UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA

CARACTERIZAÇÃO DE CINZA RESIDUAL DA QUEIMA DE CASCA DE ARROZ PARA A PRODUÇÃO DE ARGAMASSA

MICHELLE SANTOS RODRIGUES

CAMPINAS FEVEREIRO DE 2008

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA

CARACTERIZAÇÃO DE CINZA RESIDUAL DA QUEIMA DE CASCA DE ARROZ PARA A PRODUÇÃO DE ARGAMASSA

Dissertação de Mestrado submetida à banca examinadora para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Agrícola, na área de concentração Construções Rurais e Ambiência.

MICHELLE SANTOS RODRIGUES Orientador: Prof. Dr. Antonio Ludovico Beraldo

CAMPINAS FEVEREIRO DE 2008

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE -UNICAMP

| R618c | Rodrigues, Michelle Santos Caracterização de cinza residual da queima de casca de arroz para a produção de argamassa / Michelle Santos RodriguesCampinas, SP: [s.n.], 2008. |
|-------|---|
| | Orientador: Antonio Ludovico Beraldo Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola. |
| | 1. Argamassa. 2. Cinza de casca de arroz. 3. Cimento Portland. I. Beraldo, Antonio Ludovico. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Agrícola. III. Título. |

Título em Inglês: Characterization of residual ash from rice husk burning for mortar production Palavras-chave em Inglês: Mortar, Rice-husk ash, Portland cement Área de concentração: Construções Rurais e Ambiência Titulação: Mestre em Engenharia Agrícola Banca examinadora: Holmer Savastano Júnior e Lia Lorena Pimentel Data da defesa: 22/02/2008 Programa de Pós-Graduação: Engenharia Agrícola Este exemplar corresponde à redação final da **Dissertação de Mestrado** defendida por **Michelle Santos Rodrigues**, aprovada pela Comissão Julgadora em 22 de fevereiro de 2008, na Faculdade de Engenharia Agrícola da Universidade Estadual de Campinas.



À minha mamãe Luzinete e à minha irmã Jéssica.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Antonio Ludovico Beraldo, pela orientação, paciência, apoio, pela confiança em mim depositada e pelos conhecimentos transmitidos.

Ao Prof. Dr. Inácio Maria dal Fabbro, por sua ajuda, amizade, disposição e constante apoio.

Às técnicas Flávia e Gisleiva do Laboratório de Materiais e Estruturas da Faculdade de Engenharia Agrícola, pela amizade, carinho e auxílio na realização do programa experimental. Ao estagiário Robinho, pelo apoio na execução dos ensaios e por seu bom humor e entusiasmo por aprender coisas novas.

Ao CNPq, pela bolsa de estudos concedida.

Aos técnicos Chico, Rosália e Rosa, do Laboratório de Pós-colheita da FEAGRI, pelo apoio na realização de ensaios.

Aos técnicos Marçal, Marcelo, Ademir, Luciano e Rodolfo do Laboratório de Materiais da Faculdade de Engenharia Civil da UNICAMP, pela amizade, pelo apoio, sempre muito prestativos e pela possibilidade de utilização das instalações do laboratório.

Aos técnicos Reinaldo, Cipriano e Cleide do Laboratório de Solos da Faculdade de Engenharia Civil da UNICAMP, pela paciência, dedicação e apoio na realização de ensaios.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, e aos funcionários que auxiliaram desde a preparação das amostras até a utilização dos equipamentos.

Aos funcionários do Laboratório de Construções Rurais da FZEA-USP, Zaqueu, Ronaldo e, em especial, ao Sérgio pelo grande apoio prestado na realização dos ensaios. E ao Prof. Dr. Holmer Savastano Junior, por possibilitar a utilização das instalações do laboratório na FZEA-USP.

Ao técnico Miguel do Centro de Tecnologia da UNICAMP, na ajuda e realização dos ensaios.

Aos professores Wesley Jorge Freire, Antonio Ramirez, Gladis Camarini, pelo apoio e pela atenção na solução dos problemas.

Ao meu grande amigo estatístico Vinicius Rocha Bíscaro, pelo carinho, auxílio na análise estatística do trabalho, e por tornar a minha vida sempre mais alegre.

Aos funcionários Clemilton, Chicão, Luiz, José Maria e Leandro e aos funcionários do Campo Experimental da FEAGRI, pelo apoio.

Aos funcionários da Coordenadoria da Pós-graduação e da Coordenadoria da Graduação da FEAGRI, pela atenção dispensada.

vi

Aos funcionários Patrícia, Mara, Cibele, Elaine, Sônia, Tânia (SAE), Sarah e Márcia (DAC), Carmem, César e Rita (FEF) e para outros funcionários da Unicamp que sempre se disponibilizaram a ajudar-me desde que cheguei à universidade.

Aos amigos e colegas da pós-graduação: Lóris, Ana Paula, Elisângela, Davi, Alexey, Camila e Carlos Eduardo, pelo carinho, pela ajuda na solução de problemas, pelos bons momentos compartilhados durante essa etapa.

À empresa Broto Legal por fornecer a cinza de casca de arroz utilizada no trabalho.

À minha querida família que sempre fez o possível para que eu pudesse alcançar meus objetivos e sonhos, em especial à minha avó materna, mãe e irmã.

Aos amigos da Moradia Estudantil da UNICAMP que sempre se mostraram humanos e prestativos e principalmente por fazerem com que eu sempre me sentisse em casa aqui em Campinas. Em especial às minhas queridas companheiras da casa B10a: Núbia, Dayane, Flávia, Ana Emília e Mariana.

Ao meu namorado Sérgio, por me incentivar, por todo seu carinho, cuidado e amor.

Aos meus amigos que estão distantes, mas que estão sempre no meu pensamento.

A todos aqueles que contribuíram para a realização desse trabalho.

E a Deus, que me fez superar as dificuldades e seguir em frente.

Muito Obrigada.

SUMÁRIO

| | página |
|---|--------|
| LISTA DE FIGURAS | xi |
| LISTA DE TABELAS | xiv |
| RESUMO | xvi |
| ABSTRACT | xvii |
| 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA | 1 |
| 1.1 OBJETIVOS | 2 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 3 |
| 2.1 Resíduos Agroindustriais | 3 |
| 2.2 Arroz | 4 |
| 2.2.1 Produção de arroz | 4 |
| 2.2.2 Casca de arroz | 5 |
| 2.2.3 Cinza de casca de arroz | 6 |
| 2.2.3.1 Influência da moagem da cinza de casca de arroz na pozolanicidade | 9 |
| 2.2.3.2 Estudos sobre a avaliação da pozolanicidade | 10 |
| 2.2.3.2.1 Análise química | 11 |
| 2.2.3.2.2 Determinação de material vítreo | 12 |
| 2.2.3.2.3 Finura do material | 13 |
| 2.2.3.2.4 Resistência Mecânica - Índice de Atividade Pozolânica | 14 |
| 2.2.3.2.5 Avaliação da pozolanicidade pelo método da condutividade elétrica | 15 |
| 2.2.3.2.6 Formação de C-S-H (Silicato de Cálcio Hidratado) | 16 |
| 2.2.3.2.7 Liberação de calor através das reações de hidratação | 16 |
| 2.3 Ensaios não destrutivos – Velocidade do Pulso ultra-sônico (VPU) | 16 |
| 2.4 Ensaios de Envelhecimento - Durabilidade do material | 17 |
| 2.4.1 Envelhecimento Natural | 18 |
| 2.4.2 Envelhecimento Acelerado | 18 |
| 2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) | 18 |
| 2.6 Avaliação da compatibilidade química através das curvas de hidratação | 21 |
| 3 MATERIAL E MÉTODOS | 23 |
| 3.1 Material | 23 |
| 3.1.1 Cimento Portland de Alto forno – CPIII-RS-32 | 23 |

| 3.1.2 Cimento Portland de Alta resistência inicial – CPV-ARI-40 | 24 |
|--|----|
| 3.1.3 Agregado Mineral | 24 |
| 3.1.4 Água | 25 |
| 3.1.5 Cinza de casca de arroz com queima controlada | 25 |
| 3.1.6 Cinza de casca de arroz residual (CCA) | 27 |
| 3.1.6.1 Moagem da CCA | 28 |
| 3.1.6.2 Análise granulométrica das amostras de CCA residual | 30 |
| 3.1.6.3 Determinação da Área Específica da CCA pelo método Blaine | 34 |
| 3.1.6.4 Caracterização da cinza de casca de arroz residual (CCA 05) | 35 |
| 3.1.6.4.1 Análise granulométrica a laser | 35 |
| 3.1.6.4.2 Análise química | 35 |
| 3.1.6.4.3 Índice de Atividade Pozolânica - IAP | 36 |
| 3.1.6.4.4 Avaliação da Atividade Pozolânica – Método da condutividade elétrica | 37 |
| 3.2 Métodos | 39 |
| 3.2.1 Avaliação da compatibilidade química através de curvas de hidratação | 39 |
| 3.2.2 Composição da argamassa | 41 |
| 3.2.2.1 Traço das argamassas | 41 |
| 3.2.2.2 Moldagem dos corpos-de-prova | 42 |
| 3.2.2.3 Ensaio de Consistência da Argamassa – flow table | 42 |
| 3.2.2.4 Ensaio não destrutivo – Velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) | 43 |
| 3.2.2.5 Ensaio de Compressão Simples | 44 |
| 3.2.2.6 Determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido | 45 |
| 3.2.2.7 Ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) | 45 |
| 3.2.2.8 Durabilidade - Ensaios de Envelhecimento | 47 |
| 3.2.2.8.1 Esquema Experimental | 47 |
| 3.2.2.8.2 Ensaio de envelhecimento acelerado | 47 |
| 3.2.2.8.3 Ensaio de envelhecimento natural | 48 |
| 3.2.2.9 Análise Estatística | 50 |
| 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO | 53 |
| 4.1 Caracterização da cinza de casca de arroz residual (CCA 05) | 53 |
| 4.1.1 Caracterização Física - Análise granulométrica | 53 |
| 4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) – CCA 05 | 55 |
| 4.1.3 Caracterização Química | 56 |
| 4.1.4 Caracterização Mineralógica - Difração de Raios-X (DRX) | 57 |
| 4.2 Avaliação da pozolanicidade da cinza residual | 58 |

| 4.2.1 Índice de Atividade Pozolânica com o cimento (IAP) | 58 |
|---|-----|
| 4.2.2 Atividade Pozolânica - Método da condutividade elétrica | 59 |
| 4.3 Curvas do Calor de Hidratação das misturas com cinzas de casca de arroz e | |
| pastas de Cimento Portland | 60 |
| 4.4 Caracterização física e mecânica das argamassas | 64 |
| 4.4.1 Ensaio de consistência da argamassa no estado fresco – <i>flow table</i> | 64 |
| 4.4.2 Velocidade do Pulso ultra-sônico (VPU) através das argamassas | 65 |
| 4.4.3 Resistência mecânica à compressão simples das argamassas | 71 |
| 4.4.4 Correlação entre a tensão de ruptura e a velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) | 74 |
| 4.5 Análise Estatística | 74 |
| 4.5.1 Análise dos dados referentes à tensão de ruptura | 74 |
| 4.5.1.1 Laboratório – Tensão de ruptura | 74 |
| 4.5.1.2 Ambiente – Tensão de ruptura | 78 |
| 4.5.1.3 Imersão e Secagem – Tensão de ruptura | 82 |
| 4.5.2 Velocidade do Pulso Ultra-sônico (VPU) | 85 |
| 4.5.3 Densidade Aparente | 90 |
| 4.6 Microscopia Eletrônica de Varredura – Argamassa no estado endurecido | 93 |
| 5 CONCLUSÕES | 97 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 101 |
| ANEXOS | 109 |

LISTA DE FIGURAS

página

| Figura | 2.1 | Difração de raios-X de um material amorfo 1 | | | | | | | | |
|--------|---|---|----|--|--|--|--|--|--|--|
| Figura | 2.2 | Difração de raios-X de um material cristalino | 13 | | | | | | | |
| Figura | 2.3 | Micrografia de argamassa com casca de arroz. 200 X | 20 | | | | | | | |
| Figura | 2.4 | Micrografia de argamassa com casca de arroz. 2000 X | 20 | | | | | | | |
| Figura | 3.1 | Curva granulométrica da areia | 24 | | | | | | | |
| Figura | 3.2. | Casca de arroz. (a) recebimento (b) antes de ir à mufla para calcinação 2 | | | | | | | | |
| Figura | 3.3 | Mufla utilizada para queima das cascas de arroz (a) e detalhes internos | 26 | | | | | | | |
| | | (b) | 20 | | | | | | | |
| Figura | 3.4 | CCAC 06 ao sair da mufla (a) CCAC 06 depois da moagem (b) | 77 | | | | | | | |
| | | CCAC 24 ao sair da mufla (c) CCAC 24 depois da moagem (d) | | | | | | | | |
| Figura | 3.5 | Forno da indústria (a) indústria de beneficiamento de arroz (b) e (c) | 27 | | | | | | | |
| Figura | Figura 3.6 Cinza de casca de arroz residual gerada nos fornos da indústria de | | | | | | | | | |
| | | beneficiamento | 20 | | | | | | | |
| Figura | 3.7 | Moinho-de-bolas utilizado na moagem da CCA residual | 29 | | | | | | | |
| Figura | 3.8 | Cinza de casca de arroz residual utilizada nas argamassas | 30 | | | | | | | |
| Figura | 3.9 | Preparação da amostra para a análise granulométrica conjunta das | 21 | | | | | | | |
| | | cinzas | 51 | | | | | | | |
| Figura | 3.10 | Análise granulométrica conjunta | 32 | | | | | | | |
| Figura | 3.11 | Aparelho permeabilímetro de Blaine | 34 | | | | | | | |
| Figura | 3.12 | Produção das argamassas (a) sem CCA, (b) com CCA; (c) corpos-de- | 36 | | | | | | | |
| | | prova | 50 | | | | | | | |
| Figura | 3.13 | Equipamentos utilizados no ensaio de condutividade elétrica. (a) | | | | | | | | |
| | | balança analítica; (b) erlenmeyer com filtro; (c) célula; (d) | 37 | | | | | | | |
| | | condutivímetro; (e) agitador | | | | | | | | |
| Figura | 3.14 | Procedimento Experimental. (a) filtragem; (b) e (c) medição da | 20 | | | | | | | |
| | | condutividade | 30 | | | | | | | |

| Figura | 3.15 | Colocação do termopar (a), equipamento de aquisição de dados para | | | | | | | |
|--------|------|---|--|--|--|--|--|--|--|
| | | ensaio de curva de hidratação (b, c e d) | | | | | | | |
| Figura | 3.16 | Argamassadeira (a) moldagem dos corpos-de-prova (b) corpos-de-prova | | | | | | | |
| | | (c) | | | | | | | |
| Figura | 3.17 | Aparelho Ultrasonic Tester, com sensor exponencial de 45 kHz | | | | | | | |
| Figura | 3.18 | Ensaio de Compressão Simples | | | | | | | |
| Figura | 3.19 | EV LV JSM-5900 (a), porta amostras com amostra de CCA(b) e (c) | | | | | | | |
| Figura | 3.20 | Sputtering (a), câmara com porta amostras (b) | | | | | | | |
| Figura | 3.21 | Esquema experimental das argamassas produzidas com CCA | | | | | | | |
| Figura | 3.22 | Corpos-de-prova na estufa (a) e corpos-de-prova imersos na água (b) | | | | | | | |
| Figura | 3.23 | Corpos-de-prova protegidos em laboratório (a) e (b) | | | | | | | |
| Figura | 3.24 | Corpos-de-prova submetidos ao ensaio de envelhecimento natural (a) e | | | | | | | |
| | | (b) | | | | | | | |
| Figura | 4.1 | Curva Granulométrica da CCA 05 | | | | | | | |
| Figura | 4.2 | Cinza de casca de arroz moída, CCA 05 (aumento de 2000 X) | | | | | | | |
| Figura | 4.3 | Análise de EDS da CCA 05 | | | | | | | |
| Figura | 4.4 | Análise de DR-X da CCA 05 | | | | | | | |
| Figura | 4.5 | Curvas de variação de condutividade | | | | | | | |
| Figura | 4.6 | Curva de Hidratação das cinzas de casca de arroz com CPV-ARI-40 | | | | | | | |
| Figura | 4.7 | Curva de Hidratação das cinzas de casca de arroz com CPIII-RS-32 | | | | | | | |
| Figura | 4.8 | VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 28 dias | | | | | | | |
| Figura | 4.9 | VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 4 meses. | | | | | | | |
| Figura | 4.10 | VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 5 meses. | | | | | | | |
| Figura | 4.11 | VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo - ensaiadas aos 28 | | | | | | | |
| | | dias | | | | | | | |
| Figura | 4.12 | VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo - ensaiadas aos 4 | | | | | | | |
| | | meses | | | | | | | |
| Figura | 4.13 | VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo - ensaiadas aos 5 | | | | | | | |
| | | meses | | | | | | | |
| Figura | 4.14 | Resistência à compressão das argamassas protegidas em laboratório | | | | | | | |
| Figura | 4.15 | Resistência à compressão das argamassas expostas ao ambiente externo | | | | | | | |

| Figura | 4.16 | Resistência à compressão das argamassas - ciclos de imersão e | 73 |
|--------|------|--|-----|
| | | secagem | 15 |
| Figura | 4.17 | Variável Tensão para os diferentes níveis dos fatores Tempo e Teor | 77 |
| | | (exposição: laboratório) | 11 |
| Figura | 4.18 | Variável Tensão para os diferentes níveis dos fatores Tempo e Teor | 01 |
| | | (exposição: ambiente) | 81 |
| Figura | 4.19 | Variável Tensão para o fator Teor de substituição (imersão e | 0.4 |
| | | secagem) | 84 |
| Figura | 4.20 | VPU para diferentes tempos de exposição: médias dos corpos-de-prova | 87 |
| Figura | 4.21 | VPU para diferentes tipos de exposição: médias dos corpos-de-prova | 89 |
| Figura | 4.22 | VPU para diferentes teores de substituição: médias dos corpos-de-prova | 90 |
| Figura | 4.23 | Argamassa com 10% de CCA, condição de exposição: laboratório, | 0.4 |
| | | período de 4 meses (10000 X) | 94 |
| Figura | 4.24 | Argamassa com 20% de CCA, condição de exposição: imersão e | ~ ~ |
| | | secagem, 50 ciclos (500 X) | 95 |

LISTA DE TABELAS

| | | | pg | | | | | | | |
|--------|-----|--|----|--|--|--|--|--|--|--|
| Tabela | 2.1 | Teores de cinzas para diferentes resíduos agrícolas | 3 | | | | | | | |
| Tabela | 2.2 | Principais produtores de arroz na safra de 2007 | 5 | | | | | | | |
| Tabela | 2.3 | Composição química de CCAs, segundo vários autores | 8 | | | | | | | |
| Tabela | 2.4 | Classes de compatibilidade para as misturas de madeira-cimento | 22 | | | | | | | |
| Tabela | 3.1 | acterísticas do cimento CPIII-32-RS | | | | | | | | |
| Tabela | 3.2 | Cinzas produzidas na mufla | 26 | | | | | | | |
| Tabela | 3.3 | Amostras de cinzas, após o processo de moagem | 29 | | | | | | | |
| Tabela | 3.4 | Quantidade de material retido na peneira #200, após a | 22 | | | | | | | |
| | | lavagem | 55 | | | | | | | |
| Tabela | 3.5 | Diâmetro das partículas no ensaio da sedimentação | 33 | | | | | | | |
| Tabela | 3.6 | Superfície Específica - Método Blaine | 34 | | | | | | | |
| Tabela | 3.7 | Características da sílica ativa (Silmix) | 39 | | | | | | | |
| Tabela | 3.8 | Misturas e pastas do ensaio de curva de hidratação | 40 | | | | | | | |
| Tabela | 4.1 | Cinza de casca de arroz, granulometria a laser | 54 | | | | | | | |
| Tabela | 4.2 | nálise química da CCA 05 56 | | | | | | | | |
| Tabela | 4.3 | Resultados de resistência à compressão simples das argamassas do | 50 | | | | | | | |
| | | ensaio de Índice de Atividade Pozolânica | 39 | | | | | | | |
| Tabela | 4.4 | Resultados do ensaio de consistência das argamassas | 64 | | | | | | | |
| Tabela | 4.5 | VPU nas argamassas protegidas no laboratório - ensaiadas aos 28 | 65 | | | | | | | |
| | | dias | 05 | | | | | | | |
| Tabela | 4.6 | VPU nas argamassas protegidas no laboratório - ensaiadas aos 4 | 66 | | | | | | | |
| | | meses | 00 | | | | | | | |
| Tabela | 4.7 | VPU nas argamassas protegidas no laboratório - ensaiadas aos 5 | 67 | | | | | | | |
| | | meses | 07 | | | | | | | |
| Tabela | 4.8 | VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo - ensaiadas aos | 68 | | | | | | | |
| | | 28 dias | 00 | | | | | | | |

| Tabela | 4.9 | VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 4 | 60 |
|--------|------|---|-----|
| | | meses | 09 |
| Tabela | 4.10 | VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 5 | 70 |
| | | meses | 70 |
| Tabela | 4.11 | Análise dos p-valores para Tempo de Exposição (Laboratório) | 75 |
| Tabela | 4.12 | Análise dos p-valores para Teor de Substituição (Laboratório) | 76 |
| Tabela | 4.13 | Comparação entre os diferentes níveis do fator "Tempo" | |
| | | (Laboratório) | // |
| Tabela | 4.14 | Comparação entre os diferentes níveis do fator "Teor" (Laboratório) | 78 |
| Tabela | 4.15 | Análise dos p-valores para Tempo de Exposição (Ambiente) | 79 |
| Tabela | 4.16 | Análise dos p-valores para Teor de Substituição (Ambiente) | 80 |
| Tabela | 4.17 | Comparação entre os diferentes níveis do fator "Tempo" (Ambiente) | 81 |
| Tabela | 4.18 | Comparação entre os diferentes níveis do fator "Teor" (Ambiente) | 82 |
| Tabela | 4.19 | Análise dos p-valores para teor de substituição (Imersão e Secagem) | 83 |
| Tabela | 4.20 | Comparação entre os diferentes níveis do fator "Teor" (Imersão e | 0.4 |
| | | Secagem) | 84 |
| Tabela | 4.21 | ANOVA do elemento de análise Velocidade do pulso ultra-sônico | 96 |
| | | (VPU) | 80 |
| Tabela | 4.22 | Análise do fator Tempo de Exposição: parâmetro VPU – médias | 87 |
| Tabela | 4.23 | Análise do fator Tipo de Exposição: parâmetro VPU – médias | 88 |
| Tabela | 4.24 | Análise do fator Teor de Substituição: parâmetro VPU – médias | 89 |
| Tabela | 4.25 | ANOVA do elemento de análise Densidade aparente | 91 |
| Tabela | 4.26 | Análise do fator Tempo de Exposição: parâmetro Densidade – | 02 |
| | | médias | 92 |
| Tabela | 4.27 | Análise do fator Tipo de Exposição: parâmetro Densidade – médias | 92 |
| Tabela | 4.28 | Análise do fator Teor de Substituição: parâmetro Densidade - médias | 93 |

RESUMO

A casca de arroz, utilizada como fonte de energia em indústrias de beneficiamento de arroz, converte-se, depois da queima, em uma cinza com tonalidade escura e com alto teor de carbono. Esse resíduo, ainda sem um destino adequado, é muitas vezes depositado em grandes áreas abertas provocando um elevado impacto ambiental. Este trabalho teve como objetivo avaliar a viabilidade de utilização da cinza de casca de arroz (CCA) residual na produção de argamassas, como substituta parcial ao cimento, para uso nas construções rurais ou urbanas, como forma de aproveitamento desse resíduo.

A cinza de casca de arroz foi caracterizada por meio de análises químicas, tais como da análise de fluorescência de raios-X (composição química), análise do teor de carbono com a calcinação da cinza a mais de 1000 °C e difração de raios-X; também foi realizada análise granulométrica a laser, fornecendo a superfície específica, a massa específica e a dimensão média dos grãos da cinza. Para determinar qual seria a função da cinza na argamassa foram realizadas avaliações da pozolanicidade do material, por meio do ensaio de Índice de Atividade Pozolânica com cimento Portland (IAP) e pelo método rápido da condutividade elétrica. As argamassas foram produzidas e ensaiadas na forma de corpos-de-prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura (NBR 7215). Os ensaios físico-mecânicos realizados foram de resistência à compressão simples e ensaio não destrutivo (velocidade do pulso ultra-sônico - VPU); essas argamassas passaram por três diferentes tipos de exposição protegidas em laboratório, expostas em ambientes externos e submetidas a ciclos de imersão e secagem, de forma que fosse avaliada a durabilidade do material, no tempo máximo de 5 meses de exposição. Outros ensaios realizados foram o ensaio de curva de hidratação, proposto para a verificação da compatibilidade química entre o cimento e a cinza e a microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas argamassas em seu estado endurecido. Embora as argamassas tenham apresentado bom desempenho, os resultados indicaram que a cinza de casca de arroz residual utilizada, não possui pozolanicidade, porém podendo ser

utilizada em matrizes cimentícias como material inerte (efeito filler).

