

Ministério da Educação
Universidade Federal de Pernambuco
Centro de Tecnologia e Geociências
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral
PPGEMinas

“INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLISSACARÍDEOS NAS
PROPRIEDADES FÍSICAS DO GESSO ALFA”

Leila Magalhães Baltar
Engenheira Química

Orientador: Prof. Dr. Carlos Adolpho Magalhães Baltar

Recife, 2009

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MINERAL

“INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLISSACARÍDEOS NAS
PROPRIEDADES FÍSICAS DO GESSO ALFA”

Por

Leila Magalhães Baltar
Engenheira Química

Trabalho realizado no Laboratório de Tecnologia Mineral do Programa de Pós
Graduação em Engenharia Mineral – PPGEMinas, UFPE.

Recife, 2009

“INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLISSACARÍDEOS NAS PROPRIEDADES FÍSICAS DO GESSO ALFA”

DISSERTAÇÃO

Submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral - PPGEMinas da
Universidade Federal de Pernambuco, como parte dos requisitos para obtenção do Título de

MESTRE EM ENGENHARIA MINERAL

Área de concentração: Minerais e Rochas Industriais

Por

Leila Magalhães Baltar

Engenheira Química

Recife, 2009

B197i

Baltar, Leila Magalhães.

Influência da adição de polissacarídeos nas propriedades físicas do gesso alfa / Leila Magalhães Baltar. - Recife: O Autor, 2009.
xix, 97 folhas, il : tabs.,grafs.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco.
CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral, 2009.

Inclui Referências Bibliográficas e Apêndices.

1. Engenharia de Minas. 2. Gesso α . 3. Gesso dental. 4. Aditivos.
5. Polissacarídeos. I. Título.

UFPE

623.26

BCTG/ 2009-086



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MINERAL

PARECER DA COMISSÃO EXAMINADORA

DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE

LEILA MAGALHÃES BALTAR

**“INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLISSACARÍDEOS NAS
PROPRIEDADES FÍSICAS DO GESSO ALFA”**

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MINERAIS E ROCHAS INDUSTRIAIS

A comissão examinadora composta pelos professores abaixo, sob a presidência do
Dr. Carlos Adolpho Magalhães Baltar, considera a candidata.

Leila Magalhães Baltar, Aprovada.

Recife, 03 de abril de 2009.

Dr. Carlos Adolpho Magalhães Baltar (Primeiro Examinador-Interno) UFPE

Dr. Adão Benvindo da Luz (Segundo Examinador-Externo) CETEM

Dr. Mohand Benachour (Terceiro Examinador interno) – UFPE

Dr. Arnaldo Manoel Pereira Carneiro (Quarto Examinador interno) – UFPE

Aos meus pais,
Caio, *in memoriam*, e Lourdinha,
aos meus irmãos e sobrinhos,
com amor e gratidão.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Caio, *in memorian*, pelos ensinamentos deixados e exemplo de honestidade, dignidade e seriedade profissional e Lourdinha, centro de nossa família, pela força, por todo apoio, carinho e incentivo dados.

A todos os meus irmãos, especialmente: Caiozinho, Marcelo e Liliane pelos constantes atos de carinho, palavras de incentivo e ajuda oferecida.

Agradecimento especial ao meu irmão e orientador, Professor Carlos Adolpho Baltar pela valiosa orientação.

À Mineradora São Jorge, na pessoa do Eng^o Erick Gomes de Freitas, pelo fornecimento de acessórios e do gesso alfa utilizados nos testes.

À Pietsch, na pessoa do Eng^o Benedito Carlos P. Silva, pelo fornecimento de amostras de aditivos.

À Dow Chemical Company, na pessoa do Sr. Fernando Brea, pelo fornecimento de aditivo.

A todos que fazem o Grupo de Tecnologia Mineral do DEMinas da UFPE, especialmente a João Carlos Maciel, pela amizade, prestatividade, e, pelas sempre presentes palavras de incentivo; a Áureo Machado, pelo apoio e palavras de incentivo; e a Marcelo Gomes, pela dedicação, boa vontade para resolver os problemas no computador e pela análise no ATP.

Ao estagiário Danilo Brandão pelo importante apoio na realização dos testes;

Às bibliotecárias do CAC e CCS da UFPE, Maria Valéria Vasconcelos; minha irmã, Liliane Monteiro; Maria Mercedes Araújo e Maria das Graças Silva, pela ajuda nas referências bibliográficas.

Ao Técnico do Laboratório de Microscopia Eletrônica, do CETENE, Francisco Rangel, pela dedicação nas análises do MEV.

À Eng^a. Civil, Karoline Melo, pela amizade e ajuda na realização das práticas das disciplinas cursadas no departamento de Eng. Civil.

Aos amigos e companheiros de curso, Adriana Maurício, Carlos Torres e Adelson Prado pela amizade e companheirismo.

A todas as pessoas queridas que, de alguma forma, contribuíram, incentivaram e torceram para que tudo desse certo.

RESUMO

A partir da calcinação da gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) pode ser obtido o gesso α ou o gesso β , que possuem características distintas, podendo ser aplicados em diversas áreas, tais como na construção civil, na indústria química, na indústria farmacêutica, na odontologia, etc. A utilização de aditivos é uma prática utilizada para se obter produtos melhorados. No presente trabalho, estudou-se a adição de polissacarídeos. Foram feitos ensaios de consistência, calor de hidratação, tempo de pega e resistência à compressão para avaliar o efeito dos polissacarídeos adicionados. A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para visualizar as modificações ocorridas na microestrutura dos cristais formados após a adição de hidroxipropilmetilcelulose, carboximetilcelulose de sódio, celulose, amido e dextrina. O carboximetilcelulose de sódio e o hidroxipropilmetilcelulose foram os aditivos que apresentaram influências mais significativas na consistência, no tempo de pega e na resistência à compressão. A adição de 0,025% de carboximetilcelulose de sódio provocou o aumento no tempo de pega inicial e final de 4,2 e 6,7 para 4,7 e 10,2 minutos, respectivamente. Na concentração de 0,1%, o tempo de pega inicial e final passou para 83 e 103,5 minutos. A diferença de comportamento apresentada pelos polissacarídeos se deve à maior ou menor adsorção do aditivo à superfície do cristal. A facilidade de adsorção do grupo $-\text{COO}^-$ do carboximetilcelulose de sódio nos íons de cálcio presentes na superfície do cristal de gesso promoveu o efeito retardante no tempo de pega.

Palavras-chave: Gesso α . Gesso Dental. Aditivos. Polissacarídeos.

ABSTRACT

Starting from the calcination of gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) it can be obtained or plaster α or plaster β , which have distinct characteristics and can be applied in several areas, such as in construction, the chemical industry, in the pharmaceutical industry, in dentistry etc. The use of additives is a practice that has been used for product improvement. In this study, it was studied the addition of polysaccharides. Tests of consistency, heat of hydration, setting time and compressive strength there were done to appraise the effect of polysaccharides added. Scanning electron microscopy was used to visualize the changes in the microstructure of crystals formed after the addition of hydroxypropylmethylcellulose, carboxymethylcellulose sodium, cellulose, starch and dextrin. The carboxymethylcellulose sodium and hydroxypropylcellulose were the additives that exhibited more significant influences on the consistency, setting time and compressive strength. The addition of 0,025% of carboxymethylcellulose sodium increased the initial and final setting time from 4.2 and 6.7 to 4.7 and 10.2 minutes, respectively. In the concentration of 0.1%, the initial and final setting time increased to 83 and 103.5 minutes. The difference of behavior displayed by the polysaccharides is due to greater or lesser adsorption of the additive on the surface of the crystal. The ease of adsorption of group $-\text{COO}^-$ of carboxymethylcellulose sodium in the presence of calcium ions on the surface of the gypsum crystal promoted the retardant effect in the setting time.

Keywords: Gypsum α . Dental Plaster. Additives. Polysaccharides.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Pedra Johnson.....	06
FIGURA 2 – Curva Típica de Calor de Hidratação de pastas de gesso.....	22
FIGURA 3 – Distribuição granulométrica da amostra do gesso utilizado no estudo.....	27
FIGURA 4 – Balança semi-analítica.....	30
FIGURA 5 – Balança analítica.....	30
FIGURA 6 – Homogeneização do pó (gesso + aditivo).....	30
FIGURA 7 – Aparelho de Vicat com sonda cônica utilizado para determinação da consistência da pasta de gesso.....	32
FIGURA 8 – Sistema pseudo-adiabático.....	33
FIGURA 9 – Detalhe do sistema adiabático.....	33
FIGURA 10 – Aparelho de Vicat – Ensaio de tempo de pega.....	34
FIGURA 11 – Mesa adensamento por choque.....	35
FIGURA 12 – Secagem dos corpos de prova.....	35
FIGURA 13 – Dessecadores.....	36
FIGURA 14 – Medição do corpo de prova, com paquímetro.....	36
FIGURA 15 – Rompimento do corpo de prova em prensa hidráulica.....	36
FIGURA 16 – Influência da adição de HPMC na consistência da pasta de gesso.....	39
FIGURA 17 - Influência da adição de CMC na consistência da pasta de gesso.....	41
FIGURA 18 - Influência da adição de celulose (em concentrações abaixo de 0,1 %) na consistência da pasta de gesso.....	42
FIGURA 19 - Influência da adição de celulose (em concentrações acima de 0,1%) na consistência da pasta de gesso.....	42

FIGURA 20 - Influência da adição de dextrina (em concentrações acima de 0,1 %)	
na consistência da pasta de gesso.....	43
FIGURA 21 - Influência da adição amido (em concentrações abaixo de 0,1 %)	
na consistência da pasta de gesso.....	44
FIGURA 22 - Influência da adição amido (em concentrações acima de 0,1 %)	
na consistência da pasta de gesso.....	45
FIGURA 23 – Influência da adição de HPMC na hidratação do gesso.....	46
FIGURA 24 - Influência da adição de CMC (em concentrações abaixo de 0,1%)	
na hidratação do gesso.....	47
FIGURA 25 - Influência da adição de celulose na hidratação do gesso.....	49
FIGURA 26 – Influência da adição de dextrina na hidratação do gesso.....	50
FIGURA 27 - Influência da adição de amido na hidratação do gesso.....	51
FIGURA 28– Influência da adição de polissacarídeos na reação de hidratação	
do gesso alfa.....	52
FIGURA 29 – Tempo de pega do gesso com adição de HPMC.....	53
FIGURA 30 – Tempo de pega do gesso com adição de CMC.....	54
FIGURA 31 - Tempo de pega do gesso com adição de celulose em concentrações	
abaixo de 0,1%.....	55
FIGURA 32 - Tempo de pega do gesso com adição de celulose em concentrações	
acima de 0,1%.....	56
FIGURA 33 - Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações	
abaixo de 0,1%.....	57
FIGURA 34 - Tempo de pega do gesso com adição de dextrina obtida do amido de	
milho em concentrações acima de 0,1%.....	58

FIGURA 35 - Tempo de pega do gesso com adição de amido em concentrações abaixo de 0,1%.....	59
FIGURA 36 - Tempo de pega do gesso com adição de amido em concentrações acima de 0,1%.....	60
FIGURA 37 – Influência da adição de polissacarídeos em concentrações abaixo de 0,1% no tempo de pega do gesso alfa.....	61
FIGURA 38 - Influência da adição de polissacarídeos em concentrações acima de 0,1% no tempo de pega do gesso alfa.....	62
FIGURA 39 – Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição HPMC em concentrações acima de 0,1%.....	63
FIGURA 40 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de CMC em concentrações abaixo de 0,1%.....	64
FIGURA 41 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de celulose em concentrações acima de 0,1%.....	65
FIGURA 42 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de dextrina em concentrações acima de 0,1%.....	66
FIGURA 43 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de amido de milho em concentrações abaixo de 1,0 %.....	67
FIGURA 44 – Microestrutura do dihidrato sem aditivo (ampliação de 2.000 x).....	69
FIGURA 45 - Microestrutura do dihidrato sem aditivo (ampliação de 6.000 x).....	69
FIGURA 46 – Microestrutura do dihidrato com HPMC (1%) – (ampliação de 2.000x)....	70
FIGURA 47 – Microestrutura do dihidrato com HPMC (1%) - (ampliação de 6.000x).....	70
FIGURA 48 – Microestrutura do dihidrato com HPMC (1%) – (ampliação de 90x).....	70
FIGURA 49 - Microestrutura do dihidrato com CMC (0,025%) – (ampliação 2.000x)....	71
FIGURA 50 - Microestrutura do dihidrato com CMC (0,025%) – (ampliação 6.000x)....	71

FIGURA 51 - Microestrutura do dihidrato com celulose (1%) – (ampliação de 2.000x)...	72
FIGURA 52 - Microestrutura do dihidrato com celulose (1%) – (ampliação de 6.000x)...	72
FIGURA 53 - Microestrutura do dihidrato com dextrina (0,75%) – (ampliação 2.000x)...	73
FIGURA 54 - Microestrutura do dihidrato com dextrina (0,75%) – (ampliação 6.000x)...	73
FIGURA 55 - Microestrutura do dihidrato com amido (0,25%) – (ampliação 2.000x).....	74
FIGURA 56 - Microestrutura do dihidrato com amido (0,25%) – (ampliação 6.000x).....	74

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Influência da adição de hidroxipropilmetilcelulose na consistência da pasta de gesso.....	88
TABELA 2 - Influência da adição de carboximetilcelulose de sódio na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 0,1 %.....	88
TABELA 3 - Influência da adição de celulose micronizada na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 0,1 %.....	89
TABELA 4 - Influência da adição de celulose micronizada na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 1 %.....	89
TABELA 5 - Influência da adição de dextrina na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 2 %.....	90
TABELA 6 - Influência da adição de amido de milho na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 0,1%.....	90
TABELA 7 - Influência da adição de amido de milho na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 2%.....	91
TABELA 8 – Tempo de pega do gesso com adição de hidroxipropilmetilcelulose.....	91
TABELA 9 – Tempo de pega do gesso com adição de carboximetilcelulose de sódio....	92
TABELA 10 – Tempo de pega do gesso com adição de celulose micronizada, em concentrações abaixo de 0,1%.....	92
TABELA 11 - Tempo de pega do gesso com adição de celulose micronizada, em concentrações acima de 0,1%.....	93
TABELA 12 – Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações abaixo de 0,1%.....	93

TABELA 13 - Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações	
abaixo de 1,0%.....	94
TABELA 14 – Tempo de pega do gesso com adição de amido de milho em concentrações	
abaixo de 0,1%.....	94
TABELA 15 – Tempo de pega do gesso com adição de amido de milho em concentrações	
abaixo de 1,0%.....	95
TABELA 16– Resistência à compressão do gesso com adição de	
hidroxipropilmetilcelulose em concentrações abaixo de 1%.....	95
TABELA 17 – Resistência à compressão do gesso com adição de carboximetilcelulose	
de sódio abaixo de 0,1%.....	96
TABELA 18 - Resistência à compressão do gesso com adição de celulose micronizada	
em concentrações abaixo de 1%.....	96
TABELA 19 - Resistência à compressão do gesso com adição de dextrina em	
concentrações abaixo de 1,0%.....	97
TABELA 20 - Resistência à compressão do gesso com adição de amido de milho em	
concentrações abaixo de 1,0%.....	97

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

Gesso α	- Gesso alfa
Gesso β	- Gesso beta
HPMC	- Hidroxipropilmetilcelulose
CMC	- Carboximetilcelulose de sódio
TP	- Tempo de Pega
ATP	- Analisador de Tamanho de Partículas
MEV	- Microscopia Eletrônica de Varredura

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	02
1.1	MOTIVAÇÃO.....	04
1.2	OBJETIVO.....	04
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	06
2.1	FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	06
2.1.1	A Gipsita.....	06
2.1.2	A Calcinação e os tipos de gesso obtidos.....	07
2.1.3	A Hidratação e a Cristalização.....	08
2.1.4	O Uso dos Aditivos.....	10
2.1.5	Os Polissacarídeos.....	13
2.1.6	Os Ensaios Tecnológicos.....	19
2.1.6.1	Tempo de Pega.....	19
2.1.6.2	Consistência.....	21
2.1.6.3	Calor de Hidratação.....	21
2.1.6.4	Resistência à Compressão.....	23
2.2	POLISSACARÍDEOS NO GESSO.....	23
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	27
3.1	A AMOSTRA.....	27
3.2	OS EQUIPAMENTOS.....	28
3.3	OS REAGENTES.....	29
3.4	METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	29
3.4.1	Determinação da Consistência da pasta.....	31
3.4.2	Determinação das Curvas de Calor de Hidratação.....	32

3.4.3	Determinação do Tempo de Pega.....	33
3.4.4	Determinação da Resistência à Compressão.....	34
3.4.5	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	39
4.1	ENSAIOS DE CONSISTÊNCIA.....	39
4.1.1	Hidroxipropilcelulose (HPMC).....	39
4.1.2	Carboximetilcelulose de sódio (CMC).....	40
4.1.3	Celulose.....	41
4.1.4	Dextrina.....	43
4.1.5	Amido.....	44
4.2	DETERMINAÇÃO DAS CURVAS DE CALOR DE HIDRATAÇÃO.....	46
4.2.1	Hidroxipropilcelulose (HPMC).....	46
4.2.2	Carboximetilcelulose de sódio (CMC).....	47
4.2.3	Celulose.....	49
4.2.4	Dextrina.....	50
4.2.5	Amido.....	51
4.2.6	Influência da adição de polissacarídeos na reação de hidratação do gesso alfa – uma comparação.....	52
4.3	DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE PEGA DA PASTA DO GESSO.....	53
4.3.1	Hidroxipropilcelulose (HPMC).....	53
4.3.2	Carboximetilcelulose de sódio (CMC).....	54
4.3.3	Celulose.....	55
4.3.4	Dextrina.....	57
4.3.5	Amido.....	59

4.3.6	Influência da adição de polissacarídeos no tempo de pega do gesso alfa – uma comparação.....	61
4.4	DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE CORPOS DE PROVA DO GESSO COM ADIÇÃO DOS POLISSACARÍDEOS.....	62
4.4.1	Hidroxipropilcelulose (HPMC).....	63
4.4.2	CMC.....	64
4.4.3	Celulose.....	65
4.4.4	Dextrina.....	66
4.4.5	Amido.....	67
4.4.6	Influência da adição de polissacarídeos na resistência à compressão do gesso alfa – uma comparação.....	68
4.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	69
4.5.1	Amostra sem aditivo.....	69
4.5.2	HPMC (1%).....	70
4.5.3	CMC (0,025%).....	71
4.5.4	Celulose (1%).....	72
4.5.5	Dextrina (0,75%).....	73
4.5.6	Amido de Milho (0,25%).....	74
4.6	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	74
5	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS.....	77
5.1	CONCLUSÕES.....	77
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	78
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	80
7	APÊNDICES.....	87

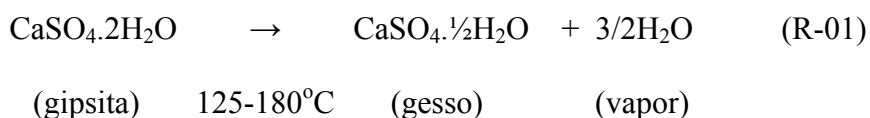
CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1 – INTRODUÇÃO

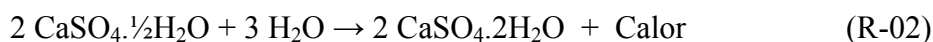
O gesso é um produto obtido a partir da calcinação da gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), mineral abundantemente encontrado na região do Araripe-PE. De acordo com o Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) em informações publicadas no Sumário Mineral, 2008, o Pólo Gesseiro do Araripe/PE é o principal produtor de gesso do país, participando com 85% da produção brasileira.

No processo de calcinação, a gipsita perde uma e meia molécula de água de cristalização e forma o gesso. A reação de desidratação e formação do hemidrato ocorre de acordo com a seguinte reação (R-01):



Dependendo das condições de calcinação utilizada, pode ser produzido o gesso α ou o gesso β , que diferem entre si pela estrutura cristalina e reatividade. Isso faz com que esses produtos apresentem características próprias, podendo, conseqüentemente, ser utilizados em áreas diversas, tais como na construção civil (para fundição, revestimento); na indústria química (como carga na produção de papel e de tintas); na indústria cerâmica; na área de saúde (como gesso odontológico, gesso ortopédico), na indústria farmacêutica, etc.

O gesso obtido da calcinação da gipsita possui a propriedade de se rehidratar. A reação de hidratação do hemihidrato ocorre de acordo com a reação (R-02):



A quantidade de água requerida estequiometricamente é de 18,6g para cada 100g de hemihidrato. Porém, para se obter condições de trabalhabilidade, torna-se necessário utilizar uma quantidade maior de água de amassamento. Esse excesso de água adicionado provoca o surgimento de poros durante o processo de moldagem e, conseqüentemente, a diminuição da resistência mecânica do produto no estado endurecido. Com o objetivo de melhorar as condições de trabalhabilidade no estado fresco e as propriedades mecânicas do gesso no estado endurecido, costuma-se usar aditivos que podem desempenhar diferentes funções (modificadores do tempo de pega, espessantes, agentes retentores de água, fluidificantes, etc.).

Através do melhoramento do gesso α , é possível se obter produtos nobres como o gesso dental. O gesso dental pode ser classificado como sendo do tipo III, IV ou V, com características físicas específicas. No Pólo Gesseiro do Araripe, duas mineradoras produzem e comercializam o gesso dental do tipo III e, até o momento, apenas uma produz e comercializa o gesso dental do tipo IV.

No presente trabalho foi estudada a influência da adição de polissacarídeos ao gesso. O acompanhamento das propriedades das pastas no estado fresco foi feito através de ensaios de consistência, construção de curvas de calor liberado durante a reação de hidratação do hemidrato e tempo de pega. Para avaliar a influência da atuação desses aditivos, no estado

endurecido, foram rompidos corpos de prova por compressão. As modificações ocorridas nos cristais formados em presença dos polissacarídeos foram observadas através da microscopia eletrônica de varredura.

1.1 - MOTIVAÇÃO

O Pólo Gesseiro do Araripe é o principal produtor de gesso do país. O desenvolvimento do setor é de interesse estratégico para a região já que conta com cerca de 12 mil empregos diretos e 60 mil indiretos com as atividades produtivas (LUZ, *et al.*, 2001).

A utilização de aditivos é uma prática que vem sendo empregada com o objetivo de se obter produtos melhorados. Apesar da importância existe uma carência de publicações nesta área.

