

Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais



Dissertação de Mestrado

Fabiana Marques do Nascimento

**DESENVOLVIMENTO DE CIMENTO PORTLAND POZOLÂNICO A PARTIR DO
ESTUDO DE ARGILAS COM CARACTERÍSTICAS POZOLÂNICAS E AVALIAÇÃO
DE SUA INFLUENCIA EM PROPRIEDADES DO CONCRETO**

**Belo Horizonte
Setembro de 2013**

Fabiana Marques do Nascimento

Desenvolvimento de cimento Portland pozolânico a partir do estudo de argilas com características pozolânicas e avaliação de sua influência em propriedades do concreto.

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Dr. Weber Guadagnin Moravia

Belo Horizonte
Setembro de 2013

Nascimento, Fabiana Marques do.
N244d Desenvolvimento de cimento Portland pozolânico a partir do estudo de argilas com características pozolânicas e avaliação de influência em propriedades de concreto / Mailson Santos de Queiroz. – 2013.
104 f. : il. ; tabs. ; grafs. –
Orientadora: Weber Guadagnin Moravia.
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2013.
Bibliografia.
1. Argila. 2. Cimento Portland. 3. Concreto - durabilidade. I. Moravia Weber Guadagnin. II. Título.

CDD: 620.17



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

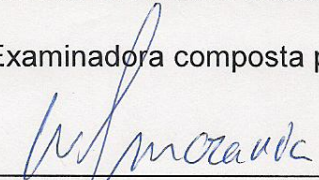
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

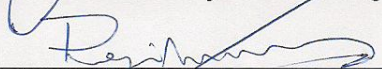
***“Desenvolvimento de Cimento Portland Pozolânico a
Partir do Estudo de Argilas com Características
Pozolânicas e Avaliação de Sua Influência em
Propriedades do Concreto.”***

Autor: Fabiana Marques do Nascimento
Orientador: Prof. Dr. Weber Guadagnin Moravia

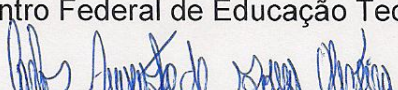
A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



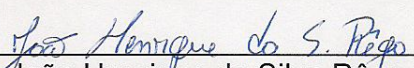
Prof. Dr. Weber Guadagnin Moravia
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG



Prof. Dr. Rogério Antônio Xavier Nunes
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG



Dr. Carlos Augusto de Souza Oliveira
Universidade Federal de Itajubá



Dr. João Henrique da Silva Rêgo
Universidade de Brasília

Belo Horizonte, 09 de Setembro de 2013.

Dedico esse trabalho à Deus, à minha família, à Holcim e ao CEFET-MG.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por estar presente em todos os momentos da minha vida me iluminando e me dando força para realizar todos os meus sonhos.

À minha família, meus pais e meus irmãos Fábio e Renato por todo apoio e incentivo durante mais essa etapa da minha vida.

Ao meu marido Bruno pelo amor e compreensão nos momentos em que estive ausente.

Em especial, agradeço ao meu filho Lucas, que tanto amo e que foi minha fonte de inspiração.

À minha mãe que fez parte indiretamente de todo esse trabalho me ajudando e orando por mim todo esse tempo.

Ao meu orientador prof. Dr. Weber Guadagnin Moravia pelo tempo dedicado a minha orientação, pelas experiências trocadas, por ter acreditado e apoiado meu trabalho e que certamente sem a sua orientação de professor e amigo eu não teria chegado até aqui.

Aos meus colegas de trabalho que me ajudaram com as orientações técnicas, a refletirem juntamente comigo os resultados dos ensaios encontrados e principalmente pelo apoio na realização das coletas dos materiais e da realização dos ensaios.

À Holcim pela disponibilização do meu tempo dedicado ao mestrado, disponibilização de todos os materiais e laboratórios para realização dos ensaios.

Ao Sr. Miguel Munhoz por ter contribuído com sugestões desde o início da elaboração dessa dissertação.

Ao CEFET, ao programa de pós-graduação em engenharia de materiais e aos professores pela oportunidade e ensinamentos.

Ao pessoal do laboratório da ABCP, IPT, do departamento de engenharia de materiais e da empresa Metacaulim hp que também contribuíram com sugestões e orientações técnicas.

E a todos os meus amigos e familiares que contribuíram cada um de uma forma, mas posso dizer que nada do que eu fiz foi sozinha.

RESUMO

Os cimentos mais produzidos na região Sudeste do Brasil são os cimentos CP II - E (cimento Portland composto com escória de alto forno) e o CP III (cimento Portland de alto forno) esses dois tipos de cimentos possuem escória na sua composição. Na busca pela substituição de escória por outro material, devido a sua escassez no mercado atual, esse trabalho propõem o desenvolvimento de um cimento CP IV (cimento Portland pozolânico) que contem adição de material pozolânico. Nesse estudo foram avaliadas as reatividades pozolânicas de duas argilas proveniente do município de Cordisburgo – MG, a partir de três diferentes métodos: Índice de atividade pozolânica – Método Físico, método de Chapelle modificado e método de solubilidade alcalina. As argilas foram calcinadas à 800°C por duas horas a fim de ativar suas propriedades pozolânicas e posteriormente moídas. A argila A não obteve resultados satisfatórios nos testes de atividade pozolânica e no teste de coloração. Já a Argila B apresentou excelentes resultados de atividade pozolânica e também apresentou coloração aceitável. A Argila B então foi utilizada na fabricação de cimento pozolânico, produzido a partir de 30% de adição ao cimento referência CP V - ARI. Nesse estudo, foi confeccionado também em escala de laboratório um cimento com adição de escória com o mesmo percentual de substituição de 30% e confeccionado sob as mesmas condições de produção que o cimento pozolânico. Posteriormente foram confeccionados corpos de provas de concreto dos cimentos com adição de pozolana (CP IV), com o cimento com adição de escória (CP II – E) e com o cimento referência (CP V – ARI), com a finalidade de avaliar a influência do material pozolânico nas propriedades relacionadas à durabilidade e resistência mecânica. A partir dos resultados encontrados pode-se concluir que o cimento pozolânico desenvolvido nesse trabalho superou os resultados de resistências mecânicas e de durabilidade do cimento com adição de escória e em alguns casos superou também os resultados do cimento referência. Portanto a Argila B proveniente de Cordisburgo - MG quando calcinada à 800°C por duas horas, finamente moída e adicionada ao cimento na proporção de 30% de substituição aumenta a qualidade do concreto produzido.

Palavras-chave: Argila calcinada, cimento pozolânico, durabilidade do concreto.

ABSTRACT

The cements most produced in southeastern Brazil are the cement CP II - E (Portland cement made with slag) and CP III (Portland cement furnace) which both have slag in their composition. In the search for replacement slag by another material, due to its scarcity in the current market, this paper proposed the development of a CP IV cement (Portland cement pozzolanic) containing the addition of pozzolanic material. In this study, it evaluated the pozzolanic reactivity of two clays from the municipality of Cordisburgo - MG, using three different methods: Index pozzolanicity - Physical Method, Chapelle modified method and of alkaline solubility method. The clays were calcined at 800°C for two hours in order to activate their pozzolanic properties and subsequently milled. The Clay A did not achieve satisfactory results in tests of pozzolanic activity and coloring test, however, the Clay B showed excellent results of pozzolanic activity, and also showed acceptable coloring test. Clay B was then used in the manufacture of pozzolanic cement, produced from 30 % in addition to the reference cement CP V - ARI. In this study it was also made on a laboratory scale the addition of cement with slag (CP II - E) with the same percentage of substitution of 30% and made under the same production conditions pozzolanic cement. Thereafter were made samples of concrete mortar with pozzolan cement (CP IV), and addition of slag cement (CP II - E), and the reference cement (CP V - ARI), in order to evaluate the influence of pozzolanic material in the properties related to durability and strength. From the results, it can be concluded that the pozzolanic cement developed in this study surpassed the results of mechanical resistances and durability cement addition of slag, and in some cases, also exceeded the results of the reference cement. Therefore the clay B from Cordisburgo - MG when calcined at 800 ° C for two hours, finely milled and added to the cement in the proportion of 30% substitution enhances the quality of the concrete produced.

Keywords: Calcined clay, pozzolan cement, concrete durability.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Consumo nacional de cimento em milhões de toneladas.....	20
Figura 2 - Produção brasileira de aço bruto.....	20
Figura 3- Micrografia do rejeito caulinítico (a) e rejeito caulinítico calcinado (b).....	28
Figura 4 – Desenvolvimento da resistência à compressão do concreto com 15% de substituição de Metacaulim e argila caulinítica calcinada.....	39
Figura 5 – Efeito do Metacaulim do desenvolvimento da resistência à compressão.....	40
Figura 6 – Comportamento da resistência à tração na flexão do concreto com sílica ativa e metacaulim de alta reatividade.....	41
Figura 7 – Absorção de água em concretos com adição de sílica ativa.....	45
Figura 8 - Foto da coleta das Argilas de Cordisburgo – MG.....	47
Figura 9 – Foto do ensaio de resistência a compressão no concreto.....	59
Figura 10 – Foto do ensaio de resistência a tração no concreto.....	60
Figura 11 – Desenho esquemático do Torrent Permeability Tester.....	61
Figura 12 - Ensaio de penetração de água sob pressão realizada nos corpos de prova dos concretos.....	63
Figura 13 – Foto da argila calcinada A (a) Foto da argila calcinada B (b).....	64
Figura 14 – Cimentos e Argamassas produzidos conforme NBR 7215 com 30% de substituição do cimento pela argilas calcinada A (a) e argila calcinada B (b) escória de alto forno (c).....	65
Figura 15 – Análise mineralógica (DRX) da Argila Bruta (Antes de calcinar).....	76
Figura 16 – Análise mineralógica (DRX) da Argila Calcinada.....	76
Figura 17 – Sobreposição dos difratogramas da Argila Bruta e da Argila Calcinada.....	78
Figura 18 – Micrografias da argila calcinada com ampliação de 100X (a) e com ampliação de 300X (b).....	79
Figura 19 – Composição granulométrica dos agregados miúdos (a) Areia especial e (b) Areia artificial.....	80
Figura 20 – Composição granulométrica do agregado graúdo.....	81
Figura 21 - Foto ilustrativa do ensaio de abatimento de cone do concreto produzido com CP II E (a) e CP IV (b).....	86
Figura 22 – Resultados do desenvolvimento das resistências à compressão axial dos concretos estudados	88
Figura 23 – Resultado do ensaio de resistência à tração na flexão dos concretos à 28 e 90 dias.....	89

Figura 24 – Resultado do ensaio de absorção de água nos concretos estudados.....	91
Figura 25 – Ensaio de penetração de água sob pressão dos concretos (a) Cimento referência + escória, (b) Cimento referência + argila, (c) Cimento referência.....	93
Figura 26 – Representação gráfica da profundidade de penetração de água ao longo da largura do corpo de prova dos concretos, (a) Cimento referência + escória, (b) Cimento referência + argila, (c) Cimento referência.....	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação dos tipos de cimentos.....	22
Tabela 2 - Teores dos óxidos da fórmula estrutural padrão Caulinita.....	27
Tabela 3- Composição química da argila caulinítica.....	28
Tabela 4 – Resultados de reatividade pozolânica pelo método de Chapelle modificado.....	31
Tabela 5 – Solubilidade alcalina do Caulim calcinado.....	32
Tabela 6 – Exigências físicas –NBR 12653 (2012).....	34
Tabela 7 - Índice de atividade pozolânica com cimento das amostras de caulim calcinado em diferentes temperaturas.....	34
Tabela 8 - Classificação dos níveis de permeabilidade do concreto pelo índice kT.....	44
Tabela 9 – Coeficiente de permeabilidade ao ar em relação a resistência à compressão.....	44
Tabela 10 - Profundidade relativa de penetração de água nas argamassas de cimentos Portland hidratado misturado com Santorin Earth ¹	46
Tabela 11 - Composições dos traços dos concretos.....	57
Tabela 12 – Resultados do Ensaio de Coloração.....	64
Tabela 13 – Análise Química da argilas in naturas e das argilas calcinadas.....	67
Tabela 14 – Análise Física - Ensaio de resistência à compressão das argamassas dos cimentos produzidos com as argilas calcinadas.....	69
Tabela 15 – Resultados dos IAP- Índice de Atividade Pozolânica- Método Físico...	69
Tabela 16 – Resultados das Atividades pozolânica pelo método de Chapelle modificado.....	70
Tabela 17 – Resultados do ensaio de atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina – Método gravimétrico.....	71
Tabela 18 – Resultado do ensaio de atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina – (metais solúveis).....	72
Tabela 19 – Resultados da distribuição granulométrica.....	73
Tabela 20 – Resultados dos materiais retido na peneira 45 µm.....	74
Tabela 21 - Resultados de caracterização dos agregados miúdos.....	80
Tabela 22 - Resultados de caracterização do agregado graúdo.....	82
Tabela 23 – Resultados dos tempos de pega e da relação água/cimento dos cimentos.....	83
Tabela 24 – Resultados de Blaine e massa específica das amostras de cimentos.....	84
Tabela 25 – Análise Química dos Cimentos.....	84
Tabela 26 – Resultados do ensaio de abatimento tronco de cone.....	86
Tabela 27 – Massa específica dos diferentes concretos ensaiados.....	87
Tabela 28 – Resultados do ensaio de permeabilidade de ar.....	90
Tabela 29 – Resultados da penetração de água sob pressão máxima dos concretos aos 28 dias.....	92
Tabela 30 – Taxa de percolação dos concretos estudados.....	95

LISTA DE ABREVIATURA E SÍGLAS

ABCP	Associação Brasileira de Cimento Portland
Al	Alumínio
A/C	Relação Água/Cimento
Al_2O_3	Óxido de Alumínio (Alumina)
$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_3(\text{OH})_4$	Caulinita
$\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2.2\text{H}_2\text{O}$	Caulinita
C_3AH_6	Aluminato de Cálcio Hidratado
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Hidróxido de Cálcio
CaO	Óxido de Cálcio
CCA	Casca de arroz calcinada
CO_2	Dióxido de Carbono
CP II – E	Cimento Portland Composto com Escória
CP IV	Cimento Portland Pozolânico
CP V – ARI	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial
CP	Cimento Portland
CSH	Silicato de Cálcio Hidratado
DRX	Difração de Raio X
EDS	Energy Dispersive Spectrometry
EPA	Environmental Protection Agency
f_c	Resistência à compressão
H_2O	Água
IAP	Índice de Atividade Pozolânica
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry
kT	Permeabilidade do ar
M	Molar
MÁX	Máximo
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MG	Minas Gerais
$\text{Na}(\text{OH})$	Hidróxido de Sódio
NBR NM	Norma Brasileira Regulamentadora Normas Mercosul
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora

NE	Não Especificado
Si	Silício
SICETEL	Sindicato Nacional das Indústrias de Trefilação e Laminação de Metais Ferrosos
SiO ₂	Óxido de Silício (Sílica)
SNIC	Sindicato Nacional da Indústria de Cimento
SO ₃	Trióxido de enxofre

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
2 OBJETIVOS.....	18
2.1 Geral.....	18
2.2 Específicos.....	18
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
3.1 Aspectos Gerais.....	19
3.2 Pozolana.....	22
3.3 Seleção da Pozolana.....	24
3.3.1 Argila Mineral.....	25
3.3.2 Argila Calcinada.....	25
3.3.3 Argila Caulinítica.....	26
3.4 Atividade Pozolânica.....	29
3.5 Adições Minerais.....	36
3.6 Concreto.....	37
3.6.1 Tempo de pega.....	38
3.6.2 Resistência Mecânica.....	38
3.7 Durabilidade.....	41
3.7.1 Permeabilidade do ar.....	43
3.7.2 Absorção de água.....	45
3.7.3 Penetração de água sobre pressão.....	45
4 METODOLOGIA.....	47
4.1 Argilas.....	47
4.1.1 Preparação das amostras de argilas.....	47
4.1.2 Caracterização das Argilas.....	48
4.1.2.1 Ensaio de coloração.....	48
4.1.2.2 Análises químicas e físicas.....	49
4.1.2.3 Índice de atividade pozolânica – Método Físico.....	49
4.1.2.4 Atividade pozolânica pelo método de Chapelle “modificado”- Método Químico.....	50
4.1.2.5 Atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina.....	51
4.1.2.6 Granulometria a Laser.....	51
4.1.2.7 Finura (peneira 0.45 µm).....	52

4.1.2.8 Difractometria de Raio X.....	52
4.1.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura-(MEV).....	52
4.1.3 Caracterização dos agregados miúdos.....	53
4.1.4 Caracterização dos agregados graúdos.....	53
4.2 Cimentos	54
4.2.1 Preparação das amostras de cimentos.....	54
4.2.2 Caracterização dos Cimentos.....	55
4.2.2.1 Análise Química.....	55
4.2.2.2 Tempos de Pega e determinação da pasta de consistência normal.....	55
4.2.2.3 Determinação de finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método do Blaine).....	56
4.3 Concretos	56
4.3.1 Preparação das amostras de concretos.....	56
4.3.2 Propriedades dos concretos no estado fresco.....	57
4.3.2.1 Determinação dos abatimentos do tronco de cone dos concretos (“slump test”).....	57
4.3.2.2 Determinação da massa específica dos concretos.....	58
4.3.3 Propriedades dos concretos no estado endurecido.....	58
4.3.3.1 Determinação da resistência à compressão axial.....	58
4.3.3.2 Determinação da resistência à tração na flexão em corpos de prova prismáticos.....	59
4.3.3.3 Permeabilidade do ar.....	60
4.3.3.4 Absorção de água.....	61
4.3.3.5 Penetração de água sob pressão.....	62
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	64
5.1 Argilas	64
5.1.1 Ensaio de coloração da Argila.....	64
5.1.2 Análise Química das Argilas.....	66
5.1.3 Determinação do índice de atividade pozolânica da argila com cimento Portland – Método Físico e resistência à compressão.....	68
5.1.4 Atividade pozolânica pelo método de Chapelle “modificado”- Método Químico.....	70

5.1.5 Atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina.....	71
5.1.6 Distribuição granulométrica.....	73
5.1.7 Finura.....	74
5.1.8 Difração de Raio – X.....	75
5.1.9 Microscopia Eletrônica de Varredura- (MEV).....	78
5.2 Caracterizações do agregado miúdo.....	79
5.3 Caracterizações do agregado graúdo.....	81
5.4 Cimentos.....	82
5.4.1 Tempo de Pega.....	82
5.4.2 Área de superfície específica pelo método de Blaine.....	83
5.4.3 Análise Química Cimentos.....	84
5.5 Concretos.....	85
5.5.1 Determinação dos abatimentos do tronco de cone dos concretos (“slump test”).....	85
5.5.2 Determinação da massa específica dos concretos.....	87
5.5.3 Determinação da resistência à compressão axial.....	87
5.5.4 Determinação da resistência à tração na flexão em corpos de prova prismáticos.....	89
5.5.5 Permeabilidade do ar.....	90
5.5.6 Absorção de Água.....	91
5.5.7 Penetração de água sob pressão	92
6 CONCLUSÃO.....	96
7 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	98
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos o mercado nacional de produção de cimento encontra-se em crescimento. Segundo relatório anual de 2011 do Sindicato Nacional da Indústria de Cimento – SNIC as vendas cresceram 11,2% em 2011 com relação a 2010. Já o relatório preliminar do SNIC de abril de 2013, mostra que as vendas de cimento aumentaram 3,3% de maio de 2012 à abril de 2013. Esse aumento expressivo da produção de cimento dos últimos anos causa alguns impactos, dentre os quais pode-se citar, principalmente, aumento da emissão de CO₂.

De acordo com Billong et al (2013, p. 14) durante o processo de produção do clínquer uma quantidade significativa de CO₂ é liberado para a atmosfera. Estima-se que a cada tonelada de clínquer produzido resulta na emissão de uma tonelada de CO₂, um dos principais gases do efeito estufa que afeta o aquecimento global.

Segundo Alves (2009, p. 3) as indústrias de cimento tem tomado muitas medidas para conciliar o desenvolvimento desse setor com a proteção ao meio ambiente e consequente redução do impacto ambiental. Segundo esse mesmo autor a atuação da indústria na redução das suas emissões de CO₂ está baseada em três pilares fundamentais: Eficiência Energética, Adições ao Cimento e Combustíveis Alternativos.

Cimento é responsável por 7% do total mundial de emissão de CO₂, no qual é o maior gás do efeito estufa aplicado no aquecimento global. A adição de [...] matéria prima de fontes naturais tais como escória, cinzas volantes, sílica ativa ou pozolanas naturais durante a produção do cimento contribui para o decréscimo do consumo de energia e a quantidade de CO₂ emitido no ar. (GHRICI et al, 2006, p. 349).

As adições ao cimento reduzem significativamente o impacto de emissão, isso porque durante a produção do clínquer, principal componente do cimento, ocorre a descarbonatação da farinha: matéria prima da produção de clínquer que é composta por grande parte de calcário, principal responsável por essa descarbonatação.

Além do aspecto ambiental na adição do cimento existem também outros fatores, o fator econômico e o de qualidade. O cimento Portland comum, em determinados aspectos, apresenta deficiências, para atender necessidades específicas da indústria da construção civil, especialmente sobre aspecto de durabilidade. (SANTOS, 2006. p. 16).

A atual escassez de materiais cimentícios tradicionais, bem como a sua localização geográfica, cujo transporte provoca um grande impacto econômico e ambiental, incentiva o desenvolvimento de novos materiais, como a avaliação da atividade pozolânica de materiais alternativos. A argila calcinada é apontada como um possível candidato para preencher essa lacuna. Argilas calcinadas em diferentes locais do mundo tem sido amplamente estudada. (TIRONE et al, 2013. p. 319).