Palavras-chave: argamassa; cinza de casca de arroz residual; cimento Portland.

ABSTRACT

Rice husk, employed as energy source at milling industry in Brazil, after burning, generates a dark colored ash with high carbon content. This residue is not yet conveniently disposed, being currently dumped on large areas, causing high environmental impact. This research work intended to evaluate the applications of residual rice husk ashes (RHA) viability as a partial cement replacement at specific ratio for mortar production for urban and rural constructions.

Rice husk was chemically characterized through X-ray fluorescence, ashes calcination beyond 1000 °C, for carbon content determination, X-ray diffraction, laser granulometric analysis for specific surface, specific mass as well as for average particle size determinations. Pozolanicity analysis was carried to determine the ashes function and behavior with the pozolanic evaluation with Portland cement (IAP), and by the quick electrical conductivity method. Mortar specimens were molded as cylinder with 50 mm diameter and 100 mm height (Brazilian Standard NBR 7215).

The fisical-mechanic testing were compressive strenght and ultrasonic pulse velocity (UPV). Mortars specimens were submitted to three different expositions treatments as: protected in laboratory, exposed to the outside environment and submitted to immersion and drying cycles, to evaluate material durability at a maximum period of five month. Other tests were conducted: hydration curve determination was applied to check the chemical compatibility between cement and ashes and scanning electron microscopy (SEM) applied to the hardened mortars.

In despite of the mortar presenting good performance, this residual rice husk did not present pozolanicity, but it can be employed in cement matrices as inert material (filler effect).

Keywords: mortar; rice-husk ash; Portland cement.

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O Brasil situa-se entre os grandes produtores mundiais de arroz, com uma produção anual estimada em torno de 11,5 milhões de toneladas (IBGE-2007). Durante o processamento de uma tonelada de arroz *in natura* gera-se em torno de 200 kg de casca, a qual, por apresentar baixa densidade aparente, necessita de grandes áreas para seu armazenamento. A casca excedente é utilizada na maioria das vezes como combustível para gerar energia nas próprias indústrias de beneficiamento durante os processos de secagem e de parboilização dos grãos. Porém, ao ser queimada, essa casca gera grande quantidade de cinzas, pois após a queima completa, 20% da casca é convertida em cinza. Tal operação acarreta em um grave problema ambiental ocasionado pela deposição dessa cinza em grandes áreas abertas, gerando impactos ambientais, além do aumento na poluição do ar e do solo. Todo esse excedente torna-se um problema para as indústrias que o rejeitam, pois não há um destino adequado para esse resíduo.

Devido ao seu alto teor de óxido de silício, a cinza de casca de arroz é utilizada na fabricação de vidros, isolantes térmicos, tijolos prensados e materiais refratários. Entretanto, apesar das grandes possibilidades de aproveitamento e utilização deste resíduo, sua maior utilização ainda é na forma de aterro, que é uma solução insatisfatória tanto sob o ponto de vista ambiental como econômico (DELLA *et al.*, 2001).

Pensando nesse problema que é o descarte a céu aberto em grandes volumes da cinza de casca de arroz residual, surge o interesse de investigar a possibilidade de utilização desse material em matrizes cimentícias.

Nos últimos anos, as pesquisas com o uso da cinza de casca de arroz em argamassas e concretos (substituindo parcialmente o cimento Portland) vêm aumentando, gerando dessa forma grandes vantagens no campo técnico e no campo ambiental, pois dessa forma minimizase a emissão de CO_2 na atmosfera, durante a produção de cimento Portland.

A cinza de casca de arroz (CCA) residual é a cinza obtida quando a temperatura e a duração da queima não são controladas. Segundo alguns autores, esse tipo de cinza não atua como material pozolânico, ao ser utilizada junto ao cimento; conseqüentemente, a maior parte das pesquisas se concentra na avaliação das cinzas de cascas de arroz amorfas, cuja temperatura e duração de queima são controladas. Entretanto, alguns autores que trabalharam com esse tipo

de cinza, afirmam que quando a CCA é moída e resulta em um material muito fino, pode se tornar um material reativo. O grau de amorfismo da cinza é um quesito bastante importante ao se avaliar a pozolanicidade, pois quanto mais cristalino for o material, menor será sua reatividade (JOHN *et al.*, 2003). O amorfismo é um termo utilizado para representar o desarranjo da estrutura dos cristais; diz-se que um material é amorfo quando este não tem estrutura definida.

1.1. OBJETIVOS

O objetivo principal deste trabalho foi o de pesquisar a produção de argamassas com a substituição parcial do cimento pela CCA residual, ou seja, a cinza que passou pelo processo de queima sem que a temperatura e o tempo de queima fossem controlados. O intuito era de diminuir o consumo de cimento nas matrizes cimentícias e aproveitar um resíduo que se encontra disponível na natureza, e que ainda não tem uma destinação adequada na maioria das vezes.

Para a utilização da CCA junto ao cimento, foram verificadas as suas características físicoquímicas e foi realizada a avaliação de pozolanicidade da mesma, para assim conhecer qual seria a melhor forma de aproveitamento desse resíduo, como material pozolânico ou como material inerte, de preenchimento (filler).

Este trabalho propõe um estudo de CCA como forma de realizar o seu reaproveitamento e promover a redução de seu volume no armazenamento e, além disso, verificar uma possível utilização da CCA em argamassa destinada a obras de construções rurais e civis.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Resíduos Agroindustriais

Com o crescimento da população mundial verifica-se uma maior demanda de alimentos, e conseqüentemente são geradas grandes quantidades de resíduos agrícolas, que normalmente são jogados em rios ou lançados em depósitos a céu aberto, acarretando em contaminação do meio ambiente e prejuízos à saúde humana, principalmente quando tais resíduos são depositados em áreas urbanas (CORDEIRO, *et al.*2007).

O aproveitamento dos resíduos é uma necessidade cada vez maior no mundo, e o uso de biomassa na co-geração de energia elétrica é um ponto interessante, pois, quando esta é queimada, o CO_2 que é liberado na atmosfera volta para o ciclo de carbono da biosfera terrestre, podendo ser absorvido pelos vegetais no processo de fotossíntese (ZUCCO, 2007). Assim, o aproveitamento de resíduos agrícolas como materiais a serem utilizados em construções rurais e civis é interessante pelo ponto de vista econômico, tecnológico e ambiental, pois é uma forma alternativa de seqüestro ou da não emissão de carbono.

A casca de arroz é um dos resíduos agroindustriais mais abundantes, pelo elevado volume gerado e por sua baixa densidade. E dentre os principais cereais, é o que produz maior percentual de cinzas, seguido por bagaço de cana-de-açúcar, palha de arroz, folha de milho e folhas de sorgo (MEHTA, 1992). A Tabela 2.1 apresenta um comparativo dos teores de cinzas obtidos para diferentes resíduos agrícolas, segundo Cincotto e Kaupatez (1988) e Mehta (1992), citados por John *et al.* (2003).

| Produto | Cinza | Produto | Cinza |
|--------------------------|--------------|---------------------------------|-----------|
| | (% em massa) | | (% média) |
| Mehta (1992) | | Cincotto e Kaupatez (198 | 38) |
| Folha de trigo | 10,0 | Bagaço de cana-de-açúcar (seco) | 0,5 |
| Folha e talo de girassol | 11,0 | Amendoim | 3,0 |
| Folha de milho | 12,0 | Mamona | 9,0 |
| Folha de sorgo | 12,0 | Casca de arroz | 18,0 |
| Palha de arroz | 14,0 | | |
| Bagaço de cana-de-açúcar | 15,0 | | |
| (úmido) | | | |
| Casca de arroz | 20,0 | | |

Tabela 2.1 – Teores de cinzas para diferentes resíduos agrícolas

Fonte: John et al. (2003).

Com a necessidade crescente do aproveitamento de resíduos agroindustriais observa-se uma variedade muito grande de resíduos que estão sendo utilizados na indústria da construção, tais como a cinza do bagaço de cana-de-açúcar (FREITAS, 2005; MORALES *et al.*, 2007), cinza da palha de cana-de-açúcar (VILLAR-COCIÑA *et al.*, 2003), cinza de dejetos de suínos e cinza de cama sobreposta de suíno à base de casca de arroz (MARTELLO *et al.*, 2002; DI CAMPOS, 2005). Além desses resíduos observam-se também pesquisas com outros resíduos disponíveis regionalmente em grandes volumes.

Um desses exemplos é o estudo de aproveitamento da cinza do caroço do açaí como material pozolânico (CORDEIRO *et al.*, 2007), visto que este resíduo tem apresentado crescente aumento de volume no estado do Pará, com cerca de 200 toneladas/dia só na cidade de Belém, e também o aproveitamento da cinza da castanha do caju (LIMA *et al.*, 2007), cuja produção encontra-se concentrada nos estados do Ceará, Rio Grande do Norte e Piauí.

A utilização de resíduos agroindustriais buscando-se a obtenção de novos materiais para a construção civil se deve basicamente à necessidade de redução do custo da construção, pela elevada quantidade de matéria-prima de origem natural que se encontra disponível e pela preocupação com o esgotamento das reservas naturais de agregados convencionais (CINCOTTO, 1988).

2.2. Arroz

2.2.1. Produção de Arroz

Segundo dados do IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (2007), a produção de arroz no Brasil, na safra de 2006 foi de 11.505.327 toneladas de arroz em casca, sendo que a casca equivale a 20% da massa do grão (Tabela 2.2). A estimativa para a safra de 2007 foi de 11.042.612 toneladas, observando-se uma queda de 4,02% na produção.

O maior produtor nacional é o estado do Rio Grande do Sul, que respondeu por 59% da produção nacional em 2006; o segundo maior produtor foi o estado de Mato Grosso com 6,3% do total. No estado de São Paulo embora a produção tenha sido de apenas 82.800 toneladas de arroz (0,7% da produção nacional), considerada pequena em relação ao cenário nacional, o

resíduo gerado no beneficiamento do arroz em casca produz um impacto significativo quando é queimado e deixado a céu aberto, acarretando em uma acentuada poluição ambiental.

| Região | Produção (toneladas) | Produção Nacional (%) |
|--------------|----------------------|-----------------------|
| Norte | 939.413 | 8,17 |
| Nordeste | 1.109.130 | 9,64 |
| Sudeste | 278.192 | 2,42 |
| Sul | 8.039.434 | 69,88 |
| Centro Oeste | 113.8395 | 9,90 |
| BRASIL | 11.505.327 | 100,00 |

Tabela 2.2 – Principais produtores de arroz na safra de 2006.

Fonte: Grupo de Coordenação de Estatísticas Agropecuárias - IBGE (2007).

2.2.2. Casca de Arroz

A casca de arroz é um dos resíduos agroindustriais mais abundantes, constituindo-se de um material fibroso composto principalmente por celulose, lignina e resíduo orgânico (DELLA *et al.*, 2005). É um material de lenta decomposição na natureza (estimada em cerca de 5 anos), portanto, o acúmulo anual desse resíduo passa a ser um grave problema de descarte e deposição, e ocorre o mesmo com a cinza que é resultante de sua queima (ZUCCO, 2007). Além disso, quando depositada de forma inadequada devido ao seu acúmulo constante, pode ocorrer uma decomposição anaeróbica que produz gases poluentes (metano e óxido nitroso, que são danosos à camada de ozônio).

A casca representa cerca de 23% da massa do grão de arroz. Devido a sua alta dureza, fibrosidade, e natureza abrasiva, dela são obtidos produtos com baixa propriedade nutritiva, boa resistência ao desgaste e que geram muita cinza após a queima (FONSECA, 1999, citado por DELLA *et al.*, 2001).

Krishnarao *et al.* (2001) apontaram como constituintes químicos orgânicos presentes na casca de arroz, a celulose, a lignina, a D-xilose, ácido metilglucurônico e D-galactose. A composição básica da casca de arroz (em massa) é aproximadamente de 51% de carbono, 7%

de hidrogênio e 42% de oxigênio. Logo, se a casca de arroz for calcinada a baixas temperaturas (inferiores a 400 °C) resultará em cinzas com elevado teor de carbono.

O uso de biomassa como combustível em usinas termoelétricas tem se tornado constante com a crise de energia, minimizando assim a dependência em relação às hidrelétricas. Inclusive no sul do país a geração de energia elétrica através da biomassa vem ganhando forte impulso nos últimos anos, e várias usinas já instalaram termoelétricas que utilizam a casca de arroz como combustível para gerar vapor e energia (REGO *et al.*, 2006).

Devido ao seu alto poder calorífico (~16720 kJ/kg) e custo praticamente nulo, a casca de arroz vem cada vez mais substituindo a lenha empregada na geração de calor e vapor, necessários para os processos de secagem e parboilização dos grãos de arroz (DELLA *et al.*, 2001).

As beneficiadoras de arroz são as principais consumidoras da casca, empregando-a como combustível na própria industria (PRUDÊNCIO JR. *et al.*, 2003, citados por DI CAMPOS, 2005). Nessas indústrias, os próprios produtores acreditam que a casca de arroz produza mais energia do que a lenha.

A cinza que é gerada nesse processo, por sua vez, promove a poluição no solo, pois apresenta uma quantidade de carbono residual, poluente para o solo, além da concentração de óxidos alcalinizantes, CaO, MgO, K₂O, Na₂O, entre outros, que ao entrar em contato com a água, alcalinizam o meio aquoso (ZUCCO, 2007).

Esse produto, a cinza, pode até mesmo causar a silicose, uma doença que ataca os pulmões (COSTENARO e LIBÓRIO, 2003).

2.2.3. Cinza de casca de arroz (CCA)

As cinzas são subprodutos gerados por processos industriais ou agroindustriais, ou que se originam da queima de outros resíduos (LIMA *et al.*, 2007).

A cinza de casca de arroz residual é aquela produzida em processos de combustão, cujo objetivo é a geração de calor, durante o qual não se registra a temperatura e o tempo de exposição durante a queima, resultando CCAs residuais que não apresentam uniformidade em suas características (POUEY *et al.*, 2007).

Devido ao seu alto teor de óxido de silício, a CCA é utilizada na fabricação de vidros, isolantes térmicos, tijolos prensados, materiais refratários, bem como na produção de cimento

Portland e na forma de agregado em argamassas e concretos (SANTOS, 1997; FONSECA, 1999, citados por DELLA *et al.*, 2001).

O uso da CCA em concreto foi patenteado no ano de 1924, e após 1972, muitos pesquisadores se concentraram na utilização da CCA derivada de queima não controlada. (MEHTA, 1978; STROVEN *et al.*, 1999, citados por NAIR *et al.*, 2006). E desde então, diversas pesquisas têm sido realizadas com o uso da CCA em matrizes cimentícias, tanto aquela produzida com queima controlada quanto aquela à base de cinza de casca de arroz residual, obtida nos processos de beneficiamento de arroz.

Cook *et al.* (1977) constataram que a estrutura mineralógica das CCAs residuais depende de fatores tais como a temperatura, o tempo e a taxa de fluxo do ar e o processo de queima utilizado. Essas cinzas podem resultar em sílica no estado amorfo, quando são produzidas sob temperaturas relativamente baixas (inferiores a 600 °C) ou em estado cristalino, quando são submetidas a temperaturas mais elevadas.

Para a obtenção de CCAs reativas, Mehta e Monteiro (1994) recomendaram que a temperatura de calcinação variasse entre 500 °C e 700 °C, com duração necessária para que ocorresse a remoção completa do material orgânico.

Chopra *et al.* (2001), citados por Nair *et al.* (2006), relataram que para uma queima com temperatura acima de 700 °C, a sílica se encontra no estado amorfo, porém o tamanho dos cristais de sílica cresce com o período de queima. Alguns autores também relataram a possibilidade de ocorrer a cristalização da estrutura interna quando o material ficasse sujeito a maiores temperaturas, ou quando o tempo de calcinação fosse muito elevado.

A atividade pozolânica da CCA é caracterizada pela capacidade da sílica (em estado amorfo), presente em misturas com cimento ou cal, se solubilizar no meio alcalino promovido por eles, reagindo em solução com os íons de cálcio, liberados nas reações de hidratação do cimento, formando compostos estáveis (monossilicatos de cálcio) dotados de poder aglomerante (silicatos e aluminatos de cálcio). Assim, quanto maior for a quantidade de sílica amorfa, maior será a possibilidade de melhoria na resistência da argamassa (ZUCCO, 2007).

Dass (1983), citado por Rego *et al.* (2002), sugeriu que a atividade pozolânica da CCA diminui com o aumento da temperatura de queima. O autor afirmou que temperaturas acima de 900 °C levam à formação de formas cristalinas da cinza.

7

A tonalidade da CCA varia conforme as impurezas presentes e também de acordo com as condições de queima. As cinzas com alto teor de carbono tendem a ser pretas, como foi o caso da CCA utilizada por Zucco (2007), cinza resultante de processo industrial, com teor de carbono da ordem de 98%. As CCAs podem apresentar outras tonalidades, variando de cinza, branca, branco quase rosado até púrpura.

Os elementos mais comuns presentes na CCA são sódio, potássio, cálcio, magnésio, cobre, ferro, manganês e zinco. A composição química da cinza varia em função do solo em que o arroz foi plantado, dos tipos e teores de fertilizantes utilizados, bem como da variedade de arroz propriamente dita (HOUSTON, 1972, citado por DELLA *et al.*, 2005).

A Tabela 2.3 apresenta a composição química das CCAs, segundo vários autores. Até mesmo as CCAs residuais podem apresentar elevados teores de sílica na sua composição química. As cinzas com baixos teores de sílica apresentam elevado percentual de perda ao fogo, indicando cinzas mal queimadas e ainda com grande quantidade de carbono residual (POUEY *et al.*, 2007).

| Autor | Composição típica em óxidos (%) | | | | | | | | |
|-----------------|---------------------------------|-----------|-----------|-------|-------|------|-------------------|------------------|-------|
| | SiO ₂ | Al_2O_3 | Fe_2O_3 | MnO | MgO | CaO | Na ₂ O | K ₂ O | PF |
| Cook (1977) | 93,0 | 0,60 | 0,15 | nd | 0,42 | 0,43 | 0,04 | 1,05 | 2,77 |
| Cincotto (1988) | 94,7 | 0,09 | 1,46 | nd | 0,95 | 0,99 | 0,04 | 1,75 | 7,29 |
| Isaia (1995) | 78,6 | 2,30 | 2,3 | nd | 0,80 | 1,00 | 0,01 | 0,56 | 11,80 |
| Della (2001) | 72,1 | 0,30 | 0,15 | 0,15 | 0,70 | 0,43 | 0,50 | 0,72 | 24,3 |
| Qingge (2005) | 92,4 | 0,30 | 0,40 | 0,11 | 0,30 | 0,70 | 0,07 | 2,54 | 2,31 |
| Pouey (2006) | 85,1 | 0,339 | - | 0,062 | 0,331 | 0,57 | - | 2,09 | 11,00 |

Tabela 2.3. Composição química de CCAs, segundo vários autores.

Fonte: POUEY et al. (2007).

Em boa parte dos trabalhos realizados com o uso da CCA, os autores afirmaram que quanto menor for a granulometria da cinza, melhor será sua atividade pozolânica. Porém, Payá *et al.*, (2000), citados por Silva *et al.* (2003), obtiveram que à medida que o diâmetro médio das partículas da cinza diminui, a resistência à compressão da argamassa com ela confeccionada também tende a diminuir.

Segundo John *et al.* (2003), qualquer cinza vegetal predominantemente silicosa, que possa ser produzida na condição amorfa e com finura adequada, pode ser utilizada como adição mineral. Sua reatividade vai depender da composição química, fortemente influenciada pelo produto

que gerou a cinza, pelo tipo de solo e pelo processo de produção da cinza. Uma vez que contenham elevado teor de sílica, as cinzas podem vir a ser de utilização viável como adições minerais.

2.2.3.1. Influência da moagem da cinza de casca de arroz na pozolanicidade

Pouey *et al.* (2007), trabalhando com CCAs residuais moídas em três diferentes tipos de moinho, afirmaram que pelo fato de a CCA residual ser originada de diferentes processos de combustão, ela não é constituída essencialmente de sílica pura, necessitando, portanto, ser moída, para apresentar boa atividade pozolânica.

Os autores afirmam ainda que para que as CCAs possam ser empregadas como pozolanas devem ser submetidas a um processo de moagem. O moinho-de-periquito e o moinho agitador são os mais eficientes quanto à obtenção de menores granulometrias da cinza, pois as cinzas moídas nestes moinhos apresentaram índice de atividade pozolânica (IAP) superiores às cinzas moídas no moinho-de-bolas. Com o uso do moinho-de-periquito e do moinho agitador foram obtidas cinzas com diâmetros (50% passantes) inferiores a 10 µm, que é um tamanho considerado ideal por vários autores para a utilização da cinza como adição mineral.

Porém, o processo de moagem em moinho-de-bolas por via seca é bastante empregado por diversos autores (REGO *et al.*, 2006; POUEY *et al.*, 2007), resultando na obtenção de partículas com diâmetros médios variáveis.

Santos (1997), citado por Pouey *et al.* (2007), utilizou CCAs residuais em seus trabalhos e verificou que diferentes tempos de moagem levaram à obtenção de diferentes áreas superficiais do material, concluindo que cada CCA produzida por um determinado processo de queima necessita de um tempo de moagem ótimo para atingir maior pozolanicidade.

Rego (2006), utilizando moinho-de-bolas, selecionou amostras de CCAs e adotou cinco diferentes tempos de moagem (1 h, 3 h, 5 h, 10 h e 20 h), gerando, assim, cinco diferentes *granulometrias (distribuição em tamanho das partículas)* para a mesma CCA.

Weber (2001), citado por Pouey *et al.* (2007), utilizou moinho-de-bolas em suas pesquisas, com diferentes tempos de moagem, de 2 h, 4 h, 6 h, 12 h, 18 h e 24 h. Os resultados mostraram que a partir de 12 h de moagem, as variações na redução do diâmetro médio e no aumento da área superficial e da massa específica, foram muito pequenas.

Vieira *et al.* (2005) trabalharam com moagem de CCA de diferentes teores de amorfismo e necessitaram de diferentes tempos de moagem para obter o mesmo diâmetro médio. Os autores concluíram que é necessário utilizar-se de diferentes tempos de moagem para a cinza, de acordo com o tratamento térmico que foi utilizado no processo de combustão; durante a queima, ocorrem transformações estruturais que influenciam na facilidade de moagem e em outras características da CCA, como a atividade pozolânica, por exemplo.

2.2.3.2. Estudos sobre a avaliação da pozolanicidade

Sendo o cimento Portland um produto relativamente caro, surge a necessidade de se empregar materiais alternativos, junto ao cimento, tais como: escória, a cinza volante, sílica ativa, CCA, como adições minerais, produzindo assim concretos e argamassas mais econômicos e que, no entanto, apresentem um bom desempenho mecânico.

As adições minerais são materiais com propriedades pozolânicas, que podem ser empregadas de duas distintas formas: como substituição de parte do cimento, para redução de custos, ou como adição em percentuais variáveis em relação à massa do cimento, geralmente com o uso concomitante de aditivos superplastificantes (REGO *et al.*, 2002).

Mehta e Monteiro (1994), ao classificarem as adições minerais para o concreto, dividiram a CCA em duas categorias de pozolanas: *altamente reativa* - quando queimada em processo controlado e constituída essencialmente de sílica pura, na forma não cristalina e em estrutura celular (amorfa), e *pouco reativa* - quando queimada em campo, constituída essencialmente de silicatos cristalinos e somente uma pequena quantidade de matéria não cristalina, indicando que esse material deve ser moído e reduzido a um pó muito fino, para poder desenvolver certa atividade pozolânica.

Segundo a NBR 12653 (Materiais Pozolânicos), pozolana é um material que por si só possui pouca ou nenhuma atividade cimentícia, mas que quando finamente moída e na presença de água, reage com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades cimentantes. A norma estipula o valor mínimo de 75% de índice de atividade pozolânica (IAP) para a qualificação do material como pozolana. E, além disso, a quantidade de óxido de silício, óxido de alumínio e óxido de ferro do material deve totalizar pelo menos 70%.

Além do efeito químico, atribuem-se às pozolanas um efeito físico, de preenchimento de vazios que contribui para o aumento da resistência dos cimentos (JOHN *et al.*, 2003). De acordo com a bibliografia estudada, para avaliar a pozolanicidade de um material se faz necessário o uso de métodos químicos, físico-mecânicos, e também da análise de sua microestrutura. Serão citados e adotados neste trabalho alguns desses métodos para avaliar a CCA residual.

2.2.3.2.1. Análise química

Para saber se um material desenvolve alguma atividade pozolânica é necessário fazer uma análise química completa do mesmo; no entanto, o resultado obtido pode não ser suficiente para classificar um material como sendo uma pozolana.

