

UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO – ESCOLA DE MINAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL – PROPEC/UFOP

AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA DOS RESÍDUOS DE LÃ DE  
ROCHA, FIBRA DE VIDRO E LÃ DE VIDRO

Keoma Defáveri do Carmo e Silva

Ouro Preto

2016

Keoma Defáveri do Carmo e Silva

AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA DOS RESÍDUOS DE LÃ DE  
ROCHA, FIBRA DE VIDRO E LÃ DE VIDRO

Dissertação de Mestrado apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
Civil do Departamento de Engenharia Civil da  
Escola de Minas da Universidade Federal de  
Ouro Preto na área de Construção Metálica.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo André Fiorotti  
Peixoto

Co-Orientador: Prof. Dr. Guilherme Jorge  
Brigolini Silva

Ouro Preto

2016

D313a Defaveri, Keoma do Carmo e Silva.  
Avaliação da atividade pozolânica dos resíduos de lã de rocha, fibra de vidro e lã de vidro [manuscrito] / Keoma do Carmo e Silva Defaveri. - 2016.  
122f.:

Orientador: Prof. Dr. Ricardo André Fiorotti Peixoto.  
Coorientador: Prof. Dr. Guilherme Jorge Brigolini Silva.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Engenharia Civil. Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil.  
Área de Concentração: Estruturas Metálicas.

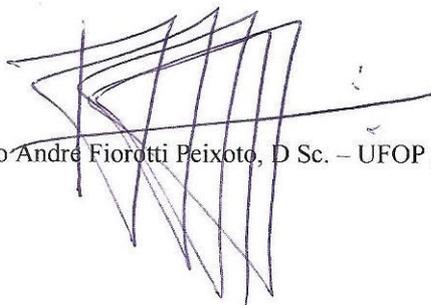
1. Rietveld, Metodo de. 2. Resíduos. 3. Pozolana. I. Peixoto, Ricardo André Fiorotti. II. Silva, Guilherme Jorge Brigolini. III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Título.

CDU: 62-665.9

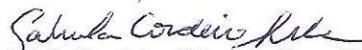
# AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA DE RESÍDUOS DE LÃ DE ROCHA, FIBRA DE VIDRO E LÃ DE VIDRO

**AUTOR: KEOMA DEFÁVERI DO CARMO E SILVA**

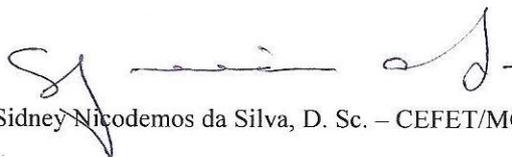
Esta dissertação foi apresentada em sessão pública e aprovada em 05 de fevereiro de 2016, pela Banca Examinadora composta pelos seguintes membros:



Prof. Ricardo André Fiorotti Peixoto, D. Sc. – UFOP (Presidente)



Profa. Gabriela Cordeiro Silva, D. Sc. – UFOP



Prof. Sidney Nicodemos da Silva, D. Sc. – CEFET/MG

*“Estranha é a nossa situação na Terra. Cada um de nós chega para uma breve visita, sem saber por quê, parece que às vezes por propósito divino. Do ponto de vista da vida cotidiana, porém, existe uma coisa que sabemos de fato: que estamos aqui pelo bem dos outros”*

*Albert Einstein*

## **AGRADECIMENTOS**

À minha mãe, pelo incentivo e apoio durante todas as minhas escolhas.

Aos meus orientadores Professor Guilherme e Professor Ricardo pela orientação e disponibilidade apresentada em todos os momentos.

Aos familiares, irmãs e sobrinhos.

A minha namorada Juliana pela paciência, amor e carinho.

Aos amigos feitos em Ouro Preto-MG.

Aos amigos do grupo RECICLOS, pelo aprendizado, apoio, conhecimento e boa convivência.

Ao Júnio e Aws pelo apoio nos ensaios.

Aos técnicos pelo auxílio nos ensaios realizados nos laboratórios, em especial ao Victor, Adriano e Graciliano.

Aos professores do PROPEC/UFOP pelos novos conhecimentos e aprendizado.

E a todos que contribuíram para a elaboração deste trabalho.

## RESUMO

A indústria da construção civil é uma das maiores consumidoras de recursos naturais e energia, o que tem incentivado pesquisas na área de desenvolvimento sustentável, com emprego de novos materiais e adições minerais, como pozolanas. Os materiais pozolânicos reagem com o hidróxido de cálcio produzido na hidratação do clínquer de cimento Portland, se transformando em compostos aglomerantes similares aos produzidos pelo cimento Portland comum. Materiais com propriedades pozolânicas melhoram o desempenho da matriz cimentícia: durabilidade, devido à redução do hidróxido de cálcio; ganho de resistência, devido aos compostos silicatos e aluminatos de cálcio hidratados gerados; e contribuem para o desenvolvimento sustentável. O Complexo de Tubarão, pertencente a Vale do Rio Doce, produz aproximadamente 3 mil toneladas de resíduos por mês, e 12% ainda não possuem uma forma de reciclagem. Dentre os materiais que não possuem reciclagem estão resíduos de lã de rocha, fibra de vidro e lã de vidro, que são depositados em aterros industriais. O presente trabalho visa o estudo da atividade pozolânica do resíduo de lã de rocha, resíduo de fibra de vidro e resíduo de lã de vidro utilizando métodos diretos e indiretos. Os resíduos passaram por um processo de trituração, moagem e separação visual. Após o beneficiamento os resíduos foram submetidos à caracterização química, física, mineralógica e morfológica. Os métodos diretos adotados, realizados em pastas de cimento Portland, foram a análise térmica (TG/DSC) e análise quantitativa por difração de raios X (DRX), refinada pelo método de Rietveld. Os métodos indiretos foram ensaio de condutividade elétrica proposto por Luxán, índice de atividade pozolânica com cimento Portland e índice de atividade pozolânica com cal. Através das análises realizadas foi possível observar que os resíduos de lã de vidro e lã de rocha promoveram a atividade pozolânica, enquanto que o resíduo de fibra de vidro não promoveu a atividade pozolânica.

Palavras Chave: resíduo; lã de rocha; fibra de vidro; lã de vidro; atividade pozolânica.

## ABSTRACT

The civil construction industry is one of the biggest consumers of natural resources and energy, and this fact has encouraged researches in sustainable development area, with the employment of new materials and mineral admixture, such as pozzolans. The pozzolanic materials react with the calcium hydroxide produced by the hydration of the cement Portland clinker, transforming itself in a bind composite similar to the produced by the regular cement Portland. Materials with pozzolanic properties improve the performance of cement matrix: durability, due to the reduction of calcium hydroxide; mechanical resistance gain due to calcium silicate and aluminate hydrated composites; and contribute to the sustainable development. The Complexo de Tubarão, belonging to Vale do Rio Doce, produces around 3 thousand tons of residues per month, and 12% do not have a manner to be recycled yet. The residues that do not have a way to be recycled are rock wool waste, fiberglass and glass wool that are deposited in industrial landfills. The present dissertation visas the study of pozzolanic activity of rock wool waste, fiberglass waste and glass wool waste using direct and indirect methods. The wastes were submitted to a crunching, grinding and visual separation. After the benefaction, the wastes were underwent chemical, physical, mineralogical and morphological characterization. The direct methods adopted, performed in cement Portland pastes, were thermal analysis (TG/DSC) and quantitative analysis by X ray diffraction (XRD), refined by Rietveld method. The indirect methods were electrical conductivity test proposed by Luxán, pozzolanic activity index with Portland cement and pozzolanic activity index with lime. Through the analyzed results, it was possible to observe that glass wool and rock wool promoted the pozzolanic activity, whereas the fiberglass waste did not promote the pozzolanic activity.

Keywords: waste; rock wool; fiberglass; glass wool; pozzolanic activity.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1: Modelo de Microestrutura (a) Pasta de Cimento Portland Hidratada (b) Pasta de Cimento Portland Pozolânico.....	16
Figura 2.2: Relação Área Superficial Específica e Reatividade da Pozolana.....	18
Figura 2.3: Relação Entre a Temperatura de Cura e a Reatividade da Pozolana.....	19
Figura 2.4: Curva Termodiferencial (DTA) e Termogravimétrica (TG) para Pasta de Cimento Portland com Idades de 1, 3, 7, 28 e 90 Dias.....	24
Figura 2.5: Curva Termodiferencial (DTA) e Termogravimétrica (TG) para Pasta de Cimento Portland com Substituição de 45% do Cimento Por Pozolana com Idades de 1, 3, 7, 28 e 90 Dias.....	24
Figura 2.6: Difratoograma de Raios X de Cimento Portland (a) Anidro (b) Hidratado.....	28
Figura 3.1: Amostras de (a) Lã de Rocha (b) Fibra de Vidro (c) Lã de Vidro.....	32
Figura 3.2: Organograma do Beneficiamento dos Resíduos.....	33
Figura 3.3: Resíduos Pós Beneficiamento (a) Lã de Rocha (b) Fibra de Vidro (c) Lã de Vidro.....	34
Figura 3.4: Organograma da Caracterização dos Resíduos.....	35
Figura 3.5: Organograma de Avaliação da Atividade Pozolânica.....	39
Figura 3.6: Índice de Consistência (a) Moldagem (b) Após 30 golpes.....	40
Figura 3.7: Corpos de Prova (a) Sem Capeamento (b) Com Capeamento de Enxofre.....	41
Figura 3.8: Corpos de Prova (a) Sem Capeamento (b) Com Capeamento de Enxofre.....	44
Figura 3.9 Equipamentos Adotados no Ensaio de Condutividade Elétrica.....	45
Figura 3.10: Pastas de Cimento Portland (a) Recipiente (b) Recipiente Lacrado.....	46
Figura 3.11: Pasta de Cimento Portland após a Cura e Desmoldagem.....	47
Figura 4.1: Análise Térmica Simultânea TG/DSC do RLR.....	51

Figura 4.2: Análise Térmica Simultânea TG/DSC do RFV.....	52
Figura 4.3: Análise Térmica Simultânea TG/DSC do RLV.....	52
Figura 4.4: RLR Espectroscopia Vibracional Silicatos.....	54
Figura 4.5: RLR Espectroscopia Vibracional Partículas de Ferro.....	54
Figura 4.6: RFV Espectroscopia Vibracional Silicatos.....	55
Figura 4.7: RFV Espectroscopia Vibracional Composto Orgânico.....	55
Figura 4.8: RLV Espectroscopia Vibracional Silicatos.....	56
Figura 4.9: MEV (a) Elétrons Secundários SE (b) Retroespalhados BSE do RLR 500X.....	57
Figura 4.10: MEV (a) Elétrons Secundários SE (b) Retroespalhados BSE do RFV 500X.....	58
Figura 4.11: MEV (a) Elétrons Secundários SE (b) Retroespalhados BSE do RLV 500X.....	58
Figura 4.12: Análise Química Pontual por MEV/EDS do RLR.....	59
Figura 4.13: Análise Química Pontual por MEV/EDS do RFV.....	60
Figura 4.14: Análise Química Pontual por MEV/EDS do RLV.....	60
Figura 4.15: Difratoograma de Raios X do RLR.....	62
Figura 4.16: Difratoograma de Raios X do RFV.....	63
Figura 4.17: Difratoograma de Raios X do RLV.....	63
Figura 4.18: Resultado do Ensaio de Compressão Simples NBR 5752:2014.....	67
Figura 4.19: Microestrutura do Cimento Portland com RLR (a) 600X (b) 4000X.....	70
Figura 4.20: Microestrutura do Cimento Portland com RFV (a) 600X (b) 4000X.....	70
Figura 4.21: Microestrutura do Cimento Portland com RLV (a) 600X (b) 4000X.....	71
Figura 4.22: Análise Química Pontual por EDS do PRLR.....	72
Figura 4.23: Análise Química Pontual por EDS do PRFV.....	72
Figura 4.24: Análise Química Pontual por EDS do PRLR.....	73

Figura 4.25: Resultado do Ensaio de Compressão Simples NBR 5751:1992.....	75
Figura 4.26: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da Pasta de Controle 28 Dias.....	78
Figura 4.27: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLR 28 Dias.....	79
Figura 4.28: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRFV 28 Dias.....	79
Figura 4.29: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLV 28 Dias.....	80
Figura 4.30: Análise Térmica TG 28 Dias.....	81
Figura 4.31: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da Pasta de Controle 56 Dias.....	81
Figura 4.32: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLR 56 Dias.....	82
Figura 4.33: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRFV 56 Dias.....	82
Figura 4.34: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLV 56 Dias.....	83
Figura 4.35: Análise Térmica TG/DSC 56 Dias.....	84
Figura 4.36: Difratoograma de Raios X da Pasta de Controle 28 Dias.....	87
Figura 4.37: Difratoograma de Raios X da PCRLR 28 Dias.....	87
Figura 4.38: Difratoograma de Raios X da PCRFV 28 Dias.....	88
Figura 4.39: Difratoograma de Raios X da PCRLV 28 Dias.....	88
Figura 4.40: Difratoograma de Raios X Amostras com 28 Dias.....	89
Figura 4.41: Difratoograma de Raios X da Pasta de Controle 56 Dias.....	89
Figura 4.42: Difratoograma de Raios X da PCRLR 56 Dias.....	90
Figura 4.43: Difratoograma de Raios X da PCRFV 56 Dias.....	90
Figura 4.44: Difratoograma de Raios X da PCRLV 56 Dias.....	91
Figura 4.45: Difratoograma de Raios X Amostras com 56 Dias.....	91

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 2.1: Composição Química Lã de Rocha Comercial.....	5
Tabela 2.2: Composição Química Resíduo de Lã de Rocha por FRX.....	6
Tabela 2.3: Composição Química Fibra de Vidro Comercial.....	7
Tabela 2.4: Composição Química Lã de Vidro Comercial.....	8
Tabela 2.5: Composição Química Resíduo de Lã de Vidro por FRX.....	9
Tabela 2.6: Classificação do Cimento Portland.....	10
Tabela 2.7: Composição Química do Cimento Portland.....	11
Tabela 2.8: Análise Química de Materiais Pozolânicos Conhecidos.....	14
Tabela 2.9: Classe das Pozolanas.....	14
Tabela 2.10: Requisitos Físicos dos Materiais.....	14
Tabela 2.11: Valores e Classificação da Pozolana pela Condutividade Elétrica.....	30
Tabela 3.1: Dosagem das Argamassas NBR 5752:2014.....	39
Tabela 3.2: Dosagem dos Materiais NBR 5751:1992.....	43
Tabela 3.3: Dosagem dos Materiais para Pasta de Cimento Portland.....	45
Tabela 4.1: Resultados da Análise de FRX.....	49
Tabela 4.2: Composição Química dos Resíduos e Materiais Comerciais.....	50
Tabela 4.3: Perda de Massa dos RLR, RFV e RLV por TG.....	53
Tabela 4.4: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.12 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do RLR.....	61
Tabela 4.5: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.13 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do RFV.....	61

Tabela 4.6: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.14 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do RLV.....	62
Tabela 4.7: Análise Quantitativa de DRX pelo Método de Rietveld.....	64
Tabela 4.8: Densidade, Área Superficial Específica e Diâmetro das Partículas.....	65
Tabela 4.9: Índice de Consistência das Argamassas Utilizadas para Ensaio de Índice de Atividade Pozolânica NBR 5752:2014.....	67
Tabela 4.10: Resultados dos Ensaios à Compressão Simples.....	68
Tabela 4.11: Comparativo do IAP entre PRLR, PRFV, PRLV, Metacaulim e Cinza de Casca de Arroz.....	68
Tabela 4.12: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.22 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do PRLR.....	73
Tabela 4.13: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.23 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do PRFV.....	74
Tabela 4.14: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.24 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do PRLV.....	74
Tabela 4.15: Resultados dos Ensaios de Compressão Simples NBR 5751:1992.....	75
Tabela 4.16: Leitura da Condutividade da Solução de Hidróxido de Cálcio e RLR, RFV e RLV.....	76
Tabela 4.17: Perda de Massa Referente as Pastas de Cimento Portland Hidratado com Adição de RLR, RFV e RLV.....	85
Tabela 4.18: Teor de Hidróxido de Cálcio em Relação à Massa de Cimento Portland Final.....	85
Tabela 4.19: Quantificação das Fases das Pastas de Cimento Hidratadas pelo Método de Rietveld.....	92
Tabela 4.20: Quadro Geral dos Resultados de Ensaios de Atividade Pozolânica.....	94

