Ind. e Com. de sauna e Hidros Ltda.ME</p>	
<p>CNPJ: 74.472.633.0001-45</p>	