Para a realização dessa análise, um método espectroscópico bastante utilizado é a fluorescência de raios-X. Por meio dele são determinados os teores de óxidos de silício, de cálcio, de ferro e de alumínio e de anidrido sulfúrico.

O silício deve ser o elemento predominante em uma pozolana. Cincotto e Kaupatez (1988), citados por John *et al.* (2003), afirmaram que o teor mínimo de SiO₂ nas pozolanas consideradas reativas é de 44%.

Um outro fator importante é o teor de carbono do material, pois o carbono não participa das reações de hidratação, logo, quanto maior for o teor de carbono, menor será o teor de pozolana disponível para a reação.

Alguns autores afirmaram que o teor máximo de carbono deva ser de 12%; porém, Mehta (1992) relatou o emprego de pozolanas com até 18%. Quanto maior for o teor de carbono, mais escura será a mistura obtida, podendo assim prejudicar a comercialização do produto (pozolana), uma vez que com seu emprego poderá ocorrer mudança na coloração do produto final. Para a verificação do teor de carbono, pode-se utilizar o método da calcinação adotando-se temperaturas superiores a 1000 °C, determinando assim a quantidade de CO₂ liberado; outra forma de determinação do teor de carbono é por meio da calcinação à temperatura de 400 °C, até obter-se constância de massa.

Teores elevados de Na e K não são desejáveis em algumas aplicações, pois podem causar o surgimento de eflorescência ou ocasionar a reação álcali-agregado. Mehta (1992) relatou a utilização de CCA com teor de K₂O entre 1% e 5%.

Segundo Della *et al.* (2001), os óxidos K_2O , CaO e P_2O_5 são considerados fundentes e formadores de fases vítreas, pois tendem a baixar o ponto de fusão. Nakata *et al.* (1989), citados por Della *et al.* (2001), afirmaram que o potássio contido na CCA acelera tanto a fusão das partículas quanto a cristalização da sílica amorfa em cristobalita, por diminuir o ponto de fusão do material.

2.2.3.2.2. Determinação de material vítreo

O teor de vidro no material pode ser avaliado por meio da difração de raios-X. Esse método permite avaliar se o material é amorfo ou cristalino. Quanto mais cristalino for o material, menor será sua reatividade (JOHN *et al.*, 2003). O amorfismo é um termo utilizado para representar o desarranjo da estrutura dos cristais (VIEIRA *et al.*, 2005).

Os materiais que contem vidro silicoso apresentam um halo centrado em torno de $22^{\circ} 2\theta$, mas podem estar sobrepostos picos de diferentes formas cristalinas da sílica, como por exemplo, o quartzo (26,6° e 20,8° 2 θ) e a cristobalita (21,9° 2 θ).

A Figura 2.1 apresenta um difratograma de uma amostra de CCA amorfa, enquanto que a Figura 2.2 apresenta o difratograma de uma CCA residual, obtida no processo industrial de beneficiamento do arroz. Observam-se picos de cristobalita (indicado pelo ponto 1) e quartzo (indicado pelo ponto 2) na amostra.



Figura 2.1. Difração de raios-X de um material amorfo.

Fonte: DELLA et al. (2001).



Figura 2.2. Difração de raios-X de um material cristalino. Fonte: NAIR et al. (2006).

2.2.3.2.3. Finura do material

No estudo de pozolanas torna-se fundamental caracterizar a finura do material empregado. Alguns métodos adotados são a granulometria a *laser*, a obtenção da área especifica por absorção de nitrogênio (BET - *Brunauer, Emmett e Teller*), o ensaio de Blaine, ou até mesmo a estimativa grosseira por meio da fração retida na peneira #200 (com abertura de malha 0,075mm).

O método Blaine é bastante utilizado para ensaios em cimento, mas ao se trabalhar com pozolanas de origem vegetal pode se tornar inadequado, visto que sua morfologia é mais complexa; assim, o método não é sensível para o caso de materiais com áreas especificas elevadas, sendo mais aconselhável, nesse caso, o método BET (JOHN *et al.*, 2003).

Alguns autores consideram que partículas com dimensões abaixo de 15 μ m apresentam atividade pozolânica (ISAIA, 1995, citado por JOHN *et al.*, 2003). Recomenda-se que a quase totalidade das partículas pozolânicas se encontre abaixo da peneira 0,035 mm, ou com Blaine superior a 3000 cm²/g.

A finura é muito importante ao caracterizar o material, pois o mesmo sendo um material fino, preenche os vazios, apresentando o efeito secundário de filler. Com esses dois efeitos, efeito físico (filler) e químico, um material pozolânico substitui o cimento com vantagem, desde que não implique em aumento da relação água-cimento; quanto mais fino for o material, maior será a quantidade de água requerida na mistura.

2.2.3.2.4. Resistência Mecânica - Índice de Atividade Pozolânica

Esse ensaio é a medida da atividade pozolânica por meio da resistência mecânica obtida após a cura úmida de uma mistura da pozolana com uma fonte de cálcio, que pode ser o cimento Portland, de acordo com o ensaio da NBR 5752, ou a cal hidratada, de acordo com o ensaio da NBR 5751. O objetivo é o de avaliar o potencial de utilização do material como adição aos cimentos Portland.

O ensaio com a mistura cimento-pozolana consiste na produção de dois tipos de argamassas; a primeira é constituída basicamente de cimento, areia e água, traço 1:3 (aglomerantes: agregado) e a segunda constituída de cimento, pozolana, areia e água, com 35% do volume do cimento substituído por pozolana. São produzidos corpos-de-prova cilíndricos de 5 cm de diâmetro e 10 cm de altura, os quais, após serem desmoldados, são submetidos a cura térmica (de acordo com a NBR 5752) e ensaiados à compressão simples aos 28 dias. A eficiência da pozolana é avaliada pela relação entre essas duas resistências, sendo que a mistura com

pozolana deve apresentar resistência superior a 75% da resistência da argamassa com o cimento Portland empregado (utilizada como referência).

2.2.3.2.5. Avaliação da pozolanicidade pelo método da condutividade elétrica

As pozolanas são incorporadas como adições reativas ao cimento Portland devido à sua capacidade de reagir com a cal, originada principalmente durante a hidratação do aglomerante. A avaliação da atividade pozolânica de um material tem motivado o desenvolvimento de numerosos métodos, e esta diversidade se deve ao fato de que a reação pozolana-cal (ou cimento) ainda não é muito bem compreendida. A pozolanicidade é um termo ainda muito complexo, devido à existência de diferentes mecanismos da interação pozolana-CH (hidróxido de cálcio) e à variação considerável na natureza dos materiais que apresentam essa propriedade (VILLAR-COCIÑA *et al.*, 2003).

O desenvolvimento da reação pozolana-CH provoca a formação de produtos insolúveis, pois diminui a concentração de hidróxido de cálcio na solução. Como conseqüência, ocorre uma variação da condutividade elétrica, cuja rapidez de mudança depende da maior ou menor reatividade da pozolana.

Raask e Bhaskar (1975), citados por Villar-Cociña *et al.* (2003), foram os primeiros a propor um método para avaliar a atividade pozolânica medindo a condutividade elétrica.

Luxan *et al.* (1989) desenvolveram um método rápido e simples de efetuar-se avaliação indireta da atividade de pozolanas naturais. Com esse método mede-se a condutividade elétrica de uma suspensão de CH-pozolana.

Luxan *et al.* (1997), citados por Villar-Cociña et al. (2007), avaliaram a atividade pozolânica da CCA aplicando o método de Luxan, encontrando uma boa correlação entre o conteúdo de sílica não cristalina em amostras de CCA e a variação da condutividade elétrica em suspensões de CCA e soluções saturadas de cal.

Esses métodos avaliam a atividade pozolânica sob um aspecto qualitativo do comportamento desses materiais pozolânicos.

Villar-Cociña *et al.* (2007) desenvolveram um modelo matemático que permite descrever a cinética da reação pozolânica; efetua-se a leitura da condutividade elétrica nos experimentos e esta é correlacionada com a concentração de CH.

2.2.3.2.6. Formação de C-S-H (Silicato de Cálcio Hidratado)

Taylor (1997), citado por John *et al.*, 2003, afirmou que a identificação da fase C-S-H formada com base em misturas cal-pozolana, através da análise por difração de raios-X, é um indicativo claro de atividade pozolânica. Essa fase é identificada por pico difuso característico, centrado em torno de 29,3° 2 θ .

A atividade pozolânica é uma reação com hidróxido de cálcio; assim, o progresso da hidratação da pozolana implica na redução do teor dessa fase da mistura. Essa redução também pode ser verificada em uma análise por difração de raios-X, observando-se a variação na intensidade dos picos principais em 34° e 18° 2θ.

2.2.3.2.7. Liberação de calor através das reações de hidratação

As reações de hidratação podem ser acompanhadas por um calorímetro semi-adiabático ou pelo calorímetro de Langavant, onde a liberação do calor no decorrer da hidratação é determinada.

No caso de materiais pozolânicos, a reação de hidratação é lenta e a taxa de elevação de calor é muito baixa. Por isso seu efeito na evolução da liberação do calor somente se torna interessante quando a pozolana é combinada com o cimento, pois este promove o desenvolvimento da resistência nas primeiras idades, além de favorecer as reações pozolânicas, pela liberação de calor de hidratação (JOHN *et al.*, 2003; ZUCCO, 2007).

2.3. Ensaios não destrutivos – Velocidade do Pulso ultra-sônico (VPU)

A avaliação não destrutiva é definida como sendo a ciência de identificação das propriedades físicas e mecânicas de uma peça de determinado material sem alterar suas capacidades de uso (ROSS *et al.*, 1998).

Os materiais à base de cimento constituem um meio heterogêneo, do qual não se conhece adequadamente a evolução da resistência ao longo do tempo; no entanto, o uso de métodos

não destrutivos, como o da impulsão ultra-sonora permite efetuar o acompanhamento das mudanças estruturais no seio do compósito, de forma rápida e eficiente (BERALDO, 1999).

A metodologia do ensaio não destrutivo pelo método do ultra-som baseia-se em pulsos longitudinais, ondas de solicitações elásticas, que são gerados por um transdutor eletroacústico que é fixo diretamente na superfície do concreto submetido ao ensaio. Após atravessar o material, os pulsos são recebidos e convertidos em energia elétrica por um segundo transdutor (STANCATO, 2006).

A partir da velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) é possível efetuar o acompanhamento temporal do estágio de endurecimento do material. A análise da evolução da VPU ao longo do tempo permite detectar efeitos deletérios causados pela presença de matéria-prima incompatível com o cimento, ou de adições que modifiquem acentuadamente a pega e o endurecimento do aglomerante. Na grande maioria dos casos, a VPU apresenta boa correlação com a resistência mecânica do material (BERALDO e VIEIRA, 2003).

2.4. Ensaios de Envelhecimento - Durabilidade do material

Com o uso de novos materiais e de novas tecnologias, se faz necessária a avaliação do ciclo de vida destes materiais e o conhecimento dos processos de degradação. Conseqüentemente, o ensaio de durabilidade do material torna-se uma importante ferramenta, para avaliar o desempenho de pastas e argamassas não convencionais.

Segundo John (1987), citado por Mesa Valenciano (2004), durabilidade é a capacidade que um produto possui de manter suas condições de serviço durante o tempo para qual foi projetado e construído. Pode ser avaliada pelo seu tempo de vida em anos ou pela sua resistência a agentes que afetem seu desempenho.

A durabilidade de um material cimentício encontra-se relacionada com a sua resistência mecânica e também com a sua permeabilidade (PIMENTEL, 2004).

Os ensaios de durabilidade devem incluir a exposição dos corpos-de-prova às condições de laboratório ou de campo, para acompanhamento das mudanças que possam ocorrer durante sua vida útil (RILEM, 1996, citado por MESA VALENCIANO, 2004).

2.4.1. Envelhecimento Natural

Existem ensaios de durabilidade nos quais se analisa o comportamento de algumas propriedades do material ao longo do tempo, sob a ação das condições climáticas de um determinado local. São produzidos lotes de corpos-de-prova os quais são colocados em dispositivos que lhes proporcionam a mesma orientação e inclinação, de forma que todos tenham a mesma incidência de luz solar, chuvas e ventos. Os corpos-de-prova são ensaiados nas idades determinadas, sendo verificadas características de resistência mecânica, absorção d'água e permeabilidade. Os resultados obtidos são comparados a testemunhos que não foram expostos a intempéries (PIMENTEL, 2004).

Segundo Gram (1984), citado por Mesa Valenciano (2004), o envelhecimento natural dos materiais depende das condições do local de exposição, tais como, índice pluviométrico, temperaturas máxima e mínima e umidade relativa do ar. Os componentes devem ser ensaiados do modo como são aplicados na prática. O autor afirmou que a carbonatação do hidróxido de cálcio presente na matriz ajuda a reduzir a alcalinidade, porém, torna-se responsável pela retração e, conseqüentemente, pela fissuração do material.

2.4.2. Envelhecimento Acelerado

Existem também os ensaios de envelhecimento acelerado, em que os corpos-de-prova são submetidos a ciclos de imersão e secagem, podendo sofrer ou não a ação de agentes químicos e da temperatura. Após uma série de ciclos, onde cada ciclo compreende o período de 24 h (**UNE EN 494**), os corpos-de-prova têm suas características físicas e mecânicas determinadas e comparadas àquelas do material que sofreu envelhecimento natural ou àquelas do material que não sofreu envelhecimento acelerado.

2.5. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise microestrutural é usada para explicar as principais propriedades dos materiais polifásicos, a partir de sua estrutura. Possíveis descontinuidades, tais como poros ou fissuras,

interferem no comportamento mecânico e na durabilidade do material (SAVASTANO JR, 1992, citado por PIMENTEL, 2004).

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um aparelho que permite a observação e a análise da superfície de amostras espessas através de imagens tridimensionais. Esse equipamento é basicamente constituído por uma coluna (canhão de elétrons, lentes condensadoras e lente objetiva), câmara de vácuo, detectores de sinais (elétrons secundários, elétrons retroespalhados e raios-X), sistema de vácuo com porta-amostras e sistema de visualização da imagem. Depois de gerado no canhão, o feixe de elétrons é diminuído pelas lentes eletromagnéticas e focalizado em uma região da amostra, onde acontecem as interações dos elétrons do feixe com a amostra. A partir daí os sinais são formados e captados pelos detectores, de acordo com sua natureza.

Di Campos (2005) utilizou o MEV em seu trabalho para observar a morfologia das partículas de CCA de cama sobreposta de suínos, e pôde assim observar o formato dos grãos de cinzas calcinadas em diferentes temperaturas.

Jauberthie *et al.* (2003), ao pesquisarem as propriedades do cimento com casca de arroz, fizeram uso da MEV para mostrar a distribuição da sílica na casca de arroz. Utilizaram a micro-análise de EDS (análise de energia dispersiva), para observar as mudanças físico-químicas ocorridas na argamassa. Para isso, foi necessário antes de submeter as amostras à MEV, fazer a análise de difração de raios-X da argamassa em seu estado endurecido, pois assim foi possível conhecer os compostos presentes na argamassa, resultantes do processo de hidratação do cimento. A Figura 2.3 apresenta a pasta de cimento em contato com as células da casca de arroz; na Figura 2.4 estão apresentadas a pasta de cimento, placas de portlandita, agulhas de etringita e a formação esponjosa de C-S-H.


Figura 2.3. Micrografia de argamassa com casca de arroz. 200 X.

Fonte: Jauberthie et al. (2003).



Figura 2.4. Micrografia de argamassa com casca de arroz. 2000 X. Fonte: Jauberthie *et al.* (2003).

2.6. Avaliação da compatibilidade química através das curvas de hidratação

Segundo Sandermann *et al.* (1960), o cimento Portland apresenta uma temperatura de hidratação elevada, que pode chegar até 80 °C (dependendo do tipo de cimento); no entanto, na presença de retardadores de pega, tais como taninos, glicose, amido, a hidratação é rapidamente interrompida, ficando a temperatura em torno de 28 °C.

Hofstrand *et al.* (1984), citados por Stancato (2006), desenvolveram uma equação (Equação 1), a partir de dados de temperatura, que define uma metodologia para o cálculo de um índice inibitório (*I*) na pega do cimento em matrizes cimentícias à base de resíduos vegetais. Essa equação é definida por:

$$I = 100 \cdot \left(\frac{t_2 - t_{2}}{t_{2}}\right) \cdot \left(\frac{T'_2 - T_2}{T_{2}}\right) \cdot \left(\frac{S_{2} - S_2}{S_{2}}\right)$$
(1)

Onde:

 t_2 é o tempo necessário para alcançar a temperatura máxima de hidratação (referente à mistura do cimento com o resíduo que o inibe);

t'₂ é o tempo necessário para alcançar a temperatura máxima de hidratação (referente à pasta de cimento e água);

 T_2 é a temperatura máxima de hidratação (referente à mistura);

 T'_2 é a temperatura máxima de hidratação (referente à pasta);

 S_2 é a inclinação máxima da curva exotérmica (referente à mistura);

S'₂ é a inclinação máxima da curva exotérmica (referente à pasta).

Sandermann e Kholer, citados por Stancato (2006), sugeriram que biomassas altamente compatíveis, quando misturas com o cimento, devem apresentar temperatura superior a 60 °C, enquanto que as biomassas incompatíveis não devem exceder a temperatura de 50 °C.

Hachmi *et al*, citados por Stancato (2006), definiram o fator *CA* como sendo a razão entre a área formada abaixo da curva de hidratação entre o resíduo e o cimento, em relação à pasta pura, com intervalo de integração correspondente ao período de 24 h. A variação desse fator

determina o grau de compatibilidade do resíduo, podendo ser propostas três classes de compatibilidade, que estão apresentadas na Tabela 2.4.

| Variação do Fator CA | Classes de Compatibilidade |
|--------------------------|-----------------------------------|
| Fator CA superior a 68% | Material compatível |
| Fator CA entre 28% e 68% | Material moderadamente compatível |
| Fator CA inferior a 68% | Material incompatível |

Tabela 2.4. Classes de compatibilidade para as misturas de madeira-cimento.

Fonte: Stancato (2006), extraído de Hachmi e Moslemi (1989).

Para a análise do grau de compatibilidade química da mistura entre o cimento e as CCAs as metodologias utilizadas serão baseadas no valor da temperatura máxima obtida, no cálculo do índice de inibição e no fator CA (correspondente à razão entre as áreas abaixo das curvas das misturas com cinza e pasta pura).

Stancato (2006) afirmou que nenhuma das metodologias é totalmente confiável quando utilizadas separadamente, porém, os resultados obtidos se complementam.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Material

No que se refere à produção de argamassas à base de cimento Portland e cinza de casca de arroz, foram utilizados os seguintes materiais:

3.1.1. Cimento Portland de Alto forno - CPIII-RS-32

O cimento empregado na produção de argamassas foi o cimento Portland de alto forno (CP-III-RS-32), da marca Votoran. A produção desse tipo de cimento apresenta menor emissão de CO_2 na atmosfera, já que é composto de 35% a 70% de escória de alto forno e, conseqüentemente, em sua produção ocorre um menor impacto ambiental. Além disso, esse cimento está sendo bastante utilizado atualmente nas construções em geral. Este cimento possui baixo calor de hidratação e é resistente a sulfatos; logo, seu uso é aconselhável em ambientes agressivos. Suas características físicas, químicas e mecânicas estão apresentadas na Tabela 3.1.

| ENSAIOS QUÍMICOS - CPIII-32-RS | | | | | |
|---|-------|--------------------|---------------|------|------|
| Item de controle | Média | Unid. | Desvio Padrão | Mín. | Máx. |
| Perda ao Fogo | 2,19 | % | 0,13 | 2,06 | 2,55 |
| MgO | 4,79 | % | 0,46 | 4,09 | 5,59 |
| SO ₃ | 1,63 | % | 0,11 | 1,44 | 1,82 |
| CO ₂ | - | - | - | - | - |
| Resíduo Insolúvel | 0,68 | % | 0,16 | 0,52 | 1,11 |
| ENSAIOS FÍSICOS E MECÂNICOS - CPIII-32-RS | | | | | |
| Resist. à Compressão - 1 dia | - | - | - | - | - |
| Resist. à Compressão - 3 dias | 20,5 | MPa | 0,54 | 19,7 | 21,5 |
| Resist. à Compressão - 7 dias | 29,5 | MPa | 0,51 | 28,8 | 30,5 |
| Resist. à Compressão - 28 dias | 41,4 | MPa | 0,49 | 40,5 | 42,0 |
| Finura # 200 (mesh) | 0,5 | % | 0,13 | 0,3 | 0,8 |
| Finura # 325 (mesh) | 5,8 | % | 0,93 | 4,5 | 8,2 |
| Blaine | 3506 | cm ² /g | 60,09 | 3400 | 3590 |
| Tempo de pega (início) | 4:09 | h:min | 0,01 | 3:55 | 4:25 |
| Tempo de pega (fim) | 5:19 | h:min | 0,01 | 5:05 | 5:35 |
| Água de Consistência | 26,9 | % | 0,17 | 26,6 | 27,3 |
| Expansibilidade a quente | - | - | - | - | - |

Tabela 3.1 – Características do cimento CPIII-32-RS.

Fonte: Cimentos Votoran (contato direto com fornecedor).

Este cimento tem como massa específica real 3,09 g/cm³, e atende os requisitos especificados na norma NBR 5735 (Cimento Portland de Alto Forno).

3.1.2. Cimento Portland de Alta resistência inicial – CPV-ARI-40

Foi empregado o cimento Portland de alta resistência inicial (NBR 5733), da marca Votoran, para a realização do ensaio de curva de hidratação e também para a determinação da atividade pozolânica com o cimento Portland – IAP (NBR 5752).

Este cimento apresenta Blaine de 4975 cm²/g, e com finura 0,7% de material retido na peneira # 400 (mesh). A resistência à compressão simples (média) aos 28 dias é de 55 MPa (Fonte: Cimentos Votoran).

3.1.3. Agregado Mineral

O agregado utilizado foi a areia natural proveniente do leito de rio. Foi feita sua análise granulométrica de acordo com a norma NBR 7217 (Agregados: Determinação da composição granulométrica), utilizando-se de um agitador mecânico de peneiras, da marca Solotest. A Figura 3.1 apresenta a curva granulométrica da areia utilizada. O diâmetro máximo foi igual a 2,38 mm e o módulo de finura foi de 2,20 (classificação: areia fina, segundo NBR 7211).



Figura 3.1. Curva granulométrica da areia.

3.1.4. Água

A água destilada foi utilizada no ensaio de avaliação de pozolanicidade pelo método de condutividade elétrica, e na análise granulométrica conjunta (NBR 7181: Solo - Análise Granulométrica). Nos demais ensaios utilizou-se água potável fornecida pela rede pública.

3.1.5. Cinza de casca de arroz com queima controlada

Para a obtenção desta cinza, utilizou-se casca de arroz oriunda de Santa Catarina (Figuras 3.2a. e 3.2b).

Foi produzida em laboratório uma cinza com temperatura e tempo de queima controlados, com o intuito de avaliar como a CCA poderia interferir no processo de hidratação do aglomerante, por meio de avaliação da curva de hidratação, e comparar os resultados com aqueles obtidos a CCA residual. Porém, essa cinza (de queima controlada) não foi utilizada na produção das argamassas.



Figura 3.2. Casca de arroz. (a) recebimento (b) antes de ir à mufla para calcinação.

Para a realização da queima da casca de arroz, foi utilizado um forno do tipo "mufla", com dimensões 14 cm x 11 cm x 20 cm e temperatura máxima de 1200 °C, como mostram as Figuras 3.3a. e 3.3b.

Durante cada queima, eram colocadas 55 g de casca de arroz em cadinhos de porcelana e, em seguida, a mufla era ligada, com taxa de aquecimento de 10 °C/min. A casca era então

queimada durante o período estipulado e terminando o período de queima o material passava por um resfriamento natural e, em seguida, era retirado da mufla. Durante cada queima foram obtidos 10 g de cinza, pois o forno apresentava pequenas dimensões.

Os primeiros testes foram realizados com a temperatura de queima por volta de 550 °C e 600 °C, conforme relatado por alguns autores (Mehta, 1992; Isaia, 1995 citado por John et al.2003). Porém, ao final de 6 h, 12 h e 24 h as cinzas foram retiradas do forno e ainda mostravam coloração escura, além da presença de algumas cascas parcialmente queimadas.



(a)



(b) Figura 3.3. Mufla utilizada para queima das cascas de arroz (a) e detalhes internos (b).

Segundo Mehta e Monteiro (1994), a calcinação deve ser feita a temperaturas entre 500 °C e 700 °C por um período que seja capaz de remover toda a matéria orgânica. Então, foram realizados novos testes com a calcinação da casca de arroz, com temperatura a 700 °C. Desta vez, ao final da queima as cinzas apresentavam coloração mais clara e todo o material havia sido queimado.

