

**PRODUÇÃO DE ARGAMASSAS A PARTIR DA ATIVAÇÃO ALCALINA
DE METACAULIM E DE RESÍDUO DE TIJOLO MOÍDO POR CALES
VIRGEM E HIDRATADA**

FREDERICO LOPES MURTA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

DEZEMBRO – 2008

**PRODUÇÃO DE ARGAMASSAS A PARTIR DA ATIVAÇÃO ALCALINA
DE METACAULIM E DE RESÍDUO DE TIJOLO MOÍDO POR CALES
VIRGEM E HIDRATADA**

FREDERICO LOPES MURTA

Dissertação apresentada ao Centro de
Ciência e Tecnologia da Universidade
Estadual do Norte Fluminense Darcy
Ribeiro, como parte das exigências para a
obtenção de título de Mestre em
Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dylmar Penteado Dias

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

DEZEMBRO – 2008

**PRODUÇÃO DE ARGAMASSAS A PARTIR DA ATIVAÇÃO ALCALINA
DE METACAULIM E DE RESÍDUO DE TIJOLO MOÍDO POR CALES
VIRGEM E HIDRATADA**

FREDERICO LOPES MURTA

Dissertação apresentada ao Centro de
Ciência e Tecnologia da Universidade
Estadual do Norte Fluminense Darcy
Ribeiro, como parte das exigências para a
obtenção de título de Mestre em
Engenharia Civil.

Aprovada em 11 de dezembro de 2008.

Comissão Examinadora:

Prof. Holmer Savastano Júnior, (D. Sc. em Eng. Civil) – USP

Prof. Guilherme de Chagas Cordeiro (D. Sc. em Eng. Civil) – UENF

Prof. Fernando Saboya Albuquerque Júnior (D. Sc. em Eng. Civil) – UENF

Prof. Dylmar Penteado Dias (D. Sc. em Ciência dos Materiais) – UENF
Orientador – Presidente

Dedicatória

A Deus, por me ajudar a fazer as escolhas corretas e estar ao meu lado por todo tempo.

Aos meus pais Maria de Fátima Lopes e Valter Francisco Murta, por tornarem essa caminhada possível.

Aos meus amigos, que por muitas vezes me salvaram nos dias difíceis.

Índice

Lista de Figuras	iii
Lista de Tabelas	v
Resumo	vi
Abstract	vii
1 - Introdução	1
1.1 - Objetivos.....	2
1.2 - Justificativas e motivação.....	4
2 - Revisão bibliográfica	4
2.1 - Breve histórico.....	4
2.1.1 - Propriedade das pozolanas.....	5
2.2 - Ativadores alcalinos.....	7
2.3 - Ativação alcalina e pozolânica.....	8
2.3.1 - Ativação alcalina.....	9
2.3.2 - Ativação pozolânica.....	10
2.3.3 - Grau de cristalinidade da sílica.....	11
2.3.4 - Dosagem.....	11
2.3.5 - Finura da pozolana.....	13
2.3.6 - PH da solução alcalina.....	13
2.4 - Classificação e requisitos de uma argamassa de múltiplo uso.....	14
3 - Programa experimental	16
3.1 - Métodos.....	16
3.1.1 - Dosagem I.....	16
3.1.2 - Consistência-padrão.....	17
3.1.3 - Processo de fabricação da argamassa.....	18
3.1.4 - Análise visual.....	19
3.1.5 - Resistência à compressão axial.....	20
3.1.6 - Cura submersa.....	22
3.1.7 - Ensaio de leitura do pH e temperatura das soluções ativadoras.....	23
3.1.8 - Difração de raios X (<i>XRD</i>).....	23
3.1.9 - Análise termogravimétrica (<i>TGA</i>).....	25
3.1.10 - Análise térmica diferencial (<i>DTA</i>).....	25
3.1.11 - Resistência à compressão em idades avançadas.....	26
3.1.12 - Dosagem II.....	26
3.1.13 - Densidade de massa e teor de ar incorporado.....	27
3.1.14 - Capacidade de retenção de água.....	28
3.1.15 - Resistência à tração por compressão diametral.....	29
3.1.16 - Tempo de pega.....	30
3.2 - Materiais.....	32
3.2.1 - Cal hidratada (CH).....	32
3.2.2 - Cal virgem (CV).....	36
3.2.3 - Metacaulim (MC).....	39

3.2.4 - Resíduo de tijolo moído (RTM).....	44
3.2.5 - Agregado miúdo.....	49
3.2.6 - Água.....	50
4 - Resultados e discussões.....	51
4.1 - Dosagem I.....	51
4.2 - Consistência-padrão.....	52
4.3 - Análise visual.....	54
4.4 - Resistência à compressão axial	56
4.5 - Cura úmida.....	64
4.6 - Ensaio de leitura do pH e temperatura das soluções ativadoras.....	64
4.7 - Ensaio de <i>XRD</i>	65
4.8 - Ensaio de <i>TGA – DTA</i>	69
4.9 - Considerações gerais.....	76
4.10 - Resistência à compressão em idades avançadas.....	78
4.11 - Dosagem II.....	78
4.12 - Resistência à tração por compressão diametral.....	79
4.13 - Capacidade de retenção de água.....	80
4.14 - Densidade de massa e teor de ar incorporado.....	80
4.15 - Tempo de pega.....	81
5 - Conclusões.e sugestões para trabalhos futuros.....	83
5.1 - Conclusões.....	83
5.2 - Sugestões para estudos futuros.....	84
6 - Referências bibliográficas.....	85
7 - Anexo.....	92

Lista de Figuras

2.1 - Tipos de polissialatos (DAVIDOVITS, 1987).....	10
2.2 - Resistência à compressão axial de pastas com Ms variando de 0,75 a 1,5 (BAKHAREV <i>et al.</i> ,1999).....	12
3.1 - Molde cilíndrico de 5 cm x 10 cm.....	21
3.2 - Máquina universal de ensaios mecânicos da marca <i>Versa Tester</i>	21
3.3 - Cura submersa dos corpos-de-prova.....	22
3.4 - Difratorômetro <i>D8 Focus</i> da <i>Bruker</i>	24
3.5 - Ensaio de resistência à tração por compressão diametral.....	30
3.6 - Aparelho de <i>Vicat</i> e sonda de <i>Tetmajer</i> (NBR 7215, 1996).....	32
3.7 - Curva de distribuição granulométrica da CH.....	33
3.8 - Espectro de <i>XRD</i> da CH.....	35
3.9 - <i>DTA</i> e <i>TG</i> da CH.....	36
3.10 - Distribuição granulométrica da CV.....	37
3.11 - Espectro de <i>XRD</i> da CV.....	38
3.12 - <i>DTA</i> e <i>TG</i> da CV.....	39
3.13 - Distribuição granulométrica do MC.....	40
3.14 - Espectro de <i>XRD</i> do MC.....	42
3.15 - <i>DTA</i> e <i>TG</i> do MC.....	43
3.16 - Distribuições granulométricas do RTM durante 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 horas.....	45
3.17 - Espectro de <i>XRD</i> do RTM durante 1,0 hora.....	48
3.18 - <i>DTA</i> e <i>TG</i> do RTM.....	49
4.1 - CV/RTM.....	54
4.2 - CH/RTM.....	55
4.3 - CV/MC.....	55
4.4 - CH/MC.....	56
4.5 - Resistência á compressão axial das argamassas de CV/RTM.....	57
4.6 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/RTM com 28 dias de idade.....	58
4.7 - Resistência à compressão axial das argamassas de CH/RTM.....	59
4.8 - Resistência à compressão axial das argamassas de CH/RTM aos 28 dias de idade.....	59
4.9 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/MC.....	61
4.10 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/MC aos 28 dias de idade.....	61
4.11 - Gráfico de resistência a compressão das argamassas de CH/MC.....	62
4.12 - Gráfico de resistência a compressão das argamassas de CH/MC aos 28 dias de idade.....	63
4.13 - Resistência à compressão axial das argamassas CV/RTM, CH/RTM, CV/MC e CH/MC aos 28 dias de idade.....	63
4.14 - Gráfico de resistência à compressão das argamassas CV/RTM, CH/RTM, CV/MC e CH/MC aos 28 dias de idade comparando a cura ao ar e úmida.....	64

4.15 - XRD CV/RTM.....	66
4.16 - XRD CH/RTM.....	67
4.17 - XRD CV/ MC.....	68
4.18 - XRD CH/ MC.....	69
4.19 - DTA CV/RTM.....	70
4.20 - DTA CH/RTM.....	72
4.21 - DTA CV/MC.....	73
4.22 - DTA CH/MC.....	75
4.23 - Resistência à compressão em idades avançadas.....	78
4.24 - Resistência à compressão da CV/MC nos traços rico, normal e pobre.....	79
4.25 - Tempo de pega da argamassa de CV/MC.....	82

Lista de Tabelas

2.1 - Exigências químicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992).....	6
2.2 - Exigências físicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992).....	6
2.3 - Índice de atividade pozolânica com a cal para as amostras de caulim calcinadas nas diferentes temperaturas (OLIVEIRA e BARBOSA, 2005).....	11
2.4 - Classificação segundo a NBR 13281 (2001).....	15
3.1 - Análise química por <i>EDX</i> da CH.....	34
3.2 - Análise química por <i>EDX</i> da CV.....	37
3.3 - Resultados físicos do MC (NBR 12653, 1992).....	41
3.4 - Análise química por <i>EDX</i> do MC.....	41
3.5 - Resultados químicos do MC (NBR 12653, 1992).....	41
3.6 - Análise química por <i>EDX</i> do RTM.....	45
3.7 - Índice de atividade pozolânica do RTM com a cal e com o cimento Portland.....	46
3.8 - Propriedades químicas do RTM (NBR 12653, 1992).....	47
3.9 - Propriedades físicas do RTM (NBR 12653, 1992).....	47
3.10 - Distribuição granulométrica da areia.....	50
4.1 - Porcentagem em massa da CV/RTM e CH/RTM.....	51
4.2 - Porcentagem em massa da CV/MC e CH/MC.....	51
4.3 - Traço da argamassa de RTM com consistência-padrão.....	53
4.4 - Traço da argamassa de MC com consistência-padrão.....	53
4.5 - pH e temperatura dos ativados em solução.....	65
4.6 - Resistência à tração por compressão diametral.....	80
4.7 - Comparação do tempo de pega da CV/MC e cimento Portland.....	82
7.1 - f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CV/RTM.....	92
7.2 - f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CH/RTM.....	92
7.3 - f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CV/MC.....	93
7.4 - f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CH/MC.....	94

Resumo

A construção civil é um setor dinâmico. Num ramo em que novas tecnologias criam grandes vantagens competitivas, a procura por novos materiais é parte integrante dessa busca. Dentre as características almejadas recentemente tem-se a busca por materiais menos poluentes, pois a construção civil tem parcela significativa de responsabilidade na necessidade mundial de tornar a indústria moderna sustentável. Assim, na procura por um novo material de construção foram utilizados metacaulim (MC), resíduo de tijolo moído (RTM), cal hidratada (CH) e cal virgem (CV) para a produção de argamassas que atendessem as prescrições da NBR 13281/2001. O estudo realizado mostrou a caracterização física e química dos reagentes e seu balanceamento químico, em razões molares, para a obtenção de argamassas formadas pelas seguintes combinações: CV/MC, CV/RTM, CH/MC e CH/RTM. Os melhores traços foram determinados através de ensaios de resistência à compressão axial e análise visual. Com os melhores traços de cada argamassa foram realizadas medições do pH e da temperatura das misturas no estado fresco e ensaios de *XRD* e *DTA* para identificar os compostos formados no estado endurecido. A argamassa CV/MC foi a que melhor atendeu aos requisitos da ABNT, alcançando classificação tipo III-alta-a. Constatou-se também que a CV age como um poderoso e barato ativador alcalino, quando comprada com a CH.

Abstract

Civil engineering is a dynamic industry. In an industry where new technologies create major competitive advantages, the demand for new materials is an important part of this search. Among the desired characteristics, a recent concern has been the search for less polluting materials, since civil engineering has significant share of responsibility in the world necessity of making the modern industry sustainable. Thus, in the search for a new construction material, metacaulim (*MC*), residue of crushed brick (*RTM*), hydrated lime (*CH*) and lime (*CV*) were used for the production of mortars that met the requirements of *NBR 13281/2001*. The study has showed the physical and chemical characterization of reagents and the chemical balance in molar reasons, to obtain mortars formed by the following combinations: *CV/MC*, *CV/RTM*, *CH/MC* and *CH/RTM*. The best features were determined by testing the resistance to compression and visual analysis. With the best traits of each mortar were made measurements of pH and temperature of the mixtures in the fresh state and tests of DTA and XRD to identify the compounds formed in the hardened state. The mortar *CV/MC* was the one that best attended to the requirements of *ABNT*, reaching high-ranking type III-alta-a. It was also concluded that *CV* acts as a powerful and inexpensive alkaline activator, when purchased with *CH*.

1 - Introdução

Há dez anos o Brasil cresce menos que a média mundial. Essa é a constatação de um estudo da Confederação Nacional da Indústria (CNI). O Sindicato Nacional da Indústria do cimento (SNIC) também fez uma análise do seu setor e mostra que está havendo queda no consumo do produto. Estudos demonstraram que enquanto no ano passado o Produto Interno Bruto (PIB) cresceu 2,3%, o que já é muito pouco, na construção civil o crescimento foi ainda menor (1,3%). Anos de resultados deficitários fizeram com que o país caísse da 6.^a para a 9.^a posição no consumo mundial de cimento e, em produção, passou da 6.^a para a 12.^a posição (LEITÃO, 2006).

A redução dos investimentos públicos em obras de infra-estrutura decorrente dos cortes orçamentários governamentais para a obtenção de superávit primário, a pouca eficiência de programas de financiamento habitacional e a acentuada queda da renda real da população explicam este comportamento da indústria do cimento (SNIC, 2004). Além disso, a indústria do cimento enfrenta outras dificuldades (CCPE, 2002), tais como: reduzida taxa de ocupação da capacidade instalada (57% da capacidade instalada, com aproximadamente 39 fornos inoperantes); consumo *per capita* muito baixo (189 kg por habitante ao ano), devido ao elevado preço do cimento para o consumidor (US\$ 74/tonelada, FOB).

Além das dificuldades econômicas supracitadas, a indústria brasileira do cimento passa por pressões ambientais cada vez maiores. Em função disso, esta vem desenvolvendo uma série de programas para atender às demandas ambientais, tais como: implantação de sistemas de controle de danos ao meio ambiente; instalação de tecnologias de controle e redução dos impactos na natureza; preservação e

recuperação dos recursos naturais nas áreas onde as fábricas estão localizadas; educação ambiental junto a funcionários e comunidade, entre outros.

A região Norte Fluminense é o segundo maior produtor de tijolos do Brasil produzindo cerca de 120 milhões de peças por mês. O município de Campos dos Goytacazes se destaca nesta produção tendo mais de 100 unidades produtivas sindicalizadas que produzem cerca de 75 milhões de peças por mês (RAMOS *et al.*, 2006). Estudo realizado por SABOYA (2000) estimou que cerca de 10% do total de cerâmica produzida em Campos dos Goytacazes transforma-se em resíduo durante o processo de fabricação, seja na linha de produção ou na estocagem, desperdício que corresponde a 19 mil toneladas por mês de resíduo.

Com o propósito de investigar uma opção neste sentido, este trabalho visou caracterizar química e fisicamente a cal hidratada (CH), a cal virgem (CV), o metacaulim (MC) e o resíduo de tijolo moído (RTM) de forma a produzir argamassas a partir da ativação alcalina do RTM e do MC pela CV e pela CH.

1.1 - Objetivos

O objetivo geral desta dissertação constitui-se da fabricação de uma argamassa que atenda aos requisitos estipulados pela NBR 13281 (2001) e verificação da viabilidade de utilização da CV como ativador alcalino de baixo custo. Alguns objetivos específicos devem ser alcançados, a saber: caracterização das matérias-primas (RTM, MC, CV e CH) para a obtenção de um traço ótimo que atenda aos requisitos estipulados pela NBR 13281 (2001); desenvolvimento de um procedimento técnico para a produção de argamassas álcali-ativadas.

1.2 - Justificativas e motivação

O Brasil tem um problema histórico com a inflação. Sendo um país de industrialização tardia, costuma enfrentar o dilema de como obter controle inflacionário e manter o crescimento econômico concomitantemente. Historicamente a limitada capacidade do parque industrial brasileiro é ineficaz no atendimento da demanda quando há significativo crescimento, pressionando simultaneamente a balança comercial (devido ao aumento de importações) e a inflação (devido à incapacidade de atender a demanda).

O reflexo desse desabastecimento na construção civil, que é um dos principais indicadores de crescimento da economia de um país, é que áreas estratégicas como infra-estrutura de obras públicas, de saneamento básico e o déficit habitacional ficam reféns dos nossos limites de produção.

Assim, a criação de novas argamassas que não contenham cimento Portland como matéria-prima principal representa uma alternativa para os produtores do setor da construção civil, o que pode vir a minimizar o aumento de preços devido à dependência por um único insumo.

Portanto, a criação de uma nova tecnologia oferecerá uma alternativa ao cimento Portland convencional. Ainda que não se torne um novo padrão da indústria da construção civil, poderá ter utilidade para fins específicos (trabalhos artísticos, projetos arquitetônicos, edifícios modelos *etc.*), podendo, até mesmo, gerar uma nova patente industrial. As pesquisas envolvendo argamassas álcali-ativadas abrem, também, novos horizontes para a utilização de diferentes resíduos agroindustriais como: cinzas da casca de arroz, cinzas do bagaço de cana, escórias de alto-forno, cinzas volantes *etc.*

2 - Revisão bibliográfica

2.1 - Breve histórico

“Os romanos, entre outros povos, foram os primeiros a utilizar argamassas e concretos com o propósito de construir edifícios. Comumente é aceito que o concreto "opus caementitium" é uma invenção romana. O uso de argamassas e pastas em prédios gregos é mencionado e detalhadamente descrito por Vitruvius, o que indica que o concreto já era conhecido em períodos pré-romanos. Estudos da cisterna de Kameiros-Rhodes (500 a.C.), onde concreto pozolânico cobre as paredes da cisterna, confirmam esta teoria. A vantagem da adição de cal ao que hoje chamamos de material pozolânico foi descoberta por observação e primeiramente em regiões onde existiam pozolanas naturais. No período romano a técnica de adicionar materiais pozolânicos a argamassas baseadas em cal foi espalhada por todo o império. Os registros da renascença parecem ter proposto novamente a lição aprendida por Vitruvius, relacionando a escolha e preparação dos materiais “in natura”, com leves diferenças nas proporções da composição das misturas e técnicas de aplicação. Os registros também se referem à cal branca obtida da calcinação de rochas do leito de rios da região. Tanto a literatura iluminista quanto a neoclássica do século XVIII, sempre concordaram com as técnicas de construção do mundo antigo, propondo novamente o uso de sua tecnologia. Durante o século XIX, quando o cimento Portland foi descoberto, os manuais ainda indicavam o uso de materiais tradicionais, mas apenas após fazerem longas e detalhadas explicações aos profissionais sobre seu uso e composição. Graças ao desenvolvimento de pesquisas sobre os parâmetros de Vicat, instrumentos

científicos foram criados para classificar e definir as características de novos materiais, em substituição aos critérios empiristas usados no passado.”

Com base no texto acima (MOROPOULOU *et al.*, 2005), é possível afirmar que as pozolanas geram produtos confiáveis, como são provas as diversas obras da Antigüidade que permanecem firmes até hoje. O cimento Portland surgiu como uma opção superior a partir do momento em que sua composição foi estudada, garantindo confiabilidade ao produto sob diferentes condições.

Hoje é possível, também, estudar a composição das pozolanas através de técnicas mais avançadas do que havia na época em que o cimento Portland foi criado. Com essas técnicas já é possível desenvolver e dominar a composição de argamassas álcali-ativadas de maneira satisfatória, que possa ser produzida em larga escala e capaz de substituir várias funções do cimento Portland convencional.

2.1.1 - Propriedade das pozolanas

De acordo com a NBR 12653 (1992), os materiais pozolânicos podem ser:

- *naturais*: materiais de origem vulcânica, geralmente de caráter petrográfico ácido ($\text{SiO}_2 \geq 65\%$) ou de origem sedimentar;
- *artificiais*: materiais provenientes de tratamento térmico (argilas calcinadas) ou resíduos agroindustriais com atividade pozolânica.

A pozolanicidade de um material pode ser avaliada a partir de pré-requisitos químicos e físicos, conforme mostra as Tabelas 2.1 e 2.2

Tabela 2.1 - Exigências químicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992).

Propriedades	Classes		
	N	C	F
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃ , % mín.	70	70	50
SO ₃ , % máx.	4	5	5
Teor de umidade, % máx.	3	3	3
Perda ao fogo, % máx.	10	6	6
Álcalis disponíveis em Na ₂ O, % máx.	1,5	1,5	1,5

Tabela 2.2 - Exigências físicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992).

Propriedades	Classes		
	N	C	F
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
Com a cal aos 7 dias, em MPa.	6	6	6
Água requerida, % máx.	115	110	110

De acordo com FREIRE e BERALDO (2003), os diferentes resíduos agroindustriais e argilas calcinadas que possuem atividade pozolânica, e que comumente podem ser utilizados na fabricação de argamassas e concretos, são:

- *cinza volante*: produto da calcinação do carvão mineral em caldeiras de leito fluidizado, empregadas normalmente na produção de energia termoelétrica;
- *cinza da casca de arroz*: gerada durante a calcinação da casca de arroz para a obtenção de energia na produção de arroz parbolizado;
- *cinza de bagaço da cana*: gerada na calcinação do bagaço para obtenção de energia;
- *resíduo de tijolo moído*: matéria proveniente da quebra de tijolos e telhas durante a sua produção, conhecido por "chamote";

- *sílica ativa*: resíduo industrial da produção de ligas ferro-silício ou do silício-metálico;
- *metacaulim*: gerado pela calcinação do caulim.

2.2 - Ativadores alcalinos

Os ativadores alcalinos são os responsáveis pela dissolução da sílica. Somente através deles a sílica atinge condições de reação, podendo formar sílico-aluminatos ou C-S-H, dependendo de sua concentração e da composição química da pozolana utilizada. CHANG (2003) demonstra que a concentração de ativadores alcalinos altera o tempo de reação, tanto inicial quanto final.

Já os compostos químicos normalmente utilizados na fabricação de argamassas e concretos álcali-ativados podem ser classificados em:

- *ativação por álcalis*: utilizam-se hidróxidos alcalinos (ROH), sais não silicosos de ácidos fracos (R_2CO_3 , R_2S , RF) ou sais silicosos do tipo $R_2O \cdot (n)SiO_2$, sendo R um metal alcalino (Na^+ , K^+ , ou Li^+). O hidróxido de sódio (NaOH) e o silicato de sódio ($Na_2O \cdot xSiO_2 \cdot nH_2O$) são os compostos químicos mais utilizados na ativação alcalina de pozolanas;
- *ativação por sulfatos alcalinos*: os sulfatos alcalinos também têm a propriedade de ativar pozolanas, pois propiciam a elevação do pH do meio. Segundo DONGXU *et al.* (2002), a utilização do sulfato melhora a ativação, porém os compostos alcalinos são notadamente melhores ativadores. O sulfato de cálcio é

utilizado como espécie química complementar para ativação de pozolanas, pois não eleva o pH significativamente;

- *ativação mista*: muitos dos ativadores citados são utilizados em conjunto, sendo esta ativação denominada ativação mista (REGOURD, 1980). Em geral, os compostos químicos mais utilizados são a cal hidratada (CV) e o sulfato de cálcio, com o intuito de acelerar o início da pega da pozolana ativada. Outra combinação de interesse é a ativação de pozolanas pelo silicato de sódio concomitantemente com a CH, que neste caso teria o intuito de retardar o início de pega, que é muito rápida neste tipo de ativação. Outras espécies químicas também utilizadas conjuntamente com outros ativadores são: a gipsita ($\text{Ca}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), o fosfogesso, o hemidrato ($\text{Ca}_2\text{SO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) e a anidrita (Ca_2SO_4) (REGOURD, 1980).

A preferência no uso de álcalis na ativação de pozolanas se dá na sua capacidade de elevar o pH do meio, fator preponderante para uma evolução satisfatória das reações químicas.