Os principais cimentos com adição produzidos no mercado do Sudeste brasileiro são: cimento Portland composto com escória- tipo CP II - E e o cimento Portland de alto forno – tipo CP III, esses dois contém adição de escória de alto forno. Entretanto o mercado atual está vivenciando um cenário de escassez desse material.

O cimento Portland pozolânico - tipo CP IV pode conter até 50% de material pozolânico em substituição ao clínquer, e pode ser uma alternativa para as fábricas de cimento na substituição dos cimentos com adição de escória, em busca da redução dos seus custos, sem comprometer o volume de produção na falta de disponibilidade da escória de alto forno no mercado.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aspecto Gerais

O cimento é um pó químico acinzentado, constituído essencialmente de silicatos e aluminatos de cálcio, oriundo da mistura de frações de calcário e argila finamente moídos e calcinados, que reagem em presença de água desenvolvendo potencial aglomerante. É o material de construção mais utilizado no mundo. (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND – ABCP, 2012).

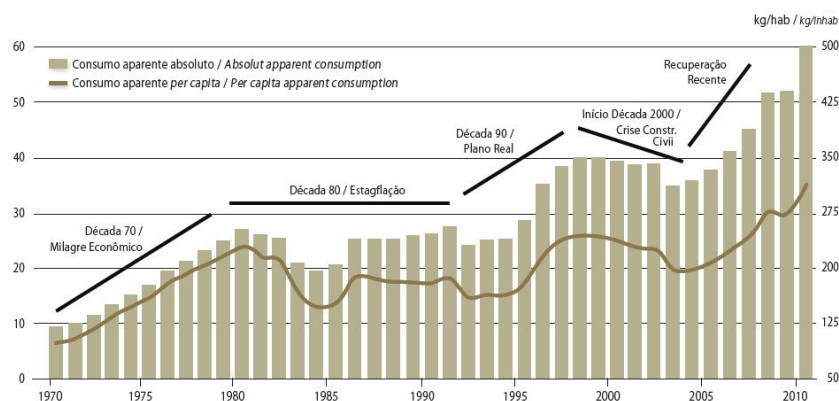
Sua produção se dá pela junção do clínquer, principal componente do cimento, com o gesso e outras adições que serão responsáveis pela distinção e definição de cada tipo de cimento.

O clínquer é produzido em um alto forno a partir das matérias primas: calcário, argila e alguns corretivos químicos, como minério de ferro e areia.

Um importante material que compõem alguns tipos de cimentos é a escória de alto forno, hoje classificada como um subproduto. A escória também possui propriedades aglomerantes e quando adicionada ao cimento reduz o seu custo de produção, melhora algumas propriedades químicas e diminui o impacto ambiental da produção do cimento, uma vez que esta produção é altamente poluente em termos de emissão de CO₂ para o meio ambiente.

O mercado interno do Brasil consumiu aproximadamente 68 milhões de toneladas de cimento entre julho de 2012 à julho de 2013, segundo relatório preliminar de abril de 2013 do Sindicato Nacional da Indústria de Cimento – SNIC. Esse número expressivo é reflexo de um grande crescimento do mercado de produção de cimento nos últimos 10 anos, conforme está ilustrado na Figura 1.

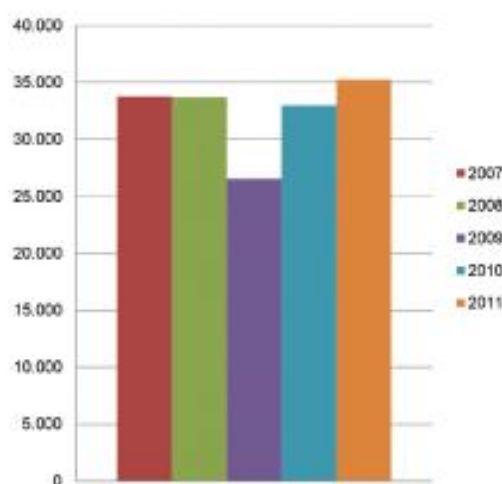
Figura 1 - Consumo nacional de cimento em milhões de toneladas



Fonte: SNIC, 2011

Por outro lado essa ascensão do mercado de cimento não foi acompanhada pelo mercado siderúrgico. Segundo dados divulgados pelo SICETEL, entre 2004 e 2011 a produção brasileira de aço bruto ficou estagnada entre 33 e 35 milhões de toneladas/ano e a participação do Brasil na produção mundial de aço bruto caiu de 3% para 2,3%. A Figura 2 mostra a produção brasileira de aço bruto dos últimos anos.

Figura 2 - Produção brasileira de aço bruto



Fonte: SICETEL, 2012

Tendo em vista que a escória é o subproduto obtido durante a produção de ferro-gusa nas indústrias siderúrgicas, a estagnação do mercado siderúrgico brasileiro, junto com o aumento da demanda da construção civil, refletiu no cenário atual de escassez de escória de alto forno.

Dessa forma surge hoje no mercado cimenteiro uma busca de novas opções de adições para a fabricação do cimento, isso inclui avanços nas pesquisas de novos materiais. Entre esses materiais, podemos citar os materiais pozolânicos cujas adições estão previstas nas normas brasileiras NBR's.

Os materiais pozolânicos são substitutos diretos da escória de alto forno e também podem reduzir custos e demonstrar características mais nobres para a durabilidade e resistência mecânica do concreto.

Segundo a NBR 12653 os materiais pozolânicos são materiais silicosos ou silicoaluminosos que, por si sós possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que, quando finamente divididos e na presença da água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes.

A principal vantagem na adição de pozolanas ao cimento comum reside na sua hidratação lenta e, portanto, com baixo desprendimento de calor, fator importante nas obras de concreto massa. Outra vantagem em seu emprego é o aumento de resistência do concreto aos sulfatos e outros agentes agressivos. A reação pozolânica deixa menos hidróxido de cálcio para ser lixiviado, reduzindo também a permeabilidade do concreto.

Alguns materiais pozolânicos mais importantes são: sílica ativa, metacaulim, cinza volante, argila calcinada e cinza de casca de arroz.

Os principais cimentos produzidos no mercado do Sudeste brasileiro são os cimentos CP II - E e CP III. Esses dois tipos de cimentos contém adição de escória de alto forno.

O teor de escória de alto forno pode variar de 6 a 70%, esses valores estão especificados nas normas NBR 11578 – Cimento Portland Composto e NBR 5735 – Cimento Portland de Alto forno, conforme mostra a Tabela 1 - Classificação dos tipos de cimento.

Atualmente, a escória de alto forno está muito valorizada no mercado e cada vez mais escassa, não sendo mais considerada resíduo das siderúrgicas, mas sim subproduto que possuem muitas aplicações. Além disso, a produção de cimento vem crescendo e conseqüentemente a quantidade de escória requerida pelas indústrias de cimento também.

Tabela 1 – Classificação dos tipos de cimentos

Sigla	NBR	Designação do produto	Teores dos componentes em massa			
			Clínquer + Sulfato de cálcio	Escória granulada	Material pozzolânico	Material carbonático
CP I	5732	Cimento Portland Comum	100			
CP I - S		Cimento Portland Comum com adição	99 - 95			1 - 5
CP II - E	11578	Cimento Portland Composto com escória	94 - 56	6 - 34		0 - 10
CP II - Z		Cimento Portland Composto com pozolana	94 - 76		6 - 14	0 - 10
CP II - F		Cimento Portland Composto com filer	94 - 90			6 - 10
CP III	5735	Cimento Portland de Alto Forno	65 - 25	35 - 70		0 - 5
CP IV	5736	Cimento Portland Pozolânico	85 - 45		15 - 50	0 - 5
CP V - ARI	5733	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial	100 - 95			0 - 5
CP V - ARI RS	5737	Cimento Portland Resistente a Sulfatos	1) $C_3A \leq 8\%$ e filer carbonático $\leq 5\%$ 2) CP III, com $60\% \leq \text{escória} \leq 70\%$ 3) CP IV, com $25\% \leq \text{pozolana} \leq 40\%$			

Fonte: ABCP, 2012

3.2 Pozolana

Os materiais pozzolânicos já são conhecidos desde a antiguidade. Nessa época, tanto os gregos quanto os romanos tinham conhecimento de que certos materiais de origem vulcânicas, quando finamente moídos e adicionados à cal extinta e areia, proporcionavam a argamassas melhores desempenhos mecânicos as quais exibiam, adicionalmente, a propriedade de endurecer, mesmo quando submersas em água. (ZAMPIERI; KIHARA, 1988, p. 16).

Segundo a norma brasileira NBR 12653 (2012) as pozolanas podem ser classificadas entre pozolanas naturais e artificiais. As pozolanas naturais são materiais de origem vulcânica, geralmente de caráter petrográfico ácido (65% de SiO_2) ou de origem sedimentar com atividade pozzolânica. As pozolanas artificiais são materiais provenientes de tratamento térmico ou subprodutos industriais com atividade pozzolânica.

Essa classificação pode se diferenciar segundo vários autores. Os materiais pozolânicos podem ser classificados em dois grandes grupos [naturais e artificiais]. (MONTANHEIRO; YAMAMOTO; KIHARA, 2002, p. 15).

Para efeito de classificação, nesse trabalho, foi utilizado como referência a NBR 12653 (2012).

Umas das vantagens das pozolanas é o refinamento dos poros em argamassas e concretos. O resultado desse refinamento é a diminuição do volume de vazios do concreto, a redução das fissuras térmicas devido ao baixo calor de hidratação, aumento da resistência final e redução da permeabilidade devido à baixa porosidade. (SOUTO, 2010, p. 25)

Ao efeito de preenchimento dos poros dá-se o nome de efeito filler. O efeito filler é consequência da maior compacidade conferida à mistura pela inclusão de partículas finas e ultrafinas do aditivo mineral ou da pozolana. Inicialmente, tem-se uma pasta contendo somente água e cimento cujas partículas encontram-se aglomeradas em função de forças atrativas de origem eletrostática. A incorporação do aditivo mineral à pasta, por sua vez, possibilita o preenchimento dos vazios entre as partículas de cimento disperso, o que promove aumento na compacidade da mistura e, conseqüentemente, refinamento da rede porosa. (OLIVEIRA, 2000 apud SOUTO, 2010, p. 25).

Outra propriedade fundamental da pozolana é a sua capacidade de reagir e se combinar com o hidróxido de cálcio, formando compostos aglomerantes estáveis, tais como: silicatos e aluminatos de cálcio hidratados. Como na reação de hidratação do cimento Portland ocorre a liberação de hidróxido de cálcio, o hidróxido de cálcio livre, reage com a pozolana, utilizada como substituição parcial do cimento, resultando em uma produção extra de silicatos de cálcio hidratados, que são os produtos mais estáveis do cimento (OLIVEIRA e BARBOSA, 2006 apud NETTO, 2006 p.15).

3.3 Seleção da Pozolana

Um aspecto a ser levado em conta neste trabalho, diz respeito à seleção do material pozolânico. Além de o material ter de se enquadrar em todas as características normativas de classificação e de qualidade, o mesmo deve ser selecionado de acordo com uma característica sensorial: a coloração, para que o mesmo tenha uma melhor aceitação no mercado brasileiro.

Existe uma cultura no mercado que o cimento de qualidade tem uma coloração cinza, e quanto mais escura for essa coloração maior é o entendimento de que o cimento é “forte” e de “qualidade”.

No Brasil temos histórico de um cimento Portland pozolânico que foi lançado no Paraná em 2005, chamado “cimento vermelho” que não foi aceito pelo mercado devido a sua coloração laranjada/avermelhada. De fato a coloração do cimento não necessariamente interfere no seu desempenho, contudo essa cultura já é disseminada na indústria de cimento.

A produção de cimento de coloração avermelhada já era conhecida desde o século passado. Lea apud Zampieri; Kihara, (1988, p. 18) comentam que em 1909 foi descrito na Inglaterra um cimento composto por uma íntima mistura de argila calcinada e cimento Portland, este cimento foi conhecido na época por Cimento Vermelho de Potter, ele era utilizado preferencialmente nas obras expostas à ação das águas, fossem elas de origem marinha ou não.

“É possível inferir que o estabelecimento de atributos inatingíveis universais aos materiais – que serão válidos para qualquer produto em qualquer local e para qualquer indivíduo – são impraticáveis, na grande maioria dos casos, já que os mesmos estão fortemente ligados aos aspectos culturais, à localização geográfica, à época e a subjetividade.” (FALLER, 2009 p. 43).

Essa constatação é relevante a esse estudo, já que demonstra uma condicionante na seleção da pozolana e deve ser considerada.

Para seleção da pozolana outro ponto que se faz necessário é a classificação do material conforme a NBR 12653 – Materiais pozolânicos, essa norma especifica exigências químicas e físicas para o material pozolânico.

3.3.1 Argila Mineral

A argila é a matéria-prima básica dos materiais cerâmicos, ela é composta por material amorfo e material cristalino. Os cristais da argila podem agrupar em espécies mineralógicas bem definidas, como: os silicatos que são os principais constituintes das argilas tendo como unidade fundamental o tetraedro silício-oxigênio.

3.3.2 Argila Calcinada

A história das pozolanas de argila calcinadas é contemporânea às pozolanas naturais de origem vulcânica. Foram empregadas pelos romanos no preparo de argamassa de pozolana e cal, na forma de telhas e cerâmicas moídas, via de regra em substituição às pozolanas naturais nas localidades em que estas não eram disponíveis. (ZAMPIERI, 1993 apud CHRISTÓFOLLI, 2010, p. 44).

Um exemplo clássico de pozolana, muito utilizada nos dias atuais, é a argila calcinada, adquirindo propriedades pozolânicas em razão do desordenamento da estrutura cristalina. A argila é um material natural finamente dividido constituído basicamente de argilominerais (silicatos hidratados de alumínio). Quanto maior o teor de argilominerais nas matérias primas, maior será a atividade pozolânica das argilas calcinadas. As argilas constituídas essencialmente do argilomineral caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) são denominadas de caulim.

A NBR 12653 (2012) define a argila calcinada como material proveniente de calcinação de certas argilas submetidas a temperaturas, em geral, entre 500°C e 900°C, de modo a garantir a sua reatividade com hidróxido de cálcio.

Segundo Siddique R; klaus J, (2009, p. 392) a ativação térmica de argilas minerais nas temperaturas entre 600 - 900 ° C por desidroxilação leva à uma quebra da estrutura de formação da argila dando origem a uma fase de transição com elevada reatividade.

Segundo Kakali et. al apud Oliveira e Barbosa, (2006, p. 2) o desenvolvimento das propriedades pozolânicas de argilas calcinadas depende da natureza e da abundância do argilomineral, das condições de calcinação e da finura do produto final.

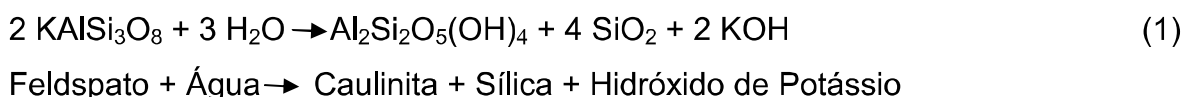
Segundo Netto (2006, p. 83): “No caso das argilas calcinadas, as mais utilizadas para a produção de pozolana são as caulinitas, montmorilonitas e as illitas.”.

3.3.3 Argila Caulínica

Rocha apud Netto, (2006, p. 84) ressalta que o caulim, em geral, é obtido através do beneficiamento de argilas cauliníticas, cujos teores de caulinita normalmente situam-se acima de 50%.

O caulim é um mineral filossilicato comum, que pertence a um grande grupo geral conhecido como argilas. A sua estrutura é composta por folhas de silicato (Si_2O_5) ligado ao hidróxido de alumínio $[\text{Al}_2(\text{OH})_4]$ em camadas. (WANG, et. al., 2011, p. 157).

A formação do caulim pela decomposição do feldspato por meio de processos geológicos, pode ser representada pela equação 1 a seguir:



O mineral do caulim mais comum e importante industrialmente é a caulinita $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. Os principais elementos contaminantes dos caulins comerciais são o ferro e o titânio. O ferro está presente em grande parte nos minerais goethita, hematita, magnetita, pirita e ilmenita e o titânio nos minerais rutilo, anatásio e

ilmenita. O ferro também pode ser encontrado como impureza substitucional na estrutura da caulinita, onde o Fe^{3+} substitui o Al^{3+} em sítios octaédricos (NETTO, 2006, p.85).

Um grande problema do teor de ferro e titânio para a indústria de cimento é a coloração que esses compostos proporcionam ao Caulim, se a coloração for laranja-avermelhado inviabiliza comercialmente a sua utilização como adição ao cimento e isso é um aspecto fundamental para a escolha do material.

Fazendo um cálculo estequiométrico do percentual de óxidos de silício e alumínio a partir da estrutura química da caulinita obtém os percentuais desses óxidos, conforme esta representado na Tabela 2.

Tabela 2 - Teores dos óxidos da fórmula estrutural padrão Caulinita

Composto	Caulinita
SiO_2	46,5 %
Al_2O_3	39,5 %
H_2O	13,96 %

Cordeiro e Désir (2010, p. 3) analisando amostras de argila caulinítica obtiveram a composição química da amostra in natura, conforme Tabela 3.

Tabela 3- Composição química da argila caulinitica

Determinações (%)	#325
SiO ₂	45,5
Al ₂ O ₃	29,5
Fe ₂ O ₃	3,1
CaO	0,3
MgO	0,6
K ₂ O	0,6
Na ₂ O	0,1
Perda ao Fogo	17,2

Fonte:Cordeiro e Désir (2010, p.3)

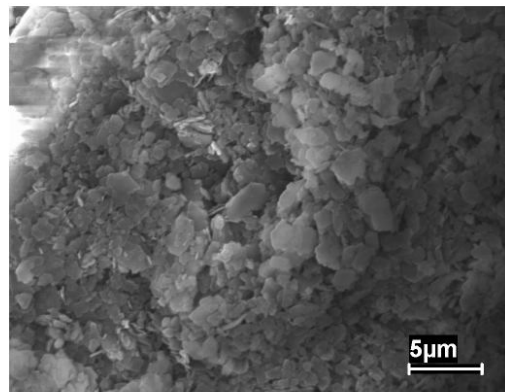
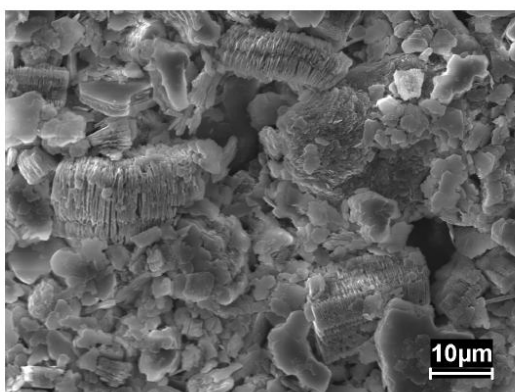
A caulinita faz parte da maioria das argilas. Tem forma de placas hexagonais irregulares. A composição química da caulinita é: $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_3(\text{OH})_4$ ou $\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2.2\text{H}_2\text{O}$.

Paz et al. (2010, p. 580) utilizaram em seu trabalho de pesquisa um rejeito caulinitico calcinado cujas partículas, analisadas através de um microscópio eletrônico de varredura, podem ser visualizadas na Figura 3.

Figura 3- Micrografia do rejeito caulinitico (a) e rejeito caulinitico calcinado (b)

(a)

(b)



Fonte: Paz et. al (2010, p. 580)

Paz et. al (2010, p. 581) afirma que por ser constituído predominantemente de caulinita, a morfologia do rejeito, antes da calcinação, corresponde exatamente à relatada na literatura para esse argilomineral: morfologia dos cristais pseudo-hexagonais e empilhamento tipo booklets. Após a calcinação, a forma pseudo-hexagonal é mantida, mas o empilhamento é alterado pela diminuição de folhas empacotadas.

3.4 Atividade Pozolânica

As atividades pozolânicas podem ser observadas através de propriedades químicas, físicas e mecânicas. Em termos químicos ao se hidratar uma mistura de cimento Portland com adição de pozolana, ocorre um decréscimo gradual com o tempo do teor de hidróxido de cálcio livre, em função do progresso da reação pozolânica. (NETTO, 2006, p. 32).

A sílica e a alumina são os componentes responsáveis pela reação com o hidróxido de cálcio e formação de compostos cimentícios, como o silicato de cálcio hidratado (CSH) e aluminato de cálcio hidratado (C_3AH_6), respectivamente. (ROGERS, 2011, p. 34).

A hidratação do cimento Portland produz hidróxido de cálcio. Tomando-se a alita (C_3S) como exemplo, a reação de hidratação se dá de acordo com a Equação 2.



Onde C = CaO, S = SiO₂ e H = H₂O, que é a notação adotada pela indústria do cimento e na literatura técnica.

A reação pozolânica ocorre combinando-se o hidróxido de cálcio disponível com os elementos reativos do material pozolânico. Como a sílica é o principal componente ativo de um material pozolânico, é comum ilustrar a reação pozolânica conforme Equação 3.



Onde C = CaO, S = SiO₂ e H = H₂O, que é a notação adotada pela indústria do cimento e na literatura técnica.

Uma larga gama de métodos de ensaio para avaliar a atividade pozolânica foram relatados na literatura. Estes podem ser classificados como métodos diretos ou indiretos. Os métodos diretos monitoraram a presença de Ca(OH)₂ e a sua subsequente redução em relação ao tempo em que a reação pozolânica se sucede, usando métodos analíticos, tais como difracção de raios-X (XRD), análise termogravimétrica (TGA) ou titulação química clássica. Métodos de ensaio indiretos medem uma propriedade física de uma amostra que indica o grau de atividade pozolânica. Isto pode envolver a medição de propriedades tais como resistência à compressão, condutividade elétrica ou a evolução de calor por condução calorimetria. Os resultados de um teste de atividade pozolânica indireta são muitas vezes reforçado usando métodos diretos. (DONATELLO et. al, 2010. p. 121).