Visando efetuar-se a avaliação das cinzas por meio do ensaio de curva de hidratação, foram produzidos dois tipos de CCAs, cujas características estão descritas na Tabela 3.2.

| Amostras de | Características da queima da casca de arroz | | |
|-------------|---|----------------------------|---------------------|
| Cinza | Tempo de queima (h) | Temperatura de queima (°C) | Coloração da cinza |
| CCAC 06 | 6 | 700 | cinza clara |
| CCAC 24 | 24 | 700 | branca, muito clara |

Tabela 3.2 – Cinzas produzidas na mufla.

Após o período de resfriamento natural, as cinzas foram retiradas da mufla e, em seguida, passaram pelo processo de moagem (em um moinho-de-bolas), descrito no item 3.1.6.1, do mesmo modo que a CCA residual. As Figuras 3.4a., 3.4b., 3.4c. e 3.4d. mostram as cinzas CCAC 06 e CCAC 24, ao saírem do forno, e logo após a moagem.



Figura 3.4. CCAC 06 ao sair da mufla (a) CCAC 06 depois da moagem (b); CCAC 24 ao sair da mufla (c) CCAC 24 depois da moagem (d).

3.1.6. Cinza de casca de arroz residual (CCA)

A CCA utilizada na produção das argamassas neste trabalho foi obtida na empresa **Broto Legal**, indústria de beneficiamento de arroz, localizada na cidade de Porto Ferreira - SP. Essa cinza foi gerada nos fornos da própria indústria (Figura 3.5), que utiliza a casca de arroz como fonte de energia para o processo de parboilização do arroz. Verificou-se que durante a queima a temperatura não era controlada.



Figura 3.5. Forno da indústria (a) indústria de beneficiamento de arroz (b) e (c).

A cinza apresentava uma tonalidade escura, além de se observarem cascas parcialmente queimadas no interior da mistura, devido ao tipo irregular de queima produzida na fornalha (Figura 3.6).

Após o recebimento da cinza, o material foi passado em uma peneira simples de abertura 2,4 mm, para retirar o material mais grosseiro e, em seguida, submeteu-se a cinza a um processo mecânico de moagem em um moinho-de-bolas.



Fig. 3.6. Cinza de casca de arroz residual gerada nos fornos da indústria de beneficiamento.

3.1.6.1. Moagem da CCA

A CCA residual utilizada neste trabalho passou por um processo de moagem, com o intuito de diminuir a dimensão das suas partículas. O processo de moagem em moinho-de-bolas é amplamente empregado por diversos pesquisadores, e resulta em diâmetros médios variáveis. De acordo com a bibliografia consultada (SILVA *et al.*, 2003; REGO *et al.*, 2006; POUEY *et al.*, 2007), foram adotados os seguintes tempos de moagem: 10 min, 30 min, 60 min, 120 min e 180 min, gerando, assim, cinco distribuições granulométricas para esse material.

Segundo alguns autores, a reatividade da cinza está relacionada à sua área superficial e, na maioria das vezes, o aumento da finura favorece a reatividade.

Foi utilizado um moinho-de-bolas, dispondo de um jarro de porcelana, com um diâmetro de 27 cm, movido por um motor de 35 rpm. A carga foi de 5000 g de bolas (com diâmetro de 15 mm a 20 mm) para 800 g de cinza (Figura 3.7).



Figura 3.7. Moinho-de-bolas utilizado na moagem da CCA residual.

A moagem da cinza foi realizada no Laboratório de Materiais da Faculdade de Engenharia Civil da UNICAMP. Após esse processo foram obtidas cinco amostras, descritas na tabela 3.3.

| Tempo de moagem (min) | Amostras de cinza de casca de arroz |
|-----------------------|-------------------------------------|
| 10 | CCA 01 |
| 30 | CCA 02 |
| 60 | CCA 03 |
| 120 | CCA 04 |
| 180 | CCA 05 |

Tabela 3.3 – Amostras de cinzas, após o processo de moagem.

Após a realização da moagem foi feita uma análise granulométrica das partículas moídas, e assim foi adotada a amostra mais adequada, segundo o diâmetro dos grãos, conforme critérios especificados no item 3.1.6.2, para ser utilizada no processo experimental de confecção de argamassas.

A partir dessa análise granulométrica, foi adotada a amostra CCA 05, moída por três horas, cujo aspecto está ilustrado na Figura 3.8.



Figura 3.8. Cinza de casca de arroz residual utilizada nas argamassas.

3.1.6.2. Análise granulométrica das amostras de CCA residual

As cinco amostras passaram pela análise granulométrica conjunta, utilizada para solos (NBR 7181), e que foi adaptada para o ensaio das cinzas. Com esse método obtêm-se os tamanhos das partículas e a quantidade de material retido na peneira # 200, para se avaliar a finura do material. O intuito era o de escolher uma amostra com uma grande superfície específica dos grãos; então foi realizada uma análise granulométrica preliminar das cinco amostras geradas no processo de moagem, para que fosse escolhida aquela que seria utilizada na confecção dos corpos-de-prova.

Primeiramente foi realizado o ensaio para o cálculo da densidade real das cinzas, tendo sido esse ensaio adaptado da norma DNER – DPT M 93-64 (Densidade Real do Solo). Com o valor da densidade real, foi realizada então a análise granulométrica conjunta de peneiramento e sedimentação (FREITAS, 2005), adaptada também da norma para estudo de granulometria de solos, a NBR 7181 (Solo – Análise Granulométrica).

Antes de iniciarem-se os ensaios de análise granulométrica, a cinza foi levada à estufa, à temperatura de 110 °C. A análise granulométrica conjunta de solos (NBR 7181/84) que determina a distribuição granulométrica do material em análise é chamada de conjunta porque é composta de dois procedimentos: sedimentação e peneiramento.

• Sedimentação: a preparação de amostras foi realizada segundo a NBR 6457/86. Foi preparada uma solução desfloculante, composta de 45,7 g de hexametafosfato de sódio,

diluído em 1000 mL de água destilada. Essa solução quebra as ligações elétricas do solo, mas como o material utilizado foi a cinza, não se sabia ao certo qual seria o efeito do desfloculante na cinza, pois o ensaio foi adaptado. A solução do desfloculante foi levada até o agitador, até ficar uma solução cristalina. Depois disso, retirou-se a cinza da estufa e foi pesado 50 g de material (CCA) e misturado com 125 mL da solução (hexametafosfato e água). Essa mistura permaneceu em repouso durante 24 h. Passado esse período, o material era levado a um dispersor, permanecendo durante 10 min (dispersor com 10 000 rpm), e terminada a dispersão, o material era então levado até as provetas para o início da análise. A Figura 3.9 ilustra a preparação da amostra.



3.9. Preparação da amostra para a análise granulométrica conjunta das cinzas.

Para a análise, foram utilizadas três provetas de 1000 cm³, sendo que uma delas não precisava ser graduada, pois era a proveta utilizada para colocar o densímetro e o termômetro em água corrente. A segunda proveta era graduada, e nela foi colocada a mistura (cinza + desfloculante) que estava no dispersor. Após a mistura ter sido colocada, preencheu-se a proveta com água destilada até a marca de 1000 cm³. Na terceira proveta, também graduada, foi colocado 125 mL de solução desfloculante e foi preenchida a proveta com água destilada até a marca de 1000 cm³ (de acordo com a temperatura ambiente).

Depois de colocadas as misturas e as soluções nas provetas, o procedimento adotado foi o de agitar a solução que continha CCA, para que o material não começasse a sedimentar. Terminada a agitação, se iniciou a leitura no densímetro, para os tempos de 30 s, 1 min, 2 min, 4 min, 8 min, 15 min, 30 min, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h e 24 h. Este ensaio de sedimentação é baseado na Lei de Stokes, que supõe que as partículas tenham uma forma esférica. Após a leitura no densímetro nos tempos estabelecidos, o material restante na proveta era então utilizado na segunda fase do ensaio (Figura 3.10).

• *Peneiramento*: a mistura com cinza e desfloculante que estava na proveta graduada foi então colocada em uma peneira de abertura 0,074 mm e lavada em água corrente. O procedimento adotado recomenda que se faça a análise por peneiramento, já que é uma análise conjunta. Porém, como a quantidade de material era muito pequena, principalmente para as cinzas que foram moídas durante um tempo maior, o material era então passado apenas na peneira #200. Após a lavagem do material, foi colocado o restante em um cadinho, o qual era levado até a estufa e depois pesado. Com todas as leituras feitas, os dados foram lançados em uma planilha, para que fosse feita a curva granulométrica, para cada uma das amostras. As curvas estão apresentadas nos ANEXOS.



Figura 3.10. Análise granulométrica conjunta

A Tabela 3.4 mostra a quantidade de material retido na peneira #200 (de abertura 0,074 mm), após a lavagem em água corrente; a Tabela 3.5 mostra a distribuição de tamanho dos grãos das amostras de CCA, segundo o ensaio de análise granulométrica conjunta.

| P | Amostra | Material retido na peneira | % de material retido na |
|--------|---------|----------------------------|-------------------------|
| L N | | #200 (em gramas) | peneira #200 |
| E I | CCA 01 | 29,11 | 58,2 |
| R A | CCA 02 | 13,40 | 26,8 |
| M F | CCA 03 | 1,54 | 3,08 |
| N | CCA 04 | 0,37 | 0,74 |
| 1 O | CCA 05 | 0,14 | 0,28 |

Tabela 3.4. Quantidade de material retido na peneira #200, após a lavagem.

Após a lavagem na peneira, a CCA 05 mostrou uma menor quantidade de material retido, na # 200, apresentando apenas 0,28% do material que tinha sido colocado na peneira. As duas primeiras amostras (CCA 01 e CCA 02) eram muito mais grosseiras, com material de maior dimensão, sendo descartadas para o ensaio de determinação da superfície específica pelo método Blaine.

| S | . . | Ι | Diâmetro das partículas (mm |) |
|-------------|------------|---------|-----------------------------|--------|
| E D I | Amostras | < 0,002 | 0,002 < d < 0,06 | > 0,06 |
| M E | CCA 01 | 1,6 % | 69,5 % | 28,9 % |
| N T | CCA 02 | 3,0 % | 84,0 % | 13,0 % |
| A C | CCA 03 | 2,3 % | 91,1 % | 6,6 % |
| Ç Ã | CCA 04 | 4,2 % | 82,0 % | 13,8 % |
| 0 | CCA 05 | 6,4 % | 87,8 % | 5,8 % |

Tabela 3.5. Diâmetro das partículas no ensaio da sedimentação.

A amostra CCA 05 foi aquela que apresentou a maior quantidade de material fino, fato este que já era esperado, por ter sido obtida após maior tempo de moagem dentre todas as amostras, totalizando 94,2% de suas partículas com diâmetro inferior a 0,06 mm. Porém, as amostras CCA 03 e CCA 04 também apresentaram grande quantidade de material fino. Logo, se fez necessária a análise da superfície específica das amostras, para escolher uma cinza com grande superfície específica e, se possível, obtida com menor gasto de energia de moagem.

3.1.6.3. Determinação da Área Específica da CCA pelo método Blaine

Segundo a bibliografia estudada, o ensaio pelo método Blaine (NBR 7224) não é o mais aconselhável para trabalhar com cinzas vegetais; porém, ele foi utilizado para que se pudesse efetuar uma caracterização preliminar dentre as amostras de cinzas.

Equipamentos utilizados no ensaio: cronômetro, balança analítica com sensibilidade de 0,01 g e aparelho permeabilímetro de Blaine, da marca Solotest (Figura 3.11).



Figura 3.11. Aparelho permeabilímetro de Blaine.

Procedimento do ensaio: foi calculada a quantidade de material (cinza) necessário para colocar no aparelho permeabilímetro Blaine e, após o material ter sido colocado no aparelho, contou-se o tempo em segundos quando o líquido atingia as marcas estipuladas no aparelho. A partir dos valores do tempo, foi calculada a área específica da cinza.

Recomenda-se que as partículas de pozolanas tenham Blaine superior a $3000 \text{ cm}^2/\text{g}$ e que a quase totalidade das partículas se encontrem passantes na peneira de abertura de 0,035 mm. A Tabela 3.6 mostra a superfície específica das cinzas que passaram pelo processo de moagem.

| Amostras de cinza | Tempo de moagem (min) | Superfície Específica (cm²/g) |
|-------------------|-----------------------|-------------------------------|
| CCA 03 | 60 | 387 |
| CCA 04 | 120 | 526 |
| CCA 05 | 180 | 740 |

Tabela 3.6 – Superfície Específica - Método Blaine.

Com essa caracterização preliminar, foi escolhida a amostra CCA 05, porque apresentava uma superfície específica maior do que as outras amostras.

Essa amostra (CCA 05) foi então caracterizada por um ensaio de granulometria a laser, com o intuito de se obter maior precisão nos resultados.

3.1.6.4. Caracterização da cinza de casca de arroz residual (CCA 05)

3.1.6.4.1. Análise granulométrica a laser

Esta análise foi realizada no Laboratório de Caracterização Tecnológica da USP-SP (Distribuição granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo - Malvern). Analisou-se apenas a amostra CCA 05 (cinza utilizada durante todo o trabalho, moída por 3 h).

Tornou-se possível obter uma análise mais precisa do tamanho das partículas e também de sua superfície específica. Além disso, a partir dos resultados da CCA 05, confirmou-se que o método Blaine não é aconselhável ao se trabalhar com cinzas vegetais, conforme citado por John *et al.* (2003), pois os resultados se mostraram muito diferentes. Estes resultados estão apresentados no item 4.1.; a análise completa da granulometria a laser apresenta-se nos ANEXOS.

3.1.6.4.2. Análise química

A composição química da cinza foi verificada por meio da análise de fluorescência de raios-X; a determinação do teor de carbono, com a queima da cinza a 1500 °C, foi efetuada em equipamento Leco, modelo CS 125. Ambos os ensaios foram realizados no Centro de Tecnologia da UNICAMP.

Também se realizou a difração de raios-X no Laboratório de Caracterização Tecnológica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, no Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo.

Esses ensaios de caracterização química fizeram-se necessários para efetuar-se a verificação da possibilidade de utilização da CCA residual, como material pozolânico ou então como filler (efeito físico, de preenchimento de vazios).

3.1.6.4.3. Índice de Atividade Pozolânica - IAP

Foi realizado o ensaio de materiais pozolânicos para mistura cimento-pozolana, de acordo com a norma NBR 5752 (Materiais Pozolânicos – Determinação de Atividade Pozolânica com o cimento Portland – Índice de Atividade pozolânica com cimento).

Para este ensaio foram produzidas duas misturas, sendo que uma das argamassas era composta de 100% de cimento, areia e água (testemunha) e a outra era composta por 65% de cimento e 35% de CCA (volume absoluto de cimento substituído por material pozolânico), areia e água. A relação água/cimento foi aquela necessária para produzir argamassas com índice de consistência de (225 ± 5) mm, segundo a NBR 7215. Os corpos-de-prova eram cilíndricos de 50 mm (diâmetro) x 100 mm (altura), sendo ensaiados à compressão aos 28 dias.

A eficiência dessa cinza como material pozolânico foi avaliada pela relação entre essas duas resistências, devendo a mistura (com a CCA) apresentar resistência superior a 75% da resistência da argamassa de cimento Portland, segundo a NBR5752.

Para a realização desse ensaio foram utilizados dois tipos de cimento: o cimento Portland de alto forno (CPIII-RS-32) e o cimento Portland de alta resistência inicial CPV-ARI; a quantidade de materiais utilizados foi obtida de acordo com a NBR 5752. Nas Figuras 3.12a., 3.12b. e 3.12c. apresentam-se as etapas da produção das argamassas, segundo a NBR5752.



Figura 3.12. Produção das argamassas (a) sem CCA, (b) com CCA; (c) corpos-de-prova.

3.1.6.4.4. Avaliação da Atividade Pozolânica - Método da condutividade elétrica

Para a realização deste ensaio foram utilizados água destilada, hidróxido de cálcio, da marca Synth, com pureza de 95% e a CCA 05 que foi o material analisado no ensaio. Os equipamentos utilizados (figuras 3.13 e 3.14) foram:

- Condutivímetro da marca Digimed, modelo DM-32;

- Agitador magnético da marca Tecnal, modelo TE-0852;

- Balança analítica da marca Shimadzu, modelo AY220, (+ 0,001 g);

- Célula de condutividade (do condutivímetro) com as especificações: modelo DMC-001; K= $0,1 \text{ cm}^{-1}$ (constante da célula, resolução da condutividade); temperatura de 0 a 100 °C; faixa típica de 0,001 µS/cm a 1000 µS/cm; Tipo: Placas de Platina; Termo: NTC; Conexão: PA; Aplicação: soluções pouco concentradas.

Para filtrar a solução de água destilada e hidróxido de cálcio foram utilizados: um frasco de Erlenmeyer e, sobre este, um filtro cerâmico (com pequenos furos internos) com filtro de papel (na parte interior).



Figura 3.13. Equipamentos utilizados no ensaio de condutividade elétrica. (a) balança analítica; (b) erlenmeyer com filtro; (c) célula; (d) condutivímetro; (e) agitador.

Em um becker com 100 mL de água destilada colocou-se 601,4 mg de hidróxido de cálcio e, em seguida, essa solução foi levada a um agitador magnético e deixado por 20 minutos a solução em constante agitação.

Após o período de agitação (20 minutos), a solução (água + hidróxido de cálcio) foi filtrada em um filtro cerâmico (figura 3.13b), com um sistema de vácuo acoplado ao erlenmeyer, que ajuda na sucção da solução, quando esta é colocada no filtro.

Sobre o filtro de porcelana, que contêm orifícios, foi colocado um filtro de papel e, em seguida, foi acionado o vácuo. Então a solução foi despejada e o vácuo ajudou a fazer a sucção do líquido para dentro do frasco (figura 3.14a). Ao final, foi retirada a solução que ficou dentro do erlenmeyer, sendo colocada novamente em um becker e levada ao agitador magnético para medir-se a condutividade.



Figura 3.14. Procedimento Experimental. (a) filtragem; (b) e (c) medição da condutividade.

Para a medição da condutividade, a célula deve ficar imersa na solução. Desse modo, o becker foi levado ao agitador e a célula foi colocada dentro da solução para fazer-se a leitura da condutividade (Figura 3.14b). O valor da condutividade para 100 mL de solução de água destilada e hidróxido de cálcio foi de 7,2 mS/cm.

O procedimento final foi o de adicionar 2,1038 g de CCA e colocar na solução (água + hidróxido de cálcio) enquanto esta estava sob agitação (figura 3.14c). Iniciou-se então a leitura da condutividade quando a cinza teve o primeiro contato com a solução. Foram anotados os valores de condutividade para os tempos de leitura respectivos, sendo que depois dos 30 minutos, as leituras tornam-se mais espaçadas, ou seja, efetuadas com maiores intervalos de tempo.

Para efeito de comparação, além de avaliar a CCA 05, o ensaio foi realizado também para a para a sílica ativa da marca Silmix.

As características da Sílica estão apresentadas na Tabela 3.7.

| Análise granulométrica a laser | | |
|--|-------------------|--|
| Amostra | Meio de Dispersão | |
| Sílica Ativa Silmix | Água desionizada | |
| Diâmetro abaixo do qual encontram-se | | |
| 10% das partículas (µm) | 3,79 | |
| Diâmetro abaixo do qual encontram-se | | |
| 90% das partículas (µm) | 21,72 | |
| Diâmetro abaixo do qual encontram-se | | |
| 50% das partículas (µm) | 10,48 | |
| Superfície específica (cm ² /g) | 4877 | |
| Massa especifica g/cm ³ | 2,65 | |

Tabela 3.7. Características da sílica ativa (Silmix).

3.2. MÉTODOS

3.2.1. Avaliação da compatibilidade química através de curvas de hidratação

Este ensaio foi realizado para verificar a influência da CCA nas reações exotérmicas ocorridas durante a hidratação do cimento, índice esse expresso por meio do ensaio da curva de hidratação das misturas. Foram coletadas as temperaturas máximas alcançadas pela mistura, o tempo para a sua ocorrência e a inclinação máxima das curvas (ZUCCO, 1999).

As misturas cimento-CCA-água foram depositadas em recipientes plásticos isolados, e colocadas em um recipiente de poliestireno expandido (EPS), introduzindo-se termopares em

cada mistura. Os dados obtidos por meio do equipamento *Fielder Logger* foram exportados para uma planilha de cálculos. As Figuras 3.15a., 3.15b., 3.15c. e 3.15d mostram o sistema utilizado para a realização do ensaio da curva de hidratação.

Para a realização desses experimentos, foram utilizadas as cinzas de queima controlada e também a cinza residual. A quantidades de materiais em cada mistura foram: 200 g de cimento (para cada um dos tipos de cimento – II e V), 15 g de cinza; o cálculo da quantidade em massa de água foi determinado pela Equação 2 (adaptada de Sandermann *et al.*, 1960):

Massa de água = 0,25 x massa de cimento +2,7 x massa da biomassa seca (2)

Cumpre esclarecer que as quantidades calculadas referiam-se inicialmente ao uso do pó-deserra, efetuando-se, desse modo, uma adaptação ao que fora proposto pelos autores. Logo, a quantidade de água utilizada foi de 50 g para pasta e 83 g para misturas com CCA (foi feita uma correção, visto que a CCA era um material muito fino), tendo sido realizadas três repetições para cada pasta ou mistura. A Tabela 3.8 mostra a descrição das misturas e pastas que foram produzidas para o ensaio da curva de hidratação.

| Referencia | Tipo de Cimento | Cinzas | |
|--------------|-----------------|---|--|
| Pasta (P1) | CPIII-RS-32 | | |
| Pasta (P2) | CPV-ARI-40 | | |
| Mistura (M1) | CPIII-RS-32 | Cinza residual (sem controle de queima) | |
| Mistura (M2) | CPV-ARI-40 | Cinza residual (sem controle de queima) | |
| Mistura (M3) | CPIII-RS-32 | Cinza queimada a 700 °C *, por 6 h | |
| Mistura (M4) | CPV-ARI-40 | Cinza queimada a 700 °C *, por 6 h | |
| Mistura (M5) | CPIII-RS-32 | Cinza queimada a 700 °C *, por 24 h | |
| Mistura (M6) | CPV-ARI-40 | Cinza queimada a 700 °C *, por 24 h | |

Tabela 3.8. Misturas e pastas do ensaio de curva de hidratação.

* Mehta e Monteiro (1994).



Figura 3.15. Colocação do termopar (a), equipamento de aquisição de dados para ensaio de curva de hidratação (b, c e d).

3.2.2. Composição da argamassa

As argamassas foram produzidas e colocadas em moldes cilíndricos; todos os corpos-de-prova foram submetidos a ensaio destrutivo de modo que se pudessem comparar as propriedades físico-mecânicas para os três diferentes tipos de exposição do material - protegidos em laboratório, expostos ao ambiente externo e submetidos a ciclos de imersão e secagem.

3.2.2.1. Traço das argamassas

Para a realização da produção de argamassas à base de cimento, areia natural e CCA residual, o cimento da mistura foi parcialmente substituído, em massa, pela cinza.

As porcentagens de substituição adotadas foram de 5%, 10%, 15% e 20%, e testemunho, sem a cinza, de acordo com a bibliografia estudada (SILVA *et al.*, 2003; REGO *et al.*, 2006).

O traço adotado foi de 1:3:0,5 (cimento/cca: areia:água) para todas as argamassas. A cinza utilizada foi a cinza moída por 3 h, com massa específica real de 2,65 g/cm³.

3.2.2.2 – Moldagem dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova foram colocados em moldes de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura, adotando-se, no que coube, a norma NBR 7215 (Cimento Portland: Determinação da resistência à compressão).

Os materiais foram misturados em uma argamassadeira e, após completar a mistura, a moldagem foi feita em camadas (Figuras 3.16a, 3.16b e 3.16c). Foram confeccionados seis corpos-de-prova para cada dosagem para a realização dos ensaios. O tempo de mistura foi de 4 minutos, segundo a NBR 7215. Após a desforma (24 h após a moldagem), os corpos-de-prova ficaram 7 dias de cura úmida e os 21 dias subseqüentes sob cura ao ar livre.



Figura 3.16. Argamassadeira (a) moldagem dos corpos-de-prova (b) corpos-de-prova(c).

3.2.2.3 – Ensaio de Consistência da Argamassa – *flow table*

O ensaio de consistência de argamassa, também conhecido como *flow-table*, é descrito pela norma NBR 7215/96, sendo utilizado para determinar a trabalhabilidade da argamassa; foi realizado para a argamassa-testemunha e também para as demais misturas. O ensaio consiste em colocar uma porção de argamassa dentro de um cone, em uma mesa, em três camadas e, em seguida, o cone é retirado, e são dados 30 golpes de queda da mesa, durante o período de 30 segundos. Finalizado o ensaio, medem-se os diâmetros da argamassa espalhada sobre a

mesa, em direções perpendiculares, e com a média destas medidas, calcula-se a trabalhabilidade das argamassas realizadas.

3.2.2.4 – Ensaio não destrutivo – Velocidade do pulso ultra-sônico (VPU)

O ensaio de ultra-som é um ensaio não destrutivo (END), e foi realizado durante a etapa de endurecimento das misturas, sendo feitas as medições do tempo de propagação da velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) através dos corpos-de-prova.