Os resultados obtidos com a pesquisa podem contribuir para a obtenção de produtos melhorados com maior valor agregado.

Aliado às razões já mencionadas, a realização deste trabalho proporcionou a oportunidade de intercâmbio entre o setor produtivo e a universidade.

1.2 – OBJETIVO

Esta pesquisa tem como objetivo geral estudar a possibilidade de melhorar as condições de trabalhabilidade do gesso sem perda da sua resistência mecânica e como objetivo específico contribuir para um melhor entendimento da influência de polissacarídeos nas propriedades físicas do gesso α .

CAPÍTULO II

REVISÃO DA LITERATURA

2 – REVISÃO DA LITERATURA

2.1 – FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1.1 – A Gipsita

A Gipsita encontrada no Pólo Gesseiro do Araripe é considerada como sendo de excelente qualidade industrial, com teor de sulfato variando entre 90 e 95% e impurezas em quantidades desprezíveis, raras vezes ultrapassando 0,5% da rocha total, podendo apresentar também pequena quantidade de anidrita, em geral de 4 a 7% de acordo com as informações publicadas no *Balanço Mineral Brasileiro, 2001*.

As diferentes variedades mineralógicas encontradas na Região do Araripe, conhecidas com os nomes de: cocadinha; rapadura; pedra Johnson; estrelinha; alabastro e a selenita, além de boró e anidrita (BALTAR, *et al.*, 2004, apud BORGES, *et al.*, 2002; BALTAR, *et al.*, 2006), podem ser utilizadas para diversos fins. O gesso α , utilizado no estudo, foi obtido a partir da pedra Johnson (FIGURA 1), devido ao seu alto grau de pureza.



FIGURA 1 - Pedra Johnson

(BALTAR, *et al.*, 2006)

2.1.2 – A Calcinação e os tipos de gesso obtidos

A calcinação do gesso pode ser feita à seco ou à úmido; produzindo o gesso β ou obtendo o gesso α . Na região do Araripe, para obtenção do gesso β , à pressão atmosférica, diferentes tipos de fornos são utilizados: panela; marmita; rotativo tubular ou marmitas rotativas; enquanto que para a obtenção do gesso α , sob pressão, são utilizadas autoclaves.

A gipsita ao ser calcinada na faixa de temperatura entre 125 e 180°C, perde 3/2 molécula de água, transformando-se na forma hemidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$) (BALTAR *et al.*, 2005). Dependendo do tipo de forno utilizado, produz-se o gesso β ou o gesso α . Esses produtos possuem características distintas e podem ser aplicados em diferentes áreas tais como na construção civil (revestimentos de parede, forros, decoração); na indústria cerâmica (produção de moldes para louças sanitárias); na indústria farmacêutica; na indústria alimentícia; como gesso ortopédico; como gesso odontológico, etc.

O gesso β apresenta cristais de forma irregular e natureza esponjosa; é um produto mais poroso e com menor resistência mecânica. O segmento da construção civil é o que mais absorve este tipo de gesso.

O gesso α , por sua vez, é um produto mais homogêneo e menos poroso que o gesso β . Apresenta cristais compactos, regulares; com maior resistência mecânica e menor consistência, o que propicia uma melhor trabalhabilidade com menor relação água/gesso. O gesso α é utilizado para obtenção de produtos mais nobres, como o gesso ortopédico e o gesso dental; O seu preço é aproximadamente 6 vezes maior do que o do gesso β (BALTAR *et al.*, 2005, apud REGUEIRO & LOMBARDERO, 1997).

2.1.3 – A Hidratação e a Cristalização

O gesso possui a propriedade de se rehidratar, em contato com água. Após um determinado tempo, característico para cada tipo de gesso, cristaliza e solidifica, adquirindo resistência mecânica.

ANTUNES (1999), apud KARNI, KARNI (1995) e HINCAPIE & CINCOTTO (1997), voltaram aos tempos remotos dos primeiros trabalhos sobre hidratação do gesso, publicados por LAVOISIER, em 1798, e Le CHATELIER, em 1887. Le Chatelier explicou o mecanismo de hidratação através da teoria da cristalização, em três etapas:

- 1) Fenômeno químico da dissolução – Quando os cristais do hemidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$), misturados à água de amassamento, se dissolvem e dão origem a uma solução saturada de íons Ca^{2+} e SO_4^{2-} ;
- 2) Fenômeno físico da cristalização – Quando a solução fica saturada e os cristais de dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) precipitam em forma de agulhas;
- 3) Fenômeno mecânico do endurecimento – Quando a pasta endurece por causa do aumento da concentração dos cristais.

Assim, após o período de indução, o hemidrato que está em contato com a água de amassamento, formando uma solução saturada de íons Ca^{2+} e SO_4^{2-} , começa a cristalizar em forma de dihidrato. Os cristais de dihidrato, por serem menos solúveis do que os de

hemidrato, vão se acumulando até atingir um número crítico de cristais, dando início ao tempo de pega. Com a continuação da formação destes, ocorrerá o entrelaçamento dos cristais e o endurecimento do gesso. Quando, então, o gesso adquire resistência mecânica.

É possível esperar dois tipos de composição cristalina: cristais formados a partir de poucos núcleos, onde os cristais possuem tamanho grande, ou a partir de numerosos núcleos, sendo o tamanho dos cristais formados muito pequeno (HENAO, 1997).

No caso de cristais formados a partir de numerosos pontos de nucleação, o tempo necessário para que eles cresçam e fiquem entrelaçados uns com os outros, será menor. Conseqüentemente, terá o seu tempo de pega reduzido. Então, a quantidade de núcleos por unidade de volume da solução tem influência sobre a taxa de crescimento da microestrutura e o tamanho dos cristais, o que irá definir as propriedades mecânicas do produto endurecido. A presença de impurezas no meio e o uso de aditivos podem, também, interferir no crescimento do cristal e modificar suas propriedades mecânicas.

A cinética de cristalização e a morfologia do cristal de gesso na presença de aditivos inibidores da cristalização foram estudados por Badens *et al.* (1999), que verificaram uma adsorção de ácidos carboxílicos logo após o processo de cristalização. Quanto à morfologia, citaram que durante o crescimento do cristal, diferentes concentrações de aditivos são adsorvidas em vários tipos de faces cristalinas. As dimensões (alongamento) dos cristais formados mostraram-se diferentes para cada ácido carboxílico utilizado. Os autores encontraram uma relação entre o efeito retardante e “casamento” estrutural entre as faces do cristal envolvido e a conformação da molécula do aditivo. Para determinar as conformações mais estáveis das moléculas dos aditivos, compararam as distâncias entre os dois átomos de

oxigênio dos aditivos e dois íons cálcio da superfície do cristal de gesso, usando um software (GenMol). Um impedimento estérico pode impossibilitar a adsorção do aditivo.

2.1.4 – O Uso dos Aditivos

Através da utilização de pequenas quantidades de aditivos, geralmente em concentrações menores do que 1%, é possível melhorar tanto a trabalhabilidade da pasta de gesso no estado fresco quanto as suas propriedades físicas no estado endurecido de forma a atender as especificações desejadas para cada tipo de uso.

Diversos aditivos podem ser utilizados com diferentes funções (BALTAR *et al.*, 2005; DOMINGUEZ & SANTOS, 2001; PERES *et al.*, 2001), tais como:

a) Agentes Modificadores do Tempo de Pega (aceleradores ou retardadores): São as substâncias que atuam aumentando ou diminuindo a solubilidade do hemidrato. Têm a finalidade de modificar o tempo de pega da pasta do gesso de modo a ajustar o seu intervalo de trabalhabilidade às necessidades do uso.

O sulfato de potássio e o sulfato de cálcio dihidratado são exemplos de reagentes que atuam como aceleradores de pega (LEINFELDER & LEMONF, 1989).

Quanto aos retardadores de pega, podem ser de natureza orgânica e inorgânica. Alguns dos retardadores de pega citados na literatura (HENAO & CINCOTTO, 1997; HINCAPIE & CINCOTTO, 1997; PERES *et al.*, 2001; LÓPEZ, 1997) são: o ácido cítrico; o citrato de

sódio; acetatos; bórax; ácido tartárico; fosfatos; os ácidos carboxílicos; proteínas, como a caseína, a peptona e a queratina; metilcelulose, etc.

Os aditivos retardadores do tempo de pega foram classificados por HENAO (1997) e DOMINGUEZ & SANTOS (2001) em três grupos, de acordo com a sua forma de atuação:

1– Substâncias que diminuem a velocidade de dissolução do hemidrato por introduzirem outros íons na solução afetando a solubilidade dos íons cálcio e sulfato, retardando a saturação da solução. Substâncias tais como os ácidos cítrico, fórmico, acético, láctico e seus sais alcalinos como os citratos e acetatos e, também, o ácido bórico, fosfórico; a glicerina, álcool, éter, acetona e carbonato sódico.

2- Substâncias que geram reações complexas que resultam em produtos pouco solúveis ou insolúveis ao redor dos cristais de dihidrato, atrasando seu desenvolvimento e, conseqüentemente, sua precipitação. Ex: boratos, fosfatos, carbonatos e silicatos alcalinos.

3– Produtos orgânicos com massa molecular elevada que, misturados com água, formam um gel ao redor dos grãos de hemidrato, atrasando o contato dos grãos com a água, e assim, a dissolução e cristalização do dihidrato, retardando o tempo de pega. Estão neste grupo substâncias como a queratina, a caseína, a goma arábica, a gelatina, a pepsina, a peptona, a albumina, alginatos, aminoácidos e formaldeídos condensados. Segundo DOMINGUEZ & SANTOS (2001), a maioria desses produtos atuam, também, como espessantes.

b) Espessantes: Aditivos utilizados com o objetivo de aumentar a consistência da pasta do gesso. O amido é um exemplo (BALTAR, *et al.*, 2005). Segundo DOMINGUEZ & SANTOS (2001), certos espessantes são também retentores de água.

c) Retentores de água: são reagentes que retêm a água de amassamento, garantindo uma recristalização homogênea. Derivados de ésteres de celulose como: metilcelulose, carboximetilcelulose, hidroxietilcelulose e hidroxipropilcelulose (DOMINGUEZ & SANTOS, 2001) e hidroximetiletilcelulose e hidroximetilpropilcelulose (LOPÉZ, 1997; PERES *et al.*, 2001) podem ser utilizados para este fim. O poder de retenção de água, segundo LÓPEZ (1997), irá depender dos seguintes fatores: (1) grau de viscosidade - quanto maior a viscosidade dos éteres de celulose, maior será a retenção de água; (2) tamanho das partículas - Os éteres de celulose com granulometria mais fina desempenham mais rapidamente a capacidade de retenção de água; e (3) temperatura - o poder de retenção de água é menor com o aumento da temperatura. Os aditivos retentores de água reduzem a quantidade de água de amassamento para uma mesma trabalhabilidade ou consistência.

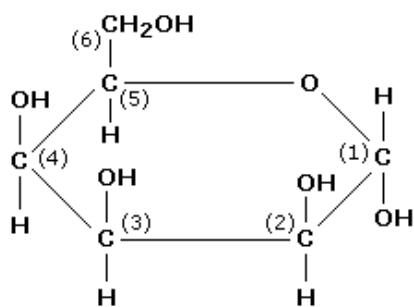
d) Fluidificantes: São utilizados para aumentar a trabalhabilidade e a fluidez da pasta ou para diminuir a quantidade de água de amassamento usada, com o objetivo de aumentar a resistência mecânica do gesso no estado endurecido. Carbonato de cálcio, em pequena quantidade, é um exemplo de fluidificante (DOMINGUEZ & SANTOS, 2001);

e) Impermeabilizantes: Utilizados com o objetivo de obstruir os poros do gesso conferindo-lhe impermeabilidade à água.

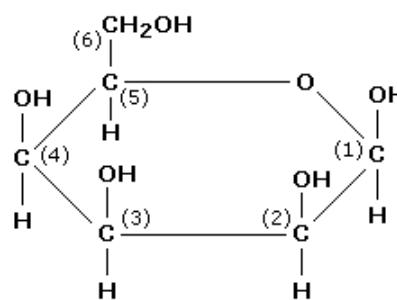
2.1.5 – Os Polissacarídeos

Os polissacarídeos são polímeros naturais, abundantemente encontrados na natureza. O amido e a celulose são considerados os polissacarídeos mais importantes. Ambos são constituídos por unidades da D-glicose. O monômero D-glicose apresenta uma estrutura cíclica com cinco átomos de carbono e um de oxigênio. Nos carbonos C-1, C-2, C-3 e C-4 estão ligados um grupo hidroxila e um átomo de hidrogênio. No carbono C5, está ligado um átomo de hidrogênio e um grupo $-\text{CH}_2\text{OH}$. As formas cíclicas da D-glicose podem apresentar-se com duas orientações: α ou β , dependendo da posição do grupo $-\text{OH}$ ligado ao carbono C-1. Quando o grupo $-\text{OH}$ está orientado para baixo, temos a forma α -glicosídica; quando o grupo $-\text{OH}$ está orientado para cima, temos a forma β -glicosídica (SOLOMONS, 1986), como é mostrado a seguir:

Estruturas das formas α e β -glicosídicas:



Molécula da glicose D-alfa



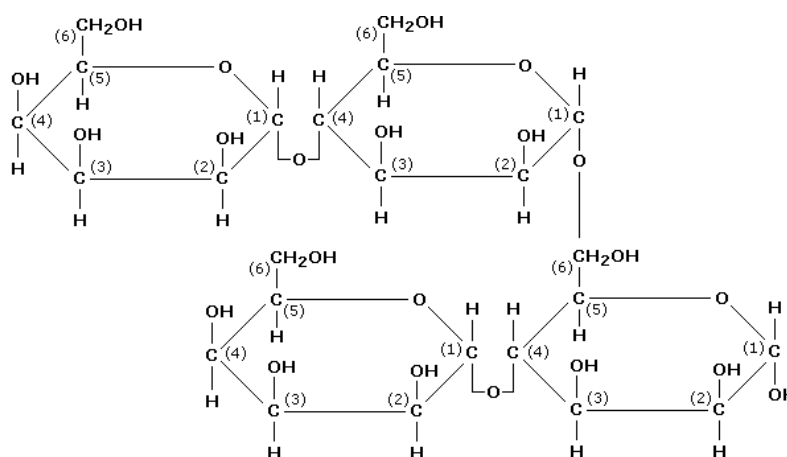
Molécula da glicose D-beta

(BALTAR, 2008)

O amido é um polímero com peso molecular em torno de $3,4 \times 10^5$ (BALTAR, 2008), composto por uma mistura de amilose e amilopectina. A amilose é uma macromolécula formada por cerca de 1.000 unidades da D-glicose, não ramificada; enrolada em hélice,

resultando em uma forma compacta, apesar do seu alto peso molecular, que varia entre $1,5 \times 10^5$ e $6,0 \times 10^5$. A amilopectina é formada por cerca de 48 a 60 unidades de glicose dispostas em cadeias mais curtas e ramificadas. Tanto a amilose quanto a amilopectina possuem suas unidades de glicose unidas através de ligações α -1:4 (SOLOMONS, 1986; <http://pt.wikipedia.org/wiki/carboidrato> - acessado em 21/02/2008). As ramificações da amilopectina se dão através dos carbonos C-1 e C-6.

A estrutura química representativa do amido está ilustrada a seguir:



(BALTAR, 2008)

O amido pode ser extraído do arroz, da batata, do feijão, do milho, do trigo, etc. A sua estrutura vai depender da sua origem. A maioria dos amidos fornece 10-20% de amilose (fração solúvel em água) e 80-90% de amilopectina (fração insolúvel em água) (MORRISON & BOYD, 1982).

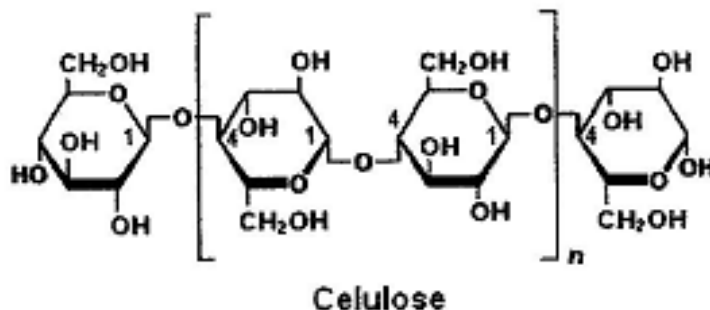
O amido é mais solúvel na água que a celulose e mais facilmente hidrolisado, sendo, por isso, mais facilmente digerido.

A dextrina é um polissacarídeo de baixa massa molecular relativa, obtida através dos componentes do amido que, por tratamento com ácido ou ação de enzimas, são hidrolisados progressivamente até a dextrina (MORRISON & BOYD, 1982). Com o tratamento, as moléculas do amido são quebradas e formam pequenas moléculas bastante ramificadas, com peso molecular variando entre $0,8 \times 10^3$ e $7,9 \times 10^4$ (BALTAR, 2008).

A celulose, formada por ligações β -glicosídicas 1-4, é um polímero de cadeia longa e peso molecular variável. A fórmula empírica da celulose é $(C_6H_{10}O_5)_n$, onde $n = 200$, no mínimo. Dependendo do tipo de árvore da qual é extraída (pinho, eucalipto, cana-de-açúcar, etc.), a celulose pode apresentar-se com fibra curta ou longa. (<http://pt.wikipedia.org/wiki/Celulose> - acessado em 19/03/2008).

A celulose é formada por cadeias lineares. Esse arranjo linear das unidades β -glicosídicas da celulose apresenta uma distribuição uniforme dos grupos $-OH$ do lado de fora de cada cadeia. Os grupos hidroxila encontram-se em posição ideal para unir as cadeias de celulose, por pontes de hidrogênio. O entrelaçamento de muitas cadeias de celulose, forma um polímero fibroso, insolúvel e rígido. (SOLOMONS, 1986).

A estrutura química representativa da Celulose está ilustrada a seguir:



(SOUZA & NEVES, disponível em:

http://www.fcfar.unesp.br/alimentos/bioquimica/introdução-_carboidratos/polissacarideos.htm - acessado em: 18/01/2009).

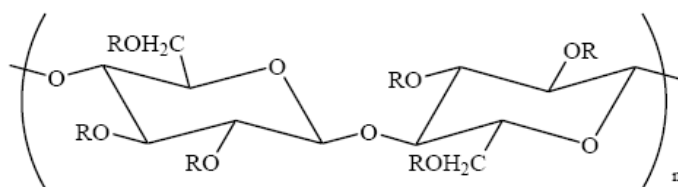
A celulose utilizada no estudo, de acordo com as informações obtidas pelo fornecedor, é uma celulose refinada, com granulometria entre 20 e 40 microns, densidade entre 180-230 g/L e pH natural 5,5 da fibra. As fibras naturais super finas conferem textura a meios pastosos ou viscosos (efeito espessante).

Devido a características como a insolubilidade, a celulose é, geralmente, convertida em derivados para torná-la mais processável (ZACCARON, 2005).

O Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) é um derivado da celulose obtido através do seu tratamento com óxido de propileno e cloreto de metila para obter substituições dos grupos hidroxilas da glicose por grupos hydroxypropil ($-\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$) e metoxil ($-\text{OCH}_3$). O tamanho da molécula e o grau de substituição irão determinar as propriedades do produto, como solubilidade orgânica e a propriedade de formar gel em meio aquoso. Existem diversos HPMCs no mercado.

O HPMC utilizado no estudo possui grau de substituição de metoxil igual a 1,4 (22% de methoxil) e grau de substituição de hydroxypropil igual a 0,21 (8,1% hydroxypropil). O HPMC é utilizado para melhorar a retenção de água em compostos à base de gesso e estender o tempo de trabalhabilidade do gesso, segundo informações do fabricante (DOW CHEMICAL COMPANY, Disponível em: <<http://www.dow.com/methocel/build/resource/chem.htm>>).

A estrutura química representativa do HPMC está ilustrada a seguir:

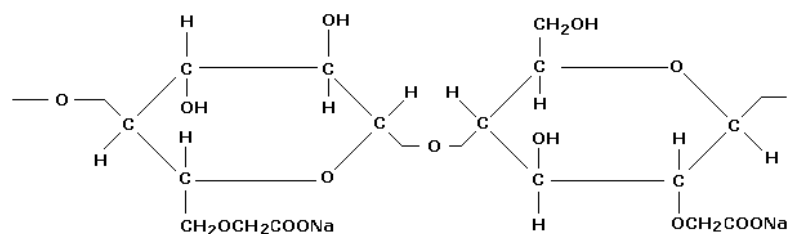


Estrutura do hidroxipropilmetilcelulose ($R = -CH_2CH(OH)CH_3$, $-CH_3$ ou $-H$).

(ZACCARON, 2005).

O carboximetilcelulose (CMC) também é um derivado sintético da celulose, porém obtido a partir do tratamento da celulose com hidróxido de sódio e monocloraacetato de sódio. Possui a propriedade de formar filmes e precipitados com cátions di e trivalentes, podendo ainda formar géis com os cátions trivalentes (TELES *et al.*, 2004).

A estrutura química representativa do carboximetilcelulose de sódio está ilustrada a seguir:



Estrutura do carboximetilcelulose de sódio (CMC)

(BALTAR, 2008, apud RHODES, 1979)

Com o tratamento da celulose para a obtenção do CMC, ocorre uma substituição de átomos de hidrogênio do grupo hidroxila da glicose (unidade estrutural da celulose) por grupos metilcarboxila de sódio. A quantidade de substituições ocorridas (ou grau de substituição) pode variar a cada monômero, podendo ser no máximo igual a 3,0. Porém, em geral, varia entre 0,4 e 1,5 (BALTAR, 2008, apud RHODES, 1979). O grau de substituição do CMC, o tamanho da molécula e o pH do meio, podem influenciar na atuação do reagente, uma vez que a adsorção da molécula de CMC sobre a superfície mineral pode se dar através dos grupos -OH^- ou do grupo -COO^- . Ambos podem ser adsorvidos nos sítios hidroximetálicos da superfície mineral, sendo que o grupo carboxila pode, também, ser adsorvido aos cátions metálicos da superfície (BALTAR, 2008), no caso, os íons de cálcio da superfície do cristal de gesso.

O carboximetilcelulose de sódio atua como um colóide protetor, retardando a pega e permitindo uma recristalização lenta, homogênea, proporcionando gessos mais resistentes à compressão e com dureza superficial adicional. É um agente retentor de água. Suas adições são recomendadas na ordem de 0,1-0,4% (LÓPEZ, 1997).