Um dos métodos utilizados para medir o consumo de hidróxido de cálcio da reação pozolânica é o método de Atividade pozolânica pelo método Chapelle “modificado”, chamado de método químico.

Fratini foi pioneiro no desenvolvimento de uma metodologia para avaliação da reatividade pozolânica. Posteriormente em oposição à metodologia de Fratini, Chapelle desenvolveu um ensaio “pseudo-dinâmico” para avaliar a reatividade pozolânica de um material, tendo por base o consumo de portlandita, num meio saturado de água. Mais tarde, Benoit acrescentou novos conhecimentos ao estudo de Chapelle, nomeadamente ao nível da temperatura e duração do ensaio, e atribuiu a designação de “ensaio de Chapelle”. Largent criticando o ensaio de Fratini, pelo fato deste não atingir o equilíbrio e ser realizado em ambiente estático, introduziu algumas modificações ao ensaio de Chapelle de Benoit, nomeadamente ao nível da agitação constante durante a realização do ensaio. (FERRAZ et al, 2012, p. 3).

Dessa forma o ensaio de Chapelle modificado apresenta a quantidade de Hidróxido de Cálcio consumido nas reações do cimento Portland com a pozolana.

Ferraz et al (2012, p. 7) estudou os teores de consumo de hidróxido de cálcio em diferentes metacaulinitas adotando como norma de referência a norma NF P 18-513 (2010) - Pozzolanic Addition For Concrete - Metakaolin - Definitions, Specifications And Conformity Criteria. Esses resultados estão expressos na Tabela 4 - Resultados de reatividade pozolânica pelo método de Chapelle modificado.

A norma francesa NF P 18-513 (2010) define que a reatividade pozolânica não deve ser inferior a 700mg $\text{Ca(OH)}_2/\text{g}$ material.

Tabela 4 – Resultados de reatividade pozolânica pelo método de Chapelle modificado

Amostra	Reatividade pozolânica (mg $\text{Ca(OH)}_2/\text{g}$ metacaulino)
MK_Optipozz	1560
MK_PoleStar_450	1550
MK_Argical_M1200S	1320
MK_Argical_M1000	1190
MK_HP	1120
MK_BZ	920

Fonte: Ferraz et al (2012, p.7)

Nem todos os materiais silicosos são pozolânicos e não há um limite bem definido no qual os materiais silicosos vão ou não produzir reação pozolânica. A quantidade de sílica que é solúvel ou combinável é importante para prever a quantidade de CSH que será produzido. Materiais com percentual elevado de sílica amorfa tendem a ser mais pozolânico porque a sílica amorfa é mais solúvel do que a sílica cristalina. A sílica cristalina tem reação lenta ou nenhuma reatividade, porque como regra geral, quanto maior for o cristal mais lenta é a reação. (ROGERS, 2011, p.24).

Outro método químico para analisar a pozolanicidade de materiais é através do teste de solubilidade. Teste de solubilidade mede a quantidade de material solúvel em

algum meio usando métodos gravimétricos ou através da análise química da solução extraída do teste.

Segundo Rogers (2011, p. 48) existem diversas variações que empregam diferentes reagentes e procedimentos desse teste, mas todos eles são projetados principalmente para determinar a quantidade de sílica solúvel, como uma medida de pozolanicidade.

O método de reatividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina consiste em dizer que uma pozolana bruta é relativamente insolúvel, mas os produtos de reação pozolânica são muito mais solúveis.

Para Changling, et. al (1994, p. 175) o método de solubilidade alcalina tem sido sugerido pela simplicidade e rapidez do ensaio para avaliar a atividade pozolânica. A Tabela 5 apresenta os resultados da concentração dos elementos Sílica (Si) e Alumínio (Al) que estão solubilizados na solução alcalina, resultante do ensaio realizado pelos mesmos autores, na avaliação da influência da atividade pozolânica com a temperatura de calcinação do Caulim calcinado.

Tabela 5 – Solubilidade alcalina do Caulim calcinado

Temperatura de calcinação	Si	Al	Si + Al
(°C)	(ppm)		
20	6650	5420	12070
550	36350	34190	70540
650	35050	32060	67110
800	39550	36035	75585
950	40550	9540	50090

Fonte: Changling, et. al (1994, p.175)

Outra forma de medir a atividade pozolânica é o método físico, esse método expressa a atividade pozolânica pela avaliação da resistência à compressão.

O teste pozolanidade mais comum e aceito é o ensaio em que um corpo de prova é criado usando uma proporção definida de pozolana, e posteriormente o corpo de prova é submetido a testes de resistência à compressão para medir a pozolanidade baseado na melhoria de resistência. A teoria é de que quanto mais reativa for a pozolana, maior será o valor da resistência (ROGERS, 2011, p.24).

De acordo com Zampieri (1989, p. 59) existe na literatura técnica um consenso de que os ensaios mecânicos constituem-se na melhor forma de avaliação da reatividade dos materiais pozolânicos, uma vez que a manifestação da resistência mecânica exige a geração de compostos ou fases mineralógicas de propriedade ligantes as quais, por sua vez, só se formarão se ocorrer uma reação química entre pozolana e o hidróxido de cálcio disponível.

O método de ensaio para determinação da atividade pozolânica com cimento Portland – Método físico é definido pela NBR 5752 (2012).

Ainda segundo Zampieri (1989, p. 59) a opção por utilizar o cimento Portland no ensaio de atividade pozolânica tem o grande mérito de simular uma situação mais realista.

A Tabela 6 - Exigências físicas – NBR 12653 (2012) a seguir apresenta as especificações para o ensaio de índice de atividade pozolânica com cimento Portland de acordo com as especificações estabelecidas na norma NBR 12653 – materiais pozolânicos.

Tabela 6 – Exigências físicas –NBR 12653 (2012)

Propriedades	Classes de material pozolânico		
	N	C	E
Material retido na peneira 45 µm, % máx.	34	34	34
Índice de atividade pozolânica: - com cimento aos 28 dias, em relação ao controle, % mín.	75	75	75
- água requerida, % máx.	115	110	110

Fonte: NBR 12653 (2012)

O trabalho desenvolvido por Oliveira e Barbosa (2006) apresenta resultados de Índice de Atividade Pozolânica (IAP) com cimento em amostras de caulim calcinado em diferentes temperaturas. Conforme mostrado na Tabela 7, os maiores IAP da argila calcinada encontram-se entre as temperaturas de 800 – 900°C.

Tabela 7 - Índice de atividade pozolânica com cimento das amostras de caulim calcinado em diferentes temperaturas

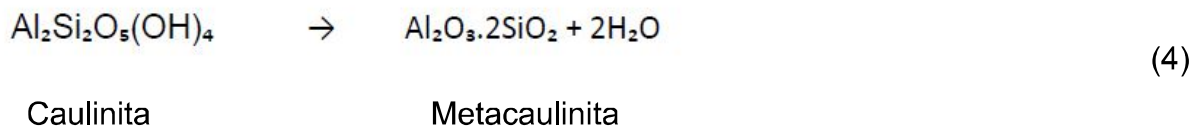
Argamassas	IAP CP (%)
#200-700 °C	86,0
#200-800 °C	99,4
#200-900 °C	99,0
#325-700 °C	92,2
#325-800 °C	99,0
#325-900 °C	96,6

Fonte: Oliveira e Barbosa (2006)

Outro aspecto relevante para atividade pozolânica é a composição mineralógica. A composição mineralógica de um material influencia na sua atividade pozolânica, ou seja, o teor de sílica reativa ou não combinada. No caso das argilas termicamente ativadas, esse componente está associado à porcentagem de argilomineral presente. Sabe-se que a ativação térmica de muitos minerais argilosos leva, por

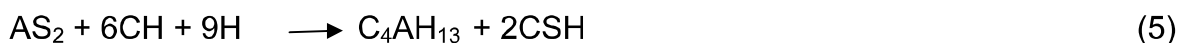
desidratação, à uma quebra total ou parcial das estruturas cristalinas do mineral para formar uma fase de transição com alta reatividade. Um exemplo típico é a obtenção da metacaulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ou AS_2), que ocorre com a calcinação de argilas ricas em caulinita. (OLIVEIRA, 2007. p. 10).

A obtenção da metacaulinita é feita pela calcinação a 700-800°C, o que provoca a desidroxilação da estrutura cristalina da caulinita, formando uma fase de transição com alta atividade, conforme equação 4. (MEDINA, 2011, p.12).



Na calcinação a perda de água combinada na argila, causa o desarranjo da estrutura cristalina do silicato de alumínio, deixando a sílica e alumina em um estado amorfo.

Segundo Billong et al (2013, p.16) na presença de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e água, a metacaulinita reage e dá origem aos silicato de cálcio hidratado, aluminossilicato e aluminato de cálcio hidratados como ilustrado nas equações abaixo:



Onde $\text{A} = \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{C} = \text{CaO}$, $\text{S} = \text{SiO}_2$ e $\text{H} = \text{H}_2\text{O}$, que é a notação adotada pela indústria do cimento e na literatura técnica.

A reatividade dos materiais pozolânicos também é influenciada pela finura do material. O grau de moagem é citado por vários autores como responsável pela melhoria nas reações pozolânicas.

Segundo Cook e Salvador, apud Oliveira, 2007, p. 13, um dos fatores que também pode influenciar a atividade pozolânica é a moagem. Segundo os autores, esta

etapa se faz necessária pela excessiva aglomeração das partículas, normalmente existente nas argilas durante o processo de calcinação

As características físicas, como tamanho de partículas e superfície específica, são um dos principais fatores que podem garantir a alta atividade pozolânica. (MALHOTRA e MHETA, 1996, p. 68).

A superfície específica do material de alta reatividade está relacionada com a atividade pozolânica nas primeiras idades de hidratação do cimento, sendo que em idade posteriores essa atividade pozolânica está relacionada aos teores de sílica e alumina reativa, o que ratifica a grande influência da moagem na primeiras idades, na aceleração da atividade pozolânica e conseqüentemente na resistência mecânica. (MEDINA, 2011 p. 18)

Dessa forma a distribuição granulométrica é uma característica fundamental para os materiais pozolânicos. A distribuição dos grãos pode influenciar fortemente nas propriedades dos materiais como na atividade pozolânica.

Obter uma finura adequada é importante para que funções, tais quais, redução da porosidade e conseqüentemente da permeabilidade do concreto e reatividade química com o hidróxido de cálcio sejam apreciadas.

3.5 Adições Minerais

Materiais com potencial aglomerante, ou seja, com propriedade cimentantes podem ser adicionados ao concreto. Essa adição pode ocorrer de duas formas: como adição no cimento ou como substituição parcial do cimento na argamassa do concreto. (SANTOS, 2006, p. 32)

As adições ao cimento Portland proporcionam ligantes com propriedades tecnológicas ligeiramente diferentes e, em alguns aspectos, superiores as do próprio cimento Portland comum (clínquer + gesso), por outro lado as adições minerais ao cimento são realizadas a fim de minimizar custos de produção, uma vez que os

produtos de adição são via de regra energeticamente menos nobres que o clínquer. (ZAMPIERI, 1989, p. 45).

As adições minerais modificam a estrutura da pasta do cimento, alterando as estruturas dos poros e tamanhos de grãos, tornando a textura mais fina e impermeável em graus diferentes de acordo com o tipo de grãos ou da sua quantidade. (ISAIA e GASTALDINI, 2003, p. 2).

De acordo com as definições da norma brasileira o cimento Portland pozolânico é definido como: Aglomerante hidráulico obtido pela mistura homogênea de clínquer Portland e materiais pozolânicos, moídos em conjunto ou em separados.

Segundo Turanli et al (2004, p. 1) a alta quantidade de água requerida para uma determinada consistência e conseqüentemente a baixa resistência características de cimentos compostos com pozolanas podem ser fatores limitantes para o uso de pozolanas naturais em proporções maiores do que 30%.

3.6 Concreto

O concreto é um material de larga aplicação na construção civil. O concreto na sua forma padrão é a mistura de cimento, areia, pedra e água, podendo conter aditivos que também influenciam no seu desempenho.

No seu estado fresco, o concreto pode ser moldado de diversas formas de acordo com cada necessidade. As diferenças de cada proporção dos componentes: agregado graúdo (brita “0”, “1” e “2”) agregado miúdo (areia), água e aditivos, define o traço do concreto. Essas especificações influenciam em diversas propriedades e sua aplicabilidade. O concreto é, depois da pedra, da argila e da madeira, um dos materiais de construção mais antigos que a humanidade conhece. (ZAMPIERI, 1989, p. 54).

A resistência mecânica do concreto depende essencialmente dos materiais constituintes, suas proporções e dos procedimentos de mistura e cura. A qualidade potencial do concreto depende principalmente da relação água/cimento e do grau de

hidratação, pois são eles que regem as propriedades de absorção de capilar de água, os diversos mecanismos de permeabilidade do concreto, assim com as diversas propriedades mecânicas. (CASTRO, 2009, p.28).

Segundo (Oliveira 2007, p. 15) a introdução de pozolana no concreto resulta em uma série de alterações em suas propriedades, tanto no estado fresco como no estado endurecido.

3.6.1 Tempo de Pega

O termo: “pega” refere-se à solidificação da pasta plástica do cimento ou do concreto. O início desta fase, denominado de início de pega, marca o estado em que a pasta perde a plasticidade e se torna não trabalhável. Já o fim de pega é o tempo necessário para solidificar completamente a pasta, é caracterizado pelo início de desenvolvimento de resistência mecânica. (OLIVEIRA, 2007, p. 26).

Netto, 2006 afirma que a adição de pozolana natural ao cimento Portland resulta no retardo do tempo de pega, em parte devido ao efeito de diluição do cimento Portland (sendo este o elemento mais ativo), e por outro lado em função da maior necessidade de água na pasta de cimento para se atingir uma consistência normal.

No entanto Metha e Monteiro apud Medina (2007, p. 15) ressalta que o maior teor de alumina nas pozolanas pode sugerir um aumento das reações de idades iniciais, tal qual a reação de hidratação do cimento, onde os aluminatos reagem mais rapidamente que os silicatos.

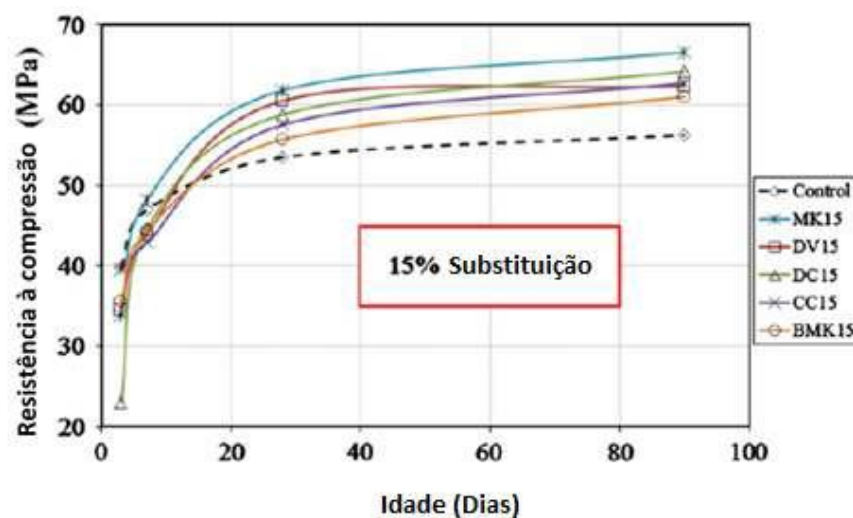
3.6.2 Resistência Mecânica

Aliando o aumento do nível de resistência do concreto com o emprego de elevados teores de pozolanas, promove-se um efeito sinérgico sobre o desempenho do concreto como um todo, a partir da sua microestrutura mais compactada, o que se traduz, em geral, em maior durabilidade e vida útil (ISAIA e GASTALDINI, 2003, p. 3).

Alguns autores acreditam que com a substituição de parte do cimento por pozolana, os concretos passam a ter menores resistências iniciais no ensaio de resistência à compressão, só desaparecendo essa desvantagem após cerca de 3 meses, quando suas resistências são cerca de 10 a 15% superiores aos dos concretos comuns. (ZAMPIERI; KIHARA, 1988, p. 19).

No trabalho desenvolvido por Mermedas et al (2012 p. 769), os resultados da resistência à compressão em corpos de prova de concretos com adição de metacaulim e argilas caulínicas calcinadas demonstraram que nas idades acima de 7 dias, todas os diferentes tipos de metacaulim e argilas caulínicas obtiveram uma resistência à compressão maior do que a amostra referência, os resultados desse trabalho está ilustrado na Figura 4.

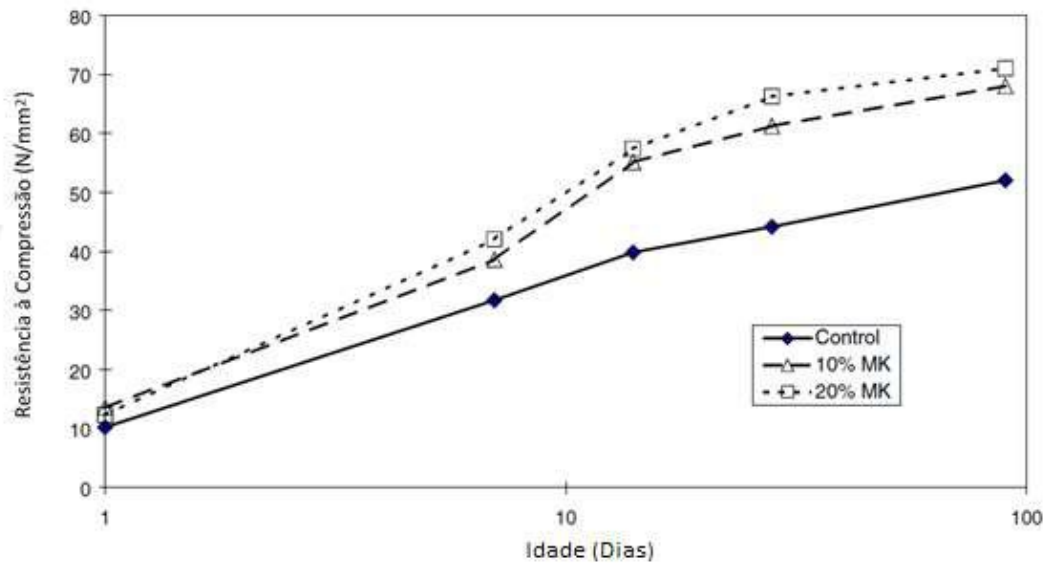
Figura 4 – Desenvolvimento da resistência à compressão do concreto com 15% de substituição de Metacaulim e argila caulínica calcinada



Fonte: Mermedas et al (2012, p.769)

No entanto Khatib e Hibbert (2005, p. 464) constataram, em seus estudos sobre o efeito da adição de Metacaulim no cimento, que o Metacaulim aumentou a resistência à compressão em todas as idades de cura em relação ao cimento referência, conforme está demonstrado na Figura 5.

Figura 5 – Efeito do Metacaulim do desenvolvimento da resistência à compressão

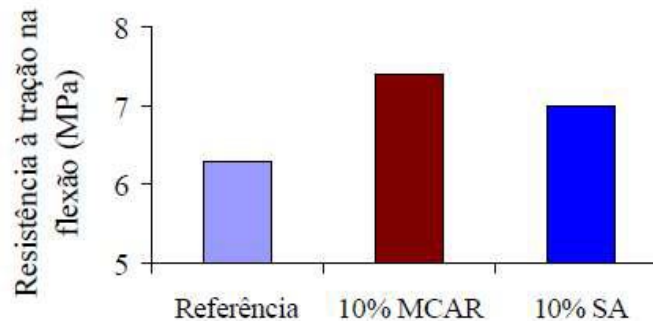


Fonte: Khatib e Hibbert (2005, p. 464)

Gabrigh apud Machado (2013, p. 26), afirma que a resistência à tração, no concreto, é de grande importância para prevenir o aparecimento de fissuras provocadas por retração por secagem, quando no estado fresco. O autor acrescenta ainda que a resistência à tração cresce com o passar do tempo em função da ocorrência das reações químicas de hidratação e das reações pozolânicas. Da mesma forma esses fenômenos também contribuem para o aumento da resistência à compressão com o passar do tempo.

Zhang e Malhotra apud Molin (2003, p. 85) avaliaram o comportamento do concreto com adição de 10% de sílica ativa e 10% de metacaulim de alta reatividade no ensaio de resistência à tração na flexão aos 28 dias de idade. Os autores constataram um aumento dos valores da resistência à tração na flexão nos concretos com adições de materiais pozolânicos em relação ao concreto de referência, conforme esta demonstrado na Figura 6.

Figura 6 – Comportamento da resistência à tração na flexão do concreto com sílica ativa e metacaulim de alta reatividade



Fonte: Zhang e Malhotra apud Molin (2003, p. 85)

3.7 Durabilidade

Segundo a NBR 6118: Durabilidade é a capacidade da estrutura de resistir às influências ambientais previstas e definidas em conjunto pelo autor do projeto estrutural.

É de grande relevância para esse trabalho comparar os efeitos de durabilidade do novo produto proposto, uma vez que a durabilidade é um requisito de extrema importância para a qualidade do cimento e concreto.

Muitos trabalhos indicam o benefício do cimento com adição de pozolana em relação a sua durabilidade.

Pozolanas fornecem uma forma de produção econômica de concreto e pode melhorar suas propriedades, tal qual a durabilidade. Essas propriedades são válidas para cinzas volante e também para pozolanas naturais. Pozolanas naturais são disponíveis em limitadas regiões do mundo. Propriedades químicas e de atividade pozolanica da pozolana natural varia dependendo da região e da fonte. (PEKMEZCI; AKYUZ, 2004, p. 2175).