Os corpos-de-prova foram submetidos a essas medições até o dia de ensaio de compressão simples (ensaio destrutivo). Para avaliar o tempo necessário para a propagação da onda ultrasônica foi utilizado o aparelho *Ultrasonic Tester*, modelo BP7, da *STEINKAMP*, dispondo de sensores de seção exponencial com 45 kHz de freqüência de ressonância. O aparelho apresenta sensibilidade de 0,1 µs na medição do tempo (Figura 3.17). Para cada mistura foi avaliada a VPU média para seis corpos-de-prova. Cabe esclarecer que não foram realizadas medições do tempo de propagação da VPU nos corpos-de-prova que foram submetidos aos ciclos de imersão e secagem, pois a absorção d'água pelos corpos-de-prova influencia posteriormente a magnitude da VPU.



3.17. Aparelho Ultrasonic Tester, com sensor exponencial de 45 kHz.

Foram obtidos dois gráficos para cada mistura produzida: um gráfico auxiliar (necessário para obtenção da curva do comportamento teórico da propagação do sinal) e outro comparando as

curvas obtidas experimentalmente com o modelo teórico, proposto por Beraldo (1999); esse gráfico foi obtido através da Equação 3:

$$V = V \max(1 - \exp(A - Bt)) \tag{3}$$

onde:

V = a velocidade teórica da propagação da onda através do corpo-de-prova;

Vmax = a velocidade máxima de propagação obtida experimentalmente;

A,B = coeficientes determinados por regressão, que permitem obter a equação que rege o comportamento da VPU através dos corpos-de-prova.

3.2.2.5 – Ensaio de Compressão Simples

Os corpos-de-prova foram capeados com uma mistura de 75% de enxofre e 25% de caulim e, nas datas de ensaio (28 dias, 4 meses e 5 meses) foram rompidos em uma máquina universal de ensaios (Figura 3.18). O ensaio de compressão simples foi realizado no Laboratório de Materiais da Faculdade de Engenharia Civil da UNICAMP.

A determinação da resistência à compressão foi realizada tendo como base a norma NBR 7215 (Cimento Portland: Determinação da resistência à compressão), sendo a tensão calculada divindo-se a carga de ruptura (N) pela área da seção do corpo-de-prova (mm²), obtendo-se então a média de seis repetições.



3.18. Ensaio de compressão simples.

3.2.2.6. Determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido

Foi determinada a densidade de massa aparente das argamassas no seu estado endurecido. Após o período de exposição dos corpos-de-prova (tanto para os que ficaram expostos ao ambiente, quanto para os que ficaram no laboratório) foi determinado, com o auxílio de paquímetro, o diâmetro destes corpos-de-prova e a sua altura. Pesou-se o corpo-de-prova na balança com resolução de 0,1 g e registrou-se sua massa (M) em g.

O cálculo e o registro do valor da densidade de massa aparente (γ_{ap}) , em kg/m³, foi realizado a partir da Equação 4:

$$\gamma_{ap} = 1000.\frac{M}{V} \tag{4}$$

onde:

 γ_{ap} é a densidade de massa aparente (kg/m³);

M é a massa do corpo-de-prova (g) no estado endurecido;

 $V \neq o$ volume do corpo-de-prova (cm³).

3.2.2.7. Ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foi realizada uma análise da morfologia da CCA em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), no laboratório do Instituto de Geociências da UNICAMP. Para a cinza residual, o aumento da imagem foi de 2000 vezes. Também foi realizada a análise de EDS (análise de energia dispersiva) em alguns pontos da amostra de CCA.

Para a verificação da microestrutura da argamassa na condição endurecida, foram separados alguns fragmentos dos corpos-de-prova anteriormente ensaiados à compressão simples, com os quais foram preparadas as amostras para análise de MEV (Figura 3.19b e 3.19c).

Os ensaios da argamassa no estado endurecido foram realizados no Laboratório Nacional de Luz Sincrotron - LNLS, utilizando-se o equipamento LV JSM-5900 (Figura 3.19a). Foram realizadas imagens usando-se elétrons secundários (SE).

Para a realização dos ensaios no microscópio eletrônico de varredura (MEV) com elétrons secundários, é necessário que a superfície da amostra seja condutora. Desse modo, foi realizado um tratamento nas amostras, com a deposição de um filme fino de ouro sobre elas (espessura de 16 nm) por meio de um equipamento denominado *Sputtering* (figuras 3.20a e 3.20b).



Figura 3.19. MEV LV JSM-590(a), porta amostras com amostra de CCA (b) e (c).



Figura 3.20. (a) Sputtering (b) câmara com porta-amostras.

3.2.2.8. Durabilidade - Ensaios de Envelhecimento

3.2.2.8.1. Esquema Experimental

Os ensaios de durabilidade realizados nesse trabalho foram os de envelhecimento natural e de envelhecimento acelerado (ciclos de imersão e secagem). Cumpre esclarecer que os corpos-deprova foram testados durante um intervalo de tempo menor do que aquele sugerido na literatura, devido à limitação do tempo para o desenvolvimento desta pesquisa (Figura 3.21).



Figura 3.21. Esquema experimental das argamassas produzidas com CCA.

3.2.2.8.2. Ensaio de envelhecimento acelerado

Os corpos-de-prova foram submetidos a ciclos de imersão e secagem. Assim, os corpos-deprova, após sofrerem uma série de ciclos, tiveram suas características mecânicas determinadas e comparadas àquelas do material que não passou por envelhecimento; também foram comparados ao material que passou por envelhecimento natural.

Para esse processo, foram produzidos corpos-de-prova cilíndricos de 50 mm x 100 mm (de acordo com a NBR 7215), submetidos a 50 ciclos de imersão e secagem, sendo que cada ciclo constituiu de 18 h de imersão em água à temperatura ambiente, seguido de 6 h em estufa a $60 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

As Figuras 3.22a. e 3.22b. mostram a disposição do material na estufa e na água. Os procedimentos do ensaio foram realizados conforme a norma UNE EM 494 (1994), com a ressalva de que neste trabalho foram ensaiados corpos-de-prova cilíndricos, enquanto que na norma o material ensaiado é na forma de placas. Para cada mistura foram preparados seis corpos-de-prova, para que fosse possível compará-los com os corpos-de-prova protegidos no laboratório. Após o término dos ciclos, que durou por volta de dois meses, os corpos-de-prova foram ensaiados à compressão simples.



Figura 3.22. Corpos-de-prova na estufa (a) e corpos-de-prova imersos na água (b).

3.2.2.8.3. Ensaio de envelhecimento natural

Para a realização desse ensaio foi necessário expor os corpos-de-prova às intempéries e também em ambiente interno no laboratório. Porém, esse ensaio normalmente exige bastante tempo, para que se possa obter resultados comparativos. No entanto, o tempo máximo de exposição neste trabalho foi de apenas 5 meses.

De cada dosagem de substituição (inclusive testemunha, sem cinza) foram produzidos 6 corpos-de-prova que ficaram expostos em bancadas durante 28 dias; a mesma quantidade para 4 meses de exposição, e a mesma quantidade para 5 meses de exposição. Também foi colocada a mesma quantidade de corpos-de-prova para a condição protegidos em laboratório. Os corpos-de-prova expostos às intempéries ficaram dispostos em bancadas inclinadas a 30%, voltados para a direção Norte, para maximizar a incidência dos raios solares. Foram expostos

no Campo Experimental da Faculdade de Engenharia Agrícola da UNICAMP, em Campinas-SP. As condições climáticas do local de ensaio são as seguintes: a temperatura média anual é de 22,4 °C, o índice pluviométrico médio igual a 1430 mm, e a umidade relativa de 72%; o clima é classificado como tropical de altitude (CEPAGRI, 2007).

Após o processo de envelhecimento natural foram determinadas a velocidade de propagação de onda ultra-sônica (VPU) e a resistência mecânica dos corpos-de-prova à compressão simples.

As Figuras 3.23a. e 3.23b. mostram os corpos-de-prova protegidos em laboratório; aqueles expostos ao ambiente estão apresentados nas Figuras 3.24a. e 3.24b.



Figura 3.23. Corpos-de-prova protegidos em laboratório (a) e (b).



Figura 3.24. Corpos-de-prova submetidos ao ensaio de envelhecimento natural (a) e (b).

3.2.2.9. Análise Estatística

Na análise estatística deste trabalho foram utilizados dois softwares: *STATGRAPHICS Plus for Windows, versão 5.1* e *MINITAB, versão 15.*

Para as variáveis <u>VPU</u> e <u>Densidade aparente</u> foi utilizado o software *Statgraphics Plus for Windows 5.1* (que é um software de fácil entendimento e que está disponível gratuitamente na Internet (<u>http://terrabrasil.softonic.com/ie/64549/Statgraphics</u>), pois o ensaio não destrutivo (VPU) e os cálculos de densidade aparente foram realizados para os corpos-de-prova que ficaram no laboratório e para os que ficaram expostos ao ambiente externo. Estes passaram pelos mesmos tipos de exposição, e ficaram expostos durante os mesmos períodos (28 dias, 4 meses e 5 meses). Tiveram os mesmos teores de substituição, ou seja, para cada tipo de exposição havia o mesmo número de fatores e o mesmo número de níveis, logo, os dados estavam balanceados.

Para a variável <u>Tensão</u> utilizou-se o software estatístico *MINITAB, versão 15*. Não foi possível utilizar o software *STATGRAPHICS* para essa análise, pois os corpos-de-prova que foram submetidos a ciclos de imersão e secagem não apresentavam dados referentes aos períodos de exposição de 28 dias, 4 meses e 5 meses, apenas para 50 ciclos, e assim, com essa diferenciação entre os dados não foi possível aplicar os dados neste software.

Os dados analisados foram referentes às variáveis:

- ➢ Tensão de ruptura;
- Velocidade do pulso ultra-sônico (VPU);
- Densidade aparente.

Avaliaram-se os efeitos dos fatores:

- Tipo de Exposição (EXPOSIÇÃO)
 - Protegidos em Laboratório;
 - Expostos em Ambiente Externo;
 - Submetidos a ciclos de imersão e secagem.

- Tempo de Exposição (DURAÇÃO)
 - 28 dias;
 - 4 meses;
 - 5 meses;
 - 50 ciclos.
- Teor de Substituição (TEOR)
 - sem cinza;
 - 5% de CCA;
 - 10% de CCA;
 - 15% de CCA;
 - 20% de CCA.

Os dados coletados foram submetidos à analise de variância (ANOVA) para avaliar os efeitos dos fatores e da interação entre esses fatores. A comparação das médias foi feita por meio do teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Considerando os objetivos da realização deste trabalho, a apresentação dos resultados será organizada em diferentes fases, representando todo o programa experimental desenvolvido. Serão apresentados e discutidos os seguintes tópicos:

- Caracterização da cinza de casca de arroz residual (CCA 05);
- Avaliação da pozolanicidade da CCA 05;
- Curvas do calor de hidratação das misturas com CCA e pastas de cimento Portland;
- Caracterização física e mecânica das argamassas;
- Análise estatística dos dados;
- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da argamassa endurecida.

4.1. Caracterização da cinza de casca de arroz residual (CCA 05)

A CCA residual utilizada em todo o trabalho foi caracterizada por meio de análises químicas e físicas. A CCA também foi submetida a ensaios de avaliação de pozolanicidade para que, desse modo, ficasse definida qual seria a sua função nas argamassas que foram produzidas.

4.1.1. Caracterização Física - Análise granulométrica

A finura do material é importante na avaliação de sua característica pozolana; dessa forma se fez necessária a análise de tamanho de partículas pelo método de espalhamento de luz laser de baixo ângulo – Malvern, visto que a CCA passou anteriormente por um processo de moagem. A análise completa, realizada no Laboratório de Caracterização Tecnológica, encontra-se nos ANEXOS.

A Tabela 4.1. e a Figura 4.1 mostram os resultados obtidos por meio da análise granulométrica a laser.

| Análise granulométrica a laser | | | |
|--|---------------------|-----------|-------------|
| Amostra | Meio de Dispersão | Ultra-som | Dispersante |
| CCA 05 | Água deionizada | 60 | Calgon |
| Diâmetro abaixo d | o qual encontram-se | | |
| 10% das pa | rtículas (µm) | 3,04 | |
| Diâmetro abaixo do qual encontram-se | | | |
| 90% das partículas (µm) | | 49,81 | |
| Diâmetro abaixo do qual encontram-se | | | |
| 50% das partículas (μm) | | 16, | 41 |
| Peneiramento #200 - % retida | | 0,28 | |
| Superfície Específica (cm ² /g) | | 30 | 76 |
| Massa Específica real g/cm ³ | | 2,0 | 65 |

Tabela 4.1. Cinza de casca de arroz, granulometria a laser.



Figura 4.1. Curva Granulométrica da CCA 05.

Percebeu-se, com essa análise, que a moagem resultou em um material bastante fino, pois observando a Figura 4.1, que apresenta a curva granulométrica da CCA 05, pode-se concluir que a grande maioria dos grãos da CCA enquadra-se no tamanho 30 µm, sendo que 50% das partículas apresentam diâmetro inferior a 16,41 µm (Tabela 4.1).

Cerca de 10% das partículas de cinza têm diâmetro inferior a 3 μ m. Segundo Della *et al.*(2001), isso pode ser um problema para a segurança dos trabalhadores envolvidos em um processo que tenha a CCA como matéria-prima, pois a deposição dessas partículas por um período de 5 a 10 anos ocasiona uma doença que compromete as vias respiratórias (silicose).

Verifica-se, a partir dessa análise, certa dificuldade ao se trabalhar com método Blaine para cinzas de resíduo vegetal, pois, ao se fazer a comparação dos resultados houve uma diferença muito grande entre valores obtidos. A superfície específica da CCA 05 considerada foi de

 $3076 \text{ cm}^2/\text{g}$ e foram adotados os resultados do método Blaine apenas para diferenciação entre as cinzas, que foram submetidas a diferentes tempos de moagem, logo, com diferentes superfícies específicas. A superfície específica da CCA 05 foi próxima aquela do cimento Portland CPIII, com 3506 cm²/g (CP-III-RS-32 da marca Votoran).

4.1.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) - CCA 05

A Figura 4.2 apresenta uma micrografia da CCA 05, após o processo de moagem. Através desta pode-se observar a heterogeneidade apresentada pelas partículas da CCA.



Figura 4.2. Cinza de casca de arroz moída, CCA 05 (aumento de 2000 X).

De acordo com a análise de EDS (Figura 4.3), que foi realizada em alguns pontos dessa amostra de CCA 05, os elementos em maior concentração foram o silício (40%) e o oxigênio (55%) que, quando combinados na forma de óxido de silício, apresentam teor de 95%.



Figura 4.3. Análise de EDS da CCA 05.

4.1.3. Caracterização química

A composição química da amostra CCA 05 foi verificada por meio da análise de fluorescência de raios-X, e está apresentada na Tabela 4.2.

O teor de carbono foi obtido por meio da queima de amostras da cinza a 1500 °C, em equipamento Leco, modelo CS 125.

| Óxidos | Teor (%) |
|--------------------------------|-----------------|
| SiO ₂ | 96,100 |
| K ₂ O | 2,243 |
| CaO | 0,893 |
| Fe ₂ O ₃ | 0,372 |
| MnO | 0,327 |
| Cr ₂ O ₃ | 0,034 |
| ZnO | 0,013 |
| Rb ₂ O | 0,012 |
| SrO | 0,004 |
| CO ₂ | 3,000 |

Tabela 4.2. Análise química da CCA 05.
Ao comparar a composição química dessa cinza com as cinzas estudadas por outros autores, verifica-se uma condição favorável para esta cinza em termos de sua composição química, pois o teor de oxido de silício encontra-se acima do mínimo exigido, e se mostra bastante elevado, visto que a maior parte das cinzas apresenta até 95% de SiO₂. Além disso, o teor de K₂O é menor do que 5%, encontrando-se dentro do intervalo relatado por Mehta (1992).

A **NBR 12653** tem como exigência química, ao considerar um material como pozolana, que a soma dos óxidos SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 deve ser de, no mínimo, 70%. Segundo esta análise química da CCA 05, não há presença do óxido Al_2O_3 , porém o teor de óxido de silício ultrapassa esse valor exigido pela norma.

Como já fora relatado anteriormente, vários autores afirmam que o teor máximo de carbono deva ser de 12%; o teor de carbono da amostra CCA 05 foi de apenas 3%.

No entanto, cabe esclarecer que apenas essa análise não é suficiente para indicar que um material possa vir a ser considerado pozolânico.

4.1.4. Caracterização Mineralógica - Difração de Raios-X (DRX)

Na Figura 4.4 apresenta-se o difratograma da CCA 05, utilizada na produção das argamassas. Segundo o difratograma, verifica-se a presença de picos de cristobalita ($21,9^{\circ} 2\theta$), aparecendo a formação de fases cristalinas do material por conseqüência da queima não controlada.

Como já foi relatado anteriormente, grande parte dos autores afirma que a atividade pozolânica da CCA é caracterizada pela sílica amorfa presente em misturas com cimento ou cal; no caso desta cinza verifica-se a presença de sílica no estado cristalino, comprometendo, dessa forma, seu uso como material pozolânico.



Figura 4.4. Análise de DR-X da CCA 05.

4.2. Avaliação da pozolanicidade da cinza residual

4.2.1. Índice de Atividade Pozolânica com o cimento (IAP)

O cimento Portland CPIII foi utilizado também nesse ensaio, visto que foi o cimento empregado em toda a parte experimental do trabalho. O teor de substituição do cimento foi de 35%.

Os resultados obtidos no ensaio de atividade pozolânica com o cimento Portland estão apresentados na Tabela 4.3.

| Atividade Pozolânica com cimento Portland | | | | | |
|---|-----------------|------------|--|--|--|
| Cinza | Tipo de Cimento | Índice (%) | | | |
| CCA 05 | CP V - ARI | 62,10 | | | |
| | CP III | 54,44 | | | |

Tabela 4.3. Resultados de resistência à compressão simples das argamassas do ensaio deÍndice de Atividade Pozolânica (IAP).

A NBR 12653 (Materiais Pozolânicos) estipula um valor mínimo de 75% para o índice de atividade pozolânica com o cimento Portland. Pode-se concluir, a partir dos resultados obtidos, que a CCA 05 não teve um bom desempenho, tanto com CP V-ARI quanto com o CPIII, pois foram obtidos valores de 62,10% e 54,44% da tensão obtida nas argamassas testemunhas com os respectivos cimentos. Tal fato indica que esta CCA residual não apresenta atividade pozolânica.

4.2.2. Atividade Pozolânica - Método da condutividade elétrica

Na realização deste ensaio, a partir do momento em que se iniciam as medidas da condutividade nas suspensões de pozolanas/CH, verifica-se um decréscimo dessa propriedade ao longo do tempo. Esse comportamento pode ser atribuído à formação de produtos insolúveis e ao correspondente decréscimo da concentração de CH (hidróxido de cálcio) na solução, trazendo como conseqüência uma diminuição da condutividade elétrica.

Essa perda de condutividade elétrica nas idades iniciais é um bom sinal, pois indica que a pozolana está reagindo com o Ca(OH)₂, segundo pesquisadores que trabalharam com esse método (VILLAR-COCIÑA *et al.*, 2003; MORALES *et al.*, 2007). Dependendo da amostra analisada alcança-se uma estabilização da curva (para valores muito próximos de zero) para um período de tempo mais longo; tal fato indicando que a reação já está praticamente concluída.

Assim, pode-se afirmar que quanto maior for a perda de condutividade elétrica nos períodos iniciais, maior será a reatividade do material.

A Figura 4.5 apresenta a variação da condutividade elétrica ao longo do tempo para as suspensões de pozolanas/CH realizadas para as amostras de CCA 05 (cinza residual), e da sílica ativa Silmix.



Figura 4.5. Curvas de variação de condutividade.

Observando a Figura 4.5 verifica-se que a sílica ativa Silmix apresenta maior reatividade, visto que é um material com grande amorficidade e de grande finura. Com o passar do tempo, a curva da sílica ativa tende a se aproximar de zero, pois passadas 32 h de medições, a sílica ativa apresentou o valor de 0,53 mS/cm de condutividade elétrica.

Porém, a CCA 05 não apresentou boa reatividade, visto que a suspensão de cinza/hidróxido de cálcio mostrou um decréscimo lento da condutividade elétrica nas horas iniciais; passadas 48 h apresentou o valor de 1,437 mS/cm, sendo que o valor inicial da condutividade era de 7,274 mS/cm, indicando que este material, pelo menos em idades iniciais, não apresentou boa reatividade ao entrar em contato com hidróxido de cálcio.

4.3. Curvas do Calor de Hidratação das misturas com cinzas de casca de arroz e pastas de Cimento Portland

Os resultados foram obtidos por meio do monitoramento da temperatura das misturas durante o período de 24 h. As curvas referentes às misturas com CCAs foram comparadas às curvas das respectivas pastas de cimento.

Sabe-se que a tendência do comportamento da maioria dos resíduos é o de inibir as reações de hidratação do cimento; logo, as misturas de cinza com cimento apresentam menor calor gerado em relação à pasta, principalmente nas primeiras horas de ensaio.

Verifica-se na Figura 4.6 que as curvas das misturas com o cimento do tipo CPV-ARI apresentaram melhor desempenho em relação ao cimento do tipo CPIII, no que diz respeito aos valores de temperatura máxima, que foram mais elevadas, além de observarem-se menores tempos para a ocorrência das temperaturas máximas.

A pasta de cimento CPV-ARI apresentou temperatura máxima de 72 °C e o tempo para sua ocorrência foi de 7 h e 20 min. Por sua vez, a mistura de cimento ARI e CCA residual alcançou a temperatura máxima após o período de 9 h e 5 min, ou seja, retardou em cerca de 2 h o tempo para o alcance da máxima temperatura. Além disso, a temperatura máxima observada foi de 64 °C.

As misturas com CCAs de queima controlada apresentaram valores de temperatura máxima inferiores aos da mistura com cinza residual, com 60 °C para a CCA 06 (calcinada por 6 h) e 59 °C para a CCA 24 (calcinada por 24 h); os tempos necessários para o alcance das mesmas também foram próximos, ocorreram com 10h 30 min e 10h 55 min, respectivamente.



Figura 4.6. Curva de Hidratação das cinzas de casca de arroz com CPV-ARI-40 * Para as misturas de CPV com CCA 06 e com CCA 24 não foram realizadas repetições.

A Figura 4.7 apresenta as curvas das misturas com o cimento do tipo CPIII. A pasta de cimento CPIII apresentou valor de temperatura máxima bastante inferior à pasta com cimento CPV-ARI, o que já era esperado, da ordem de 50 °C. A mistura que apresentou o menor valor de temperatura máxima foi aquela efetuada com CCA residual; no entanto, o tempo para sua ocorrência foi menor, em relação às outras misturas. Nesse caso, a mistura com a CCA calcinada durante o período de 6 h foi aquela que apresentou o maior valor de temperatura máxima dentre as misturas avaliadas. Entretanto, o tempo de ocorrência dessa temperatura foi o mais elevado dentre todos. Essa diferença entre os valores de temperatura máxima alcançada do cimento CPIII em relação ao cimento CPV-ARI ocorreu devido ao elevado teor de escória de alto-forno presente no cimento CPIII.



Figura 4.7. Curva de Hidratação das cinzas de casca de arroz com CPIII-RS-32.

Com os resultados desse ensaio, observou-se que a CCA 05 retardou a pega do cimento, porém, esse período foi de apenas 1 h 20 min nas misturas de CCA com CPIII e de 1 h 45 min nas misturas de CCA com CPV. Além disso, as temperaturas máximas alcançadas pelas misturas tiveram uma queda de 11% em relação às temperaturas máximas obtidas pelas pastas, podendo tais valores serem considerados baixos quando comparados a outras misturas de cimento e biomassa vegetal (PIMENTEL, 2004; STANCATO, 2006).

Foram utilizadas metodologias para analisar o grau de compatibilidade química da mistura entre o cimento e as cinzas de casca de arroz, baseadas no valor de temperatura máxima obtida, no cálculo do índice de inibição (I) e no cálculo do fator CA, correspondente à razão entre as áreas abaixo das curvas das misturas com cinza e da pasta pura (STANCATO, 2006).

Temperatura Máxima

De acordo com essa análise todas as CCAs mostraram-se incompatíveis com o cimento CPIII, visto que todas apresentaram valores de temperatura inferiores a 50 °C. No entanto, a própria pasta deste cimento apresentou uma temperatura baixa, de 50 °C, o que já era esperado, pois o CPIII apresenta hidratação mais lenta. Por outro lado, as CCAs com o cimento CPV-ARI se mostraram compatíveis, pois alcançaram temperaturas superiores a 50 °C. Cabe esclarecer que a hidratação do cimento CPV-ARI é mais rápida; as temperaturas alcançadas por este cimento estão por volta de 70 °C. Portanto, pode-se concluir que a metodologia a partir do valor da temperatura máxima da mistura não se aplica ao cimento CPIII.

