

Normatização de ensaios de caracterização tecnológica para rochas aglomeradas

Standardization of technological tests for agglomerated stones

Abiliane de Andrade Pazeto

Bolsista PCI, Tecnóloga em Rochas Ornamentais, D.Sc.

Francisco Wilson Hollanda Vidal

Supervisor, Engenheiro de Minas, D.Sc.

Resumo

O emprego das rochas aglomeradas na construção civil cresce a cada ano, o que torna fundamental a realização de ensaios de caracterização tecnológica para embasar seu correto uso. Como no Brasil ainda não existem metodologias de ensaios específicas para esses materiais, o Núcleo Regional do Espírito Santo vem desenvolvendo um estudo pré-normativo, no intuito de submeter futuramente à ABNT propostas de normas de caracterização tecnológica para rochas aglomeradas. O objetivo deste trabalho foi realizar ensaios de índices físicos, resistência à flexão e resistência química com base no pacote de normas europeu 14617 e estimar a incerteza da medição desses ensaios. Foram calculadas as incertezas padrão, bem como as incertezas combinadas e expandida utilizando fator de abrangência para níveis de confiança de 95%. Com exceção do ensaio de resistência química, que será repetido numa nova abordagem, os resultados mostraram incertezas expandidas com valores bastante baixos em relação às médias de cada ensaio, validando a metodologia utilizada.

Palavras chave: rochas aglomeradas, caracterização tecnológica, incerteza da medição.

Abstract

The use of agglomerated stones in civil construction grows every year, which makes it essential performing technological characterization tests to support its correct use. As there are no specific standards test for these materials in Brazil, the Regional Nucleus of Espírito Santo has been developing a pre-normative study, in order to propose to ABNT standards for technological characterization of agglomerated stones in the future. The objective of this study was to perform physical indices, flexural strength and chemical resistance tests based on the European standard 14617 and estimate their uncertainty measurement. The standard uncertainties of each test were calculated as well as the combined and expanded uncertainties using a coverage factor for a 95% confidence level. Excepting the chemical resistance test, which will be repeated using a different approach, the results showed expanded uncertainties with very low values in relation to the mean of each test, validating the methodology used.

Key words: agglomerated stones, technological characterization, uncertainty measurement.

1. Introdução

As rochas aglomeradas, ou rochas artificiais como denominadas comercialmente, tornaram-se a principal concorrente das rochas naturais no acabamento de obras civis. Como reflexo da grande aceitação comercial e do aumento na demanda, em 2018 as importações brasileiras de aglomerados somaram US\$ 44,5 milhões e 64 mil toneladas, ultrapassando as importações de rochas naturais (CHIODI FILHO, 2019). Além disso, o Brasil já possui duas fábricas nacionais de rochas aglomeradas e o país passou a exportar o produto.

Como materiais de construção, torna-se imprescindível a realização de ensaios de caracterização tecnológica a fim de conhecer suas propriedades físico-mecânicas e químicas, além de comprovar se as mesmas atendem ao desempenho necessário em serviço. Dado o fato de a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) ainda não dispor de metodologias de ensaios específicas para rochas aglomeradas, o Núcleo Regional do Espírito Santo (NRES/CETEM) vem desenvolvendo um estudo pré-normativo com base no pacote de normas europeu EN 14617, no intuito de submeter futuramente à ABNT propostas de normas de caracterização tecnológica para esses materiais.

A realização de um estudo pré-normativo pressupõe um memorial de cálculo de incerteza da medição. Isso porque em todo ensaio ou medição existe um erro, mesmo que mínimo. Este erro corresponde à diferença entre o valor medido e o valor verdadeiro, que é desconhecido. Os erros surgem devido a imperfeições nos meios de medição ou imperfeições na caracterização do mensurando, e ainda devido às grandezas de influência externa. Por sua vez, a incerteza da medição é um parâmetro não negativo que, baseado nas informações experimentais, caracteriza a faixa de dispersão dos valores atribuídos ao mensurando (VIM, 2012). Como um resultado de medição nada mais é do que meramente uma estimativa do valor verdadeiro do mensurando, a incerteza torna-se necessária para expressar o grau de dúvida associado ao resultado da medição. Calcular essa incerteza é essencial para validar um ensaio, principalmente quando se trata de um estudo pré-normativo, pois é ela que permite conhecer se os intervalos dos resultados dos ensaios são aceitáveis, bem como se a metodologia utilizada é confiável.