2.3. - Ativação alcalina e pozolânica

Na ativação alcalina e pozolânica, a caracterização da pozolana e os componentes químicos do ativador alcalino são de fundamental importância, além de outras variáveis que influenciam a reação. Dentre essas variáveis, é necessário determinar a composição química e a finura da pozolana, o grau de cristalinidade da

sílica presente na pozolana, a razão molar entre os reagentes principais e o pH da solução alcalina.

2.3.1 - Ativação alcalina

Em uma ativação alcalina, a composição química da pozolana está relacionada a uma série de fatores que podem indicar o produto final da reação. A relação Si/Al é a mais importante. Quando esta relação é igual ou superior a 3, é possível obter um arranjo tridimensional com ligações cruzadas, irregular e de baixa mobilidade. Os polímeros minerais com essas relações são chamados polissialatos, cuja fórmula empírica é:



Sendo M um cátion como potássio, sódio ou cálcio, n o grau de policondensação e z um número inteiro 1,2, 3 ou maior que 3, originando diferentes tipos de polissialatos, conforme mostra a Figura 2.1 (DAVIDOVITS, 1987).

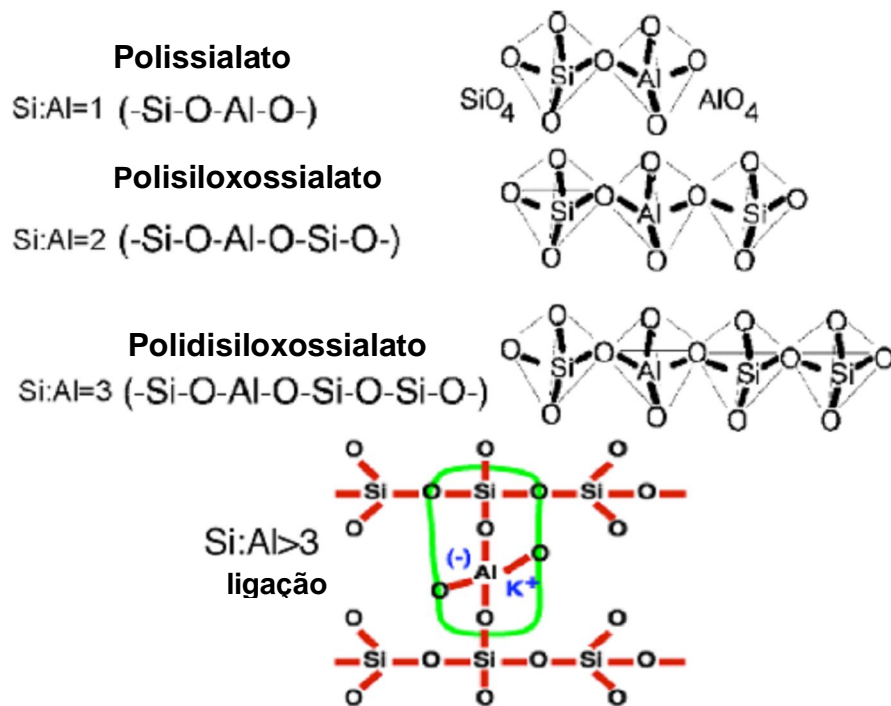


Figura 2.1 - Tipos de polissialatos (DAVIDOVITS, 1987).

2.3.2 - Ativação pozolânica

Um material com elevada porcentagem de óxido de cálcio ativado com soluções alcalinas de baixa ou média concentração (ou através de uma ativação cálcica), originam produtos de reação do tipo silicato de cálcio hidratado C-S-H (TORGAL *et al.*, 2007). Essa reação pode ser simplificada da seguinte maneira (FREIRE e BERARDO, 2002):



2.3.3 - Grau de cristalinidade da sílica

A capacidade de reação de uma pozolana é dada pela quantidade de sílica amorfa contida na sua composição (DAVIDOVITS, 1987). Este grau de cristalinidade pode ser alterado, através de efeitos de temperatura. OLIVEIRA e BARBOSA (2005), na busca de um metacaulim (MC) com maior reatividade, estudaram os efeitos da calcinação do caulim nas temperaturas de 700, 800 e 900°C durante um tempo de 2,0 horas. A cristalinidade do material se altera de acordo com cada temperatura, refletindo diretamente em seu índice de atividade pozolânica (Tabela 2.3).

Tabela 2.3 - Índice de atividade pozolânica com a cal para as amostras de caulim calcinadas em diferentes temperaturas (OLIVEIRA e BARBOSA, 2005).

Argamassas	f _c (MPa)			
	1	2	3	Média
#325-700°C	8,2	8,3	8	8,2
#325-800°C	7,6	7,6	7,3	7,5
#325-900°C	8	8,2	8,1	8,1

É possível perceber que há um ciclo de recristalização. Isto pôde ser confirmado através dos resultados de resistência à compressão axial dos corpos-de-prova dos ensaios de índice de atividade pozolânica.

2.3.4 - Dosagem

A dosagem correta entre a pozolana e o ativador alcalino responde diretamente pelo desempenho do produto final obtido. A procura da relação ideal entre estes componentes é importante para evitar a baixa reatividade, devido ao uso de

pouco reagente; ou eflorescência, pelo excesso de reagente, causando porosidade e reduzindo, assim, a resistência mecânica final do produto formado.

Estudos mostraram que a relação de SiO_2/XO (módulo sílica, Ms), sendo X o álcali do ativador (Ca^{2+} , Na^+ , K^+ etc.) deve ser próxima de 1,2 (WANG *et al.*, 1994). BAKHAREV *et al.* (1999) demonstraram esta expectativa na ativação de escórias de alto-forno com silicato de sódio, através de um estudo de dosagem no qual se variou o Ms entre 0,75 e 1,5, como mostra a Figura 2.2. Os melhores resultados das resistências mecânicas das pastas convergem para um valor de Ms próximo de 1,2.

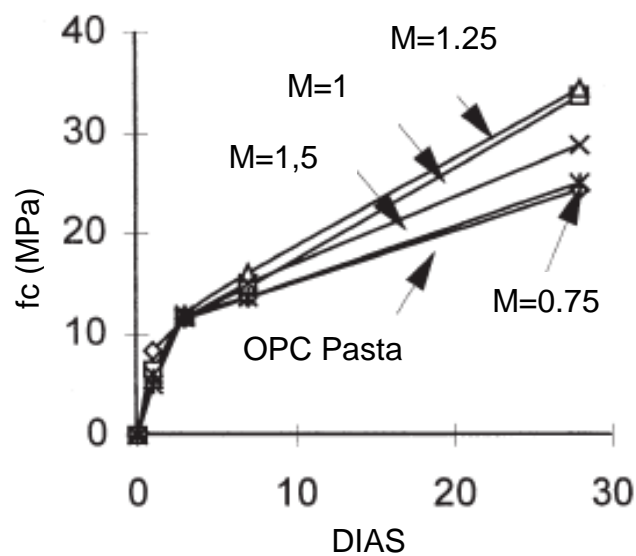


Figura 2.2 - Resistência à compressão axial de pastas com Ms variando de 0,75 a 1,5 (BAKHAREV *et al.*, 1999).

Na presença de elevado teor de CaO nas matérias-primas ou devido à ativação cálcica, utiliza-se a proporção CaO/SiO_2 , pois esta favorece a formação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H), sendo, portanto, o teor de CaO não só um ativador, como também um componente importante da estrutura química do produto final. PAN *et al.* (2001) estudaram a ativação de resíduos de argila vermelha alcalina com CH na

proporção de 0,8 a 1.2. Verificou-se que quanto menor a relação CaO/SiO_2 , maior a resistência mecânica obtida, sendo o valor ótimo desta relação próximo de 0,8, pois o resíduo encontrava-se quase que totalmente combinado com o CaO presente na solução alcalina.

2.3.5 - Finura da pozolana

A finura da pozolana tem influência direta na velocidade de reação de ativação alcalina do material, possuindo influência comprovada em muitas propriedades das pastas, argamassas e concretos. Valores elevados de finura podem melhorar a resistência mecânica, particularmente a resistência nas primeiras idades, diminuir a exsudação e a segregação, aumentar a impermeabilidade, a trabalhabilidade e a coesão, bem como diminuir a expansão em autoclave de materiais cimentícios (BAUER, 1995).

2.3.6 - pH da solução alcalina

Apesar do mecanismo de reação da pozolana ser semelhante ao do cimento Portland, aquela quando colocada junto à água praticamente não reage, ou reage de maneira extremamente lenta. Isso inviabiliza o emprego da pozolana na maioria das condições ordinárias. Porém, quando a pozolana encontra-se em contato com água com elevado pH, a velocidade de reação da mesma aumenta, formando compostos hidratados estáveis. As pozolanas são dissolvidas por uma reação

hidroxílica (provocada pelos íons OH^-), enquanto que o clínquer reage por meio hidrolítico (ação das moléculas de água) (PAN *et al.*, 2002)

A pozolana demora a reagir na presença de água pura por causa da sua baixa solubilidade, devido a dois fatores principais. Primeiramente por causa da solubilidade de vidros de sílica, que quase sempre é aumentada juntamente com o pH (CHANG, 2002). Além disso, há provas conclusivas de que uma camada de sílico-aluminato hidratado se forma sobre a pozolana, tornando mais difícil ou até mesmo impossível o prosseguimento da reação. FAN *et al.* (1999) demonstraram que é possível a formação de silicatos insolúveis na superfície de sílicas amorfas contendo impurezas de magnésio, cálcio, alumínio e outras substâncias. Estes silicatos tornam a dissolução do vidro mais difícil, ainda que em concentrações muito pequenas.

O produto de solubilidade cresce na razão direta do aumento do pH para valores superiores a 10,7 (FREIRE e BERALDO, 2003). Para SONG e JENNINGS (1998), a elevação do pH para valores maiores do que 11,5 possibilitam a maior solubilidade da sílica, permitindo uma mudança significativa do C-S-H devido à modificação química das soluções porosas. A elevação do pH da água de reação das pozolanas é ocasionada por compostos químicos variados e, devido ao efeito produzido no processo de reação, são denominados ativadores.

2.4 - Classificação e requisitos de uma argamassa de múltiplo uso

A classificação nacional das argamassas de assentamento e de revestimento segue a norma NBR 13281 (2001). Como requisitos de classificação estão

nela especificados: resistência à compressão, teor de ar incorporado e capacidade de retenção de água (Tabela 2.4).

Tabela 2.4 - Classificação segundo a NBR 13281 (2001).

Requisitos	Limites	Tipos de argamassa
Resistência à compressão aos 28 dias (MPa) (NBR 13279/95)	$\geq 0,1$ e < 4	I
	≥ 4 e ≤ 8	II
	> 8	III
Capacidade de retenção de água (%) (NBR 13 277/95)	≥ 80 e ≤ 90	Normal
	> 90	Alta
Teor de ar incorporado (%) (NBR 13 278/95)	< 8	a
	≥ 8 e ≤ 18	b
	> 18	c

A NBR 13281 (2001) foi adotada já que regulariza as argamassas para assentamento e revestimentos de paredes e tetos, para sua inserção no mercado. Certos valores mínimos são necessários para que um produto seja considerado de qualidade e o consumidor leigo possa confiar na durabilidade e resistência do material, sendo a utilização comercial um dos principais objetivos desta dissertação.

3 - Programa experimental

3.1 - Métodos

3.1.1 - Dosagem I

Após o estudo de caracterização das matérias-primas, foi possível o conhecimento da composição química, da massa específica e do teor de umidade destes materiais. De posse destes dados, e após estudo minucioso das literaturas nacional e internacional, foi dado o início ao estudo de dosagem.

Para se ter um controle deste estudo de dosagem, criou-se uma planilha contendo as propriedades-chave de cada material. Como os ativadores alcalinos utilizados na pesquisa foram a CH e a CV, a relação molar utilizada no estudo foi a CaO/SiO_2 . Esta relação variou entre 0,5 a 2,0, a cada 0,25. Calculou-se o peso em gramas de um mol de $\text{CaO} = 56,08$ g e um mol de $\text{SiO}_2 = 60,09$ g. Com a análise da composição química dos materiais foi calculada a quantidade de cada material para se ter um mol de CaO e um mol de SiO_2 , conforme o seguinte exemplo: a CV é composta de 92% de CaO . Sendo assim, são necessários 60,96 g de CV para obtenção de 56,08g de CaO . Após o cálculo destas relações, passa-se ao estudo da proporção adequada do CaO/SiO_2 que deve ser encontrada e aplicada a cada um dos reagentes (CV/MC, CV/RTM, CH/MC e CH/RTM). Após saber quanto de CaO e quanto de SiO_2 esta contido em cada material, foi possível definir a massa total de cada componente na mistura para atingir a relação CaO/SiO_2 desejada. O próximo passo foi variar estas relações de 0,5 a 2,0, a cada 0,25. Com posse dos resultados das porcentagens,

calculou-se o volume necessário para confecção de três corpos-de-prova de 5,0 cm de diâmetro e 10,0 cm de altura, o que totaliza $196,35 \text{ cm}^3$. Relacionou-se o volume de $196,35 \text{ cm}^3$, a massa específica dos materiais, a porcentagem previamente calculada de cada regente e, como parâmetro de partida, a relação líquido/sólidos (exceto areia) de 0,70 para a obtenção dos traços iniciais. Os traços foram feitos com a seguinte proporção: 1:3:0,70.

Para a determinação dos traços ótimos das relações CV/MC, CV/RTM, CH/MC e CH/RTM foram levados em consideração dois parâmetros de verificação: visual e resistência à compressão axial.

3.1.2 - Consistência-padrão

Com intuito de padronizar as argamassas, adotou-se a relação líquido/sólidos como parâmetro (NBR 13276/1995).

A mistura da argamassa fresca foi realizada de acordo com o procedimento descrito no item 4.2.1 da NBR 13276/1995. Seguindo orientação da ABNT, foram realizados os ensaios de consistência-padrão com o uso de tronco-cônico e mesa de abatimento. A argamassa fresca é colocada no tronco-cônico em três camadas de alturas iguais, que são golpeadas 15, 10 e 5 vezes, respectivamente. Faz-se a rasadura do tronco-cônico com uma régua metálica em movimentos curtos de vai-e-vem. Então, aciona-se a manivela da mesa de modo que a mesa suba e caia 30 vezes em 30 segundos. Com uma régua metálica obtêm-se três medidas de diâmetro, expressas em mm, buscando um valor próximo a $255 \pm 10 \text{ mm}$.

O cálculo do teor de água (A_{cp}) para obtenção do índice de consistência-padrão é dado pela equação apresentada a seguir.

$$A_{cp} = \frac{M_w}{M} \cdot 100\% \quad (3.1)$$

em que M_w é a massa total de água acrescentada à mistura em g, M é a massa de argamassa industrializada ou soma das massas dos componentes anidros no caso de argamassa do tipo dosada e preparada em obra, em g.

3.1.3 - Processo de fabricação da argamassa

Como as matérias-primas utilizadas para a fabricação das argamassas diferem do cimento Portland convencional, adotou-se o seguinte processo de moldagem:

1. pesagem das matérias-primas, em gramas, em balança com precisão de 0,01g;
2. homogeneização do ativador alcalino (CV ou CH) com o material pozolânico (RTM ou MC). As proporções, em massa, eram colocadas dentro de um saco plástico, misturadas durante um minuto. Após este processo, era verificado visualmente (com base na coloração contrastante das matérias-primas) se o material já estava homogeneizado. Caso negativo, o processo era repetido por mais um minuto, e assim sucessivamente até que houvesse uma homogeneização satisfatória;

3. acréscimo da areia no saco contendo a mistura ativador alcalino + material pozolânico, e posterior homogeneização;
4. depositado a mistura na cuba de uma argamassadeira com capacidade de 5 litros;
5. adição de água com a argamassadeira na velocidade 1 por três minutos;
6. raspagem, com uma espátula, do fundo da cuba e da pá da argamassadeira e mistura na velocidade 2 por mais um minuto.

3.1.4 - Análise visual

Utilizou-se a análise visual como um dos critérios para a determinação dos traços ótimos. Antes da ruptura de cada corpo-de-prova, nas idades de 7,14 e 28 dias, foi feita a análise visual para a verificação da existência ou não de eflorescências e baixa resistência à abrasão superficial.

O equilíbrio inadequado entre o ativador alcalino e o material pozolânico, devido ao excesso de ativador, ocasiona a formação de eflorescências, que podem ser verificadas visualmente através dos seguintes indícios: coloração não uniforme do corpo-de-prova e presença de uma fina camada de pó esbranquiçado na superfície deste.

O desequilíbrio é devido à falta de reagente resulta em uma baixa resistência à abrasão superficial, pois a quantidade de material que participa da reação química é insuficiente. Na análise visual isso pode ser notado através da observação dos seguintes parâmetros: baixa resistência à abrasão superficial, sendo quebradiço até mesmo pelo simples manuseio, além do “esfarelamento” das bordas e das camadas

superficiais. Ressalta-se que no presente estudo nenhum corpo-de-prova apresentou este tipo de patologia.

3.1.5 - Resistência à compressão axial

As resistências à compressão axial foram obtidas de acordo com as prescrições da NBR 13279 (1995), e as argamassas foram preparadas com os teores de água obtidos nos ensaios de consistência-padrão (NBR 13276/1995).

Foram moldados nove corpos-de-prova (CP's) para cada traço, sendo três para cada idade (7, 14 e 28 dias). Foram utilizados moldes cilíndricos de 5 cm x 10 cm (Figura 3.1). Cada molde foi preenchido com três camadas de argamassa fresca golpeadas moderadamente com 30 golpes de soquete metálico padrão por camada.

Os CP's permaneceram durante 48 horas nos moldes com uma vedação plástica para evitar a perda de umidade para o ambiente. A cura foi realizada em ambiente de laboratório até as idades de ensaio.

Em suas respectivas idades de ruptura, os CP's foram capeados com enxofre e tiveram medidos seus diâmetros com o auxílio de um paquímetro. Os CP's foram rompidos em uma máquina universal de ensaios mecânicos da marca *Versa Tester*, cuja capacidade era de 250 kN (Figura 3.2). A velocidade de carregamento foi de 0,5 kN/s, conforme prescrições da NBR 13279 (1995).

Calculou-se a resistência à compressão axial, em MPa, de cada corpo-de-prova, dividindo-se a carga de ruptura pela área da seção transversal do corpo-de-prova, obtendo-se assim, a carga de ruptura média de três corpos-de-prova por traço.

O desvio-padrão máximo adotado para as resistências à compressão axial foi de 10%. Sendo este desvio superior a 10%, o resultado era descartado e o ensaio repetido para três novos CP's.



Figura 3.1 - Molde cilíndrico de 5 cm x 10 cm.



Figura 3.2 - Máquina universal de ensaios mecânicos da marca *Versa Tester*.

3.1.6 - Cura submersa

A cura submersa, em água com cal, foi utilizada como comparação para se verificar possíveis incrementos de resistência mecânica em relação aos corpos-de-prova curados sob condições ambientes de laboratório, já que nesta pode ocorrer perda de água da argamassa para o ambiente e, conseqüentemente, uma redução do potencial de reação entre os componentes. Na cura submersa os corpos-de-prova, após 48 horas da moldagem, eram retirados dos moldes e totalmente submersos em água com cal até as idades de ruptura, evitando, assim, perda de água para o ambiente.

O processo de confecção das argamassas foi idêntico ao realizado no item 3.2.3, bem como os ensaios de resistência à compressão axial apresentado no item 3.2.5. Contudo, a cura submersa (Figura 3.3) foi realizada somente para os traços ótimos de cada combinação entre ativador alcalino e material pozolânico (CV/MC, CV/RTM, CH/MC, CH/RTM).



Figura 3.3 - Cura submersa dos corpos-de-prova.

3.1.7 - Ensaio de leitura do pH e da temperatura das soluções ativadoras.

Este ensaio foi realizado a fim de determinar a temperatura e o pH dos ativadores em solução. Foi necessário determinar as variações de temperatura e pH das soluções para evitar problemas no manuseio. Teoricamente, quanto maior a temperatura e o pH, mais eficaz a reação de ativação. Mas na prática, em condições reais de manuseio (um canteiro de obras, por exemplo), um pH extremo ou temperaturas elevadas podem ser perigosas. Não há normas que prevejam tal possibilidade. No entanto o bom senso não recomendaria a comercialização de uma argamassa que se aquece excessivamente durante o manuseio.

Para simular uma situação extrema de má utilização do produto por parte de um usuário leigo, e até mesmo de abuso, fez-se a mistura do volume normal de água de amassamento (a quantidade recomendada para atingir a consistência-padrão) e a massa correspondente à quantidade normal de ativador (CV e CH) que estaria contida na mistura das argamassas de referencia (CH/RTM, CV/MC, CV/MC, CH/RTM). Como a proporção de ativador para obtenção dos traços ótimos varia, foram necessários quatro ensaios com massas diferentes de ativador. Neste ensaio foram medidas a temperatura e o pH de cada mistura ao longo do tempo e registradas a maior temperatura e o maior pH de cada ensaio.

3.1.8 - Difração de raios X (XRD)

As amostras para as análises de XRD foram retiradas da superfície dos corpos-de-prova, até a profundidade de aproximadamente 5 mm, e transformadas em

pós-finos por meio do uso de grau e pistilo de porcelana. Após peneiramento, somente as partículas que passaram na peneira N° 200 (75 μm) foram utilizadas.

A técnica de difração de raios oferece um modo conveniente para determinar a análise mineralógica dos sólidos cristalinos presentes em um determinado material. Se um mineral cristalino é exposto a raios X de um comprimento de onda específico, as camadas de átomos difratam os raios e produzem um padrão de picos que é característico do mineral. A escala horizontal (ângulo de difração) de um padrão de *XRD* “típico” fornece o espaçamento do arranjo cristalino, e a escala vertical (altura do pico) fornece a intensidade do raio difratado. Quando a amostra bombardeada com raios X contém mais do que um mineral, a intensidade de picos característicos dos minerais individuais são proporcionais às suas quantidades.

A caracterização mineralógica dos materiais por difração de raios X foi realizada em equipamento: difratômetro *D8 Focus* da *Bruker* (Figura 3.4), tubo de cobre com ângulos entre 10 e 60° e um passo de 0,05° a um tempo de aquisição de 1s, do laboratório de estrutura da COPPE/ UFRJ.

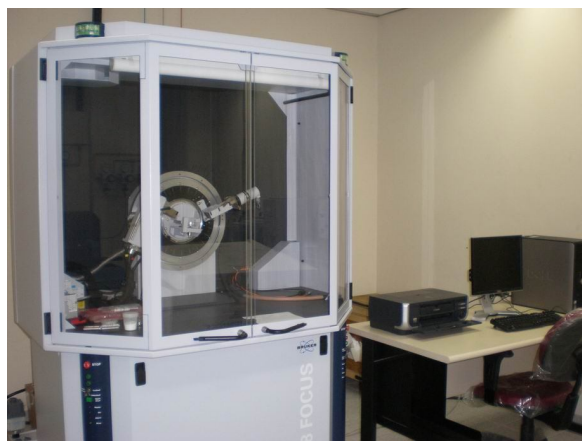


Figura 3 4 - Difratômetro *D8 Focus* da *Bruker*.

3.1.9 - Análise termogravimétrica (TGA)

A técnica analítica termogravimétrica permite medir as variações de massa de um material em função do aumento de temperatura em uma atmosfera controlada durante determinado período de tempo. Este ensaio é utilizado, comumente, para a determinação da composição química de materiais (análises qualitativas), bem como para a verificação da estabilidade térmica de materiais até temperaturas de 100^oC ou superiores. A técnica permite caracterizar materiais em função da variação de massa devido aos processos de decomposição, oxidação ou desidratação. A preparação das amostras seguiu o mesmo procedimento utilizado no preparo das amostras para as análises de XRD. O equipamento utilizado foi um SDT 2960 da TA Instruments a uma taxa de aquecimento de 10^oC/min e aquecimento entre temperatura ambiente e 1000^oC, em uma atmosfera de ar sintético.

3.1.10 - Análise térmica diferencial (DTA)

A análise termodiferencial é uma técnica usada para detectar mudanças físicas ou químicas acompanhadas da perda ou ganho de energia em forma de calor. Quando os materiais são aquecidos podem ocorrer transformações envolvendo absorção (processo endotérmico) ou liberação de energia em forma de calor (processo exotérmico). Em suma, o equipamento de DTA mede a diferença de temperatura entre a amostra estudada e uma substância inerte de referência quando ambas são

aquecidas e resfriadas num regime linear. O equipamento utilizado foi um *SDT 2960* da *TA Instruments* com uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e aquecimento entre temperatura ambiente e 1000°C , em uma atmosfera de ar sintético. O processo de preparo das amostras para o ensaio de *DTA* segue o mesmo procedimento do ensaio de *XRD*.