Índice de Inibição

Foram calculados todos os índices de inibição para as pastas e misturas, com base na Equação 1 (item 2.6). Nesse caso, os resultados indicaram uma discrepância quando foram comparados àqueles obtidos com a metodologia utilizando-se da temperatura máxima. Os índices obtidos mostraram que as CCAs não são inibitórias em relação ao cimento CPIII. Os valores obtidos foram de 2,19 (misturas com CCA 06 - cinzas que foram calcinadas durante 6 h), 1,47 (misturas com CCA 24 – cinzas que foram calcinadas durante 24 h) e 1,08 (misturas com CCA 05 – cinza residual). Segundo STANCATO (2006), esses valores encontram-se dentro do limite considerado não inibitório (I<30). Porém, cumpre esclarecer que tal fato deveu-se às baixas temperaturas apresentadas pela pasta de CPIII, muito próxima daquela apresentada pelas misturas; os tempos para obtenção das temperaturas máximas também foram muito próximos o que acabou dificultando a realização da análise.

As misturas de cinza e cimento CPV-ARI se mostraram fortemente inibitórias, inclusive com a obtenção de índices negativos: - 8,50 (misturas com CCA 06), - 4,33 (misturas com CCA 24) e - 2,07 (misturas com CCA 05).

• Fator "CA"

Segundo essa análise, a partir do cálculo das áreas sob as curvas das misturas e das pastas, e da razão entre elas, todas as CCAs se mostraram compatíveis com os cimentos utilizados, pois estiveram dentro do intervalo considerado compatível (a área da mistura deve apresentar 68% da área da pasta, segundo STANCATO, 2006).

Observando-se as contradições entre os resultados obtidos por estas análises, verificou-se que, no caso das CCAS, torna-se inviável o uso dessa metodologia para verificar o grau de compatibilidade entre o cimento e as cinzas, por meio do ensaio da curva de hidratação.

4.4. Caracterização física e mecânica das argamassas

Em toda a produção das argamassas foi utilizado apenas o cimento Portland de alto-forno (CPIII – 32 – RS).

4.4.1. Ensaio de consistência da argamassa no estado fresco – flow table

A Tabela 4.4 apresenta os índices de consistências das argamassas que foram produzidas.

| Misturas | Índices de Consistência (mm) |
|----------------------------------|------------------------------|
| Argamassa testemunha (sem cinza) | 202 |
| Argamassa com 5% de CCA | 189 |
| Argamassa com 10% de CCA | 184 |
| Argamassa com 15% de CCA | 180 |
| Argamassa com 20% de CCA | 185 |

Tabela 4.4. Resultados do ensaio de consistência das argamassas.

As argamassas produzidas com a substituição do cimento pela cinza mostraram índices de consistência inferiores, porém, visualmente foi possível observar que todas as misturas produzidas tiveram boa consistência.

A argamassa com 20% de CCA apresentou um índice de consistência maior do que aqueles referentes às argamassas com 10% e 15% de substituição, provavelmente devido ao fato de ter sido produzida e avaliada em um dia chuvoso, quando a umidade do ar é maior, influenciando dessa forma nos resultados.

4.4.2. Velocidade do Pulso ultra-sônico (VPU) através das argamassas

As argamassas que ficaram expostas ao ambiente e aquelas que ficaram protegidas em laboratório tiveram o mesmo período de exposição: 28 dias, 4 meses e 5 meses. Entretanto, as argamassas que ficaram protegidas em laboratório passaram por medições diárias do tempo de propagação da VPU, enquanto que as argamassas expostas ao ambiente passaram por medições diárias até os 7 primeiros dias e, em seguida, foram realizadas apenas mensurações momentos antes da realização do ensaio de compressão simples, visto que estavam expostas no campo experimental, em bancadas inclinadas, dificultando dessa forma a realização das leituras.

Amostras protegidas em laboratório

A Tabela 4.5 e a Figura 4.8 apresentam os resultados obtidos com a determinação da VPU através das argamassas que ficaram protegidas no laboratório e que foram ensaiadas aos 28 dias à compressão simples.

Observando a Figura 4.8, verifica-se um aumento da VPU ao longo dos 7 primeiros dias após a moldagem dos corpos-de-prova; após esse período houve uma tendência à estabilização, observando-se um ligeiro aumento da VPU perto da idade dos 28 dias.

A curva da argamassa produzida com 5% de CCA apresentou comportamento similar aquele da argamassa testemunha; ambas mostraram os maiores valores de VPU aos 28 dias. Por outro lado, a argamassa com maior teor de substituição do cimento (20%) foi aquela que apresentou valores de VPU inferiores em relação às demais argamassas.

| Modelo matemático para velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) – Beraldo (1999). | | | | | | | |
|---|---|--------------------------------------|--------------|--|--|--|--|
| Tipo de Argamassa | Tipo de ArgamassaTeor de substit. (CCA)Equação da $v = f(t)$ Coef. de Deterno | | | | | | |
| | Sem cinza | $v = 3,85.(1 - \exp(-1,35 - 0,24t))$ | $R^2 = 0.97$ | | | | |
| Argamassa exposta por | 5% | v = 3,85.(1 - exp(-1,22 - 0,30t)) | $R^2 = 0.98$ | | | | |
| 28 dias em ambiente | 10% | v = 3,78.(1 - exp(-1,26 - 0,27t)) | $R^2 = 0.96$ | | | | |
| protegido (laboratório) | 15% | v = 3,75.(1 - exp(-1,10 - 0,28t)) | $R^2 = 0.98$ | | | | |
| | 20% | $v = 3,72.(1 - \exp(-0,97 - 0,29t))$ | $R^2 = 0.96$ | | | | |

Tabela 4.5. VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 28 dias.

Legenda: v = velocidade (km/s) t = idade (em dias)



Figura 4.8. VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 28 dias.

Para as argamassas ensaiadas aos 4 meses (Tabela 4.6 e Figura 4.9), o maior valor de VPU apresentado entre as argamassas com CCA novamente foi obtido para a argamassa com 5% de substituição. No entanto, as argamassas com 15% e 20% de substituição apresentaram valores máximos de VPU bem inferiores aqueles que foram ensaiadas aos 28 dias. Observa-se novamente que após os 7 primeiros dias houve uma certa estabilização dos valores de VPU.

| Modelo matemático para velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) – Beraldo (1999). | | | | | | |
|---|------------------------|--------------------------------------|-----------------------|--|--|--|
| Tipo de Argamassa | Teor de substit. (CCA) | Equação da $v = f(t)$ | Coef. de Determinação | | | |
| | Sem cinza | $v = 3,92.(1 - \exp(-1,01 - 0,34t))$ | $R^2 = 0.95$ | | | |
| Argamassa exposta por | 5% | $v = 3,87.(1 - \exp(-0,99 - 0,30t))$ | $R^2 = 0.85$ | | | |
| 4 meses em ambiente | 10% | $v = 3,76.(1 - \exp(-0,88 - 0,31t))$ | $R^2 = 0.92$ | | | |
| protegido (laboratório) | 15% | $v = 3,51.(1 - \exp(-0,85 - 0,31t))$ | $R^2 = 0.92$ | | | |
| | 20% | $v = 3,53.(1 - \exp(-0,44 - 0,46t))$ | $R^2 = 0.87$ | | | |

Tabela 4.6. VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 4 meses.



Figura 4.9. VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 4 meses.

Os resultados obtidos para argamassas protegidas, ensaiadas aos 5 meses, estão apresentados na Tabela 4.7 e na Figura 4.10. Observa-se novamente uma maior variação da VPU nas primeiras idades; entretanto, no intervalo do 1° ao 5° mês não houve variação significativa nos valores de VPU, indicando a necessidade de aumentar-se o período de exposição avaliar a degradação.

A argamassa com teor de 5% forneceu valores superiores de VPU com relação às demais.

Embora na maioria dos casos os valores de VPU para as argamassas testemunhas tenham sido mais elevados, não houve um decréscimo significativo nos valores de VPU à medida que o teor de substituição foi aumentando.

Tabela 4.7. VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 5 meses.

| Modelo matemático para velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) – Beraldo (1999). | | | | | | |
|---|--|--------------------------------------|--------------|--|--|--|
| Tipo de Argamassa | Tipo de ArgamassaTeor de substit. (CCA)Equação da $v = f(t)$ C | | | | | |
| | Sem cinza | $v = 3,84.(1 - \exp(-1,27 - 0,26t))$ | $R^2 = 0.95$ | | | |
| Argamassa exposta por | 5% | $v = 3,87.(1 - \exp(-1,27 - 0,22t))$ | $R^2 = 0,80$ | | | |
| 5 meses em ambiente | 10% | $v = 3,82.(1 - \exp(-0.95 - 0.30t))$ | $R^2 = 0.91$ | | | |
| protegido (laboratório) | 15% | $v = 3,76.(1 - \exp(-0,92 - 0,32t))$ | $R^2 = 0.97$ | | | |
| | 20% | v = 3,69.(1 - exp(-0,80 - 0,35t)) | $R^2 = 0.92$ | | | |



Figura 4.10. VPU nas argamassas protegidas no laboratório – ensaiadas aos 5 meses.

• Amostras expostas ao ambiente externo

Nas Tabelas 4.8 a 4.10 e nas Figuras 4.11 a 4.13 estão apresentados os resultados obtidos com a determinação da VPU através das argamassas que ficaram expostas ao ambiente externo e que foram ensaiadas à compressão simples aos 28 dias, 4 meses e 5 meses.

Para as argamassas ensaiadas aos 28 dias (Tabela 4.8 e Figura 4.11), as medições foram feitas durante os 7 primeiros dias, tendo sido observada variação significativa nos valores de VPU; aos 28 dias, no dia do ensaio destrutivo, foi realizada outra medição.

Novamente, os valores mais elevados de VPU se concentraram nas argamassas testemunha e naquela com teor de 5%; os maiores teores de substituição apresentaram menores valores de VPU.

Tabela 4.8. VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 28 dias.

| Modelo matemático para velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) – Beraldo (1999). | | | | | | | |
|---|---|--------------------------------------|--------------|--|--|--|--|
| Tipo de Argamassa | Tipo de ArgamassaTeor de substit. (CCA)Equação da $v = f(t)$ Coef. de Deterno | | | | | | |
| | Sem cinza | $v = 3,84.(1 - \exp(-1,57 - 0,32t))$ | $R^2 = 0.89$ | | | | |
| Argamassa exposta por | 5% | $v = 3,71.(1 - \exp(-1,57 - 0,35t))$ | $R^2 = 0.94$ | | | | |
| 28 dias em ambiente | 10% | $v = 3,67.(1 - \exp(-1,39 - 0,34t))$ | $R^2 = 0.94$ | | | | |
| externo | 15% | $v = 3,59.(1 - \exp(-1,33 - 0,37t))$ | $R^2 = 0.95$ | | | | |
| | 20% | $v = 3,54.(1 - \exp(-1,43 - 0,28t))$ | $R^2 = 0,99$ | | | | |



Figura 4.11. VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 28 dias

Para as argamassas expostas durante o período de quatro meses, esperava-se obter valores mais elevados de VPU nas idades finais. No entanto, tal fato não foi observado, como se pode observar na Figura 4.12, pois entre as idades de 7 dias e de 4 meses não houve grande variação da VPU. A argamassa com teor de 10% de CCA apresentou valores de VPU próximos aos valores da argamassa com teor de 5% de CCA. O mesmo ocorreu entre as argamassas com teores de 15% e de 20% de CCA.

Tabela 4.9. VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 4 meses.

| | - | • | |
|-------------------------|------------------------|--------------------------------------|-----------------------|
| Tipo de Argamassa | Teor de substit. (CCA) | Equação da $v = f(t)$ | Coef. de Determinação |
| | Sem cinza | v = 3.79.(1 - exp(-1.36 - 0.41t)) | $R^2 = 0.98$ |
| Argamassa exposta por 4 | 5% | $v = 3,66.(1 - \exp(-1,36 - 0,41t))$ | $R^2 = 0.99$ |
| meses em ambiente | 10% | $v = 3,71.(1 - \exp(-1,04 - 0,49t))$ | $R^2 = 0.94$ |
| externo | 15% | $v = 3,55.(1 - \exp(-1,06 - 0,53t))$ | $R^2 = 0.96$ |
| | 20% | v = 3,58.(1 - exp(-1,07 - 0,49t)) | $R^2 = 0.98$ |

Modelo matemático para velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) – Beraldo (1999).



Figura 4.12. VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 4 meses.

As argamassas ensaiadas aos 5 meses (Tabela 4.10 e Figura 4.13) apresentaram os valores mais elevados de VPU com relação a todas as argamassas expostas ao ambiente externo. Houve grande variação de VPU considerando as idades de 7 dias em relação ao último dia de exposição. Esses valores estão dentro do que se esperava, visto que a hidratação do cimento CPIII é lenta, ou seja, houve um ganho na resistência do material com o passar do tempo. Esse material que ficou exposto ao ambiente apresenta vantagens em relação aos que ficaram no laboratório (com maiores valores de VPU), por ocasião das mudanças climáticas entre um ambiente e outro. No ambiente externo, houve período com grandes precipitações, melhorando dessa forma, as reações de hidratação.

| Tabela | a 4.10. | VPU | nas | argamassas | exposta | is ac | ambiente | externo | – ensaiadas | s aos 5 | meses. |
|--------|---------|-----|-----|------------|---------|-------|----------|---------|-------------|---------|--------|
|--------|---------|-----|-----|------------|---------|-------|----------|---------|-------------|---------|--------|

| Modelo matemático para velocidade do pulso ultra-sônico (VPU) – Beraldo (1999). | | | | | |
|---|------------------------|--------------------------------------|-----------------------|--|--|
| Tipo de Argamassa | Teor de substit. (CCA) | Equação da $v = f(t)$ | Coef. de Determinação | | |
| | Sem cinza | $v = 3,87.(1 - \exp(-1,52 - 0,21t))$ | $R^2 = 0.96$ | | |
| Argamassa exposta por 5 | 5% | $v = 3,82.(1 - \exp(-1,33 - 0,22t))$ | $R^2 = 0.98$ | | |
| meses em ambiente | 10% | v = 3,88.(1 - exp(-1,48 - 0,21t)) | $R^2 = 0.96$ | | |
| externo | 15% | v = 3,88.(1 - exp(-1,48 - 0,20t)) | $R^2 = 0.96$ | | |
| | 20% | v = 3,83.(1 - exp(-1,29 - 0,22t)) | $R^2 = 0.96$ | | |



Figura 4.13. VPU nas argamassas expostas ao ambiente externo – ensaiadas aos 5 meses.

Com as medições de VPU através das argamassas pode-se observar que os maiores valores apresentados foram para as argamassas com 5% de CCA, valores esses que foram iguais ou muito próximos aos valores da testemunha, para a maioria dos casos avaliados. E, de modo geral, à medida que se aumentou o teor, houve uma queda nos valores de VPU. Os melhores resultados foram das argamassas expostas ao ambiente externo por um período de 5 meses.

4.4.3. Resistência mecânica à compressão simples das argamassas

• Argamassas protegidas em laboratório

A Figura 4.14 apresenta as médias referentes ao ensaio de compressão simples para os corposde-prova que ficaram protegidos no laboratório. Observou-se que, à medida que se aumentou o teor de substituição houve uma queda nos valores de tensão, com exceção das argamassas ensaiada aos 4 meses, para qual observou-se que o teor de 20% forneceu valores mais elevados de tensão de ruptura em relação à argamassa com 15% de cinza.

Observa-se que as argamassas que foram ensaiadas aos 28 dias não apresentaram bons resultados com relação à argamassa testemunha, à medida que se aumentava o teor de cinzas. Entretanto, as argamassas que ficaram expostas durante um período maior apresentaram

maiores valores de tensão de ruptura; para o período de exposição de 5 meses, as argamassas com 5% e 10% de CCA apresentaram valores de tensão superiores ou similares aos da testemunha.



Figura 4.14. Resistência à compressão das argamassas protegidas em laboratório.

Argamassas expostas ao ambiente externo

Na Figura 4.15 estão apresentadas as médias referentes ao ensaio de compressão simples para os corpos-de-prova que ficaram expostos ao ambiente externo.

Para estas argamassas houve diferenciação entre os valores médios de tensão de ruptura. As argamassas expostas durante os 28 dias apresentaram tensão de ruptura inferiores aquelas das argamassas com maior período de exposição, assim como ocorreu para as argamassas que ficaram protegidas no laboratório.



Figura 4.15. Resistência à compressão das argamassas expostas ao ambiente externo.

• Argamassas submetidas a ciclos de imersão e secagem

As médias dos valores de tensão de ruptura das argamassas que foram submetidas aos ciclos de imersão e secagem estão apresentadas na Figura 4.16. Estas argamassas tiveram o período único correspondendo a 50 ciclos.

Entre as médias dessas argamassas, a que mostrou um resultado mais elevado foi aquela com 15% de CCA, enquanto que a argamassa com 5% foi aquela que apresentou os menores valores, com uma diferença em relação à testemunha de 14%.



Figura 4.16. Resistência à compressão das argamassas - ciclos de imersão e secagem.

Para uma melhor compreensão sobre os dados referentes à tensão de ruptura, para corpos-deprova submetidos a diferentes tipos de exposição, foi realizada a análise estatística por meio do software estatístico *Minitab, versão 15*. Os resultados estão apresentados no item 4.5.

4.4.4. Correlação entre a tensão de ruptura e a velocidade do pulso ultra-sônico (VPU)

Através dos valores dos coeficientes de determinação (\mathbb{R}^2) obteve-se a correlação entre as variáveis tensão de ruptura e velocidade do pulso ultra-sônico. Avaliando os coeficientes de determinação (\mathbb{R}^2) que foram calculados, foi possível verificar que, para este material, a técnica do ensaio não destrutivo (ultra-som) não apresentou resultados satisfatórios que permitissem sua utilização na avaliação das características mecânicas do material. Observou-se uma grande dispersão nos resultados, não permitindo a adoção de um modelo

matemático preditivo da resistência à compressão a partir da VPU.

4.5. Análise Estatística

4.5.1. Análise dos dados referentes à tensão de ruptura

Para esta análise utilizou-se o software estatístico *MINITAB*, *versão 15*. Foram utilizados Modelos Lineares Generalizados para fazer-se a análise dos fatores, e a comparação das médias foi feita por meio do teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

4.5.1.1. Laboratório – Tensão de ruptura

Para a variável resposta "Tensão" foi testado se havia diferença ou não entre os diferentes níveis dos fatores "Tempo de Exposição" e "Teor de Substituição".

• Tempo de Exposição

A Tabela 4.11 apresenta um teste de comparação múltipla, onde foram realizados testes dois a dois para cada um dos níveis. O p-valor expressa se existe ou não diferença estatisticamente significativa entre cada nível. Convenciona-se que valores acima de 0,05 não apresentam diferença estatística; para valores iguais ou inferiores a 0,05 existe diferença estatística. Observa-se então nesta tabela que para todos os períodos considerados existe diferença

estatística entre os valores de Tensão.

Tabela 4.11. Análise dos p-valores para Tempo de Exposição (Laboratório).

| Tukey Simultaneous Tests | | | | | | | |
|--------------------------|----------------------------|-----------------|----------|----------|--|--|--|
| Respon | Response Variable TENSAO | | | | | | |
| All Pa | irwise Compari: | sons among L | evels of | TEMPO | | | |
| TEMPO | = 1 subtracted | d from: | | | | | |
| | Difference | SE of | | Adjusted | | | |
| TEMPO | of Means | Difference | T-Value | P-Value | | | |
| 3 | 7,519 | 0,9577 | 7,851 | 0,0000 | | | |
| 4 | 10,806 | 0 , 9577 | 11,283 | 0,0000 | | | |
| | | | | | | | |
| TEMPO | TEMPO = 3 subtracted from: | | | | | | |
| | Difference | SE of | | Adjusted | | | |
| TEMPO | of Means | Difference | T-Value | P-Value | | | |
| 4 | 3,287 | 0 , 9577 | 3,432 | 0,0046 | | | |
| | | | | | | | |

Legenda (Tempo): 1: 28 dias 3: 4 meses 4: 5 meses

• Teor de Substituição

A Tabela 4.12 apresenta os p-valores para os diferentes níveis do fator "Teor de Substituição". Nesta análise observou-se que entre o Teor 1 (sem cinza) e o Teor 2 (5% de CCA) não houve diferença estatisticamente significativa; para o Teor 3 (10% de CCA) também não houve diferença estatística quando comparado ao Teor 4 (15% de CCA) e ao Teor 5 (20% de CCA). O mesmo ocorre na comparação do Teor 4 com o Teor 5, pois os valores foram superiores a 0,05.

Tukey Simultaneous Tests Response Variable TENSAO All Pairwise Comparisons among Levels of TEOR TEOR = 1 subtracted from: Difference SE of Adjusted TEOR of Means Difference T-Value P-Value 0,075 1,071 0,070 1,0000 2 3 -3,361 1,071 -3,139 0,0181 -5**,**196 1,071 -4,853 **0,0000** 4 -5**,**862 -5,475 **0,0000** 5 1,071 TEOR = 2 subtracted from: Difference SE of Adjusted of Means Difference T-Value P-Value TEOR
 -3,435
 1,071
 -3,209

 -5,271
 1,071
 -4,923

 -5,937
 1,071
 -5,545
 0,0147 3 -4,923 0,0000 4 5 -5,545 0,0000 TEOR = 3 subtracted from: Difference SE of Adjusted of Means Difference T-Value P-Value TEOR -1,835 1,071 -1,714 **0,4295** 4 5 -2,502 1,071 -2,336 0,1412 TEOR = 4 subtracted from: Difference SE of Adjusted TEOR of Means Difference T-Value P-Value 5 0,9712 -0,6662 1,071 -0,6222 Legenda (Teor): 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 5: 20% de CCA

Tabela 4.12. Análise dos p-valores para Teor de Substituição (Laboratório).

A Figura 4.17. apresenta o comportamento da variável Tensão, para os diferentes níveis dos fatores Tempo e Teor. Observou-se que, com relação aos valores das médias de Tensão para os diferentes Tempos de exposição, à medida que se aumenta o período de exposição, os valores de Tensão são mais elevados.

Para os Teores de substituição, observou-se uma diminuição nos valores de Tensão à medida que se aumentou o teor de substituição.

Para os teores de 5% e 10% os valores não foram tão inferiores à testemunha, porém, para 15% e 20% de substituição, a redução na tensão de ruptura foi da ordem de 28%.



Figura 4.17. Variável Tensão para os diferentes níveis dos fatores Tempo e Teor

(exposição: laboratório).

 Legenda:
 3:4 meses
 4:5 meses

 Teor
 1: sem cinza
 2: 5% de CCA
 3: 10% de CCA
 4: 15% de CCA
 5: 20% de CCA

As Tabelas 4.13 e 4.14 apresentam as interpretações resumidas das análises que foram realizadas para os diferentes níveis dos fatores "Tempo" e "Teor", para os corpos-de-prova que ficaram protegidos no laboratório.

A leitura dessa tabela deve ser feita com base nas linhas, que foram comparadas às colunas.

Por exemplo, na linha que está destacada na Tabela 4.13, verifica-se que a Tensão para o Tempo 3 (4 meses) é maior que a Tensão para o Tempo 1 (28 dias), e menor que a Tensão do Tempo 4 (5 meses). Na coluna referente ao Tempo 3 há um símbolo X, porque não se compara o Tempo 3 consigo mesmo (redundância).

| TEMDO | Comparação | | | | |
|--------|------------|-------|-------|--|--|
| IEMITU | 1 | 3 | 4 | | |
| 1 | Х | menor | menor | | |
| 3 | maior | Х | menor | | |
| 4 | maior | maior | X | | |

Tabela 4.13. Comparação entre os diferentes níveis do fator "Tempo" (Laboratório).

Legenda (Tempo): 1: 28 dias 3: 4 meses 4: 5 meses

Logo, pode-se concluir que aumentando o tempo de exposição, aumenta-se o valor da tensão para os corpos-de-prova que ficaram no laboratório. Tal fato pode atribuir-se ainda às reações de hidratação do cimento de alto forno CP-III, normalmente mais lentas do que aquela que é observada nos demais cimentos.

| телр | Comparação | | | | | | |
|------|------------|--------|--------|--------|--------|--|--|
| ILOK | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | |
| 1 | Х | iguais | maior | maior | maior | | |
| 2 | iguais | Х | maior | maior | maior | | |
| 3 | menor | menor | Х | iguais | iguais | | |
| 4 | menor | menor | iguais | Х | iguais | | |
| 5 | menor | menor | iguais | iguais | Х | | |

Tabela 4.14. Comparação entre os diferentes níveis do fator "Teor" (Laboratório).

Legenda (Teor): 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 5: 20% de CCA

Com relação ao fator "Teor", o Teor 1 (sem cinza) e o teor 2 (5% de CCA) foram os que apresentaram os valores mais elevados para a Tensão. Neste caso, aumentando-se o Teor de cinzas para 10%, 15% e 20% diminui o valor da Tensão de ruptura.