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

RLR – Resíduo de Lã de Rocha;

RFV – Resíduo de Fibra de Vidro;

RLV – Resíduo de Lã de Vidro;

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura;

DRX – Difração de Raios X;

TG – Análise Termogravimétrica;

DTA – Análise Termodiferencial;

DSC – Calorimetria Diferencial de Varredura;

CH – Hidróxido de Cálcio  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ;

CC3 – Carbonato de Cálcio  $\text{CaCO}_3$ ;

$\text{C}_3\text{S}$  – Silicato Tricálcico;

$\text{C}_2\text{S}$  – Silicato Dicálcico;

C-S-H – Silicato de Cálcio Hidratado;

IAP – Índice de Atividade Pozolânica;

PRLR – Argamassa de Cimento Portland com Substituição por RLR;

PRFV – Argamassa de Cimento Portland com Substituição por RFV;

PRLV – Argamassa de Cimento Portland com Substituição por RLV;

CRLR – Argamassa de Cal com Substituição por RLR;

CRFV – Argamassa de Cal com Substituição por RFV;

CRLV – Argamassa de Cal com Substituição por RLV;

PCRLR – Pasta de Cimento Portland com Substituição por RLR;

PCRfV – Pasta de Cimento Portland com Substituição por RFV;

PCRLV – Pasta de Cimento Portland com Substituição por RLV;

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivos.....	3
1.1.1 Objetivo Geral .....	3
1.1.2 Objetivos Específicos .....	3
1.2 Estrutura do Trabalho .....	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 Lã de Rocha .....	5
2.2 Fibra de Vidro.....	7
2.3 Lã de Vidro.....	8
2.4 Cimento Portland.....	9
2.4.1 Compostos do Clínquer de Cimento Portland .....	10
2.4.2 Hidratação.....	12
2.4.3 Compostos do Cimento Portland Hidratado.....	12
2.5 Pozolana.....	13
2.5.1 Reação Pozolânica.....	15
2.5.2 Fatores que Influenciam a Atividade Pozolânica .....	17
2.6 Cimentos Pozolânicos.....	19
2.6.1 Hidratação.....	20
2.6.2 Compostos do Cimento Pozolânico Hidratado.....	20
2.6.3 Durabilidade .....	21
2.6.4 Resistência Mecânica .....	22
2.7 Índice de Atividade Pozolânica .....	22
2.7.1 Métodos Diretos de Avaliação da Atividade Pozolânica .....	23
2.7.2 Métodos Indiretos de Avaliação da Atividade Pozolânica.....	29
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	32
3.1 Primeira Etapa: Beneficiamento .....	32
3.2 Segunda Etapa: Caracterização .....	35
3.2.1 Caracterização Química.....	35
3.2.2 Caracterização Morfológica .....	37
3.2.3 Caracterização Mineralógica .....	37

3.2.4 Caracterização Física.....	38
3.3 Terceira Etapa: Atividade Pozolânica .....	38
3.3.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland.....	39
3.3.2 Índice de Atividade Pozolânica com Cal.....	42
3.3.3 Condutividade Elétrica .....	44
3.3.4 Avaliação do Consumo de Hidróxido de Cálcio em Pasta de Cimento .....	45
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	49
4.1 Caracterização dos Resíduos .....	49
4.1.1 Análise Química .....	49
4.1.2 Análise Térmica.....	51
4.1.3 Análise por Espectroscopia Vibracional.....	53
4.1.4 Análise Morfológica .....	57
4.1.5 Análise Mineralógica.....	62
4.1.6 Análise Física .....	65
4.2 Atividade Pozolânica .....	66
4.2.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland.....	66
4.2.2 Microestrutura dos Corpos de Prova .....	69
4.2.3 Índice de Atividade Pozolânica com Cal.....	75
4.2.4 Condutividade Elétrica .....	76
4.2.5 Avaliação do Consumo de Hidróxido de Cálcio em Pasta de Cimento .....	77
4.2.6 Avaliação Geral dos Resultados da Atividade Pozolânica.....	93
5. CONCLUSÃO.....	95
5.1 Caracterização do Resíduo de Lã de Rocha, Fibra de Vidro e Lã de Vidro.....	95
5.2 Índice de Atividade Pozolânica .....	96
5.3 Teor de Hidróxido de Cálcio e Carbonato de Cálcio.....	96
5.4 Influência na Hidratação do Cimento Portland .....	97
5.5 Atividade Pozolânica .....	97
5.6 Sugestões para Trabalhos Futuros .....	98
6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	100

## 1. INTRODUÇÃO

A indústria da construção civil é uma das maiores consumidoras de energia e de matéria prima do mundo. Acompanhado pelo crescimento populacional, o consumo de recursos naturais torna-se cada vez maior e com o foco nessa tendência, cresce o número de pesquisas e projetos relacionados a um desenvolvimento sustentável. O emprego de novos materiais e compósitos com benefícios econômicos e ambientais, estão sendo considerados para aplicação na indústria automotiva, construção civil, móveis e embalagens (OLIVEIRA, 2013; ASHORI, 2011).

Somente o Complexo Portuário de Tubarão, pertencente à empresa Vale do Rio Doce, produz aproximadamente 3 mil toneladas de resíduos por mês, sendo que desse total 88% possui um destino sustentável, voltando ao mercado como matéria prima de outras indústrias. Assim, uma parte desse volume de resíduos deste complexo ainda não possui uma forma de reciclagem, sendo o caso do resíduo de lã de rocha (RLR), resíduo de fibra de vidro (RFV) e resíduo de lã de vidro (RLV) (VALE, 2014).

Por ano neste mesmo terminal, são produzidas 35 toneladas de RLR e RLV, materiais estes que possuem função de isolante térmico em proteção de tubulações e revestimento de fornos de pelletização, enquanto que, são produzidas 20 toneladas por ano de RFV, material usado como reforço plástico e abrasivo em estruturas de suporte como vigas, telhas e caixas da água. Após perderem suas funções, esses materiais são descartados em aterros industriais, internos e externos (VALE, 2014).

A reutilização de resíduos industriais produz vantagens do ponto de vista econômico e ambiental. Sua aplicação se torna uma alternativa de matéria prima para indústria, e assim contribui para a redução na extração de recursos naturais. Conseqüentemente, os aterros são poupados, diminuindo custos de acondicionamento e impactos ao ambiente. Além das vantagens já citadas, ambientais e econômicas, o reaproveitamento de resíduos industriais em matrizes cimentícias pode, em muitos casos, promover melhoras nas características mecânicas e de durabilidade (BORGES, 2007).

No Brasil, a maior experiência na área da reciclagem é promovida pela indústria cimenteira, sendo os principais materiais reciclados por ela, as escória de alto forno básica e cinzas volantes. É estimado que ao aplicar a reciclagem maciça desses dois subprodutos, a indústria cimenteira brasileira diminuiu a geração de CO<sub>2</sub> em 29% e promoveu uma economia de 28% de combustível (ÂNGULO, 2001; YAMAMOTO *et al*, 1997).

Diversos subprodutos como a cinza volante, argila ativa, cinza de casca de arroz, escória de alto forno, sílica fume, resíduo de porcelanato apresentam propriedades pozolânicas, quando utilizadas como adições minerais. O que se mostra uma alternativa à disposição desses resíduos, e além, incorporando esses na produção de materiais cimentícios é obtido uma melhora no desempenho do cimento Portland e uma redução nos custos de produção (YAMAMOTO *et al*, 1997; SILVA, 2011). O emprego de pozolanas em cimento Portland gera matrizes mais duráveis, devido à reação pozolânica, que consome o hidróxido de cálcio e produz compostos de silicatos e aluminatos de cálcio hidratados.

Segundo Nita (2006), atualmente a pozolana empregada com mais frequência no mundo, em compósitos de cimento Portland é a sílica ativa. E tem como possível substituto o metacaulim, obtido da calcinação do caulim, possuindo em sua composição o mineral caulinita.

Sendo a principal propriedade de um material pozolânico sua capacidade de reagir com o hidróxido de cálcio e formar mais silicatos e aluminatos de cálcio hidratados, o programa experimental proposto visa avaliar a capacidade pozolânica dos RLR, RFV e RLV. Foram adotadas análises que avaliam o consumo direto de hidróxido de cálcio, e a influência da utilização dos resíduos nas características mecânicas de compósitos com cimento Portland e cal.

Este trabalho faz parte do grupo RECICLOS-CNPq, que promove pesquisas sobre a reciclagem e emprego de resíduos em materiais de construção, em atividade no Laboratório de Materiais para Construção Civil, Universidade Federal de Ouro Preto.

## **1.1 Objetivos**

O presente trabalho teve seus objetivos subdivididos em objetivo geral e objetivos específicos, conforme sub-tópicos a seguir.

### **1.1.1 Objetivo Geral**

O objetivo geral deste trabalho é estudar a capacidade dos resíduos de lã de rocha (RLR), fibra de vidro (RFV) e lã de vidro (RLV), pós processados, de promover a reação pozolânica, utilizando diferentes métodos de avaliação.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- Promover a caracterização física, química, mineralógica e morfológica do RLR, RFV e RLV após o beneficiamento.
- Obter o índice de atividade pozolânica pelo método de resistência à compressão simples, utilizando cimento Portland (NBR 5752:2014) e cal (NBR 5751:1992) e condutividade elétrica pelo Método de Luxán.
- Analisar a influência do emprego de RLR, RFV e RLV, como substituição parcial do cimento Portland, nos teores de hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio.
- Analisar a influência do emprego de RLR, RFV e RLV, como substituição parcial do cimento Portland, nos processos de hidratação do cimento para 28 e 56 dias.

## **1.2 Estrutura do Trabalho**

O trabalho foi dividido em seis capítulos, onde o capítulo segundo aborda a revisão bibliográfica (Capítulo 2), os materiais e métodos adotados e propostos no trabalho (Capítulo 3), apresentação e discussão dos resultados obtidos (Capítulo 4), conclusões e sugestões para trabalhos futuros (Capítulo 5) e referência bibliográfica (Capítulo 6).

O Capítulo 2, aborda a revisão bibliográfica, onde inicialmente é feita uma descrição dos resíduos empregados, características, composição química e trabalhos relacionadas a reciclagem ou aplicação dos mesmos. A seguir é abordado o cimento Portland, processos de

hidratação, compostos anidros e compostos do cimento hidratado. Pozolanas, descrição, características, propriedades, reação pozolânica e fatores que influenciam a reação.

Após abordagem dos materiais separados, pozolana e cimento, é abordado o cimento Portland pozolânico, descrição, hidratação, compostos da hidratação, resistência e durabilidade. O capítulo encerra, abordando os métodos diretos e indiretos de avaliação da atividade pozolânica, adotados no trabalho, como análise quantitativa por difração de raios X, análise térmica, resistência mecânica e condutividade elétrica.

No Capítulo 3 é abordado os materiais e métodos adotados no trabalho, divididos em etapas, onde são descritos e justificados. As etapas estão subdivididas em três: os beneficiamentos do RLR, RFV e RLV, a segunda a caracterização dos mesmos e etapa da descrição dos métodos adotados para avaliação da atividade pozolânica.

No Capítulo 4 estão apresentados os resultados obtidos dos ensaios realizados seguidos de sua interpretação e análise. A disposição dos resultados segue a ordem apresentada no capítulo anterior, com discussões comparativas entre ensaios quando pertinentes.

Nos dois últimos capítulos, (Capítulo 5 e Capítulo 6), estão apresentadas as conclusões, sugestões finais, e a referência bibliográfica utilizada neste trabalho.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Lã de Rocha

A lã de rocha é uma substância fibrosa inorgânica produzida através do método de jateamento de ar comprimido, frequentemente utilizada como isolamento acústico, proteção contra incêndio, reforço no cimento, isolamento de tubulações e também como solo sintético para plantações (JIRICKOVÁ *et al*, 2006).

A composição química das lãs de rocha comerciais segue conforme Tabela 2.1 a seguir.

Tabela 2.1: Composição Química Lã de Rocha Comercial (Fonte: NAVY Environmental Health Center, 1997).

Elementos	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MgO (%)	CaO (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	TiO <sub>2</sub> (%)
Lã de Rocha	45 - 52	8 - 13,5	5,5 - 6,5	8 - 15	10 - 12	0,8 - 3,3	1,5 - 2,7

Segundo Alves (2008), a lã de rocha e lã de vidro, mesmo que apresentadas em sua produção a utilização de matérias primas diferentes, dotam de propriedades e aplicações muito semelhantes, cujo diferencial, basicamente está no intervalo de temperatura onde cada qual pode ser empregado.

Cheng *et al* (2011), apresentou em seu trabalho os efeitos mecânicos e químicos da utilização de resíduos de lã de rocha em compósitos de cimento Portland. Os autores empregaram o resíduo, previamente utilizado como material de isolamento térmico, como um substituto dos agregados graúdos e miúdos, e avaliou os efeitos na resistência mecânica, por ensaios de compressão simples, tração na flexão, absorção e resistividade. Os resultados obtidos por Cheng *et al* (2011), indicam uma melhora na resistência à compressão simples, à abrasão, resistência à tração na flexão e potencial álcali reatividade. A melhora no desempenho foi atribuída a uma possível atividade pozolânica, analisada, utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV), e ao fato do resíduo atuar como fibra de reforço, inibindo propagação e “grampeando” as fissuras.

Lin *et al* (2013), que em seu trabalho dá continuidade ao estudo proposto por Cheng *et al* (2011), avaliaram a influência da utilização de resíduos de lã de rocha na microestrutura e macroestrutura de argamassas de cimento Portland, apontando em seus resultados uma melhora nas características das argamassas. Os autores utilizaram métodos de compressão simples, teste rápido de penetração de cloreto, difração de raios X (DRX), análise termogravimétrica (TGA) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), indicaram que a incorporação da lã de rocha provocou uma diminuição na quantidade de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) remanescente na argamassa de cimento Portland, diminuiu a penetração de cloretos e provocou uma melhora na resistência à compressão simples após 90 dias. A partir destes resultados concluiu-se que o emprego do material em conjunto com cimento Portland promoveu a reação pozolânica.

Fontes *et al* (2014), propôs a utilização de resíduos de lã de rocha e lã de vidro, pós processada, na produção de matrizes de cimento Portland e matrizes compostas de cimento Portland e cal. Os resíduos foram empregados pelo autor como adição, em distintos teores, e como substituição, parcial e total, da cal. Dentre as análises de caracterização propostas pelo autor, vale destacar os resultados obtidos pela análise química por fluorescência de raios X (FRX) conforme Tabela 2.2 a seguir. Fontes *et al* (2014) indicou em seus resultados que as argamassas com adição e substituição da cal apresentaram em geral um aumento da trabalhabilidade, resistência à compressão simples e tração na flexão. O autor concluiu a viabilidade técnica da utilização dos resíduos, lã de rocha e lã de vidro, como adição ou substituição a cal para produção de argamassas, destacando que os resultados obtidos para a lã de rocha se mostraram melhores que os resultados obtidos para a lã de vidro.

Tabela 2.2: Composição Química Resíduo de Lã de Rocha por FRX (Fonte: Fontes *et al*, 2014).