Santos (2006, p. 16) descreve: o cimento Portland comum, em determinado aspectos, apresenta deficiência, ou insuficiência para atender as necessidades específicas da indústria da construção civil, especialmente sob o aspecto de durabilidade.

Por isso além de todos os outros aspectos, econômicos e ambientais, o cimento pozolano muitas das vezes pode suprir necessidades que o cimento composto com escória ou o cimento de alto forno se faz ineficiente. Ainda segundo o mesmo autor: O uso de pozolanas tem certas vantagens, sendo o uso de cimento com adições pozolânicas recomendados por seu uso específico (por exemplo, cimentos pozolânicos para barragens e para obras marítimas).

A durabilidade das estruturas de concreto depende muito da facilidade com a qual os fluidos, tanto líquidos como gases, podem ingressar na estrutura e se deslocar no seu interior, trazendo consigo agentes. (BARROS, 2008, p. 15).

Dependendo de como esta estrutura de poros está formada e havendo conexão entre vazios existentes, surgirá, então, um material permeável, sujeito à movimentação de líquidos e gases no seu interior (SANTOS, 2006 apud NETTO, 2006, p. 19).

Por isso o estudo de permeabilidade é muito importante nesse trabalho. A permeabilidade precede a durabilidade, concretos pouco permeáveis serão mais duráveis do que aqueles onde a permeabilidade é maior. (SANTOS, 2006 p. 12).

Netto (2006, p. 21) ressalta que a utilização de cimentos pozolânicos e de alto forno também contribui para a redução da permeabilidade. O autor ainda comenta que todos os fatores que afetam a porosidade do concreto interferem também na sua permeabilidade e capacidade de absorção.

Segundo Ramachandran; Beaudoin apud Barros, (2008, p. 16): "A granulometria do agregado, bem como a natureza e o teor de aglomerante são fatores que influenciam a permeabilidade das argamassas.". Por isso no presente estudo como a proposta é realizar uma análise crítica comparativa entre os cimentos estudados foi essencial que a metodologia fosse feita da mesma forma e com o mesmo tipo de materiais, por exemplo, utilização dos mesmos agregados para que os interferentes sejam os menores possíveis.

Alguns ensaios que permitem avaliar efeitos da durabilidade do cimento produzido são propostos nesse estudo e estão especificados a seguir.

3.7.1 Permeabilidade do ar

Segundo Santos (2006, p. 15) a permeabilidade do concreto, embora esteja diretamente ligada à porosidade, depende também de outros fatores. [...] a permeabilidade irá depender do tamanho de poros, da distribuição do mesmo e da interconexão entre eles no concreto. Um conjunto de poros pode ser considerado impermeável se, devido ao tamanho reduzido, não houver possibilidade de passagem de fluídos. Assim como a continuidade na estrutura de poros e a interconexão entre eles resulta em uma maior possibilidade de acesso à água e ao ar.

O Torrent Permeability Tester é um método empregado para analisar a permeabilidade de ar.

Segundo Jacobs e Hunkeler (2006, p. 6) o Torrent Permeability Tester foi desenvolvido em meados do ano da década de 1990, e em 2003 foi introduzido na norma Suíça SAI 262/1.

Ainda segundo Jacobs e Hunkeler (2006, p. 7), antes do início do ensaio de Torrent Permeability Tester a pressão atmosférica na câmara interna é reduzida por uma bomba de vácuo a cerca de 10 a 20mbar. Durante a medição o ar flui a partir da parte interna da amostra no interior da câmara. O aumento de pressão é transmitido e a permeabilidade do ar é calculada de acordo com a equação de Torrent : equação 8.

$$kT = \left(\frac{V_c}{A} \right)^2 \cdot \frac{\mu}{2\epsilon p_a} \left[\frac{\ln \left(\frac{p_a + p_i}{p_a - p_i} \cdot \frac{p_a - p_o}{p_a + p_o} \right)}{\sqrt{t} - \sqrt{t_o}} \right]^2 \quad (8)$$

Onde:

kT : Permeabilidade do ar (m^2)

V_c : Volume da câmara interna (m^3)

A : Área transversal da câmara interna (m^2)

μ : Viscosidade do ar (Ns/m^2)

ε : Volume de ar preenchido por vazios em concreto

P_a : Pressão Atmosfera (N/m^2)

P_i : Pressão do ar no tempo t (final da medição) (N/m^2)

P_o : Pressão de ar na câmara interior no momento (N/m^2)

t_o : Início do ensaio (s)

De acordo com Isaia et al (2010, p.4) a qualidade do concreto é classificada em 5 níveis, em função dos resultados de kT ($10^{-16} m^2$) de acordo com a Tabela 8.

Tabela 8 - Classificação dos níveis de permeabilidade do concreto pelo índice kT

Índice	1	2	3	4	5
kT ($10^{-16} \cdot m^2$)	> 10	10 - 1	1 - 0,1	0,1 - 0,01	< 0,01
Classificação	muito ruim	ruim	Normal	Bom	muito bom

Fonte: Isaia et al (2010, p.4)

Isaia et al (2010, p.8) compararam o efeito da permeabilidade do ar pelo método de Permeabilite Torrent Tester em concretos estrutural produzidos com adição de CCA – casca de arroz calcinada e finamente moída com o valor de resistência a compressão, os ensaios foram realizados para a adição de 15% e 25% no concreto.

Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 9. Os autores concluíram que concretos com maior resistência à compressão apresentaram um valor menor de permeabilidade do ar.

Tabela 9 – Coeficiente de permeabilidade ao ar em relação a resistência à compressão

f_{c28} MPa	Parâmetro de análise	CCA M15	CCA M25	CCA N15	CCA N25
25	Relação água/aglomerante $kT \times 10^{-16} m^2$	0,63 0,65	0,65 0,74	0,61 0,26	0,42 >10
30		0,56 0,41	0,60 0,61	0,55 0,15	-
40		0,46 0,21	0,48 0,25	0,47 0,07	-

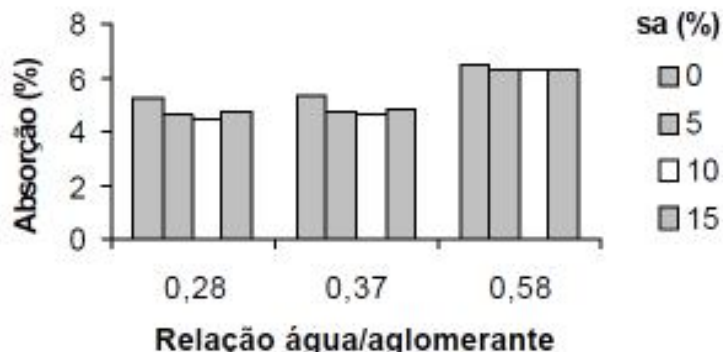
Fonte: Isaia et al (2010, p.8)

3.7.2 Absorção de água

A norma NBR 9778 (2005) - Argamassa e concreto endurecidos – “Determinação da absorção de água por imersão – Índice de vazio e massa específica” estabelece padrões para esses ensaios em argamassa, como processo pelo qual a água é conduzida e tende a ocupar os poros permeáveis de um corpo sólido poroso. Para os efeitos dessa norma, a absorção de água é também o incremento de massa de um corpo sólido poroso devido a penetração de água em seus poros permeáveis, em relação à sua massa em estado fresco.

Vieira et al (1997, p. 7) constatou em seu estudo de durabilidade de concretos com adição de sílica ativa, que de forma geral a absorção de água diminui com a diminuição da relação água/aglomerante e com o aumento do teor de adição de sílica ativa. Os resultados desse trabalho esta apresentado na Figura 7.

Figura 7 – Absorção de água em concretos com adição de sílica ativa



Fonte: Vieira et al (1997, p. 7)

3.7.3 Penetração de água sobre pressão

A penetração de água sobre pressão pode ser definida como a facilidade em que o fluido pode escoar através de um sólido, sob um gradiente de pressão externa, sendo determinada pela quantidade e tamanho dos poros na estrutura do sólido. (METHA E MONTEIRO, 2008 apud SILVA, P. 2011, p. 62).

A penetração de água sobre pressão é um dos ensaios que permite realizar uma avaliação comparativa da durabilidade do concreto. Feitosa C; Djanikian J (2001, p.

3) ressalta que a durabilidade de uma estrutura de concreto depende basicamente da presença da água livre em seu interior.

Permeabilidade das pastas de cimento pozolânico é inicialmente maior do que o de cimento Portland, contudo ele tende a tornar-se menor à medida que aumenta o tempo de cura. (HEWLETT, 2004, p 542).

Fenando apud Silva P. (2011, p. 62) classifica que concretos com penetração de água inferior a 30 mm são considerados concretos com baixa permeabilidade.

A Tabela 10 mostra alguns valores de permeabilidade típicos de argamassa de cimentos com diferentes teores de pozolanas, realizado pelo autor HEWLETT (2004, p. 546).

Tabela 10 - Profundidade relativa de penetração de água nas argamassas de cimentos Portland hidratado misturado com *Santorin Earth* ¹

Idade (dias)	Cimento Portland (mm)	10% de Pozolana (mm)	20% de Pozolana (mm)	30% de Pozolana (mm)
28	26	24	25	25
90	25	23	23	22
365	25	23	18	15

Fonte: HEWLETT (2004, p.546)

¹ *Santorin Earth* é uma pozolana natural de origem vulcânica

4 METODOLOGIA

As metodologias de ensaio e os materiais utilizados na caracterização das Argilas, dos cimentos e dos concretos estudados nesta pesquisa estão apresentados neste capítulo.

4.1 Argilas

As argilas estudadas neste presente trabalho foram coletadas no município de Cordisburgo - MG. As amostras de argilas foram coletadas por uma empresa especializada em sondagem de solos. Na Figura 8 pode-se visualizar a coleta de amostras sendo executada pelos funcionários da empresa de sondagem.

Figura 8 - Foto da coleta das Argilas de Cordisburgo - MG.



Fonte: Foto do autor

Para a caracterização inicial foram coletadas dois tipos de argilas em diferentes minas: Argila A e Argila B.

4.1.1 Preparação das Amostras de Argilas

A preparação das amostras de Argilas para os ensaios do presente trabalho seguiram as etapas: Secagem, homogeneização, calcinação e moagem. Na etapa de secagem, as argilas foram submetidas, em uma estufa de secagem, à temperatura de 100°C por um período de aproximadamente uma hora. Logo após, o

material foi homogeneizado no grau e posteriormente foi calcinado por duas horas à uma temperatura de 800°C, seguindo a recomendação ótima de trabalho para a ativação das propriedades pozolânicas.

Após o processo de calcinação foi feita a moagem da argila. Essa etapa é extremamente importante para a caracterização de materiais pulverulentos (na forma de pó), pois a “finura” do material influencia nas suas propriedades e consequentemente no seu desempenho.

A moagem foi realizada por um moinho de bola em laboratório, a fim de se obter o menor percentual do material retido na peneira 45µm. Para a moagem foi necessário o uso de aditivo de moagem, pois devido as características das argilas, a moagem sem a adição do aditivo, ocasionou aglomeração das partículas. Essa aglomeração das partículas aumenta o percentual de material retido, o que poderia afetar os resultados de interesse dessa pesquisa.

Na moagem adicionou-se o aditivo Trietolamina na quantidade 30 gotas para cada 2kg de amostra. A Trietolamina age como dispersante para diminuir o efeito de aglomeração.

4.1.2 Caracterização das Argilas

Os materiais foram caracterizados através de ensaios químicos e ensaios físicos a fim de demonstrar suas características pozolânicas.

4.1.2.1 Ensaio de Coloração

O ensaio de coloração não seguiu nenhuma norma específica. É um ensaio simplesmente sensorial (visual) e classificatório.

A amostra foi britada e homogeneizada e uma quantidade foi colocada em um cadinho de porcelana e calcinada, em um mufla de laboratório à 800°C durante duas horas. Depois de resfriada a temperatura ambiente sua coloração foi avaliada.

Como parâmetro de referência, adotou no teste de coloração o critério adotado pelas indústrias produtoras de cimento, ou seja, o resultado da análise é considerado negativo quando a coloração do material calcinado apresenta tons alaranjados ou avermelhados.

E é considerado positivo quando a coloração do material calcinado apresenta tons de rosa claro, bege ou cinza.

4.1.2.2 Análises químicas e físicas

a) Para a análise química (óxidos: SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 e Na_2O , Ti_2O) o ensaio foi realizado no equipamento ICP-OES do fabricante PerkinElmer, modelo 4300, no qual foi utilizado o método de ensaio EPA 6010 C – Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission.

b) Para a análise de SO_3 o ensaio foi realizado no equipamento LECO modelo S-144 DR.

c) Para o ensaio de teor de umidade utilizou-se a NBR 8801- Materiais pozolânicos - Determinação do teor de umidade.

d) Para o ensaio de perda ao fogo a amostra foi submetida à uma temperatura de 975°C por duas horas, e a perda de peso foi calculada.

4.1.2.3 Índice de atividade pozolânica – Método Físico

A determinação do Índice de atividade pozolânica (IAP) com cimento Portland foi realizado de acordo com as especificações da NBR 5752- Materiais pozolânicos — Determinação de atividade pozolânica com cimento Portland — Índice de atividade pozolânica com cimento — Método de ensaio.

Para realização desse ensaio foram necessários as preparações de corpos de prova cilíndricos de argamassas de dimensões 10cm x 5cm com três traços diferentes. O primeiro traço foi realizado com cimento Portland. Nesse trabalho foi utilizado o

cimento de referência CP V-ARI. O segundo e terceiro traço foram realizados substituindo-se 35% de volume do cimento Portland pelas Argila A e B respectivamente.

Para cada tipo de traço foram moldados 3 corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão, seguindo a NBR 7215 – Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão – Método de ensaio.

Os corpos de provas foram mantidos sob condições ambientais controladas de acordo com a NBR 7215 para o rompimento aos 28 dias. O índice de atividade pozolânica com cimento Portland foi dado, pelo resultado da divisão da resistência média, aos 28 dias de idade, da argamassa de cimento mais o material supostamente pozolânico pela da resistência média, aos 28 dias de idade da argamassa do cimento referência (CP V – ARI), multiplicado por 100.

Além da idade de 28 dias, foram realizados os ensaios de resistência à compressão também nas idades de 1, 3 e 7 dias.

4.1.2.4 Atividade pozolânica pelo método Chapelle “modificado” - Método Químico

O método de Chapelle modificado é adotado para a determinação da atividade pozolânica de material pulverulentos. Este método consiste em colocar 1g da amostra do material supostamente pozolânico juntamente com 2g de óxido de cálcio (CaO) em 250ml de solução aquosa, em banho-maria a $90 \pm 5^\circ\text{C}$ por 16 horas. Este ensaio expressa a quantidade de Ca(OH)_2 consumido por grama de material pozolânico.

O Resultado do ensaio está relacionado com a capacidade de dissolução do material na solução e com sua capacidade de reagir com o hidróxido de cálcio. Para esse ensaio foi utilizado a NBR 15895 (2010) - Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chapelle modificado.

4.1.2.5 Atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina

As atividades das argilas calcinadas foram testadas como fração reativa das argilas em uma solução de Hidróxido de Sódio em ebulição. A solução de NaOH deve assemelhar-se as condições alcalinas na solução dos poros dos cimentos.

É importante que a área de superfície das amostras de argila sejam comparáveis. Por isso as amostras foram triturada afim de obter 25% de resíduo em uma peneira de 90 μ m.

O ensaio consiste em adicionar 100ml de uma solução de NaOH 2M em ebulição à 2g de amostra. Deixar sob ebulição por aproximadamente 3 minutos. Após esse período a amostra é filtrada e transferida quantitativamente para um balão de 250ml.

Da solução resultante analisou-se óxido de alumínio e óxido de silício no equipamento ICP – OES (metais solúveis).

O resíduo insolúvel foi determinado por pesagem após a calcinação do papel de filtro (método gravimétrico).

4.1.2.6 Granulometria a Laser

Para avaliar a distribuição dos tamanhos das partículas da Argila e do cimento de referência – CP V- ARI, foi utilizado o método de granulometria a laser.

Esse método tem como princípio a interação de um feixe de luz com as partículas em um meio fluido. Quando um feixe de luz monocromático e colimado atinge uma quantidade de partículas, parte da luz é submetida a um espalhamento e parte é absorvida. Neste método a luz espalhada é captada por detectores e transformada em distribuição volumétrica das partículas, assumindo a princípio que as partículas são esféricas. O ângulo de difração é inversamente proporcional ao tamanho da partícula.

Os materiais podem ser analisados via seca, onde o meio de dispersão é o ar, ou

por via úmida, com a formação de suspensões. No caso desse trabalho o ensaio foi realizado via seca.

A partir desse ensaio foram obtidos os valores d10, d50 e d90 que correspondem respectivamente, aos valores que 10%, 50% e 90% do total das partículas que apresentam diâmetros menores aos resultados indicados na tabela de distribuição de tamanho de partículas.

O equipamento utilizado nesse ensaio foi: MASTERSIZER 2000, modelo APA 2000 do fabricante MALVERN.

4.1.2.7 Finura (peneira 0,45 μ m)

Para o ensaio de material retido na peneira 45 μ m seguiu a NBR 9202- Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura por meio da peneira (n°325) - Método de ensaio.

4.1.2.8 Difractometria de Raio-X

Para identificar as fases cristalinas presentes na amostra de argila foi realizado o ensaio de Difractometria de Raio-X no equipamento Shimadzu 7000 nas seguintes condições de operação: radiação Cu K α (35 kV/40 mA).

Para entender melhor a mudança da fase cristalina na argila antes e após a calcinação foram analisados a amostra de argila in natura, ou seja, a argila antes da calcinação e da argila calcinada.

4.1.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura-(MEV)

Para o ensaio de microestrutura da argila estudada, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura da marca Shimadzu, modelo SSX-550, acoplado a um espectrômetro por dispersão de energia (EDS-Energy Dispersive Spectrometry).

Previamente, a argila calcinada, isenta de umidade, foi recoberta com uma fina camada de ouro, com um equipamento da marca Sanyu Electron, para se evitar a danos à imagem pela geração de cargas eletrostáticas.

4.1.3 Caracterização dos agregados miúdos

Foram empregados dois tipos distintos de agregados miúdos com o objetivo de otimizar e ajustar a composição granulométrica. Tanto a areia artificial, quanto a areia especial são de origem de rocha gnaisse.

Os ensaios realizados na caracterização do agregado miúdo foram:

- A composição granulométrica, o modulo de finura e as dimensões máximas foram determinados segundo requisitos da norma: NBR NM 248 (2003) - Agregados - Determinação da composição granulométrica.
- Massa unitária do agregado miúdo foi determinada de acordo com os requisitos da norma: NBR NM 45 (2006) – Agregados – Determinação da massa unitária e do volume de vazios.
- Material pulverulento foi determinado seguindo critérios da norma: NBR NM 46 (2003) – Agregados – Determinação do material fino que passa através da peneira 75µm por lavagem.
- Massa específica foi determinada de acordo com a norma: NBR NM 52 (2009) – Agregados miúdos – Determinação de massa específica e massa específica aparente

4.1.4 Caracterização dos agregado graúdo

O Agregado graúdo utilizado na confecção das argamassas de concreto desse presente trabalho foi a brita 1 proveniente de rochas calcárias.

Para a caracterização do agregado graúdo utilizou-se as mesmas normas referenciadas no item: 5.3.1-Characterização dos Agregados Miúdos, com exceção do ensaio de massa específica, no qual foi determinada a partir da norma de referência: NBR NM 53 (2009) – Agregado graúdo – Determinação da massa específica, massa específica aparente e absorção de água.

4.2 Cimentos

A seguir estão apresentadas as metodologias de preparação das amostras dos cimentos: CP IV - Cimento Portland Pozolânico (Cimento CP V – ARI + argila) e CP II – E - Cimento Portland composto com Escória de alto forno (Cimento CP V – ARI + escória), além dos ensaios de caracterização dos cimentos estudados.

4.2.1 Preparação das amostras de cimentos

Para avaliar o desempenho da argila B calcinada como adição mineral na produção de cimento Portland, do tipo pozolânico, foi preparado um aglomerante composto com 30% da argila B calcinada e 70% de cimento Portland CP V – ARI. Essa mistura foi denominada CP IV, por apresentar proporções de insumos dentro da faixa recomendada por norma, para fabricação do cimento Portland pozolânico.

A título de comparação, foi formulada uma mistura composta com 30% de escória de alto forno e 70% de cimento Portland CP V – ARI. Essa mistura foi denominada de CP II – E (Cimento Portland composto com Escória). O CP II – E foi adotado nesse trabalho como aglomerante comparativo por ser um produto largamente comercializado na região sudeste. Além disso, essa pesquisa visa desenvolver materiais alternativos para a adição ao cimento, tendo em vista que a escória de alto forno está cada vez mais escassa em função da elevada demanda.

Adotou-se o cimento Portland CP V ARI como “aglomerante base” na formulação dos cimentos, pelo fato de não apresentar adições minerais na sua composição. Várias pesquisas com pozolanas adotaram o cimento CP V – ARI nas formulações de concretos e cimentos por ser considerado o cimento Portland mais “puro” entre os existentes no mercado.

Os cimentos foram produzidos em escala de laboratório sob as mesmas condições de moagem e homogeneização, foram caracterizados e avaliados para a produção de argamassas de concretos, a fim de se estudar algumas características tais como resistência mecânica e avaliação de alguns parâmetros de durabilidade no concreto.