3.1.11 - Resistência à compressão em idades avançadas

A fim de verificar a manutenção das propriedades mecânicas das argamassas consideradas ideais nos ensaios de resistência à compressão axial aos 28 dias, as mesmas foram, também, ensaiadas nas idades mais avançadas de 120 e 210 dias.

3.1.12 - Dosagem II

Todos os ensaios citados até aqui foram dosados segundo o item 3.2.1, cujos traços apresentavam a relação 1:3:x (“aglomerante”, areia, água). Como um dos objetivos desta dissertação é a obtenção de uma argamassa de múltiplo uso comercial, foi realizado um novo estudo de dosagem aumentando-se a quantidade de agregado miúdo (areia) do traço inicial. Os novos traços possuíam as seguintes relações: 1:5:x (traço rico), 1:6:x (traço normal), 1:7:x (traço pobre). Estas novas argamassas foram ensaiadas para a determinação das resistências à compressão axial nas idades de 7,14 e 28 dias.

3.1.13 - Densidade de massa e teor de ar incorporado

O ensaio para a determinação do teor de ar incorporado de argamassas foi realizado conforme a NBR 13278 (1995). A argamassa é introduzida num cilindro de PVC com volume próximo de 400 mL (V_r) e cuja massa (M_v) tenha sido previamente determinada. Neste recipiente são alocadas três camadas da argamassa fresca adensadas com golpes aplicados com soquete metálico padrão. São 20 golpes em cada camada, e mais 5 complementares no conjunto cheio (sobre a última camada); e depois o topo do corpo-de-prova é rasado utilizando-se uma régua metálica. Ao fim deste processo determina-se a massa total do recipiente (M_c). Calcula-se, então, a densidade de massa (A) da argamassa no estado fresco utilizando-se a seguinte equação:

$$A = \frac{M_c - M_v}{V_r} \quad (3.2)$$

Já o teor de ar incorporado (A_i) da argamassa é calculado utilizando-se a densidade massa (A) obtida na Equação 3.1, a saber:

$$A_i = 100 \cdot \left(1 - \frac{A}{B}\right) \quad (3.3)$$

sendo B a densidade teórica da argamassa, ou seja, a densidade que haveria numa reação perfeita, sem a existência de ar no sistema. A densidade teórica desta argamassa será dada por:

$$B = \frac{\sum M_i}{\sum \frac{M_i}{\gamma_i}} \quad (3.4)$$

em que M_i é a massa seca da cada componente da argamassa, mais a massa da água e γ_i é a massa específica de cada componente.

3.1.14 - Capacidade de retenção de água

O ensaio de capacidade de retenção de água transcorreu conforme as prescrições da NBR 13277 (1995). A argamassa foi introduzida num cilindro de aço de medidas de volume e massa (M_m) pré-definidas em dez incrementos, e o conjunto preenchido foi rasado com uso de uma espátula. Após a limpeza externa do molde, o conjunto tem determinada a sua massa (M_{ma}). Sobre o tampo do cilindro são sobrepostas duas telas de gaze, doze folhas de papel filtro (tudo previamente pesado; M_{se}), uma placa metálica rígida com diâmetro proporcional ao do molde e sobre este conjunto é posto um peso centralizado de 2 kg durante dois minutos. Após esse tempo remove-se o peso e a placa metálica e, então, determina-se a massa do conjunto papel filtro (M_f), alterada pela água absorvida da argamassa fresca. Em seguida calcula-se a relação água/argamassa fresca (AF) tendo-se em vista os parâmetros M_w (massa do total de água utilizada na mistura) e M (soma das massas anidras da argamassa). Assim, tem-se:

$$AF = \frac{M_w}{M + M_w} \quad (3.4)$$

A capacidade de retenção de água pode ser deduzida por meio da seguinte equação:

$$RA = \left[1 - \frac{(M_f - M_{se})}{AF \cdot (M_{ma} - M_m)} \right] \quad (3.5)$$

3.1.15 - Resistência à tração por compressão diametral

Os ensaios de resistência à tração por compressão diametral são prescritos na NBR 7222 (1983) para os corpos-de-prova confeccionados de acordo com o item 3.2.3 deste trabalho (NBR 7215, 1996), após cura durante 28 dias. A máquina utilizada é a mesma *Versa Tester* dos ensaios de resistência à compressão axial. No procedimento deste ensaio os corpos-de-prova são colocados “deitados” na máquina, apoiados sobre dois pontos diametralmente opostos de sua seção transversal circular (Figura 3.5). Para evitar que irregularidades dos corpos-de-prova interfiram no resultado dos ensaios, duas placas de madeira lisas e uniformes são colocadas entre as duas superfícies de contato dos corpos-de-prova e os “pratos” da máquina. A carga é aumentada uniformemente e sem choque até a ruptura dos corpos-de-prova, determinando-se, assim, a sua resistência efetiva à tração. O valor da resistência à tração por compressão diametral é calculado pela seguinte equação:

$$f_{t,D} = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot d \cdot L} \quad (3.6)$$

em que:

$f_{t,D}$ = resistência à tração por compressão diametral, expresso em MPa, com aproximação de 0,05 MPa;

F = carga máxima obtida no ensaio;

d = diâmetro do corpo-de-prova;

L = altura do corpo-de-prova.

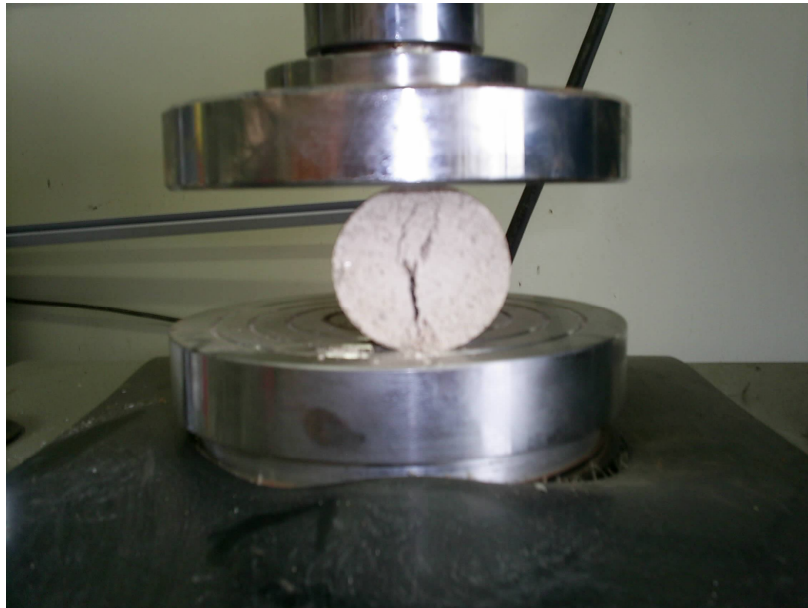


Figura 3.5 - Ensaio de resistência à tração por compressão diametral.

3.1.16 - Tempo de pega

A determinação dos tempos de início e fim de pega permite a obtenção do tempo disponível para o manuseio de concretos e argamassas. O fenômeno da pega deve ser compreendido como parte do processo de endurecimento decorrente da hidratação do cimento. Denomina-se início de pega o instante em que ocorre uma mudança brusca na viscosidade da pasta; neste momento a temperatura se eleva e a pasta deixa de ser trabalhável, não aceitando operação de remistura. O instante em

que a pasta deixa de ser deformável para pequenas cargas é denominado de tempo de fim de pega; neste momento a temperatura chega ao seu índice mais alto e a partir daí inicia-se o endurecimento propriamente dito.

Este ensaio é regido pela NBR 7215 (1996). Para se determinar o tempo de pega da pasta é necessário, primeiramente, obter o valor da consistência normal da mesma. Para sua obtenção desta coloca-se 400 gramas do “aglomerante” (CV/MC) em forma de coroa circular num recipiente. Usa-se como partida 110 mL de água para a primeira tentativa. Então, a água é lançada no centro da coroa circular, e com uma espátula de aço lança-se sobre o líquido o “aglomerante” circundante durante 1 minuto. Com o auxílio da espátula mistura-se energicamente a pasta durante 5 minutos. A pasta é colocada no molde, este sobre uma placa de vidro, em pequenas porções sem adensamento enérgico, apenas com leve agitação da espátula, a fim de bem distribuí-la no molde. O molde é então rasado com o auxílio de uma régua. A sonda de *Tetmajer*, mostrada na Figura 3.6 é posicionada no centro da pasta até que toque a superfície. Então a sonda é liberada fazendo-se assim a leitura em milímetros da penetração da sonda, que deve estar compreendida entre a $6 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, sendo esta o padrão da consistência dita normal. Caso este valor não seja atingido, o ensaio deve ser realizado novamente com um maior volume de água, variando-se em 10 mL em relação ao anterior.

Após a obtenção da consistência normal, inicia-se o ensaio do tempo de início e fim de pega. Uma nova pasta é preparada com a consistência normal obtida no ensaio anterior, colocada no molde com uma espátula e rasada com uma régua. Com o aparelho de *Vicat*, a agulha é posicionada no centro da pasta, tocando sua superfície e depois liberada para leitura de sua penetração em milímetros. Com as leituras obtidas

cria-se um gráfico de mm em função do tempo, tendo-se o início de pega com a distância correspondente de 1 mm da placa de vidro no fundo do molde. Já o fim de pega correspondente a uma distância de 40 mm, ou seja, igual à altura do molde.

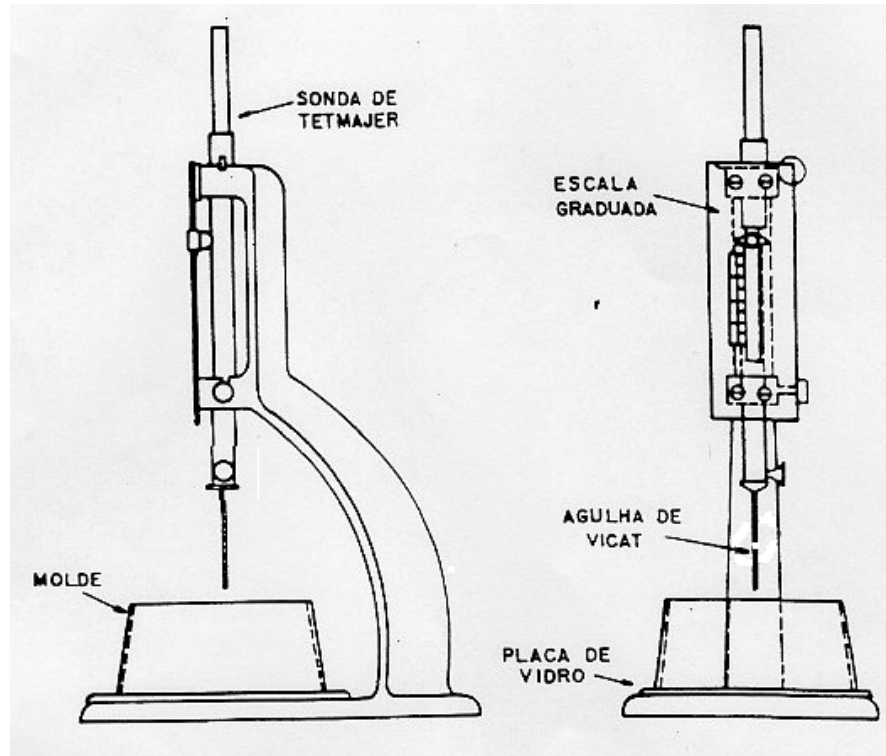


Figura 3.6 - Aparelho de *Vicat* e sonda de *Tetmajer* (NBR 7215, 1996).

3 2 - Materiais

3.2.1 - Cal hidratada (CH)

A cal hidratada (CH) é do tipo CH III, fornecida pela empresa *Ical*, comum na construção civil. Esta possui massa específica teórica de $2,51 \text{ g/cm}^3$ e umidade de 0,47%.

A partir do ensaio de distribuição granulométrica, foi construída uma curva de distribuição de diâmetros equivalentes de acordo com os percentuais retidos em cada malha do processo de peneiramento mecânico e também dos valores obtidos nos ensaios de sedimentação (Figura 3.7). A curva granulométrica mostra que 50% do material é passante pelo diâmetro de 0,0055 mm, o que torna o material fino e com uma distribuição granulométrica satisfatória, com grãos de diâmetros graduais até D_{50} , e grãos uniformes após. Como a CH nesta dissertação foi utilizada como ativador, a finura deste material é de fundamental importância para uma maior reatividade durante o processo pozolânico, bem como para uma boa plasticidade da massa no estado fresco.

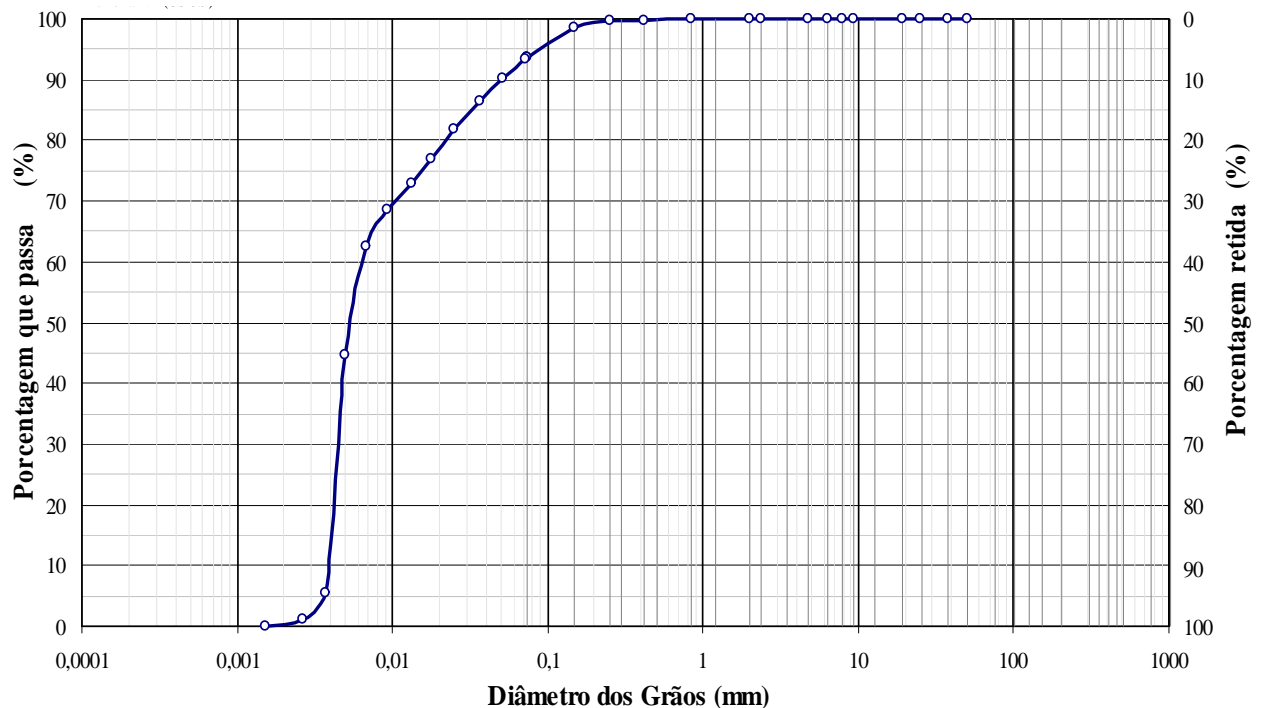


Figura 3.7 - Curva de distribuição granulométrica da CH.

A composição química foi obtida por meio do uso da técnica de fluorescência de raios X por energia dispersiva (*EDX*) em um equipamento da marca *Shimadzu* modelo *EDX-700* (Tabela 3.1), sob a condição de ajuste de “vácuo dois canais”. O ensaio de *EDX* mostra que 96,21% da CH é composta por CaO, o álcali “chave” neste tipo de reação. Também pode ser visto um baixo grau de impureza. Estes dados demonstram uma boa qualidade da CH.

Tabela 3.1 - Análise química por *EDX* da CH.

CaO	96,21%
SiO ₂	1,38%
SO ₃	1,07%
K ₂ O	0,92%
Fe ₂ O ₃	0,30%
Outros	1,50%

Para verificação da presença de impurezas foi realizado o ensaio de difração de raios X (*XRD*), conforme mostra a Figura 3.8. O ensaio de *XRD* identificou picos característicos da portlandita [Ca(OH)₂] representado no espectrograma pelos picos vermelhos, e da calcita (CaCO₃), representado pelos picos azuis. A identificação dos picos de Portlandita é importante, pois através destes será possível identificar seu consumo no *XRD* realizado na pasta endurecida aos 28 dias de idade, o que mostrará o equilíbrio de dosagem entre as matérias-primas. A presença de calcita na amostra indica a carbonatação ocorrida pela a sua exposição à atmosfera, o que evidencia uma menor capacidade de ativação de parte da CH, já convertida em calcário (composto estável).

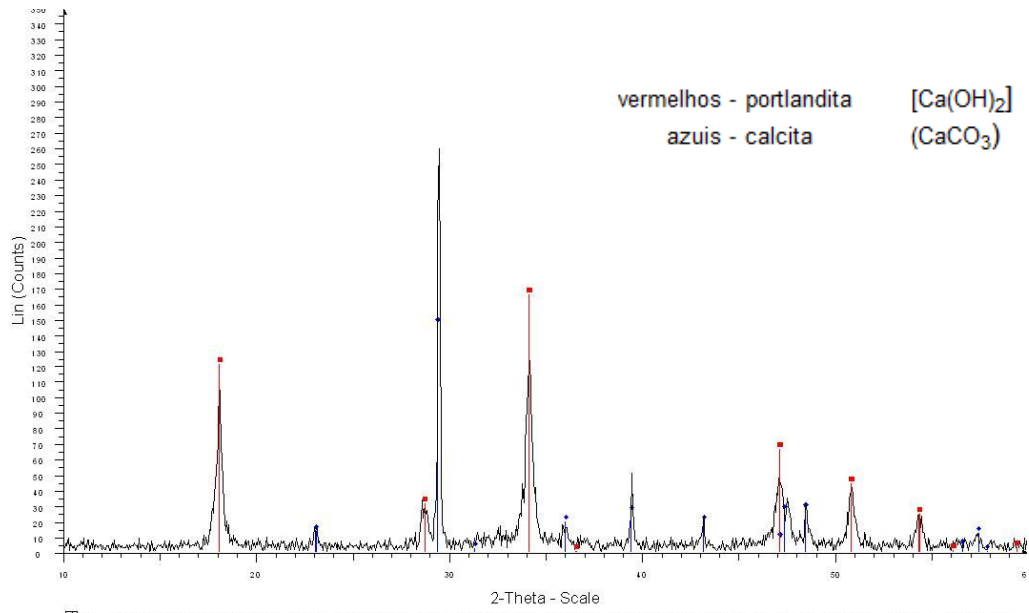


Figura 3.8 - Espectro de *XRD* da CH.

O ensaio de *DTA* e *TGA*, conforme mostrado na Figura 3.9, foi realizado em um equipamento *SDT 2960* da *TA Instruments* com a taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ e aquecimento entre a temperatura ambiente e 1000°C em uma atmosfera de ar sintético, permitiu a identificação dos seguintes picos: o primeiro pico mostra a perda de água absorvida e adsorvida; o segundo a 425°C a decomposição do $Ca(OH)_2$; o terceiro a 720°C a decomposição do $Ca(CO)_3$; e o quarto e último a 740°C a decomposição magnésiana da dolomita $[CaMg(CO_3)_2]$. A composição, calculada pela estequiometria, foi: 98,92% $CaO + Ca(OH)_2 + CaCO_3$; 0,16% hematita (Fe_2O_3); 0,30% de quartzo (SiO_2). A perda ao fogo entre as temperaturas 105°C a 1000°C foi de 30%.

O ensaio de *DTA* confirmou a carbonatação sofrida pela CH no terceiro pico, já vista no ensaio de *XRD*.

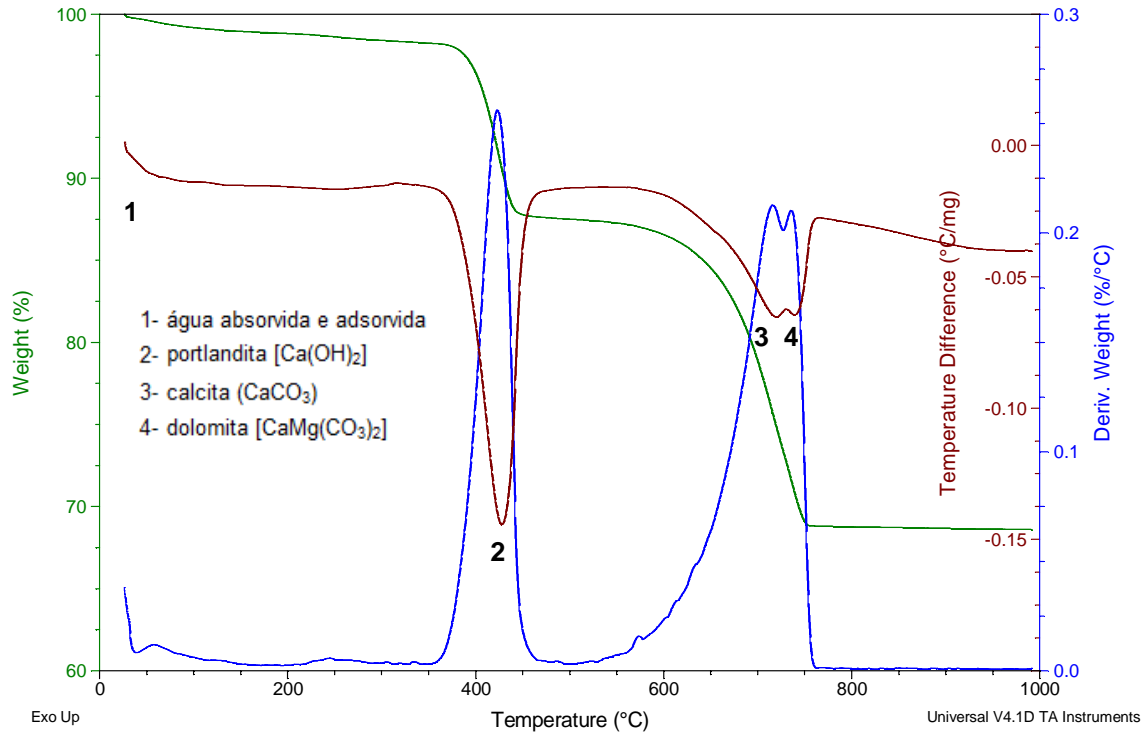


Figura 3.9 - DTA e TG da CH.

3.2.2 - Cal virgem (CV)

A cal virgem (CV) foi fornecida pela empresa *Carbomil*, que produz o óxido de cálcio micronizado.

O óxido de cálcio micronizado tem como principais características: elevada pureza, baixa perda ao fogo e elevada reatividade. Estas características possibilitam sua extinção em poucos minutos. A CV possui massa específica teórica de $2,70 \text{ g/cm}^3$ e umidade 0,05%.

A CV, diferentemente da CH, tem uma distribuição granulométrica (Figura 3.10) mais uniforme que prejudica a obtenção de uma boa plasticidade da argamassa no estado fresco e implica em um pior empacotamento dos grãos. Mas, 85% da CV é

passante no diâmetro de 0,85 μm , enquanto que a CH apenas 65% é passante, o que torna a CV mais reativa.