<b>Elementos</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b> (%)	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> (%)	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> (%)	<b>MgO</b> (%)	<b>CaO</b> (%)	<b>K<sub>2</sub>O</b> (%)	<b>TiO<sub>2</sub></b> (%)
Lã de Rocha	30,5	7,1	22,6	3	26,8	1,4	5,5

Na literatura pesquisada, foi encontrado um número consideravelmente pequeno de pesquisas ou estudos relacionados à aplicação de resíduos de lã de rocha em materiais para construção civil. Portanto o conhecimento de suas características, influências em compósitos de cimento Portland e comportamento ainda é escasso.

## 2.2 Fibra de Vidro

Segundo Neto (2006), a fibra de vidro é a fibra mais utilizada em compósitos com matriz polimérica, devido a suas características, tais como, baixo custo, alta resistência à tração e grande inércia química. As desvantagens deste tipo de fibra estão relacionadas ao seu baixo módulo de elasticidade e fadiga quando agregada a compósitos. Podem ser produzidas em forma de filamentos contínuos ou fibras picadas.

A composição química das fibras de vidro comerciais segue conforme Tabela 2.3.

Tabela 2.3: Composição Química Fibra de Vidro Comercial (Fonte: Neto, 2006).

Elementos	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MgO (%)	CaO (%)	Na <sub>2</sub> O (%)
Vidro E	55,2	14,8	7,3	3,3	18,7	-
Vidro C	65	4	7,4	3	14	8,5
Vidro S	65	25	-	10	-	-

Diversas pesquisas utilizando as fibras de vidro comerciais relataram problemas quando as mesmas são utilizadas em compósitos de matriz cimentícia. Majumdar *et al*(1974) e Enfedaque *et al* (2010), relataram a deterioração dos compósitos devido ao fenômeno da corrosão das fibras de vidro sob o efeito do ambiente alcalino da matriz, provocado pela presença do CH. Com o objetivo de solucionar este problema, foi desenvolvida a fibra álcali resistente (PROCTOR *et al*, 1980), porém a fragilização do compósito não foi completamente solucionada, e atualmente este fenômeno é conhecido como “static fatigue process”. Este fenômeno de fadiga, responsável pela fragilização das fibras e conseqüentemente do compósito de cimento Portland, é ainda foco de diversas pesquisas e estudos (PURNELL *et al*, 2001).

Segundo Enfedaque *et al* (2015), a utilização de compósitos com fibra de vidro com finalidade estrutural é limitada devido às mudanças nas características mecânicas ao longo do tempo. Após um tempo, a fibra de vidro eventualmente se torna um material frágil e perde sua capacidade de oferecer ductilidade ao compósito. Alguns trabalhos avaliaram o uso de aditivos químicos na matriz cimentícia, como metacaulim, de modo a amenizar os efeitos

provocados pela reação entre a fibra de vidro e o cimento Portland, entretanto ainda sem resultados definitivos (MARIKUNTE *et al*, 1997; ENFEDAQUE *et al*, 2010).

Okada *et al* (2013), avaliou a utilização de resíduos de fibra de vidro pós-processado como adição e/ou agregado em matrizes cimentícias. O resíduo de fibra de vidro pós-processado foi utilizado como incorporação em argamassa de assentamento e revestimento, e submetido a ensaios de resistência mecânica, compressão e tração na flexão, consistência, capilaridade e densidade. Os resultados encontrados pelo autor indicaram que a substituição da cal pelo resíduo de fibra de vidro promove uma melhor trabalhabilidade, ganho de resistência para compressão simples e tração e, um decréscimo na densidade e capilaridade. Baseado nos resultados obtidos da substituição total da cal, o autor sugere que a cal e o resíduo processado não possuem uma boa interação na matriz cimentícia.

### 2.3 Lã de Vidro

Segundo Borges (2007), a lã de vidro é constituída de finas fibras de vidro, com diâmetro de aproximadamente 3µm a 6µm e com comprimento variado, utilizando resinas sintéticas como aglomerantes. Devido a suas características físicas e químicas é largamente utilizado pela indústria, residências e espaços comerciais como material de isolamento acústico e térmico.

A composição química da lã de vidro comercial é apresentada na Tabela 2.4 a seguir.

Tabela 2.4: Composição Química Lã de Vidro Comercial (Fonte: Alves, 2008).

Elementos	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MgO (%)	CaO (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	TiO <sub>2</sub> (%)
Lã de Vidro	34,0 - 73,0	2,9 - 14,5	0,3 - 4	3,0 - 5,5	6,0 - 22,0	12,0 - 15,4	0,1 - 0,8

Evangelista (2011), em seu estudo citou os problemas relacionados a corrosão das fibras de vidro frente ao meio alcalino das argamassas e concreto, como citado previamente por Majumdar (1974), Enfedaque (2010) e Proctor (1980), tendo em vista que as lãs de vidro são constituídas de fibras de vidro mais aglomerante de resina sintética.

Conforme apresentado por Evangelista (2012), foi realizada a avaliação preliminar da atividade pozolânica de resíduos de lã de vidro e lã cerâmica. Utilizando os métodos normativos de índice de atividade pozolânica com cimento Portland (ABNT NBR 5752:1992) e índice de atividade pozolânica com cal (NBR 5751:1992), o autor encontrou resultados com valores abaixo dos valores normativos, requisitos físicos para classificação como material pozolânico. Entretanto, os resultados, segundo Evangelista (2012) são inconclusivos devido às idades utilizadas para os testes.

Borges (2007), estudou o emprego de resíduos de lã de vidro através da incorporação em matriz de concreto, utilizando ensaios de resistência à compressão, tração na flexão, abatimento e módulo de elasticidade. O autor avaliou as influências da incorporação do resíduo nas propriedades físicas e mecânicas do concreto. O autor concluiu que a adição do resíduo de lã de vidro ao aglomerante promoveu um ganho de trabalhabilidade, e uma resistência média à compressão simples inferior ao do concreto de referência.

Fontes (2014), em seu trabalho, previamente citado no sub-tópico 2.1, promoveu a análise química do resíduo de lã de vidro por fluorescência de raios X (FRX), conforme apresentado na Tabela 2.5 a seguir.

Tabela 2.5: Composição Química Resíduo de Lã de Vidro por FRX (Fonte: Fontes, 2014).

<b>Elementos</b>	<b>SiO<sub>2</sub></b> (%)	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> (%)	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> (%)	<b>MgO</b> (%)	<b>CaO</b> (%)	<b>K<sub>2</sub>O</b> (%)	<b>TiO<sub>2</sub></b> (%)
Lã de Vidro	24,0	7,3	35,4	1,3	24,0	1,5	3,4

## 2.4 Cimento Portland

O cimento Portland é um aglomerante hidráulico produzido pela moagem de clínqueres, constituídos essencialmente por silicatos de cálcio hidráulicos, usualmente contendo uma ou mais formas de sulfato de cálcio como adição (ASTM C 150, 1999). O mercado nacional dispõe de onze tipos básicos de cimento Portland, conforme Tabela 2.6, onde são apresentados os tipos de cimento, respectiva nomenclatura e percentuais em massa especificados segundo normatização.

Cada tipo de cimento Portland apresentado possui características e propriedades distintas, como por exemplo cimento Portland pozolânico CP IV, que possui baixo calor de hidratação ou o cimento Portland CP V que apresenta alta resistência inicial, apropriados para diversas finalidades e aplicações (Associação Brasileira de Cimento Portland, 2002).

Tabela 2.6: Classificação do Cimento Portland (Fonte: ABNT NBR 5732:1991; 5733:1991; 5735:1991; 11578:1991).

Nome técnico do cimento Portland	Classes	Componentes (%)			
		Clínquer + Gesso	Escória	Pozolana	Fíler Calcário
Comum (CP I)	25; 32; 40	100	0		
Comum com adição (CP I-S)	25; 32; 40	99-95	1-5	1-5	1-5
Composto com Escória (CP II E)	25; 32; 40	94-56	6 -34	0	0-10
Composto com Pozolana (CP II Z)	25; 32; 40	94-76	0	6-14	0-10
Composto com Fíler (CP II F)	25; 32; 40	94-90	0	0	6-10
Alto Forno (CP III)	25; 32; 40	65-25	36-70	0	0-5
Pozolânico (CP IV)	25; 32	85-45	0	15-50	0-5
Alta Resistência Inicial (CP V-ARI)	-	100-95	0	0	0-5
Resistente a Sulfatos (RS)	25; 32; 40	-	-	-	-
Baixo Calor de Hidratação (BC)	25; 32; 40	-	-	-	-
Branco (CPB) Estrutural	25; 32; 40	-	-	-	-

#### 2.4.1 Compostos do Clínquer de Cimento Portland

O cimento Portland é composto por vários compostos de cálcio. Comumente, os resultados das análises químicas são apresentadas em função de óxidos dos elementos presentes.

Na Tabela 2.7 a seguir são apresentados os principais óxidos e fases do cimento Portland (MEHTA&MONTEIRO, 2014).

Tabela 2.7: Composição Química do Cimento Portland (Fonte: Mehta &amp; Monteiro, 2014).

Óxido	Abreviação	Compostos	Abreviação
CaO	C	3 CaO. SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S
SiO <sub>2</sub>	S	2CaO. SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A	3CaO. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F	4CaO. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF
MgO	M	4CaO. 3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . SO <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> A <sub>3</sub> S
SO <sub>3</sub>	S	3CaO. 2SiO <sub>2</sub> . 3H <sub>2</sub> O	C <sub>3</sub> S <sub>2</sub> H <sub>3</sub>
H <sub>2</sub> O	H	CaSO <sub>4</sub> . 2H <sub>2</sub> O	C $\underline{S}$ H <sub>2</sub>

Segundo Taylor (1990) a alita, silicato tricálcico (C<sub>3</sub>S), é um dos constituintes mais importantes do clínquer de cimento Portland normal, representando de 50 a 70% da massa. A alita reage relativamente rápido com a água e apresenta importante papel no desenvolvimento da resistência mecânica do cimento. O silicato dicálcico (C<sub>2</sub>S), conhecido como belita, representa de 15 a 30% do clínquer Portland e, como reage de forma lenta com a água, contribui de maneira considerável no ganho de resistência mecânica em idades avançadas. Em um ano o ganho de resistência proveniente da belita se compara ao ganho promovido pela alita.

O aluminato tricálcico (C<sub>3</sub>A) se apresenta como o principal aluminato presente no clínquer de cimento Portland, representando de 5 a 10% da composição e reage de forma imediata quando em contato com a água (MEHTA&MONTEIRO, 2014).

Apesar de as ferritas de cálcio não serem encontradas no clínquer de cimento, os ferroaluminatos de cálcio são formados, e o composto mais comum se apresenta como o C<sub>4</sub>AF, correspondendo de 5 a 15% do total e possui baixa reatividade hidráulica (MEHTA&MONTEIRO, 2014; TAYLOR, 1990).

A cal livre é considerada indesejável no clínquer Portland em quantidades a partir de 2%, e forma-se a partir da calcinação dos carbonatos cálcicos. Quando ela é hidratada pode levar a expansões no cimento Portland, transformando-se em CH, podendo atingir uma ordem de 97.6% de aumento de volume (GOBBO, 2003).

### 2.4.2 Hidratação

A hidratação do cimento Portland é um processo físico químico complexo com diversos pontos ainda não muito claros. Segundo Mehta&Monteiro (2014), são apresentados dois mecanismos de hidratação do cimento Portland, a hidratação por dissolução-precipitação e topoquímica. Para o mecanismo de hidratação por dissolução-precipitação, ocorre a dissolução de compostos anidros em seus constituintes iônicos, a formação de hidratos em solução e uma eventual precipitação de hidratados resultantes da solução saturada, devido a sua baixa solubilidade. Dessa forma, esse mecanismo visa uma total reorganização dos constituintes compostos originais durante a hidratação. O segundo mecanismo é o de hidratação no estado sólido ou topoquímico do cimento, onde as reações ocorrem diretamente nas superfícies dos compostos do cimento anidro sem que os mesmos entrem em solução.

No geral, os silicatos de cálcio reagem com a água formando produtos amorfos (C-S-H) e hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) cristalino. Os compostos aluminatos de cálcio reagem com o gesso e a água, produzindo gradativamente, trissulfato de cálcio hidratado (etringita), monossulfato hidratado de cálcio (AFm) e aluminatos de cálcio hidratados com composição variada (VOGLIS *et al*, 2001). Segundo Taylor (1990) o processo de hidratação do cimento Portland acontece em função do tempo, considerando que 80% do processo acontecerá até o final de 28 dias de cura e se concluirá, praticamente ao final de 365 dias.

### 2.4.3 Compostos do Cimento Portland Hidratado

A reação dos aluminatos,  $\text{C}_3\text{A}$  e  $\text{C}_4\text{AF}$  com a água ocorre de forma imediata, promovendo a liberação de uma grande quantidade de calor de hidratação, criando a necessidade de um retardador, ficando atribuída essa função a gipsita ( $\text{CaSO}_4$ ). Essa reação na presença do sulfato resulta na formação da etringita ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$ ), que contribui para o enrijecimento, a pega e desenvolvimento da resistência inicial (MEHTA&MONTEIRO, 2014).

A hidratação dos silicatos de cálcio, alita e belita, do cimento Portland produz os silicatos hidratados de cálcio, na química do cimento conhecido como C-S-H. O C-S-H possui estrutura pouco cristalina e produz um sólido poroso com características de um gel rígido. Os

silicatos de cálcio hidratados representam de 50 a 60% do volume total de sólidos presentes na pasta de cimento e são responsáveis por fornecer a maior parte da resistência e durabilidade ao longo do tempo (MEHTA&MONTEIRO, 2014).

O processo de hidratação dos silicatos também origina o CH, também conhecido como portlandita, que constitui de 20 a 25% do volume de sólidos da pasta de cimento hidratada. Possui pouca contribuição à resistência se comparada ao C-S-H e é prejudicial a resistência química do cimento Portland (MEHTA&MONTEIRO, 2014).

## **2.5 Pozolana**

Segundo Massazza (1993), o termo pozolana possui dois significados diferentes, o primeiro refere-se às rochas piroclásticas das vizinhanças de Pozzouli e das proximidades de Roma; o segundo significado abrange todos os materiais inorgânicos, naturais ou artificiais, que na presença de água reagem quando misturados com o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) ou com materiais que liberam o CH, e assim passam por um processo de “endurecimento” ou enrijecimento.

Os materiais pozolânicos são definidos como materiais siliciosos ou sílico-aluminosos que, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que depois de finamente divididos e na presença de água, reagem com CH e a partir deste efeito, forma compostos com capacidade aglomerante (ABNT NBR 12653: 2012).

Conforme Freitas (2005), os materiais pozolânicos usualmente necessitam de algum tipo de tratamento prévio de modo a viabilizar a sua utilização, estes tratamentos variam desde de simples moagem até tratamentos térmicos, como calcinação.

Na Tabela 2.8 a seguir é apresentada a composição química de algumas pozolanas conhecidas, naturais e artificiais, onde é possível notar como característica comum a todas, o teor elevado de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Tabela 2.8: Análise Química de Materiais Pozolânicos Conhecidos (Fonte: Massazza, 1993).

Pozzolana	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO <sub>3</sub> (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	K <sub>2</sub> O (%)	TiO <sub>2</sub> (%)
Bacoli (Naples)	53,08	17,89	4,29	9,05	1,23	0,65	3,08	7,61	0,31
Opalina	65,4	10,1	4,2	4,6	2,7	-	-	-	-
Diatomita	86	2,3	1,8	-	0,6	-	-	-	-
Cinza Volante	41,49	22,14	9,74	9,48	4,98	1,24	0,94	2,12	0,84

Segundo a NBR 12653:2012 os materiais pozolânicos são divididos em três classes, segundo suas características físicas e procedência, como apresentado na Tabela 2.9 a seguir.

Tabela 2.9: Classe das Pozolanas (Fonte: ABNT NBR 12653:2012).