4.2.2 Caracterização dos cimentos

A seguir estão apresentadas as metodologias de ensaios utilizadas na caracterização dos cimentos: Cimento CP V – ARI + argila (CP IV); Cimento CP V – ARI + escória (CP II – E) e Cimento referência (CP V – ARI).

4.2.2.1 Análise Química

A análise química dos cimentos seguiu a mesma metodologia citada no item 5.1.2.2.

4.2.2.2 Tempos de Pega e determinação da pasta de consistência normal.

O ensaio de determinação dos tempos de pega foi realizado de acordo com a norma de referência NBR 65 (2002) Cimento Portland - Determinação do tempo de pega.

Compreende-se como tempo de início de pega, o tempo decorrido entre o início do ensaio (contato água com cimento) até o momento em que a agulha estacionar a (4 +/- 1mm) do fundo do molde. E considera-se como tempo de fim de pega o tempo decorrido entre o início do ensaio (contato água com cimento) até o momento em que a agulha penetre pela primeira vez à apenas 0,5mm na pasta e quando o acessório anular não provocar nenhuma marca no corpo de prova.

Para o ensaio de determinação da pasta de consistência normal foi utilizado a norma de referência NBR NM 43 (2003) - Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência normal.

A quantidade de água necessária para obter o índice de consistência esperado foi usada na determinação dos tempos de pega. A relação água/cimento do ensaio do

tempo de pega se dá dividindo a massa de água utilizada em relação à massa do cimento.

4.2.2.3 Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método de Blaine)

Esse método consiste em medir a finura do cimento como superfície específica, medindo o tempo requerido para uma determinada quantidade de ar fluir através de uma camada de cimento compactada de dimensões e porosidade específica.

Para esse ensaio utilizou-se o equipamento TONI TECHNIK.

4.3 Concreto

Para o estudo de algumas propriedades mecânicas e de durabilidade no concreto foram confeccionados três traços, mudando somente o tipo de cimento para cada um deles.

4.3.1 Preparação das amostras de concretos

Os cimentos utilizados para confecção dos traços foram:

- Cimento CP V – ARI + argila (CP IV) produzido com 30% de Argila calcinada, conforme descrito no item 5.2.1.
- Cimento CP V – ARI + escória (CP II-E) produzido com 30% de escória de alto forno, conforme descrito no item 5.2.1.
- Cimento referência (CP V-ARI).

Os traços padrões estão especificados na Tabela 11.

Tabela 11 - Composições dos traços dos concretos

Tipo do Cimento	Cimento (kg/m ³)	Água (kg/m ³)	Areia Artificial (kg/m ³)	Areia Especial (kg/m ³)	Brita 1 (kg/m ³)
Cimento CP V – ARI + argila (CP IV)	310	217	577	243	995
Cimento CP V – ARI + escória (CP II-E)	310	217	577	243	995
Cimento referência (CP V-ARI)	310	217	577	243	995

A fim de manter padronizado a composições dos traços, variando somente a composição do cimento, não foram adicionados nenhum aditivo. A relação água/aglomerante desse traços foram de 0,70.

4.3.2 Propriedades dos concretos no estado fresco

4.3.2.1 Determinação dos abatimentos do tronco de cone dos concretos (“slump test”)

A finalidade do ensaio de abatimento do tronco de cone é medir a consistência e a fluidez da pasta de concreto, sendo que a consistência do abatimento indica a uniformidade da trabalhabilidade.

Os abatimentos do tronco-de-cone dos concretos foram medidos segundo a NBR NM 67 (1998) – Concreto – determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone.

Esse ensaio compreende no preenchimento do molde de corpo de ensaio com o concreto ensaiado, seguindo três etapas de preenchimento, em cada uma realiza-se o preenchimento de um terço da altura do molde. Em cada etapa devem-se compactar as camadas com 25 golpes da haste de socamento. Posteriormente retira-se o molde levantando-o cuidadosamente para a posição vertical e finalmente

mede-se o abatimento do concreto, medindo a diferença de altura do molde e a altura do eixo do corpo de prova.

4.3.2.2 Determinação da massa específica dos concretos

A massa específica dos concretos no estado fresco foi determinada de acordo com a norma NBR 9833 (2008) – Determinação da massa específica, do rendimento e do teor de ar pelo método gravimétrico.

4.3.3 Propriedades dos concretos no estado endurecido

4.3.3.1 Determinação da resistência à compressão axial

Para o ensaio de resistência à compressão foram moldados 3 corpos de prova cilíndricos (10cm de diâmetro e 20cm de altura) para cada um dos traços de concreto. Para a moldagem, foram seguidas as recomendações da norma NBR 5738 (2003).

Após o período de cura, nas idades de 3, 7, 14, 28 e 90 dias, os corpos de prova foram conduzidos aos ensaios de resistência à compressão axial, de acordo com a norma NBR 5739 (2003). A Figura 9 ilustra o ensaio de resistência a compressão axial realizado no laboratório de controle de qualidade de concreto da Holcim.

Figura 9 – Foto do ensaio de resistência a compressão no concreto



Fonte: Foto do autor

4.3.3.2 Determinação da resistência à tração na flexão em corpos de prova prismáticos

Para o ensaio de resistência à tração dos concretos estudados, foi utilizada a norma NBR12142 (1991) – “Determinação da resistência à tração na flexão em corpos de prova prismáticos”, que prescreve o método para determinar a resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos, que recebem carregamento no terço médio do vão.

Foram moldados corpos de prova dos três cimentos estudados nesse trabalho (CP II E, CP IV e CP V – ARI), nas dimensões de 15cm x 15cm x 50cm, seguindo a NBR 5738 (2003). Todos os corpos de prova foram ensaiados nas idades de 28 e 90 dias. A Figura 10 ilustra o ensaio de resistência à tração na flexão realizado no laboratório de controle de qualidade de concreto da Holcim.

O ensaio foi realizado com o intuito de tentar verificar a maior ou menor influência do efeito *filler* na matriz cimentícia.

Figura 10 – Foto do ensaio de resistência a tração no concreto



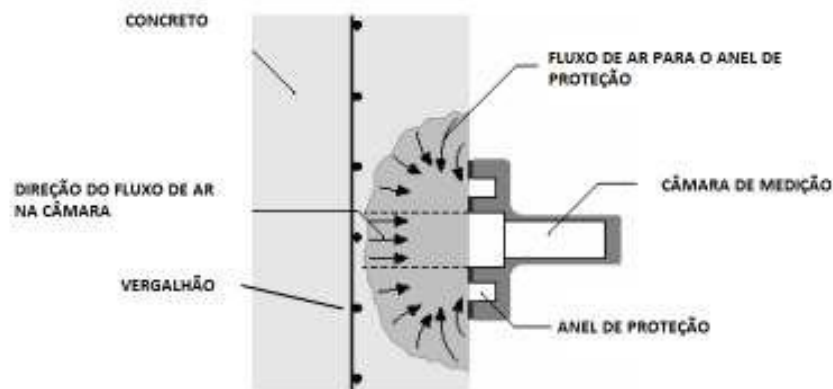
Fonte: Foto do autor

4.3.3.3 Permeabilidade do ar.

Para esse ensaio foi utilizado o equipamento TORRENT Permeability Tester. O equipamento contém uma célula com dupla câmara, uma interna e outra externa e um regulador de pressão de membrana para manter as duas câmaras com a mesma pressão. A técnica se baseia na realização de vácuo na célula colocada na superfície do concreto e medição da velocidade com que a pressão retorna ao valor da atmosfera. O valor obtido denomina-se coeficiente de permeabilidade do ar (kT), A qualidade do concreto é classificada em 5 níveis, em função dos resultados de (kT) conforme Tabela 8 - Classificação da permeabilidade do concreto pelo índice kT (Torrent).

A Figura 11 mostra um desenho esquemático do ensaio de permeabilidade do ar pelo método de Torrent Permeability Tester

Figura 11 – Desenho esquemático do Torrent Permeability Tester.



Fonte: Jacobs e Hunkeler (2006, p. 7)

4.3.3.4 Absorção de Água:

Esse ensaio foi realizado segundo a norma NBR 9778 (2005) - Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água por imersão – Índice de vazio e massa específica.

Os corpos de prova submetidos a este ensaio ficaram sob condição de cura até o 63º dias de idade.

Neste ensaio as amostras foram secas em estufa por 72 horas e posteriormente determinou-se a massa da amostra. Em seguida imergiu-se as amostras em água e manteve-se por 72 horas. Em seguida, colocou-se a amostra em ebulição por mais 16 horas. Deixou-se a água esfriar e com o auxílio de uma balança hidrostática determinou-se a massa das amostras saturada. Os valores de absorção de água por imersão foram calculadas pela equação 9:

$$A = (m_{\text{sat}} - m_s) / m_s \times 100 \quad (9)$$

Onde:

A: Absorção de água;

m_{sat} : Massa da amostra saturada;

m_s : Massa da amostra seca em estufa.

4.3.3.5 Penetração de água sob pressão

Esse ensaio foi realizado nos corpos de prova de concreto na idade de 28 dias. Os corpos de prova foram cortados e retificados para obter corpos de provas prismáticos de tamanho 10 x 15cm. Depois de seco ao ar, por um período de 24h, foram posicionados e centralizados no equipamento de aplicação de pressão. Após o posicionamento dos corpos de prova abriu-se o registro de água e aplicou-se uma pressão de 0,1MPa que foi mantida durante 48h, depois das 48h aumentou-se a pressão para 0,3MPa mantendo-a por mais 24h, depois das 72h desde o início do ensaio, aumentou-se a pressão para 0,7MPa, mantendo-a também por mais 24h, totalizando 96h de ensaio. Após a 96h, foi liberada toda a pressão confinada e retirado cada corpo de prova do conjunto separadamente. Imediatamente após sua retirada do equipamento, cada corpo de prova foi partido ao meio, ortogonalmente à face onde foi exercida a pressão. Logo após a ruptura do corpo de prova, foram determinadas a profundidade máxima de penetração de água, em milímetros, e a distribuição de água penetrante.

Considerou-se como máxima penetração de água para o concreto ensaiado, a média das penetrações máximas dos corpos de prova.

Para esse ensaio seguiu-se a norma NBR 10.787 (2012) – Concreto endurecido – Determinação da penetração de água sob pressão.

O esquema adotado para a realização do ensaio de penetração de água está ilustrado na Figura 12.

Figura 12 - Ensaio de penetração de água sob pressão realizada nos corpos de prova dos concretos



Fonte: Foto do autor

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de caracterização das argilas, dos cimentos e dos concretos utilizados neste trabalho estão apresentados neste capítulo.

5.1 Argilas

5.1.1 Ensaio de Coloração da Argila

Conforme mostrado na Figura 13 a Argila Calcinada A apresentou coloração alaranjada, enquanto que a Argila Calcinada B apresentou coloração bege.

Figura 13 – Foto da argila calcinada A (a) Foto da argila calcinada B (b)



Fonte: Foto do autor

Considerando o aspecto cultural do setor, já abordado no item 4.3, classificou-se o resultado do ensaio de coloração da Argila Calcinada A como negativo e o resultado da Argila Calcinada B como positivo, conforme a Tabela 12.

Tabela 12 – Resultados do Ensaio de Coloração

Material	Resultado
Argila Calcinada A	Negativo
Argila Calcinada B	Positivo

A Figura 14 mostra as colorações dos cimentos confeccionados a partir da substituição de 30% do cimento referência (CP V – ARI) pelos materiais estudados (argila calcinada A, argila calcinada B e escória de alto forno) e seus respectivos corpos-de-prova de argamassa produzidos com esses cimentos.

Figura 14 – Cimentos e Argamassas produzidos conforme NBR 7215 com 30% de substituição do cimento pela argilas calcinada A (a) e argila calcinada B (b) escória de alto forno (c)

Cimento CP V – ARI + argila calcinada A (a)



Cimento CP V – ARI + Argila calcinada B (b)



Cimento CP V – ARI + Escória de alto forno (c)



Fonte: Foto do autor

A coloração apresentada pelo cimento confeccionado com a argila calcinada B apresentou uma coloração levemente rosada, no entanto a argamassa produzida com esse cimento apresentou coloração muito semelhante a argamassa produzida com o cimento confeccionado com escória de alto forno.

Já a coloração do cimento produzido com adição da argila calcinada A apresentou coloração bem distinta do cimento produzido com escória de alto forno, sua coloração resultou em um tom fortemente avermelhado e conseqüentemente o corpo de prova de argamassa produzido com esse cimento apresentou coloração rosada.

Como pode ser visto pelo teste de coloração podemos concluir que o cimento produzido com 30% de adição da argila calcinada B apresentou coloração aceitável para produção de cimento Portland de cor cinza, no entanto o cimento produzido com a argila calcinada A não apresentou coloração aceitável para produção de cimento de cor cinza.

5.1.2 Análise Química da Argila

Na Tabela 13 estão apresentados os resultados das análises químicas das Argilas A e da Argila B para as argilas In naturas e calcinadas. Nessa mesma tabela encontram-se os limites estabelecidos pela NBR 12653 (2012) – Materiais pozolânicos-Requisitos, para classe N, no qual se enquadram as Argilas A e B, por se tratar de argilas calcinadas.

Tabela 13 – Análise Química da argilas in naturas e das argilas calcinadas

Parâmetro	Limite NBR 12653:2012 (N)	Argila A In natura (%)	Argila B In natura (%)	Argila A Calcinada (%)	Argila B Calcinada (%)
Perda ao Fogo máx.	10,0	11,8	16,5	0,2	0,1
SiO ₂	-	45,5	43,6	57,7	52,3
Al ₂ O ₃	-	29,1	34,8	33,1	40,5
Fe ₂ O ₃	-	10,5	2,5	11,9	2,1
SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ min.	70	85,1	80,9	96,8	94,2
SO ₃ máx.	4,0	0,05	0,37	0,06	0,53
Teor de umidade máx.	3,0	(NE)	(NE)	0,3	0,3
Álcalis disponíveis em Na ₂ O máx.	1,5	0,05	0,01	0,06	< 0,01
K ₂ O máx.	-	0,72	0,57	0,82	0,71
TiO ₂		(NE)	(NE)	(NE)	1,3%

(NE): Não especificado

Argilas In natura

Os resultados das argilas in naturas apresentaram valores de óxidos de alumínio e óxido de silício muito próximo da análise da argila caulínica realizado por Cordeiro e Désir (2010, p.3), conforme apresentado na Tabela 3. Contudo, ambas as argilas apresentaram teores de óxidos de ferro bem maiores, principalmente a Argila A. Os resultados também se aproximaram dos valores teóricos de óxidos de alumínio e óxidos de silício da caulinita, conforme apresentado na Tabela 2.

Argilas Calcinadas

Percebe-se que as Argilas calcinadas A e B estão dentro dos limites prescritos na norma de referência: NBR 12653 (2012) para serem classificadas como material pozolânico. A soma dos teores de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 corresponderam a 96,8% para a Argila A, e 94,2% para a Argila B, superando o limite mínimo especificado, de 70%. Além desse critério foram atendidos outros, como os teores de SO_3 que são menores do que 4,0%, os teores de umidade inferiores a 3,0%, os teores de perda ao fogo menores do que 10,0%, e os valores de Álcalis que não ultrapassaram o limite de 1,5%.

Nota-se na Tabela 13, que existe uma diferença significativa do teor de Fe_2O_3 entre as Argilas A e B. Sendo que a Argila A contém 11,9% e a Argila B 2,1%, isso pode justificar a maior intensidade da cor vermelha na Argila A.

Como a Argila B também contém presença de óxidos de ferro e titânio na ordem de 3%, isso a proporcionou uma leve coloração rosada.

As duas argilas apresentaram resultados de análise química compatíveis com o esperado para materiais pozolânicos.

5.1.3 Determinação do índice de atividade pozolânica das argilas com cimento Portland - Método Físico e resistência à compressão

A Tabela 14 apresenta os resultados dos ensaios de resistência à compressão dos corpos de prova produzidos com o cimento de referência CP V – ARI, e corpos de prova produzidos com uma mistura de CP V – ARI mais adição da Argila A e da Argila B, conforme descrito na metodologia de pesquisa.

Tabela 14 – Análise Física - Ensaio de resistência à compressão das argamassas dos cimentos produzidos com as argilas calcinadas.

Idades	CP V - ARI (MPa)	CP V - ARI + Argila A (MPa)	CP V - ARI + Argila B (MPa)
1	28,7	NE	12,9
3	40,1	12,6	23,0
7	43,5	22,7	29,4
28	52,1	28,7	41,1

Nota-se através dos resultados que as resistências à compressão nos primeiros dias são bem menores no cimento com adição de Argila, conforme esperado, pois o cimento CP V - ARI tem alta resistência inicial e em contra partida a reação pozolânica se dá de forma lenta, tendo maior influência na resistência mecânica somente a partir de idades mais avançadas.

Os valores de resistência à compressão do cimento CP V - ARI + Argila A se manteve em valores bem inferiores em relação tanto ao cimento CP V - ARI + Argila B, quanto ao cimento referência (CP V – ARI).

A Tabela 15 apresenta os resultados dos IAP- Índice de Atividade Pozolânica - Método Físico realizado nas argilas calcinadas A e B.

Tabela 15 – Resultados dos IAP- Índice de Atividade Pozolânica- Método Físico

Resultados (%)	Limite min. NBR 12653:2012 (N)	Argila calcinada A	Argila calcinada B
Índice de atividade pozolânica: - com cimento aos 28 dias	75	55,1	78,9

Conforme mostra a Tabela 15, a Argila calcinada B apresentou resultado positivo para o ensaio de atividade pozolânica pelo método físico, uma vez que o índice de atividade pozolânica para esse ensaio foi de 78,9% superando o limite mínimo de 75% especificado pela norma. Dessa forma a Argila B estudada proporcionou ao cimento propriedades pozolânicas.

No entanto a Argila calcinada A apresentou resultado negativo para esse teste. O resultado do IAP foi de 55,1%, estando abaixo do limite mínimo da norma.

5.1.4 Atividade pozolânica pelo método Chapelle “*modificado*” - Método Químico

Os resultados dos ensaios de atividade pozolânica das Argilas calcinadas, obtidos pelo método químico, estão apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 – Resultados das Atividades pozolânica pelo método de Chapelle modificado

Argila calcinada A	559mg Ca(OH) ₂ /g amostra
Argila calcinada B	947mg Ca(OH) ₂ /g amostra

Segundo definições da norma NF P 18-513 (2010) - Pozzolanic Addition For Concrete Metakaolin - Definitions, Specifications And Conformity Criteria, empregada para metaculim, a reatividade pozolânica não deve ser inferior a 700mg Ca(OH)₂/g material.

De acordo com o resultado desse ensaio observou-se que para a Argila calcinada A o resultado obtido foi de 559mg Ca(OH)₂/g amostra, sendo inferior ao valor mínimo esperado de acordo com a referência normativa, no entanto a Argila calcinada B apresentou valor de 947mg Ca(OH)₂/g amostra superando em 35% o valor mínimo esperado de 700mg Ca(OH)₂/g material da norma referência.

O valor da atividade pozolânica obtido por este método para a Argila calcinada B, quando comparados com os resultados de diferentes tipos de metacaulin, apresentados no estudo realizado por Ferraz E. et al (2012, p.7). - Tabela 4, mostra alguns resultados próximos. Isso representa uma boa indicação para a reatividade do material analisado, uma vez que o metacaulim é considerado uma das melhores pozolanas existentes em termos de reatividade.

5.1.5 Atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina

Para essa metodologia foram analisados os teores de materiais insolúveis retido no filtro durante a filtragem (método gravimétrico), e também os teores de óxidos solúveis na solução extraída do ensaio (metais solúveis).

Os resultados obtidos através do ensaio de solubilidade alcalina pelo método gravimétrico estão representados na Tabela 17 abaixo.

Tabela 17 – Resultados do ensaio de atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina – Método gravimétrico

Amostras	Material Retido (%)	Material Solúvel (%)
Argila calcinada A	83,9	16,1
Argila calcinada B	57,2	42,8
Metacaulim	51,9	48,1

Verificou-se a partir do método acima que para a Argila calcinada A foi obtido um resultado de 83,9% de material retido e 16,1% de material solúvel, já para a Argila calcinada B, foi obtido 57,2% de material retido e 43,8% de material solúvel, enquanto que para o Metacaulim o resultado foi 51,9% de material retido e 48,1% de material solúvel.

Através dos resultados obtidos foi possível observar que o Metacaulim apresentou maior quantidade de material solúvel (48,1%), o que indica que a parte reativa está presente em maior quantidade no Metacaulim. Em relação as duas argilas, a Argila calcinada B apresentou resultado próximo ao do Metacaulim, um valor de 42,8%, e a Argila calcinada A um resultado bem inferior aos outros dois materiais (16,1%).

Quanto maior for o teor de material solúvel maior é a reatividade pozolânica do material, dessa forma, neste ensaio o Metacaulim apresentou maior atividade pozolânica, seguido da Argila calcinada B e por último da Argila calcinada A.

A Tabela 18 abaixo apresenta os resultados dos teores de Alumina e Sílica solúveis no ensaio de solubilidade alcalina (metais solúveis).

Tabela 18 – Resultado do ensaio de atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina – (metais solúveis)

Amostras	Al ₂ O ₃ (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ + SiO ₂ (%)
Argila calcinada A	2,14	12,84	14,98
Argila calcinada B	20,88	27,41	48,29
Metacaulim	18,78	27,95	46,73

Avaliando separadamente a solubilidade dos elementos analisados, verificou-se que para a alumina, o material que apresentou maior grau de atividade pozolânica foi a Argila calcinada B. Já com relação à sílica, o material que apresentou maior atividade pozolânica foi o Metacaulim, porém com resultados muito próximos ao da Argila calcinada B. Esse resultado apresentou uma melhor concordância com os resultados do método gravimétrico. O material com menor valor de atividade pozolânica para os parâmetros deste ensaio foi a Argila calcinada A.