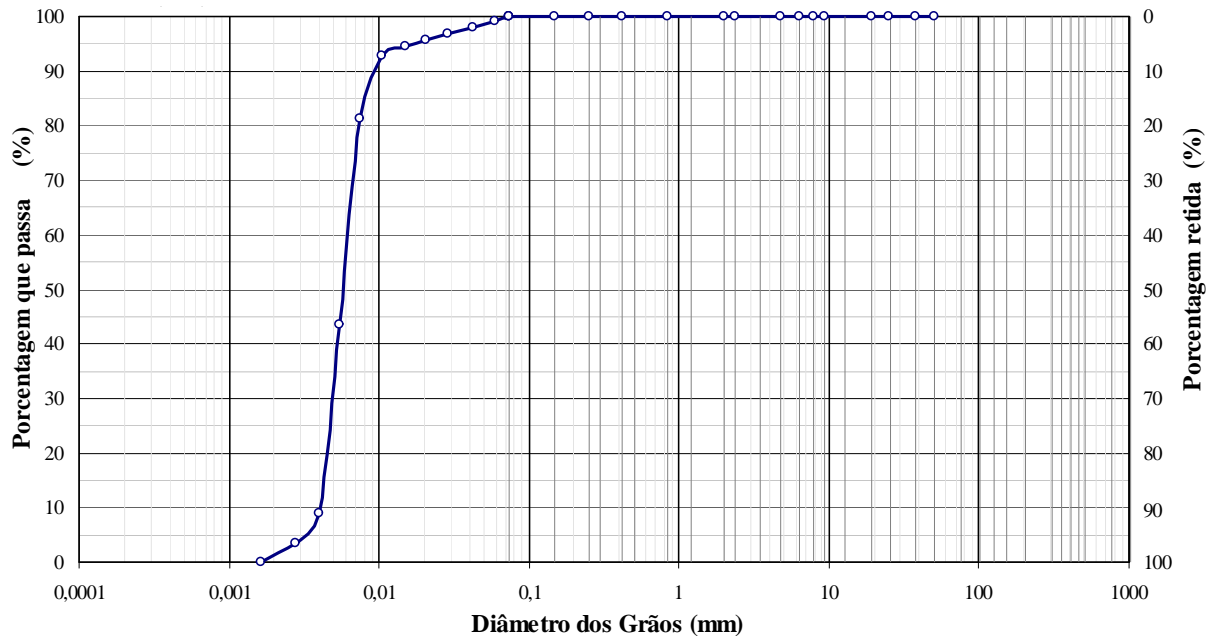


Figura 3.10 - Distribuição granulométrica da CV.

A composição química também foi obtida por meio do ensaio de fluorescência de raios X (*EDX*), cujos resultados são apresentados na Tabela 3.2. O ensaio de *EDX* confirma a qualidade da CV como um ativador pozolânico, com $\text{CaO} = 92,0\%$ de sua composição. Apresentou também baixo grau de impureza.

Tabela 3.2 - Análise química por *EDX* da CV.

CaO	92,00%
MgO	3,20%
PPC	2,50%
RI	0,50%
SiO ₂	0,30%
R ₂ O ₃	1,50%

O XRD (Figura 3.11) da amostra de CV apresentou: Portlandita [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] representado pelos picos vermelhos; calcita (CaCO_3) representado pelos picos azuis; e óxido de cálcio (CaO) representado pelos picos verdes.

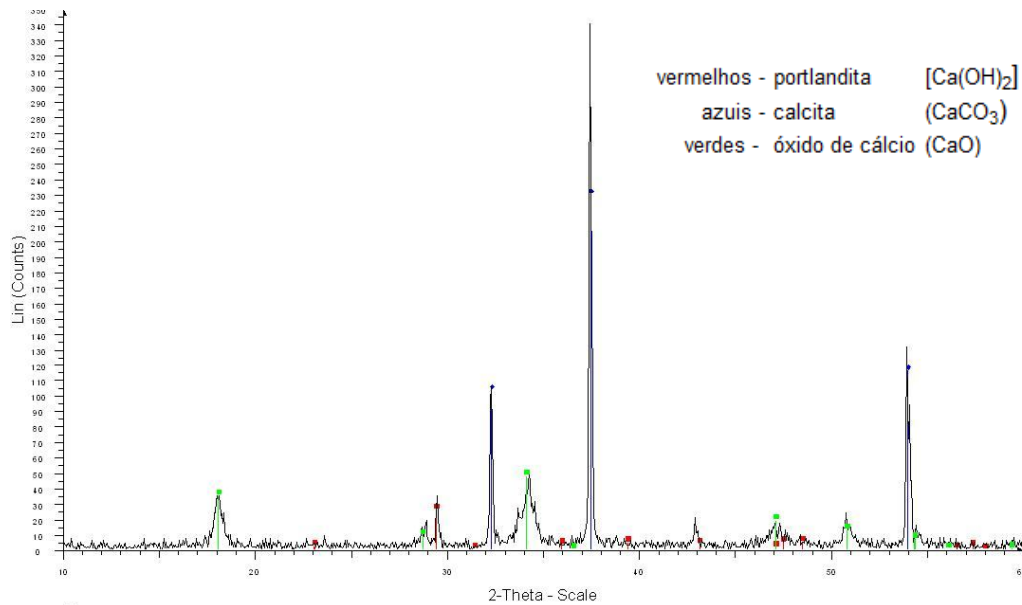


Figura 3.11 - Espectro de XRD da CV.

O ensaio de *DTA* e *TGA* mostrados na Figura 3.12 exibe apenas 3 picos significativos, sendo eles: o da água até 100°C ; o da decomposição de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a 437°C ; e o último resultante da decomposição do CaCO_3 a 700°C . A composição, calculada pela estequiometria foi: 90,77% de $\text{CaO} + \text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{CaCO}_3$; 8,04% de dolomita [$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$]; 0,28% de hematita (Fe_2O_3); 0,91% de quartzo (SiO_2). A perda ao fogo entre as temperaturas 105°C a 1000°C e de 26,35%.

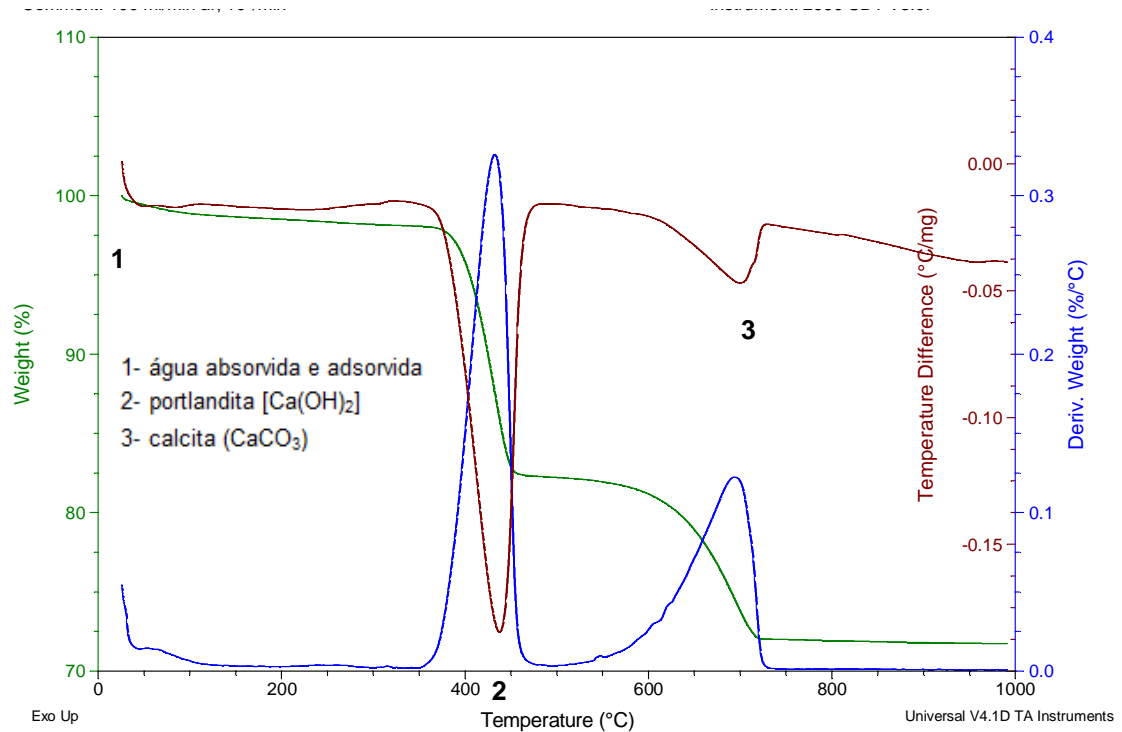


Figura 3.12 - DTA e TG da CV.

Como no caso da CH, a existência de CaCO_3 mostra a ocorrência de carbonatação, comprometendo a capacidade de reação do material e a resistência mecânica final da argamassa. Já a presença de Ca(OH)_2 mostra que houve absorção de umidade da atmosfera, hidratando parte da CV. Como o material resultante é um ativador mais fraco e, portanto, menos eficiente que o CaO , isso poderá comprometer o resultado final, que pode ser melhorado caso esta hidratação seja evitada.

3.2.3 - Metacaulim (MC)

O metacaulim (MC) foi fornecido pela empresa *Metacaulim do Brasil*.
massa específica é igual a $2,56 \text{ g/cm}^3$ e umidade igual a 0,8%.

O ensaio de granulometria (Figura 3.13) demonstra uma boa distribuição granulométrica, o que gera um melhor empacotamento dos grãos e uma boa plasticidade da argamassa fresca. A distribuição granulométrica do MC também atende as exigências físicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992) (Tabela 3.3): o material retido na peneira 45 μm não pode ser maior do que 34% do seu total, sendo com este diâmetro apenas 22,6% apresenta-se retido, aumentando, assim, a potencialidade de reação da pozolana.

Os ensaios de índice de atividade pozolânica com a cal e com o cimento Portland (Tabela 3.3) confirmaram o bom desempenho do MC como pozolana de alta reatividade. O índice de atividade com cimento Portland igual a 133% e o índice de atividade pozolânica com a cal igual a 6,5 MPa superam as exigências da norma: de 75% com o cimento Portland e 6,0 MPa com a cal.

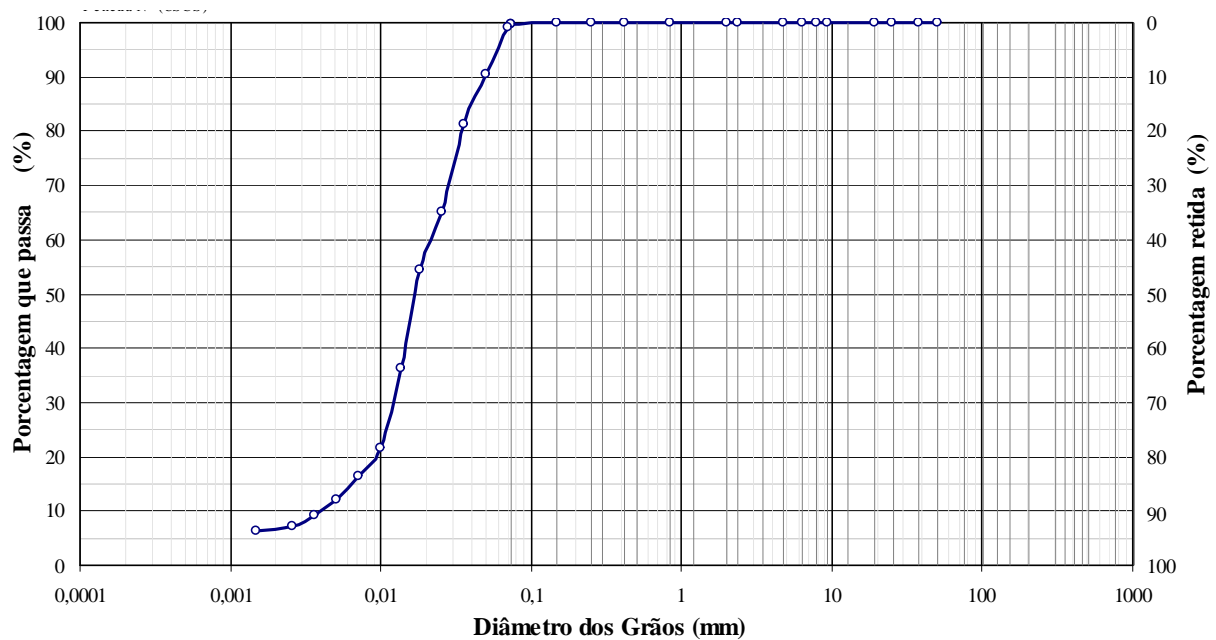


Figura 3.13 - Distribuição granulométrica do MC.

Tabela 3.3 - Resultados físicos do MC (NBR 12653, 1992).

Pozolanas	Metacaulim
Material retido na peneira 45 μm (%)	22,6
IAP* com a cal (MPa)	6,5
IAP* com o cimento Portland (%)	133
Água requerida (%)	90

*IAP = índice de atividade pozolânica.

O ensaio de *EDX* (Tabela 3.4) comprovou o potencial pozolânico do MC, atendendo às exigências químicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992) (Tabela 3.5): $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 = 95,7\% > 70\%$, $\text{SO}_3 = 1,57 < 4\%$ e álcalis disponíveis em $\text{Na}_2\text{O} = 0 < 1,5$.

Tabela 3.4 - Análise química por *EDX* do MC.

SiO_2	48,14%
Al_2O_3	45,38%
Fe_2O_3	2,17%
SO_3	1,57%
TiO_2	1,37%
K_2O	1,28%
V_2O_5	0,06%
ZrO_2	0,02%
SrO	0,02%

Tabela 3.5 - Resultados químicos do MC (NBR 12653, 1992).

Requisitos	Metacaulim
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ (%)	95,7
SO_3 (%)	1,57
Teor de umidade (%)	0,8
Perda ao fogo (%)	3,35
Álcalis disponíveis em Na_2O (%)	0

Através do ensaio de *XRD* (Figura 3.14) foi possível visualizar seus componentes cristalinos: as linhas vermelhas presentes representam a caulinita $[Al_2SiO_2O_5(OH)_4]$; as azuis o quartzo (SiO_2); as verdes muscovita $[KA_2Si_3O_5(OH)_4]$; as laranjas representam o anatásio (TiO_2); e por ultimo as linhas cinza a illita $\{(K,H_3O)(Al,Mg,Fé)_2(Si, Al)_4O_{10}[(OH)_2,(H_2O)]\}$. A presença da caulinita mostra que parte do material reagente encontra-se em estado cristalino. Isso altera a relação CaO/SiO_2 , mostrando que a calcinação do metacaulim comercial foi ineficiente.

A presença de picos de baixa intensidade, embora defina que haja conteúdo cristalino, reforça a idéia de que a maior parte do material está em estado amorfo. Com isso verifica-se um baixo grau de cristalinidade do MC confirmando novamente a boa reatividade deste.

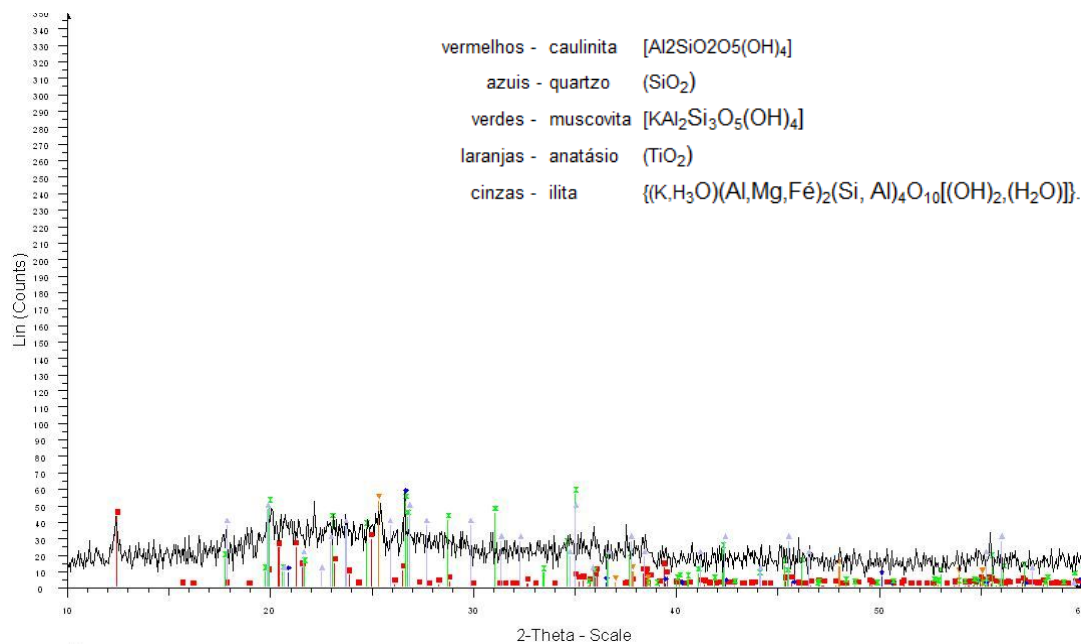


Figura 3.14 - Espectro de *XRD* do MC.

O ensaio de *DTA* e *TGA* do MC seguiu os mesmos procedimentos e equipamento dos demais. Os picos mostrados na Figura 3.15 mostram o seguinte: o primeiro pico representa a perda de água absorvida e adsorvida; o segundo a 340°C a decomposição da gipsita [CaSO₄·2(H₂O)]; o terceiro em 482°C representa a transição vítrea na qual a caulinita é convertida em metacaulinita; e o quarto (980°C) indica a recristalização do metacaulim. Composição, calculada pela estequiometria: 87,51% de caulinita e metacaulinita; 9,57% de muscovita e ilita; 1,71% hematita; 1,21% de anatásio; e 4,72% de quartzo. A perda ao fogo entre as temperaturas 105 a 1000°C e de 3,35%.

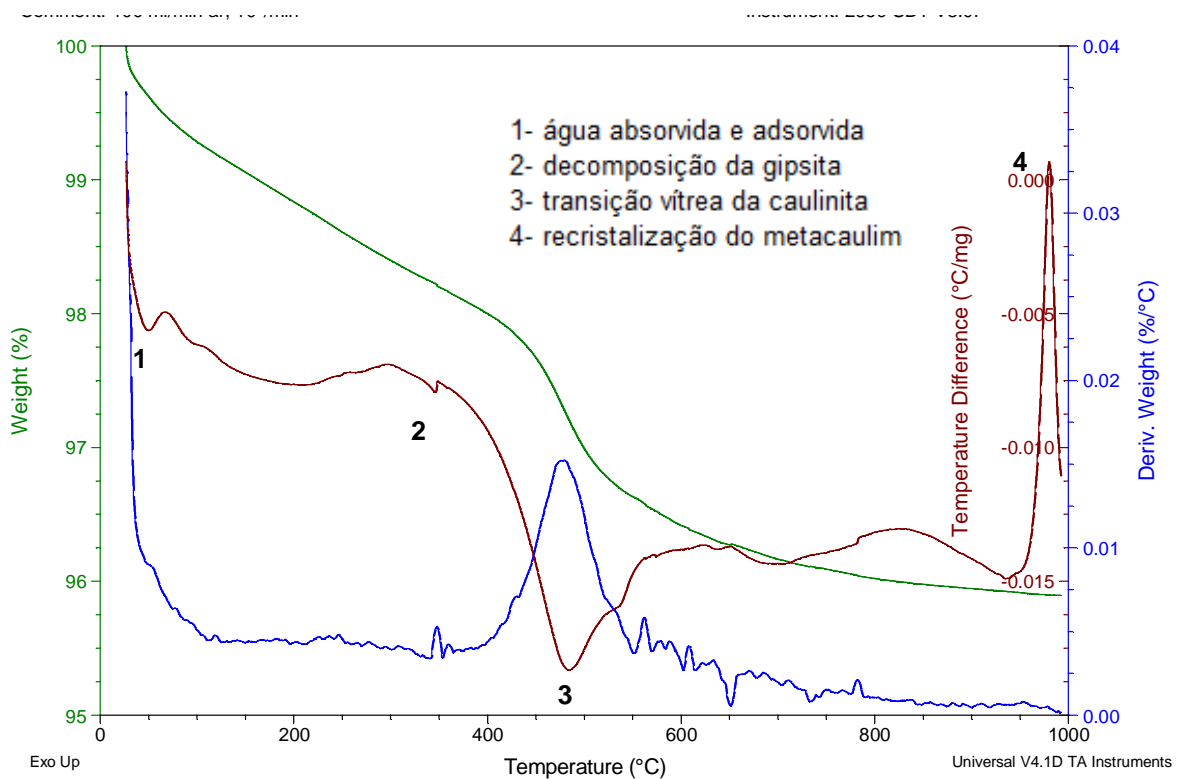


Figura 3.15 - DTA e TG do MC.

3.2.4 - Resíduo de tijolo moído (RTM)

O resíduo de tijolo foi fornecido por diferentes cerâmicas do município de Campos dos Goytacazes-RJ. Foram coletados, aleatoriamente, resíduos em cinco empresas, de forma a obter matéria-prima em grande quantidade e heterogeneidade.

O resíduo de tijolo foi misturado, britado em pedaços menores, misturados novamente e, finalmente, moídos em um moinho de bolas durante quatro tempos: 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 horas. A distribuição granulométrica para os quatro tempos pode ser vista na Figura 3.13 e a análise química por *EDX* na Tabela 3.6. O índice de atividade pozolânica com a cal e com o cimento Portland, para os quatro tempos de moagem, é mostrado na Tabela 3.7.

O ensaio de granulometria mostrou que (Figura 3.16), após o resíduo de tijolo ser moído pelo tempo de 1,0h, a variação granulométrica foi pequena com relação às amostras moídas com tempos de 1,5h e 2,0h. Isso mostra a inviabilidade econômica de sua moagem por tempo superior à 1h. A curva granulométrica do tijolo moído por 1,0h atende às exigências físicas da pozolana (NBR 12653, 1992), tendo 20,5% de seu total retido na peneira de diâmetro igual a 45 μm . O que já não ocorreu com o tijolo moído por 0,5h, que teve 36% do seu total retido, não atendendo, assim, ao limite máximo de 34% especificado pela norma.

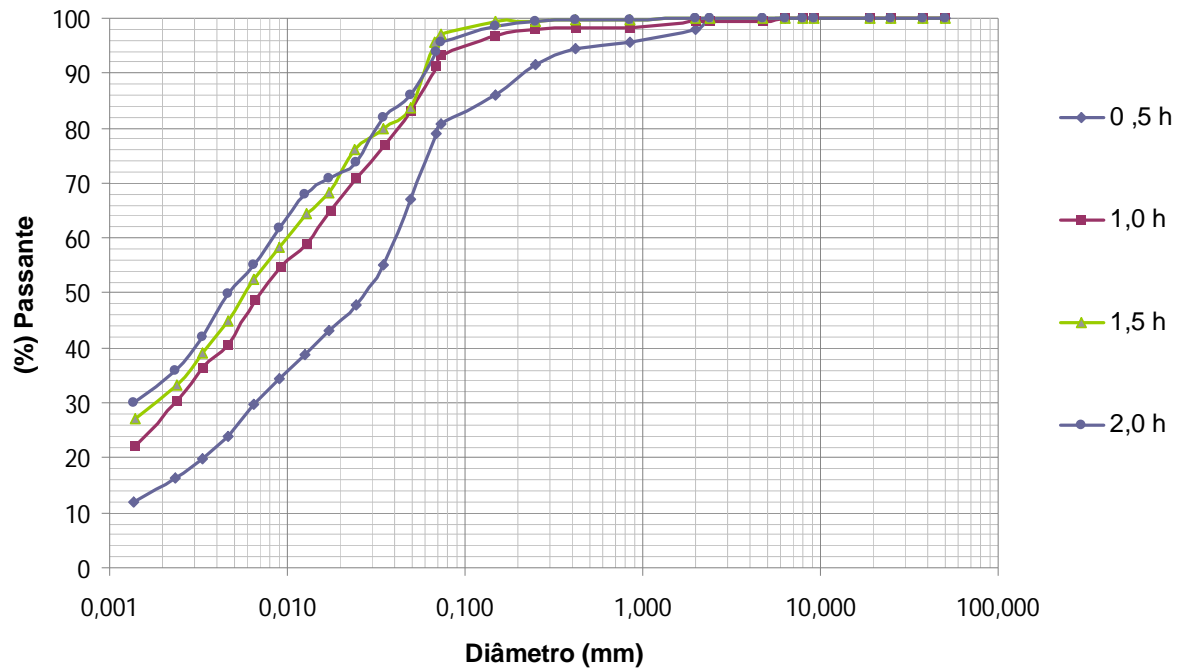


Figura 3.16 - Distribuições granulométricas do RTM durante 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 horas.

A análise química do RTM atendeu às exigências químicas da norma (NBR 12653, 1992). Demonstrou também um baixo grau de impurezas.

Tabela 3.6 - Análise química por EDX do RTM.