<b>Classificação das pozolanas</b>	
Classe N	Pozolanas naturais e artificiais.
Classe C	Cinza volante, produzida da queima de carvão mineral.
Classe E	Qualquer pozolana que difira das classes anteriores.

Os materiais pozolânicos devem estar de acordo com alguns requisitos físicos, conforme sua classe, como apresentado na Tabela 2.10 abaixo. Esses requisitos físicos apresentados, são exigências utilizados para ensaios de resistência mecânica e caracterização física do material a avaliar (ABNT NBR 12653 : 2012).

Tabela 2.10: Requisitos Físicos dos Materiais (Fonte: ABNT NBR 12653 : 2012).

<b>Propriedades</b>	<b>Classe do material</b>		
	<b>N</b>	<b>C</b>	<b>E</b>
Material retido na peneira com abertura de malha de 45µm	≤ 34%	≤ 34%	≤ 34%
<b>Índice de atividade pozolânica:</b>			
- Com cimento aos 28 dias, em relação ao controle	≥ 75%	≥ 75%	≥ 75%
- Com a cal aos 7 dias	≥ 6 MPa	≥ 6 Mpa	≥ 6 Mpa
- Água requerida	≤ 115%	≤ 110%	≤ 110%

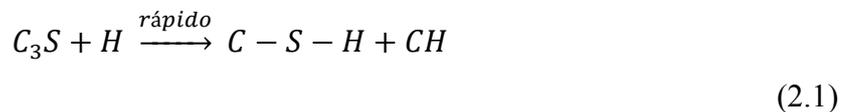
### 2.5.1 Reação Pozolânica

Segundo Roszczynialsky (2002), a aplicabilidade dos materiais pozolânicos como adições em tecnologia do concreto é determinada pela atividade pozolânica. Nas pastas de cimento, a sílica ativa se dissolve e precipita na forma de silicatos hidratados de cálcio (C-S-H) e a quantidade de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) diminui devido ao consumo dos íons de cálcio pela sílica adicional.

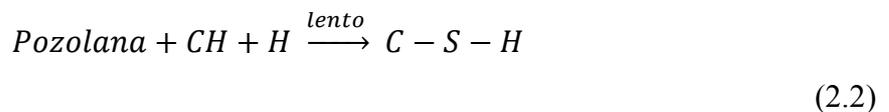
Massazza (1993), utiliza o termo reação pozolânica para se referir a todas as reações que ocorrem entre os constituintes ativos da pozolana, hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) e água. A avaliação do progresso da reação pozolânica é comumente avaliado pela diminuição da concentração de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  livre no sistema (MASSAZZA, 1993).

Para melhor compreender a reação pozolânica é válido analisar a reação que ocorre no cimento Portland comum e no cimento Portland pozolânico como apresentado nas Equação 2.1 e Equação 2.2 a seguir:

Cimento Portland



Cimento Portland Pozolânico



Onde:

$C_3S$ : Silicatos tricálcico;

$H$ : Água;

$C-S-H$ : Silicatos hidratados de cálcio;

$CH$ : Hidróxido de cálcio.

Um dos efeitos provocados pela reação pozolânica liberar C-S-H de forma mais lenta que o liberado pela hidratação do clínquer Portland, é exemplificada na Figura 2.1 a seguir.

Na Figura 2.1 (a) é possível notar a agregação de partículas de C-S-H (A), os produtos cristalinos hexagonais CH (H) e as cavidades capilares ou vazios (C). Na figura 2.1 (b) do cimento Portland pozolânico, comparada ao cimento Portland comum, mostra que os vazios capilares são preenchidos e os cristais de CH consumidos pelo gel de C-S-H adicional da reação pozolânica. Logo, além do gel de C-S-H adicional e o consumo do CH, a reação lenta promove um refinamento dos poros da estrutura (MEHTA&MONTEIRO, 2014).

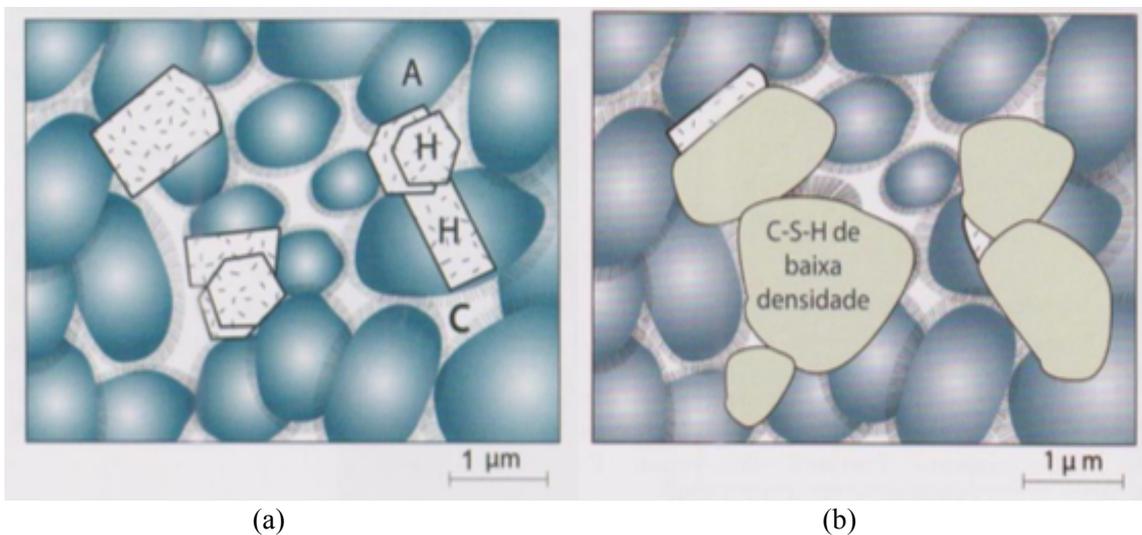


Figura 2.1: Modelo de Microestrutura (a) Pasta de Cimento Portland Hidratada (b) Pasta de Cimento Portland Pozolânico (Fonte: Mehta&Monteiro, 2014).

De acordo com Mehta&Monteiro (2014) as consequências técnicas da utilização de cimentos pozolânicos são resultantes principalmente de três características da reação pozolânica. A primeira é a liberação de calor e ganho de resistência que ocorrem de forma lenta, devido à reação pozolânica ser geralmente uma reação lenta, segunda como a reação consome o CH, isso promove um ganho de durabilidade da pasta hidratada frente à ambientes ácidos e terceira, os produtos da reação são eficientes no refinamento do poros e do tamanho do grão, promovendo assim um ganho de resistência e aumento da impermeabilidade do sistema.

### 2.5.2 Fatores que Influenciam a Atividade Pozolânica

Massazza (1993), divide os fatores que influenciam a atividade pozolânica em duas categorias: fatores que influenciam a quantidade de CH combinado e os fatores que influenciam a velocidade de combinação. A quantidade de CH combinada depende essencialmente da natureza e quantidade das fases ativas, a quantidade de  $\text{SiO}_2$  e a relação hidróxido de cálcio-pozzolana na mistura. Enquanto que, a velocidade de combinação está relacionada com a área superficial específica e temperatura de cura.

Os materiais pozolânicos apresentam em sua composição química teores elevados de sílica e alumina, sendo que o componente principal da sílica ativa é a sílica ( $\text{SiO}_2$ ), sendo ela um dos fatores mais importante na reatividade da pozolana. Citando como exemplo o metacaulim, que possui teores aproximados de 40% e 52% de alumina e sílica respectivamente, que é classificado como pozolana de alta reatividade (NITA, 2007; ROCHA, 2005).

Para a cinza da casa de arroz, Cordeiro *et al* (2011) avaliaram a relação entre o tamanho da partícula, área superficial específica e a atividade pozolânica. A relação tamanho da partícula e atividade pozolânica se mostra inversamente proporcional, quanto maior a partícula menor sua reatividade. Para a área superficial específica a relação se mostra diretamente proporcional, quanto maior a área superficial maior sua reatividade. Confirmado por Massazza (1993), a relação entre a reatividade e área superficial do material.

A Figura 2.2 a seguir, mostra claro a importância e efeito da área superficial na reatividade do material, quanto maior a área superficial específica do material maior será sua reatividade pozolânica.

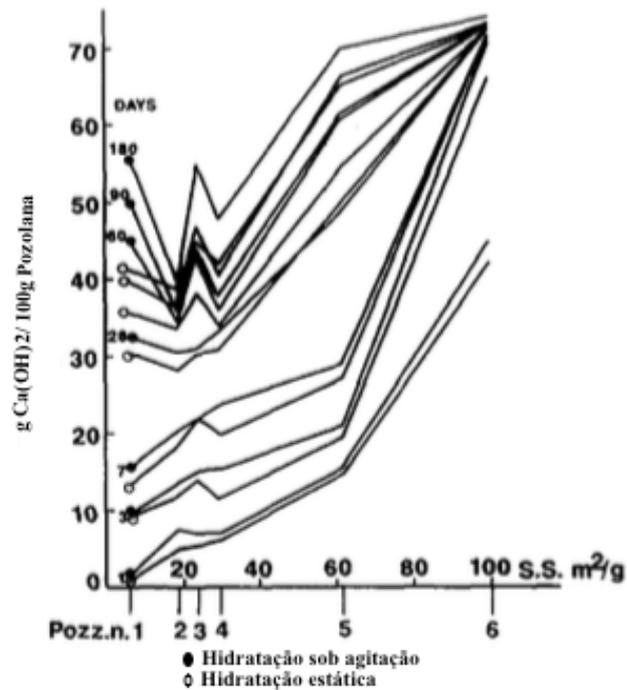


Figura 2.2 : Relação Entre Área Superficial Específica e Reatividade da Pozolana (Fonte: Massazza, 1993).

Mirzahosseini *et al* (2014) investigando os efeitos da temperatura de cura na reatividade pozolânica de pó de vidro, concluiu que as amostras que passaram por cura em temperaturas mais elevadas, maiores que 50°C, apresentaram atividade pozolânica, enquanto que curas a temperaturas mais baixas não apresentaram atividade pozolânica. A relação entre temperatura e reatividade é apresentada na Figura 2.3, onde, confirmando os resultados anteriores, é clara a influência da temperatura de cura sobre a reatividade do material pozolânico. A atividade pozolânica aumenta com o aumento da temperatura de cura (MASSAZZA, 1993).

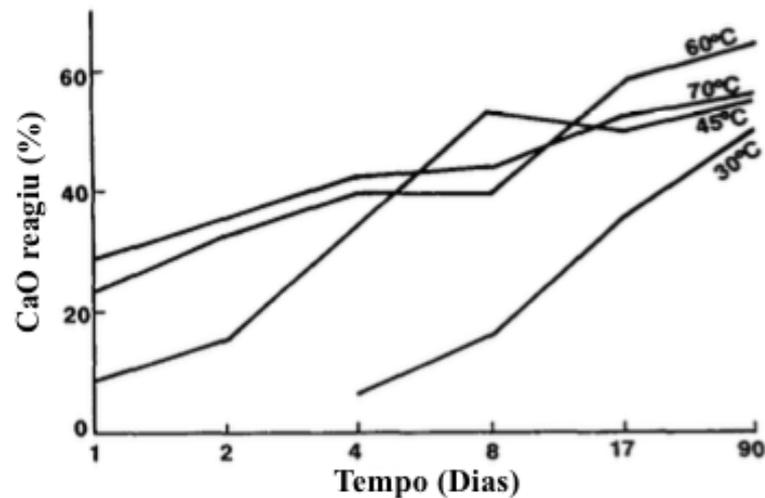


Figura 2.3: Relação Entre a Temperatura de Cura e a Reatividade da Pozolana (Fonte: Massazza, 1993).

## 2.6 Cimentos Pozolânicos

Um aglomerante hidráulico que é produto da mistura homogênea de materiais pozolânicos e cimento Portland, que podem ser moídos em conjunto ou separados, ainda podendo ser adicionado certos teores de sulfato de cálcio e materiais carbonáticos durante o processo de moagem (ABNT NBR 5736, 1991).

Massazza (1993), acrescenta, dividindo em dois, os tipos de cimento com adição de pozolana e definindo-os como: cimento pozolânico, como cimento Portland misturado com pozolana que, se disperso em água e mantido a certas condições, eventualmente produz uma solução insaturada com CH. Inversamente, cimento com pozolana não obedece esta condição, tendo em vista que a quantidade de pozolana é insuficiente, em quantidade e qualidade, para se combinar com o CH liberados pelos silicatos de cálcio hidratados.

O cimento Portland composto com pozolana pode ser utilizado em obras de concreto simples, armado, elementos pré-moldados, protendido e artefatos de cimento, porém são especialmente indicados em obras expostas à ação de água corrente e a ambientes agressivos. Seu emprego também é recomendado quando se trata de grandes volumes de concreto, pois este tipo de cimento Portland minimiza o gradiente térmico na estrutura (PILAR, 2012).

### 2.6.1 Hidratação

Segundo Massazza (1993), o clínquer do cimento e as pozolanas possuem diferentes processos de reação e reagem em diferentes tempos. O autor relata que a adição de pozolanas, naturais e sílica fume, acelera a hidratação inicial do clínquer contido no cimento, porém o progresso da hidratação em cimentos pozolânicos não pode ser expresso em função da quantidade de CH como feito em cimentos Portland, uma vez que a quantidade do mesmo é resultado de três fenômenos concordantes:

- Aceleração da hidrólise dos silicatos de cálcio do clínquer;
- Reação pozolânica;
- Modificações na composição das fases hidratadas.

Kaminskas *et al* (2015), avaliando a influência de aditivos artificiais na hidratação do cimento Portland, utilizando resíduo de sílica gel como substituição parcial do cimento, e constata que a pozolana provoca um atraso na hidratação inicial do cimento e nas reações entre as camadas profundas das partículas dos silicatos de cálcio e água. Ao mesmo tempo ocorre uma aceleração da hidratação dos aluminatos.

Quanto aos efeitos do emprego de pozolanas sobre os processos de hidratação do cimento Portland, existem diversas divergências, cada tipo de pozolana provoca um efeito diferente sobre o processo. Taylor (1990) cita que a sílica ativa acelera a hidratação do silicato tricálcico ( $C_3S$ ), enquanto Fajun *et al* (1984) relata que a cinza volante além de retardar a hidratação do  $C_3S$  age também como retardador do aluminato tricálcico ( $C_3A$ ).

### 2.6.2 Compostos do Cimento Pozolânico Hidratado

Segundo Massazza (1993), os produtos formados na reação pozolânica são basicamente os mesmos compostos que são formados na hidratação do clínquer de cimento Portland. As diferenças são mínimas e, em geral, afetam mais a questão quantidade do que a natureza das fases.

Devido à reação pozolânica, a quantidade de CH das pastas de cimento Portland pozolânico são sempre menores que na pasta de cimento de referência, mas no primeiro mês, a quantidade de CH é mais ou menos equivalente ao que é formado no cimento Portland multiplicado pelo fator de diluição. O fator de diluição leva em consideração o percentual de substituição do cimento pela pozolana, para fins de cálculo da quantidade de CH efetivamente consumida pela atividade pozolânica (MASSAZZA, 1993; MEHTA&MONTEIRO, 2014; PIKANÇO, 2014).

### **2.6.3 Durabilidade**

Segundo Massazza (1993) e Mehta&Monteiro (2014) os cimentos pozolânicos, se comparados ao cimento Portland comum, apresentam uma durabilidade superior à sulfatos, lixiviação, cloretos e a agregados reativos, devido as características da reação pozolânica e consumo de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ).

Mehta&Monteiro (2014), atribuem esta melhora frente aos sulfatos como um produto da redução do CH na pasta e na maior impermeabilidade da pasta de cimento hidratada. Massazza (1993) acrescenta que a quantidade de aluminatos tricálcico ( $\text{C}_3\text{A}$ ) contida no clínquer de cimento Portland é diluída pela pozolana..