4.5.1.2. Ambiente – Tensão de ruptura

Para os corpos-de-prova que ficaram expostos ao ambiente externo também foi testado se havia diferença ou não entre os diferentes níveis dos fatores "Tempo de Exposição" e "Teor de Substituição" para a variável Tensão.

• Tempo de Exposição

A Tabela 4.15 apresenta o teste de comparação múltipla, entre os níveis. De acordo com os pvalores apresentados, observa-se que entre o Tempo 3 e o Tempo 4 não há diferença estatística, enquanto que na comparação do Tempo 1 com os Tempos 3 e 4 há diferença estatística entre os mesmos.

```
Tukey Simultaneous Tests
Response Variable TENSAO
All Pairwise Comparisons among Levels of TEMPO
TEMPO = 1 subtracted from:
      Difference
                     SE of
                                    Adjusted
       of Means Difference T-Value P-Value
TEMPO
3
          7,471 0,9974 7,491 0,0000
          6,724
                   0,9974 6,741
                                      0,0000
4
TEMPO = 3 subtracted from:
                                    Adjusted
      Difference SE of
TEMPO
       of Means Difference T-Value
                                     P-Value
         -0,7477 0,9974 -0,7496
                                      0,7347
4
```

Tabela 4.15. Análise dos p-valores para Tempo de Exposição (Ambiente).

```
Legenda (Tempo): 1: 28 dias 3: 4 meses 4: 5 meses
```

Observou-se, para as argamassas que ficaram expostas ao ambiente externo, que os valores de tensão foram inferiores para os corpos-de-prova ensaiados aos 28 dias. A análise estatística mostra que esses valores apresentam diferença estatística em relação aos corpos-de-prova ensaiados aos 4 meses e aos 5 meses; para corpos-de-prova ensaiados aos 4 e aos 5 meses não há diferença estatística entre si. Esses resultados estão dentro do esperado, pois o cimento CPIII apresenta maiores valores de tensão para idades mais avançadas.

• Teor de Substituição

A Tabela 4.16 apresenta os p-valores para os diferentes níveis do fator "Teor". Observa-se que há diferença estatística ao se comparar o Teor 1 (sem cinza) com o Teor 2 (5% de CCA).

```
Tukey Simultaneous Tests
Response Variable TENSAO
All Pairwise Comparisons among Levels of TEOR
TEOR = 1 subtracted from:
     Difference
                       SE of
                                      Adjusted
TEOR
        of Means Difference
                             T-Value
                                       P-Value
2
         -3,850
                      1,288
                              -2,990
                                        0,0294
3
         -1,534
                      1,288
                              -1,191
                                        0,7564
                              -1,158
                                        0,7750
4
         -1,491
                      1,288
5
         -2,224
                      1,288
                              -1,728
                                        0,4230
TEOR = 2 subtracted from:
     Difference
                      SE of
                                      Adjusted
       of Means Difference T-Value
                                      P-Value
TEOR
3
          2,316
                      1,288
                             1,799
                                        0,3813
4
          2,359
                      1,288
                               1,832
                                        0,3625
5
          1,626
                      1,288
                               1,262
                                        0,7147
TEOR = 3 subtracted from:
     Difference
                       SE of
                                      Adjusted
TEOR
        of Means Difference T-Value
                                       P-Value
4
          0,0428
                      1,288
                             0,0332
                                        1,0000
5
        -0,6906
                      1,288 -0,5363
                                        0,9833
TEOR = 4 subtracted from:
     Difference
                      SE of
                                      Adjusted
TEOR
       of Means Difference T-Value
                                       P-Value
                             -0,5695
                                        0,9791
5
         -0,7333
                      1,288
```

Tabela 4.16. Análise dos p-valores para Teor de Substituição (Ambiente)

Legenda (Teor): 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 5: 20% de CCA

Na Figura 4.18 estão apresentadas as médias da Tensão para os diferentes níveis dos fatores "Tensão" e "Teor".

Para o fator "Tempo" houve um pequeno decréscimo na Tensão para o Tempo 4 (correspondente a 5 meses de exposição); entretanto, como já foi descrito anteriormente, ao se comparar o Tempo 3 (4 meses) com o Tempo 4 (5 meses) não houve diferença estatisticamente significativa entre eles.

Para o fator "Teor" houve um grande decréscimo na média da Tensão para o Teor 2 (5% de CCA), que mostrou diferença estatística quando comparado ao Teor 1 (testemunha). Essa variabilidade pode ter ocorrido durante o processo de produção dos corpos-de-prova, devido à má compactação dos mesmos ou devido a problemas ocorridos durante o capeamento. Já se esperava que à medida que aumentasse o teor de CCA, houvesse uma diminuição na tensão;

entretanto os valores referentes ao Teor 2 (5% de CCA) mostraram-se bastante inferiores aos teores 3 (10% de CCA), 4 (15% de CCA) e 5 (20% de CCA).



Figura 4.18. Variável Tensão para os diferentes níveis dos fatores Tempo e Teor

(exposição: ambiente)

| Legenda | a: | | | | |
|---------|--------------|---------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Tempo | 1:28 dias | 3: 4 meses | 4: 5 meses | | |
| Teor | 1: sem cinza | 2: 5% de CCA | 3: 10% de CCA | 4: 15% de CCA | 5: 20% de CCA |

As Tabelas 4.17 e 4.18 apresentam as interpretações resumidas das análises que foram realizadas para os diferentes níveis dos fatores "tempo" e "teor" para os corpos-de-prova que ficaram expostos ao ambiente externo.

| Tabela 4.17. | Comparação entr | e os diferentes | níveis do fato | r "Tempo" | (Ambiente) |
|--------------|-----------------|-----------------|----------------|-----------|------------|
| | 1 3 | | | | \[|

| ТЕМРО | | Comparação | | | | | |
|-----------------------------|---------------------------------|------------|--------|--|--|--|--|
| I ENILO | 1 | 3 | 4 | | | | |
| 1 | Х | menor | menor | | | | |
| 3 | maior | Х | iguais | | | | |
| 4 | maior | iguais | Х | | | | |
| Legende (Tempe). 1. 29 dies | 3. 1 magaz 1. 5 m | | | | | | |

Legenda (Tempo): 1: 28 dias 3: 4 meses 4: 5 meses

De acordo com a Tabela 4.17, o Tempo 1 (28 dias) é o período com menor valor de Tensão apresentado, enquanto que para os Tempos 3 (4 meses) e 4 (5 meses) observam-se os valores mais elevados para a Tensão.

Na Tabela 4.18 observa-se que, para o fator "Teor", os Teores 1, 3, 4 e 5 são aqueles que apresentam os maiores valores para a Tensão. Neste caso, a Tensão não mostrou um comportamento linear; possivelmente o resultado referente ao Teor 2 se mostrou inferior devido aos problemas originados durante a confecção dos corpos-de-prova, como foi relatado anteriormente.

| TEOD | Comparação | | | | | | |
|------|------------|--------|--------|--------|--------|--|--|
| IEUK | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | |
| 1 | X | maior | iguais | iguais | iguais | | |
| 2 | menor | Х | iguais | iguais | iguais | | |
| 3 | iguais | iguais | Х | iguais | iguais | | |
| 4 | iguais | iguais | iguais | Х | iguais | | |
| 5 | iguais | iguais | iguais | iguais | X | | |

Tabela 4.18. Comparação entre os diferentes níveis do fator "Teor" (Ambiente)

Legenda (Teor): 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 5: 20% de CCA

Não se pode afirmar que as argamassas foram afetadas de forma negativa devido ao tipo e ao tempo de exposição, pois esse período é considerado curto no que diz respeito a ensaios de envelhecimento. O material começa seu período de degradação em período de tempo muito maior. Assim pode-se observar de forma positiva esse tipo de exposição, visto que os corposde-prova estão em contato com o ambiente e assim ocorre de forma mais rápida a carbonatação nos mesmos.

4.5.1.3. Imersão e Secagem – Tensão de ruptura

Para os corpos-de-prova que foram submetidos a ciclos de imersão e secagem foi testado se havia diferença ou não entre os diferentes níveis do fator "Teor de Substituição", para a variável Tensão, visto que o tempo de exposição foi único, correspondendo à duração de 50 ciclos.

A Tabela 4.19 apresenta os p-valores da variável Tensão para os corpos-de-prova que foram submetidos a 50 ciclos de imersão e secagem. Os p-valores que estão em negrito indicam os resultados que apresentam diferença estatística significativa.

Ou seja, o Teor 1 (0% de CCA) apresentou diferença estatística com relação aos Teores 3 (10%) de CCA e 4 (15% de CCA).

| Multiple Comparisons | | | | | | | |
|----------------------|-------------|-------------|------------------------|-----------------|-----------|----------------------|------------------------------|
| | | | Depe | endent Variable | e: tensao | | |
| | (I) teor | (J) teor | Mean Difference (I- | Std. Error | p-value | 95% Confide Lower | ence Interval Upper Bound |
| | | 2 | J) 2.659 | 1 /09 | 0.240 | Bound 1 479 | 6 704 |
| | | 2 | 2,000 | 1,400 | 0,349 | -1,470 | 0,794 |
| | 1 | 3 | 0,460 | 1,400 | 0,005 | 1,349 | 9,021 |
| | | 4 | 6,248 | 1,408 | 0,001 | 2,112 | 10,384 |
| | | 5 | 2,188 | 1,408 | 0,539 | -1,948 | 6,324 |
| | | 1 | -2,658 | 1,408 | 0,349 | -6,794 | 1,478 |
| Tukey | 2 | 3 | 2,827 | 1,408 | 0,292 | -1,309 | 6,963 |
| | | 4 | 3,590 | 1,408 | 0,111 | -0,546 | 7,726 |
| | | 5 | -0,470 | 1,408 | 0,997 | -4,606 | 3,666 |
| | 3 | 1 | -5,485 | 1,408 | 0,005 | -9,621 | -1,349 |
| | | 2 | -2,827 | 1,408 | 0,292 | -6,963 | 1,309 |
| | | 4 | 0,763 | 1,408 | 0,982 | -3,373 | 4,899 |
| | | 5 | -3,297 | 1,408 | 0,165 | -7,433 | 0,839 |
| | | 1 | -6,248 | 1,408 | 0,001 | -10,384 | -2,112 |
| | 4 | 2 | -3,590 | 1,408 | 0,111 | -7,726 | 0,546 |
| | 4 | 3 | -0,763 | 1,408 | 0,982 | -4,899 | 3,373 |
| | | 5 | -4,060 | 1,408 | 0,056 | -8,196 | 0,076 |
| | | 1 | -2,188 | 1,408 | 0,539 | -6,324 | 1,948 |
| | 5 | 2 | 0,470 | 1,408 | 0,997 | -3,666 | 4,606 |
| | 5 | 3 | 3,297 | 1,408 | 0,165 | -0,839 | 7,433 |
| | | 4 | 4,060 | 1,408 | 0,056 | -0,076 | 8,196 |

| Tabela 4.19. Análise dos p-valores para teor de substituição (Imersão e Secagem). |
|---|
|---|

Legenda (Teor): 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 5: 20% de CCA



Figura 4.19. Variável Tensão para o fator "Teor de substituição" (imersão e secagem) Legenda: Teor: 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 5: 20% de CCA

Pode-se observar na Figura 4.19 que o Teor 5 (20% de CCA) apresentou um comportamento diferente daquele esperado, com valores de Tensão superiores àqueles obtidos com os outros Teores (2, 3 e 4). Porém, na Tabela 4.20 verifica-se que, segundo a análise efetuada, os valores de Tensão do Teor 5 se mostram estatisticamente iguais aos valores dos outros teores. De acordo com a Tabela 4.19, de p-valores, observou-se que para o Teor 5 (20% de CCA) não

há diferença estatística em relação aos demais teores.

| TEOD | Comparação | | | | | | |
|------|------------|--------|--------|--------|--------|--|--|
| IEUK | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | |
| 1 | Х | iguais | maior | maior | iguais | | |
| 2 | iguais | Х | iguais | iguais | iguais | | |
| 3 | menor | iguais | Х | iguais | iguais | | |
| 4 | menor | iguais | iguais | X | iguais | | |
| 5 | iguais | iguais | iguais | iguais | Х | | |

Tabela 4.20. Comparação entre os diferentes níveis do fator "Teor" (Imersão e Secagem).

4.5.2. Velocidade do Pulso Ultra-sônico (VPU)

Para a análise da variável VPU, os dados estavam balanceados, com o mesmo número de fatores e o mesmo número de níveis; logo, o tratamento estatístico foi realizado com o auxílio do software *Statgraphics Plus for Windows 5.1*.

• Análise de variância para a VPU

Resumo do Procedimento

Variável dependente: VPU Fatores: Tipo de Exposição Tempo de Exposição Teor de Substituição

N° de casos completos: 180

Este procedimento realiza uma análise multifatorial da variância para o ensaio de VPU. O software realiza vários testes e apresenta gráficos para determinar que fatores têm um efeito estatisticamente significativo na VPU. Os testes F na tabela ANOVA permitem identificar os fatores significativos. Para cada fator significativo, os testes de escala múltiplos indicam quais médias são significativamente diferentes das demais. O gráfico de médias ajuda a interpretar os efeitos significativos.

A Tabela ANOVA decompõe a variabilidade de VPU nas contribuições devidas aos vários fatores. Desde que o tipo III das somas dos quadrados tenha sido escolhido, a contribuição de cada fator é medida eliminando os efeitos de todos os fatores restantes. Desde que os p-valores sejam inferiores a 0,05, estes fatores têm efeito estatisticamente significativo na VPU ao nível de confiança de 95%.

| Análisis de la V | arianza paraVPU - Suma | s de Cua | adrados de Tipo | III | |
|------------------|------------------------|----------|------------------|----------|---------|
| Fuente | Suma de cuadrados | GL Cı | uadrado Medio Co | ciente-F | P-Valor |
| EFECTOS PRINCIPA | LES | | | | |
| A:Dura | 0,410893 | 2 | 0,205447 | 34,99 | 0,0000 |
| B:Expo | 0,0240356 | 1 | 0,0240356 | 4,09 | 0,0447 |
| C:Teor | 1,31881 | 4 | 0,329702 | 56,16 | 0,0000 |
| INTERACCIONES | | | | | |
| AB | 0,468458 | 2 | 0,234229 | 39,90 | 0,0000 |
| AC | 0,276096 | 8 | 0,0345119 | 5,88 | 0,0000 |
| BC | 0,124581 | 4 | 0,0311453 | 5,30 | 0,0005 |
| RESIDUOS | 0,927609 | 158 | 0,00587094 | | |
| TOTAL (CORREGIDO |) 3,55048 | 179 | | | |
| | | | | | |

Tabela 4.21. ANOVA do elemento de análise Velocidade do pulso ultra-sônico (VPU).

Nota: Todas as razões F estão baseadas no erro da média residual quadrada

A Tabela 4.21 ANOVA apresenta todos os p-valores inferiores a 0,05; isso mostra que todos os fatores analisados contribuem significativamente à variável em estudo (velocidade do pulso ultra-sônico), assim como foi significativa a interação entre esses fatores.

> Comparação múltipla de VPU para tempo de exposição

Esta tabela aplica um procedimento de comparação múltipla para determinar as médias que são significativamente diferentes uma das outras. Nesta mesma tabela, se identificam três grupos homogêneos, segundo o alinhamento do sinal X na coluna. Dentro de cada coluna, os níveis que têm sinal X formam um grupo de médias entre as quais não há diferença estatisticamente significativa.

| Método: | 95,0 porcentaje | e HSD de Tu | key | |
|---------|-----------------|-------------|------------|-------------------|
| Dura | Recuento | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
| 3 | 60 | 3,68 | 0,00989187 | Χ |
| 1 | 60 | 3,73 | 0,00989187 | Х |
| 4 | 60 | 3,80 | 0.00989187 | Х |

Tabela 4.22. Análise do fator Tempo de Exposição: parâmetro VPU – médias.

Legenda (Tempo): 1: 28 dias 3: 4 meses 4: 5 meses

Com base na Tabela 4.22, onde estão apresentados os grupos homogêneos na forma de X, verifica-se que os tempos de exposição apresentados mostram diferença estatística entre si, com relação aos valores de VPU, pois nenhum se encontra alinhado em uma mesma coluna. Observando-se as médias de VPU, nota-se que o período de 4 meses apresentou decréscimo nos valores de VPU, enquanto que no período de 5 meses os valores se mostraram mais elevados; isto também pode ser observado também na Figura 4.20, apresentando as médias de VPU ao longo do tempo.

As médias dos valores de VPU referente aos corpos-de-prova expostos durante 5 meses estão dentro do esperado, pois se mostram superiores em relação às outras idades.



Medias y 95,0 Porcentajes Intervalos HSD de Tukey

Figura 4.20. VPU para diferentes tempos de exposição: médias dos corpos-de-prova.

> Comparação múltipla de VPU para tipo de exposição

Para esta análise foram considerados apenas dois níveis para "Tipo de Exposição": Laboratório e Ambiente Externo, pois os corpos-de-prova que foram submetidos a ciclos de imersão e secagem não foram submetidos ao ensaio não destrutivo (VPU).

A Tabela 4.23 apresenta a comparação múltipla referente ao fator "Tipo de Exposição" para a variável VPU. Observa-se, na coluna dos grupos homogêneos, que os "X" não estão alinhados na mesma coluna; logo, pode-se concluir que há diferença estatística entre os dois tipos de exposição. Os corpos-de-prova do Tipo 1 (protegidos em laboratório) apresentaram uma pequena superioridade com relação àqueles do Tipo 2 (ambiente externo), no que diz respeito as médias de VPU. Isso também pode ser verificado na Figura 4.21.

| Vétodo: | 95,0 porcentaje | HSD de Tuk | еу | |
|---------|-----------------|------------|------------|-------------------|
| Expo | Recuento | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
| 2 | 90 | 3,72 | 0,00807668 | Х |
| 1 | 90 | 3,75 | 0,00807668 | Х |

Tabela 4.23 Análise do fator Tipo de Exposição: parâmetro VPU – médias

I: Laboratorio 2: Ambiente Legenda (Tipo de Exposição):



TIPO <u>Legenda</u>: 1: Laboratório 2: Ambiente Figura 4.21. VPU para diferentes tipos de exposição: médias dos corpos-de-prova.

> Comparação múltipla de VPU para Teor de Substituição

A Tabela 4.24 apresenta os grupos homogêneos na análise do Teor de Substituição para a variável VPU. Verifica-se que entre o Teor 5 (20% de CCA) e o Teor 4 (15% de CCA) não há diferença estatística; entre o Teor 3 (10% de CCA) e o Teor 2 (5% de CCA) também não há diferença estatística, mas ambos diferem dos Teores 4 e 5 e do Teor 1 (sem cinza). O Teor 1 apresenta diferença estatística quando comparado aos demais Teores.

| Teor | Recuento | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
|-------|----------|----------|-----------|-------------------|
| 5 | | 3.62 | 0.0127703 | Χ |
| 4 | 36 | 3,66 | 0,0127703 | Х |
| 3 | 36 | 3,76 | 0.0127703 | х |
| 2 | 36 | 3,79 | 0.0127703 | х |
| 1 | 36 | 3,85 | 0,0127703 | Х |

Tabela 4.24. Análise do fator Teor de Substituição: parâmetro VPU – médias.

Na Figura 4.22 observam-se as médias de VPU com relação aos diferentes Teores de substituição; verifica-se que à medida que se aumenta o teor de cinzas há uma diminuição nas médias de VPU.



Legenda: 1: sem cinza 2: 5% de CCA 3: 10% de CCA 4: 15% de CCA 4: 20% de CCA Figura 4.22. VPU para diferentes teores de substituição: médias dos corpos-de-prova

4.5.3. Densidade aparente

Para a análise da variável densidade aparente os dados também estavam balanceados, com os mesmos fatores e o mesmo número de níveis; logo, o tratamento estatístico pôde ser realizado com o auxílio do software *Statgraphics Plus for Windows 5.1*.

Análise de variância para a densidade aparente

Resumo do Procedimento

Variável dependente: Densidade aparente Fatores: Tipo de Exposição Tempo de Exposição Teor de Substituição

N° de casos completos: 180

| Análisis de la Vari | anza paraDensAparen | - Sumas | de Cuadrados d | e Tipo III | |
|----------------------------|----------------------------|--------------|-----------------|------------|---------|
| Fuente | Suma de cuadrados | GL Cu | adrado Medio Co | ciente-F | P-Valor |
| EFECTOS PRINCIPALES | | | | | |
| A:Dura | 143208,0 | 2 | 71604,2 | 20,49 | 0,0000 |
| B:Expo | 5137,83 | 1 | 5137,83 | 1,47 | 0,2271 |
| C:Teor | 136724,0 | 4 | 34180,9 | 9,78 | 0,0000 |
| INTERACCIONES | | | | | |
| AB | 78416,4 | 2 | 39208,2 | 11,22 | 0,0000 |
| AC | 85055,7 | 8 | 10632,0 | 3,04 | 0,0033 |
| BC | 48678,5 | 4 | 12169,6 | 3,48 | 0,0093 |
| RESIDUOS | 552113,0 | 158 | 3494,39 | | |
| TOTAL (CORREGIDO) | 1,04933E6 | 179 | | | |
| Nota: Todas as razões F es | stão baseadas no erro da m | nédia residu | ıal quadrada | | |

Tabela 4.25. ANOVA do elemento de análise Densidade aparente.

A Tabela 4.25 ANOVA apresenta os p-valores da análise da variável densidade aparente. Observa-se que entre os Tipos de Exposição não há diferença estatística, com p-valor de 0,2271, enquanto que para os outros fatores há diferença estatística significativa.

> Comparação múltipla de densidade aparente para tempo de exposição

Segundo a Tabela 4.26, observa-se que entre o Tempo 4 (5 meses) e o Tempo 1 (28 dias) não há diferença estatística; o Tempo 3 (4 meses) apresenta diferença estatística em relação aos demais.

| Tabala 1 26 | Análica | do fotor | Tompo | do Evi | nosicão | narâmatra | Dancidada (| noranta | mádias |
|---------------|---------|----------|-------|--------|----------|-----------|--------------|------------|-----------|
| 1 abela 4.20. | Analise | uo rator | rempo | ue ex | posição. | parametro | Delisiuaue a | aparente – | - meulas. |

| | 95,0 porcenta | ije HSD de | тикеу | - ··· / |
|------|---------------|------------|----------|-------------------|
| Dura | Recuento | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
| 3 | 60 | 2035 | 7,6315 | X |
| 1 | 60 | 2095 | 7,6315 | Х |
| 4 | 60 | 2095 | 7,6315 | Х |

> Comparação múltipla de densidade aparente para tipo de exposição

A Tabela 4.27 mostra que para os dois Tipos de Exposição considerados (Laboratório e Ambiente) não há diferença estatística entre eles, para a variável densidade aparente. No entanto, cabe relatar que as médias dos valores de densidade aparente dos corpos-de-prova que ficaram no laboratório foram superiores às médias dos corpos-de-prova que ficaram expostos ao ambiente.

Tabela 4.27. Análise do fator Tipo de Exposição: parâmetro Densidade aparente – médias.

| Método: | 95,0 porcentaje | HSD de Tuke | ey | |
|---------|-----------------|-------------|----------|-------------------|
| Expo | Recuento | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
| 2 | 90 | 2070 | 6,23109 | Χ |
| 1 | 90 | 2080 | 6,23109 | Х |

Legenda (Tipo de Exposição): 1: laboratório 2: ambiente
> Comparação múltipla de densidade aparente para teor de substituição

Na Tabela 4.28 verifica-se, ao considerar as médias, que à medida que se aumenta o teor de CCA diminui a densidade aparente; na coluna dos grupos homogêneos observa-se que entre o Teor 5 (20% de CCA) e o Teor 4 (15% de CCA) não há diferença estatística. O mesmo ocorre entre o Teor 4 e o Teor 3 (10% de CCA); entre o Teor 3 e o Teor 2 (5% de CCA) não há diferença estatística, assim como entre o Teor 2 e o Teor 1 (sem cinza).

Tabela 4.28. Análise do fator Teor de Substituição: parâmetro Densidade – médias.

| Método | : 95,0 porcen | taje HSD de 🛛 | Tukey | |
|--------|---------------|---------------|----------|-------------------|
| Teor | Recuento | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
| 5 | 36 | 2038 | 9,85223 | X |
| 4 | 36 | 2060 | 9,85223 | XX |
| 3 | 36 | 2065 | 9,85223 | XX |
| 2 | 36 | 2098 | 9,85223 | XX |
| 1 | 36 | 2115 | 9,85223 | Х |

4.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) – Argamassa no estado endurecido

Foram realizadas microscopias de algumas argamassas no seu estado endurecido. No entanto, não foi possível detectar grandes alterações nessas argamassas com CCA, pois tornou-se muito difícil visualizar a presença da CCA na matriz cimentícia, visto que a mesma apresentava superfície específica muito próxima daquela do cimento. Para uma melhor verificação dos compostos formados no material endurecido, se faz necessário o uso de difração de raiox-X dessas amostras que foram submetidas a MEV.