Adicionalmente, apresentar o resultado de um ensaio acompanhado da incerteza de medição torna-se um diferencial competitivo, pois o cliente tende a buscar o laboratório que tenha melhor qualidade na sua medida e, portanto, a menor incerteza (REDE METROLÓGICA RS, 2013).

2. Objetivo

Realizar, com base no pacote de normas europeu EN 14617, ensaios de densidade aparente, absorção d'água, resistência à flexão e resistência química, estimar a incerteza da medição desses ensaios e sugerir adaptações na metodologia a fim de desenvolver normas brasileiras específicas para rochas aglomeradas.

3. Material e Métodos

Os ensaios de caracterização tecnológica foram realizados no Laboratório de Caracterização Tecnológica de Rochas Ornamentais – LABRO/NRES. Utilizaram-se duas rochas aglomeradas produzidas no norte do estado do Espírito Santo, comercialmente denominadas Branco Aldan e Branco Galaxy (Figura 1). Ambas são compostas por quartzo em uma ampla faixa granulométrica e resina poliéster como aglutinante.

Quando se trata de estudo experimental sem dados anteriores, como o caso deste trabalho, a literatura estatística indica um tamanho de amostra de $n > 30$ (TRIOLOLA, 1999), o que foi adotado para todos os ensaios.

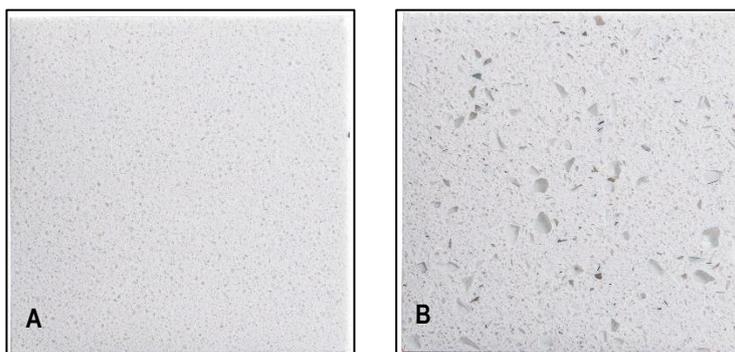


Figura 1. Rochas aglomeradas estudadas: (A) Branco Aldan e (B) Branco Galaxy.

A determinação da densidade aparente e absorção d'água dos materiais foi realizada com 35 corpos de prova em uma balança Marte Científica, modelo AD 2000, seguindo a norma EN 14617-1 (AENOR, 2013). Por uma questão de disponibilidade de amostras, as dimensões dos corpos de prova utilizados foram de 50x50x30 mm, ao invés dos 100x100x10 mm especificados pela norma.

O ensaio de resistência à flexão seguiu as diretrizes da EN 14617-2 (AENOR, 2008). Utilizaram-se 45 corpos de prova nas dimensões de 200x50x30 mm. O ensaio foi executado numa prensa hidráulica Forney, modelo F-502F-CPILOT, com capacidade de 50 kN e taxa de carregamento de 0,25 MPa/s.

Para a determinação da resistência química utilizaram-se 50 placas de 120 x 120mm, as quais foram expostas a soluções aquosas de hidróxido de potássio (NaOH, 50% v/v) e ácido clorídrico (HCl, 50% v/v) por 1 e 8h de acordo com a norma EN 14617-10 (AENOR, 2012). O brilho da superfície das amostras foi medido antes e após o ataque químico com um medidor de brilho e cor marca BYK, modelo Spectro-guide, em um ângulo de incidência de 60°.

A estimativa da incerteza da medição dos ensaios seguiu os cálculos do Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (INMETRO, 2012). As incertezas padrão $u(x)$ correspondentes às medições são classificadas como "Tipo A", enquanto as associadas à calibração dos equipamentos e instrumentos como "Tipo B". O método de avaliação "tipo A" foi caracterizado pela realização de repetidas medições (n) e pelo cálculo do desvio padrão experimental (s) dos resultados obtidos (Equação 1):

$$u(x) = s(\bar{x}) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

Já para o método do "tipo B" foi necessário utilizar as incertezas expandidas (U_p) que se encontram nos certificados de calibração, transformando-as em incerteza padrão $u(x_i)$ (Equação 2), onde k representa o fator de abrangência usado como multiplicador da incerteza padrão.

$$u(x_i) = \frac{U_p}{k} \quad (2)$$

A incerteza combinada (u_c) (Equação 3) corresponde ao somatório dos produtos entre as incertezas padrão $u(x_i)$ tipo A e B e seus respectivos coeficientes de sensibilidade (c_i). Cada produto é denominado contribuição da incerteza (u_i). Os coeficientes de sensibilidade são obtidos através das derivadas parciais do mensurando (y) em relação a cada variável das equações de medição dos ensaios. Por fim, obteve-se a incerteza expandida (U) (Equação 4) aplicando um fator de abrangência $k=2$ para um nível de 95% de confiança.