O efeito de lixiviação diminui com o aumento da taxa de pozolana/clínquer, devido a três fatores: primeiro devido a baixa concentração de CH, segundo a maior concentração dos silicatos de cálcio e aluminatos na forma de gel e finalmente sua permeabilidade reduzida, se comparado com o cimento sem adição de pozolana (MASSAZZA, 1993).

Segundo Massazza (1993), a melhora apresentada para a reação álcali agregado dos cimentos pozolânicos ainda não possui explicação. Entretanto, é suposto que a presença de CH é fator determinante para esta reação. Mehta&Monteiro (2014), acrescenta que o gel C-S-H, com relação cálcio/sílica (C/S) baixo, proveniente da reação pozolânica pode absorver parte dos álcalis.

#### 2.6.4 Resistência Mecânica

A pozolana começa a reagir tardiamente com o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) e portanto, pelo menos inicialmente, se comporta como um agente diluidor inerte no cimento Portland. Devido à reação mais lenta da pozolana, a substituição do cimento provoca uma perda de resistência em curtas idades, entretanto em idades avançadas a diferença entre a pasta com substituição e a pasta de controle diminui, podendo ainda se transformar em ganho de resistência. O ganho de resistência final se deve ao refinamento dos poros e ao aumento dos silicatos hidratados de cálcio (C-S-H) e outros produtos de hidratação (MASSAZZA, 1993; MEHTA&MONTEIRO, 2014).

Picanço (2014) avaliando a atividade pozolânica de arenito zeolítico como substituição ao cimento Portland, realizou ensaios de compressão simples a idades de 7 e 28 dias. Para todas as amostras, os valores são sempre inferiores ao da amostra de referência, confirmando a característica da pozolana de ganho lento de resistência.

Massazza *et al* (1979) *apud* Netto (2006), concluiu em seus trabalhos que, para idades iniciais de hidratação, o concreto de cimento Portland com pozolana apresenta resistências inferiores ao concreto de referência. Porém, em idades avançadas a resistência final do cimento com pozolana podem ser superiores ao cimento de referência, dependendo de fatores como qualidade e quantidade de pozolana adicionada.

#### 2.7 Índice de Atividade Pozolânica

De acordo com Silva (2011), existem variados métodos para determinar o índice de atividade pozolânica (IAP), por meio de ensaios de resistência mecânica ou ensaios químicos. Frías *et al* (2005) cita que a avaliação da atividade pozolânica tem sido objetivo de diversas pesquisas, e estes métodos de avaliação podem ser subdivididos em métodos indiretos e diretos.

### **2.7.1 Métodos Diretos de Avaliação da Atividade Pozolânica**

Os métodos diretos são baseados na avaliação da quantidade de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) que não reagiu. Dentro dos métodos diretos temos as análises térmicas (TG/DTA/DSC) e análise por difração de raios X (DRX) (FRÍAS *et al*, 2005; SILVA, 2011).

#### **2.7.1.1 Determinação da Atividade Pozolânica pela Análise Térmica**

Segundo Silva (2011), a termogravimetria (TG) é um método amplamente utilizado para avaliar e medir as fases contidas na pasta de cimento endurecida, levando em consideração que os produtos da hidratação do cimento Portland sofrem uma perda de água em intervalos de temperatura específicos.

A análise térmica, termodiferencial (DTA) e termogravimétrica (TG), é um dos melhores métodos para avaliar a atividade pozolânica. Através do método é possível determinar a quantidade de CH na pasta de cimento, conhecido que sua redução é um resultado da atividade pozolânica (ROSZCZYNIANSKI, 2002; TAYLOR, 1990).

Segundo Roszczyński (2002), a análise térmica visa avaliar o decréscimo da quantidade de CH na pasta em relação à pasta de referência, sem adição de pozolana, sabendo que o CH sofre uma decomposição no intervalo de 450 a 550°C. O intervalo de decomposição do CH é apresentado na Figura 2.4 e na Figura 2.5 a seguir:

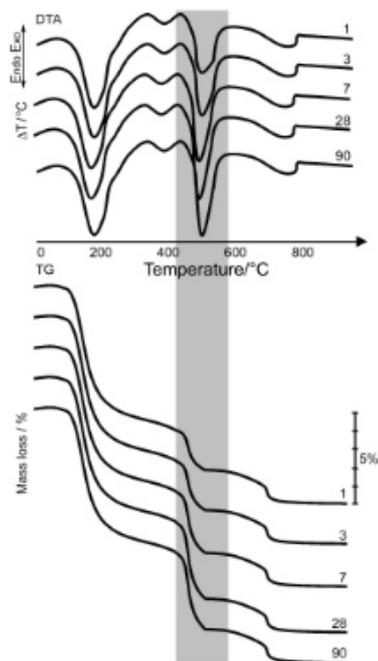


Figura 2.4: Curva Termodiferencial (DTA) e Termogravimétrica (TG) para Pasta de Cimento Portland com Idades de 1, 3, 7, 28 e 90 Dias (Fonte: Roszczynialski, 2002).

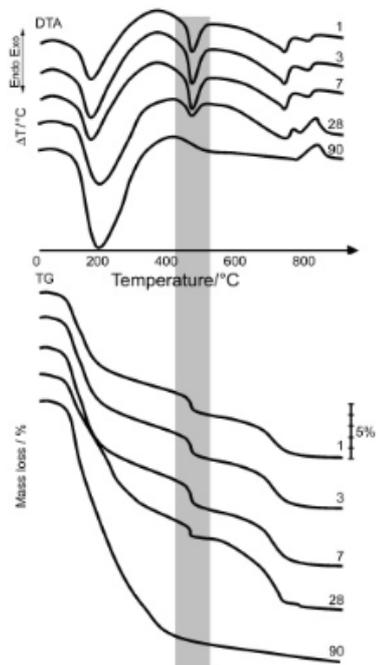


Figura 2.5: Curva Termodiferencial (DTA) e Termogravimétrica (TG) para Pasta de Cimento Portland com Substituição de 45% do Cimento por Pozzolana com Idades de 1, 3, 7, 28 e 90 Dias (Fonte: Roszczynialski, 2002).

Na faixa cinza é destacado o intervalo onde ocorre a decomposição do CH (ROSZCZYNIALSKI, 2002), utilizando duas pastas de cimento, uma de referência, sem

adição, e uma com adição da pozolana, é possível analisar a variação da concentração do CH remanescente, e outros componentes importantes.

Kaminskas *et al* (2015), analisando o processo de hidratação de cimento Portland com adição de pozolana, utilizou a análise térmica simultânea e apresentou os principais picos endotérmicos da análise do calorímetro diferencial de varredura (DSC):

- 100 – 200° C desidratação do C-S-H e etringita;
- 450 – 460° C desidratação do CH.

Bakolas (2006), em seu estudo sobre a atividade pozolânica e características físico mecânicas de pastas de cal e metacaulim, com idades de 0, 3, 7, 14, 28, 90 e 270 dias de cura, utilizou análises térmicas (TG/DTA), e apresentou os principais picos exotérmicos (exo) e endotérmicos (endo) da análise de DTA:

- 120 – 145° C (endo) desidratação do C-S-H;
- 180 – 200° C (endo) desidratação do  $C_2ASH_8$  (etringita);
- 490 – 525° C (endo) desidratação do CH;
- 720 – 760° C (endo) descarbonatação do  $CaCO_3$ ;
- 940 – 970 ° C (exo) precursor da mulita e cristobalita.

Segundo Fordham&Smalley (1985), a análise de TG do cimento Portland apresenta sete reações separadas, cinco reações de desidratação, uma de De-hidroxilação e uma de De-carbonatação. As cinco reações de desidratação estão ligadas a água dos poros e a água estruturalmente combinada ao C-S-H. Os intervalos de decomposição apresentadas na análise TG ocorrem nas seguintes temperaturas:

- 100° C: Desidratação da água dos poros;
- 180° C: Desidratação do C-S-H;
- 350° C: Desidratação do C-S-H;
- 400° C: Desidratação do C-S-H;
- 600° C: De-hidroxilação do CH;
- 780° C: De-carbonatação do  $CaCO_3$ .

Utilizando os resultados apresentados pela análise termogravimétrica diferencial (DTG) Bakolas (2006), avaliou a quantidade de perda de massa atribuída a água quimicamente ligada, segundo Equação 2.3.

$$(H)_{t.ch.b} = (H)_{CSH} + (H)_{str.+mca} + (H)_{r.ch.b} \quad (2.3)$$

Onde:

$(H)_{t.ch.b}$ : Total de água ligada quimicamente, calculada na faixa de 100 – 460°C;

$(H)_{CSH}$ : Água quimicamente ligada do C-S-H, calculada na faixa de 100 – 160°C;

$(H)_{str. + mca}$ : Água quimicamente ligada da stratlingita e monocarboaluminato, calculada na faixa de 160 – 230°C;

$(H)_{r.ch.b}$ : Água quimicamente ligada residual, calculada na faixa de 230 – 460°C.

Ainda utilizando os dados provenientes do DTG, e a Equação 2.4 a seguir, é obtido o percentual de CH consumido no sistema (PAYA, 2003 *apud* BAKOLAS, 2006).

$$(CH)_{(cons.)}(\%) = 100 \cdot \frac{(CH)_0 - (CH)_t}{(CH)_0} \quad (2.4)$$

Onde:

$(CH)_{(cons.)}(\%)$ : Hidróxido de cálcio consumido, em porcentagem, a uma idade específica;

$(CH)_0$ : Quantidade de hidróxido de cálcio inicial;

$(CH)_t$ : Quantidade de hidróxido de cálcio na pasta em uma idade específica.

El-Jazairi's *et al* (1980), avaliando os efeitos da idade e relação água/cimento sobre os produtos de hidratação de pasta de cimento Portland, apresentou uma fórmula para determinar a quantidade de  $\text{Ca(OH)}_2$  pela perda de massa, conforme Equação 2.5 a seguir.

$$Wch = \frac{4.11 ( Ca(OH)_2 ) + 1.68 ( CaCO_3 )}{Wb} \times 100\% \quad (2.5)$$

Onde:

*Wch*: Quantidade de hidróxido de cálcio (%);

*Wb*: Quantidade final da Amostra (g);

4.11: Fator de conversão para taxa molar do CO<sub>2</sub> para Ca(OH)<sub>2</sub>;

1.68: Fator de conversão para taxa molar da H<sub>2</sub>O para Ca(OH)<sub>2</sub>.

### 2.7.1.2 Determinação da Atividade Pozolânica por Difração de Raios X

Segundo Lea (1996) *apud* Nita (2006), para avaliar o efeito das pozolanas no consumo do hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>), é necessário observar a evolução nas intensidades respectivas aos picos da portlandita no cimento. Os principais picos se mostram nos ângulos 2θ do difratograma em 18,089°, 34,089°, 47,124° e 50,795°. Do mesmo modo, a avaliação da hidratação do cimento Portland ocorre pela avaliação da quantidade de CH, porém ao contrário da atividade pozolânica, é avaliado o aumento de sua quantidade.

Voglis *et al* (2001), avaliou os produtos de hidratação do cimento Portland com adição de cinza volante, pozolana natural, escória e calcário por meio da DRX. Os autores relataram que os principais produtos de hidratação detectados não se mostraram diferentes, quando comparados com o cimento Portland comum e compósitos de cimento Portland. Apresentaram apenas alterações nas intensidades relativo ao hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>).

A Figura 2.6 apresenta difratogramas do cimento anidro e do cimento hidratado (FANG *et al*, 2015). Em seu trabalho Fang *et al* (2015) realizou uma análise quantitativa de DRX de pastas de cimento Portland com 28 dias cura, utilizando 10% óxido de zinco (ZnO) como padrão interno e radiação de Cu Kα.

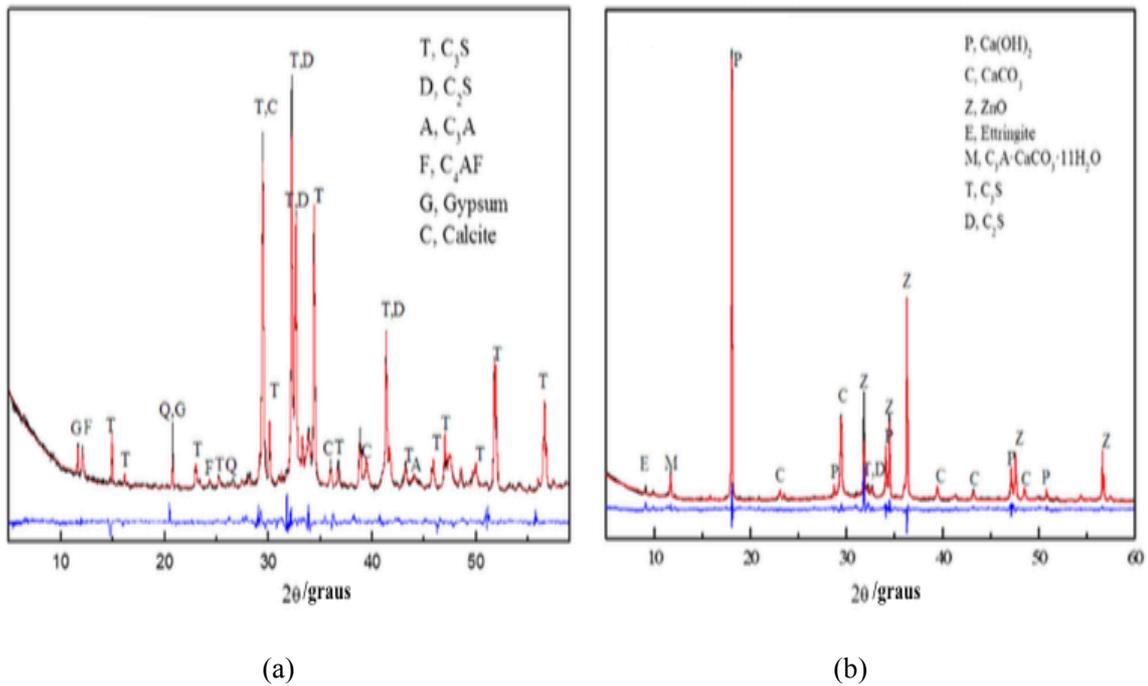


Figura 2.6: Difratoograma de Raios X de Cimento Portland (a) Anidro (b) Hidratado (Fonte: Fang, 2015).

Segundo Silva (2011), a DRX é utilizada com frequência de forma qualitativa, apenas identificando as fases e suas respectivas intensidades. Com a evolução da computação nas últimas décadas, as análises de caráter quantitativo, utilizando o Método de Rietveld (1969) tiveram um grande crescimento.

Young (1993) e Gobbo (2003), citam o princípio do método proposto por Rietveld como a comparação entre o espectro real da amostra, com o espectro teórico simulado a partir da mistura hipotética das fases. E essa comparação é feita ponto a ponto e os ajustes, nas diferenças encontradas, feitos pelo método dos mínimos quadrados. Para realização do método é necessário dados difratométricos de qualidade e um bom conhecimento das fases componentes da mistura.

A qualidade final do processo de refinamento é avaliada por meio de indicadores estatísticos numéricos, apresentados durante e no final do refinamento. Do ponto de vista matemático, os índices de Rwp e GOF (goodness off fit) são os melhores indicativos do processo, tendo na prática valores abaixo de quinze e cinco, respectivamente, como valores de um refinamento otimizado (GOBBO, 2003).

Pesquisas e estudos tem aplicado o método de Rietveld em associação com a DRX na avaliação da atividade pozolânica de duas formas distintas, quantificando a fase amorfa das amostras de pozolana e os produtos de hidratação do cimento Portland. A quantificação da fase amorfa é utilizada para avaliar a influência de processos de beneficiamento, como moagem e calcinação, sobre a estrutura das amostras (SILVA, 2011; CORDEIRO *et al*, 2009). Alguns autores já utilizam a quantificação por Rietveld para avaliar diretamente a quantidade de CH e CC3 presente no cimento Portland com adição da pozolana, o que muitas vezes era feito somente pela avaliação visual das intensidades dos picos referentes aos mesmos (WU YAO, 2012; CALLIGARIS *et al*, 2015; SILVA, 2011).