EDX - resíduo de tijolo moído	
SiO ₂	44,22%
Al ₂ O ₃	37,80%
Fe ₂ O ₃	11,13%
K ₂ O	2,45%
TiO ₂	1,92%
SO ₃	1,75%
CaO	0,45%
MnO	0,13%
V ₂ O ₅	0,13%
ZrO ₂	0,03%
ZnO	0,03%

Os ensaios de índice de atividade pozolânica com a cal e com o cimento Portland mostraram uma baixa atividade pozolânica, sendo que nenhuma das amostras moídas (0,5h, 1,0h, 1,5h, e 2,0h) atenderam aos requisitos da norma: de 6,0 MPa para o índice de atividade pozolânica com a cal e 75% para o índice de atividade pozolânica com o cimento Portland. Verificou-se também que a variação do índice de atividade pozolânica entre os tempos de moagem não é muito significativa, demonstrando que o aumento da finura não estava potencializando o poder de reação pozolânica das amostras.

Tabela 3.7 - Índice de atividade pozolânica do RTM com a cal e com o cimento Portland.

Tempo de moagem	0,5 h	1,0 h	1,5 h	2,0 h
IAP* com cimento Portland (%)	45,61	46,15	47,51	49,76
IAP* com a cal (MPa)	1,54	1,55	1,60	1,90

*IAP = índice de atividade pozolânica.

Com base nos resultados dos ensaios de distribuição granulométrica, de índice de atividade pozolânica e, ainda, visando atender química e fisicamente as propriedades exigidas para materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992), optou-se pelo resíduo de tijolo moído durante 1,0 hora. As Tabelas 3.8 e 3.9 mostram as propriedades químicas e físicas do resíduo de tijolo moído durante 1,0h, cuja massa específica foi igual a 2,72 g/cm³ e umidade igual a 2,9%. O RTM não atendeu as propriedades físicas na norma NBR 12653 (1992), nos ensaios de índice de atividade pozolânica com a cal (1,6 MPa < 6,0 MPa) e índice de atividade pozolânica com o cimento Portland (46% < 75%).

Tabela 3.8 - Propriedades químicas do RTM (NBR 12653, 1992).

Requisitos	Resíduo de tijolo moído
SiO ₂ + Al ₂ O + Fe ₂ O ₃ (%)	93,14
SO ₃ (%)	1,75
Teor de umidade (%)	2,9
Perda ou fogo (%)	5,3
Álcalis disponíveis em Na ₂ O (%)	0

Tabela 3.9 - Propriedades físicas do RTM (NBR 12653, 1992).

Pozolanas	Resíduo de tijolo moído
Material retido na peneira 45 µm (%)	20,48
IAP* com a cal (MPa)	1,6
IAP* com o cimento Portland (%)	46
Água requerida (%)	90

*IAP = índice de atividade pozolânica.

A análise de *XRD* (Figura 3.17) comprovou a baixa reatividade pozolânica do RTM. O espectrograma mostra: picos cristalinos intensos de caulinita (em vermelho); picos verdes de muscovita também são elevados; picos azuis que representam o quartzo; e o laranja o anatásio. A elevada presença de fornece a mais importante informação, pois se uma parcela tão elevada do principal material pozolânico se encontra inapto para reação, logo, deduz-se a baixa reatividade pozolânica do RTM.

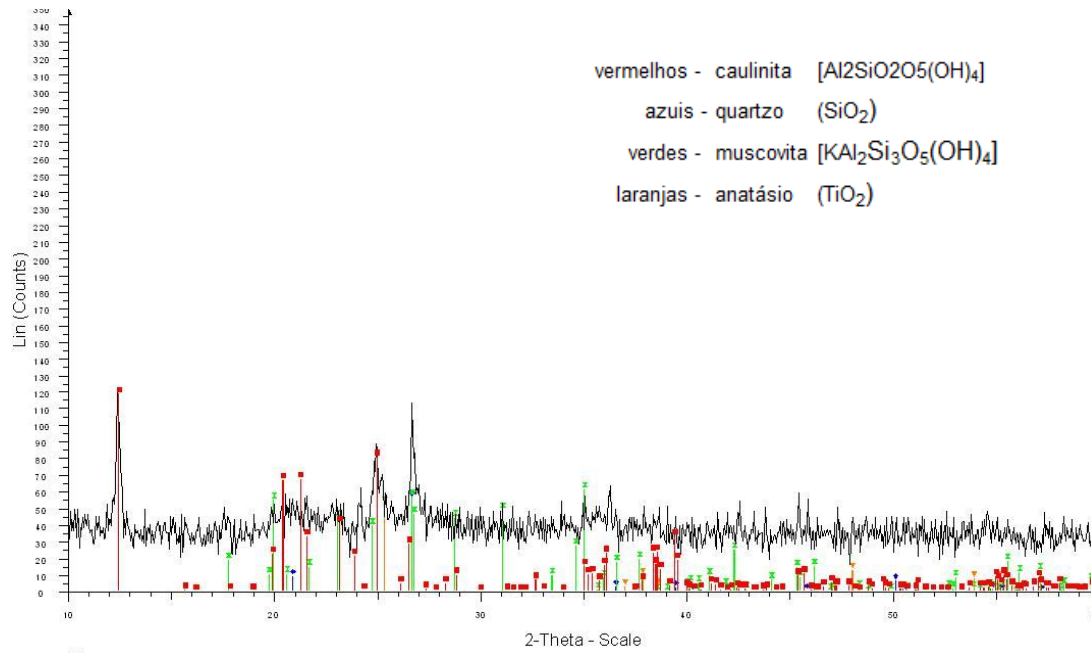


Figura 3.17 - Espectro de *XRD* do RTM durante 1,0 hora.

O ensaio de *DTA* e *TGA* (Figura 3.18) foi realizado seguindo a mesma seqüência o mesmo equipamento dos demais ensaios de *DTA* e *TGA*. Os resultados obtidos revelam: o primeiro pico (100°C) perda da água absorvida de adsorvida; segundo pico (335°C) rearranjo estrutural da mica muscovita; terceiro pico (490°C) transição vítrea da caulinite em metacaulinita; quarto pico (575°C) a transformação do quartzo α em β ; e por ultimo (955°C) a recristalização da metacaulinita. Composição, calculada pela estequiometria: 69,98% de caulinite e metacaulinita; 19,28% de muscovita; 8,21% hematita; 1,79% de anatásio; 0,79% calcita; e 0,30% de quartzo. A perda ao fogo entre as temperaturas 105 a 1000°C é de 5,3%.

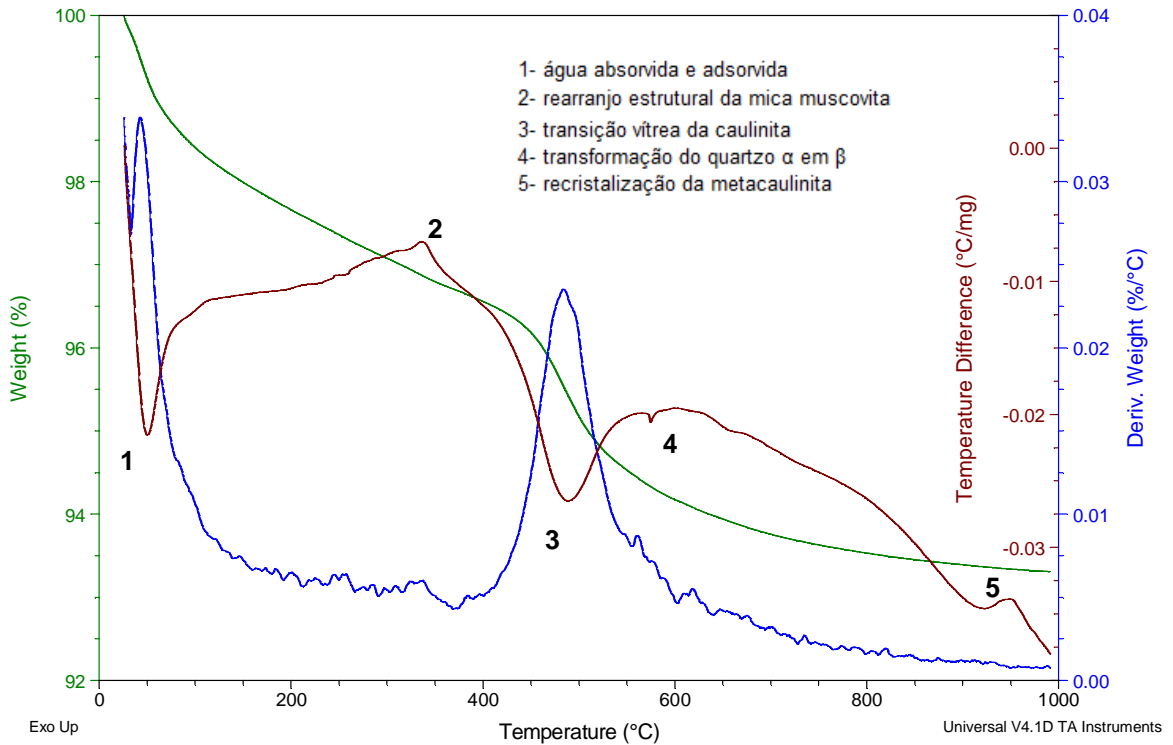


Figura 3.18 - DTA e TG do RTM.

Comparativamente, há pontos fortes para ambas as pozolanas. O RTM tem uma melhor finura, o que é vantajoso, pois facilita a reação e a trabalhabilidade. Porém, um parâmetro fundamental favorece o MC: o grau de cristalinidade se mostrou menor que o do RTM, o que o faz significativamente mais reativo. Como pode ser visto nos ensaios de índice de atividade pozolânica com a cal e com o cimento portland.

3.2.5 - Agregado miúdo

Foi utilizada areia do rio Paraíba do Sul, por sua fácil obtenção no mercado da região. Sua massa específica teórica era de $2,62 \text{ g/cm}^3$ (NBR 6508/1984) e

massa específica aparente igual a 1,40 g/cm³. Já sua distribuição granulométrica é mostrada na Tabela 3.10.

Tabela 3.10 - Distribuição granulométrica da areia.

Número da peneira (ABNT)	Percentual retido acumulado (%)
# 8	1
# 16	13
# 30	58
# 50	92
# 100	98
# 200	100

3.2.6 - Água

A água utilizada na confecção das argamassas foi proveniente da rede de abastecimento do município de Campos dos Goytacazes-RJ.

4 - Resultados e discussões

4.1 - Dosagem I

A partir das análises dos resultados obtidos nos ensaios de *EDX*, *XRD*, *TGA*, *DTA* e massa específica das amostras de cada material, foi formada uma planilha nos moldes de PAN *et al.* (2002) que analisaram os resultados para as relações CaO/SiO_2 entre 0,8 e 1,2 a fim de determinar os traços ótimos de cada argamassa.

As Tabelas 4.1 e 4.2 demonstram a porcentagem em massa de cada componente para as razões molares de CaO/SiO_2 (variando entre 1,0 a 2,0 em intervalos de 0,25) utilizadas em cada traço.

Tabela 4.1 - Porcentagem em massa da CV/RTM e CH/RTM.

CaO/SiO₂	CV/RTM (% em massa)		CH/RTM (% em massa)	
	1,00	30,97	69,03	29,92
1,25	35,93	64,07	34,79	65,21
1,50	40,22	59,78	39,03	60,97
1,75	43,98	56,02	42,76	57,24
2,00	47,29	52,71	46,05	53,95

Tabela 4.2 - Porcentagem em massa da CV/MC e CH/MC.

CaO/SiO₂	CV/MC (% em massa)		CH/MC (% em massa)	
	0,50	19,63	80,37	-
0,75	26,81	73,19	-	-
1,00	32,81	67,19	32,81	67,19
1,25	37,91	62,09	37,91	62,09
1,50	42,28	57,72	42,28	57,72
1,75	46,08	53,92	46,08	53,92
2,00	49,41	50,59	49,41	50,59

A fim de simplificar e tornar mais objetivos os cálculos, foi considerado como valor teórico que na relação CaO/SiO_2 toda a sílica presente no sistema estaria amorfa e, portanto, todo Si e Ca inseridos no sistema iriam reagir. Mas, na pratica isso não acontece pois, inevitavelmente, sempre houve uma porcentagem dessa sílica na forma cristalina, e que portanto não reage. Como foi visto nos ensaios de *XRD* e *DTA* do MC e do RTM.

Vê-se, portanto, que os números registrados são valores teóricos, válidos como estimativa e guia, porém na análise deve-se levar em consideração uma margem de erro, que varia de material para material. Em matérias-primas com alto índice de amorfismo, como o MC, a chance dos valores reais se aproximarem dos teóricos é substancialmente maior devido à reduzida margem de erro, enquanto que num material com alto índice de cristalinidade, como o RTM, os valores serão menos confiáveis.

Para se determinar quais os traços ótimos de cada argamassa foram utilizados como parâmetros os ensaios de resistência à compressão e análise visual .

4.2 - Consistência-padrão

O ensaio de consistência mostrou que não houve grande variação na quantidade de água necessária, para obtenção da consistência-padrão das argamassas. A única observação digna de nota foi que com o aumento da quantidade de cal na mistura houve um pequeno decréscimo na quantidade necessária de água para atender ao índice de consistência-padrão. Com o uso da cal virgem (CV), que possui grãos muito finos, a plasticidade do material aumenta exigindo menos água para obtenção da consistência desejada. No caso da cal hidratada (CH) também há redução

do volume de água pelo mesmo motivo e, ainda, um adicional. Como já contém água em sua composição, a CH acaba demandando menos líquido para atingir o valor de consistência-padrão, as Tabelas 4.3 e 4.4 mostram a relação de água necessária para obtenção do índice de consistência padrão para cada um dos traços estudados.

Todos os traços atenderam as exigências físicas dos materiais pozolânicos (NBR 12653, 1992) sendo a água requerida máxima, em todos os casos, menor que 110% .

À medida que há um aumento da relação CaO/SiO_2 há uma diminuição do consumo de água. Isso ocorre devido ao aumento de cal pois, sendo este mais fino gera uma melhor plasticidade na argamassa.

Tabela 4.3 - Traço da argamassa de RTM com consistência-padrão.

CaO/SiO₂	CV/RTM	CH/RTM
1,00	1:3:0,89	1:3:0,85
1,25	1:3:0,89	1:3:0,85
1,50	1:3:0,84	1:3:0,81
1,75	1:3:0,84	1:3:0,81
2,00	1:3:0,84	1:3:0,81

Tabela 4.4 - Traço da argamassa de MC com consistência-padrão.

CaO/SiO₂	CV/MC	CH/MC
0,50	1:3:0,91	-
0,75	1:3:0,91	-
1,00	1:3:0,90	1:3:0,80
1,25	1:3:0,90	1:3:0,80
1,50	1:3:0,90	1:3:0,80
1,75	1:3:0,90	1:3:0,78
2,00	1:3:0,90	1:3:0,78

4.3 - Análise visual

A análise visual foi realizada com o objetivo de determinar a existência ou não de eflorescências do material. Em nenhum dos corpos-de-prova estudados ocorreu eflorescência de reagentes. Como pode ser visualizado nas Figuras 4.1 a 4.4. Isto demonstra acerto na dosagem na faixa deste estudo, o que evitou uma discrepância nos resultados ou ensaios com erros crassos.



Figura 4.1 - CV/RTM.



Figura 4.2 - CH/RTM.



Figura 4.3 - CV/MC.



Figura 4.4 - CH/MC.

4.4 - Resistência à compressão axial

O ensaio de resistência à compressão axial foi o mais importante de todos os ensaios executados. Não havendo nenhum reporte desanimador na análise visual, os ensaios de resistência à compressão axial serviram para delimitar quais dos traços obtiveram melhor resultado mecânico. Os resultados do ensaio de resistência à compressão axial detalhado, pode ser visto nas Tabelas 7.1 a 7.4 no anexo.

Dos resultados obtidos pelos traços de CV/RTM (Figuras 4.5 e 4.6), variando a sua relação CaO/SiO_2 de 1,0 a 2,0, a cada 0,25, foi possível notar um pequeno desvio-padrão entre os corpos-de-prova, o que demonstra a regularidade da argamassa, ou seja, a elevada confiabilidade da mesma.

Houve um crescimento gradual de resistência ao longo das primeiras idades, mas pouca resistência foi alcançada até os 14 dias de cura nas amostras com CaO/SiO_2 iguais a 1,0; 1,25 e 1,50. Após este período houve um aumento mais intenso das resistências destas amostras. Outra observação a fazer é que somente nas amostras com relação de 1,75 e 2,0 houve diferença significativa de resistência entre as idades de 7 e 14 dias. Porém, posteriormente à reação delas foi menos intensa. Isso provavelmente ocorreu já que numa maior relação de cálcio e sílica o cálcio reage mais rapidamente com a sílica disponível e, após ter consumido a maior parte do material amorfo, não há mais material disponível para a reação.

É importante observar ainda que, dentro da regularidade do material, houve um aumento de crescimento das resistências finais (aos 28 dias), que foi proporcional em todas as idades, exceto a diferença entre os 7 e 14 dias das amostras de relação 1,75 e 2,0. O maior valor de resistência é atingido na relação de 1,50. Logo, conclui-se que o traço ideal ocorre para esta relação ou próximo dela.

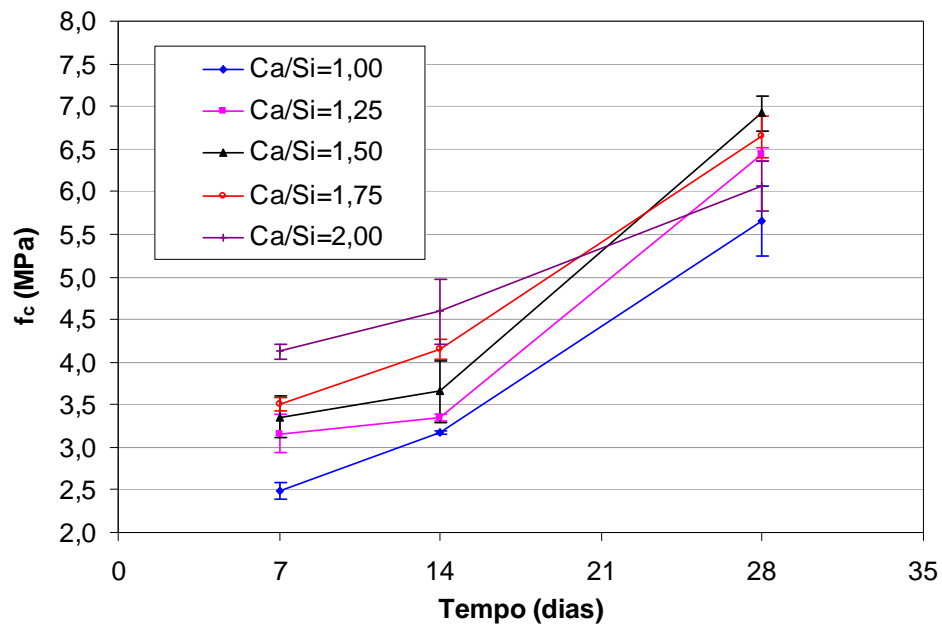


Figura 4.5 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/RTM.

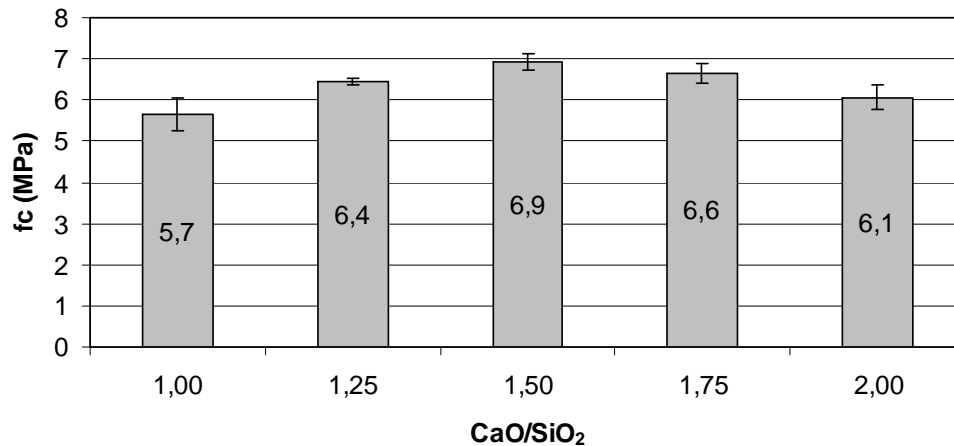


Figura 4.6 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/RTM com 28 dias de idade.

Nos resultados obtidos pelos traços de CH/RTM, variando a sua relação CaO/SiO_2 de 1,0 a 2,0, a cada 0,25, foram obtidos traços bastante regulares. O resultados estão nos gráficos das Figuras 4.7 e 4.8.

Tanto o desvio-padrão entre os diferentes corpos-de-prova de cada argamassa como as diferenças de resistência entre cada relação CaO/SiO_2 foram muito pequenos. Até mesmo a evolução entre as diferentes idades foi lenta e gradual, ocorrendo de forma linear para todas as argamassas .

O dado interessante neste caso foi a confirmação de que a reação com CH é lenta e o ativador permanece agindo por longos períodos de tempo. Também foi apurado que existe a necessidade de uma grande proporção de CH para ativar o RTM. Formou-se um gráfico (Figura 4.8) em que quanto mais CH era adicionada à mistura maior a resistência obtida. Mas, em todos os casos a resistência obtida foi muito baixa. Como o objetivo do projeto era o aproveitamento do resíduo, uma proporção maior de

cal iria de encontro aos princípios do estudo, pois se estaria utilizando uma quantidade de ativador muito maior que a de resíduo.

As baixas resistências obtidas pela CV/RTM e CH/RTM ocorreram devido ao elevado grau de cristalinidade do RTM, conforme notado na análise das matérias-primas. Num comparativo das argamassas de RTM com CV e com a CH, como também era esperado, a CV superou a CH como ativador e sua mistura atingiu maiores resistências aos 28 dias.

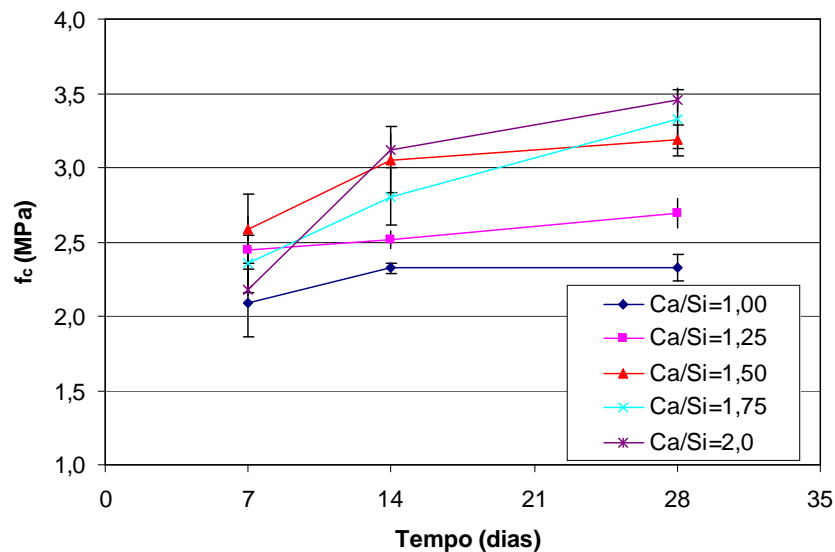


Figura 4.7 - Resistência à compressão axial das argamassas de CH/RTM.

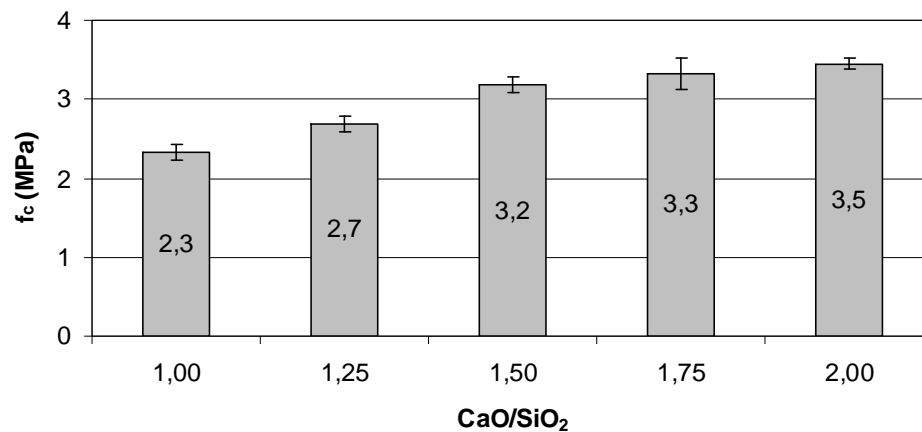


Figura 4.8 - Resistência à compressão axial das argamassas de CH/RTM aos 28 dias de idade.