2.1.6 – Os Ensaios Tecnológicos

2.1.6.1 – Tempo de Pega:

O Tempo de Pega (ou de Presa) pode ser definido como aquele decorrido desde o instante em que o hemidrato entra em contato com a água de amassamento até o seu endurecimento. É um parâmetro importante porque permite ao operador conhecer o tempo que terá disponível para o manuseio da pasta de gesso. Atingido o tempo de pega, o material adquire resistência e não mais poderá ser manipulado.

Tradicionalmente, dois diferentes tempos de pega têm sido associados ao endurecimento do sulfato de cálcio dihidratado, o inicial e o final: - (1) o tempo de pega inicial ocorre quando os cristais de dihidrato crescem o suficiente para suportar o seu próprio peso; na prática, é o momento em que a pasta pode ser moldada sem provocar distorções no molde. -(2) tempo de pega final, quando a maioria do processo de cristalização chegou ao fim; essa etapa indica que o modelo pode ser retirado do molde sem fraturar o gesso (LEINFELDER & LEMONF, 1989).

De acordo com a Norma MB-3469 (1991), o tempo de pega inicial é definido como o “tempo decorrido a partir do momento em que o gesso tomou contato com a água, até o instante em que a agulha do aparelho de Vicat não penetrar mais no fundo da pasta, isto é, aproximadamente 1mm acima da base”. Seguindo a mesma Norma, o tempo de pega final é o “tempo decorrido a partir do momento em que o gesso entrou em contato com a água, até o

instante em que a agulha do aparelho de Vicat não mais deixar impressão na superfície da pasta”.

O tempo de pega pode ser determinado com o uso de aparelhos como a agulha de Vicat ou pela a agulha de Gillmore.

O aparelho mais comumente utilizado é o de Vicat. Este aparelho consiste de um suporte que sustenta uma haste móvel com uma agulha de 1mm de diâmetro e 50 mm de comprimento, em uma das extremidades, tendo uma massa total igual a 300g. A haste pode ser mantida na altura desejada por meio de um parafuso e possui um indicador ajustável que se move sobre a escala graduada, em milímetros, presa ao suporte (MB-3469/1991).

Diferentes fatores podem influenciar no tempo de pega da pasta do gesso:

(1) A relação água/pó controla a quantidade de núcleos formados durante a cristalização por unidade de volume. Pode aumentar ou diminuir o tempo de pega da pasta. Quando a relação água/pó é aumentada, a quantidade de núcleos por unidade de volume será menor, logo, o tempo necessário para que os cristais cresçam e fiquem entrelaçados entre si será maior, aumentando o tempo de pega. O contrário é observado quando a relação água/pó é diminuída, pois haverá um número maior de núcleos por unidade de volume, conseqüentemente a distância entre eles é reduzida, diminuindo o tempo necessário para que eles fiquem entrelaçados (LEINFELDER & LEMONF, 1989; PHILLIPS, 1984).

(2) O tempo de espatulação, se prolongado, pode provocar a fratura nos cristais em crescimento, espalhando-os pela mistura e aumentando o número de núcleos de cristalização, diminuindo a pega (LEINFELDER & LEMONF, 1989; PHILLIPS, 1984).

(3) Outros fatores como a temperatura da água de amassamento e o tamanho das partículas também são citados na literatura (PHILLIPS, 1984; LEINFELDER & LEMONF, 1989; PERES *et al.*, 2001).

O tempo de pega da pasta de gesso também pode ser modificado através da utilização de aditivos controladores de pega, como já mencionado.

2.1.6.2 - Consistência:

ANTUNES (1999), apud CINCOTTO *et al.* (1995), define a consistência como sendo a propriedade pela qual a pasta tende a resistir às deformações que lhes são impostas.

A consistência é uma propriedade que está diretamente relacionada com a trabalhabilidade do gesso. Ou seja, com o tempo disponível para o operador manusear a pasta do gesso antes de se dar o seu endurecimento.

Diversos são os fatores que influenciam a consistência da pasta do gesso: Relação água/pó, granulometria, presença de aditivos, etc...

2.1.6.3 – Calor de Hidratação:

A hidratação do gesso ocorre através de uma reação exotérmica, ou seja, durante a hidratação há a liberação de energia em forma de calor.

Um método simples e rápido de monitorar o processo de hidratação do gesso consiste no acompanhamento do calor liberado durante a reação em função do tempo.

A interpretação destas curvas calorimétricas, obtidas através de calorimetria adiabática, foi demonstrada por ANTUNES (1999) apud CLIFTON (1973), que explicou o fenômeno dividindo a curva em três regiões (FIGURA 2):

Região 1 – Ocorre uma pequena hidratação seguida do período de indução que termina com o início da pega; segundo ANTUNES (1999), apud RIDGE (1959), o início da pega é dado quando a taxa de elevação da temperatura ultrapassa $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Região 2 – Ocorre uma elevação rápida da temperatura, isto é, nesta região observa-se uma elevação rápida da reação de hidratação.

Região 3 – A reação atinge o ponto máximo de incremento de temperatura indicando a conclusão da hidratação e o final da pega.

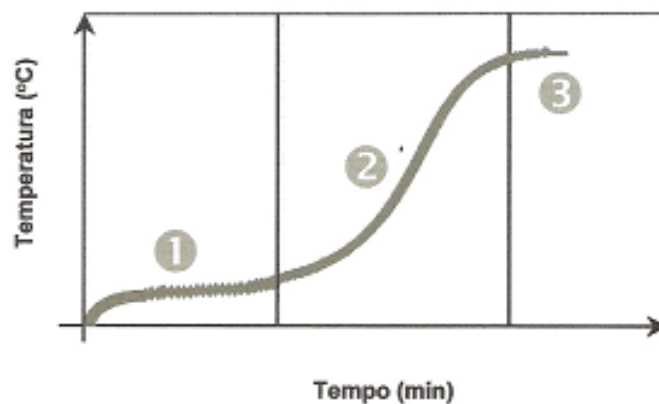


FIGURA 2 – Curva Típica de Calor de Hidratação de pastas de gesso.

(ANTUNES, 1999)

2.1.6.4 - Resistência à Compressão:

Os cristais entrelaçados conferem ao gesso a resistência mecânica. A resistência é a tensão máxima exigida para fraturar uma estrutura; é chamada de resistência à tração, resistência à compressão (resistência ao esmagamento) ou resistência ao cisalhamento, dependendo das tensões existentes e predominantes (PHILLIPS, 1984).

Vários fatores influenciam as propriedades mecânicas do gesso, entre outros são citados:

(1) A relação água/pó (LEINFELDER & LEMONF, 1989; PHILLIPS, 1984; CASEMIRO *et al.*, 2006). Este fato ocorre devido ao número de vazios ou porosidade interna deixados no modelo pela perda da água durante a secagem do corpo de prova;

(2) A umidade do produto no estado endurecido;

(3) O tempo de espatulação (CASEMIRO *et al.*, 2006), devido ao fato de provocar o rompimento de cristais recém-formados, diminuindo o entrelaçamento intercristalino do dihidrato.

2.2 – POLISSACARÍDEOS NO GESSO:

Existe uma carência de artigos publicados nesta área específica, sobretudo quando se trata de gesso alfa.

HINCAPIÈ (1997) cita o trabalho desenvolvido por LUDWIG & SING (1979), que utilizaram metilcelulose em pastas de gesso β e observaram que houve uma diminuição na supersaturação inicial, provocando um aumento do período de indução. Os autores observaram que houve um aumento no tempo de hidratação do hemidrato, retardando, assim, a pega. Este resultado foi atribuído à formação de um gel, em torno do hemidrato, que atrasou o seu contato com a água, conseqüentemente, sua dissolução e cristalização, retardando a pega.

Resultados contrários, no entanto, foram obtidos por HENAO & CINCOTTO (1997), quando estudaram diversos aditivos retardantes de pega para o gesso β , entre eles, a metilcelulose. As autoras não observaram efeito retardador para este tipo de aditivo, em concentrações que variaram entre 0,2 e 5%; citando, inclusive, que chegaram a apresentar um comportamento acelerador da pega. Para concentrações acima de 5%, as autoras relataram a dificuldade de moldar a pasta por ter ficado muito seca.

ÇOLAK (2006) citou a pesquisa feita por RIDGE & BOELL (1962), que utilizaram a goma arábica junto com a cal (na proporção de 85 partes de goma para 15 partes de cal virgem, em peso). Com percentual de adição de apenas 1%, os autores conseguiram reduzir a quantidade de água requerida, o que possibilitou a utilização de uma razão água/sólido igual a 35%. Como conseqüência, obtiveram valores de resistência à compressão mais altos que 34,5 MPa.

A relação água/gesso é um fator importante nas propriedades mecânicas do gesso, como já foi dito anteriormente. Foi baseado nisto que alguns autores estudaram a adição de aditivos para reduzir a quantidade de água de amassamento nas pastas a fim de obter produtos melhorados.

ALSADI *et al.* (1996), observaram que com a adição de goma arábica e hidróxido de cálcio houve uma melhora em termos de dureza superficial do gesso dental do tipo III, mas não observaram resultados positivos nas outras propriedades. Os autores encontraram dificuldade na manipulação da pasta devido a sua alta viscosidade. Resultados diferentes foram obtidos por SANAD *et al.* (1982), que estudando a adição combinada de goma arábica com óxido de cálcio, chegaram a conclusão que é possível obter produtos de gesso com propriedades mecânicas melhoradas.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

3 – MATERIAIS E MÉTODOS

O acompanhamento da influência dos aditivos utilizados no estudo foi feito através de ensaios realizados com as pastas de gesso no estado fresco pela determinação da consistência da pasta, tempo de pega e construção das curvas de calor de hidratação e, no estado endurecido, através de ensaios de resistência à compressão. A microscopia Eletrônica de Varredura foi utilizada para visualizar as modificações ocorridas no cristal de gesso formado em presença dos aditivos.

3.1 – A AMOSTRA:

Foi utilizado no estudo um gesso α produzido e fornecido pela Mineradora São Jorge (MSJ) com tamanho médio das partículas igual a 14,3 μm .

A distribuição granulométrica do gesso utilizado nos ensaios está representada na FIGURA 3.

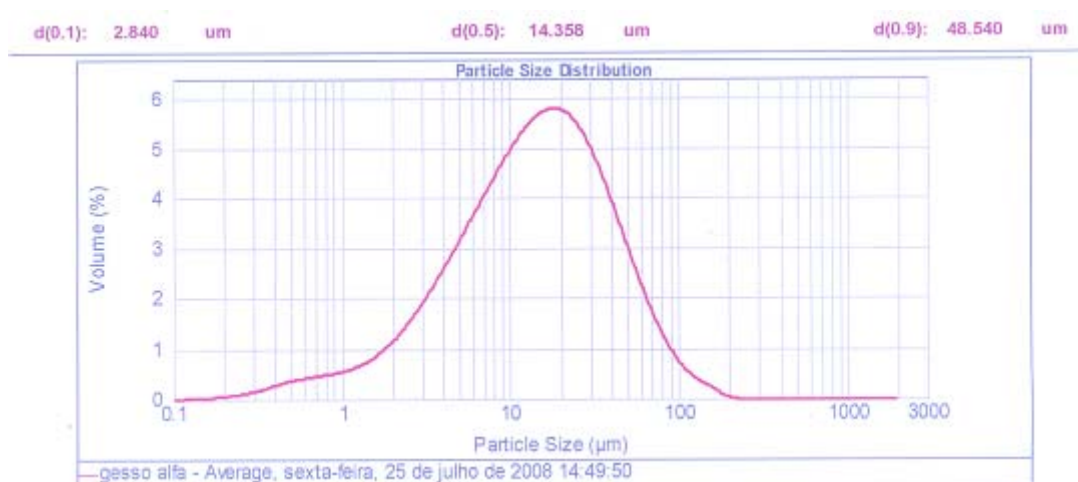


FIGURA 3 – Distribuição granulométrica da amostra do gesso utilizado no estudo.

3.2 – OS EQUIPAMENTOS:

Os seguintes Equipamentos foram utilizados:

- Agitador Mecânico IKA / Eurostar microcontrolado;
- Aparelho de Vicat, da Solotest;
- Prensa EMIC Linha DL-10.000, com capacidade máx.:100KN;
- Prensa Hidráulica Manual, com capacidade para 20 t, com indicador digital de força sensível a 1 kg;
- Balança Analítica H80, da Mettler;
- Balança semi-analítica, Marte–AS2000C;
- Sistema Pseudo-adiabático, com multímetro e termopar acoplado;
- Mesa de Adensamento por Choque, com contador de golpes digital, da Solotest;
- Forno Elektro Therm.
- Microscópio Eletrônico de Varredura – da FEI – Modelo QUANTA 200F;
- Analisador de Tamanho de Partículas (ATP) – Granulômetro a Laser, modelo Mastersizer 2000, da Malvern.

3.3 – OS REAGENTES:

Foi estudada a influência de 05 (cinco) polissacarídeos nas propriedades do gesso alfa:

- Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC), da DOW CHEMICAL COMPANY;
- Carboximetilcelulose de sódio (CMC), da SIGMA ALDRICH;
- Celulose micronizada, da PIETSCH;
- Amido de milho, da SIGMA ALDRICH;
- Dextrina 5, obtida do amido de milho, da SIGMA ALDRICH.

Além desses aditivos, utilizou-se também o Citrato de Sódio (nos ensaios de consistência).

3.4 – METODOLOGIA EXPERIMENTAL:

Antes da realização de cada série de testes, as amostras de gesso foram pesadas em balança semi-analítica (FIGURA - 4) e os aditivos em balança de precisão (analítica) (FIGURA - 5).

Em seguida, era feita a homogeneização da amostra do gesso com o aditivo, manualmente, em sacos plásticos, por um período de 2 minutos (FIGURA - 6).



FIGURA 4 – Balança semi-analítica



FIGURA 5 – Balança analítica



FIGURA 6 – Homogeneização do pó (gesso e aditivo)

As seguintes variáveis foram mantidas constantes em todos os ensaios:

A relação água/gesso = 0,4;

Agitação mecânica = 250 rpm;

A temperatura da sala e a umidade relativa do ar foram registradas antes de todos os ensaios.

3.4.1- Determinação da consistência da pasta:

Os ensaios de consistência das pastas de gesso foram realizados utilizando-se o Aparelho de Vicat Modificado, que consiste do mesmo aparelho utilizado para a determinação do tempo de pega, porém substituindo a haste móvel que possui a agulha de 1 mm de diâmetro e 50 mm de comprimento por outra haste móvel de diâmetro e comprimento compatível com o suporte, e com uma sonda cônica acoplada na extremidade inferior. Esta sonda cônica é feita em alumínio com ângulo de ápice 53°08' e altura de 45mm. A haste e a sonda pesam, juntas, 35g.

A metodologia adotada para a determinação da consistência das pastas de gesso foi baseada na *Norma Americana/ Associação Dental Americana, Especificação N°25, para produtos de Gesso Dental*, 1987, porém com alguns ajustes feitos às nossas condições de ensaio. O método consistiu basicamente das seguintes etapas: 1) Preparação da pasta: onde 300g de gesso e o aditivo (em percentual variável, de acordo com o planejamento dos testes) foram polvilhados sobre 120 ml de solução de citrato de sódio (1%), durante um intervalo de tempo igual a 10 segundos. Esperou-se 20 segundos para hidratação e, então, a mistura foi homogeneizada através de um agitador mecânico, à 250 rpm, por 1 minuto; 2) A pasta foi adicionada ao molde e 3) Foram feitas três leituras da penetração da sonda cônica: aos 7, 8 e 9 minutos, contados a partir do início da mistura.

Três pastas foram preparadas para cada condição estudada. O valor da consistência foi dado pela média das leituras das nove penetrações da sonda cônica realizadas para cada condição. (FIGURA 7).

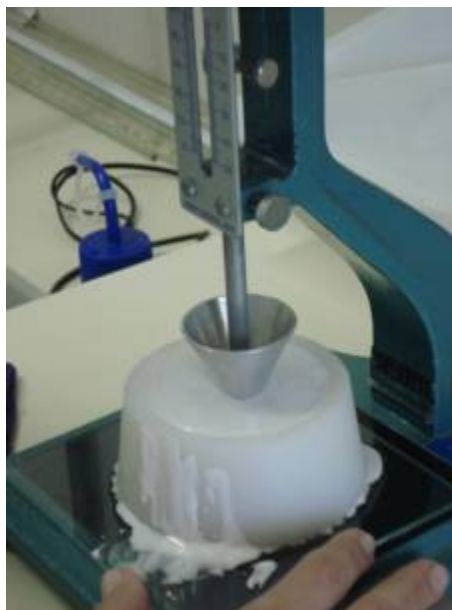


FIGURA 7 – Aparelho de Vicat com sonda cônica utilizado para determinação da consistência da pasta de gesso.

3.4.2 - Determinação das curvas de calor de hidratação:

O acompanhamento do calor liberado durante a hidratação do gesso em presença dos polissacarídeos foi feito utilizando-se um sistema pseudo-adiabático, construído no laboratório. O sistema consta de um recipiente de plástico (onde foi colocada a pasta do gesso); um suporte de isopor com tampa (onde foi colocado o recipiente de plástico contendo a amostra) e um termopar que foi introduzido à pasta através de um orifício existente na tampa do recipiente de isopor, envolto em um fino tubo de vidro (FIGURAS 8 e 9).



FIGURA 8 – Sistema pseudo-adiabático.



FIGURA 9 – Detalhe do sistema adiabático

Para a preparação das pastas utilizadas nos ensaios de calor de hidratação, 100g de gesso acrescido do aditivo foram polvilhados em 40 ml de água destilada, num intervalo de 10 segundos. A mistura foi deixada em repouso para hidratação por um período de 15 segundos e, em seguida, foi homogeneizada através de agitação mecânica. As pastas assim preparadas foram rapidamente transferidas para o sistema pseudo-adiabático registrando-se a cada minuto o calor liberado durante a reação de hidratação.

3.4.3 - **Determinação do tempo de pega:**

Os ensaios consistiram basicamente em polvilhar 20 g de gesso com o aditivo, sobre 8 ml de água destilada num intervalo de tempo igual a 10 segundos. Em seguida, a mistura ficou em repouso para hidratar por um período de 15 segundos. Passado esse tempo, foi feita a homogeneização da pasta através de agitador mecânico, a 250 rpm, durante 15 segundos. A pasta foi, rapidamente, transferida para a forma e, após perder o brilho, seu excesso foi

retirado com uma espátula. O conjunto forma/ pasta foi virado e, então, foi feita a leitura da penetração da agulha do aparelho de Vicat (FIGURA 10).

O tempo de pega inicial é dado a partir do momento em que o gesso entra em contato com a água até o instante em que a penetração da agulha é igual a 1mm. O tempo de pega final é dado quando a agulha não mais deixar impressão sobre a superfície da amostra, indicando o endurecimento da pasta.



FIGURA 10 – Aparelho de Vicat – Ensaio de tempo de pega.

3.4.4 - Determinação da resistência à compressão:

A resistência mecânica do gesso alfa com a adição dos polissacarídeos foi acompanhada através da determinação da resistência à compressão. Para o estudo da influência da adição de HPMC, utilizou-se uma Prensa EMIC - Linha DL-10.000; adotou-se uma velocidade de carga igual a 500N/s e o adensamento das pastas para confecção dos corpos de prova

foi feito manualmente. Para o estudo dos demais aditivos, utilizou-se uma prensa hidráulica manual e para confecção dos corpos de prova, uma mesa de adensamento por choque.

A seguinte metodologia foi adotada para determinar a resistência à compressão do gesso:

Para a confecção dos corpos de prova utilizados nos ensaios de resistência à compressão, foram preparadas pastas, polvilhando-se 600g de gesso com o aditivo (em percentual pré-estabelecido de forma a atender à programação dos testes) sobre a água destilada, durante 20 segundos. Em seguida, deixou-se hidratar por um intervalo de tempo igual a 20 segundos e foi feita a homogeneização por agitação mecânica, à 250 rpm, por um tempo igual a 40 segundos. As pastas preparadas foram adicionadas aos moldes e adensadas em mesa de adensamento por choque com 30 golpes, para confecção dos corpos de prova com dimensões de (50x50x50)mm. Após o endurecimento da pasta, os corpos de prova foram desmoldados e secos a 45°C durante 72 horas. Em seguida, ficaram em dessecador por 24 horas. Passado esse período, para obtenção da área exata da superfície, os corpos de prova foram medidos com a ajuda de um paquímetro e, em seguida, foram rompidos por compressão em prensa hidráulica (FIGURAS 11, 12, 13, 14 e 15).



FIGURA 11 – Mesa adensamento por choque. FIGURA 12 – Secagem dos corpos de prova



FIGURA 13 – Dessecadores.

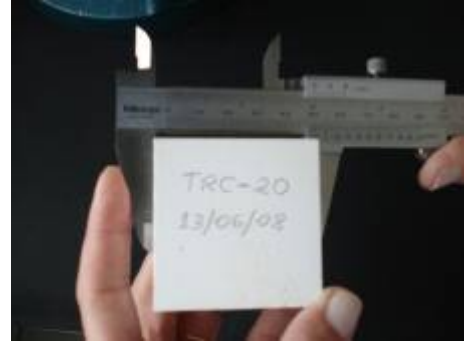
FIGURA 14 – Medição do corpo
de prova, com paquímetro.

FIGURA 15 – Rompimento do corpo de prova em prensa hidráulica.

3.4.5- Microscopia eletrônica de varredura:

Por apresentar uma excelente profundidade de foco (PADILHA e AMBROZIO FILHO, 2004), a técnica pode ser utilizada para analisar a morfologia dos cristais, irregularidades da superfície, presença de poros, fraturas, etc.

Com o objetivo de acompanhar as possíveis modificações ocorridas nos cristais com a adição dos polissacarídeos, pequenas frações dos corpos de prova que haviam sido rompidos por compressão foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura da FEI – Modelo

QUANTA 200F, à baixo vácuo. As amostras foram colocadas nos porta-amostra e envolvidas por uma fita dupla-face de carbono, antes de serem analisadas.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.

A seguir, estão apresentados os resultados e discussão dos diversos ensaios realizados no estudo da influência da adição dos polissacarídeos.

4.1 – ENSAIOS DE CONSISTÊNCIA:

A avaliação da influência da adição dos polissacarídeos na consistência das pastas de gesso foi feita através da medida da penetração da sonda cônica do Aparelho de Vicat. Quanto maior a penetração da sonda, menor a consistência da pasta.