## **2.7.2 Métodos Indiretos de Avaliação da Atividade Pozolânica**

Os métodos indiretos são baseados em ensaios mecânicos ou parâmetros, tais como tamanho das partículas e composição química, que influenciam na atividade pozolânica, como pode ser citado os métodos de ensaios mecânicos normatizados e condutividade elétrica (FRÍAS *et al*, 2005; SILVA, 2011).

### **2.7.1.1 Condutividade Elétrica**

Um método indireto e rápido onde a avaliação da atividade pozolânica do material, é dada pelas medidas da variação da condutividade elétrica de uma solução saturada de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ). Com a adição de 5,0 g do material, à avaliar, em solução saturada, ocorre um decréscimo da condutividade elétrica da mesma, devido a menor quantidade de íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $(\text{OH})^-$ , durante o período de 120 segundos.

Utilizando os valores provenientes dessa variação foi proposto um índice de atividade pozolânica, classificando o material em três grupos conforme Tabela 2.11 a seguir (LUXÁN *et al*, 1989).

Tabela 2.11: Valores e Classificação da Pozolana pela Condutividade Elétrica (Fonte: Luxán, 1989).

<b>Classificação do Material</b>	<b>Variação Condutividade (mS/cm)</b>
Não Pozolanico	< 0,4
Médio Pozolanico	0,4 < x < 1,2
Boa Pozolanicidade	> 1,2

Segundo Silva (2011), a variação na condutividade pode estar relacionada à possibilidade de os íons de  $\text{Ca}^{2+}$  estarem apenas sendo atraídos para a superfície das partículas do material, e assim não acontecendo de fato a atividade pozolânica do material. Não ocorrendo a reação entre os íons e a sílica e alumina amorfas, o decréscimo da condutividade ocorreria em função da área superficial das partículas e não da quantidade de material que reagiu.

Budak *et al* (2010), avaliou a atividade pozolânica de argamassas de cal provenientes de diferentes construções utilizando o método da condutividade elétrica (mS/cm), proposto por Luxán *et al* (1989). Encontrando a variação das amostras em um intervalo de 1,71 a 7,23 mS/cm, sendo medido o decréscimo de condutividade elétrica no intervalo de 120 segundos, o autor concluiu que todas suas amostras classificaram-se como boas pozolanas.

### 2.7.2.2 Resistência Mecânica

Segundo Nita *et al* (2007), um grande número de métodos para avaliação da atividade pozolânica focam no desenvolvimento da resistência mecânica ao longo do tempo. Estes métodos possuem como pontos vantajosos a sua fácil execução e custo relativamente baixo se comparado com métodos diretos. O grande ponto negativo está na impossibilidade de avaliar se o ganho de resistência é consequência de efeito físico ou químico da pozolana.

A ABNT possui duas normas baseadas na resistência mecânica, onde a atividade pozolânica é avaliada por meio de ensaios de compressão simples de argamassas de cimento Portland ou Cal (NBR 5751:1992; NBR 5752:2014). O índice de atividade pozolânica é obtido através da relação entre a resistência da argamassa com adição de pozolana e uma argamassa de controle, no caso da avaliação com cimento Portland, e para avaliação com a cal, se dá por meio do resultado médio obtido do ensaio de compressão simples.

Utilizando este método indireto é possível avaliar, por meio da evolução da resistência mecânica, o teor ótimo da pozolana em função da máxima resistência a compressão. Porém a NBR 5751:1992 e a NBR 5752:2014, utilizam quantidade fixas para todos os materiais que serão ensaiados (NITA *et al*, 2007).

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O programa experimental adotado neste trabalho foi subdividido em três etapas. Inicialmente ocorreu o beneficiamento dos resíduos de lã de rocha (RLR), de fibra de vidro (RFV) e lã de vidro (RLV); após o beneficiamento os mesmos foram submetidos à caracterização (química, física, morfológica e mineralógica); finalmente, a investigação acerca do potencial para atividade pozolânica desses materiais.

#### 3.1 Primeira Etapa: Beneficiamento

Todos os resíduos utilizados no trabalho, RLR, RFV e RLV foram fornecidos pela mineradora Cia. Vale do Rio Doce, especificamente do Complexo de Tubarão localizada na Grande Vitória, Espírito Santo, Brasil. Os resíduos atualmente são estocados em células e monitorados, a Figura 3.1 a seguir apresenta os materiais RLR, RFV e RLV sem beneficiamento.

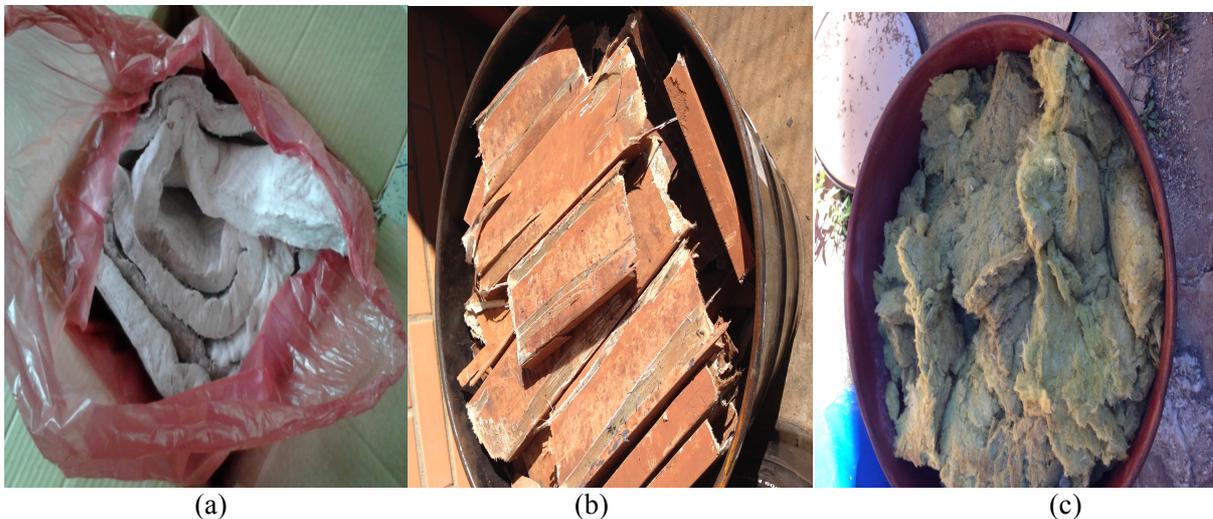


Figura 3.1: Amostras de (a) Lã de Rocha (b) Fibra de Vidro (c) Lã de Vidro (Fonte: Autor).

A metodologia utilizada para o beneficiamento dos materiais é apresentada na Figura 3.2, onde as atividades desenvolvidas foram organizadas para o melhor entendimento do processo. O beneficiamento dos resíduos possui diferenças entre os mesmos, devido ao formato e características dos materiais, todas as amostras coletadas e utilizadas foram cominuídas em sua totalidade. Esta etapa de processamento dos resíduos possuiu como

objetivo principal a cominuição dos resíduos de modo a obter tamanhos de partículas inferiores a  $45\mu\text{m}$ , segundo recomendação da ABNT NBR 12653: 2012.

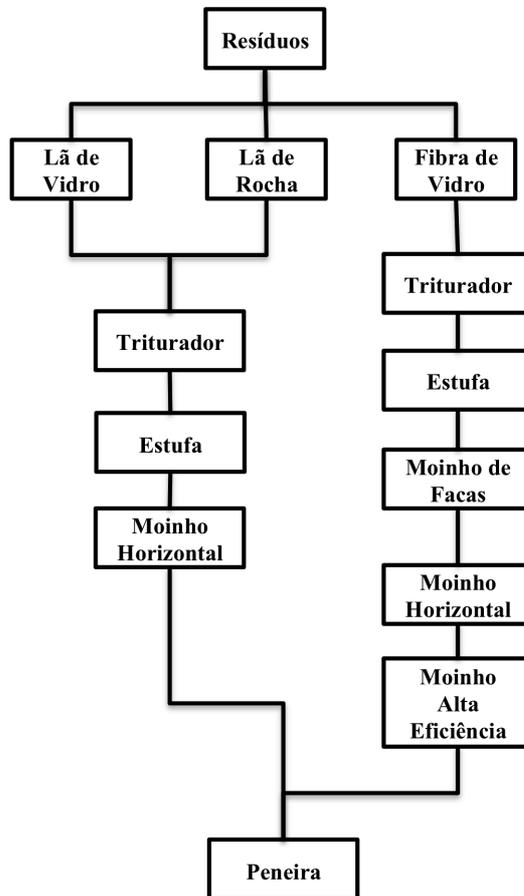


Figura 3.2: Organograma do Beneficiamento dos Resíduos (Fonte: Autor).

As etapas de beneficiamento dos resíduos foram realizadas, em sua maioria, no Laboratório de Materiais para Construção Civil, Universidade Federal de Ouro Preto, conforme os seguintes passos:

- Primeiro etapa do beneficiamento, todos os resíduos passaram por moagem em triturador, modelo Shereder, em Contagem/Betim – MG.
- Segunda etapa, todos os resíduos passaram por inspeção visual para retirada de partes metálicas. Logo em seguida colocados em estufa à temperatura de  $110^{\circ}\text{C}$  por 24 horas até a constância de massa.

- O processo de moagem laboratorial foi realizada de duas formas diferentes:
  - Os resíduos RLR e RLV foram moídos em moinho de bolas horizontal (Marconi), utilizando 35 esferas de aço inoxidável (32mm de diâmetro) durante 30 minutos, 500g por tempo de moagem.
  - O resíduo RFV , primeiramente foi cominuído em um “moinho de facas” adaptado (Phillips), 30 minutos 650g por tempo de moagem. Após esta etapa, o material foi moído no moinho de bolas horizontal (Marconi), utilizando jarro e 35 esferas de aço inoxidável (32mm diâmetro) durante 30 minutos, 500g por tempo de moagem. E finalmente, o material foi moído em moinho de alta eficiência (Retsch PM100), utilizando jarro e 54 esferas de aço inoxidável (32mm diâmetro e 10mm diâmetro) durante 25 minutos a 200rpm, 20g por tempo de moagem.
- Finalmente, os resíduos RLR, RFV e RLV foram peneirados, o material utilizado no trabalho foi o material passante na peneira de número 325 mesh (45 $\mu$ m). Foram coletados 800 g de cada amostra, e todo este material foi processado abaixo da peneira especificada anteriormente, não houve descarte de material.

Os materiais RLR, RFV e RLV no final da cadeia de beneficiamento estão apresentados a seguir na Figura 3.3.

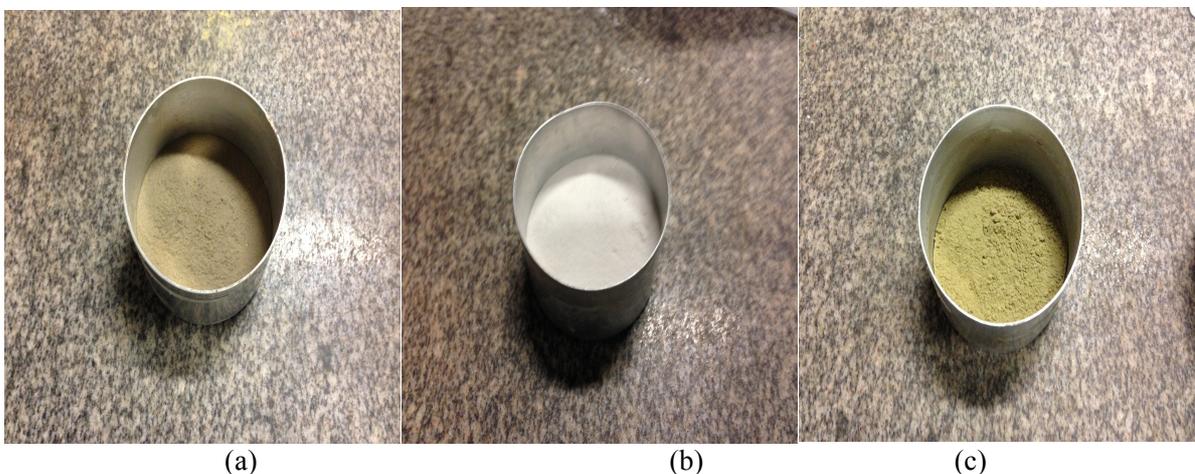


Figura 3.3: Resíduos Pós Beneficiamento (a) Lã de Rocha (b) Fibra de Vidro (c) Lã de Vidro (Fonte: Autor).

### 3.2 Segunda Etapa: Caracterização

A metodologia proposta para caracterização dos resíduos segue apresentada conforme Figura 3.4. Todos os resíduos, RLR, RFV e RLR, foram submetidos a todas as análises descritas a seguir. Para a caracterização dos resíduos, os mesmos foram utilizados após o beneficiamento proposto, granulometria inferior a 45 $\mu$ m e secos em estufa por 24 horas. Alguns métodos de caracterização específicos demandaram certo tratamento adicional, aquém os previamente citados e serão frisados e detalhados na descrição dos mesmos.

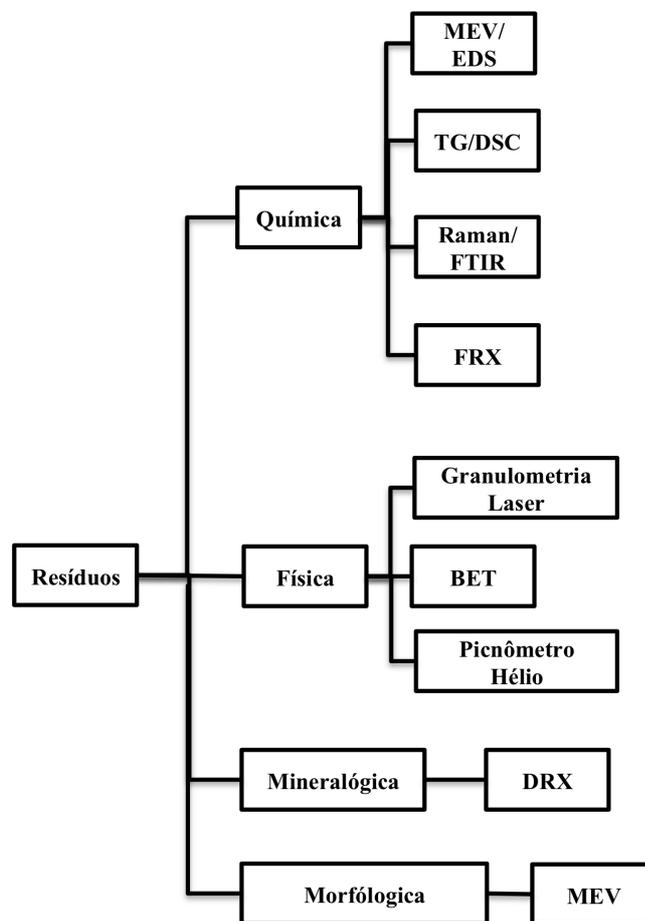


Figura 3.4: Organograma da Caracterização dos Resíduos (Fonte: Autor).

#### 3.2.1 Caracterização Química

Na determinação das composições químicas dos resíduos RLR, RFV e RLV, foram realizados ensaio de fluorescência de raios X (FRX), análise termogravimétrica (TG) e calorimetria diferencial de varredura (DSC), espectroscopia Raman (Raman), espectroscopia

de infravermelho (FTIR), microscopia eletrônica de varredura (MEV) associado a espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

### **3.2.1.1 Análise Química por Fluorescência de Raios X**

A análise por FRX foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica Nanolab REDEMAT/UFOP, equipamento modelo Rayny EDX 720 Shimadzu. A utilização desta técnica permitiu a análise química qualitativa das amostras de RLR, RFV e RLV.