Nos resultados obtidos pelos traços de CV/MC, variando a sua relação CaO/SiO_2 de 1,0 a 2,0, a cada 0,25, foram obtidos traços bastante peculiares (Figuras 4.9 e 4.10). Foi obtida uma resistência maior no traço com CaO/SiO_2 igual a 1,0 dando a entender que para uma relação com menos cálcio seria possível obter resultados melhores. Para apurar esta hipótese foram criados mais dois traços com CaO/SiO_2 igual a 0,50 e 0,75, sendo o melhor índice de resistência dentre todos foi o da relação de 0,75. Na curva obtida a resistência diminuiu para a relação de 0,50.

Das seis amostras pesquisadas, em todas houve um comportamento semelhante com um aumento das resistências nas idades de 7 a 14 dias, e depois pequenas alterações. Isso confirma a hipótese de que a CV é um ativador eficiente e que, após reagir intensamente num período curto de tempo, sua atividade tende a diminuir.

Outra hipótese foi confirmada por PAN *et al.*(2002) ao estudar a ativação de resíduos de argila vermelha alcalina com CH na proporção de 0,8 até 1,2. Os melhores resultados de resistência obtidos por estes pesquisadores foram com a proporção de 0,8. Os resultados de 0,8 de Pan *et al.* e 0,75 deste estudo reforçam a idéia de que a ativação ideal de uma pozolana ocorre com uma relação CaO/SiO_2 próxima destes valores. Isso também contribui para a intenção do estudo de se utilizar um ativador barato para pozolanas, pois a redução da quantidade de cal torna o produto mais econômico.

Outra confirmação importante foi bom desempenho do MC. A diferença significativa de resistência final do seu traço ótimo em relação aos resultados do RTM prova a sua diferença qualitativa como pozolana.

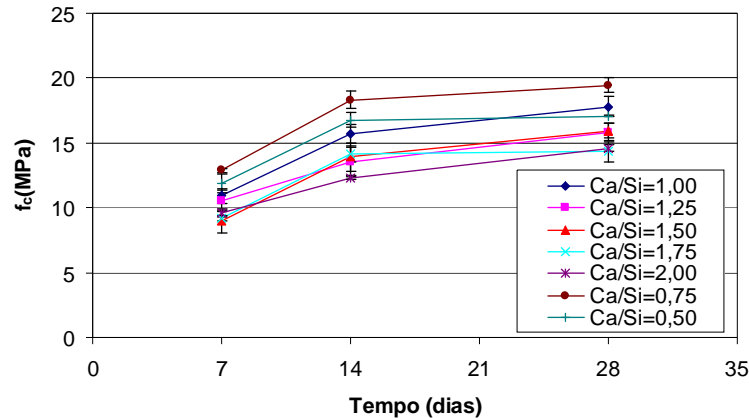


Figura 4.9 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/MC.

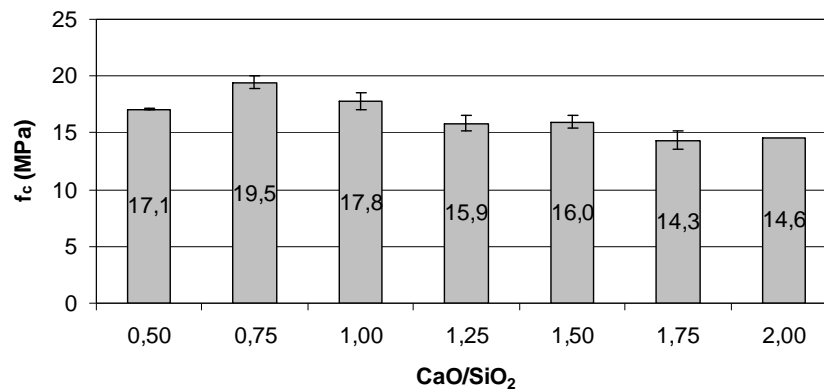


Figura 4.10 - Resistência à compressão axial das argamassas de CV/MC aos 28 dias de idade.

Os resultados obtidos para os traços de CH/MC, variando a sua relação CaO/SiO_2 de 1,0 a 2,0, a cada 0,25, foram bastante regulares (Figura 4.11 e 4.12).

Como nos resultados de CH/RTM, as resistências foram bem próximas entre si, formando uma curva de evolução com seu máximo no traço de 1,5. Esta curva deixa bem claro qual a relação ideal de CaO e SiO_2 para as diferentes idades avaliadas.

A regularidade da reação e sua intensificação após 14 dias também confirmam a idéia de que a CH é um ativador lento, enquanto que o MC, devido à

grande quantidade de sílica amorfa, depende muito do ativador para aproveitar todo este potencial.

O comparativo entre as ativações com CH do MC e do RTM mostra as características da CH e uma grande vantagem do MC, que obteve maiores resistências nas idades finais para todas as proporções de CaO/SiO_2 . Num comparativo do RTM com o MC e da CV com a CH fica claro que a CV é um ativador mais potente tendo reduzido seu potencial com o RTM e levando ao máximo o potencial do MC, enquanto que a CH é um ativador mais lento e não aproveitando ao máximo nem mesmo o potencial do MC, muito menos do RTM. Em resumo: todas as resistências das argamassas ativadas com CV foram superiores as da CH e em todos os casos os resultados foram obtidos com uma menor proporção de CV na mistura, e todas as resistências do MC foram superiores as do RTM.

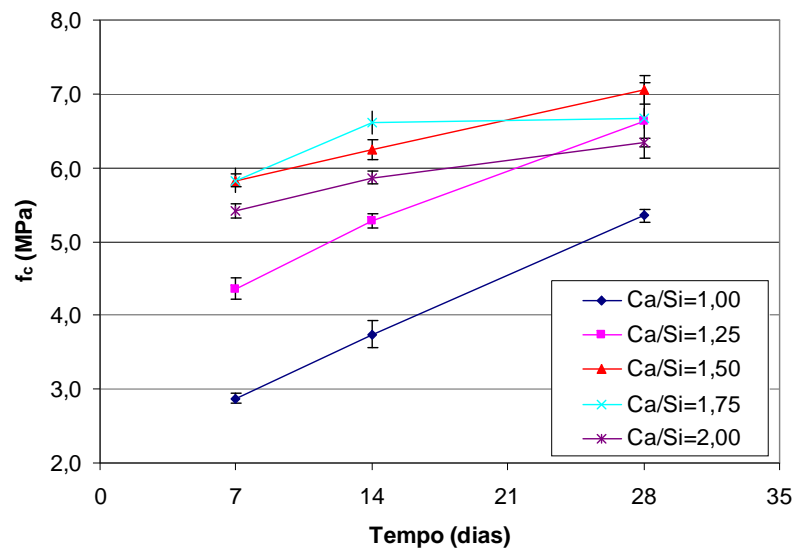


Figura 4.11 - Gráfico de resistência a compressão das argamassas de CH/MC.

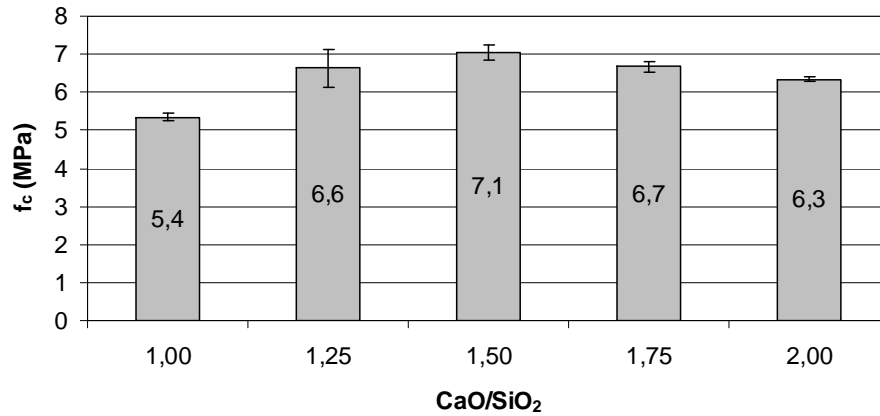


Figura 4.12 - Gráfico de resistência a compressão das argamassas de CH/MC aos 28 dias de idade.

A Figura 4.13 mostra as proporções entre CaO e SiO₂ que conferiram as resistências à compressão mais elevadas. Estas argamassas foram, portanto, estudadas de maneira mais minuciosa através dos ensaios de DTA, TGA, XRD e pH.

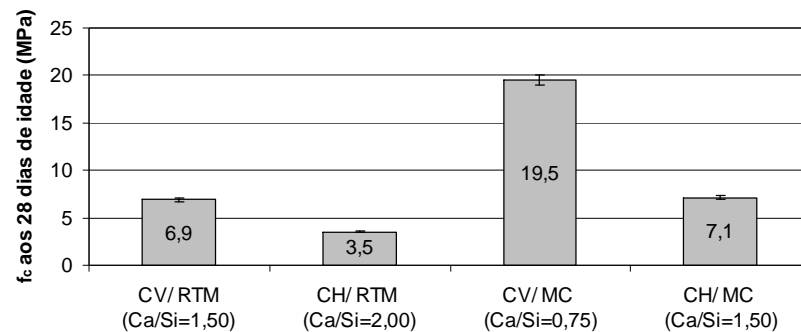


Figura 4.13 - Resistência à compressão axial das argamassas CV/RTM, CH/RTM, CV/MC e CH/MC aos 28 dias de idade.

4.5 - Cura úmida

A fim de determinar os ganhos de resistência, sem que houvesse perda de água para o meio, foram realizados os ensaios de cura úmida para os 4 traços ótimos. A Figura 4.14 mostra que não são relevantes os acréscimos de resistência ,em cura úmida, para os traços de CV/RTM, CV/MC e CH/MC. Apenas a argamassa de CH/RTM apresenta uma grande variação de resistência em relação à cura ao ar. Isto ocorre pois, como o RTM é pouco reativo e a CH é um ativador fraco, a perda de água para o meio reduz a capacidade da CH de prosseguir reagindo por um período mais longo.

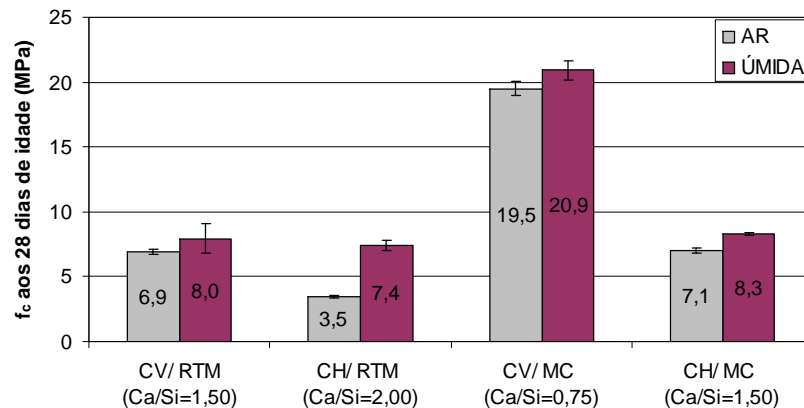


Figura 4.14 - Gráfico de resistência à compressão das argamassas CV/RTM, CH/RTM, CV/MC e CH/MC aos 28 dias de idade comparando a cura ao ar e úmida.

4.6- Ensaio de leitura do pH e da temperatura das soluções ativadoras

O ensaio de leitura do pH e da maior temperatura obtidos no ensaio estão na Tabela 4.5, o ensaio mostra que a escolha de se realizar a mistura da massa com a areia é necessária para amenizar os efeitos da forte reação especialmente nos traços com CV que atingiram temperaturas bastante elevadas. Então, torna-se necessária à

mistura da areia com o ativador e a pozolana antes da adição de água a fim de reduzir a temperatura de reação.

Nas reações sem areia (SA) foram registradas temperaturas muito elevadas como a do CV/RTM que atingiu 110°C. Nos ensaios com areia (CA) todas as temperaturas de reação baixaram significativamente, tornando o manuseio mais seguro.

Tabela 4.5 - pH e temperatura dos ativados em solução.

Aglomerante	pH	Temp. (°C) SA	Temp. (°C) CA
CV/RTM	14	110	68
CH/RTM	13	29	33
CV/MC	14	90	48
CH/ MC	13	28	28

A ultima observação é que em todos os casos o ápice da reação se deu entre os tempos de 20 a 90 minutos, isto influencia diretamente a trabalhabilidade das argamassas.

4.7 - Ensaio de XRD

Os ensaios de XRD de todas as amostras demonstraram os resultados apresentados a seguir.

O ensaio da CV/RTM (Figura 4.15) teve picos identificados como calcita (azul), caulinita (vermelho), anatásio (laranja), ilita (cinza) e Portlandita (violeta). Estes picos comprovam alguns dados importantes. A presença de carbonato de cálcio comprova a carbonatação pré-existente na CV enquanto que a presença de caulinita confirma a cristalinidade excessiva do RTM, ambas verificadas anteriormente na

caracterização de matérias-primas. Os dois fatores contribuíram negativamente para a resistência final da argamassa visto que ambos reduzem a quantidade de reagente nos dois lados da relação CaO/SiO_2 . Além disso, ainda existe a presença de Portlandita, mostrando que após este desequilíbrio na proporção CaO/SiO_2 , não é a ideal. Baseado nisso, mesmo a relação entre CV/RTM de 1,5 tendo apresentado o melhor resultado no ensaio de resistência à compressão, há a possibilidade de ser aprimorado.

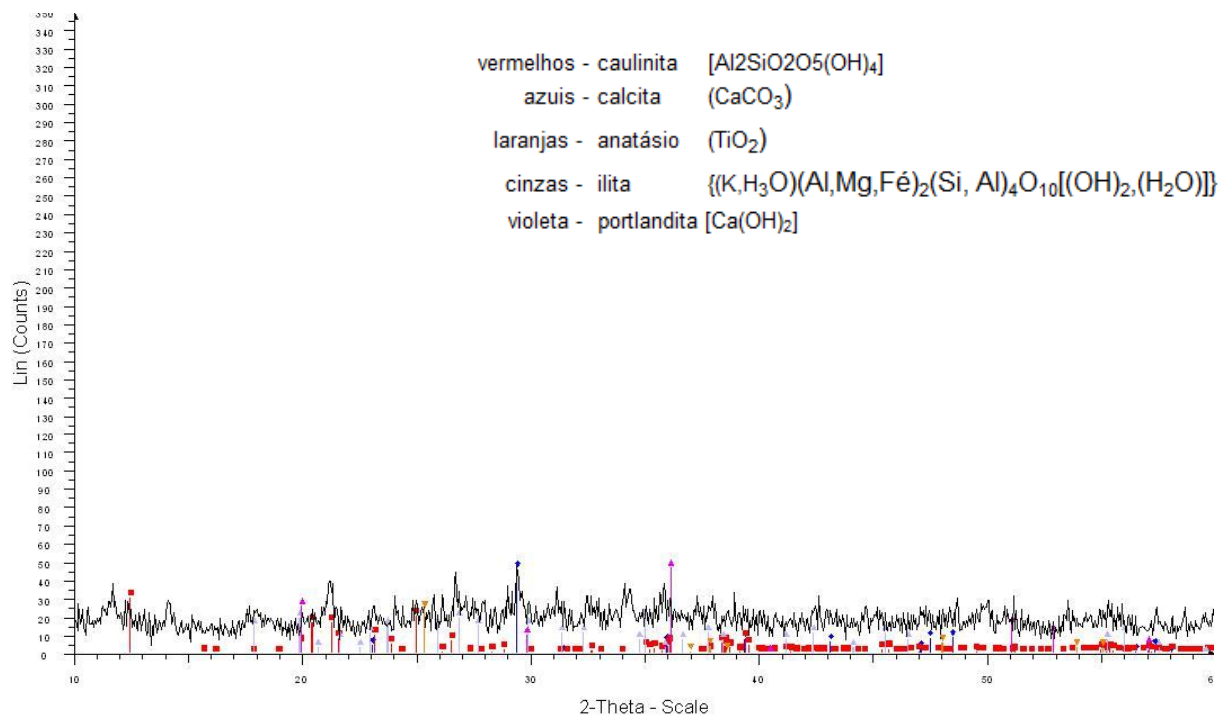


Figura 4.15 - XRD CV/RTM.

O ensaio de XRD da argamassa de CH/RTM (ver Figura 4.16) mostrou os seguintes picos: quartzo (vermelha), calcita (azul), caulinita (laranja), anatásio (marrom) e aluminato de cálcio hidratado (verde).

A presença de quartzo e caulinita já vistos anteriormente na composição do RTM demonstram excesso de cristalinidade, como visto na análise desta matéria-

prima. Já a presença de calcita repetidamente comprova a carbonatação previa da CH. Porém desta vez há um fato interessante. Embora sejam reforçadas as limitações esperadas dos materiais (cristalinidade do RTM e baixa capacidade de ativação da CH), neste exemplo não há resíduo de Portlandita, o que mostra que nesse caso a dosagem foi muito próxima da ideal mesmo compensando as perdas de material não amorfo e carbonatação da CH.

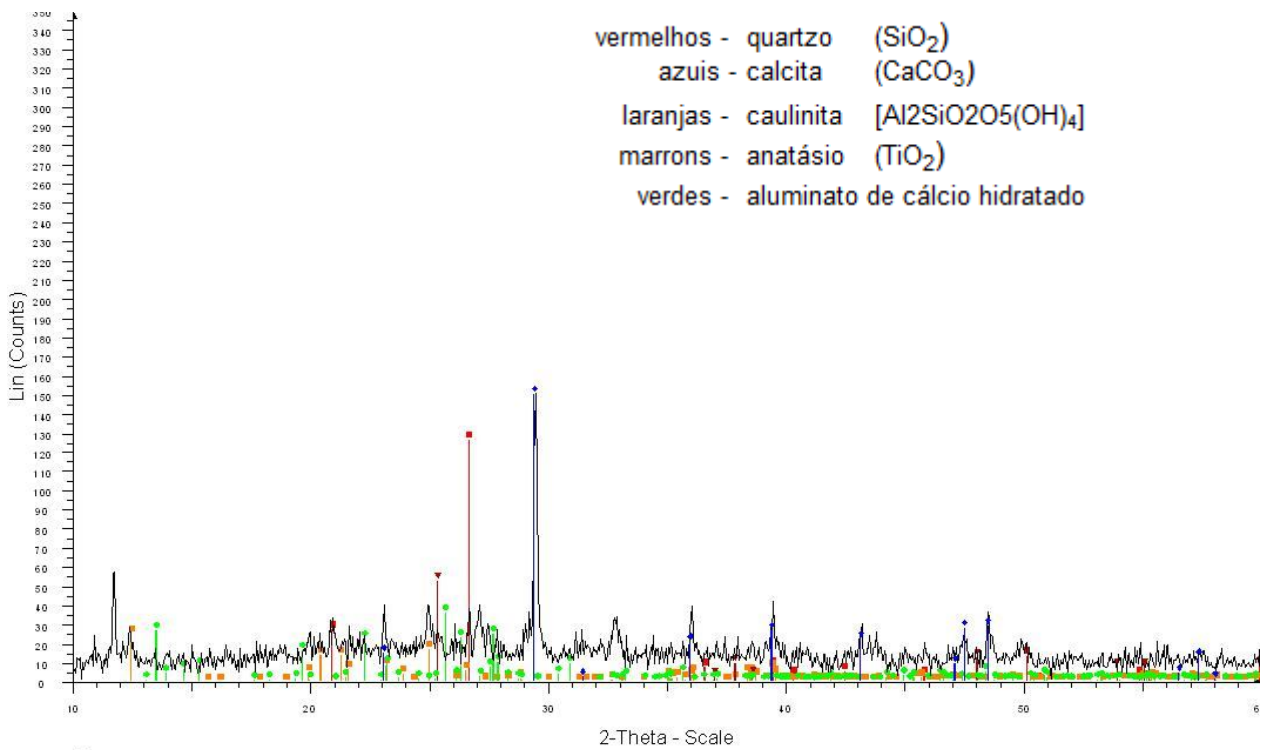


Figura 4.16 - XRD CH/RTM.

Os ensaios de XRD com CV/MC (Figura 4.17) mostram a presença dos seguintes componentes: calcita (azul escuro), caulinita (vermelho), muscovita (verde), anatásio (laranja), ilita (azul claro) e Portlandita (lilás).

Existe a presença de caulinita, isso mostra que havia cristalinidade em parte do MC, conforme visto na análise da matéria-prima. Já a presença de Portlandita e de calcita denota que o traço, embora tenha obtido os melhores resultados de resistência, ainda não está na proporção ideal. Na teoria a conservação da CV num ambiente sem exposição à CO_2 reduziria a carbonatação (formadora da calcita) e sem umidade à hidratação (formadora da Portlandita) permitindo dosagens com uma quantidade ainda menor de ativador para atingir resultados melhores.

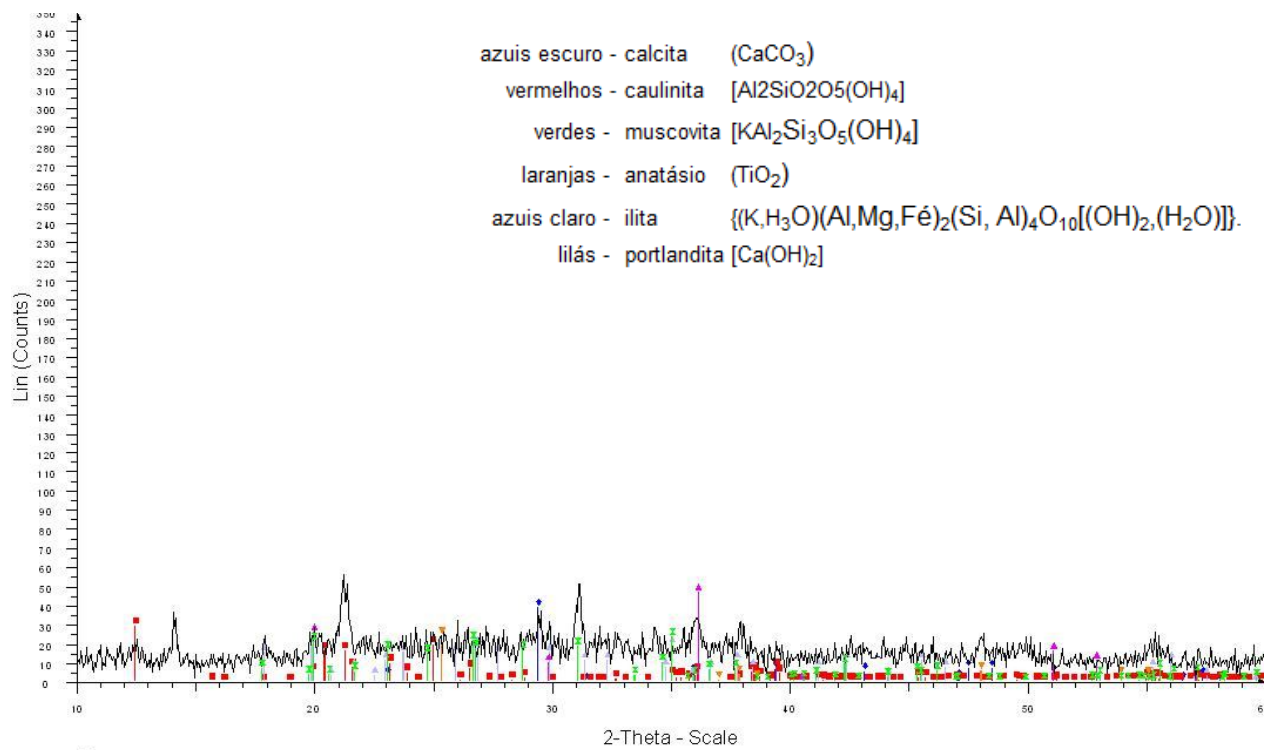


Figura 4.17 - XRD CV/ MC.

Os ensaios de XRD da CH/MC (Figura 4.18) revelaram os seguintes componentes: quartzo (laranja), caulita (vermelho), calcita (azul) e muscovita (verde).

Nestes alguns dados são notáveis: a presença de quartzo e caulinita mostram a cristalinidade prévia do MC; já a presença de calcita mostra a carbonatação da CH.