Avaliando o somatório de solubilidade dos elementos analisados (Al₂O₃ + SiO₂), apesar do resultado ter sido maior para a Argila calcinada B (48,29%), esse resultado também ficou próximo do resultado do somatório obtido para o Metacaulim (46,73%).

Dessa forma podemos concluir que a atividade pozolânica pelo método de solubilidade alcalina da Argila calcinada B e do Metacaulim apresentaram resultados semelhantes e o resultado da Argila calcinada A para esse método foi bem inferior em comparação com os outros dois materiais.

A diferença de reatividade entre os dois tipos de argila, verificada pelo método de solubilidade alcalina, também foi observada no método físico e no método químico (Chapelle modificado).

Outro ponto que vale apenas ressaltar é que os resultados dos somatórios dos óxidos ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$) - Tabela 18, aproximaram muito dos resultados dos teores de material solúvel - Tabela 17, obtidos pelo método gravimétrico por solubilidade alcalina. Esta constatação valida os resultados obtidos pelos dois métodos.

Apesar da Argila calcinada A, no ensaio de análise química – Tabela 13, ter apresentado resultados dentro do limite estabelecido pela norma NBR 12653, esta argila não foi classificada como material pozolânico em nenhum dos testes empregados neste trabalho. Além disso, sua coloração também não apresentou resultados satisfatórios quanto ao teste de coloração. Dessa forma, optou-se por não continuar os testes na Argila A.

Os demais ensaios apresentados nessa dissertação foram realizados apenas em amostras da Argila B.

5.1.6 Distribuição granulométrica

A Tabela 19 apresenta os resultados da distribuição granulométrica das amostras do cimento referência e da argila estudada, realizado em um Granulometro a laser modelo APA 2000 do fabricante MALVERN.

Tabela 19 – Resultados da distribuição granulométrica

	Argila moagem sem aditivo	Argila moagem com aditivo	Cimento CP V
d(0,1)	1,63 μm	0,78 μm	1,08 μm
d(0,5)	19,33 μm	5,76 μm	8,76 μm
d(0,9)	121,71 μm	65,24 μm	31,20 μm

O ensaio de distribuição de tamanho de partículas foi realizado em amostras do material moído no moinho de bolas sem adição de aditivo de moagem (Trietolamina) e com a adição. OS resultados foram comparados com o cimento de referência: CP V- ARI PLUS.

Pela característica da argila de Cordisburgo foi necessário o uso de aditivo, pois mesmo aumentando-se o número de giros do moinho de bolas as partículas tenderam a se aglomerar, isso afetou diretamente a finura e a distribuição granulométrica do material. Essa diferença é notória quando os resultados de $d(0,1)$, $d(0,5)$ e $d(0,9)$ da amostra moída com aditivo e sem aditivos são comparados. Percebe-se que esses resultados apresentaram uma eficiência de moagem da ordem de 2 vezes.

É importante destacar que todos os ensaios aqui mencionados foram realizados a partir da amostra do material moída com aditivo de moagem (Trietolamina).

Ao comparar a distribuição das partículas da argila utilizada nesse trabalho com o cimento de referência percebe-se também que a argila apresentou resultados menores para $d(0,1)$ e $d(0,5)$ o que mostra que 50% das partículas da argila são menores em volume do que o cimento. Essa tendência não foi observada para o $d(0,9)$ isso pode ocorrer porque a moagem da Argila foi realizada em um moinho piloto de circuito aberto que não contém classificador de tamanho de partículas, já o cimento CP V de referência foi moído em um moinho industrial de circuito fechado com classificador. Outro ponto que pode justificar essa diferença é o erro da própria análise, pois durante o ensaio as partículas sofrerem aglomeração, pela característica da argila de facilidade de se aglomerar, podendo apresentar um falso resultado para esse parâmetro.

5.1.7 Finura

Os resultados do material retido na peneira de $45\mu\text{m}$ esta demonstrado na Tabela 20.

Tabela 20 – Resultados dos materiais retido na peneira $45\mu\text{m}$

Descrição da Amostra	Material retido
Unidade	%
Argila	17
Escória	6
CP V-ARI	5

Pelo resultado apresentado na Tabela 20 - Resultado de material retido na peneira 45 μ m, percebe-se que o percentual de material retido da Argila foi de 17%, um resultado muito maior do que o resultado da Escória que foi 6% e do resultado do cimento de referência CP V que foi 5% para esse ensaio.

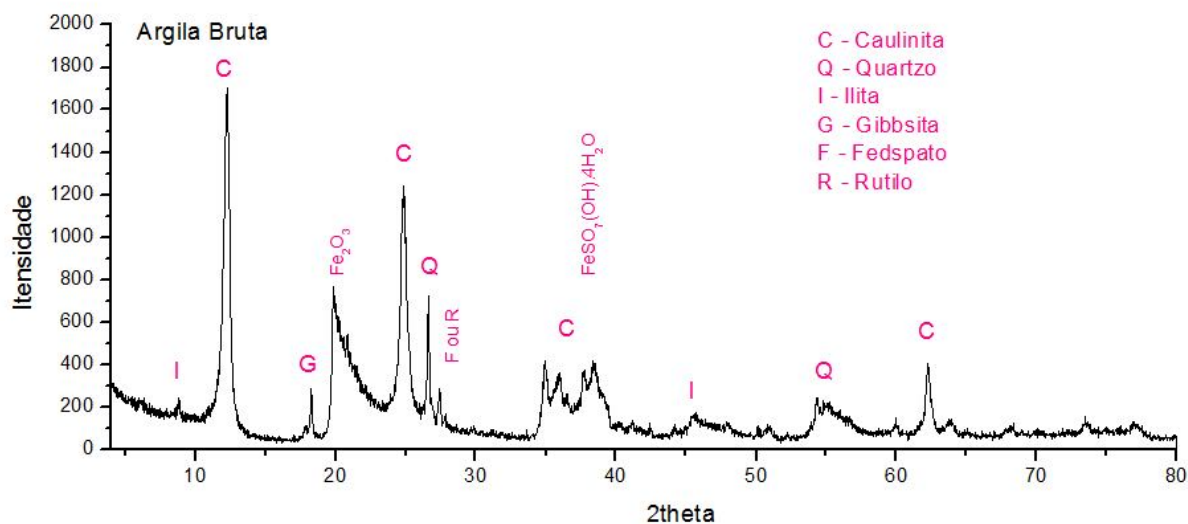
O resultado superior do teor de finura da Argila pelo ensaio de material retido na peneira de 45 μ m pode ser justificado pelo processo de moagem realizado. Assim como foi visto nos resultados da distribuição de tamanhos de partículas, a moagem realizada na argila em moinho de circuito aberto, permitiu a geração de grãos com uma certa heterogeneidade de tamanhos, ou seja, geração de materiais superfinos e “resíduos” de material com granulometria pouco maior. Isso ocorre porque como o moinho não tem classificador de partículas a parte “macia” do material que é facilmente moída fica dentro do moinho no mesmo intervalo de tempo que as partículas “dura”, dessa forma há geração de material super moído e material grossos que não são moídos facilmente, como a sílica.

Além disso, o próprio efeito de aglutinação de partículas pode ter influenciado no resultado desse ensaio, aumentando o teor de material retido na peneira de 45 μ m.

5.1.8 Difração de Raio - X

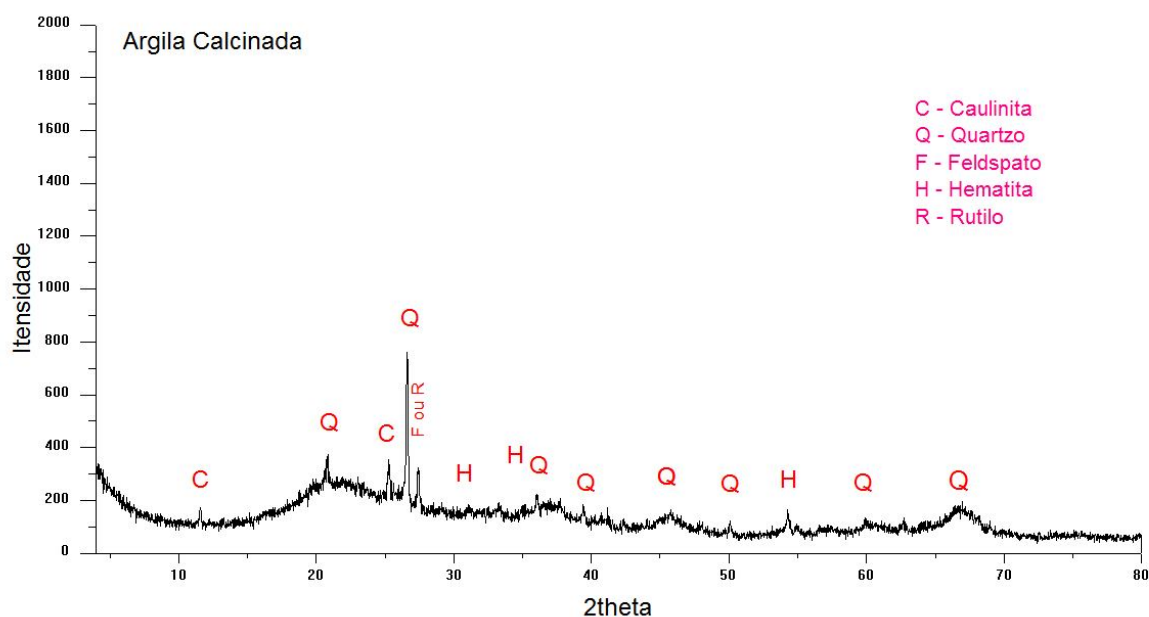
A Figura 15 e 16 apresentam os difratograma da Argila estudada antes e após ser submetida ao processo de calcinação.

Figura 15 – Análise mineralógica (DRX) da Argila Bruta (Antes de calcinar)



A Figura 15 mostra que a Argila na sua forma in natura apresenta na sua composição mineralógica principalmente o composto cristalino caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) e pequenas quantidade de quartzo (SiO_2), ilita e gibbsita ($Al(OH)_3$). Também estão presentes algumas formas cristalinas de ferro e titânio.

Figura 16 – Análise mineralógica (DRX) da Argila Calcificada



A análise mineralógica da Argila calcinada mostra a presença dos compostos cristalinos: caulinita, quartzo, feldspato e presença de óxidos de ferro e titânio.

Nota-se pela Figura 16, que a desestruturação da caulinita devido a calcinação provoca o aparecimento de um halo de amorfização, indicado entre $^{\circ}2\theta$: 10 e 32, que está relacionada ao material amorfo presente.

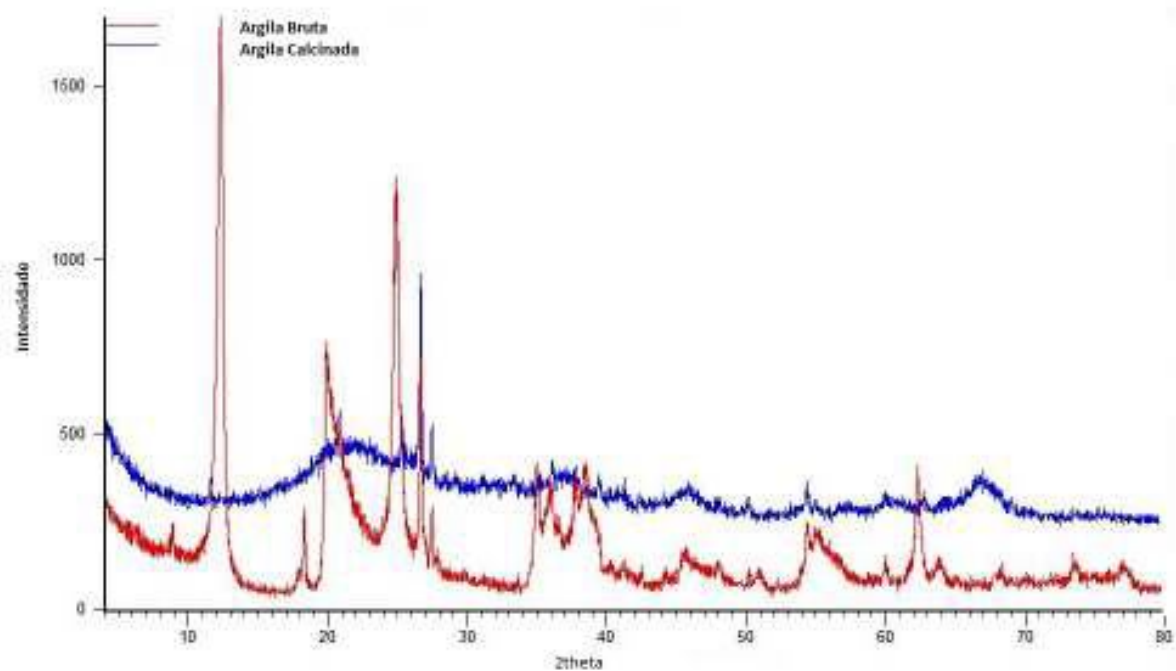
Com a calcinação da caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) ocorre a perda da água estrutural desse composto resultando na formação da metacaulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$), resultando na presença de fases amorfas (halo de amorfização), reativas, que proporcionam as reações pozolânicas.

O difratograma da Figura 16 permite identificar também os componentes: quartzo, feldspato, rutilo e hematita. O quartzo, em particular por estar em teores pouco maiores que os demais, apresenta todos os seu picos cristalográfico característicos.

Uma argila predominantemente caulinítica possui seus principais picos difratométricos localizados na região de 12, 25 e 62 $^{\circ}2\theta$ aproximadamente.

A figura 17 apresenta a sobreposição do difratograma da argila in natura e da argila calcinada à 800°C.

Figura 17 – Sobreposição dos difratogramas da Argila Bruta e da Argila Calcinada

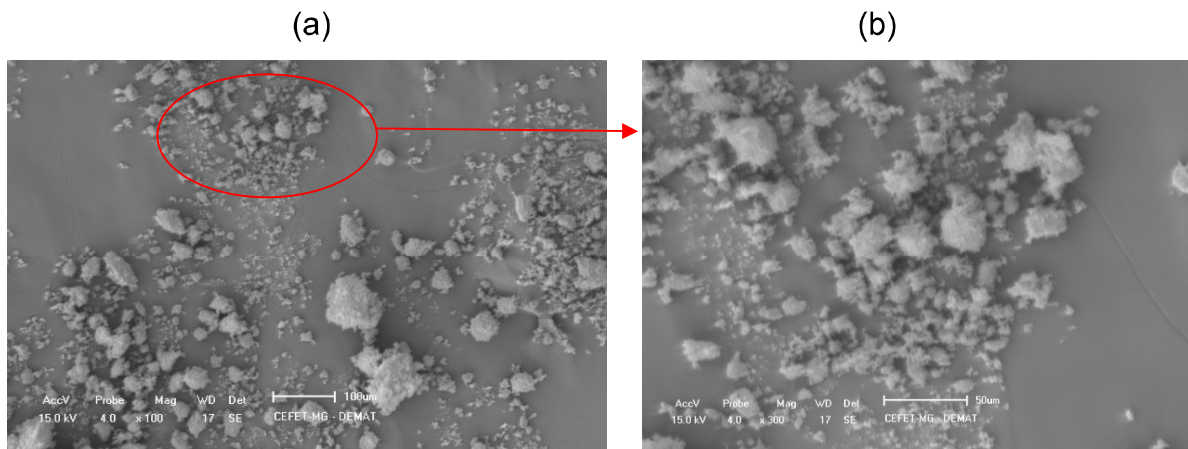


A partir da Figura 17 foi possível observar que, após a calcinação, houve um desaparecimento dos três principais picos da caulinita conforme mencionado acima. O desaparecimento completo dos picos da caulinita indica que a calcinação da argila foi eficiente.

5.1.9 Microscopia Eletrônica de Varredura- (MEV)

A Figura 18 apresenta imagens, obtidas no ensaio de microscopia eletrônica de varredura-(MEV), dos grãos da argila calcinada.

Figura 18 – Micrografias da argila calcinada com ampliação de 100X (a) e com ampliação de 300X (b)



Fonte: Foto do autor

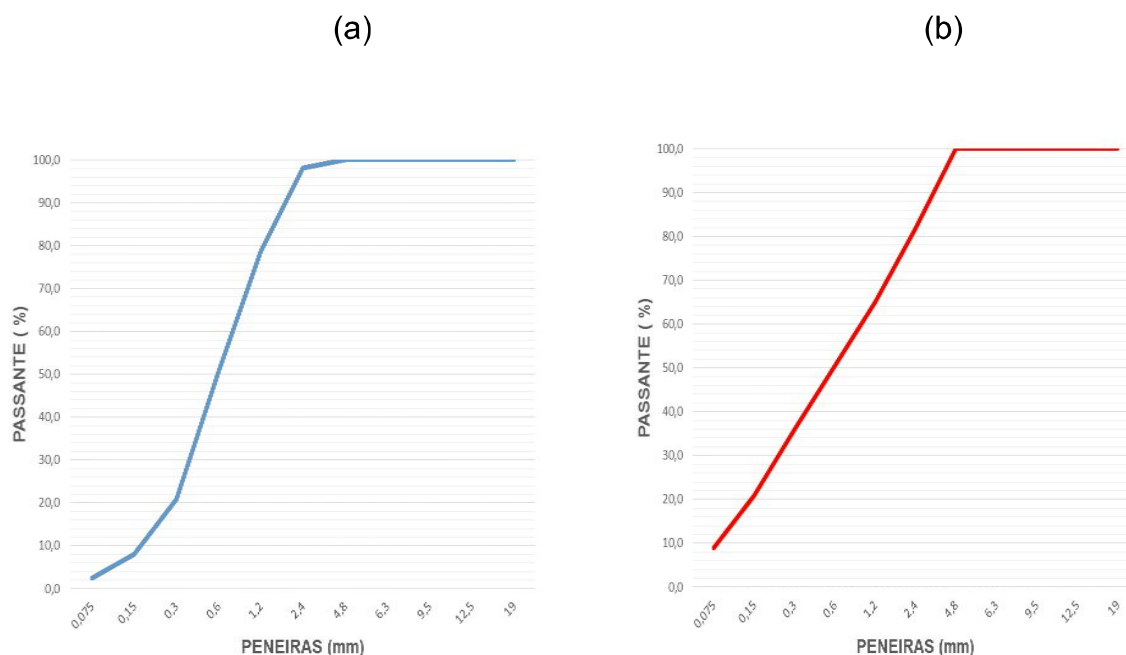
As imagens mostram que a maior parte dos grãos possui dimensão muito abaixo de 50µm confirmando os resultados da distribuição de tamanhos de grãos apresentados na Tabela 19, onde o $d(0,5)$ foi igual a 5,76µm, e o $d(0,9)$ foi igual a 65,24µm. Apesar da grande presença de superfinos constatou-se também a presença de poucos grãos com dimensões bem maiores, próximas a 100µm, conforme resultado obtido no Ensaio de Finura – Tabela 20.

Observando-se os aspectos relativos à morfologia, verificou-se, pelos grão maiores, que os grãos de argilas possuem formatos pseudo-hexagonais, característicos de argilas caulínicas, conforme foi verificado no estudo realizado por (PAZ et. al 2010, p. 581).

5.2 Caracterizações do agregado miúdo

Os resultados da composição granulométrica da areia artificial e areia especial usadas na produção dos corpos de provas dos concretos estudados estão apresentados na Figura 19.

Figura 19 – Composição granulométrica dos agregados miúdos (a) Areia especial e (b) Areia artificial



Os demais resultados de caracterização dos agregados miúdos encontram na Tabela 21 – Resultados de caracterização dos agregados miúdos.

Tabela 21 - Resultados de caracterização dos agregados miúdos

Ensaio	Areia Especial	Areia Artificial
Módulo de finura	2,43	2,46
Dimensões máximas	2,4 mm	4,8 mm
Massa unitária seca	1,31 kg/dm ³	1,70 kg/dm ³
Material pulverulento	8,94 %	10,90%
Massa específica	2,63 kg/dm ³	2,68 kg/dm ³

A areia especial apresentou distribuição granulométrica dentro dos resultados especificados na norma NBR 7211 (2009) – Agregados para concretos – Especificação. Para a areia artificial o valor passante da peneira 0,15mm obteve um resultado de 79,1% abaixo do esperado de 85%.

Tanto a areia especial quanto a areia artificial apresentaram resultados de módulo de finura que se enquadram na zona ótima de trabalho da norma NBR 7211, ou

seja, no intervalo de 2,20 a 2,90. Os resultados do módulo de finura das areias especial e artificial foram 2,43 e 2,46 respectivamente.

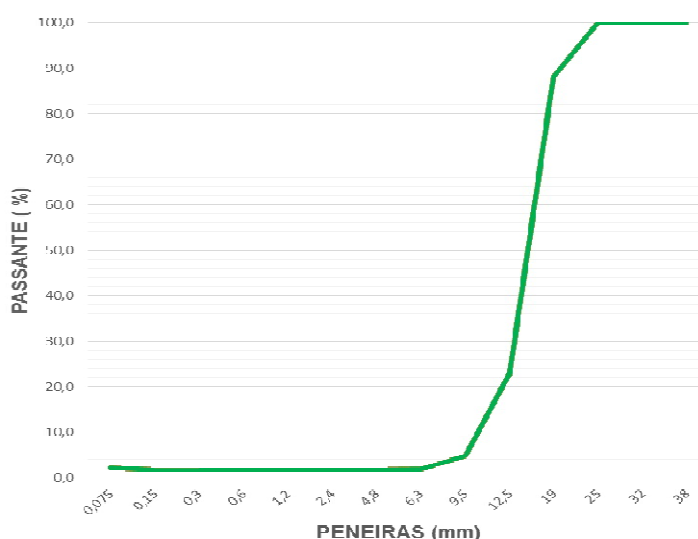
A massa específica da areia especial foi de $2,63 \text{ kg/dm}^3$ e da areia artificial foi de $2,68 \text{ kg/dm}^3$. A massa específica representa o quociente entre a massa do agregado na condição seca e o volume das partículas, incluindo o volume dos poros permeáveis e impermeáveis e excluídos os vazios entre as partículas. Essa massa específica é utilizada nos métodos de cálculos de dosagem.