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 u^2(x)} = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2(y)} \quad (3)$$

$$U = k u_c \quad (4)$$

4. Resultados e Discussão

A Tabela 1 sumariza os resultados dos ensaios de caracterização tecnológica para as duas rochas aglomeradas estudadas. De forma geral, todos os ensaios apresentaram bons resultados, com amplitude de valores semelhantes a outras rochas aglomeradas consultadas no mercado (COSENTINO, 2018).

Tabela 1. Resultados dos ensaios de caracterização tecnológica para as rochas estudadas.

	Branco Aldan		Branco Galaxy	
	\bar{x}	s	\bar{x}	s
Densidade (kg/m ³)	2409	1,08	2375	1,35
Absorção d'água (%)	0,05	0,01	0,06	0,01
Resistência à flexão (MPa)	56,3	2,55	41,3	3,22
Resistência química ($\Delta\%$)				
HCl (1h)	13,5	3,78	9,5	4,21
NaOH (1h)	6,5	2,04	11,5	4,24
HCl (8h)	22,7	4,39	13,1	3,89
NaOH (8h)	9,8	3,17	15,5	5,95

\bar{x} - média; **s**- desvio padrão.

Em relação aos ensaios de densidade e absorção d'água, mesmo usando corpos de prova com dimensões distintas das recomendadas pela norma, os valores obtidos estão consoantes com os encontrados por Pazeto & Vidal (2018), inclusive para o desvio padrão. Por sua vez, a considerável dispersão nos resultados de variação de brilho após ataque químico pode refletir tanto a heterogeneidade intrínseca do material, principalmente para o Branco Galaxy, quanto uma lacuna do método de medição do brilho. Conforme a norma, as medidas antes e após o ensaio são feitas numa área e não em pontos específicos, ficando sujeitas à imprecisão.

A Tabela 2 apresenta o resultado completo da medição de cada ensaio, enquanto as Figuras 2 a 6 ilustram as contribuições de cada variável para a estimativa da incerteza. Com exceção do ensaio de resistência química, observa-se que as incertezas expandidas apresentaram valores baixos em relação às médias de todos os ensaios, o que aponta para a confiabilidade da metodologia europeia utilizada, e o potencial para embasar o desenvolvimento das normas brasileiras para rochas aglomeradas.

Tabela 2. Resultado da medição dos ensaios de caracterização tecnológica.

	Branco Aldan			Branco Galaxy		
	\bar{x}	$\pm U$	k	\bar{x}	$\pm U$	k
Densidade (kg/m ³)	2409	0,51	2,02	2375	0,58	2,03
Absorção d'água (%)	0,05	0,007	2,01	0,06	0,007	2,01
Resistência à Flexão (MPa)	56,3	1,16	2,01	41,3	1,48	2,01
Resistência Química (%)						
HCl (1h)	13,5	3,0	2,00	9,5	2,9	2,00
NaOH (1h)	6,5	2,6	2,00	11,5	2,9	2,00
HCl (8h)	22,7	3,5	2,00	13,1	2,9	2,00
NaOH (8h)	9,8	2,8	2,00	15,5	3,4	2,02

\bar{x} - média, U - incerteza expandida, k - fator de abrangência

Nas incertezas do ensaio de densidade (Figura 1), observa-se que a repetibilidade da própria densidade (ρ) foi a que mais contribuiu para o valor da incerteza combinada, pois envolve a relação das três massas, as quais refletem a variabilidade natural das rochas estudadas. Mesmo utilizando o mesmo equipamento, e envolvendo duas grandezas iguais (massas seca e saturada), a balança contribuiu mais para a incerteza do ensaio de absorção d'água (Figura 3) devido às derivadas parciais para o cálculo das contribuições serem distintas para esses ensaios.

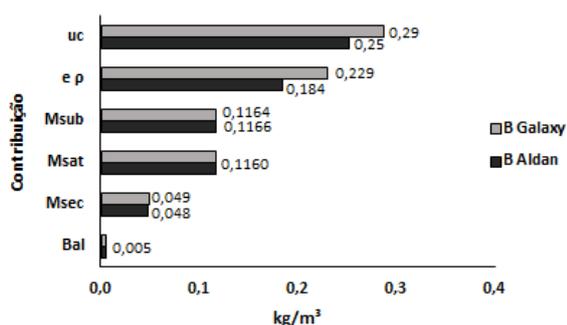


Figura 2. Contribuições para a incerteza do ensaio de densidade: **Bal**- Balança, **Msec**- massa seca, **Msat**- massa saturada, **Msub**- massa submersa; **eρ**- repetibilidade densidade e **uc**- incerteza combinada.