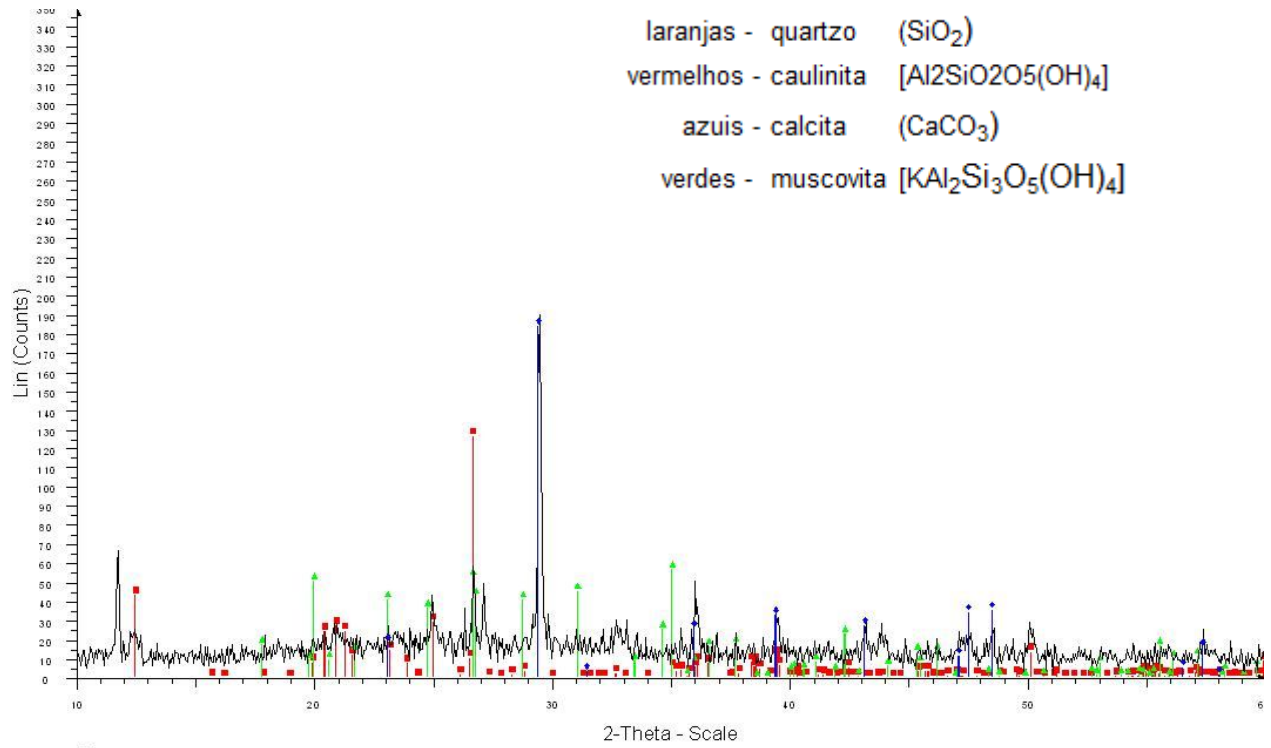


Figura 4.18 - XRD CH/ MC.

4.8 - Ensaio de TGA – DTA

Os ensaios de *DTA* e *TGA* (Figura 4.19) da mistura de CV/RTM mostram os seguintes picos:

1. água absorvida de adsorvida a 67°C;
2. decomposição do C-S-H e da etringita [$\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26(\text{H}_2\text{O})$] a 115°;
3. decomposição do aluminato de cálcio hidratado a 145°C;

4. decomposição do monocarboaluminato de cálcio hidratado a 175°C;
5. decomposição do aluminato de cálcio hidratado a 222°C;
6. decomposição da gibsita $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ a 347°C;
7. decomposição da portlandita $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ a 442°C;
8. Desidroxilação da caulinita $[\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$ e decomposição da calcita (CaCO_3) a 695°C;
9. cristalização da mulita $[\text{Al}_{(4+2x)}\text{Si}_{(2-2x)}\text{O}_{(10-x)}]$, para $x=1,7$ a 0,59] a 905°C.

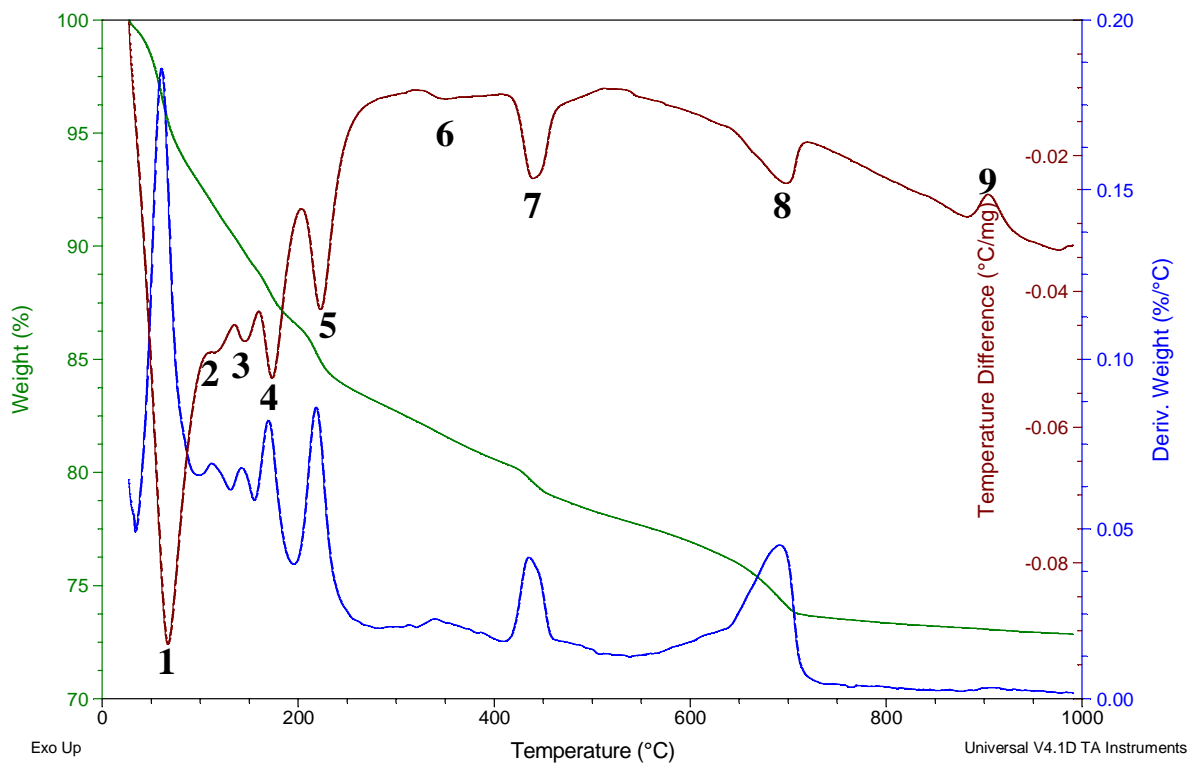


Figura 4.19 - DTA CV/RTM.

A presença de Portlandita e calcita eram esperadas pois o ensaio de *XRD* apontou sua presença anteriormente. O dado que surpreende foi a recristalização da

metacaulinita, pois devido à presença de cálcio era de se esperar que todo material em estado amorfo tivesse reagido. Ocorrência semelhante se deu com SILVA e AGOPYAN (1998) na ativação de cimentos de escória de alto forno. Onde presença de material anidro se dá pela provável formação de material hidratado ao redor dos grãos anidros, isolando-os do restante do conjunto, o que impede sua participação na reação e inibe o prosseguimento da hidratação.

No caso da reação entre CV/RTM este efeito pode ter ocorrido devido ao alto poder de reação do CaO, que, conforme os picos registrados no ensaio de leitura térmica e pH (que registram picos intensos de calor em curto espaço de tempo), reagiu fortemente com a pouca sílica amorfa disponível no RTM (que tem alta cristalinidade), convertendo a parte externa dos grãos em componentes hidratados e isolando o núcleo da sílica do CaO restante, gerando assim Portlandita.

O principal composto hidratado identificado no estudo é o C-S-H, sendo este, também visto, em outros trabalhos com ativação alcalina como: REGOURD (1980); VOÏNOVITCH; RAVERDY; DRON (1980); TEOREANU (1980) e KUTTI (1992). A presença de outros compostos com menores resistências mecânicas, principalmente aluminatos, também são corroboradas por estes estudos. A elevada formação de aluminatos de cálcio hidratado se dá: pela forte ativação da CV e pela alta concentração de alumínio presente no RTM de 37,8%.

Os ensaios de *DTA* da argamassa de CH/RTM (Figura 4.20) apresentaram os seguintes picos:

1. água absorvida de adsorvida a 67°C;
2. decomposição do C-S-H e da entringita $[\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26(\text{H}_2\text{O})]$ a 110°C;
3. decomposição do monocarboaluminato de cálcio hidratado a 147°C;

4. decomposição do aluminato de cálcio hidratado 254°C;

5. decomposição da calcita (CaCO_3) a 733°C.

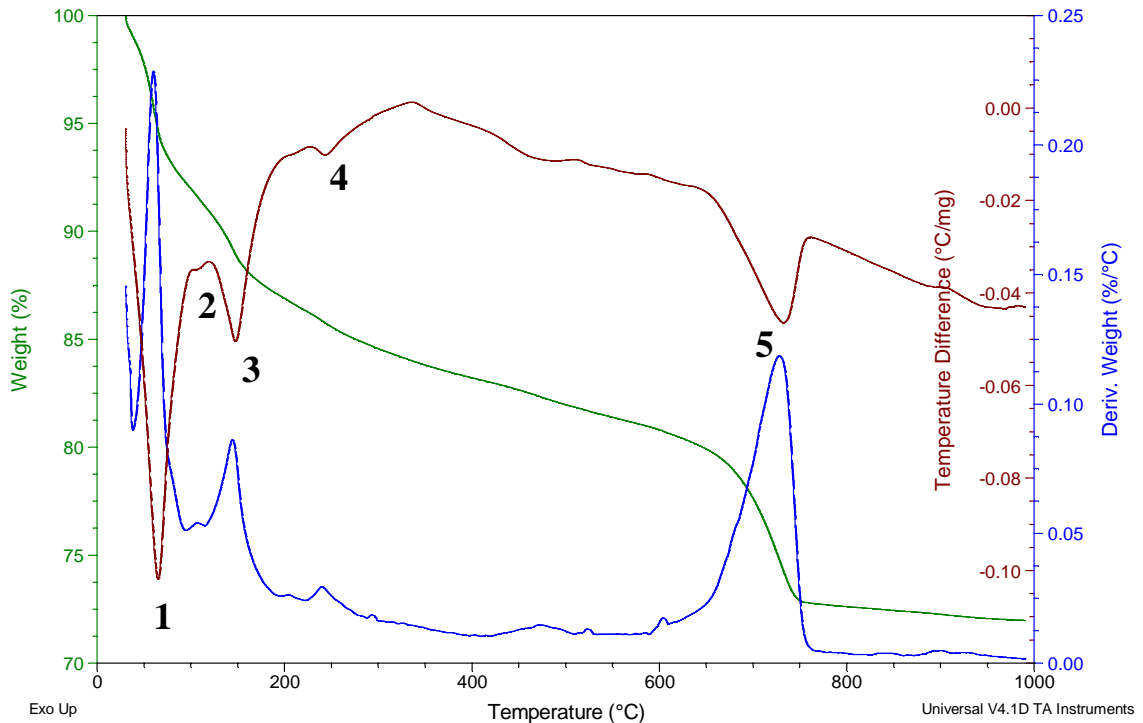


Figura 4.20 - DTA CH/RTM.

Um dado interessante deste ensaio é a ausência de recristalização aproximadamente a 900°C, pois como a CH é menos reativa que a CV o efeito do caso anterior (CV/RTM) de isolamento de reagentes não ocorreu. Como, a portlandita, não foi acusada no ensaio de *DTA*, é possível dizer, que a argamassa atingiu seu aproveitamento máximo na relação CaO/SiO_2 . Contudo, a formação de C-S-H e de aluminatos de cálcio hidratados foram inferiores a da argamassa de CV/RTM. Isso mostra uma maior eficiência da CV em relação a CH, gerando muito mais compostos hidratados, com muito menos cal.

Os ensaios de *DTA* da argamassa de CV/MC (Figura 4.21) retornaram os seguintes resultados:

1. água absorvida de adsorvida a 55°C;
2. decomposição do C-S-H e da entringita $[\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26(\text{H}_2\text{O})]$ a 115°C;
3. decomposição do aluminato de cálcio hidratado a 165°C;
4. decomposição do aluminato de cálcio hidratado a 210°C;
5. rearranjo estrutural da mica muscovita $[\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2]$ a 465°C;
6. decomposição da portlandita $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ a 465°C;
7. decomposição da calcita (CaCO_3) a 715°C;
8. cristalização da mulita $[\text{Al}_{(4+2x)}\text{Si}_{(2-2x)}\text{O}_{(10-x)}]$, para $x=1,7$ a $0,59$] a 962°C.

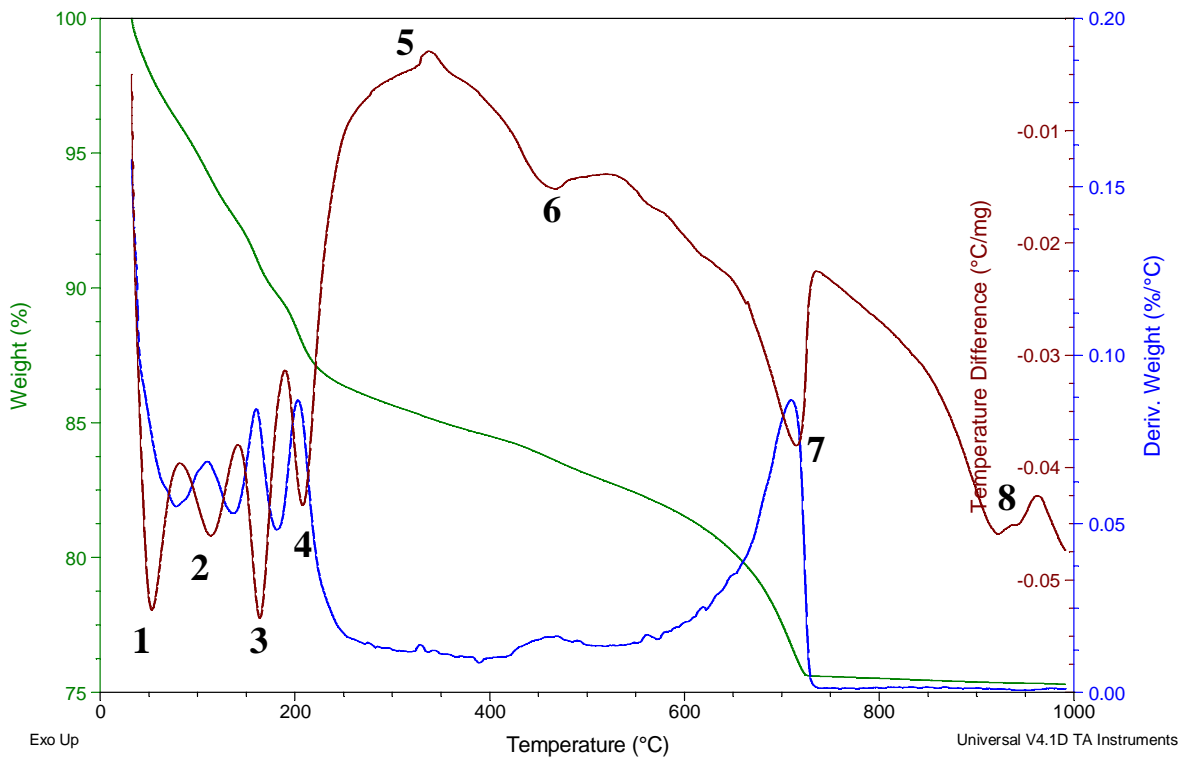


Figura 4.21 - *DTA* CV/MC.

Com base nos resultados obtidos é possível esclarecer alguns pontos e reforçar outros. Nesta amostra pode-se notar que, a exemplo da mistura de CV/RTM, existem resíduos tanto de portlandita quanto de sílica amorfa, o que se explica devido ao encapsulamento dos grãos pelos produtos hidratados. Também existe a formação de aluminatos de cálcio hidratados, relacionados à alta capacidade de ativação da CV e alta concentração de alumínio no MC (45,4%).

A carbonatação e a hidratação ocorridas denotam que a reação poderia ter sido mais eficiente caso a CV fosse armazenada sem o contato com o ar, o que poderia contribuir para uma maior reatividade.

Por fim é importante observar que o MC dispõe de uma grande quantidade de sílica amorfa em sua composição, prova disso é o pico elevado de recristalização a 975°C. Em função da elevada quantidade de sílica amorfa é possível a formação de um grande volume de C-S-H. Observando estes fatos é possível declarar que, com um estudo de dosagem que aperfeiçoe a reação, é possível obter resultados de resistência ainda melhores, com menos cal para ativar a elevada proporção de sílica amorfa do MC.

Os ensaios de *DTA* e *TGA* das argamassas de CH/MC (Figura 4.22) apresentaram os seguintes picos:

1. água absorvida de adsorvida a 55°C;
2. decomposição do C-S-H e da entringita $[\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26(\text{H}_2\text{O})]$ a 135°C;
3. decomposição do aluminato de cálcio hidratado a 245°C;
4. decomposição da portlandita $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ a 440°C;
5. decomposição da calcita (CaCO_3) a 735°C;
6. cristalização da mulita $[\text{Al}_{(4+2x)}\text{Si}_{(2-2x)}\text{O}_{(10-x)}]$, para $x=1,7$ a $0,59$ a 975°C.

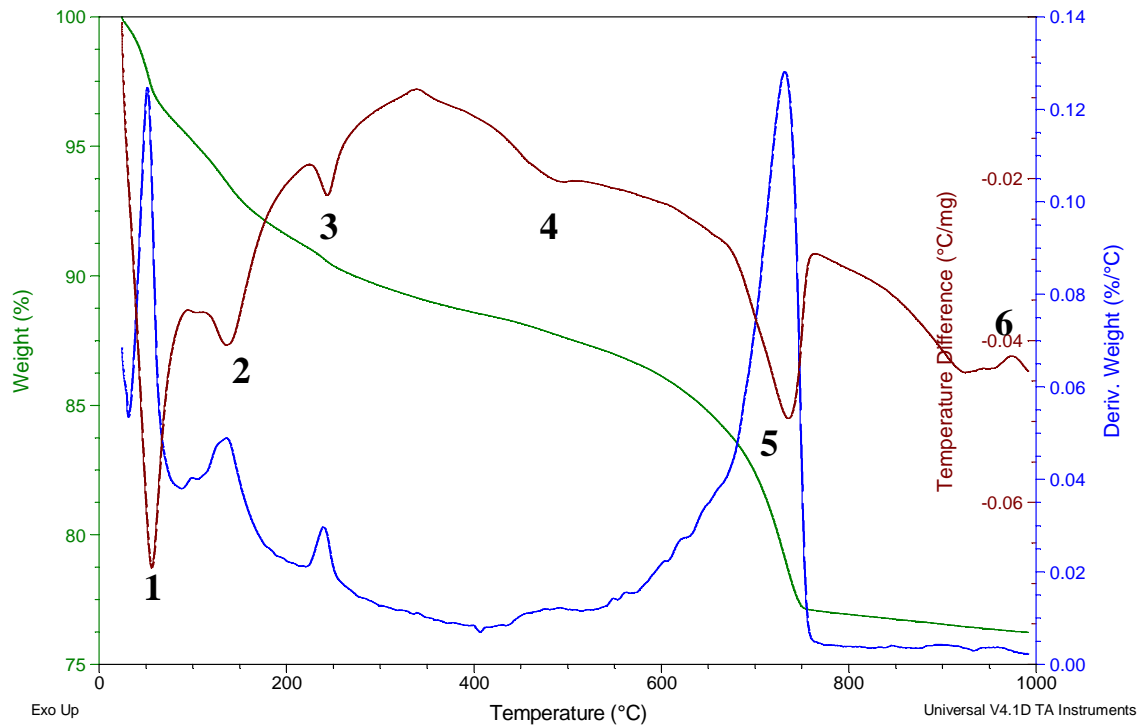


Figura 4.22 - DTA CH/MC.

O ensaio de *DTA* realizado para a argamassa de CH/MC confirmou dados importantes do MC e da CH quando comparados aos ensaios anteriores.

A presença de resíduos, tanto de Portlandita quanto de sílica amorfa, denota que a reação não foi completa. Mas, o fato de sobrar tanto cálcio quanto sílica amorfa, o que neste caso não se justifica pela formação de produtos hidratados em torno dos compostos anidros, levanta uma questão. A resposta para esta pergunta só se revela ao observar a resistência à compressão ao longo do tempo, que mostra que por ser um ativador lento com a CH permanece reagindo até idades avançadas. Isso quer dizer que tanto o resíduo de cálcio quanto o de sílica podem ainda ser consumidos. Só assim então seria possível determinar se a dosagem utilizada está próxima ou não do ideal.

4.9 - Considerações gerais

Comparando-se os ensaios analíticos de *DTA*, *TGA*, *XRD*, resistência à compressão, leitura térmica e do pH da argamassa fresca e relação CaO/SiO_2 das argamassas de CV/MC e CH/MC pode-se obter diversas conclusões, as quais são listadas a seguir.

A grande diferença entre a CV/MC e CH/MC está na resistência mecânica, com uma diferença de 12,4 MPa entre elas, a favor da CV/MC. Primeiramente, a CV, a exemplo do que ocorreu com o RTM, teve um maior poder de ativação e produziu diferentes compostos (aluminatos), o que não apenas contribuiu para o aumento de resistência como mostrou o quanto a CV é mais reativa que a CH. Isto se deve a maior temperatura e maior pH atingidos pela reação com CV.

Porem, a fundamental diferença entre as argamassas esta na formação de C-S-H. A CV reagiu muito mais com a sílica amorfa abundante no MC. Além disso, a argamassa de CV/MC tem uma relação de CaO/SiO_2 muito inferior a de CH/MC (CV/MC é igual a 0,75, enquanto para CH/MC é de 1,5), na verdade a CH mesmo com o dobro de cal não chegou a obter uma reação tão intensa quanto a CV, o que mostra, de forma irrefutável, a eficiência superior da CV como ativador.

A ação da CH tanto no MC quanto no RTM foi muito similar. Ambas as argamassas apresentaram compostos bastante semelhantes, os mesmos aluminatos e a presença de material amorfo que não foi ativado. Ambas precisam de uma grande quantidade de cálcio (relação CaO/SiO_2 de 1,5 para o MC e 2,0 para o RTM).

A dosagem quase ideal do RTM com a CH não revelou desperdício de material amorfo no ensaio de *DTA* sendo essa a única diferença entre as argamassas de CH/RTM e CH/MC observadas, em seus ensaios de *DTA*.

Ainda assim uma diferença significativa ocorre nos valores de resistência à compressão, em que o MC mais do que dobra a resistência em relação ao RTM. Isso se explica devido à elevada quantidade de sílica amorfa presente no MC. Já a cristalinidade do RTM oferece menos sílica amorfa reativa.

Na comparação dos ensaios de *DTA*, *TGA* e *XRD*, resistência à compressão, leitura térmica e do pH da argamassa fresca e relação CaO/SiO_2 da CV/RTM e CV/MC foi possível estabelecer os seguintes pontos:

Há importantes observações entre as duas argamassas, a começar pela resistência à compressão, que é muito superior na argamassa com MC, por ter um grau de cristalinidade bem inferior ao do RTM. E em ambos os casos, a CV deixa resíduos de portlandita e de sílica amorfa, devido ao isolamento dos grãos anidros por compostos hidratados.

Sendo um dos objetivos desta dissertação a obtenção de um produto capaz de atender às normas para comercialização de argamassas de múltiplo uso (NBR 13281, 2001), com base nos resultados, é assumido que a argamassa de CV/MC é a ideal para o prosseguimento deste estudo. Assim sendo, daqui para frente este estudo se concentrará em avaliar a argamassa de CV/MC visando sua comercialização.