4.1.1 – Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC):

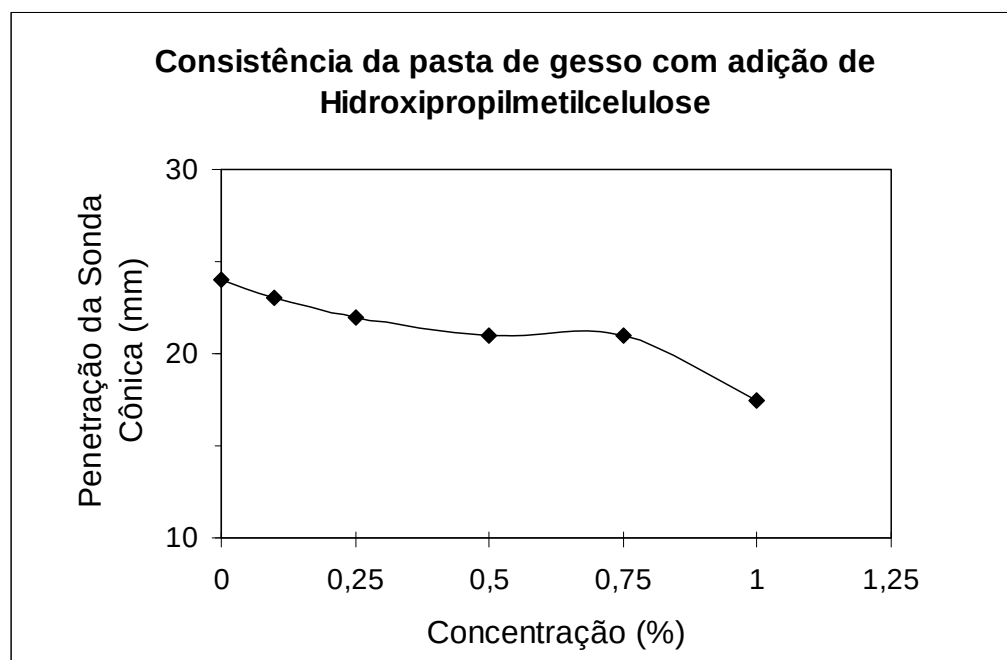


FIGURA 16 – Influência da adição de HPMC na consistência da pasta de gesso.

As pastas preparadas com adição de HPMC em concentrações acima de 1% ficaram muito secas, dificultando ou até impossibilitando a sua espatulação. Por esta razão, o estudo da adição deste aditivo ficou limitado na faixa de concentração de 0-1%.

Na FIGURA 16, observa-se que houve um aumento na consistência da pasta com o aumento da concentração deste aditivo. Este fato foi observado através da diminuição da penetração da sonda cônica na pasta, que caiu de 23mm (com a adição de 0,1%) para 18mm (com a adição de 1%). Os valores da consistência estão registrados na TABELA 1, em Apêndices.

4.1.2 – Carboximetilcelulose de sódio (CMC):

As pastas preparadas com adição de CMC nas concentrações entre 0,1 e 1% , ficaram muito secas dificultando a espatulação; Quanto maior a concentração deste aditivo, maior a dificuldade para espatular. Sendo assim, uma nova série de testes foi realizada, desta vez com as concentrações do aditivo abaixo de 0,1%. Os resultados obtidos estão representados na FIGURA 17.

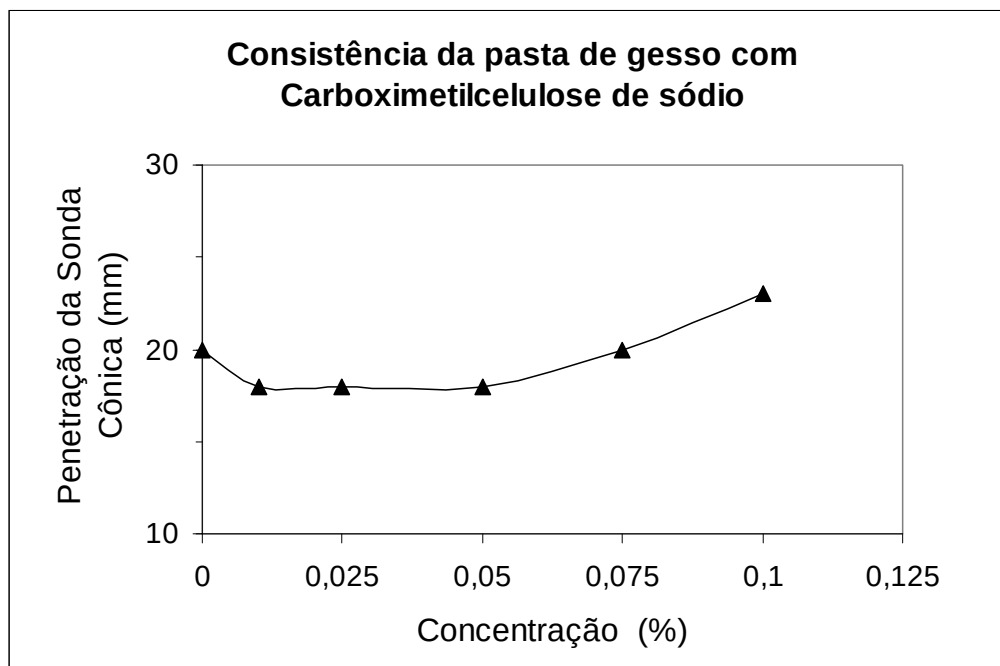


FIGURA 17 - Influência da adição de CMC na consistência da pasta de gesso.

Nesta série de testes, foi possível observar um pequeno aumento da consistência através da penetração da sonda cônica de 20 para 18mm com adições de até 0,05%. Com adições acima de 0,075% observou-se uma diminuição na consistência, a penetração da sonda aumentou para 23mm, com 0,1%. (ver FIGURA 17). Os valores da consistência correspondentes estão mostrados na TABELA 2, em Apêndices.

4.1.3 – Celulose:

Foram feitas duas séries de testes com a adição de celulose. A primeira série foi realizada com concentrações de aditivo variando entre 0 e 0,1% . A segunda série de testes foi feita com adição de aditivo variando até 1% . Os resultados obtidos estão mostrados nas FIGURAS 18 e 19.

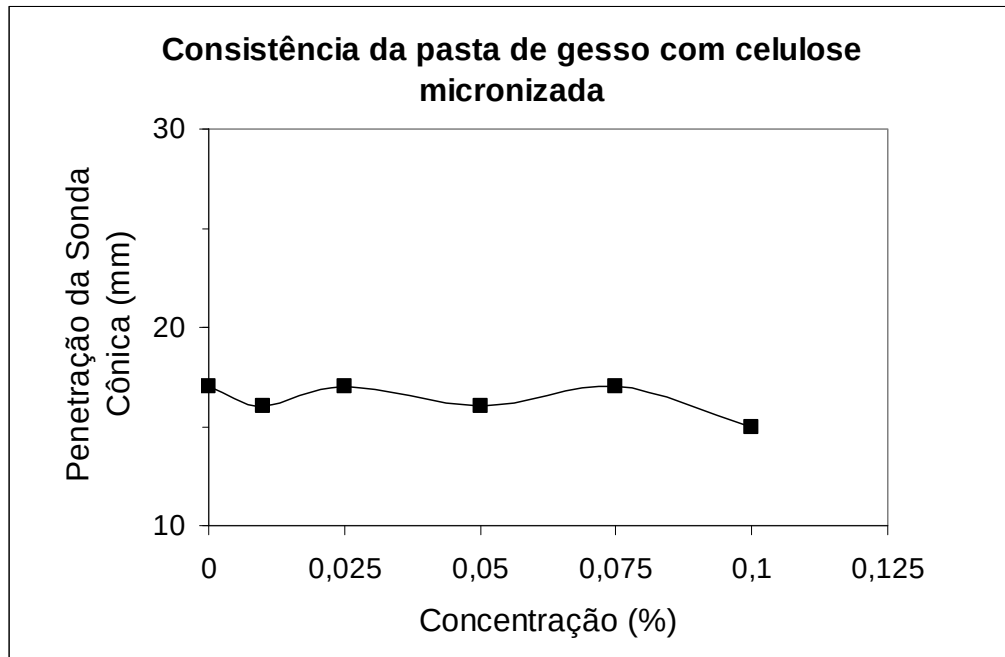


FIGURA 18 - Influência da adição de celulose (em concentrações abaixo de 0,1 %) na consistência da pasta de gesso.

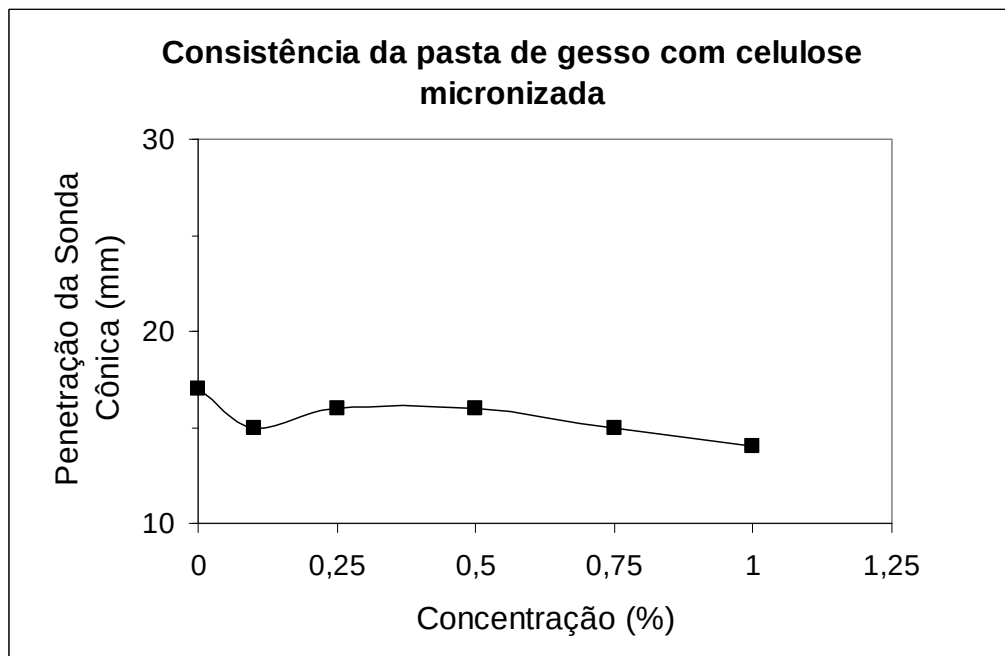


FIGURA 19 - Influência da adição de celulose (em concentrações acima de 0,1%) na consistência da pasta de gesso.

Os resultados mostraram que a adição de celulose não provocou uma variação significativa na consistência da pasta, nas condições estudadas. Apenas foi observado um pequeno aumento da consistência, a penetração da sonda cônica passou de 17mm (sem aditivo) para 14mm de penetração com a adição de 1,0 % do aditivo. Os valores da consistência correspondentes estão mostrados nas TABELAS 3 e 4, em Apêndices.

4.1.4 - Dextrina:

As pastas preparadas com adição de dextrina , apresentaram boa espatulação. Os resultados obtidos estão mostrados na FIGURA 20, abaixo.

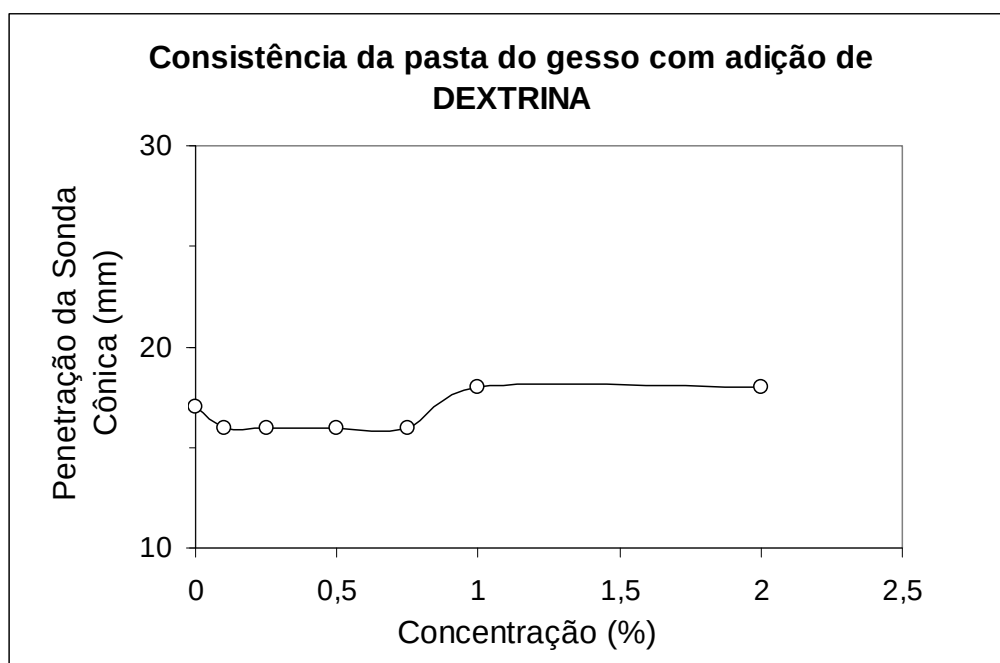


FIGURA 20 - Influência da adição de dextrina (em concentrações acima de 0,1 %) na consistência da pasta de gesso.

Um discreto aumento da consistência foi observado com adições abaixo de 1%, quando a penetração da sonda cônica passou de 17 para 16mm. Acima de 1%, observou-se uma diminuição da consistência com o aumento da penetração da sonda para 18mm. Os valores da consistência correspondentes estão mostrados na TABELA 5, em Apêndices.

4.1.5 – Amido:

Da mesma forma que foi feito para celulose, foram realizadas duas séries de testes com a adição de amido. A primeira série foi realizada com concentrações de aditivo variando entre 0 e 0,1%. A segunda série de testes foi feita com adição de aditivo variando até 1% . Os resultados obtidos estão mostrados nas FIGURAS 21 e 22.

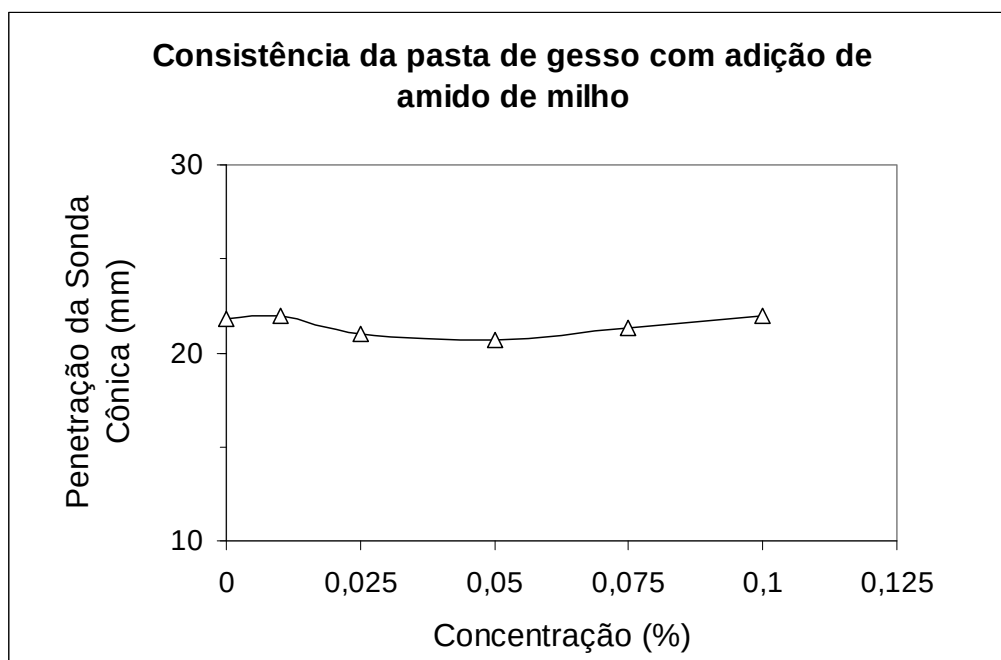


FIGURA 21 - Influência da adição amido (em concentrações abaixo de 0,1 %) na consistência da pasta de gesso.

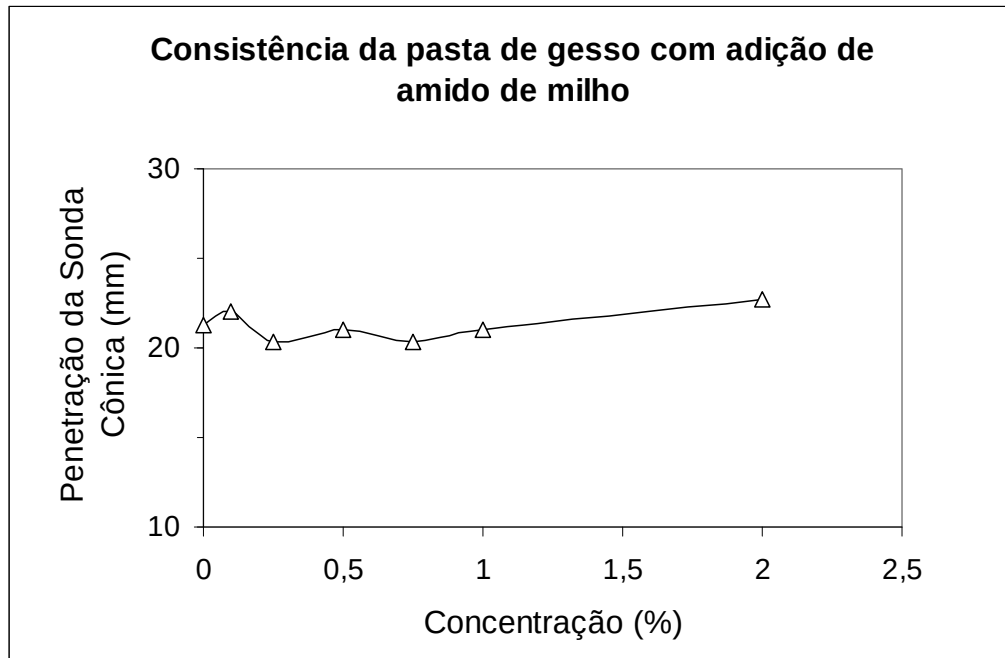


FIGURA 22 - Influência da adição amido (em concentrações acima de 0,1 %) na consistência da pasta de gesso.

Na faixa de concentração de aditivo estudada, não se observou influência significativa da adição do amido na consistência da pasta de gesso, apenas foi possível observar uma ligeira diminuição da consistência com adição de 2% deste aditivo, quando a penetração da sonda cônica, em relação à pasta de referência (sem aditivo), aumentou de 21 para 23mm. Os valores da consistência correspondentes estão mostrados nas TABELAS 6 e 7, em Apêndices.

4.2 - DETERMINAÇÃO DAS CURVAS DE CALOR DE HIDRATAÇÃO:

A influência da adição dos polissacarídeos na hidratação do gesso foi observada através do acompanhamento do calor liberado durante a reação de hidratação. As curvas características para cada polissacarídeo estudado estão representadas abaixo:

4.2.1 – Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC):

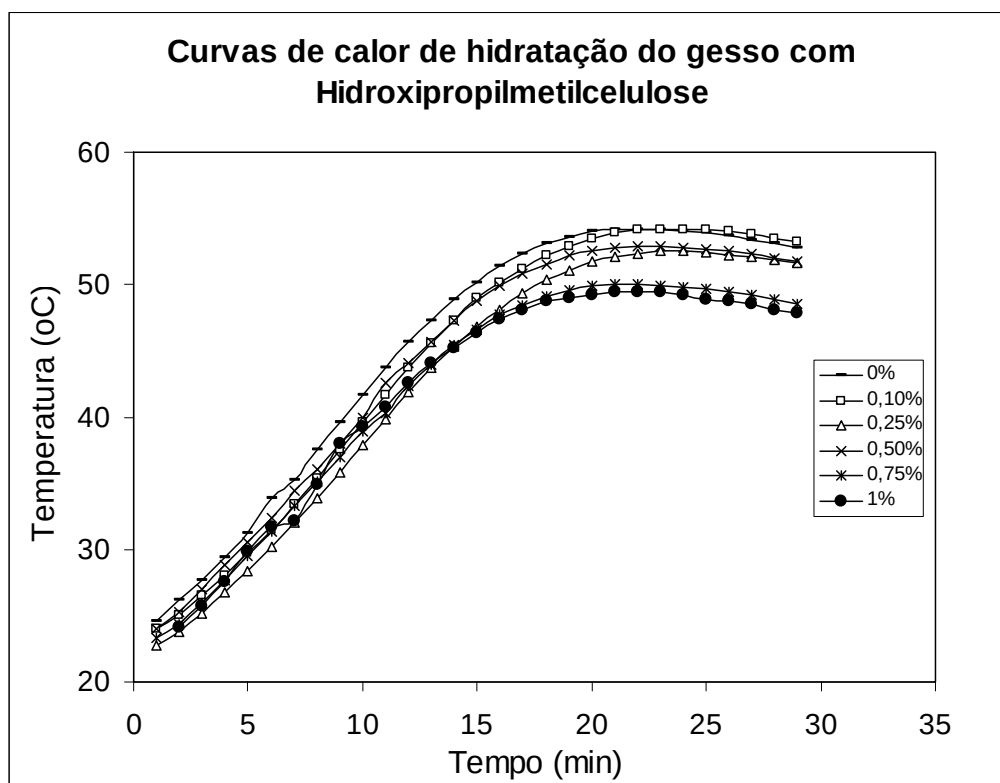


FIGURA 23 – Influência da adição de HPMC na hidratação do gesso.

Os resultados ilustrados na FIGURA 23, mostram que, nas concentrações estudadas, não houve um prolongamento significativo do período de indução, porém o patamar de

temperatura atingido diminuiu com o aumento da concentração do aditivo. Isso indica que não houve interferência significativa no tempo de pega inicial, mas o calor liberado foi menor nas pastas com concentrações mais altas de aditivo sugerindo uma diminuição da hidratação do hemidrato.

O aumento da concentração do HPMC provoca uma ligeira diminuição na velocidade de hidratação. Isso pode ser observado através do tempo gasto desde o final do período de indução até se atingir a temperatura máxima.