Para o resultado de material pulverulento obteve-se o resultado de 8,94% para a areia especial e 10,90% para a areia artificial. Esses resultados são considerados alto, uma vez que a NBR estabelece o valor máximo de 3,0% para concretos submetidos ao desgaste superficial e de 5,0% para concretos protegidos do desgaste superficial.

5.3 Caracterizações do agregado graúdo

Os resultados da composição granulométrica da brita nº 1 usada na produção dos corpos de provas dos concretos estudados estão apresentados na Figura 20 – Composição granulométrica do agregado graúdo.

Figura 20 – Composição granulométrica do agregado graúdo



Os resultados da composição granulométrica para a brita indica que ela se enquadra na zona granulométrica de 19/31,5 de acordo com a norma NBR 7211.

Os demais resultados de caracterização do agregado graúdo encontram na Tabela 22 – Resultados de caracterização do agregado graúdo.

Tabela 22 - Resultados de caracterização do agregado graúdo

Ensaio	Brita nº 1
Módulo de finura	6,97
Dimensões máximas	25mm
Massa unitária seca	1,51kg/dm ³
Material pulverulento	2,16%
Massa específica	2,74kg/dm ³

O resultado do ensaio de material pulverulento apresentou um valor de 2,16%. Esse valor está acima do valor máximo da NBR 7211 que é 1,0%.

Como os concretos produzidos neste trabalho foram confeccionados sob as mesmas condições e com os mesmos lotes de agregados, os desvios encontrados tanto no agregado miúdo, quanto no agregado graúdo não irão influenciar a comparação dos resultados obtidos.

5.4 Cimentos

5.4.1 Tempos de Pega dos cimentos

Os resultados de relação de água e cimento e do tempo de pega do cimentos estudados estão apresentados na Tabela 23.

Tabela 23 – Resultados dos tempos de pega e da relação água/cimento dos cimentos

Descrição da Amostra	Água/Cimento	Tempo de Pega	
		Início	Fim
Unidade	%	min	min
CP V - ARI + Argila (CP IV)	36,5	120	165
CP V- ARI + Escória (CP II – E)	29,1	160	210
Cimento referência (CP V – ARI)	30,8	130	175

Notou-se que a relação percentual de água e cimento para a confecção de corpo de prova de argamassa foi maior para o cimento CP V - ARI + argila, com um valor de 36,5%, do que para o cimento CP V - ARI + escória, valor de 28,8% e do cimento referência valor de 30,8%. O elevado valor do A/C no cimento pozolânico pode ser justificado pela presença de partículas superfina, que são provenientes da adição da Argila calcinada, dessa forma a “molhabilidade” das partículas do CP V - ARI + argila se tornou maior exigindo assim um teor de água maior para conseguir a mesma consistência da argamassa.

O valor de início e fim do tempo de pega foram respectivamente de 120 e 165 segundos para o cimento com adição de argila, 160 e 210 segundos para o cimento com adição de escória e 130 e 175 segundos para o cimento referência CP V – ARI.

Ao contrário do esperado, conforme destacado por Netto (2006), aonde se espera que a adição de material pozolânico retarda o tempo de pega, para o cimento pozolânico (CP V - ARI + argila), o tempo de início e fim de pega foram bem próximos ao cimento referência, sem substituição, isso pode ser devido a maior quantidade de alumina do cimento com adição de pozolana (CP V - ARI + argila), conforme ressaltado por Medina (2007, p. 15).

5.4.2 Área de superfície específica pelo método de Blaine

A Tabela 24 apresenta resultados da área específica (Blaine) e da massa específica dos cimentos estudados.

Tabela 24 – Resultados de Blaine e massa específica das amostras de cimentos

Descrição da Amostra	Blaine (cm ² /g)	Massa Específica (g/cm ³)
CP V - ARI + Argila (CP IV)	7970	2,95
CP V- ARI + Escória (CP II – E)	4400	3,04
Cimento referência (CP V-ARI)	4805	3,09

O resultado da área específica do CP V - ARI + argila foi de 7970cm²/g, do CP V - ARI + escória foi de 4400cm²/g e o do cimento referência foi de 4805cm²/g. A partir dos resultados pode-se observar que o cimento com adição de argila apresentou um acréscimo considerado da área específica do cimento. Esse resultado indica que a baixa granulometria da argila influenciou na área específica total do cimento, ou seja, aumentando esse valor.

5.4.3 Análises Química Cimentos

Os resultados da análise química dos cimentos utilizados nesse trabalho estão apresentados na Tabela 25 - Análise Química dos Cimentos.

Tabela 25 – Análise Química dos Cimentos

Elementos	CP V - ARI + escória (CP II-E) (%)	CP V - ARI + argila (CP IV) (%)	Cimento referência (CP V-ARI) (%)
Al ₂ O ₃	6,60	14,24	5,00
CaO	56,44	44,46	63,35
Fe ₂ O ₃	2,05	3,02	3,00
K ₂ O	0,71	0,78	0,78
MgO	2,04	0,87	0,86
SiO ₂	23,02	27,86	20,05
Na ₂ O	1,19	0,21	0,09
SO ₃	2,10	2,62	2,81
P.F.	6,02	3,34	2,75

Observou-se que o cimento com adição de argila contém um teor bem maior de alumina (14,24%), em relação ao cimento com adição de escória (6,60%) e ao cimento de referência (5,00%). O mesmo foi observado para o teor de sílica, onde o teor de SiO_2 foi de 27,86% para o CP V - ARI + argila, de 23,02% e 20,05% para o CP V - ARI + escória e o cimento referência respectivamente.

Isso ocorreu porque a argila estudada é de origem caulinítica e contém alto teor desses dois óxidos.

5.5 Concretos

5.5.1 Determinação dos abatimentos do tronco de cone dos concretos (“slump test”)

A Tabela 26 apresenta os resultados dos abatimentos do tronco de cone dos concretos ensaiados.

Tabela 26 – Resultados do ensaio de abatimento tronco de cone

Tipo de Cimento	Relação Água/Aglomerante	Abatimento Tronco de Cone (mm)
Cimento referência (CP V – ARI)	0,70	125
CP V - ARI + argila (CP IV)		30
CP V - ARI + escória (CP II E)		115

A Figura 21 abaixo mostra o resultado do ensaio de abatimento de cone dos concretos produzidos com o cimento CP II E e o cimento CP IV.

Figura 21 - Foto ilustrativa do ensaio de abatimento de cone do concreto produzido com CP II E (a) e CP IV (b).



Fonte: Foto do autor

Pode-se observar de acordo com os resultados apresentados na Tabela 26 que o valor do abatimento de cone do cimento referência CP V – ARI foi de 125mm, o do cimento com adição de escória (CP II E) foi de 115mm e o do cimento com adição de argila (CP IV) foi de 30mm. A grande diferença entre os resultados do cimento CP IV em relação aos outros dois cimentos pode ser justificada pela maior área de superfície específica do cimento pozolânico, fazendo com que houvesse maior demanda de água trabalhável. Como a relação de água/aglomerante foi mantida a mesma para todos os cimentos, consequentemente o abatimento de cone do cimento CP IV foi consideravelmente menor.

5.5.2 Determinação da massa específica dos concretos

Na Tabela 27 pode se observar os resultados obtidos do ensaio de determinação da massa específica do concreto no estado fresco.

Tabela 27 – Massa específica dos diferentes concretos ensaiados

Tipo de Cimento	Massa específica do concreto no estado fresco (kg/m ³)
Cimento referência (CP V – ARI)	2369
CP V - ARI + argila (CP IV)	2328
CP V - ARI + escória (CP II E)	2375

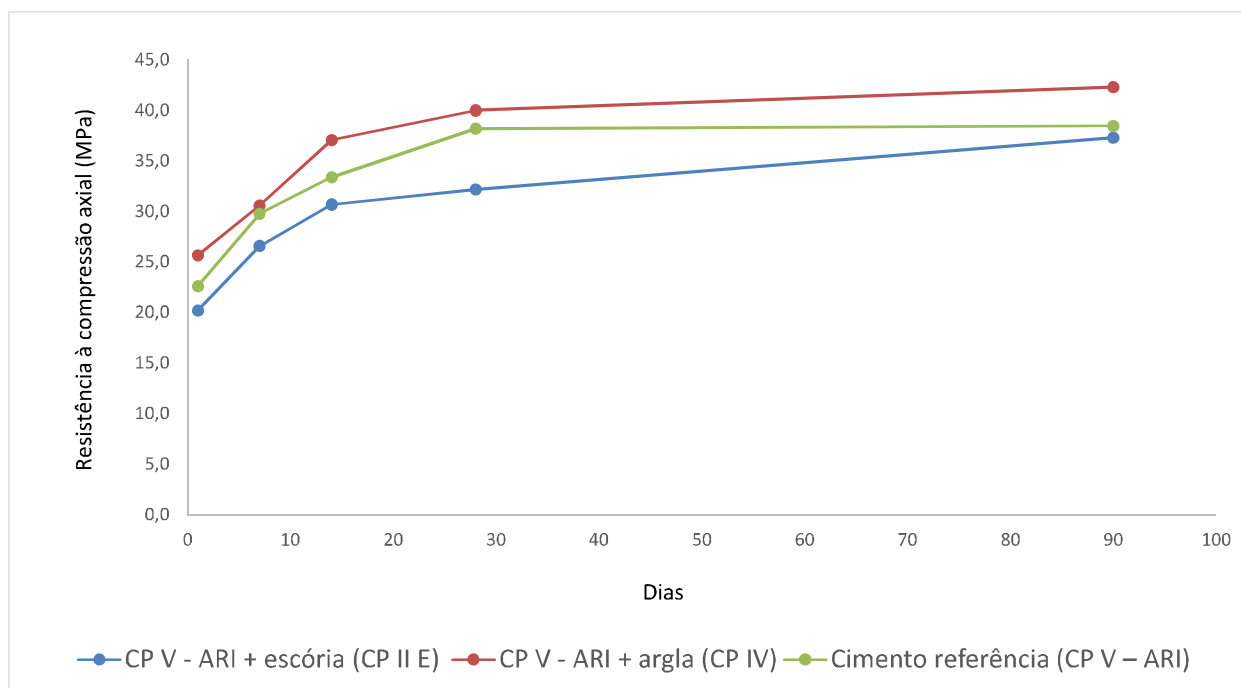
Avaliando os resultados de massa específica do concreto apresentados na Tabela 27, notou-se que o concreto produzido com o cimento pozolânico, CP IV, apresentou um valor menor de massa específica em relação aos demais concretos, esse valor inferior também pode ser notado no ensaio de massa específica do cimento CP V - ARI + argila (CP IV) na forma de pó, conforme Tabela 24.

Concreto endurecido

5.5.3 Determinação da resistência à compressão axial

Os resultados do desenvolvimento da resistência à compressão axial dos corpos de prova dos concretos estão representados na Figura 22.

Figura 22 – Resultados do desenvolvimento das resistências à compressão axial dos concretos estudados



O concreto produzido com cimento com adição de escória (CP II – E) apresentou os menores resultados de resistência à compressão axial para todas as idades estudadas. Já o concreto produzido com o cimento com adição de argila (CP IV) apresentou resultados maiores que o cimento CP II – E e o cimento de referência CP V - ARI.

Esse resultado também foi observado por Khatib e Hibbert (2005, p. 464) onde os autores constataram um aumento da resistência à compressão dos concretos em todas as idades estudadas devido a adição de material pozolânico.

Outro ponto que se pode destacar é que a partir do 28º dia as diferenças de resistências à compressão de todos os concretos cresceram em uma taxa bem menor em relação as primeiras idades. No entanto, na idade de 90 dias, a diferença da resistência à compressão do concreto com cimento pozolânico foi aproximadamente 10% maior que a do cimento referência, confirmando constatações dos autores Zampieri e Kihara (1988, p. 19) citadas anteriormente. Essa diferença pode estar relacionada com as reações pozolânicas que ocorrem em

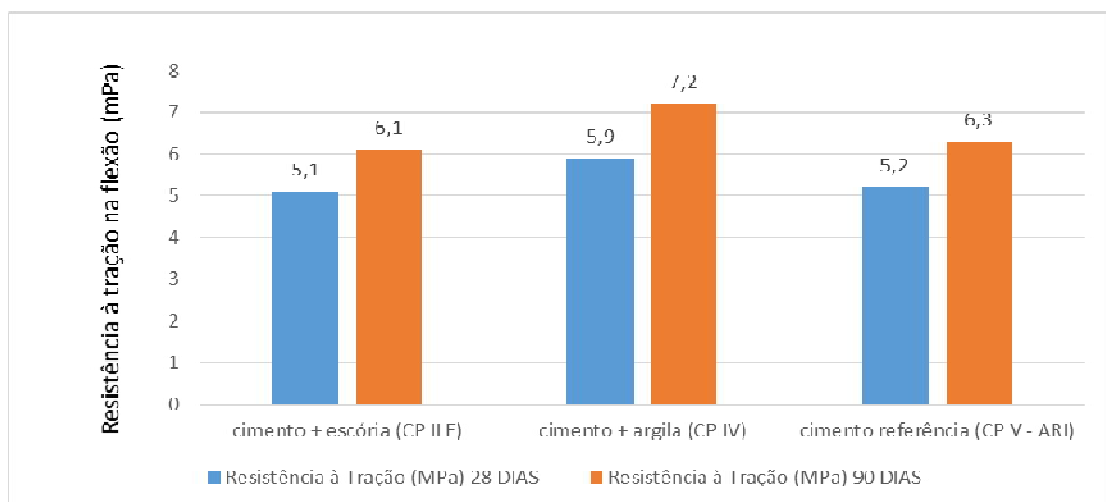
idades avançadas. Esse fenômeno também pode ser visto por Mermerdas et al (2012, p.769) em seu trabalho.

Outro ponto observado foi que aos 90 dias as resistências à compressão do cimento CP II – E e do cimento referência tenderam a se aproximar.

5.5.4 Determinação da resistência à tração na flexão em corpos de prova prismáticos

Os resultados do ensaio de resistência à tração na flexão dos concretos estudados nas idades de 28 e 90 dias estão apresentados na Figura 23 abaixo.

Figura 23 – Resultado do ensaio de resistência à tração na flexão dos concretos à 28 e 90 dias



Conforme pode ser visto o concreto produzido com o cimento com adição da argila (CP IV) obteve um resultado maior da resistência à tração na flexão em relação ao cimento com adição de escória (CP II – E) e também ao cimento referência (CP V – ARI), tanto na idade de 28 dias quanto também na idade de 90 dias. O resultado da resistência à tração na flexão do concreto produzido com o cimento CP IV superou o concreto produzido com o cimento referência em 13,4% aos 28 dias e 14,2% aos 90 dias.

Esses resultados concordaram com os resultados de Zhang e Malhotra apud Molin (2003, p. 85) onde a adição de materiais pozolânicos acarretou em um aumento da resistência à tração na flexão aos 28 dias de idade.

O concreto produzido com cimento com adição de escória de alto forno apresentou resultado de resistência a tração na flexão ligeiramente abaixo do concreto de referência sendo 1,9 % inferior aos 28 dias e 3,2% inferior aos 90 dias.

No entanto, todos os concretos obtiveram crescimento no valor da resistência à tração na flexão com o aumento do tempo de cura, assim como foi observado no ensaio de resistência à compressão e destacado por Gabrich apud Machado (2013, p. 26) apontando que as reações pozolânicas continuaram a ocorrer ao longo do tempo.

Como o efeito filler está mais associado ao ganho de resistência à compressão, o aumento na resistência à tração pode ser atribuído apenas às reações com o cimento anidro e com as reações pozolânicas.

5.5.5 Permeabilidade do ar

Na Tabela 28 estão os resultados obtidos do ensaio de Torrent permeability tester realizados nos concretos na idade de 28 dias.

Tabela 28 – Resultados do ensaio de permeabilidade de ar

Tipo de Concreto	Resistencia à compressão aos 28 dias	kT (10^{-16} m^2)
CP V - ARI + argila (CP IV)	40,0	0,08
CP V - ARI + escória (CP II E)	32,2	0,58
CP V - ARI referência (CP V - ARI)	38,2	0,06

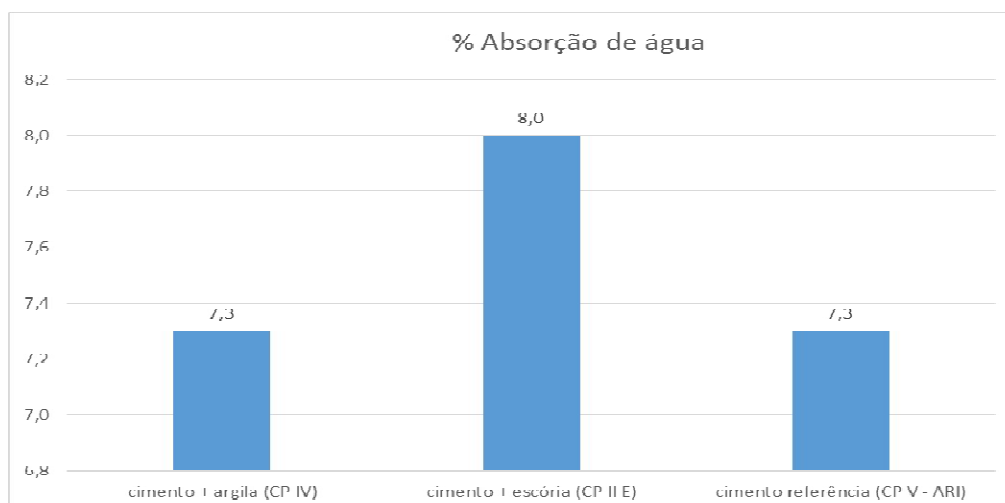
De acordo com os resultados apresentados na Tabela acima, e comparados com classificação da permeabilidade do concreto pelo índice kT – Tabela 8, podemos afirmar que os concretos produzidos com CP V - ARI + argila (CP IV) e com o cimento referência (CP V – ARI) obtiveram “bom” como classificação de permeabilidade, pois os resultados do kT ficaram compreendidos no intervalo de $0,1 - 0,01 \cdot 10^{-16} \text{m}^2$ no entanto o concreto produzido com o CP V - ARI + escória (CP II E) obteve classificação “normal” segundo esse mesmo critério, uma vez que o resultado apresentado está compreendido no intervalo de $1 - 0,1 \cdot 10^{-16} \text{m}^2$.

Ao fazer uma relação do ensaio de permeabilidade do ar com a resistência à compressão dos concretos na idade de 28 dias, percebemos, que de forma geral, existe uma relação inversa da resistência à compressão com a permeabilidade do ar, o que mostra coerência com o trabalho realizado por Isaia et al (2010, p.8).

5.5.6 Absorção de Água

A Figura 24 apresenta os resultados do ensaio de absorção de água dos concretos realizado aos 63 dias de idade.

Figura 24 – Resultado do ensaio de absorção de água nos concretos estudados



Os resultados do ensaio de absorção de água nos concretos mostraram que o concreto confeccionado com o cimento com adição de escória obteve uma maior absorção de água, com um resultado de 8% de absorção. Os concretos produzidos

com o cimento com adição de escória (CP II – E) e o cimento referência (CP V – ARI) apresentou ambos o mesmo valor de absorção de água de 7,3%.

Vieira et al (1997, p. 7) verificou que a adição de material pozolânico no concreto acarreta em uma diminuição do valor de absorção de água. Esse resultado está em concordância com os resultados encontrados nesse trabalho.

5.5.7 Penetração de água sob pressão

A profundidade da penetração da água nos corpos de prova de concreto produzidos com cimento referência + escória (CP II – E), cimento referência + argila (CP IV) e o cimento referência (CP V – ARI) aos 28 dias estão apresentados na Tabela 29.

Tabela 29 – Resultados da penetração de água sob pressão máxima dos concretos aos 28 dias

Concretos	Profundidade máx. (mm)		
	Amostra 1	Amostra 2	Média
Cimento referência + escória (CP II – E)	129	53	91
Cimento referência + argila (CP IV)	25	14	19,5
Cimento referência (CP V - ARI)	35	34	34,5

Verificou-se que o concreto produzido com adição de argila, considerado material pozolânico, apresentou o menor resultado de profundidade máxima, valor médio de 19,5%, em relação aos outros dois tipos de concretos, que obtiveram 91% para o concreto produzido com o cimento Portland composto com escória e 34,5% para o cimento referência.

O resultado de profundidade máxima de 129 mm para o cimento CP II – E destacou em relação a segunda análise que deu 53 mm, no entanto os dois resultados tiveram valores bem maiores do que os outros dois tipos de concretos.

Isso demonstra uma menor permeabilidade que provavelmente está relacionado com o efeito filler da pozolana.