4.10 - Resistência à compressão em idades avançadas

Este ensaio foi realizado com o intuito de estudar o material em longas idades. A Figura 4.23 mostrou que a resistência do material da argamassa de CV/MC manteve a resistência aos 28, 180 e 240 dias, comprovando a confiabilidade desta para uso comercial. Isso confere com as afirmações de GLUKHOVSKY *et al.* (1983), segundo o qual a resistência mecânica dos cimentos álcalis-ativados atinge 70 a 80 % da sua resistência final logo nos primeiros dias de idade, havendo pouca diferença após os 28 dias.

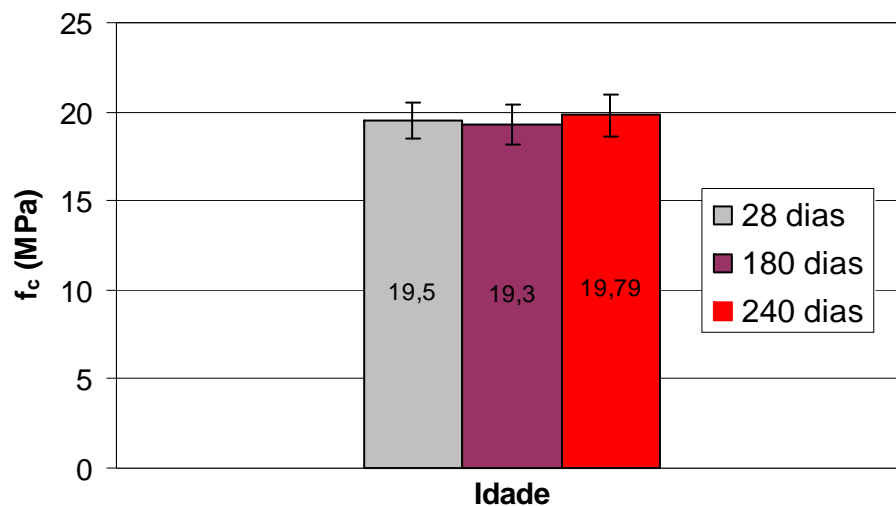


Figura 4.23 - Resistência à compressão em idades avançadas.

4.11 - Dosagem II

Esta dosagem foi calculada para a argamassa de maior resistência mecânica da dosagem I, ou seja, a de CV/MC com uma relação de $\text{CaO SiO}_2 = 0,75$.

Para este ensaio foram utilizados três traços de misturas com areia, a saber: traço rico (1:5), traço normal (1:6) e traço pobre (1:7). Sendo estes resultados comparados com a Tabela 2.4, as argamassas obtidas foram classificadas como tipo III, para os traços rico e normal, e o traço pobre obteve a classificação Tipo II. Tendo como objetivo obter um produto de qualidade, a escolha entre estes traços se restringiu ao traço de tipo III (melhor qualidade de argamassa), ou seja traços rico e normal (Figura 4.24). Tendo como segundo objetivo obter um produto de baixo custo e sendo a norma satisfeita pelo traço normal, este foi o escolhido para a realização de outros ensaios prescritos para argamassas de múltiplo.

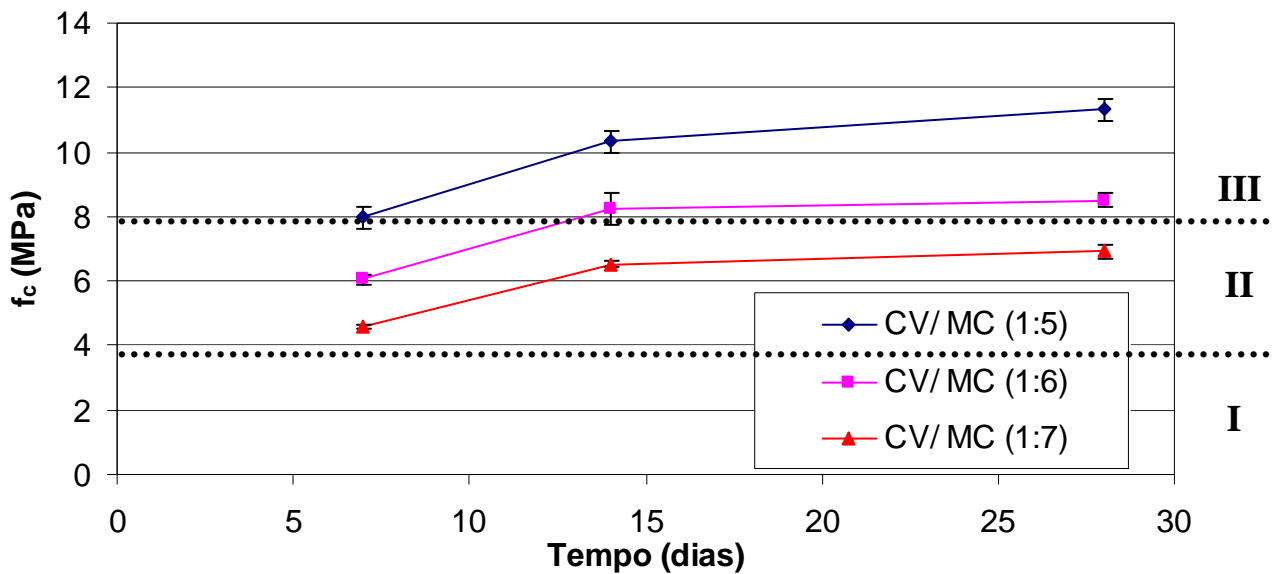


Figura 4.24 - Resistência à compressão da CV/MC nos traços rico, normal e pobre.

4.12 - Resistência à tração por compressão diametral

O resultado dos ensaios de resistência à compressão diametral foi satisfatório (Tabela 4.6), resultando em uma resistência à tração por compressão

diametral de 11,2% da resistência à compressão axial. Tal nível é equivalente ao do valor médio característico para o cimento Portland (10%) .

Tabela 4.6 - Resistência à tração por compressão diametral.

CV/MC traço (1:6)				
CP1 (MPa)	CP2 (MPa)	Média (MPa)	Desvio padrão (MPa)	CV(%)
0,81	1,09	0,95	0,20	20,84

4.13 - Capacidade de retenção de água

Continuando com o objetivo de caracterizar, da argamassa de CV/MC a fim de atender a norma NBR 13281 (2001) para sua inserção no mercado. Foi determinada a capacidade de retenção de água desta argamassa. A capacidade de retenção de água da amostra é de 95,33% sendo classificada portanto como “A” de acordo com a norma. Isto explica a pequena variação da resistência mecânica no ensaio de cura úmida.

Este resultado se faz importante pois, na utilização de argamassas de múltiplo uso para assentamento de tijolos e pisos cerâmicos, ocorre a absorção da água da argamassa pela cerâmica, tornando a mesma mais fraca por remover a água de reação.

4.14 - Densidade de massa e teor de ar incorporado

Os ensaios de densidade de massa e teor de ar incorporado são fundamentais para a introdução de uma nova argamassa no mercado, sendo esse

ensaio normalizado pela NBR 13278 (1995) e classificado pela NBR 13281 (2001). Os resultados dos ensaios de CV/MC com $\text{CaO/SiO}_2=0,75$ foram iguais a $1,91 \text{ g/cm}^3$ densidade de massa, e 4,5% de teor de ar incorporado, ou seja, tipo “a”. Após a realização deste ensaio têm-se a argamassa de CV/MC sendo classificada segundo a norma como tipo III, “Alta”, “a”.

4.15 - Tempo de pega

O ensaio do tempo de pega foi realizado a fim de se determinar o tempo de trabalhabilidade da argamassa em condições de uso.

Conclui-se que o início de pega da pasta ocorre muito cedo, pois a intensidade da reação da CV com o MC conduz a um início aparentemente precoce da pega, porém a massa permanece deformável por um longo período (Tabela 4.7).

Isso se explica, já que o espaço de tempo entre 25 a 90 minutos se processa na maior parte da reação (Figura 4.25), como também pode ser visto no ensaio de leitura térmica e do pH da argamassa fresca, cujo intervalo de tempo apresenta as maiores temperaturas.

Após 100 minutos, embora ainda pastosa, a massa permanece deformável por um período de tempo mais longo que o do cimento Portland convencional, ou seja determinando um período de tempo maior para seu manuseio.

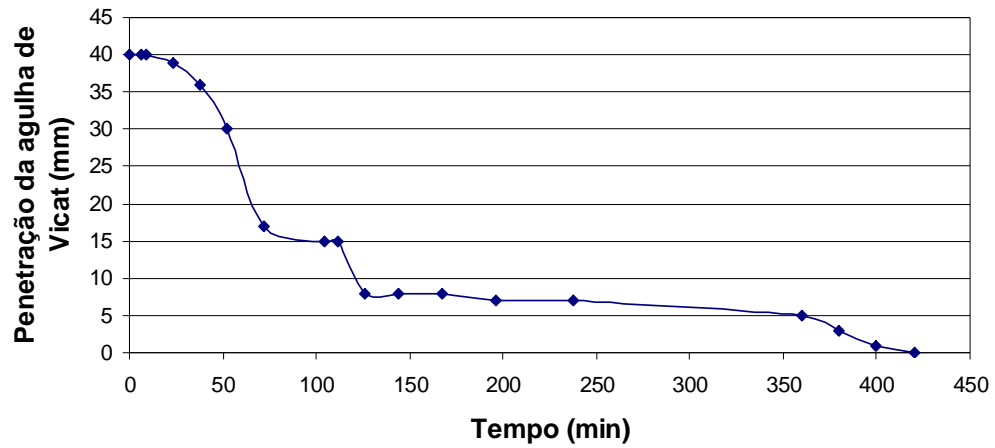


Figura 4.25 - Tempo de pega da argamassa de CV/MC.

Tabela 4.7 - Comparação do tempo de pega da CV/MC e cimento Portland.

Aglomerante	Início de pega (min)	Fim de pega (min)
CP III-32	240	330
CV/MC	23	420

5 - Conclusões e sugestões para trabalhos futuros

5.1 - Conclusões

As conclusões deste estudo são bastante animadoras. A respeito dos materiais utilizados, das argamassas analisadas e dos resultados obtidos pode-se dizer que com novas linhas de pesquisa será possível revelar a utilização para novos produtos.

Sobre a CV é possível afirmar que é um excelente ativador, graças ao CaO que é muito mais reagente que a portlandita na ativação da pozolana. Ela sozinha gera o pH e a temperatura necessários para dissolução da camada de sílico-aluminatos. A CV ainda oferece a vantagem de precisar de uma menor quantidade de cal para reagir com a pozolana. Some-se a isso a vantagem econômica das boas propriedades da CV, o que a torna um ativador muito barato comparado a outros compostos alcalinos.

Sobre o RTM pode-se concluir que no estado em que foi utilizado (sem nenhum tipo de tratamento térmico) não pode ser utilizado para aplicações nobres. Devido a sua baixa reatividade registraram-se os piores desempenhos das argamassas tanto com a CV quanto com a CH. Porém, um alento para sua utilização é que ele atinge resistência razoável para fins menos nobres sendo ainda um material barato e de grande abundância na região.

O MC apresentou bons resultados, tanto com a CV, quanto com a CH se comparado com o RTM. O fato do traço com a CV ter gerado um produto que atende as normas técnicas, prova sua utilidade como pozolana.

O “aglomerante” formado por MC e CV (na relação CaO/SiO_2 de 0,75) no traço de 1:6 atendeu a todos os requisitos da norma NBR 13281 (2001), ficando classificada como III-alta-a, e pelo ensaio de compressão a longas idades observou-se que a sua resistência ao longo do tempo é constante.

5.2 - Sugestões para trabalhos futuros

Com as conclusões obtidas neste estudo é possível a elaboração de novos estudos, alguns deles dignos de destaque.

Seria interessante fazer um estudo de tratamento térmico do RTM a fim de determinar seu potencial para diminuição de sua cristalinidade. Tal estudo pode tanto gerar um produto quanto encerrar as expectativas de fazê-lo.

A utilização da CV como ativador de outras pozolanas tais como a sílica ativa ou a cinza da casca de arroz.

6 - Referências bibliográficas

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1983. *Argamassas e concretos - determinação da resistência à compressão diametral*. NBR 7222. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1984. *Grãos de solo que passam na peneira de 4,8 mm - determinação da massa específica*. NBR 6508. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1992. *Materiais pozolânicos - especificação*. NBR 12653. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1995. *Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos - determinação do teor de água para obtenção do índice de consistência padrão*. NBR 13276. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1995. *Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - determinação da retenção de água*. NBR 13277. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1995. *Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - determinação do teor de ar incorporado*. NBR 13278. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1995. *Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - determinação da resistência à compressão*. NBR 13279. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1996. *Cimento Portland - determinação da resistência à compressão*. NBR 7215. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 1998. *Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine)*. NBR NM 76. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. 2001. *Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - requisitos*. NBR 13281. Rio de Janeiro.

Bakharev, T.; Sanjayan, G.; Cheng, Y. (1999) *Alkali activation of Australian slag cements*. Cement and Concrete Research, N. 29, p. 113-120.

Bauer, L. (1995) *Materiais de construção*. V. 1 , 5.^a edição, Rio de Janeiro: Editora Livros Técnicos e Científicos.

Battagin, A. (1993) *Influência das condições de cura no grau de hidratação da escória e na resistência à compressão do cimento Portland de alto-forno*. 3.^o Congresso Brasileiro de Química do Cimento.

Comitê Coordenador do Planejamento da Expansão dos Sistemas Elétricos (CCPE). (2003) *Balanco energético nacional 2003 (ano base 2002)*. Secretaria de Energia. Ministério de Minas e Energia (MME).

Consultec Jr. (2005) *A história do cimento*. Relatório anual 2005-2006 (versão online). 2006. www.colsultecjr.ufc.br. Acesso em 09/04/2006.

CHANG, J. (2003) *A study on the setting characteristics of sodium silicate-activated slag pastes*. Cement and Concrete Research. N. 33, p 1005-1011.

Davidovits, J. (1987) *Ancient and modern concretes: what is the real difference*. Concrete International, V. 9, N. 12, p. 23-35.

Davidovits, J. (1994) *Properties of geopolymer cement*. PROCEEDINGS. 1st International Conference on Alkaline Cements and Concretes. Kiev, Ukraine, p. 31-149.

Dongxu, L.; Zhongzi, X.; Zhimin, L.; Zhihua, P.; Cheng, L. (2002) *The activation and hydration of glassy cementitious materials*. Cement and Concrete Research. N. 32, p 1145-1152.

Hewllet, P. (2004) *Lea's chemistry of cement and concrete*, Ed. Elsevier, 4th edition.

Fan, Y.; Yin, S.; Wen, Z.; Zhong, J. (1999) *Activation of fly ash and its effects on*

cement properties. Cement and Concrete Research, N. 29, p. 467-472.

Freire, W.; Beraldo, A. (2003) *Tecnologias e materiais alternativos de construção*. 1.^a edição. São Paulo: Editora Unicamp.

Glukhovsky, V.; Zaitsev, Y.; Pakhomov, V. (1983) *Slag-Alkaline cements and concrete structure, properties, technological and economical aspects of use*. Silicates industries. N. 10, p 197-200.

Lawrence, P.; Cyr, M.; Ringot, E. (2005) *Mineral admixtures in mortars effect of type, amount and fineness of fine constituents on compressive strength*. Cement and Concrete Research, N. 35, p. 1092-1105.

Leite, M. B.; Molin, D. D. (2002) *Avaliação da atividade pozolânica do material cerâmico presente no agregado reciclado de resíduo de C&D*. Feira de Santana, N. 26, p. 111-130.

Leitão, M. *Ficando para trás*. Jornal de Brasília, Brasília. 12 de agosto de 2006.

Montanheiro, T. J.; Yamamoto, J. K.; Kihara, Y. (2002) *Características e propriedades pozolânicas de arenitos opalinos da Serra de Itaquera-SP*. Revista do Instituto Geológico, 10 p.

Montanheiro, T. J.; Yamamoto, J. K.; Kihara, Y. (2003) *Proposta de pré-qualificação*

pozolânica de materiais geológicos: difratometria de raios X como método alternativo.

Revista do Instituto Geológico, São Paulo, 10 p.

Moropoulou, A.; Bakolas, A.; Anagnostopoulou, S. (2005) *Composite materials in ancient structures*. Cement & Concrete Composites, N. 27, p. 295-300.

Oliveira, M.; Barbosa, N. (2005) *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.

Pan, Z.; Cheng, L.; Lu, Y.; Yang, N. (2002) *Hydration products of alkali-activated slag-red mud cementitious material*. Cement and Concrete Research, N. 32, p. 357-362.

Protocolo de Kyoto. (1997) *III Conferência das Partes da Convenção das Nações Unidas sobre Mudanças Climáticas*. Japão.

Ramachandran, S.; Paroli, R.; Beaudoin, J. J.; Delgado, A. (1987) *Handbook Of thermal analysis of construction materials*, William Andrew publishing, Norwich, E.U.A.

Ramos, I. S.; Alves, M. G.; Alexandre, J. (2006) *Diagnóstico do pólo cerâmico de Campos dos Goytacazes–RJ*. Cerâmica Industrial, 11 (1) Janeiro/Fevereiro, 2006.

Rocha, C. A. A.; Désir, J. M.; Dias, D. P.; Viana, C. E. (2006) *Estudo da durabilidade de argamassas contendo resíduos industriais*. Conferência Brasileira sobre Materiais e

Tecnologias Não-Convencionais na Construção Ecológica e Sustentável, Brasil NOCMAT 2006 – Salvador, BA, 10 p.

Regourd, M. (1980) *Structure and behavior of slag Portland cement hydrates*. International Congress on the Chemistry of Cement. Paris, France, V. 1, p. 10-26.

Saboya, F. A. (2000) *Estudos sobre as qualidades de peças estruturais em cerâmica vermelha englobando propriedades tecnológicas e procedimentos de execução*. Projeto “Jovem Cientista” Desenvolvimento do Pólo Cerâmico de Campos dos Goytacazes. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF.

Silva, M.; Agopyan, V. (1998) *A influência da temperatura na hidratação de cimentos na escória de alto-forno*. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP. São Paulo .

Song, S.; Jennings, H. (1999) *Pore solution chemistry of alkali-activated ground granulated blast furnace slag*. Cement and Concrete Research, V. 29, N. 2, p. 159-170.

Sousa, P. (2002) *Estudo da viabilidade do uso de argilas calcinadas como metacaulim de alta reatividade*. Universidade Federal do Pará, Belém, Brasil, 10 p

Toreanu, I.; Geroges, M.; Puri, A. (1980) *Hydrate phases in slag-water-activator systems*. 7th Proceedings, Paris, France, V 2, p. 99-104.

Torgal, F.; Gomes, J.; Jalali, S. (2007) *Argamassas antigas: reação pozolânica ou ativação alcalina*. Universidade do Minho. Portugal.

Voïnovitch, I.; Raverdy, M.; Dron, R. (1980) *Ciment de laitier sans clínquer*. 7th Proceedings, Paris, France, V. 2, p. 111-112.

Wang, S.; Scrivener, K.; Pratt, P. (1994) *Factors affecting the strength of alkali-activated slag*. Cement and Concrete Research, N. 6, p. 1033-1043.

7 - Anexo

Tabela 7.1 – f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CV/RTM.

7 dias						
CaO/SiO ₂	CP1 (MPa)	CP2 (MPa)	CP3 (MPa)	Média (MPa)	Despad (MPa)	CV(%)
1	2,40	2,60	2,47	2,49	0,10	3,99
1,25	3,23	3,34	2,90	3,16	0,22	7,12
1,5	3,56	3,15	3,59	3,36	0,24	7,24
1,75	2,05	1,82	2,07	1,94	0,14	7,24
2	1,18	1,05	1,19	1,14	0,08	7,08
14 dias						
1	3,16	3,19	3,16	3,17	0,02	0,63
1,25	3,33	3,32	3,40	3,35	0,04	1,30
1,5	3,86	3,46	4,18	3,66	0,36	9,86
1,75	4,03	4,26	4,08	4,15	0,12	2,86
2	4,21	4,97	4,60	4,59	0,38	8,29
28 dias						
1	6,06	5,24	5,65	5,65	0,41	7,24
1,25	6,46	6,51	6,35	6,44	0,08	1,28
1,5	6,84	6,99	6,60	6,92	0,20	2,86
1,75	6,79	6,50	6,31	6,64	0,24	3,67
2	6,19	6,26	5,72	6,06	0,29	4,81

Tabela 7.2 – f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CH/RTM.

7 dias						
CaO/SiO ₂	CP1 (MPa)	CP2 (MPa)	CP3 (MPa)	Média (MPa)	Despad (MPa)	CV(%)
1	2,24	2,06	1,97	2,09	0,14	6,60
1,25	2,40	2,69	2,25	2,45	0,23	9,23
1,5	2,37	2,80	2,74	2,59	0,23	8,89
1,75	2,17	2,53	2,50	2,35	0,20	8,38
2	2,23	2,17	2,14	2,18	0,04	2,02
14 dias						
1	2,31	2,36	2,31	2,32	0,03	1,43
1,25	2,59	2,48	2,48	2,52	0,06	2,45
1,5	3,20	2,90	2,77	3,05	0,22	7,36
1,75	2,67	2,95	2,58	2,81	0,19	6,76
2	3,15	3,00	3,20	3,12	0,10	3,36
28 dias						
1	2,22	2,35	2,40	2,33	0,09	3,95
1,25	2,79	2,59	2,69	2,69	0,10	3,64
1,5	3,23	3,14	3,03	3,18	0,10	3,17
1,75	3,16	3,49	3,14	3,33	0,20	5,96
2	3,53	3,38	3,45	3,45	0,08	2,26

Tabela 7.3 – f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CV/MC.

7 dias						
CaO/SiO ₂	CP1 (MPa)	CP2 (MPa)	CP3 (MPa)	Média (MPa)	Despad (MPa)	CV(%)
0,50	12,71	11,30	11,70	11,90	0,73	6,11
0,75	7,33	6,51	6,74	6,86	0,42	6,11
1,00	10,43	11,57	10,78	10,93	0,58	5,33
1,25	11,12	10,95	9,63	10,56	0,82	7,73
1,50	8,93	8,95	10,49	8,94	0,89	9,99
1,75	9,04	9,34	8,94	9,19	0,21	2,26
2,00	9,44	9,99	9,49	9,64	0,30	3,14
14 dias						
0,50	16,18	17,26	16,91	16,78	0,55	3,29
0,75	17,53	18,65	18,76	18,32	0,68	3,71
1,00	15,27	15,33	16,54	15,71	0,71	4,54
1,25	13,97	14,50	12,29	13,58	1,15	8,48
1,50	12,87	14,94	13,67	13,90	1,04	7,51
1,75	13,65	14,55	13,56	14,10	0,55	3,90
2,00	12,40	12,14	12,39	12,31	0,14	1,18
28 dias						
0,50	17,16	17,01	17,11	17,09	0,07	0,43
0,75	20,05	19,35	18,95	19,45	0,56	2,87
1,00	16,96	18,40	18,07	17,81	0,76	4,25
1,25	15,57	16,58	15,41	15,85	0,63	3,99
1,50	15,48	16,44	15,57	15,96	0,53	3,32
1,75	15,00	13,62	15,03	14,31	0,81	5,63
2,00	14,56	14,88	14,39	14,61	0,25	1,72

Tabela 7.4 – f_c dos corpos-de-prova da argamassa de CH/MC.

7 dias						
CaO/SiO ₂	CP1 (MPa)	CP2 (MPa)	CP3 (MPa)	Média (MPa)	Despad (MPa)	CV(%)
1,00	2,81	2,94	2,86	2,87	0,06	2,22
1,25	4,50	4,20	4,37	4,36	0,15	3,39
1,50	5,78	5,87	5,71	5,83	0,08	1,44
1,75	6,13	5,88	6,21	6,01	0,17	2,81
2,00	5,47	5,31	5,48	5,42	0,09	1,75
14 dias						
1,00	3,91	3,54	3,78	3,74	0,18	4,92
1,25	5,18	5,30	5,38	5,28	0,10	1,92
1,50	6,38	6,11	6,16	6,24	0,14	2,30
1,75	6,48	6,74	6,74	6,61	0,15	2,29
2,00	5,78	5,88	5,94	5,87	0,08	1,44
28 dias						
1,00	5,45	5,27	5,34	5,35	0,09	1,68
1,25	6,06	7,01	6,84	6,64	0,51	7,61
1,50	7,01	7,10	6,71	7,05	0,20	2,83
1,75	6,74	6,61	6,88	6,67	0,14	2,07
2,00	6,41	6,34	6,28	6,34	0,07	1,05