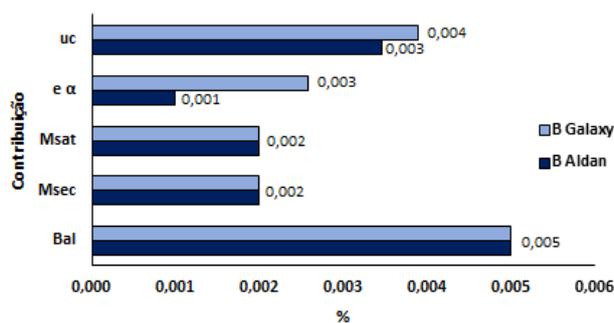


Figura 3. Contribuições para a incerteza do ensaio de absorção d'água: **Bal**- Balança, **Msec**- massa seca, **Msat**- massa saturada, **eα** - repetibilidade absorção d'água e **uc**- incerteza combinada.

Quanto ao ensaio de resistência à flexão (Figura 4), claramente a maior contribuição vem da repetibilidade das cargas de ruptura dos corpos de prova (F). A norma do ensaio indica uma taxa de carregamento constante de 0,25 MPa/s, no entanto a máquina de ensaio não é automática, sendo esse controle de carga efetuado com uma válvula manual. Assim, mesmo que a máquina por si só apresente incertezas baixas (Maq), a mão do operador influenciará no resultado final. A variabilidade intrínseca das amostras também influencia na dispersão dos valores.

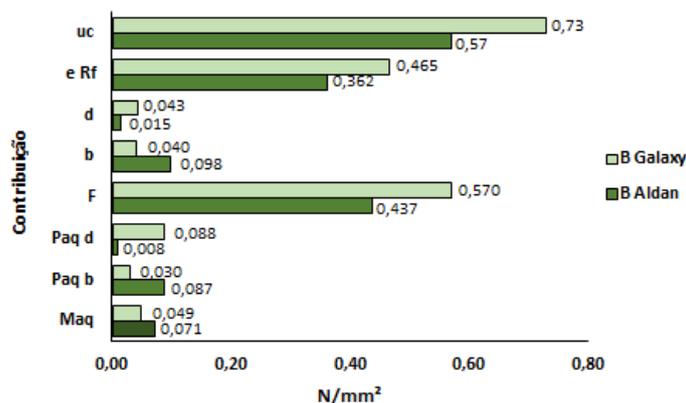


Figura 4. Contribuição para a incerteza do ensaio de resistência à flexão: **Maq**-máquina de ensaio; **Paq b**-paquímetro para a largura; **Paq d**-paquímetro para a espessura; **F**-carga de ruptura; **b**-largura; **d**-espessura; **R_f**-resistência à flexão; **uc**-incerteza combinada.

Por sua vez, a determinação da resistência química foi o ensaio que apresentou as maiores incertezas em relação às médias dos resultados (Figuras 5 e 6). Neste caso, observa-se que o medidor de brilho (Gi) em si já apresenta uma grande contribuição para a incerteza, quando comparado aos diferentes instrumentos de medição utilizados nos outros ensaios. Esse valor ainda é multiplicado aos coeficientes de sensibilidade do brilho inicial (Gi) e final (Gf), gerando contribuições ao redor de 1% para ambas medidas e para os dois materiais. Como mencionado anteriormente, além da variabilidade natural do material, a imprecisão quanto ao local das medidas de brilho inicial e final pode influenciar na dispersão dos resultados.

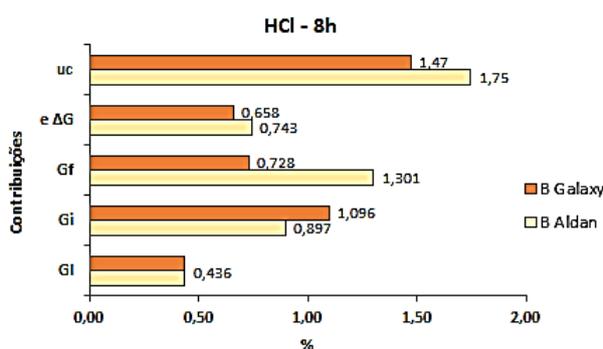


Figura 5. Contribuições para a incerteza do ensaio de resistência química ao HCl: **Gl**- glossmeter, **Gi**-brilho inicial, **Gf**- brilho final; **eΔG**- repetibilidade variação do brilho e **uc**- incerteza combinada.