4.2.2 – Carboximetilcelulose de sódio (CMC):

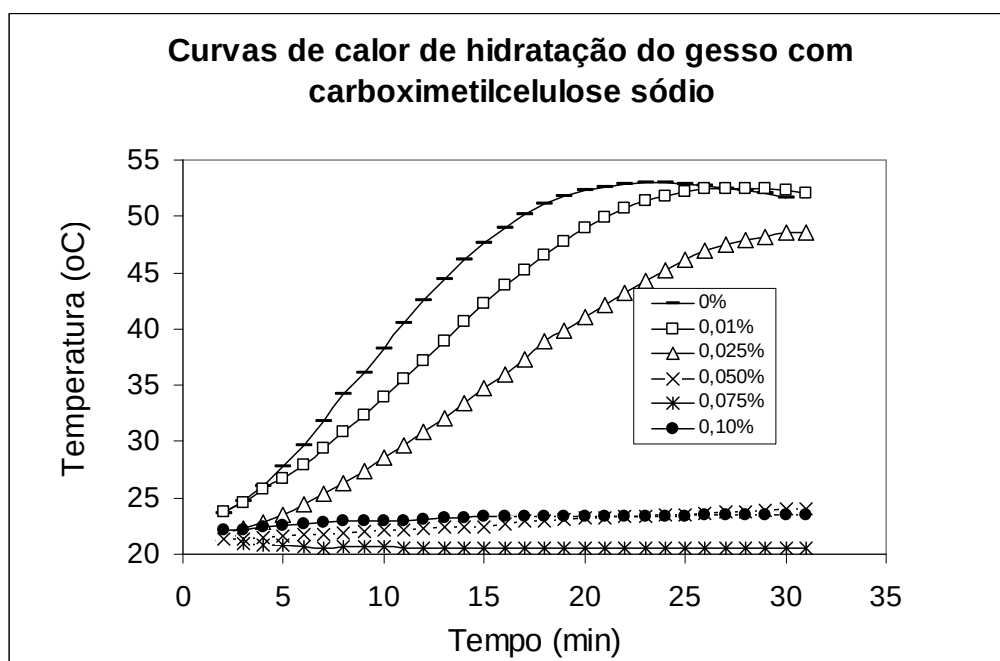


FIGURA 24 - Influência da adição de CMC (em concentrações abaixo de 0,1%) na hidratação do gesso.

Os resultados mostrados na FIGURA 24 deixam clara a influência da adição do CMC na reação de hidratação do gesso.

Com a adição de 0,01%, ocorreu um aumento do tempo para se atingir o final da reação de hidratação. Isto pode ser observado quando a curva atinge o valor de temperatura máximo. Com a adição de 0,025%, observa-se um prolongamento do período de indução e um aumento no tempo decorrido desde o final do período de indução até o final da pega (observado quando a pasta atinge sua temperatura máxima), em comparação com a pasta de referência (sem aditivo). Ou seja, a velocidade de hidratação diminuiu com a adição do CMC. Nesta concentração, observou-se, também, que a quantidade de calor liberado durante a reação foi um pouco menor do que a observada na pasta sem adição do CMC, indicando uma diminuição da hidratação. O comportamento do CMC na pasta do gesso pode ser atribuído à formação de um gel em torno do hemidrato que atrasa o contato do hemidrato com a água, alterando o processo de dissolução/cristalização e, conseqüentemente, retardando a pega. Esta suposição foi feita por LUDWIG & SING (1979), ao estudarem a adição de metilcelulose ao gesso β , e por HINCAPIÈ & CINCOTTO (1997), ao avaliarem a atuação da caseína e da gelatina nas pastas de gesso β .

Nos ensaios realizados com percentual de adição de CMC entre 0,05 e 0,1%, praticamente, não houve hidratação do hemidrato. Durante um período de 105 minutos foi feito o acompanhamento da reação, não tendo sido observada liberação significativa de calor. Com adição de 0,05% do CMC, a temperatura máxima registrada foi igual a 35,3°C, aos

95 minutos de teste. Com 0,075% , a temperatura teve um aumento de apenas 2°C, comparado com a temperatura inicial da pasta. Com 0,1% de adição, o mesmo foi observado e a temperatura da reação teve um aumento de apenas 1,3°C, comparado com a temperatura inicial da pasta.

4.2.3 – Celulose:

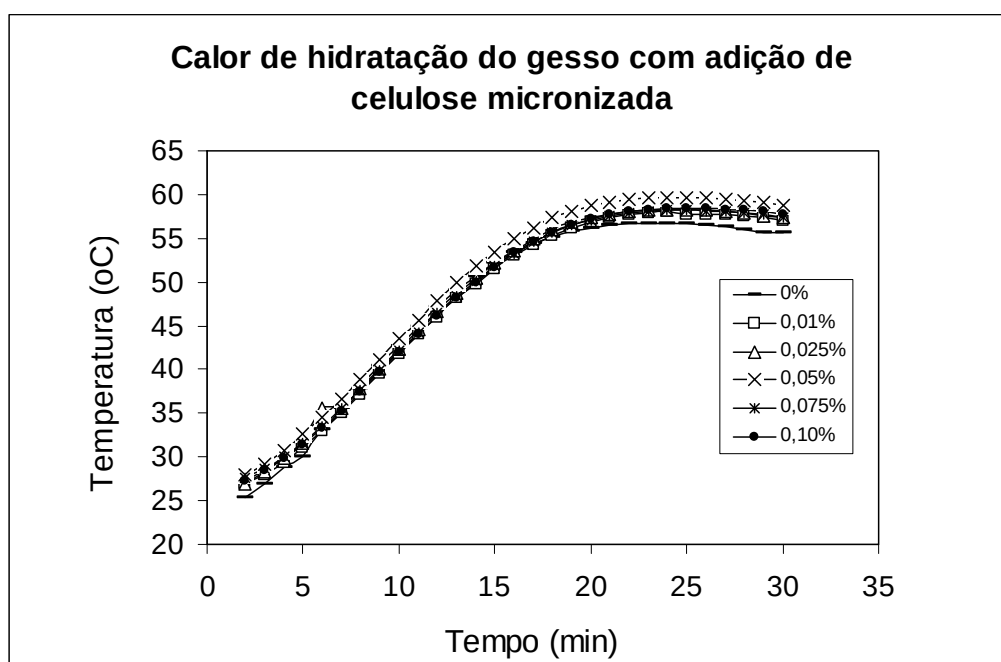


FIGURA 25 - Influência da adição de celulose na hidratação do gesso.

Observa-se na FIGURA 25 que a adição de celulose, nas concentrações estudadas, não influenciou a reação de hidratação do gesso.

4.2.4 – Dextrina:

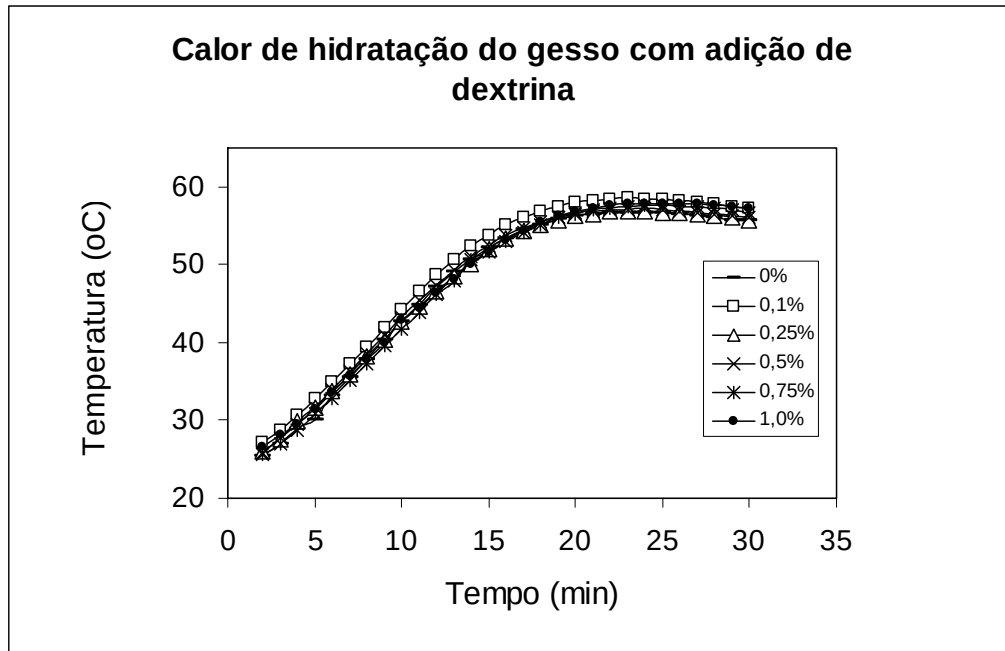


FIGURA 26 – Influência da adição de dextrina na hidratação do gesso.

Os resultados da FIGURA 26 indicam que a adição de dextrina não influenciou significativamente a reação de hidratação do gesso, nas concentrações estudadas.

4.2.5 – Amido:

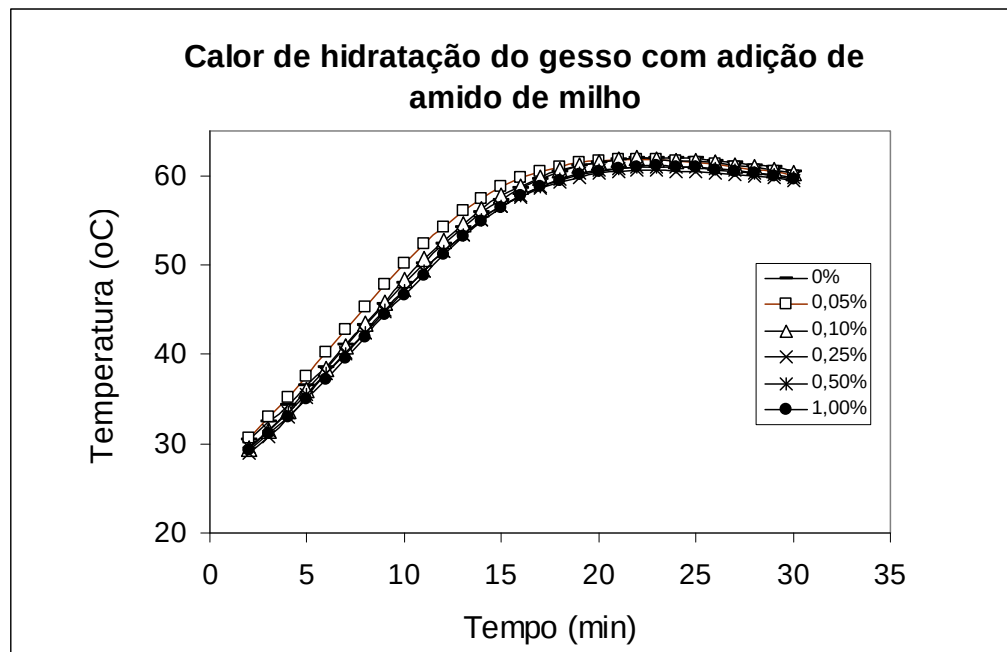


FIGURA 27 - Influência da adição de amido na hidratação do gesso.

Não foi observada influência na reação de hidratação do gesso, com a adição de amido de milho, nas concentrações estudadas (FIGURA 27).

4.2.6 – Influência da adição de polissacarídeos na reação de hidratação do gesso alfa – uma comparação:

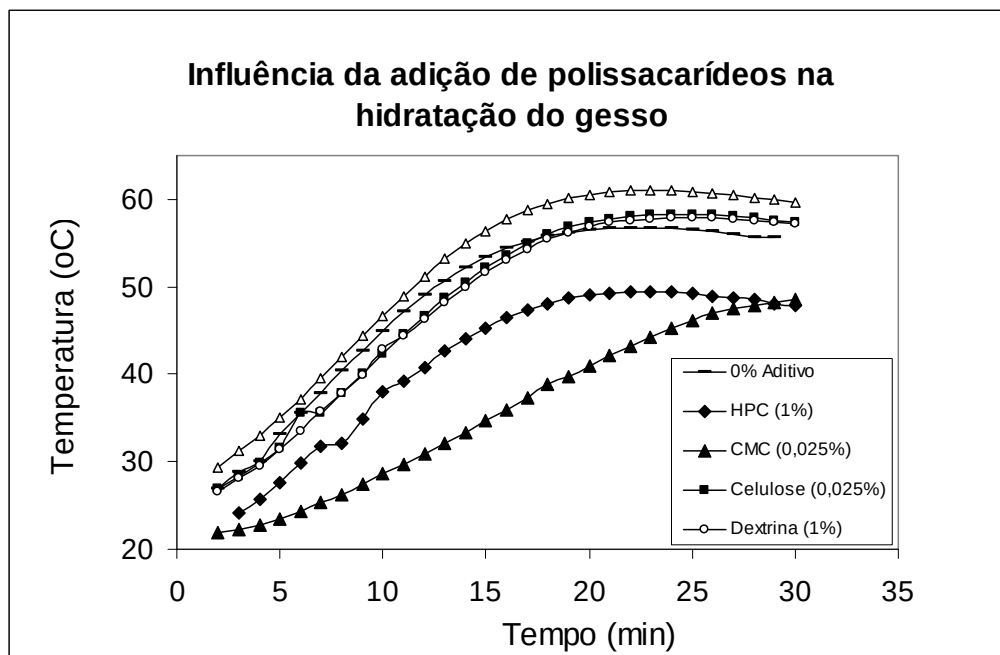


FIGURA 28– Influência da adição de polissacarídeos na reação de hidratação do gesso alfa.

A FIGURA 28 agrupa os polissacarídeos estudados e mostra a diferença de atuação de cada um na reação de hidratação do gesso. Como já foi explicado, anteriormente, na faixa de concentração estudada, foi observada apenas influência na reação de hidratação com a adição de HPC (que não alterou o período de indução e diminuiu a reação de hidratação) e de CMC (que aumentou ligeiramente o período de indução e retardou a pega).

4.3 - DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE PEGA DA PASTA DO GESSO:

O tempo de pega é um parâmetro muito importante para o operador, por estar diretamente relacionado ao tempo que terá para manusear a pasta do gesso. No capítulo 2, seção 2.1.6.1, foi dada a definição de tempo de pega inicial e final, como também foram citados fatores que podem interferir na pega do gesso, como a adição de aditivos.

A influência da adição dos polissacarídeos estudados no tempo de pega inicial e final do gesso alfa pode ser observada nas FIGURAS 29 a 38, a seguir:

4.3.1 – Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC):

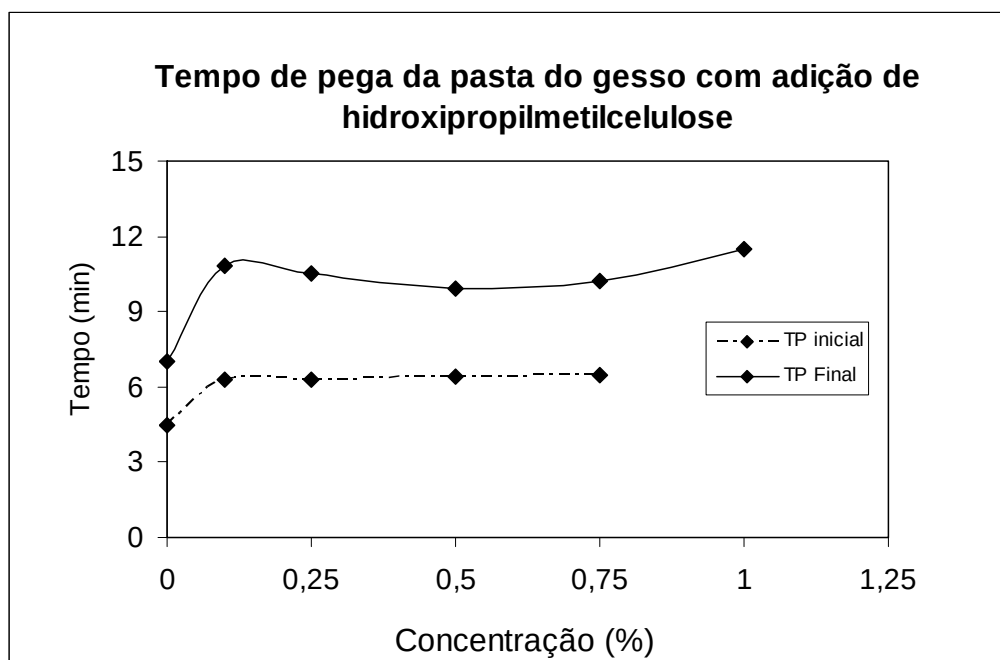


FIGURA 29 – Tempo de pega do gesso com adição de HPMC.

Um aumento de aproximadamente 4,5 minutos no tempo de pega inicial e final da pasta do gesso com adição de HPMC foi observado na faixa de concentração estudada (FIGURA 29). Estes resultados estão de acordo com as respostas obtidas anteriormente no estudo do calor de hidratação, quando foi observada uma diminuição na velocidade de hidratação do hemidrato com o uso desse aditivo. Os valores do tempo de pega correspondentes estão mostrados na TABELA 8, em Apêndices.

4.3.2 - Carboximetilcelulose de sódio (CMC):

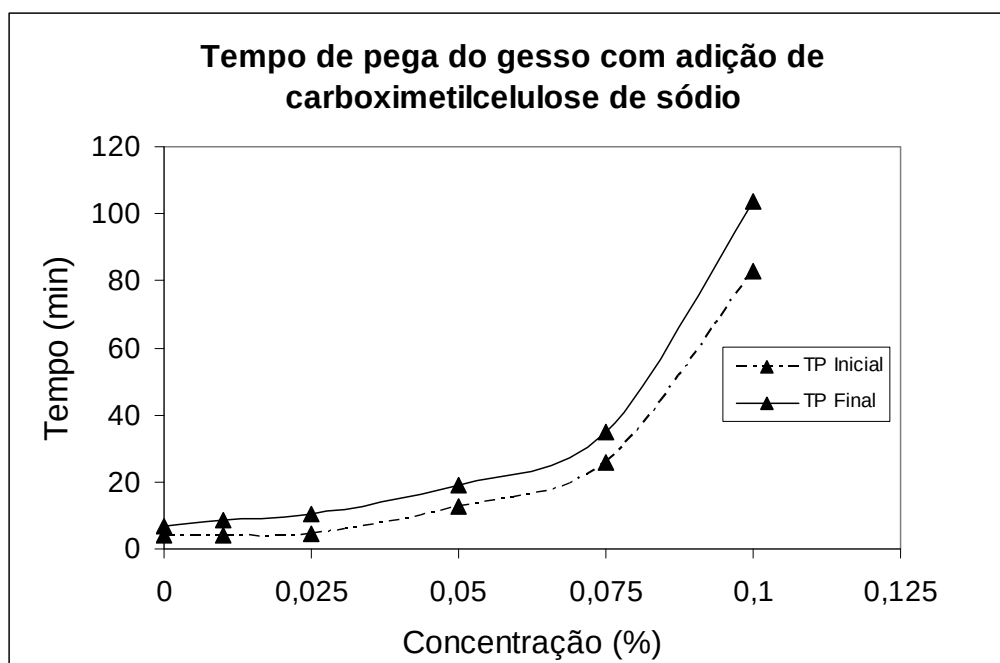


FIGURA 30 – Tempo de pega do gesso com adição de CMC.

Na FIGURA 30, observa-se um prolongamento progressivo no tempo de pega inicial e final com o aumento da concentração de CMC. Com adição de apenas 0,025%, Os valores aumentaram de 4,2 e 6,7 para 4,7 e 10,2 minutos, respectivamente e com 0,1% de adição, para 83,0 e 103,5 minutos,. As amostras com adições a partir de 0,075%, apresentaram-se quebradiças, esfarelando-se facilmente ao toque após serem retiradas dos moldes. Os resultados estão de acordo com as respostas obtidas nos ensaios de calor de hidratação, onde

foi possível observar o efeito retardador da pega com 0,025% de adição. O fato de, praticamente, não ter sido registrada reação de hidratação do hemidrato quando utilizadas concentrações mais altas deste aditivo podem explicar a fragilidade das amostras nas concentrações mais altas. Os valores do tempo de pega correspondentes estão mostrados na TABELA 9, em Apêndices.

4.3.3 - Celulose :

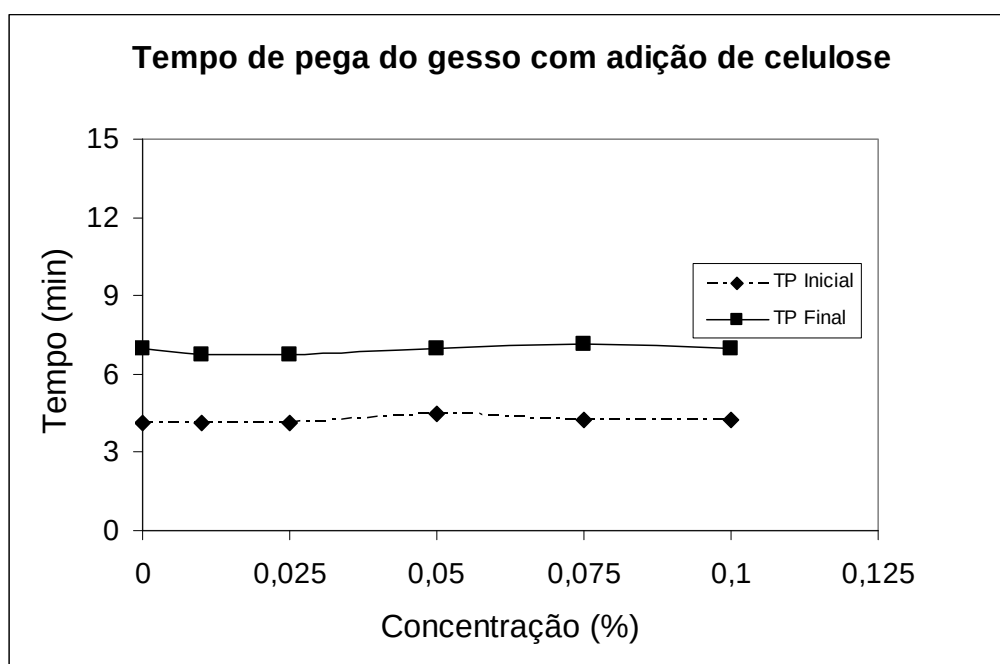


FIGURA 31 - Tempo de pega do gesso com adição de celulose em concentrações abaixo de 0,1%.

O tempo de pega inicial e o tempo de pega final das pastas de gesso com adição de celulose nas concentrações estudadas de até 0,1%, não sofreram alteração significativa (FIGURA 31). Estes resultados estão de acordo com as respostas obtidas no estudo do calor de hidratação para pastas preparadas nas mesmas condições.

Na faixa de adição entre 0,1 e 1% , o tempo de pega final aumentou de 7,0 para 9,5 minutos, quando a adição de celulose foi elevada de 0 para 1% (FIGURA 32).