### **3.2.1.2 Análise Térmica**

A análise térmica simultânea (TG/DSC) foi executada no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscópicos DEMET/UFOP, equipamento STARe System Metler Toledo, de 25 a 800°C, passo de 10°C/min<sup>-1</sup> e atmosfera inerte de N<sub>2</sub> (25ml min<sup>-1</sup>), com o objetivo de caracterizar os resíduos, através da perda de massa associada a picos exotérmicos ou endotérmicos e obter informações de referência para avaliação da atividade pozolânica pela análise térmica, utilizando os intervalos representativas do hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>) e carbonato de cálcio (CaCO<sub>3</sub>).

### **3.2.1.3 Espectroscopia Vibracional**

As medidas de espectroscopia Raman foram realizadas no Departamento de Metalurgia e Engenharia dos Materiais /UFMG, em equipamento Horiba JobinYvon modelo LABRAM-HR 800, equipado com laser Hélio-neon 663nm, 20mW associado a um microscópio Olympus BHX equipado com uma lente de 10, 50 e 100X.

A análise por FTIR foi realizada no Departamento de Química/ CEFET-MG em equipamento Nicolet Thermo Scientific 380, por transmissão, utilizando uma faixa de 400 a 4000 cm<sup>-1</sup> e uma resolução de 4,0cm<sup>-1</sup>. As pastilhas foram preparadas utilizando Brometo Potássio (KBr). Os dados obtidos do Raman e do FTIR foram analisados em conjunto utilizando software Peakfit 4.0.

A análise por espectroscopia vibracional possuiu a finalidade de avaliar o grau de amorfo da estrutura dos compostos silicatos das amostras RLR, RFV e RLV, por análise da presença de bandas de oxigênio não ligadas ( $O^-$ ).

#### **3.2.1.4 Espectroscopia de Energia Dispersiva**

A análise por EDS foi executada no laboratório de microscopia eletrônica Nanolab REMAT/UFOP, utilizando o MEV, equipamento VEGA3 da TESCAN. Análise química visando a composição química elementar dos resíduos através de uma análise pontual. Para a realização do ensaio utilizando o RLR, RFV e RLV, demandou-se a utilização de fita condutora de carbono e vaporização com ouro.

#### **3.2.2 Caracterização Morfológica**

A análise da morfologia dos resíduos foi realizada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV), equipamento VEGA 3, TESCAN, no Laboratório de Microscopia Eletrônica Nanolab REDEMAT/UFOP. Com o intuito de obter informações sobre a morfologia das partículas dos resíduos RLR, RFV e RLV pós beneficiamento. Para a realização da caracterização morfológica do resíduo RLR, RFV e RLV, foi necessário a utilização de fita condutora de carbono e vaporização com ouro.

#### **3.2.3 Caracterização Mineralógica**

A análise de DRX foi executada no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscópicos DEMET/UFOP, equipamento Shimadzu 6100 LAB X; operando a 40Kv e 30mA com radiação de  $Cu K\alpha$ ; de 2 a 70° ângulo  $2(\theta)$ ; passo de 0.02° e tempo de passo de 5 segundos. A análise e refinamento dos resultados foi executada utilizando software X'Pert High Score Plus Panalytical, utilizando banco de dados cristalográfico COD (Crystallography Open Database).

Para todas as amostras utilizou-se a Fluorita ( $CaF_2$ ), marca VETEC com 96% de pureza, 10% de adição em relação a massa de resíduo, como padrão interno. O padrão interno foi empregado para obter, pelo método de Rietveld, o teor de amorfo das amostras. As

amostras foram pesadas em balança com precisão decimal de quatro casas e homogeneizadas em almofariz de porcelana durante 2 minutos.

### **3.2.4 Caracterização Física**

As características físicas avaliadas nos resíduos foram distribuição granulométrica por meio de granulometria a laser, área superficial específica (BET) e densidade por picnometria a hélio.

A análise de distribuição granulométrica foi realizada no equipamento Bettersize modelo 2000, com o intuito de avaliar o tamanho das partículas dos resíduos pós beneficiamento, conhecendo sua importância na atividade pozolânica.

A área superficial específica foi realizada no Laboratório de Bio&Hidrometalurgia Departamento de Metalurgia/UFOP, equipamento NOVA 1200e Surface Area e Pore Size Analyser em atmosfera de N<sub>2</sub>. A densidade foi obtida utilizando equipamento de picnometria a gás hélio Quartchrome Instruments modelo Multipycnometer. A densidade das amostras foi utilizada para o cálculo da dosagem no ensaio da ABNT NBR 5751:1992, além dos resíduos RLR, RFV e RLV, o mesmo procedimento foi realizado na amostra de cal utilizada na terceira etapa.

### **3.3 Terceira Etapa: Atividade Pozolânica**

A metodologia adotada na avaliação da atividade pozolânica dos resíduos, RLR, RFV e RLV utilizou métodos diretos e indiretos. Os métodos indiretos adotados foram os métodos normativos ABNT NBR 5751:1992, NBR 5752:2014, análise de MEV com EDS nos corpos de prova provenientes da NBR 5752:2014 e o método da condutividade elétrica. Nos métodos diretos foram adotados a análise do consumo de hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>). Neste método foram empregadas análise por DRX refinada pelo método de Rietveld (1969) e análise térmica (TG/DSC), em pastas de cimento Portland.

Na Figura 3.5 segue esquema da metodologia empregada neste estágio.

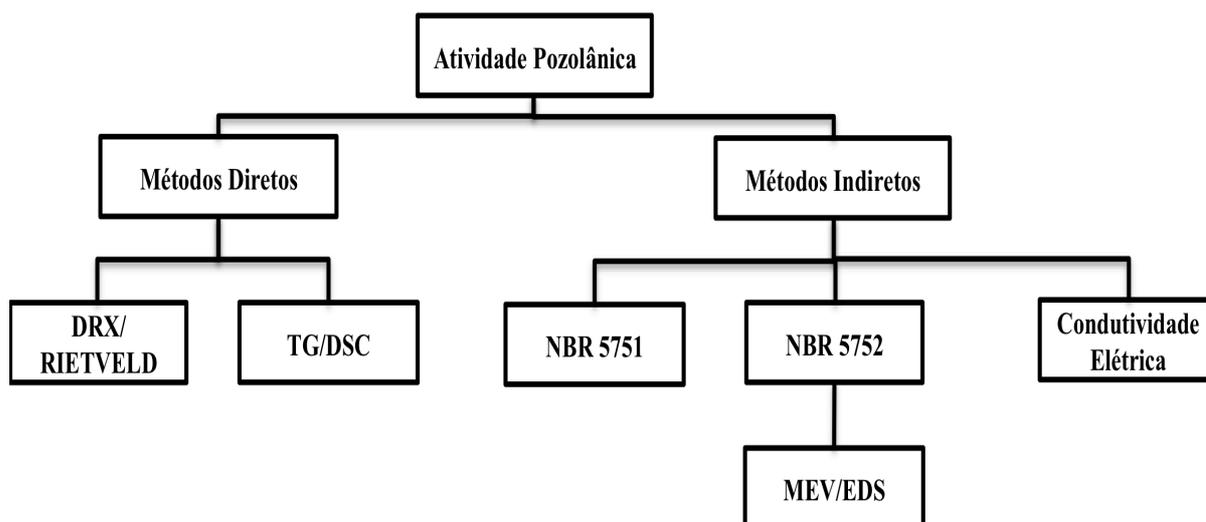


Figura 3.5: Organograma da Avaliação da Atividade Pozolânica (Fonte: Autor).

### 3.3.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland

O Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland foi baseado na adaptação da NBR 5752:2014. Os materiais utilizados foram o cimento Portland CP II-F-32 conforme NBR 11578:1991, areia normal (NBR 7214:1982), água potável da Universidade Federal de Ouro Preto e resíduos RLR, RFV e RLV.

As dosagens para as argamassas são apresentadas na Tabela 3.1, e diferem da norma utilizada devido à mudança na relação água/cimento, adotada para todas as argamassas. A argamassa de cimento sem adição de resíduo, admitida como controle, foi confeccionada com cimento Portland, areia normal e água. Enquanto as argamassas admitidas como PRLR, PRFV e PRLV correspondem às argamassas que tiveram 25% de sua massa de cimento Portland substituída por RLR, RFV e RLV, respectivamente.

Tabela 3.1: Dosagem das Argamassas NBR 5752:2014 (Fonte: Autor).

Argamassa	Resíduo (g)	Cimento (g)	Areia Normal* (g)	Água (g)	SP** (g)
Controle	0	624	1872	343,3	0
PRLR	156,1	468	1872	343,3	0
PRFV	156,1	468	1872	343,3	0
PRLV	156,1	468	1872	343,3	1

\* Quatro frações de 468 g da série normal.

\*\* Superplastificante

A normatização (NBR 5752:2014) prevê a correção do índice de consistência mantendo a quantidade de água e acrescentando aditivo superplastificante. Neste trabalho foi utilizado o superplastificante comercial MC-Powerflow 2141 (Bauchemie), conforme NBR EB-1763:1992, na dosagem mínima de 0.2% em relação à massa de cimento Portland, como especificada pelo fabricante.

A mistura dos materiais foi realizada em uma argamassadeira automática de bancada Forteste (VC 370), conforme NBR 7215:1996 em dois dias consecutivos com temperatura ambiente e umidade de 22°C e 68% no primeiro dia e 22°C e 66% no segundo. Imediatamente após o processo de mistura a argamassa foi levada para a mesa de consistência.

A ABNT NBR 7215:1996 em conjunto com a NBR 5752:2014, não estipulam um valor ideal para o índice de consistência das argamassas, somente que as argamassas com adição de resíduo, PRLR, PRFV e PRLV devem atingir um índice de consistência não inferior a 10mm, comparadas com a argamassa de controle, sendo valores superiores aceitáveis. O ensaio de consistência foi realizado conforme a ABNT NBR 7215, Figura 3.6.

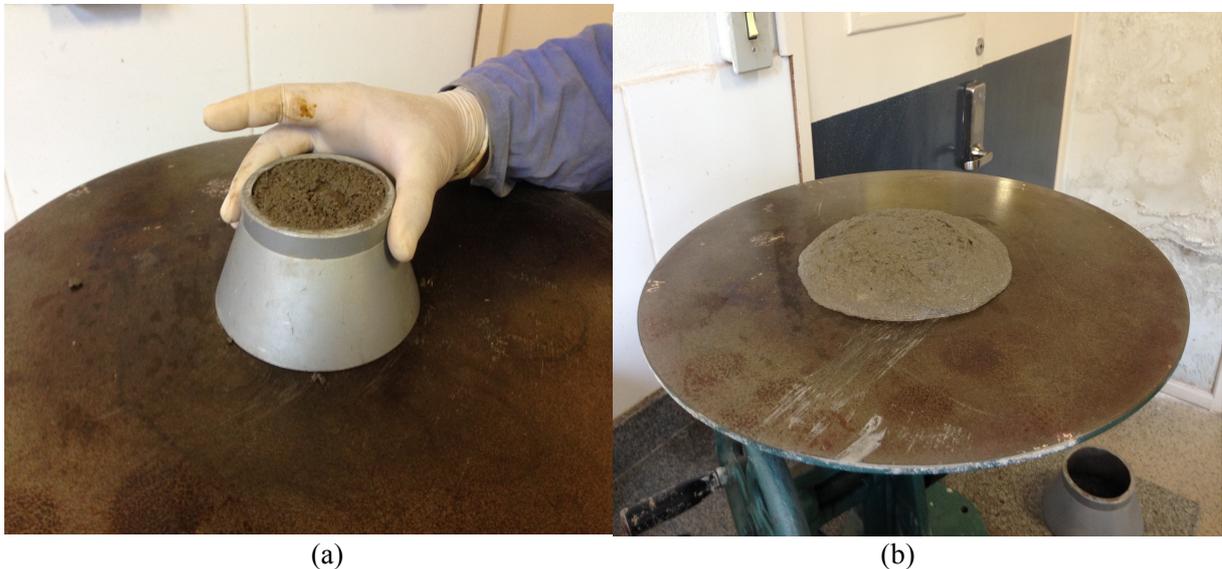


Figura 3.6: Índice de Consistência (a) Moldagem (b) Após 30 golpes (Fonte: Autor).

Foram moldados 6 corpos de prova, de cada referência, de 50 x 100mm e logo após a moldagem foram levados e mantidos dentro dos moldes por 24 horas em câmara úmida a temperatura de aproximadamente 40° C. Após o período de 24 horas, as amostras foram

desmoldadas e submetidas a cura em banho saturado de água e hidróxido de cálcio por 27 dias.

Os corpos de prova curados foram capeados com enxofre a quente, conforme Figura 3.7 a seguir, e para o ensaio de ruptura dos mesmos foi utilizada a prensa EMIC modelo DL 20000, célula de carga de 200 kN e velocidade de carregamento de 0,25 MPa/s (NBR 7215:1996).



Figura 3.7: Corpos de Prova (a) Sem Capeamento (b) Com Capeamento de Enxofre (Fonte: Autor).

O índice de atividade pozolânica foi determinado por meio da relação entre os valores obtidos para a resistência à compressão simples, conforme Equação 3.1, das argamassas produzidas com substituição parcial do cimento e a argamassa de controle, utilizando somente cimento Portland como aglomerante, conforme NBR 5752:2014.

$$I = \frac{F_{cB}}{F_{cA}} * 100 \quad (3.1)$$

Onde:

*F<sub>cB</sub>* = Resistência média aos 28 dias dos corpos de prova moldados com substituição parcial do cimento Portland.

*F<sub>cA</sub> = Resistência média aos 28 dias dos corpos de prova moldados apenas com cimento Portland.*

*I = Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias.*

### **3.3.1.1 Microestrutura dos Corpos de Prova**

Para avaliação dos produtos gerados na zona de transição, cimento/resíduos e o comportamento dos resíduos na matriz cimentícia, foi utilizado os corpos de prova do método da atividade pozolânica com cimento Portland (NBR 5752:2014), empregando o método de microscopia eletrônica de varredura (MEV) em associação com espectroscopia de energia dispersiva (EDS), equipamento VEGA 3 TESCAN, Laboratório de Microscopia Eletrônica Nanolab REDEMAT/UFOP.

Dos corpos-de-prova provenientes do ensaio de ruptura, PRLR, PRFV e PRLV, contendo RLR, RFV e RLV, respectivamente, foram retirados pedaços representativos evitando as partes próximas à superfície, devido à carbonatação. Foram utilizadas uma amostra de cada referência com idade de 110 dias de cura

### **3.3.2 Índice de Atividade Pozolânica com Cal**

O Índice de Atividade Pozolânica com a Cal foi determinado conforme a NBR 5751:1992. Os materiais utilizados foram a cal (hidróxido de cálcio), areia normal (NBR 7214:1982), água potável da Universidade Federal de Ouro Preto e resíduos RLR, RFV e RLV. Neste método o índice de atividade pozolânica é obtido diretamente dos resultados do ensaio de compressão simples após 7 dias.

As dosagens utilizadas nas argamassas de cal estão apresentadas na Tabela 3.2 a seguir. As argamassas de cal CRLR, CRFV e CRLV correspondem às argamassas com adição de RLR, RFV e RLV respectivamente.

Tabela 3.2: Dosagem dos Materiais NBR 5751:1992 (Fonte:Autor).

<b>Argamassa</b>	<b>Resíduo (g)</b>	<b>Cal (g)</b>	<b>Areia Normal* (g)</b>	<b>Água (g)</b>	<b>A/Ag**</b>
CRLR	253	104	936	258	0,72
CRFV	161	104	936	249	0,94
CRLV	244	104	936	278	0,80

\* Quatro frações de 234 g da serie normal.  
\*\* Relação água/aglomerante.