Com base em outros trabalhos que fizeram uso da MEV foi possível verificar alguns compostos nas argamassas deste trabalho. No entanto, o uso dessa técnica não permite avaliar quais alterações ocorreram na matriz cimentícia devido à presença de CCA.

A Figura 4.23 apresenta a argamassa que ficou em laboratório durante o período de 4 meses, e que continha 10% de CCA. Pode-se observar nessa argamassa a presença de agulhas de etringita, em detalhe.



Figura 4.23. Argamassa com 10% de CCA, condição de exposição: laboratório, período de 4 meses (10000 X).

Na Figura 4.24 está apresentada a micrografia da argamassa que foi submetida a 50 ciclos de imersão e secagem, contendo 20% de CCA. Na parte inferior da micrografia, pode-se observar um dos produtos formados durante a hidratação do cimento - placas de hidróxido de cálcio.



Figura 4.24. Argamassa com 20% de CCA, condição de exposição: imersão e secagem, 50 ciclos (500 X).

O uso da MEV neste trabalho tinha como objetivo verificar possíveis anomalias nas argamassas decorrentes dos tipos de exposição a que foram submetidas. Entretanto, observouse que para melhor visualização e análise das microscopias torna-se necessário, preliminarmente, saber quais são os compostos que fazem parte da argamassa em estudo, por meio do uso de difração de raios-X.

5. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

Caracterização da CCA residual

 A CCA residual utilizada apresentou em sua composição química 96% de óxido de silício, 3% de teor de carbono, e apenas 2,24% de óxido de potássio. No entanto, foi verificado na análise de difração de raios-X que trata-se de uma cinza cristalina, com a presença de picos de cristobalita.

Avaliação da pozolanicidade

• Na avaliação de pozolanicidade da cinza, observou-se que as argamassas produzidas com 35% de CCA não atingiram a resistência mínima estipulada pela NBR 12653. O ensaio de condutividade elétrica também mostrou que a cinza não apresenta uma boa reatividade ao entrar em contato com Ca (OH)₂. Desse modo, concluiu-se que a CCA residual utilizada nesse trabalho pode fazer parte da matriz cimentícia como material fino de preenchimento, o que fisicamente contribui para o aumento da resistência do cimento (efeito filler) e não como um material pozolânico.

Curvas do calor de hidratação das misturas com CCA e pastas de cimento Portland

- Para as curvas de hidratação com o cimento CP III, a pasta do cimento apresentou como temperatura máxima 50 °C, enquanto que as temperaturas máximas obtidas pelas misturas de cinza e cimento foram da ordem de 44 °C.
- Para as curvas de hidratação com o cimento CPV-ARI houve maior diferenciação entre as temperaturas máximas obtidas, visto que a pasta atingiu 72 °C, enquanto que a CCA 05 apresentou 64 °C. As cinzas de queima controlada apresentaram valores inferiores à cinza residual.

Caracterização física e mecânica das argamassas

• Na caracterização mecânica das argamassas, a partir da análise estatística dos dados concluiu-se que para os corpos-de-prova que ficaram expostos em <u>laboratório</u>, à

medida que se aumentou o tempo de exposição, houve também um aumento no valor da Tensão. E quanto ao teor de substituição, as argamassas com 5% de CCA apresentaram bons resultados quanto à Tensão, similares ao da testemunha.

- Para os corpos-de-prova que ficaram expostos ao <u>ambiente</u> externo, verificou-se que com relação ao tempo de exposição, que para a idade de 28 dias os valores de Tensão foram inferiores aqueles dos corpos-de-prova que ficaram expostos por 4 e 5 meses. Quanto ao teor de substituição houve uma queda acentuada nos valores de tensão para as argamassas com 5% de CCA, essa diferença deve ser atribuída a problemas no processo de produção dos corpos-de-prova, visto que, entre as argamassas testemunhas e argamassas com teores de 10%, 15% e 20%, não houve diferença estatística significativa.
- Para os corpos-de-prova submetidos aos ciclos de <u>imersão e secagem</u>, à medida que se aumentou o teor de cinza, houve uma queda nos valores de tensão, com exceção da argamassa com teor de 20% de CCA, que apresentou média de tensão superior às demais.
- Para os valores de VPU, verificou-se que entre os fatores considerados: tipo de exposição, tempo de exposição e teor de substituição há diferença estatística significativa entre estes. Para o tempo de exposição os corpos-de-prova que ficaram expostos por mais tempo (5 meses) apresentaram vantagens sobre os demais. Entretanto, para o período de 4 meses, verificou-se menores médias de VPU. Quanto aos tipos de exposição, os corpos-de-prova que ficaram no laboratório tiveram pequena superioridade em relação aos que ficaram expostos ao ambiente. E quanto ao teor de substituição, à medida que se aumenta o teor, menores são os valores de média de VPU; a argamassa testemunha apresentou diferença estatística entre as demais.
- Para os valores da densidade aparente, concluiu-se que para os tipos de exposição não há diferença estatística entre eles. E quanto ao tempo de exposição, os menores valores de densidade foram para os corpos-de-prova que ficaram expostos durante 4 meses. Entre o período de 28 dias e 5 meses não houve diferença estatística. Com relação ao teor de substituição, à medida que se aumenta o teor de CCA, há uma diminuição na densidade aparente do material. Pode-se afirmar que a cinza na matriz cimentícia torna o material menos denso do que a testemunha.

Microscopia Eletrônica de Varredura

• Não foi possível verificar com o uso da MEV possíveis anomalias nas argamassas decorrentes dos tipos de exposição que foram submetidas.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Para melhor visualização e análise das microscopias é necessário proceder-se inicialmente a análise de difração de raios-X das argamassas em seu estado endurecido.
- O tempo de exposição das argamassas nos ensaios de durabilidade deve ser muito superior ao período de 5 meses, para que se possa detectar degradação do material.
- Avaliar o efeito da compacidade da argamassa por meio de ensaios de permeabilidade e absorção de água.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, Rio de Janeiro. NBR 5733 - Cimento Portland de Alta Resistência Inicial, especificação, 1991. 5p.

_____. NBR 5735 - Cimento Portland de Alto Forno. Especificação. Rio de Janeiro, 1991. 10p.

_____. **NBR 5751** - Materiais pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica: índice de atividade pozolânica com cal. Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1992.

_____. NBR 5752 - Materiais pozolânicos – Determinação de atividade pozolânica com cimento Portland – Índice de Atividade Pozolânica com cimento. Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1992. 3p.

_____. NBR 6457 - Amostras de Solo - Preparação para Ensaios de Compactação e Ensaios de Caracterização, Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1986.9p.

_____. NBR 7181 - Solo - análise granulométrica. Método de ensaio, Rio de Janeiro, 1984. 13p.

_____. NBR 7211 – Agregado para concreto, Especificação. Rio de Janeiro, 1983. 5p.

_____. NBR 7215 - Cimento Portland: Determinação da resistência à compressão, Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1996. 8p.

_____. NBR 7217 - Agregados: Determinação da composição granulométrica, método de ensaio. Rio de Janeiro. 1987. 3p.

_____. NBR 7224 – Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da área específica (método Blaine). Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1984.

101

_. NBR 12653 - Materiais pozolânicos. Especificação. Rio de Janeiro, 1992. 3p.

BERALDO A. L. Ultrasonic speed wave: cure type influence on wood-cement composite compression strength. In: **Procedings** of the NDTISS '99 – International Symposium on Non Destructive Testing Contribution to the Infrastructure Safety Systems in the 21st Century, UFSM, Torres, RS, p. 86-90, 1999.

BERALDO, A. L.; VIEIRA, F. F. Ensaios não destrutivos aplicados à argamassa com adição de fibras de sisal. **Anais...** Congresso Pan-americano de Ensaios não destrutivos. PANNDT, Rio de Janeiro. ABENDE. v. 1, p. 1-8, 2003.

CEPAGRI UNICAMP. Clima de Campinas. Disponível em: < http://www.cpa.unicamp.br/outras-informacoes/clima-de-campinas.html >. Acesso dezembro de 2007.

CINCOTTO, M. A. Utilização de subprodutos e resíduos na indústria da construção civil. **Tecnologia de Edificações**. São Paulo, Pini/ IPT, p.71-74. 1988.

COOK, David.; PAMA, Ricardo.; PAUL, Bishwendu K. *Rice Husk Ash-Lime-Cement Mixes* for use in Masonry Units. Building and Environment. v. 12, p. 281-288, 1977.

CORDEIRO, L. de N.P.; HENRIQUES, A.C.A; SOUZA, P.S.L. Contribuição ao estudo de aproveitamento da cinza do caroço do açaí como material pozolânico. In: 49° Congresso Brasileiro do Concreto – CBC 2007, Bento Gonçalves, **Anais...** Bento Gonçalves: CBC 2007.

COSTENARO, F.C.; LIBORIO, J.B.L. Efeito da adição de cinza e sílica da casca de arroz em concretos. In: 45° CONGRESSO BRASILEIRO DE CONCRETO, Vitória, Anais... Vitória: IBRACON, 2003.

DELLA, V.P.; KÜHN,I.; HOTZA, D. Caracterização de cinza de casca de arroz para uso como matéria prima na fabricação de refratários de sílica. **Química Nova**, São Paulo, v.24, n.6, p. 778-782, 2001.

______. Reciclagem de resíduos agro-industriais: cinza de casca de arroz como fonte alternativa de sílica. **Cerâmica Industrial**, v.10, n.2, p.22-25, 2005.

DNER – Departamento Nacional de Estradas de Rodagem. **DPT M 93-64** - Densidade Real do Solo, Método de Ensaio. 1993. 4 p.

DI CAMPOS, Melissa Selaysim. **Aproveitamento das cinzas da queima da cama sobreposta de suínos para substituição parcial do cimento Portland**. 121 p. Dissertação (Mestrado em Zootecnia) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2005.

FREITAS, Elaine de Souza. **Caracterização da cinza do bagaço da cana-de-açúcar do município de Campos dos Goytacazes para uso na construção civil**. 97 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, Rio de Janeiro. 2005.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA - IBGE. Produção agrícola nacional. Disponível em <http://www.ibge.com.Br>. Acesso em: julho de 2007.

JAUBERTHIE, R.; RENDELL, F.; TAMBA, S.; CISSË, I. K. Properties of cement – rice husk mixture. **Construction and Building Materials.** v. 17, p. 239-43, 2003.

JOHN, V.M.; CINCOTTO, M.A.; SILVA, M.G. da. Cinzas e Aglomerantes Alternativos. In: **Tecnologia e Materiais Alternativos de Construção.** Wesley Jorge Freire e Antonio Ludovico Beraldo (Coord.). Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 2003. p. 145-190.

KRISHNARAO, R.V.; SUBRAHMANYAM, J. e KUMAR, T.J. Studies on the formation of black particles in rice husk silica ash. **Journal of the European Ceramic Society**, 21. p. 99-104. 2001.

LIMA, S.A.; ROSSIGNOLO, J.A; CAMPOS, M.F. Influência do tempo de moagem na pozolanicidade da cinza da casca da castanha de caju. In: 49° Congresso Brasileiro do Concreto – CBC 2007, Bento Gonçalves, **Anais...** Bento Gonçalves: CBC 2007.

LUXÁN, M.P.; MADRUGA, F.; SAAVEDRA, J. Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement. **Cement and Concrete Research,** v.19, p. 63-68, 1989.

MARTELLO, Luciane Silva; CASADO, Carlos Eduardo Francisco; SAVASTANO JUNIOR, Holmer. Cinzas de dejetos suínos como adição em produtos à base de cimento. In: SEMINÁRIO SOBRE POLUENTES AÉREOS E RUÍDOS EM INSTALAÇÕES PARA PRODUÇÃO DE ANIMAIS, 2002, Campinas. **Anais...** Campinas: Unicamp, 2002. p. 103-109.

MEHTA, P.K. Rice husk ash - A unique supplementary cementing material. In: Advances in Concrete Technology. Ed. V.M. Malhotra, Canmet, Canada: Otawa, 1992, p. 407-431.

MEHTA, P.K; MONTEIRO, P.J.M. **Concreto, estruturas, propriedades e materiais.** 1^a. Ed., São Paulo: Pini, 1994. 574 p.

MESA VALENCIANO, Martha del Carmen. **Durabilidade de compósitos cimentícios com materiais lignocelulósicos.** 186 p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola)– Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo. 2004.

MORALES, E.V.; VILLAR-COCIÑA, E.; FRÍAS, M.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR, H. Actividad puzolánica y aspectos microestruturales de las cenizas de bagazo y paja de caña de azúcar a través de la microscopia electrónica de transmisión. In: Conferência Brasileira sobre materiais e tecnologias não convencionais na construção ecológica e sustentável. BRASIL NOCMAT 2007, Maceió, Anais... Maceió: NOCMAT, 2007.

NAIR, D.G.; JAGADISH, K.S.; FRAAIJ, A. Reactive pozzolanas from rice husk ash: an alternative to cement for rural housing. **Cement and Concrete Research,** v. 36, p. 1062-1071, 2006.

PIMENTEL, Lia Lorena. **Durabilidade de argamassas modificadas por polímeros e reforçadas com fibras vegetais**. 124 p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola)– Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo. 2004.

POUEY, M.T.; DAL MOLIN, D.C.C.; BERGMANN, C.P. Avaliação de diferentes processos de moagem de cinzas de casca de arroz residuais com diferentes características mineralógicas através do Índice de Atividade Pozolânica. In: 49° Congresso Brasileiro do Concreto – CBC 2007, Bento Gonçalves, **Anais...** Bento Gonçalves: CBC 2007.

REGO, J.H.S.; FIGUEIREDO, E.P.; NEPOMUCENO, A.A. A utilização da cinza de casca de arroz residual (CCA residual) como adição mineral ao cimento em concretos. In: 44° CONGRESSO BRASILEIRO DE CONCRETO, Belo Horizonte, **Anais...** Belo Horizonte: IBRACON, 2002.

REGO, J.H.S.; NEPOMUCENO, A.A.; PAZINI E.J.F.; VIEIRA, F.L. Estudo da viabilidade técnica da utilização da cinza de casca de arroz (CCA) residual como adição mineral ao cimento. In: Conferência Brasileira sobre materiais e tecnologias não convencionais na construção ecológica e sustentável. BRASIL NOCMAT 2006, Salvador, Anais... Salvador: NOCMAT,2006.

ROSS, R.J.; BRASHW, B. K.; PELLERIN, R.F. Non destructive evaluation of wood. **Forest Products Journal**, v.48, n.1, p. 14-19, 1998.

SANDERMANN W, PREUSSER H. J.; SCHWIENS W. The effect of wood extractives on the setting of cement-bonded wood materials. **Holzforschung**, vol.14, n° 3, p. 70-77, 1960.

SILVA, C.A.R.; AKASAKI, J.L.; TASHIMA, M.M.; MANFRIM, S.T.; PAYÁ BERNABEU, J. Influência de diferentes dosagens de cinza de casca de arroz na resistência à compressão de argamassas. In: 45° CONGRESSO BRASILEIRO DE CONCRETO, Vitória, **Anais...** Vitória: IBRACON, 2003.

STANCATO, Augusto Cesare. **Caracterização de compósitos à base de resíduos vegetais e argamassa de cimento modificada pela adição de polímeros para a fabricação de blocos vazados**. 234 p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola)– Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo. 2006.

TERRA BRASIL. Download de Softwares – Educação e Ciência. Disponível em: http://terrabrasil.softonic.com/ie/64549/Statgraphics. Acesso em: dezembro de 2007.

UNE. **EN 494**: Placas onduladas o nervadas de fibrocemento y sus piezas complementarias para cubiertas - Especificación de producto y ensayo. Espanha, 1994. 47 p.

VIEIRA, F.L ; LIDUÁRIO, A.S.; LOPES, A.D.; BITTENCOURT, R.M.; GUIMARÃES, E.M. Comparativo da determinação do teor de amorfismo da cinza de casca de arroz (CCA) através de difração de raios-X e método químico. In: 47° CONGRESSO BRASILEIRO DE CONCRETO, Recife, **Anais...** Recife: IBRACON, 2005.

VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORALES, E. GONZÁLES-RODRIGUES, R. HERNÁNDEZ RUÍZ, J. Kinetics of the pozzolanic reaction between lime and sugar cane straw ash by electrical conductivity measurement: A kinetic-diffusive model. **Cement and Concrete Research**, v.33, p. 517-524, 2003.

VILLAR-COCIÑA, E.; GONZALES-RODRIGUEZ, R.; HERNÁNDEZ RUIZ, J. **Bloques de hormigón com la adición de fibras de goma vulcanizada.** CUJAE – Instituto Superior Politécnico <u>Antonio Echeverría. Disponível em:</u>

http://www.cujae.edu.cu/centros/cecat/html/eventos/Ecomateriales2001/HTML/Trabajos/c1t 30.htm>. Acesso em dezembro de 2007.

ZUCCO, Lóris Lodir. **Estudo da viabilidade de fabricação de placas de compósitos à base de cimento e casca de arroz.** 118 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 1999.

______. Avaliação do comportamento físico-quimico-mecânico de misturas cimento-cinza-casca de arroz por meio de corpos-de-prova cilíndricos e placas prensadas. 422 p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2007.

ANEXOS

Analise Granulométrica das Cinzas de casca de arroz - Amostra CCA 01



Departamento de Geotecnia e Transportes Laboratório de Mecânica dos Solos e Estradas









Analise Granulométrica da CCA 05 – a laser

RESULTADOS DE ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

| Detalhes da Amostra | | | | | | | | | |
|--|-------------------------------------|--|---------------|-------------------|------------------|--|----------------|--|--|
| Histórico: Certificado: 774/07 Run Number: 15 Medida: Arquivo: 774 Record Number: 33 Análise: 10 Oct 2007 10:41PM Sample Path: C:\SIZERS\DATA\2007\ Notas: AMOSTRA: Amostra 1 CLIENTE: MICHELLE SANTOS RODRIGUES Meinde D'Immediate for a definition de D | | | | | | | | | |
| Veloc. bomba: 70% ultrassom: 1 min. | | | | | | | | | |
| Detalhas do Sistema | | | | | | | | | |
| Range Lens: 300 Presentation: 3T Analysis Model: Modifications: No | DRF mm FD Polydisperse one | Beam Length: 2.40 mm Sampler: [Particle R.I. = (2.5935, 0.0100); Dispersant R.I. = 1.3300] | | | | Obscuration: 22.4 % Residual: 0.970 % | | | |
| | | | Resultados | Fetatísticos | | | | | |
| Tipo de Distribui | cão: Volume | Concentração= | 0 0227 %Vol | Densidade= 2.65 | 50 α/cub.cmÁrea | Superf Espec = | 0.3076 sa.m./a | | |
| Diâmetros Médio | os: | D(v = 0.1) = 3.04 um $D(v = 0.5) = 16.41 um$ $D(v = 0.9) = 49.81 um$ | | | | | | | |
| D [4, 3] = 22.0 | 6 um | D[3, 2] = 7.36 | um | Span = 2.849E+0 | 0 | Uniformidade = 8 | .926E-01 | | |
| | | | | | | | | | |
| Diam.interior (um) | No Intervalo % L | liam.Superior (um |)Acum.Abaixo% | Diam.inferior (um | No Intervalo % L | am.Superior (um | DAcum.Abaixo% | | |
| 0.05 | 0.00 | 0.06 | 0.00 | 0.03 | 3.65 | 1.12 | 28.15 | | |
| 0.06 | 0.00 | 0.07 | 0.00 | 1.12 | 3.89 | 9.00 | 32.04 | | |
| 0.07 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 9.00 | 4.14 | 10.40 | 30.19 | | |
| 0.00 | 0.00 | 0.09 | 0.00 | 10.40 | 4.42 | 12.21 | 40.60 | | |
| 0.09 | 0.00 | 0.11 | 0.00 | 12.21 | 4./1 | 14.22 | 45.31 | | |
| 0.11 | 0.00 | 0.13 | 0.00 | 14.22 | 5.01 | 16.57 | 50.32 | | |
| 0.13 | 0.00 | 0.15 | 0.00 | 16.57 | 5.31 | 19.31 | 55.64 | | |
| 0.15 | 0.00 | 0.17 | 0.00 | 19.31 | 5.59 | 22.49 | 61.23 | | |
| 0.17 | 0.00 | 0.20 | 0.00 | 22.49 | 5.82 | 26.20 | 67.04 | | |
| 0.20 | 0.00 | 0.23 | 0.00 | 26.20 | 6.02 | 30.53 | 73.07 | | |
| 0.23 | 0.00 | 0.27 | 0.00 | 30.53 | 5.86 | 35.56 | 78.93 | | |
| 0.27 | 0.00 | 0.31 | 0.00 | 35.56 | 5.44 | 41.43 | 84.36 | | |
| 0.31 | 0.00 | 0.36 | 0.00 | 41.43 | 4.76 | 48.27 | 89.13 | | |
| 0.36 | 0.01 | 0.42 | 0.01 | 48.27 | 3.91 | 56.23 | 93.03 | | |
| 0.42 | 0.05 | 0.49 | 0.05 | 56.23 | 3.04 | 65.51 | 96.07 | | |
| 0.49 | 0.09 | 0.58 | 0.15 | 65.51 | 2 17 | 76.32 | 98.25 | | |
| 0.58 | 0.16 | 0.67 | 0.30 | 76.32 | 1.31 | 88.91 | 99.55 | | |
| 0.67 | 0.24 | 0.78 | 0.54 | 88.91 | 0.45 | 103.58 | 100.00 | | |
| 0.78 | 0.35 | 0.91 | 0.89 | 103.58 | 0.00 | 120.67 | 100.00 | | |
| 0.70 | 0.48 | 1.06 | 1 38 | 120.67 | 0.00 | 140 58 | 100.00 | | |
| 1.06 | 0.40 | 1.00 | 2.01 | 1/0.58 | 0.00 | 163 77 | 100.00 | | |
| 1.00 | 0.04 | 1.24 | 2.01 | 163.77 | 0.00 | 100.90 | 100.00 | | |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 2.02 | 100.00 | 0.00 | 222.20 | 100.00 | | |
| 1.44 | 0.99 | 1.00 | 5.01 | 190.00 | 0.00 | 222.20 | 100.00 | | |
| 1.00 | 1.22 | 1.35 | 5.03 | 222.20 | 0.00 | 200.90 | 100.00 | | |
| 1.95 | 1.40 | 2.20 | 0.49 | 200.95 | 0.00 | 301.00 | 100.00 | | |
| 2.20 | 1.73 | 2.00 | 0.21 | 301.00 | 0.00 | 301.40 | 100.00 | | |
| 2.65 | 2.00 | 3.09 | 10.22 | 351.46 | 0.00 | 409.45 | 100.00 | | |
| 3.09 | 2.29 | 3.60 | 12.51 | 409.45 | 0.00 | 477.01 | 100.00 | | |
| 3.60 | 2.58 | 4.19 | 15.09 | 4/7.01 | 0.00 | 555./1 | 100.00 | | |
| 4.19 | 2.87 | 4.88 | 17.96 | 555./1 | 0.00 | 647.41 | 100.00 | | |
| 4.88 | 3.14 | 5.69 | 21.10 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 | | |
| 5.69 | 3.40 | 6.63 | 24.50 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 | | |

Cimento Portland de Alto Forno (CPIII-RS-32)

Características do cimento na pagina:

http://www.votorantim-cimentos.com/produtos/hotsite/cimento/base.htm

COMPOSIÇÃO DO CIMENTO

| Tipo | Sigla | Classe | Norma Clinquer + Calcário Es | | | |
|------|----------|--------|------------------------------|----------|---------|-----------|
| | | | | Gesso | | |
| III | CPIII RS | 32 | 5735 | 25 a 65% | 0 a 5 % | 35 a 70 % |

Características físicas e mecânicas do cimento

| Fii | nura | Tempo d | le Pega | Expans | ibilidade | Resis | stência à C | ompressão | (MPa) |
|-----------------|------------|-----------------|---------------|-----------------|-----------|-------|------------------|------------------|------------------|
| Resíduo | Área | | | | | | | | |
| na | Específica | | | | | | | | |
| peneira | (m^2/kg) | Inicio | Término | A Frio | A quente | 1 | 3 | 7 | 28 |
| 75 mm | | (h) | (h) | (mm) | (mm) | dia | dias | dias | dias |
| (%) | | | | | | | | | |
| <u><</u> 8,0 | | <u>></u> 1,0 | <u>≺</u> 12,0 | <u><</u> 5,0 | <u> </u> | | <u>></u> 12,0 | <u>></u> 23,0 | <u>></u> 40,0 |

Características químicas do cimento

| <u><</u> 1,5 | <u><</u> 4,6 | - | <u>≺</u> 4,0 | <u><</u> 3,0 | <u> </u> |
|-----------------|-----------------|---------|--------------|-----------------|----------|
| (%) | (%) | | | | |
| Insolúvel | Perda ao Fogo | MgO (%) | $SO_{3}(\%)$ | $CO_{2}(\%)$ | S (%) |
| Resíduo | | | | | |