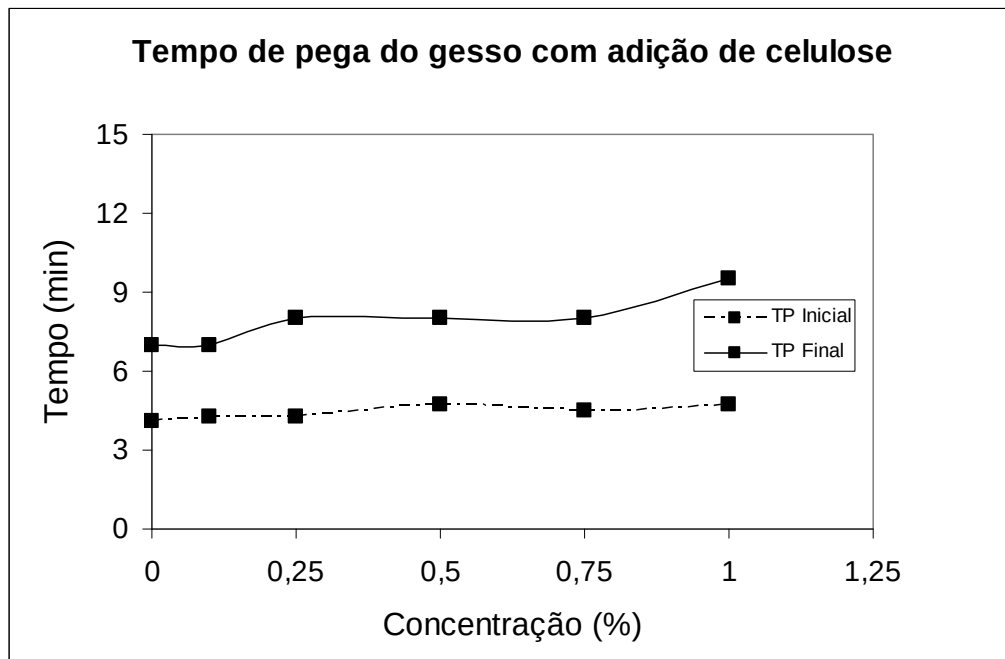


FIGURA 32 - Tempo de pega do gesso com adição de celulose em concentrações acima de 0,1%.

Os valores do tempo de pega correspondentes à adição de celulose estão mostrados nas TABELAS 10 e 11, em Apêndices.

4.3.4 - Dextrina:

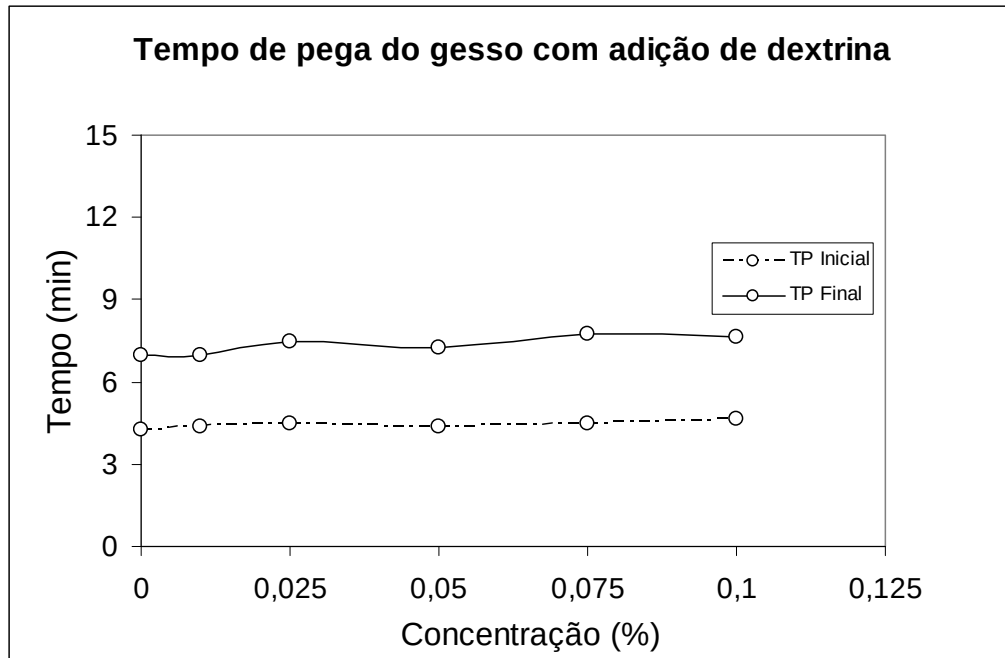


FIGURA 33 - Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações abaixo de 0,1%.

Nas condições de concentração de dextrina mostradas na FIGURA 33 não foi observada influência significativa nos tempos de pega inicial e final das pastas de gesso, que se mantiveram na faixa de 4,5 e 7,0 minutos, respectivamente.

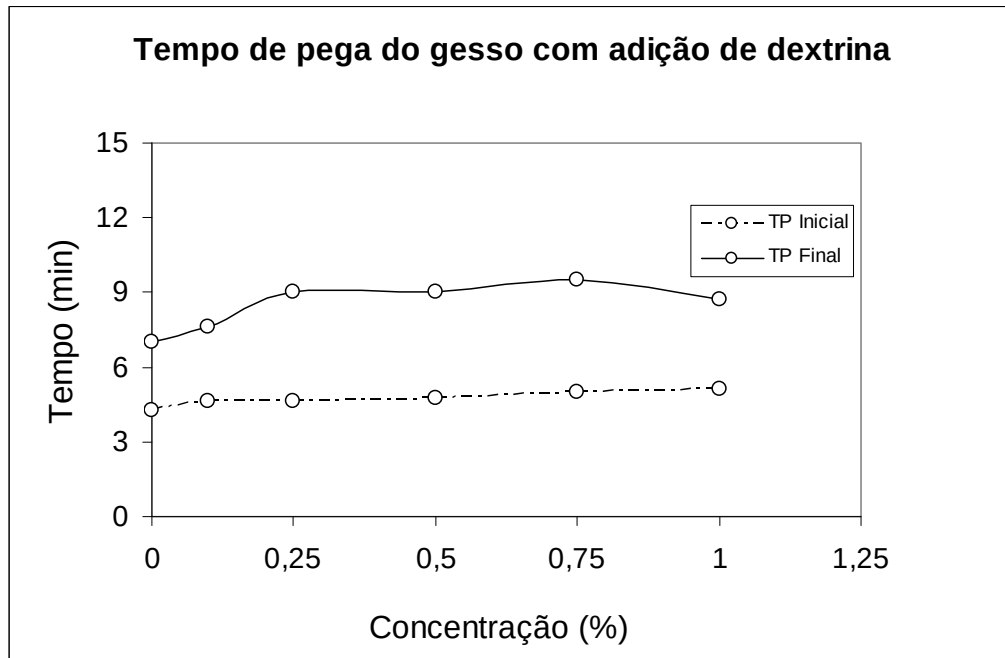


FIGURA 34 - Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações acima de 0,1%.

Com adições de dextrina acima de 0,25%, observou-se um aumento do tempo de pega final, em relação à pasta de referência, de 7,0 para em torno de 9,5 minutos (FIGURA 34).

Os valores do tempo de pega das pastas de gesso com adição de dextrina estão apresentados nas TABELAS 12 e 13, em Apêndices.

4.3.5 - Amido:

Os resultados obtidos estão representados nas FIGURAS 35 e 36.

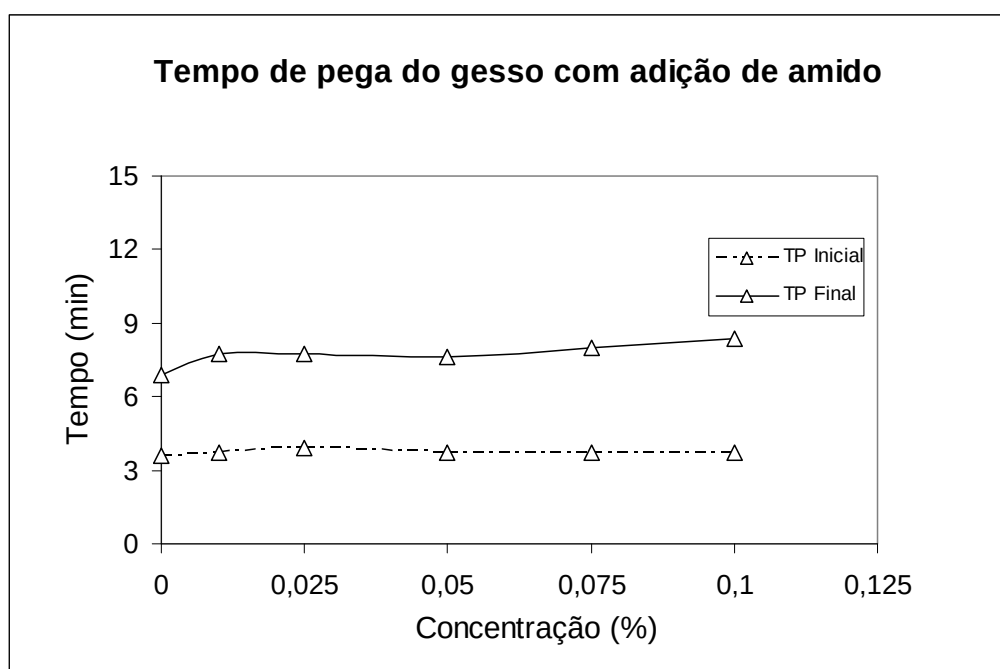


FIGURA 35 - Tempo de pega do gesso com adição de amido em concentrações abaixo de 0,1%.

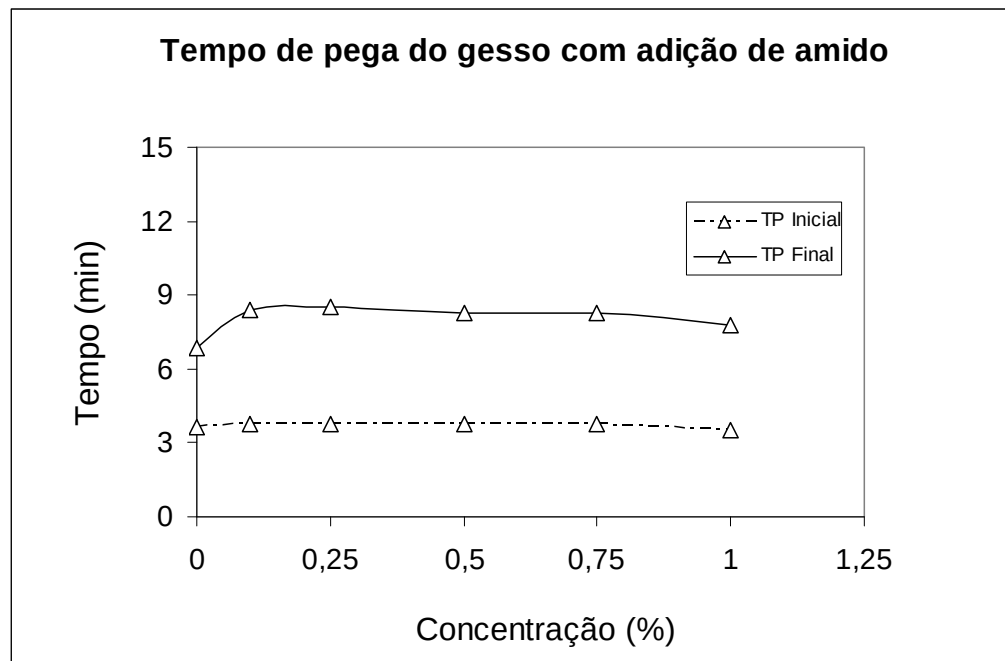


FIGURA 36 - Tempo de pega do gesso com adição de amido em concentrações acima de 0,1%.

Não houve variação significativa no tempo de pega com adições abaixo de 0,1%. Observou-se um aumento do tempo de pega final, em relação à pasta sem aditivo, de 6,9 para 8,4 minutos com 0,1% de aditivo. O tempo de pega final se manteve nesta faixa com as concentrações mais altas do aditivo (FIGURAS 35 e 36).

Os valores do tempo de pega das pastas de gesso com adição de amido estão apresentados nas TABELAS 14 e 15, em Apêndices.

4.3.6 – Influência da adição de polissacarídeos no tempo de pega do gesso alfa – uma comparação:

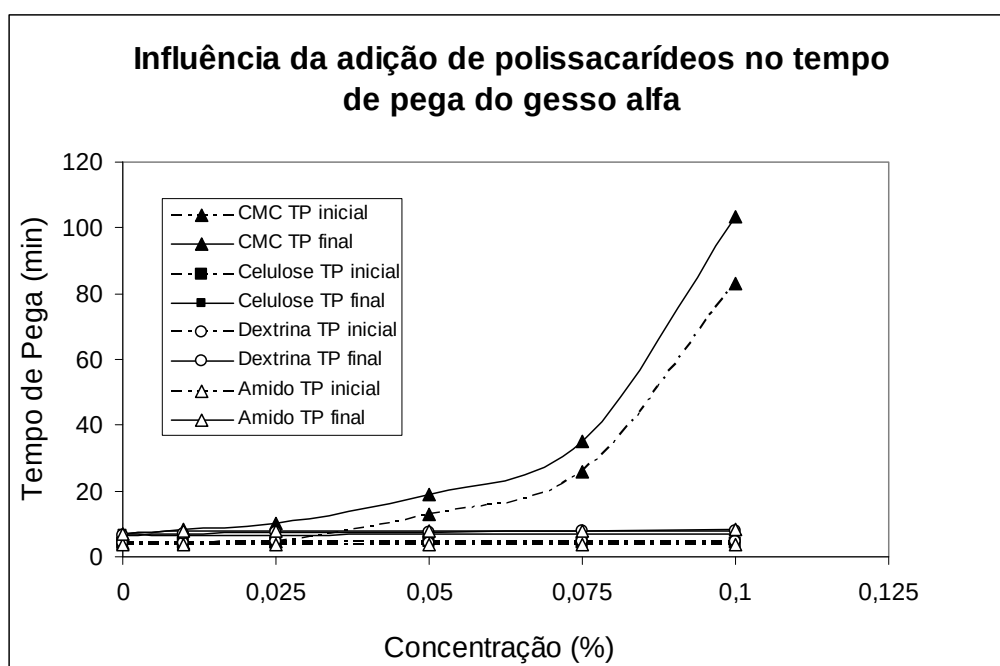


FIGURA 37 – Influência da adição de polissacarídeos em concentrações abaixo de 0,1% no tempo de pega do gesso alfa.

A FIGURA 37 mostra os resultados obtidos com adições de CMC, celulose, dextrina e amido, em concentrações abaixo de 0,1%. Observa-se o comportamento diferenciado do CMC sobre o tempo de pega, em relação aos demais polissacarídeos, e deixa evidenciada a sua significativa influência no retardo da pega, como já foi explicado anteriormente.

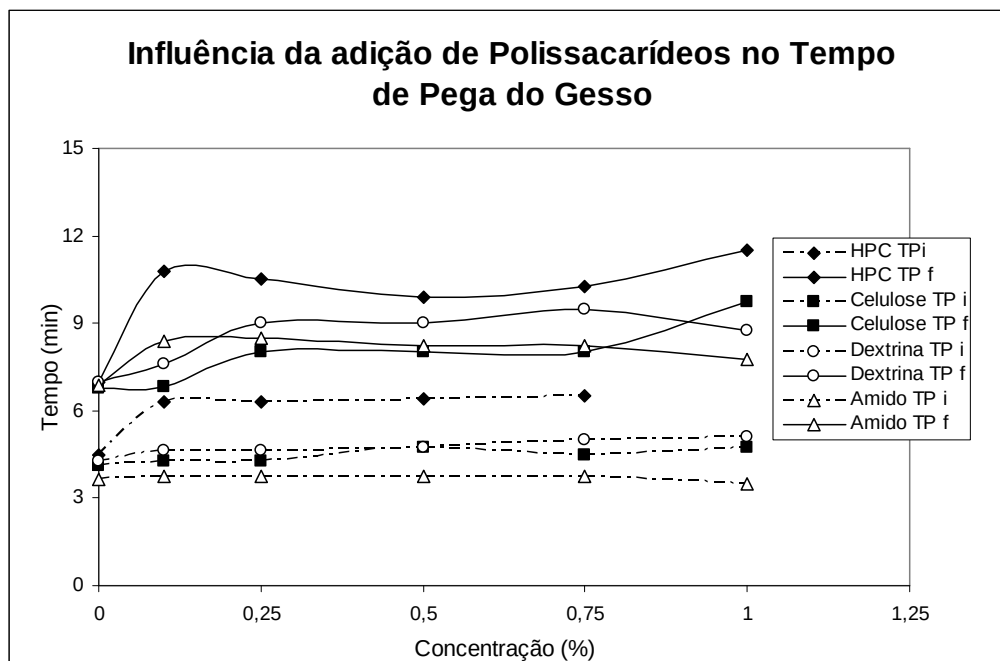


FIGURA 38 - Influência da adição de polissacarídeos em concentrações acima de 0,1% no tempo de pega do gesso alfa.

A FIGURA 38 apresenta uma comparação entre os resultados obtidos no estudo do tempo de pega com adições acima de 0,1%. Nesta faixa de concentração, é possível observar o efeito mais significativo do retardo da pega provocado pela adição do HPMC, em relação à adição de dextrina, celulose e amido.

4.4 - DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE CORPOS DE PROVA DO GESSO COM ADIÇÃO DOS POLISSACARÍDEOS:

A influência da adição dos polissacarídeos na resistência à compressão do gesso endurecido está representada a seguir:

4.4.1 – Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC):

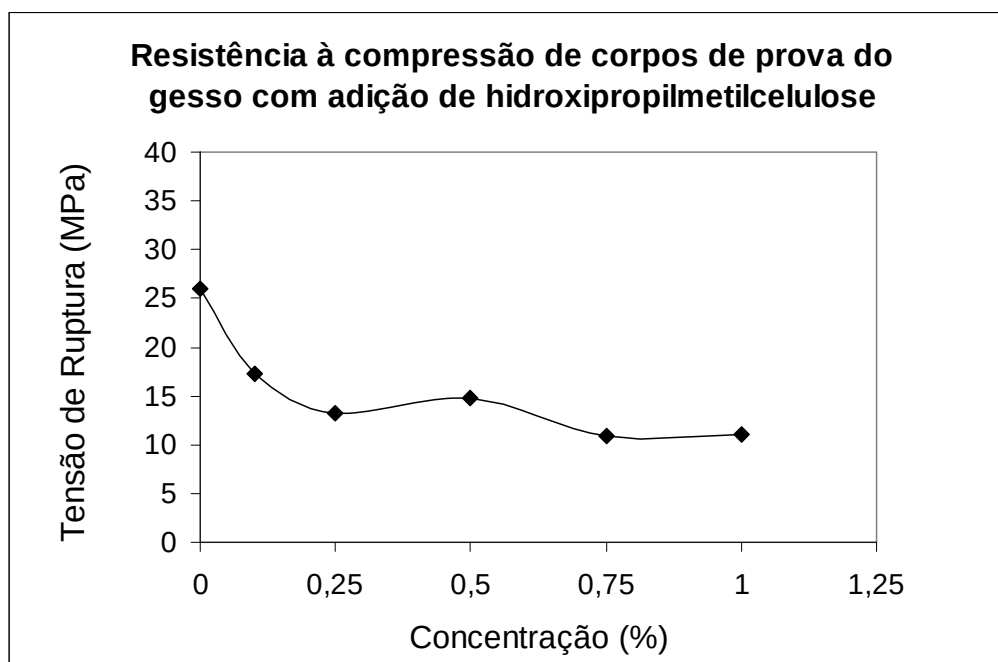


FIGURA 39 – Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição HPMC em concentrações acima de 0,1%.

Os resultados da FIGURA 39 mostram que houve uma diminuição na resistência mecânica dos corpos de prova, com o aumento da concentração do HPMC que caiu de 26 para, aproximadamente, 11MPa, com adição acima de 0,75%. Isto pode ter ocorrido, provavelmente, devido à diminuição na reação de hidratação do hemidrato explicada anteriormente. Outro fator que pode ter interferido nestes resultados de resistência mecânica foi o aumento observado na consistência da pasta com o aumento da concentração do aditivo; Como a pasta ficou mais consistente e não foi feito adensamento mecânico, ao ser moldada para a confecção dos corpos de prova, houve um favorecimento ao aprisionamento de bolhas de ar no interior dos corpos de prova, podendo ter contribuído para o seu enfraquecimento.

Os valores de resistência à compressão obtidos a partir dos corpos de prova preparados com a adição de hidroxipropilmetilcelulose estão apresentados na TABELA 16, em Apêndices.

4.4.2 - CMC:

Com a adição de 0,075% de CMC, foi necessário um tempo de aproximadamente 3 horas para desenformar os corpos de prova, isso ocorreu devido ao prolongamento provocado no tempo de pega. A pasta ficou com um aspecto “emborrachado” com o aumento da concentração deste aditivo.

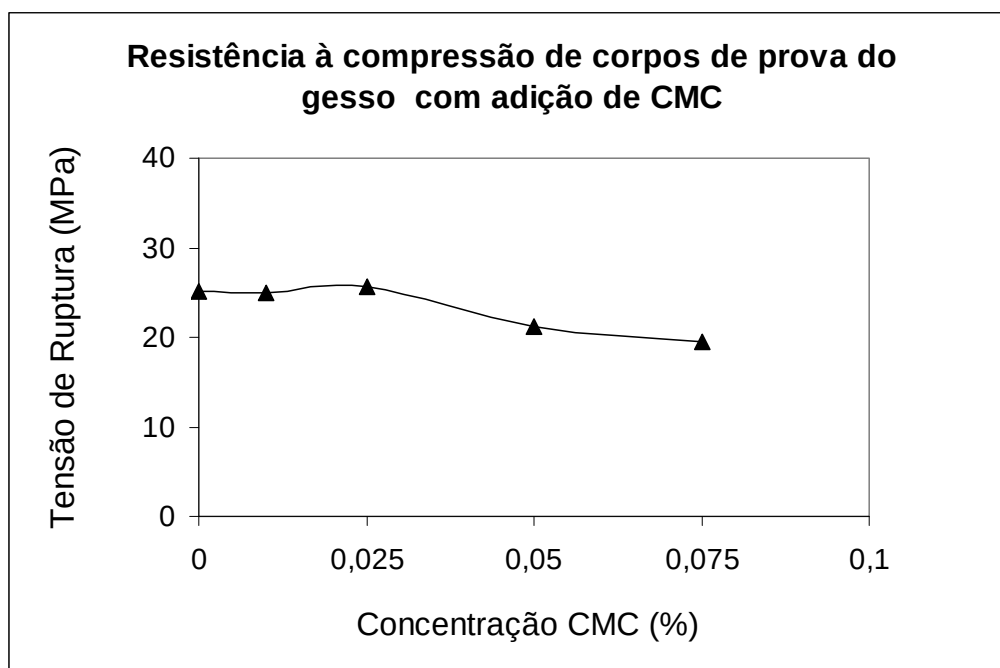


FIGURA 40 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de CMC em concentrações abaixo de 0,1%.