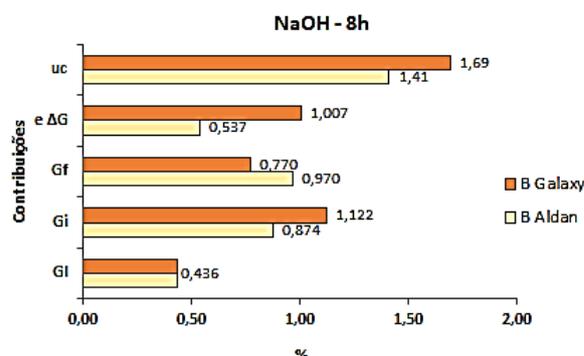


Figura 6. Contribuições para a incerteza do ensaio de resistência química ao NaOH: **Gl**- glossmeter, **Gi**- brilho inicial, **Gf**- brilho final; **eΔG**- repetibilidade variação do brilho e **uc**- incerteza combinada.

5. Conclusão

Com exceção do ensaio de resistência química, a estimativa das incertezas expandidas de todos os ensaios realizados demonstrou valores bastante baixos, validando a metodologia europeia para as rochas aglomeradas estudadas nesta fase pré-normativa. As etapas futuras dessa pesquisa preveem cálculo para redução do tamanho de amostra e estudos de reprodutibilidade antes da redação da norma brasileira.

As incertezas associadas à repetibilidade (tipo A) tiveram maior influência nos resultados das medições do que os equipamentos utilizados (tipo B), exceto para o ensaio de resistência química. A fim de minimizar a incerteza desse ensaio, pode-se repeti-lo utilizando um molde vazado para restringir a área das medidas de brilho inicial e final.

Em relação à determinação da densidade e absorção d'água, sugere-se reduzir a dimensão dos corpos de prova, conforme demonstrado pelos resultados obtidos. Assim a espessura passa a coincidir com a das chapas comerciais de rochas aglomeradas, facilitando a obtenção de amostras.

6. Agradecimento

Ao CNPq pela bolsa concedida (300190/2019-0), aos técnicos do LABRO/NRES e à Guidoni Quartz.

7. Referências Bibliográficas

AENOR - ASSOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE-EN 14617** - Piedra aglomerada. Métodos de ensayo. Parte 1: Determinación de la densidad aparente y la absorción de agua, 2013.

_____. **UNE-EN 14617** - Piedra aglomerada. Métodos de ensayo. Parte 2: Determinación de la resistencia a flexión, 2008.

_____. **UNE-EN 14617** - Piedra aglomerada. Métodos de ensayo. Parte 10: Determinación de la resistencia química, 2012.

CHIODI FILHO, C. **Balanço das exportações e importações brasileiras de rochas ornamentais em 2018**. Disponível em: http://abirochas.com.br/wp-content/uploads/2018/06/Informes/Informe_01_2019_Balanco_2018.pdf. Acesso em: 26 de ago. 2019.

COSENTINO. **Technical Datasheet Silestone**, 2018. Disponível em: <https://mediaassets.cosentino.com/docs/file/7622F18C-6BA7-42FD-9D2E1145A3D55D01/silestone-technical-datasheet-fam-II-EN.pdf>. Acesso em 01 de jul. 2019.

INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. **Avaliação de Dados de Medição: Guia para expressão de incerteza de medição - GUM 2008**. Duque de Caxias, RJ: INMETRO/CICMA/SEPIM, 2012, 141 p.

PAZETO, A.A; VIDAL, F.W.H. **Estudo pré-normativo de ensaios de caracterização tecnológica para rochas aglomeradas**. VII Jornada do Programa de Capacitação Institucional – PCI/CETEM – Rio de Janeiro, p. 1-7, 2018.

REDE METROLÓGICA RS. RM68 – Incerteza de Medição: Guia prático do avaliador de laboratórios, 2013. Disponível em: https://redemetrologica.com.br/uploads/pages/15/1405816078_DOC_128.pdf. Acesso em: 13 de ago. 2019.

TRIOLA, M.F. **Introdução à Estatística**. 7a. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 1999.

VIM - Vocabulário Internacional de Metrologia. **Conceitos fundamentais e gerais e termos associados**. Duque de Caxias, RJ: INMETRO, 2012. 94p.