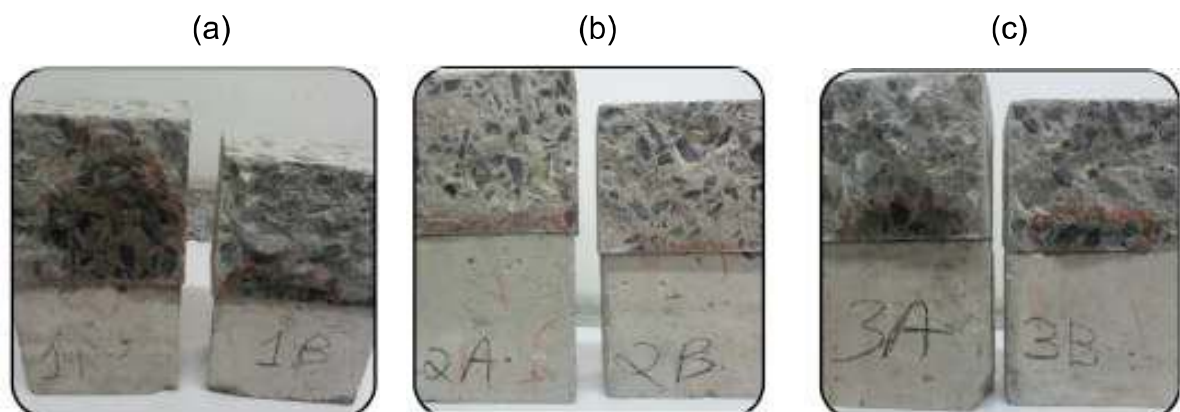
O resultado classifica o concreto produzido com a argila calcinada como um concreto de baixa permeabilidade, conforme afirma Fernando apud Silva P. (2011, p.62), uma vez que o resultado de penetração de água foi inferior à 30mm.

Verificou-se ainda que esse resultado está bem abaixo dos resultados encontrados por HEWLETT (2004, p. 542) no seu estudo de permeabilidade de água de cimentos com diferentes percentuais de adição de pozolanas naturais, conforme Tabela 10.

Observou-se ainda que houve uma maior dispersão dos resultados obtidos pela amostra 1 e amostra 2 do concreto produzido com o cimento referência + escória, apesar disso, mesmo considerando a amostra que obteve a menor profundidade registrada, o valor obtido é muito inferior ao resultado obtido pelo concreto que contem argila.

A Figuras 25 representa as imagens do ensaio de penetração de água sob pressão realizado nos concretos.

Figura 25 – Ensaio de penetração de água sob pressão dos concretos (a) Cimento referência + escória, (b) Cimento referência + argila, (c) Cimento referência

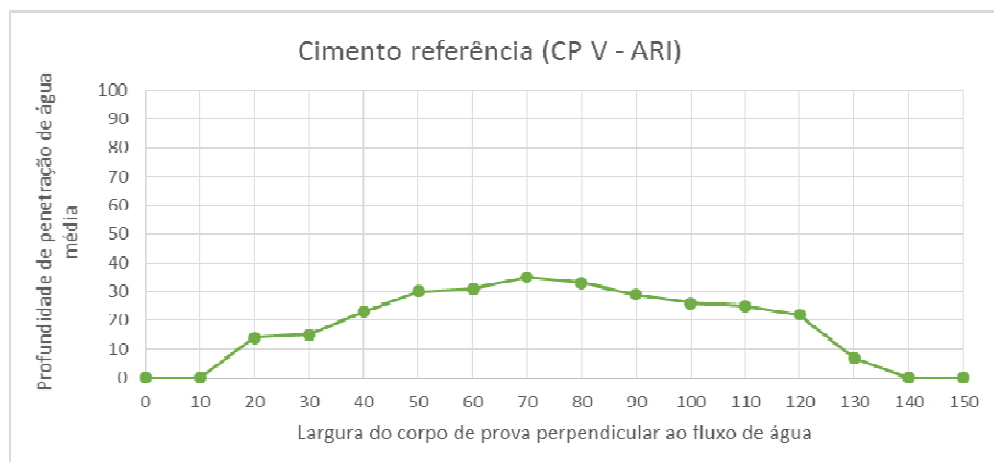
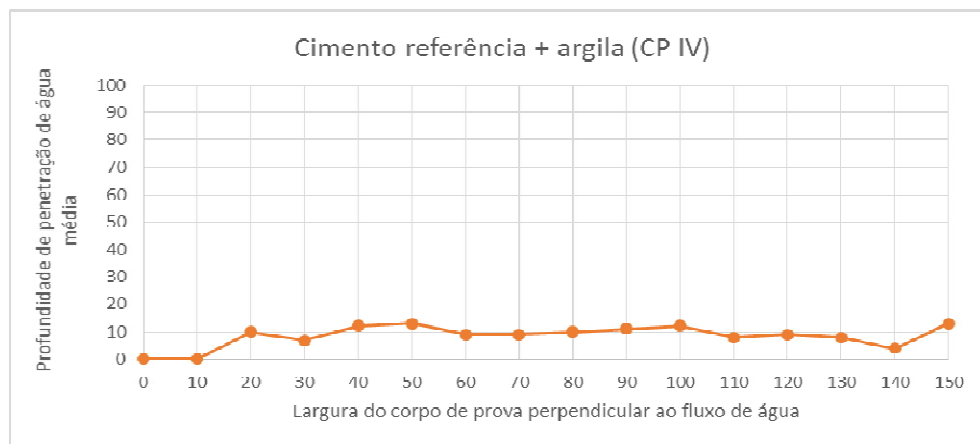
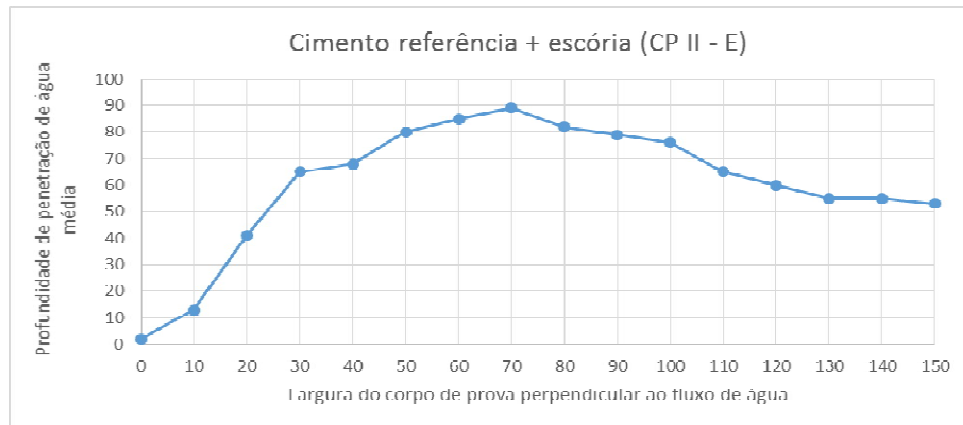


Fonte: Foto do autor

A Figura 26 mostra uma representação gráfica da profundidade de penetração de água média dos ensaios realizados sobre toda a extensão da largura dos corpos de prova, que é perpendicular ao fluxo de água aplicado durante o ensaio. Os eixos das

abscissas representam a extensão dos corpos de prova e os eixos das ordenadas representam as profundidades de penetração.

Figura 26 – Representação gráfica da profundidade de penetração de água ao longo da largura do corpo de prova dos concretos, (a) Cimento referência + escória, (b) Cimento referência + argila, (c) Cimento referência



A partir do ensaio de penetração de água foi possível também obter a taxa de percolação dos concretos conforme consta da Tabela 30.

Tabela 30 – Taxa de percolação dos concretos estudados

Concretos	Taxa de percolação (m/s)
Cimento referência + escória (CP II – E)	$6,5 \times 10^{-7}$
Cimento referência + argila (CP IV)	$1,5 \times 10^{-7}$
Cimento referência (CP V - ARI)	$2,5 \times 10^{-7}$

Conforme mostrado na Tabela 30 a taxa de percolação nos concretos estudados é maior para o cimento com adição de escória que apresenta uma taxa de $6,5 \times 10^{-7}$ m/s, seguido do cimento referência que apresentou uma taxa de $2,5 \times 10^{-7}$ m/s e o que demonstrou ter a menor taxa foi o cimento referência + argila que obteve um resultado de $1,5 \times 10^{-7}$ m/s para esse ensaio.

6 CONCLUSÃO

Foi possível concluir através dos ensaios de caracterização das argilas, que a Argila calcinada A não apresentou características pozolânicas em nenhum dos testes de atividade pozolânica realizados, apesar de ter obtido resultado positivo para a análise química conforme NBR 12653. No entanto a Argila calcinada B apresentou resultados satisfatórios para todos os ensaios de atividade pozolânicas principalmente para os testes de Chapelle modificado e de solubilidade alcalina, podendo-se equiparar com resultados materiais pozolânicos altamente reativo tal qual o metacaulim.

A Argila calcinada B também apresentou resultado de análise química compatível com os critérios da norma brasileira de classificação de materiais pozolânicos. Outro ponto relevante foi que os cimentos produzidos com adição de 30% da Argila B apresentou uma coloração cinza de tonalidade próxima ao do cimento fabricado com escória, já a Argila A deu origem a um cimento de tom avermelhado.

O ensaio de difratometria de Raios-X da Argila B in natura e da Argila B calcinada mostrou que durante a calcinação da argila, ocorre o aparecimento de um halo de amorfização, indicando a transformação da caulinita em metacaulinita.

Foi observado também que características, tal qual a finura e distribuição de tamanhos de grãos influencia nas propriedades do cimento e do concreto. Nesse trabalho a argila foi moída em um moinho piloto de circuito aberto, por isso houve geração de partículas superfina e partículas grossas.

Foi possível confirmar através da imagem da Argila calcinada B pelo ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura, que os grão da argila apresentam formas pseudo-hexagonais e possui distribuição de tamanhos bastante heterogênea, confirmando o resultado do ensaio de granulometria a laser.

Os cimentos produzidos com adição de escória de alto forno (CP II – E), com adição de argila (CP IV) e o cimento referência (CP V – ARI) foram caracterizados em termos de análises químicas, finura e tempo de pega. Verificou-se que o cimento

com adição de Argila, cimento pozolânico, apresentou menor área de superfície específica e isso influenciou na quantidade de água requerida para o ensaio de tempo de pega.

Os ensaios dos abatimentos do tronco de cone dos concretos mostraram que para o concreto produzido com o cimento CP V – ARI + argila apresentou um valor bem menor do que para os outros dois concretos estudados, isso reafirma que a finura do material pozolano aumentou a demanda de água trabalhável.

Com relação as propriedades mecânicas o concreto com adição da argila obteve excelentes resultados tanto para o ensaio de resistência à compressão axial como para o ensaio de tração na flexão. As resistências foram muito superiores ao concreto produzidos com o cimento CP V – ARI + escória (CP II – E) e também ultrapassou os valores encontrados para o concreto confeccionado com o cimento referência.

Os ensaios relativos aos aspectos de durabilidade também demonstraram bom desempenho do concreto produzido com a argila calcinada. O ensaio de penetração de água sob pressão demonstrou uma penetração de água consideravelmente menor para esse concreto em relação aos outros dois concretos, principalmente o concreto produzido com o cimento CP II – E. Para o ensaio de absorção de água o resultado se equiparou com o concreto referência, mas esses dois apresentaram aproximadamente 10% menor absorção de água em relação ao concreto produzido com cimento com adição de escória de alto forno e finalmente para o ensaio de permeabilidade de ar o concreto produzido com cimento pozolânico também obteve resultados próximos ao do concreto referência, sendo classificado como “bom” em termos de permeabilidade, já o concreto produzido com o cimento CP II – E foi classificado como “normal”.

Dessa forma concluiu-se que a Argila B proveniente de Cordisburgo - MG ao ser calcinada à 800°C por duas horas, finamente moída e adicionada ao cimento em 30% de substituição eleva a qualidade do concreto produzido e pode ser recomendada para substituir a escória de alto forno na produção de cimento.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se estudar em maior detalhe a temperatura ótima de trabalho da calcinação da Argila caulinítica estudada, a fim de obter a melhor relação custo x benefício da ativação das propriedades pozolânicas e o custo térmico gasto na calcinação.

Sugere-se avaliar outros percentuais de adição ao cimento da argila calcinada, a fim de compreender a faixa ótima do percentual de adição dessa pozolana no cimento.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. Disponível em: <<http://www.abcp.org.br>>. Acesso em 22 jun. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 43** Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 45** Agregados – Determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 46** Agregados – Determinação do material fino que passa através da peneira 75 µm por lavagem. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 52** Agregados miúdos – Determinação de massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 53** Agregado graúdo – Determinação da massa específica, massa específica aparente e absorção de água.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 65** Cimento Portland - Determinação do tempo de pega. Rio de Janeiro, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 67** – Concreto – determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone. Rio de Janeiro, 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 248** Agregados - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003. Rio de Janeiro, 2009. de atividade pozzolânica com cimento. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5735**: cimento Portland de alto forno. Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5736**: cimento Portland pozzolânico. Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5752**: - Materiais pozzolânicos — Determinação de atividade pozzolânica com cimento Portland — Índice de atividade pozzolânica com cimento — Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6118**: projeto de estruturas de concreto – procedimento. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211** – Agregados para Concreto. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215** Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão – Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1996.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7218** Agregados – Determinação do teor de argila em torrões e materiais friáveis. Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9778**: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água por imersão – Índice de vazio e massa específica estabelece padrões para esse ensaio em argamassa. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9833** – Determinação da massa específica, do rendimento e do teor de ar pelo método gravimétrico. Rio de Janeiro, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11578**: cimento Portland composto - especificação. Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653**: materiais pozolânicos. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15895** Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010.

ALVES, A. A indústria de cimento no cenário das mudanças climáticas. **SNIC press kit**, p. 1-12, 2009. Disponível em: <<http://www.snic.org.br/pdf/Industria%20do%20Cimento%20no%20Cenario%20das%20Mudancas%20Climaticas.pdf>>. Acesso em 15 jun. 2012.

Análise de mercado do aço de 2012 do Sindicato Nacional da Indústria de Trefilação e Laminação de Metais Ferrosos. Disponível em: <<http://www.sicetel.org.br/download/balanco2012>>. Acesso em 18 de jul. 2013.

BARROS, P. G. S. **Avaliação das propriedades de durabilidade do concreto auto-adensável obtido com resíduo de corte de mármore e granito**. 2008. 121f. Dissertação (Mestrado) - Engenharia Civil, Universidade Federal de Alagoas, Maceió, 2008.

BILLONG, N. et al. Physicochemical Characteristics of Some Cameroonian Pozzolans for Use in Sustainable Cement Like Materials. **Materials Sciences and Applications**. v. 4, n. 1, p. 14 – 21, 2013.

CASTRO, E. **Estudo da resistência à compressão do concreto por meio de testemunhos de pequeno diâmetro e esclerometria**. 2009. 126f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia civil, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2009.

CHANGLING, H; MAKOVICKY, E; OSBAECK; B. Thermal stability and pozzolanic activity of calcined kaolin. **Applied Clay Science**. v. 9, n. 3, p. 165 – 187, 1994.

CHISTOFÓLLI, J. **Estudo de argilas calcinadas para produção de cimento Portland pozolânico na região de Curitiba, Paraná - Brasil**. 2010. 157f. Dissertação (Mestrado) – Construção Civil, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010.

CORDEIRO, G; DÉsir, J. Potencial de argila caulínica de Campos dos Goytacazes, RJ, na produção de pozolana para concreto de alta resistência. **Cerâmica**. v. 56, n. 337, São Paulo, 2010.

DONATELLO, S; TYRER, M; CHEESEMAN, C.R. Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. **Cement and concrete composites**. n. 32, p. 121 – 127, 2010.

FALLER, R. R. **Engenharia e design**: contribuição ao estudo da seleção de materiais no projeto de produto com foco nas características intangíveis. 2009. 126f. Monografia (Especialização) – Curso de Pós-graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2009.

FERRAZ, E.; ANDREJKOVICOVÁ, S.; SILVA, A.; ROCHA, F.; VELOSA, A. Utilização do ensaio de Chapalle modificado para avaliação da reatividade pozolânica de metacaulinos. In: 4º CONGRESSO PORTUGUÊS DE ARGAMASSAS E ETICS, 2012, Coimbra. **Anais...** Coimbra: APFAC, 2012. P. 1-13.

GHRICL, M. et al. Some engineering properties of concrete containing natural pozzolana and silica fume. **Journal os Asian Architecture and Building Engineering**, v. 5, n. 2, p. 349 – 354. 2006.

HEWLETT, Petter. **Lea's chemistry of cement and concrete**. 4. ed. Oxford UK: Elsevier, 2004. 1057p.

HIBBERT, J.J.; KHATIB, J. M. Selected engineering properties of concrete incorporating slag and metakaolin. **Construction and Building Materials**, v. 19, n. 6, p. 460 – 472, jul. 2005.

ISAIA, G. et al. Viabilidade do emprego de cinza de casca de arroz natural em concreto estrutural. Parte II: Propriedades da durabilidade. **Cinpar**, p. 1 – 20. 2010, Córdoba.

ISAIA, G; GASTALDINI, A. A influência da resistência à compressão do projeto estrutural sobre o desempenho do concreto com alto teores de pozolanas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO - IBRACON 45., 2003, Vitória. **Anais...** Vitória: INBRACOM, 2003. p. 1 – 4.

JACOBS, F; HUNKELER, F. Non destructive testing of the concrete cover – evaluation of permeability test data. **International RILEM Workshop**, p. 385. 2006, Madri.

KAKALI, G.; PERRAKI, T.; BANDOIANIS, E.; Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. *Applied Clay Science*, London UK, v.20, p. 73, 2001.

MACHADO, C. **Reutilização da casca cerâmica do processo de fundição por cera perdida, como adição em matrizes cimentícias**. 2013. 109f. Dissertação (mestrado) – Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

MALHOTRA, V; METHA, P. **Pozzolanic and cementitious materials**. *Advances Concrete Technology*, v. 1, Gordon and Breach Publishers, 1996. 191p.

MERMERDAS, K. et al. Strength development of concretes incorporated with metakaolin and different types of calcined kaolins. **Construction and Building Materials**, v. 37, p. 766 – 774, dez. 2012.

MONTANHEIRO, T. J.; YAMAMOTO, J. K.; KIHARA, Y. Característica e propriedade pozolânicas de arenitos opalinos da Serra de Itaqueri, SP. **Revista do Instituto Geológico**, São Paulo, 2002.

NETTO, R. M. **Materiais pozolânicos**. 2006. 148f. Monografia (Especialização) - Curso de Especialização em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.

NORMA FRANCESA. **NF P 18-513** - Pozzolanic Addition For Concrete Metakaolin - Definitions, Specifications And Conformity Criteria. 2010.

OLIVEIRA, C. **Avaliação microestrutural e comportamento físico e mecânico de concretos de alto desempenho produzidos com metacaulim**. 2007. 214f. Tese (Doutorado) - Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

OLIVEIRA, M; BARBOSA N. Potencialidades de um caulim calcinado como material de substituição parcial do cimento portland em argamassas. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. v. 10, n. 2, p. 490 - 496. 2006.

PAZ, S; ANGELICA, R; NEVES, R. Síntese hidrotermal de sodalita básica a partir de um rejeito de caulim termicamente ativado. **Química Nova**. v. 33, n. 3, p. 579 – 583, 2010.

PEKMEZCI, B. Y; AKYUZ, S. Optimum usage of a natural pozzolan for the maximum compressive strength of concrete. **Cement and Concrete Research**, Maslak, n.34, p. 2175-2179, fev. 2004.

Relatório preliminar de maio de 2013 do Sindicato Nacional da Indústria de Cimento. Disponível em:<<http://www.snica.org.br>>. Acesso em 20 mai. 2013.

ROGERS, S. B. **Evaluation and Testing of Brick Dust as a Pozzolanic Additive to Lime Mortars for Architectural Conservation**. 2011. 206f. Dissertação (Mestrado) - Graduate Program in Historic Preservation, University of Pennsylvania, Philadelphia, PA, 2011.

SANTOS, S. **Produção e avaliação do uso de pozolana com baixo teor de carbono obtida da cinza de casca de arroz residual para concreto de alto desempenho**. 2006. 166f. Tese (Doutorado) - Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

SIDDIQUE, R; KLAUS, J. Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review. **Applied Clay Science**. n. 43, p. 392 – 400, 2009.

SILVA P. **Influência de adições minerais e aditivos impermeabilizante interno no desempenho de telhas protendidas pré fabricadas em concreto**. 2011. 182f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia civil, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

SOUTO, J. M. F. **Avaliação do desempenho da cinza do bagaço de cana de açúcar na produção do concreto**. 2010. 118f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia Urbana, Universidade Estadual de Maringá. Maringá, 2010.

SOUZA, P. S. L. **Verificação da influência do uso de metacaulim de alta reatividade nas propriedades mecânicas do concreto de alta resistência**. 2003. 203f. Tese (Doutorado) – Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

TIRONI, A; TREZZA, M; SCIAN, A; IRASSAR, E. Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays. **Cement and concrete composites**. n. 37, p. 319 – 327, jan. 2013.

TURANLI, L.; UZAL, B.; BEKTAS, F. Effect of material characteristics on the properties of blended cements containing high volumes of natural pozzolans. **Cement and concrete research**. n. 34, p. 2277 – 2282, abr. 2004.

VIEIRA, F. P.; KULAKOWSKI, M. P.; DAL MOLIN, D. C.; VIVELA, A. F. Durabilidade e Resistência mecânica de concretos e argamassas com adição de sílica ativa. In: WORKSHOP – DURABILIDADE DAS CONSTRUÇÕES, 1997, São Leopoldo. **Anais...** São Leopoldo, 1997. p.107-116.

WANG, H; et al. Characterization and thermal behavior of kaolin, **J Therm Anal Calorim**. n. 105, p. 157 – 160, mar. 2011.

ZAMPIERI, V. A. **Mineralogia e mecanismos de ativação e reação das pozolanas de argilas calcinadas**. 1989. 191f. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Geociências, USP, São Paulo, 1989.

ZAMPIERI, V. A.; KIHARA, Y. Contribuição ao estudo de pozolanas de argilas calcinadas brasileiras. **38° REUNIÃO DE TÉCNICOS DA INDÚSTRIA DE CIMENTO DA ABCP**, São Paulo, 1988.