Os resultados mostrados na FIGURA 40 indicam a diminuição da resistência mecânica ocorrida com concentrações de aditivo acima de 0,05%. A resistência à compressão baixou de 25,2 para 19,4 MPa, com 1% de adição; o que pode ser explicado pela redução da reação de hidratação mencionada anteriormente e, também, pelo aumento no tempo de pega

provocado pelo aditivo nestas concentrações, interferindo na formação do cristal e, conseqüentemente, na sua resistência mecânica.

Os valores de resistência à compressão obtidos a partir dos corpos de prova preparados com adição de CMC de sódio estão apresentados na TABELA 17, em Apêndices.

4.4.3 - Celulose:

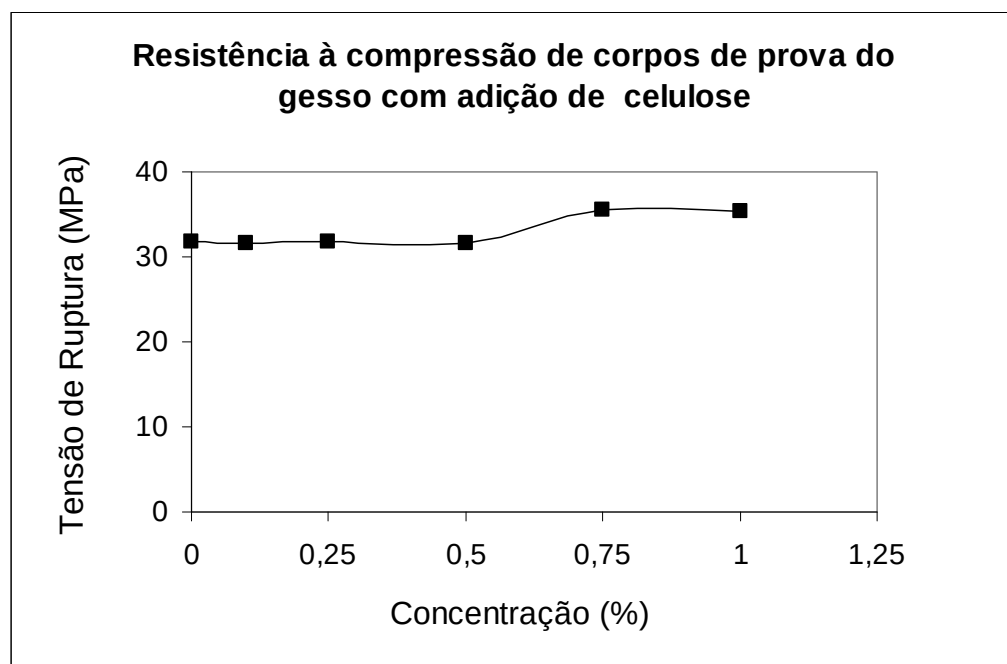


FIGURA 41 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de celulose em concentrações acima de 0,1%.

Na FIGURA 41, observa-se que, nas condições estudadas, não houve variação significativa na resistência à compressão do gesso com a adição de até 0,5% de celulose. Apenas nas concentrações acima de 0,75% foi observado um aumento na tensão de ruptura de aproximadamente 32 para 35MPa.

Os valores de resistência à compressão obtidos com adição de celulose estão apresentados na TABELA 18, em Apêndices.

4.4.4 - Dextrina:

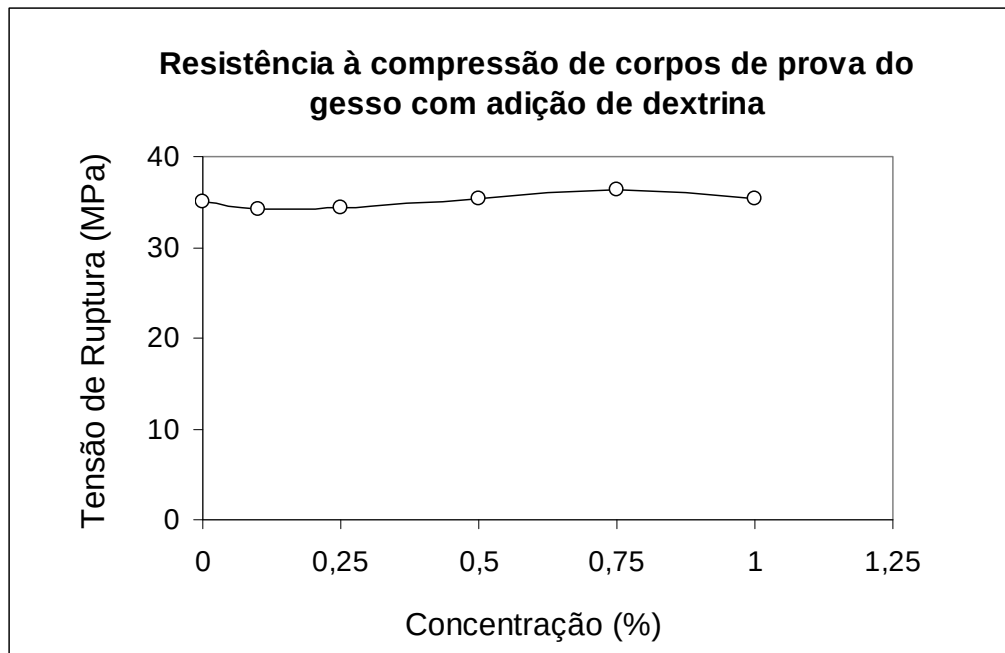


FIGURA 42 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de dextrina em concentrações acima de 0,1%.

Não foi observada alteração significativa na resistência à compressão com a adição de dextrina, nas concentrações estudadas (FIGURA 42). As tensões de ruptura variaram em torno de 1,0 MPa em relação à amostra de referência (sem aditivo).

Os valores da resistência à compressão obtidos a partir dos corpos de prova preparados com adição de dextrina estão apresentados na TABELA 19, em Apêndices.

4.4.5 - Amido:

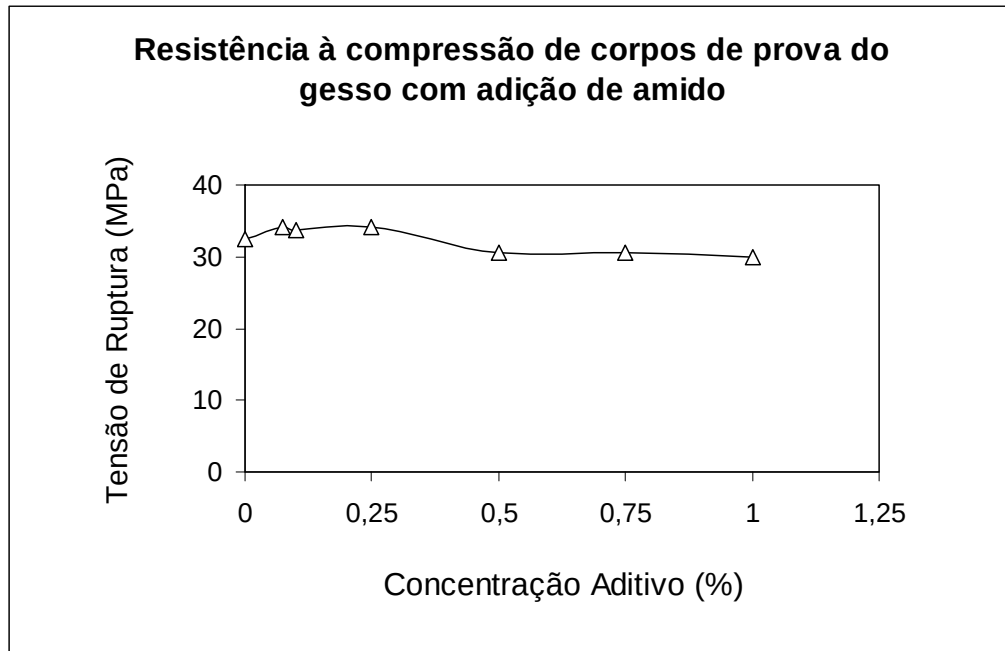


FIGURA 43 - Resistência à compressão do gesso (endurecido) com adição de amido de milho em concentrações abaixo de 1,0 %.

Não foi observada alteração significativa na resistência à compressão dos corpos de prova com a adição de amido, nas concentrações estudadas (FIGURA 43). As tensões de ruptura variaram em torno de 2,0 MPa em relação à amostra de referência.

Os valores da resistência à compressão obtidos a partir dos corpos de prova preparados com adição de amido estão apresentados na TABELA 20, em Apêndices.

4.4.6 – Influência da adição de polissacarídeos na resistência à compressão do gesso alfa – uma comparação:

A resistência mecânica do gesso no estado endurecido está diretamente associada às suas propriedades no estado fresco, porque estas podem exercer influência na formação do cristal. As condições utilizadas para preparação das pastas pode interferir no tamanho, formato, entrelaçamento dos cristais e porosidade da peça. A natureza dos aditivos também pode interferir nas propriedades do gesso, tanto em seu estado fresco como no estado endurecido, como já foi dito.

Dos polissacarídeos apresentados neste trabalho, os que apresentaram maior influência na resistência mecânica do gesso foram o CMC e o HPMC. Adições acima de 0,05% de CMC provocaram um longo prolongamento no tempo de indução, conseqüentemente, aumentou o tempo de pega e provocou a queda da resistência mecânica. O aumento da concentração de HPMC provocou o aumento a consistência da pasta, diminuiu a hidratação do hemidrato, aumentou a pega e diminuiu a resistência mecânica do gesso endurecido.

A celulose, o amido e a dextrina não apresentaram influências significativas na resistência mecânica do gesso. Também em outras propriedades da pasta no estado fresco.

4.5 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV):

4.5.1 – Amostra sem aditivo:

Amostras de corpos de prova confeccionados com o gesso e os aditivos em estudo, rompidos por compressão, foram analisados através da microscopia eletrônica de varredura e as imagens registradas da estrutura cristalina de cada um estão representadas a seguir.

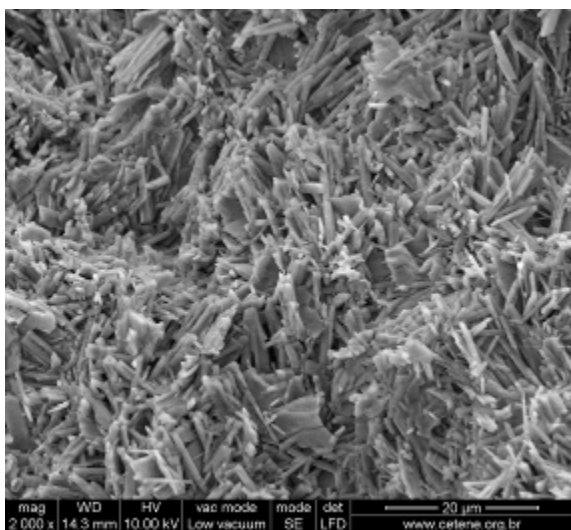


FIGURA 44 – Microestrutura do dihidrato sem aditivo (ampliação de 2.000 x).

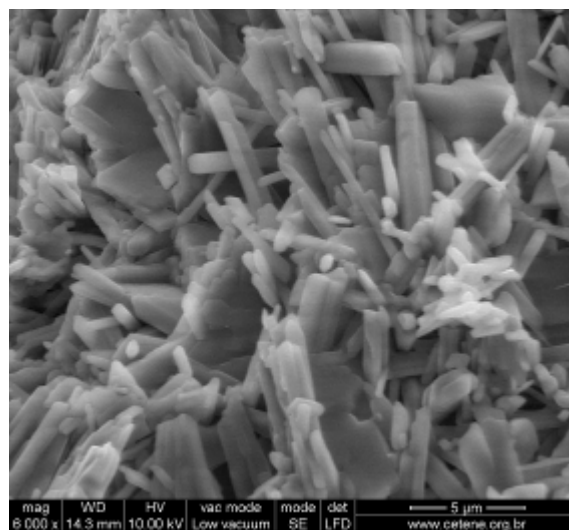


FIGURA 45 - Microestrutura do dihidrato sem aditivo (ampliação de 6.000 x).

As FIGURAS 44 e 45 apresentam a microestrutura do dihidrato formado sem a presença de aditivo. É possível observar os cristais entrelaçados em forma de agulhas; a presença de algumas placas e de espaços vazios entre os cristais, ocasionados pela perda do excesso de água de amassamento que é utilizada para obter condições de trabalhabilidade.

4.5.2 – HPMC (1%):

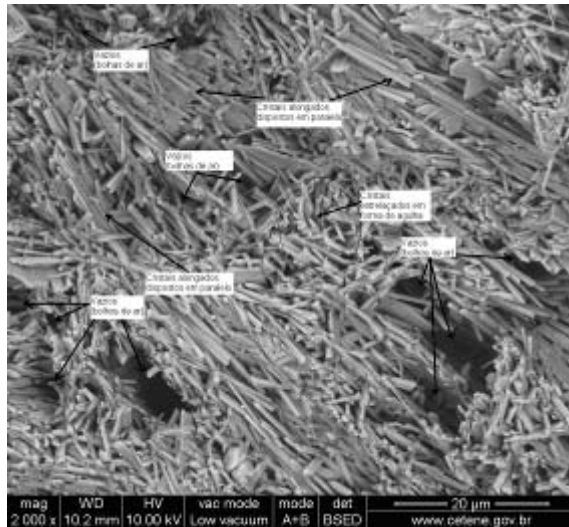


FIGURA 46 – Microestrutura do dihidrato com HPMC (1%) – (ampliação de 2.000x).

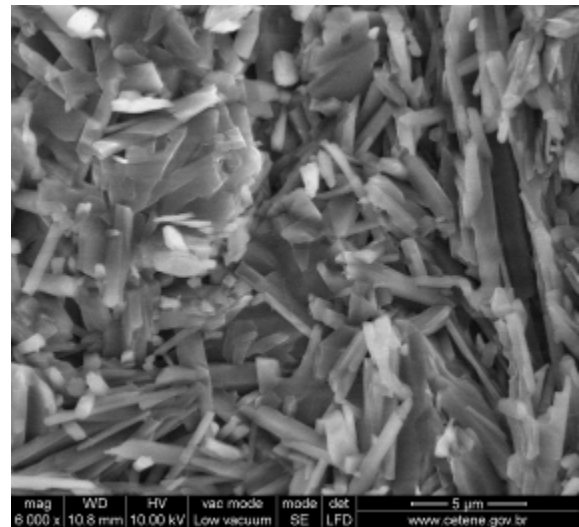


FIGURA 47 – Microestrutura do dihidrato com HPMC(1%) - (ampliação de 6.000x).

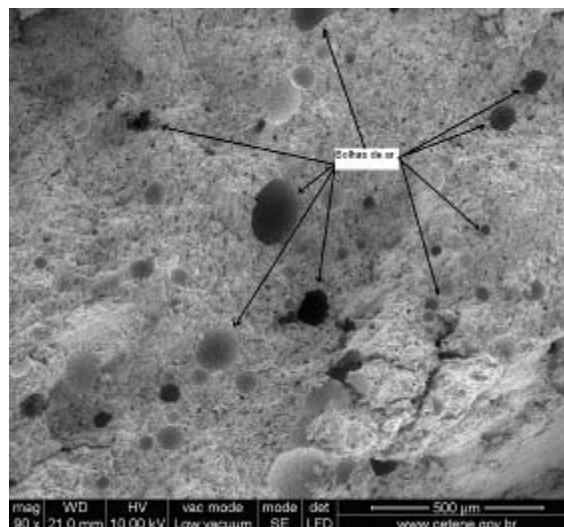


FIGURA 48 – Microestrutura do dihidrato com HPMC (1%) – (ampliação de 90x).

As FIGURAS 46 e 47 apresentam a microestrutura do dihidrato com adição de 1% de HPMC. Nesta micrografia é possível observar uma estrutura cristalina densa, com cristais bem definidos, em forma de agulhas, entrelaçados, mas, também, apresentando cristais

longos, característicos de crescimento com tempo de pega prolongado, formados paralelamente a outros e a presença de cristais grossos e placas, que, provavelmente, contribuem para a diminuição da resistência mecânica do corpo de prova.

A adição de HPMC provocou um aumento na consistência da pasta, sobretudo, naquelas com maiores concentrações do aditivo. Como os corpos de prova utilizados na análise microscópica foram confeccionados sem a utilização do adensamento por choque, o que favoreceu o aprisionamento de ar gerado durante a espatulação, dentro da pasta. A FIGURA 48 mostra claramente a presença de muitas bolhas de ar no corpo de prova analisado. Isto, provavelmente, contribuiu para o enfraquecimento do corpo de prova.

4.5.3 – CMC (0,025%):

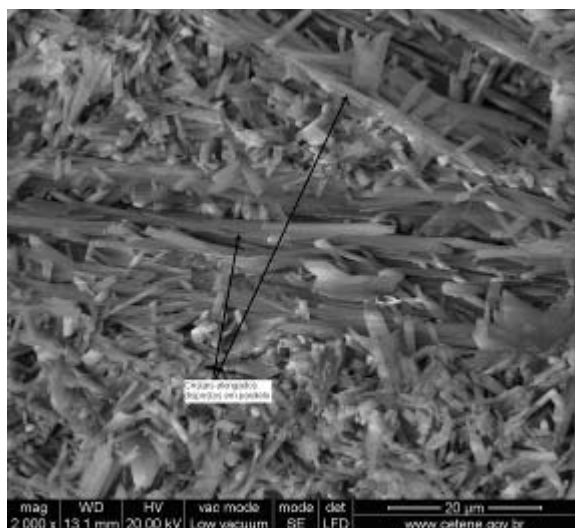


FIGURA 49 - Microestrutura do dihidrato com CMC (0,025%) – (ampliação 2.000 x).

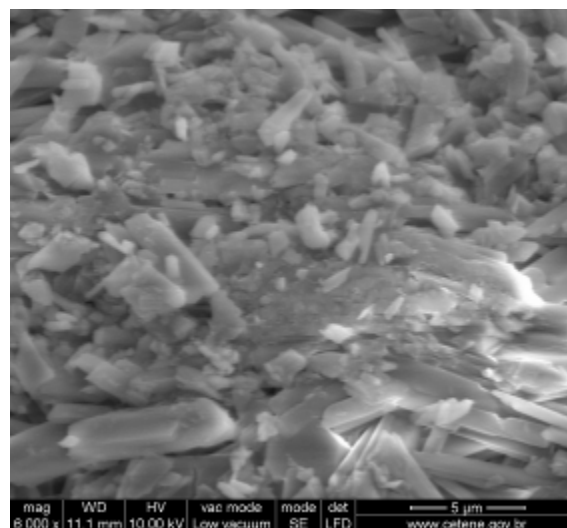


FIGURA 50 - Microestrutura do dihidrato com CMC(0,025%) – (ampliação 6.000 x).

Nas FIGURAS 49 e 50, é possível observar a modificação ocorrida na estrutura cristalina com a adição de 0,025% de CMC. A estrutura apresenta-se densa, aparentemente com menos vazios do que o corpo de prova de referência, com os cristais menores entrelaçados, mas também apresentando cristais longos paralelos uns aos outros, alguns cristais mal formados e a presença de placas, que podem prejudicar a resistência mecânica do corpo de prova.

4.5.4 – Celulose (1%):

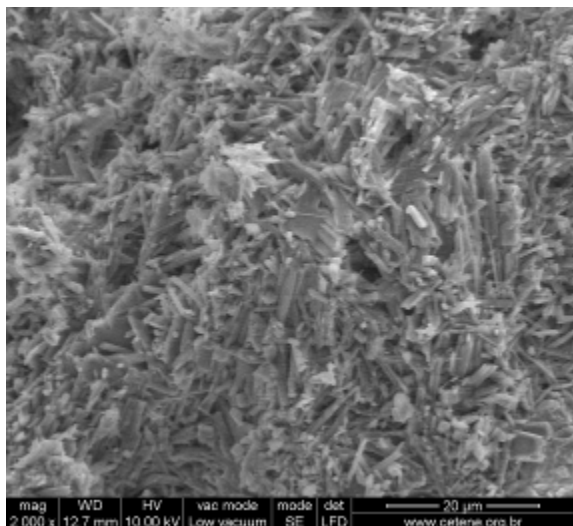


FIGURA 51 - Microestrutura do dihidrato com celulose (1%) – (ampliação de 2.000 x).

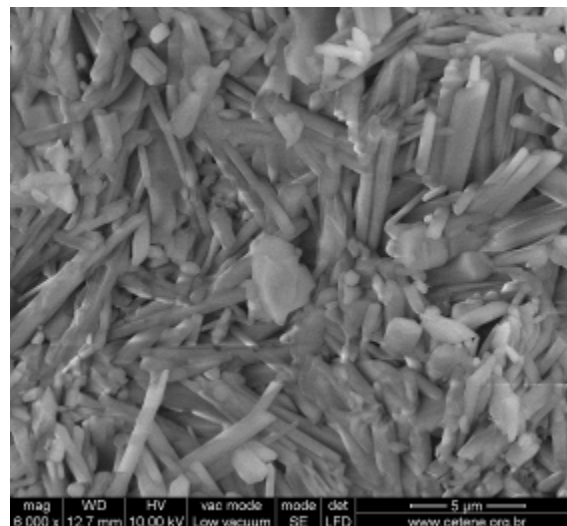


FIGURA 52 - Microestrutura do dihidrato com celulose (1%) – (ampliação de 6.000x).

As FIGURAS 51 e 52 apresentam a microestrutura do dihidrato com adição de 1% de celulose. Nesta micrografia é possível observar uma estrutura cristalina densa, com cristais bem definidos, em forma de agulhas, entrelaçados; Observou-se poucos vazios na amostra e a presença de cristais grossos e placas. Observa-se que a estrutura cristalina formada apresentou-se bem parecida com a da amostra original, sem aditivo.

4.5.5 – Dextrina (0,75%):

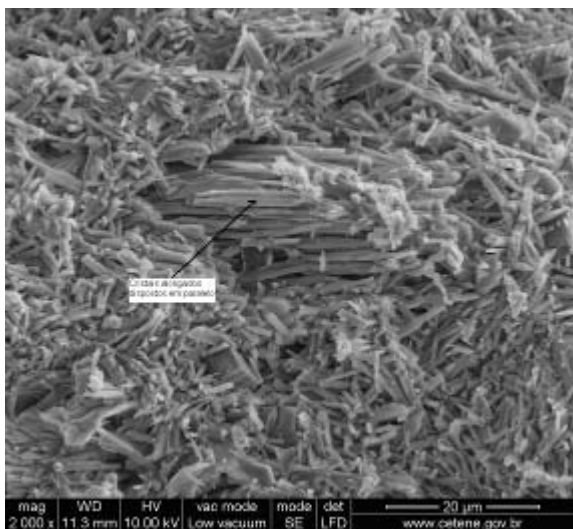


FIGURA 53 - Microestrutura do dihidrato com dextrina (0,75%) – (ampliação 2.000x)

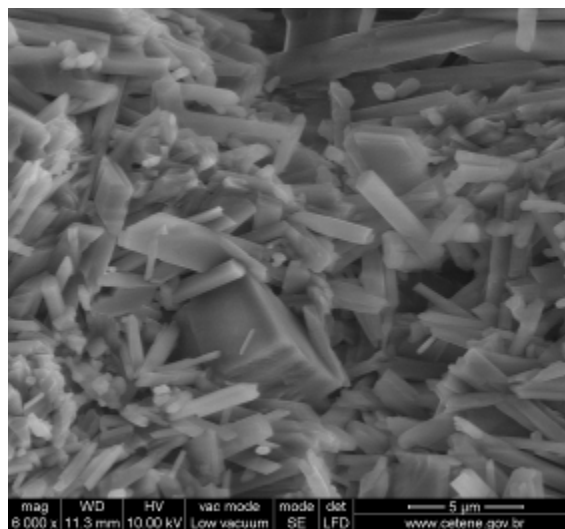


FIGURA 54 - Microestrutura do dihidrato com dextrina (0,75%) – (ampliação 6.000x).

As FIGURAS 53 e 54 apresentam a microestrutura do dihidrato com adição de dextrina (0,75%). A estrutura mostrou-se bastante densa, com cristais entrelaçados, porém também apresentou o desenvolvimento de cristais irregulares, placas e cristais mais longos crescidos em paralelo com outros cristais. Não foi observada diferença significativa em relação aos cristais formados sem aditivo.

A presença de cristais alongados está justificada pelo aumento no tempo de pega final observado.

4.5.6 – Amido (0,25%):

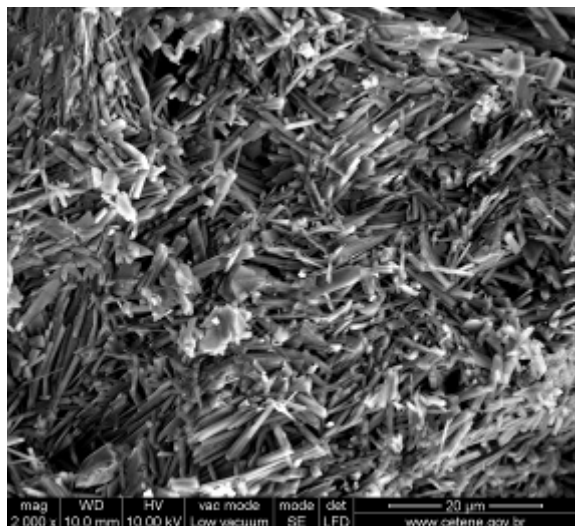


FIGURA 55 - Microestrutura do dihidrato com amido (0,25%) – (ampliação 2.000x).

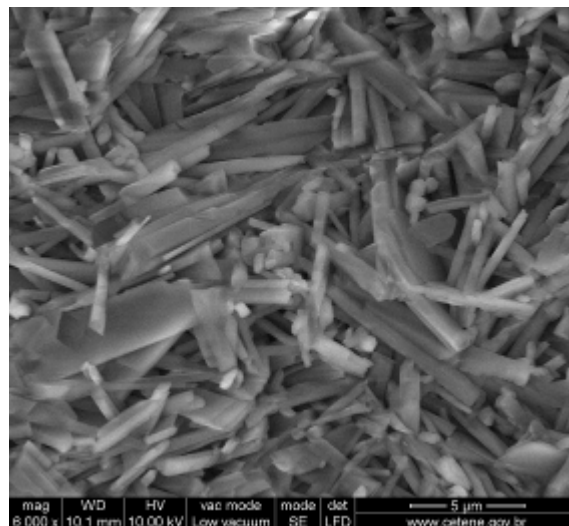


FIGURA 56 - Microestrutura do dihidrato com amido (0,25%) – (ampliação 6.000x).

As FIGURAS 55 e 56 apresentam a microestrutura do dihidrato formado com a adição de amido (0,25%). A estrutura apresentou-se bem parecida com a formada pelo dihidrato sem aditivo; há cristais entrelaçados e espaços vazios. Foi possível verificar, também, a presença de alguns cristais irregulares.

4.6 – CONSIDERAÇÕES FINAIS:

Através do MEV foi possível observar modificações provocadas pela adição dos polissacarídeos na formação dos cristais de dihidrato e associar às micrografias os resultados obtidos nos testes de resistência mecânica. A resistência mecânica do gesso não foi

significativamente alterada com adição de celulose, dextrina e amido assim como a estrutura cristalina do dihidrato.

Os efeitos observados nos testes de resistência à compressão com adição de HPMC e CMC estão de acordo com as modificações provocadas na estrutura cristalina das amostras preparadas em presença destes aditivos, tais como o alongamento dos cristais, a disposição dos cristais alongados em paralelo e menos entrelaçados; a presença de cristais mal formados e de placas.

O mecanismo de atuação desses aditivos no gesso ainda precisa ser melhor entendido. A variação nos resultados dos testes realizados com a adição do amido, da celulose e dos seus derivados, sugere que diferenças entre os polissacarídeos, tais como o peso molecular, o tamanho e configuração da cadeia, e a quantidade de substituições ocorridas em cada monômero influenciam na forma de atuação do aditivo, seja sobre a superfície do gesso (na hipótese de ocorrer a adsorção antes da dissolução do hemidrato) ou sobre a superfície do dihidrato (no caso da adsorção acontecer no início da formação do cristal) ou na viscosidade do meio (o que poderia dificultar o contato do hemidrato com a água). Todas essas hipóteses de atuação podem provocar modificações na pasta, no crescimento do cristal e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas do mesmo.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

5 – CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

Estudou-se a adição de polissacarídeos na tentativa de melhorar a trabalhabilidade do gesso sem perda da sua resistência mecânica. Contribuir para um melhor entendimento da influência desses aditivos no gesso α foi o objetivo específico.

5.1 - CONCLUSÕES

A celulose, o amido e a dextrina não apresentaram influências significativas nas propriedades da pasta no estado fresco, assim como na resistência mecânica do gesso. Isso foi comprovado através do MEV que não mostrou modificações significativas nos cristais em relação à micrografia do corpo de prova de referência.

O CMC e o HPMC provocaram modificações mais significativas nas propriedades físicas do gesso.

O HPMC aumentou a consistência da pasta, diminuiu a hidratação do hemidrato e aumentou o tempo de pega. Diminuiu a resistência mecânica do gesso endurecido de 26 para 11MPa, com 1% de adição.

Com apenas 0,025% de adição de CMC ocorreu o prolongamento do tempo de indução e aumento no tempo de pega inicial e final que passou de 4,2 e 6,7 para 4,7 e 10,2 minutos, respectivamente.

Adições acima de 0,05% de CMC provocaram um longo prolongamento no tempo de indução e, conseqüentemente, no aumento dos tempos de pega inicial e final, que chegaram a valores da ordem de 83 e 103,5 minutos, respectivamente e provocaram a queda da resistência mecânica de 25,2 para 19,5MPa (com 0,75% de adição). O efeito retardante mais intenso resultante da adição do CMC se deve à afinidade do grupo -COO^- do aditivo com os íons de cálcio presentes na superfície do cristal de gesso, com o qual forma um sal insolúvel que dificulta as etapas de dissolução e cristalização com conseqüente aumento do tempo de pega.

O aumento no tempo de pega propiciou a formação de cristais alongados que cresceram dispostos em paralelo uns com os outros e não entrelaçados. A diminuição da resistência mecânica resultante da adição de HPMC e CMC pode estar relacionada à formação destes cristais exibidos pelas micrografias obtidas no MEV.

5.2 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Trabalhar em um ambiente com a temperatura e a umidade relativa do ar sob controle. O gesso é um produto que apresenta a propriedade de absorver umidade do ambiente. Essa característica interfere diretamente nas respostas dos ensaios. Para evitar interferências provocadas pelas condições do ambiente em que a pesquisa está sendo desenvolvida, é interessante manter sob controle esses parâmetros.

CAPÍTULO VI

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALSADI, S.; COMBE, E.C.; CHENG, Y-S. Properties of gypsum with the addition of gum arabic and calcium hydroxide. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, Minneapolis, v.76, n.5, p.530-534, nov. 1996.
- AMERICAN NATIONAL STANDARDS. **Dental gypsum products: specification** n. 25. Chicago: American Dental Association Institute, [1987].
- ANTUNES, R.P.do N. **Estudo da influência da cal hidratada nas pastas de gesso**. 1999. 145 f. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 1999.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **MB-3469: gesso para construção: determinação das propriedades físicas da pasta**. Brasília, DF, 1991. 3p.
- BADENS, E.; VEESLER, S.; BOISTELLE, R. Crystallization of gypsum from hemihydrate in presence of additives. **Journal of Crystal Growth**, Marseille, v. 198-199, part 1, p. 704-709, mar. 1999.

- BALTAR, C.A.M.; BASTOS, F.F.; LUZ, A.B.da. Diagnóstico do pólo gesseiro de Pernambuco (Brasil) com ênfase na produção de gipsita para fabricação de cimento. In: JORNADAS IBEROAMERICANAS DE MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN, 4., 2004, Honduras. **Anais...** Madrid: Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, 2004.
- BALTAR, C.A.M.; BASTOS, F. de F.; LUZ, A.B.da. Gipsita. In: LUZ, A.B.; LINS, F.F. (ed.). **Rochas & Minerais Industriais**. 2ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2009. v.1, p. 505-526.
- BALTAR, C.A.M.; BASTOS, F.F.; LUZ, A.B. Minería y calcinación en el polo yesero de Pernambuco (Brasil). **Boletín geológico y minero**, Madrid, v.117, n.4, p.695-702, oct-dic. 2006.
- BALTAR, C.A.M. **Flotação no Tratamento de Minérios**. Recife: UFPE/Departamento de Engenharia de Minas, 2008. cap. 6, p.134-160.
- BORGES, L.E.P. et al. Caracterização mineralógica/cristalográfica da gipsita do Araripe. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 41., 2002, João Pessoa. **Anais...** João Pessoa: Sociedade Brasileira de Geologia, 2002. p.184.
- CARBOIDRATO. Disponível em: <<http://pt.wikipedia.org/wiki/carboidrato>>. Acesso em: 21 fev. 2008.

- CASEMIRO, L.A.; HAMIDA, H.M.; PANZERI, H.; PIRES-DE-SOUZA, F. de C. Materiais para modelagem: avaliação dos tempos de presa, das resistências à tração e compressão e das partículas (MEV). **Revista Odonto Ciência**, Porto Alegre, v.21, n.53, jul./set. 2006.
- CELULOSE. Disponível em: <<http://pt.wikipedia.org/wiki/Celulose>>. Acesso em: 19 mar. 2008.
- CINCOTTO, M.A.; SILVA, M.A. C.; CARASEK, H. Argamassas de revestimentos: características, propriedades e métodos de ensaio. São Paulo: IPT, 1995.
- CLIFTON, J.R. Some aspects of the setting and hardening of gypsum plaster. **Technical Note, 755**. Gaithersburg: National Bureau of Standards, 1973.
- ÇOLAK, A. Physical and mechanical properties of polymer-plaster composites. **Materials Letters**, Istanbul, v. 60, p.1977-1982, 2006.
- DOMÍNGUEZ, L.V.; SANTOS, A.G. **Manual del yeso**. Madrid: Asociación Técnica y Empresarial del Yeso -ATEDT, 2001. p.67.
- DOW CHEMICAL COMPANY. Methocel building materials – resource center. Disponível em :<<http://www.dow.com/methocel/build/resource/chem.htm>>. Acesso em: 13/03/2009.

- HENAO, A.H. **Influência dos aditivos retardadores de pega na hidratação do hemidrato β natural**. 1997. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.
- HENAO, A.H.; CINCOTTO, M.A., **Seleção de substâncias retardadoras do tempo de pega do gesso de construção**. São Paulo: Escola Politécnica, USP, 1997. (Boletim Técnico).
- HINCAPIE, A. M.; CINCOTTO, M.A. . Efeito de retardadores de pega no mecanismo de hidratação e na microestrutura do gesso de construção. **Ambiente Construído**, São Paulo, v.1, p. 7-16, jul./dez. 1997.
- KARNI, J.; KARNI, E. Gypsum in construction: origin and properties. **Materials and Structure**, Praha, n. 28, p. 92-100, 1995.
- LEINFELDER, Karl F.; LEMONF, Jack E. **Clínica Restauradora: materiais e técnicas**. São Paulo: Santos, 1989. 380p.
- LÓPEZ, M.M. Influencia de los aditivos em las características específicas de las formulaciones base yeso. In: GYPSUM FAIR97, 1997, Olinda. **Anais...** Olinda: FINEP/Sectma, Itep, 1997.
- LUDWIG, U.; SINGH, N. Effect of temperature and methylcellulose on the hydratation of gypsum β hemihydrate. **IL Cemento**, Milano, n.1, p.39-50, 1979.

- LUZ, A.B. da; BALTAR, C.A.M.; FREITAS, E.J.G. de; SILVA, A.P. Mineração São Jorge: gesso. In: SAMPAIO, J.A.; LUZ, A.B.; LINS, F.F. (ed.). **Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2001. p. 241-249.
- LYRA SOBRINHO, A.C.P. de; AMARAL, A.J.R. do; DANTAS, J.O.C.; DANTAS, J.R.A. **Balanço Mineral Brasileiro**. Brasília: DNPM, 2001. p.1-22. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br/mostra_arquivo.asp?IDBancoArquivoArquivo=361>. Acesso em: 15 jan. 2007.
- LYRA SOBRINHO, A.C.P.; AMARAL, A.J.R. do; DANTAS, J.O.C. Gipsita. In: BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. **Sumário Mineral**. Brasília: DIDEM, 2008. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br/conteudo.asp?IDSecao=68&IDPagina=1165>>. Acesso em: 04 mar. 2009.
- MORRISON, R.T.; BOYD, R.N. **Química orgânica**. 7. ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian. 1982.
- PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. Técnicas de análise micro estrutural. São Paulo: Hemus, 2004. 190p.
- PERES, L.; BENACHOUR, M.; SANTOS, V. A. dos. **O gesso: produção e utilização na construção civil**. Recife: Sebrae, 2008. 119 p.

- PHILLIPS, Ralph. Materiais dentários de Skinner. Tradução Dioracy Fonterrada Vieira. 8. ed. Rio de Janeiro: Interamericana. 1984. 466p.
- REGUEIRO, M. y G-B; LOMBARDERO, M.B. **Innovaciones e avances en el sector de lãs rocas y minerales industriales**. Madrid: Ilustre Colégio Oficial de Geólogos de Espanha, 1997. p. 67-68.
- RHODES, M.K., The effects of the physical variables of carboxymethylcellulose reagentes on the depression of magnesia bearing minerals in Western Australian nickel sulphide ores. Developments in Mineral Processing. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESING CONGRESS, 13., 1979, Warsaw. **Proceeding...** Warsaw, 1979. p. 346-366.
- RIDGE, M.J.; BOELL, G.R. **J. Appl. Chem.** Lond. 12 (1962) 521. In: ÇOLAK, A. Phisical and mechanical properties of polymer-plaster composites. **Materials Letters**, Istanbul, v. 60, p.1977-1982, 2006.
- RIDGE, M.J. Effect of temperature on the rate of setting of gypsum plater. **Nature**, London, v.184, n.47, p.47-48, 1959.
- SANAD, M.E.E.; COMBE, E. C; GRANT, A. A. The use of additives to improve the mechanical properties of gypsum products. **J Dent Res.**, Washington, v.61, n.6, p.808-810, jun. 1982.

- SOLOMONS, T.W. Graham. **Química Orgânica**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1986. v.3, p.1048.
- SOUZA, Karina A. de F. D. de; NEVES, Valdir Augusto. **Experimentos de bioquímica: polissacarídeos**. Disponível em: <://www.fcfar.unesp.br/alimentos/bioquimica/introdução-carboidratos/polissacarídeos.htm->. Acesso em: 18 jan. 2009.
- TELES, C.; MENEGAT, D.; CIBILS, E. **Espessantes**. Disponível em: <<http://www.ufrgs.br/Alimentus/ped/seminarios/2004/espessantes.doc>>. Acesso em: 15 fev. 2009.
- ZACCARON, C.M. **Blendas de hidroximetilpropilcelulose/poli(1-vinilpirrolidona-co-acetato de vinila) ou alginato de sódio: miscibilidade, propriedades mecânicas e estabilidade térmica**. 2005. 82f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2005.

APÊNDICES

APÊNDICES:

TABELA 1 – Influência da adição de hidroxipropilmetilcelulose na consistência da pasta de gesso.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	24
0,1	23
0,25	22
0,5	21
0,75	21
1	18

TABELA 2 - Influência da adição de carboximetilcelulose de sódio na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 0,1 %.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	20
0,01	18
0,025	18
0,05	18
0,075	20
0,1	23

TABELA 3 - Influência da adição de celulose na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 0,1 %.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	17
0,01	16
0,025	17
0,05	16
0,075	17
0,1	15

TABELA 4 - Influência da adição de celulose na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 1 %.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	17
0,1	15
0,25	16
0,5	16
0,75	15
1,0	14

TABELA 5 - Influência da adição de dextrina na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 2 %.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	17
0,1	16
0,25	16
0,5	16
0,75	16
1,0	18
2,0	18

TABELA 6 - Influência da adição de amido de milho na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 0,1%.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	22
0,01	22
0,025	21
0,05	21
0,075	21
0,1	22

TABELA 7 - Influência da adição de amido de milho na consistência da pasta de gesso, em concentrações abaixo de 2%.

Concentração (%)	Penetração da Sonda Cônica (média) - (mm)
0	21
0,1	22
0,25	20
0,5	21
0,75	20
1,0	21
2,0	23

TABELA 8 – Tempo de pega do gesso com adição de hidroxipropilmetilcelulose.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	4,50	7,00
0,1	6,30	10,80
0,25	6,30	10,50
0,5	6,40	9,90
0,75	6,50	10,25
1,0	-	11,50

TABELA 9 – Tempo de pega do gesso com adição de carboximetilcelulose de sódio.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	4,25	6,75
0,1	4,25	8,50
0,25	4,75	10,25
0,5	12,75	19,00
0,75	25,75	35,00
1,0	83,00	103,50

TABELA 10 – Tempo de pega do gesso com adição de celulose, em concentrações abaixo de 0,1%.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	4,13	7,00
0,01	4,13	6,75
0,025	4,13	6,75
0,05	4,50	7,00
0,075	4,25	7,13
0,1	4,25	7,00

TABELA 11 - Tempo de pega do gesso com adição de celulose micronizada, em concentrações acima de 0,1%.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	4,13	7,00
0,1	4,25	7,00
0,25	4,25	8,00
0,5	4,75	8,00
0,75	4,50	8,00
1,0	4,75	9, 50

TABELA 12 – Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações abaixo de 0,1%.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	4,25	7,00
0,01	4,38	7,00
0,025	4,50	7,50
0,05	4,38	7,25
0,075	4,50	7,75
0,1	4,63	7,63

TABELA 13 - Tempo de pega do gesso com adição de dextrina em concentrações abaixo de 1,0%.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	4,25	7,00
0,1	4,63	7,63
0,25	4,63	9,00
0,5	4,75	9,00
0,75	5,00	9,50
1,0	5,13	8,75

TABELA 14 – Tempo de pega do gesso com adição de amido de milho em concentrações abaixo de 0,1%.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	3,63	6,88
0,01	3,75	7,75
0,025	3,88	7,75
0,05	3,75	7,63
0,075	3,75	8,00
0,1	3,75	8,38

TABELA 15 – Tempo de pega do gesso com adição de amido de milho em concentrações abaixo de 1,0%.

Concentração (%)	Tempo de Pega (min)	
	Inicial	Final
0	3,63	6,88
0,1	3,75	8,38
0,25	3,75	8,50
0,5	3,75	8,25
0,75	3,75	8,25
1,0	3,50	7,75

TABELA 16– Resistência à compressão do gesso com adição de hidroxipropilmetilcelulose em concentrações abaixo de 1%.

Concentração (%)	Tensão de Ruptura (média) (MPa)
0	26,04
0,1	17,21
0,25	13,25
0,5	14,76
0,75	10,92
1,0	11,07

TABELA 17 – Resistência à compressão do gesso com adição de carboximetilcelulose de sódio em concentrações abaixo de 0,1%.

Concentração (%)	Tensão de Ruptura (média) (MPa)
0	25,20
0,01	24,96
0,025	25,59
0,05	21,23
0,075	19,47
0,1	-

TABELA 18 - Resistência à compressão do gesso com adição de celulose em concentrações abaixo de 1%.

Concentração (%)	Tensão de Ruptura (média) (MPa)
0	31,87
0,1	31,57
0,25	31,76
0,5	31,63
0,75	35,46
1,0	35,30

TABELA 19 - Resistência à compressão do gesso com adição de dextrina em concentrações abaixo de 1,0%.

Concentração (%)	Tensão de Ruptura (média) (MPa)
0	35,08
0,1	34,29
0,25	34,32
0,5	35,33
0,75	36,33
1,0	35,32

TABELA 20 - Resistência à compressão do gesso com adição de amido de milho em concentrações abaixo de 1,0%.

Concentração (%)	Tensão de Ruptura (média) (MPa)
0	32,47
0,075	34,22
0,1	33,82
0,25	34,18
0,5	30,59
0,75	30,63
1,0	30,02