A quantidade de resíduo RLR, RFV e RLV foi determinada através da Equação 3.2 a seguir. O material avaliado corresponde ao dobro do volume de cal, de acordo com a NBR 5751:1992.

$$Q_m = 2 \cdot \frac{\delta_{poz}}{\delta_{cal}} \cdot 104 \text{ g} \quad (3.2)$$

Onde:

$Q_m$  = Quantidade de material à ser utilizado no ensaio.

$\delta_{poz}$  : Massa específica do material pozolânico.

$\delta_{cal}$  : Massa específica da cal.

104g: Referente a quantidade de hidróxido de cálcio.

A mistura dos materiais foi realizada em uma argamassadeira automática de bancada Forteste (VC 370), conforme NBR 7215:1996 em dias consecutivos. Imediatamente após o processo de mistura a argamassa foi levada para a mesa de consistência. Conforme NBR 5751:1992 fica definida a quantidade de água como a necessária para atingir o valor de índice de consistência de 225mm.

Foram moldados 3 corpos de prova, de 50 x 100mm e logo após a moldagem foram levados e mantidos dentro dos moldes por 7 dias em câmara úmida a temperatura de aproximadamente 40°C. Os moldes foram mantidos cobertos de modo a diminuir o contato com o ambiente externo.

Os corpos de prova curados foram capeados com enxofre a quente conforme Figura 3.8. Foi utilizada a prensa EMIC modelo DL 20000, célula de carga de 200kN e velocidade de carregamento de 0,25MPa/s (NBR 7215:1996).



Figura 3.8: Corpos de Prova (a) Sem Capeamento (b) Com Capeamento de Enxofre (Fonte: Autor).

### 3.3.3 Condutividade Elétrica

A atividade pozolânica das amostras de RLR, RFV e RLV, foi avaliada utilizando o método proposto por Luxán (1989). O método relaciona a reatividade do material com a variação da condutividade elétrica.

Foi utilizada 200ml de uma solução saturada de água destilada com hidróxido de cálcio (Hidróxido de Cálcio PA), constantemente agitada com um misturador magnético e aquecida até 40°C. Após atingida a temperatura e estabilizados os valores da condutividade elétrica, foram adicionadas 5g da amostra de RLR, RFV e RLV, separadamente, e analisada a variação na condutividade no intervalo de tempo de 120 segundos. Foram utilizados pegametro Hannah (HI2550) com condutímetro acoplado e frasco Becker de 200ml conforme Figura 3.9.



Figura 3.9: Equipamentos Adotados no Ensaio de Condutividade Elétrica (Fonte: Autor).

As amostras de RLR, RFV e RLV utilizadas no ensaio foram beneficiadas segundo procedimento previamente citado, não exigindo tratamentos adicionais. A classificação das pozolanas obedece a Tabela 2.11 (Capítulo 2), baseada nos valores de variação da condutividade elétrica.

### 3.3.4 Avaliação do Consumo de Hidróxido de Cálcio em Pasta de Cimento

Para avaliação direta da reatividade dos RLR, RFV e RLV, foram confeccionadas pastas de cimento Portland. As pastas foram utilizadas nas análises térmicas (TG/DSC) e de DRX quantitativa. Os materiais utilizados foram cimento tipo CP II-F-32, água potável da Universidade Federal de Ouro Preto e RLR, RFV e RLV, dosagens apresentadas na Tabela 3.3 a seguir.

Tabela 3.3: Dosagem dos Materiais para Pasta de Cimento Portland (Fonte: Autor).

Pasta	Resíduo (g)	Cimento (g)	Água (g)
Controle	0	100	35
PCRLR	25	75	35
PCRFV	25	75	35
PCRLV	25	75	35

O fator de substituição do cimento Portland por resíduo em 25% em massa foi mantido, conforme visto na NBR 5752:2014. Adotou-se uma relação aglomerante/água de 0.35 de referência. Foram moldadas 8 pastas de cimento, sendo essas admitidas como

controle, PCRLR, PCRFBV e PCRLV, correspondentes a pasta de cimento sem adição de resíduos, com RLR, RFV e RLV, respectivamente.

A mistura das pastas de cimento foi realizada manualmente. Inicialmente, os resíduos RLR, RFV e RLV foram homogeneizados com o cimento Portland em recipiente fechado, por 2 minutos. Após a mistura, a água de amassamento foi adicionada e a pasta foi misturada manualmente por 5 minutos. Após o preparo, as amostras foram depositadas em recipientes de plástico, embaladas, lacradas, de modo a evitar a carbonatação, e classificadas conforme Figura 3.10 a seguir.



(a)

(b)

Figura 3.10: Pastas de Cimento Portland (a) Recipiente (b) Recipiente Lacrado (Fonte: Autor).

Finalizada a etapa de preparação das pastas, as amostras foram lacradas e acondicionadas em câmara úmida a 40° C, por 28 e 56 dias de cura. Após o período de hidratação das pastas, conforme Figura 3.11, foram manualmente moídas individualmente, e passados na peneira de número 150 mesh. Não foram aplicados procedimentos de interrupção da hidratação das amostras, sendo assim, todos os ensaios, DRX e TG/DSC, realizados no exato dia de cura.



Figura 3.11: Pasta de Cimento Portland após a Cura e Desmoldagem (Fonte: Autor).

### 3.3.4.1 Análise Térmica

O desempenho dos RLR, RFV e RLV em relação a sua atividade pozolânica foi avaliado baseado no teor de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) remanescente na pasta de cimento hidratada, medido, utilizando a análise térmica simultânea, termogravimétrica (TG) e calorimetria de varredura diferencial (DSC). O ensaio foi realizado no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscópicos DEMET/UFOP, equipamento STARe System Metler Toledo, com um intervalo de 25 a 1000°C, passo de  $10^\circ\text{C}/\text{min}^{-1}$  e atmosfera inerte de gás  $\text{N}_2$  ( $25\text{ml min}^{-1}$ ).

### 3.3.4.2 Análise Quantitativa por Difração de Raios X

A atividade Pozolânica foi avaliada baseando-se no teor de portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) e calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) presente na pasta de cimento com substituição de cimento Portland por RLR, RFV e RLV, comparados aos valores obtidos para a pasta de cimento de controle, sem substituição do cimento Portland.

Utilizando a análise quantitativa de DRX, foram estudadas as influências do emprego do RLR, RFV e RLV nos processos de hidratação do cimento Portland. Avaliando os teores para os compostos referentes ao clínquer de cimento Portland anidro.

A análise foi realizada no Laboratório de Difração de Raios X FÍSICA/UFOP, equipamento Panalytical X'Pert, operando a 40Kv e 30Ma com radiação  $\text{Cu K}\alpha$ ; varredura de

8 a  $80^\circ$  ( ângulo  $2\theta$ ); passo de  $0.01^\circ$  e 2 segundos por passo. Para análise e refinamento dos resultados foi utilizado software X'Pert High Score Plus Panalytical, utilizando o banco de dados COD (Crystallography Open Database).

As amostras preparadas para a análise de DRX passaram por processo diferente da análise térmica (TG/DSC). Após as amostras serem moídas foi adicionado 10% em massa de Fluorita ( $\text{CaF}_2$ ), marca VETEC com 96% de pureza, como padrão interno em cada amostra. As mesmas foram pesadas em balança de precisão de quatro casas decimais e homogeneizadas em almofariz de porcelana por 2 minutos.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Caracterização dos Resíduos

Nos itens a seguir serão apresentados e discutidos os resultados obtidos da caracterização do resíduo de lâ de rocha (RLR), resíduo de fibra de vidro (RFV), resíduo de lâ de vidro (RLV) e demais materiais utilizados.

#### 4.1.1 Análise Química

Os principais elementos químicos das amostras de RLR, RFV e RLV foram obtidos a partir da análise por fluorescência de raios X e estão apresentados na Tabela 4.1. A análise apresentou para o RLR, altos teores de Si, teores médios de Ca e Fe, baixos teores de S e Ti e traços de K, Mn e Cr, que foram considerados em outros. Enquanto que, para o RFV a análise apresentou altos teores de Si e Al, médios teores de Ca, baixos teores de S e Fe e traços de K e Cr, que foram considerados em outros. Finalmente, o RLV apresentou altos teores de Si, médios teores de Al, Ca e Fe, baixos teores de S e Ti e traços de K e Mn que foram considerados em outros.

Tabela 4.1: Resultados da Análise de FRX (Fonte: Autor).

Óxido	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	SO <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	Outros*
RLR	53,5	-	22,5	1,6	17,1	2,9	2,3
RFV	42,0	32,2	19,2	2,3	2,2	-	2,1
RLV	43,7	17,6	19,7	1,3	12,0	2,6	2,9

\*Elementos com resultados inferiores a 1%.

O teor médio encontrado de óxido de cálcio identificado nas amostras de RLR, RFV e RLV, pode se tornar um problema ao cimento Portland. Segundo Mehta&Monteiro (2014), se encontrado na forma de óxido de cálcio cristalino e em quantidades expressivas, o composto, quando hidratado, passa por um processo de expansão. A sua expansão pode provocar fenômenos de fissuramento na matriz de cimento Portland.

Comparando os valores obtidos da análise por FRX com os resultados apresentados para os materiais comerciais, apresentados no Capítulo 2, Tabela 2.1, Tabela 2.3 e Tabela 2.4, é possível avaliar certas diferenças (Tabela 4.2). Para o RLR as diferenças apresentam-se na ausência de teores de Al, Mg e Na no resíduo, e no aumento considerável nos teores de Fe e Ca apresentados. O RFV apresenta uma grande diferença para os teores de Al, a detecção de teores de Fe e a ausência de teores de Na, B e Mg. Enquanto que, para o RLV, considerando a margem relativamente alta apresentada na Tabela 2.4, destaca-se a presença de altos teores de Fe e a ausência de Na e Mg. A presença de altos teores de Fe em todas as amostras, exceto na RFV, sugere uma contaminação devido ao ambiente que estes materiais foram expostos no complexo industrial.

Tabela 4.2: Composição Química dos Resíduos e Materiais Comerciais (Fonte: Autor; NAVY Environmental Health Center, 1997; Neto, 2006; Alves, 2008).

Óxido	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	SO <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	MgO (%)	Outros*
RLR	53,5	-	22,5	1,6	17,1	2,9	-	2,3
RFV	42,0	32,2	19,2	2,3	2,2	-	-	2,1
RLV	43,7	17,6	19,7	1,3	12,0	2,6	-	2,9
Lã de Rocha	45,0 - 52,0	8,0 - 13,5	10,0-12,0	-	5,5 - 6,5	1,5 - 2,7	8,0 - 15,0	0,8 - 3,3
Fibra de Vidro	55,2 - 60,0	4,0 - 25,0	14,0-18,7	-	-	-	3,0 - 10,0	7,0 - 8,0
Lã de Vidro	34,0 - 70,0	2,9 - 14,5	6,0 - 22,0	-	0,3 - 4,0	0,1 - 0,8	3,0 - 5,5	12,0 - 15,4

Os teores de Si e Ca apresentados pelas análises para o RLR apresentam-se de acordo com os resultados obtidos por Lin *et al* (2013), quando comparada a lã de rocha comercial, se torna evidente a ausência de óxidos de alumínio. A análise química do RLV apresenta valores de acordo com os resultados apresentados por Evangelista *et al* (2012).

Segundo Nita (2006), o metacaulim e a sílica ativa, pozolanas de alta reatividade, apresentam em sua composição altos teores de sílica e alumina. O metacaulim é composto de 40% de alumina, 52% de sílica e algumas impurezas, enquanto que a sílica ativa é composta por 78% de sílica. Comparando o metacaulim com o RLR, RFV e RLV, é possível notar que os três possuem teores próximos de sílica. Somente o RFV apresenta teores próximos de alumínio. A quantidade de sílica, conforme citado por Massazza (1993) está diretamente relacionada a quantidade de hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>) que pode ser combinada pela pozolana.

#### 4.1.2 Análise Térmica

As curvas de TG/DTG e DSC do RLR são apresentadas na Figura 4.1 a seguir. A amostra de RLR apresentou uma perda de massa total de 1,7%. A perda de massa acompanhada do pico endotérmico referente ao intervalo de temperatura até 105°C, pode estar relacionada à perda de massa de água livre e adsorvida no resíduo.

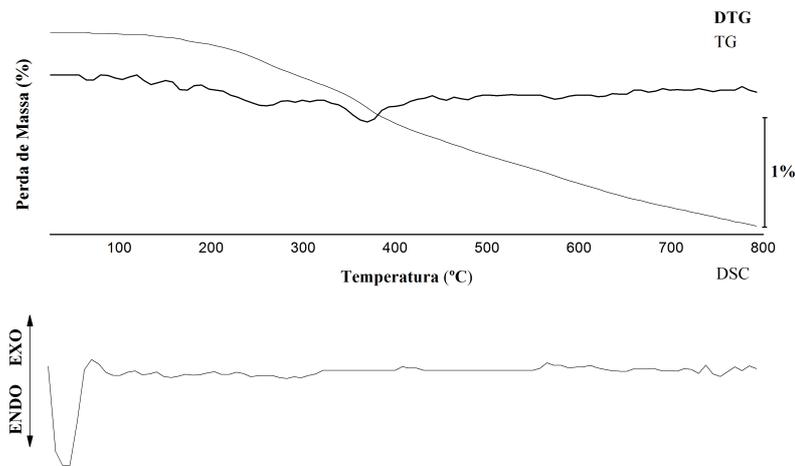


Figura 4.1: Análise Térmica Simultânea TG/DSC do RLR (Fonte: Autor).

As curvas de TG/DTG e DSC do RFV são apresentadas na Figura 4.2 a seguir. A amostra de RFV apresentou uma perda de massa total de 42,2%. O primeiro intervalo de perda de massa ocorre até 105°C e pode estar associada a perda de água livre. O segundo intervalo de 200 e 300°C, pode ser devido a um processo de desidratação. E a perda de massa principal apresenta-se na faixa entre 300 e 450°C e é acompanhada por um pico endotérmico. Segundo López *et al* (2012), este intervalo está relacionado a um processo que ocorre em resinas de poliéster à base de ácido isoftálico, onde ocorre uma cisão nos ligamentos cruzados e a formação de estireno.

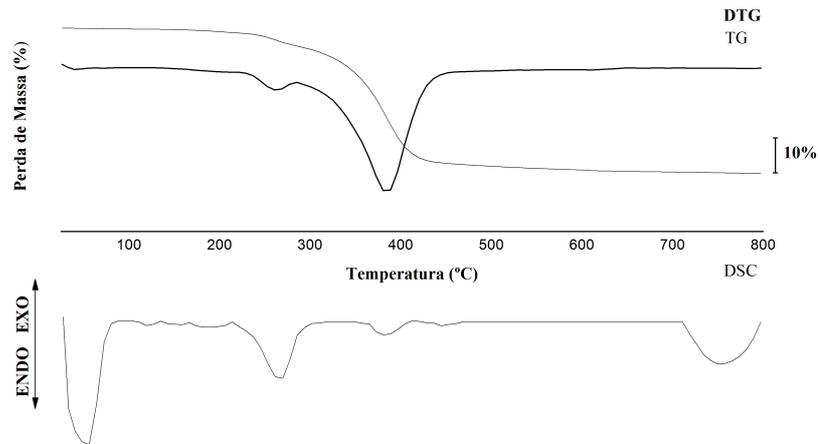


Figura 4.2: Análise Térmica Simultânea TG/DSC do RFV (Fonte: Autor).

As curvas de TG/DTG e DSC do RLV são apresentadas na Figura 4.3 a seguir. A amostra de RLV apresentou uma perda de massa total de 5,3%. A perda de massa referente ao intervalo de temperatura até 105°C, assim como para o RLR, pode estar associado à perda de água livre ou adsorvida no resíduo. E assim como para o RFV, no intervalo de 200 a 300°C sugere um processo de desidratação.

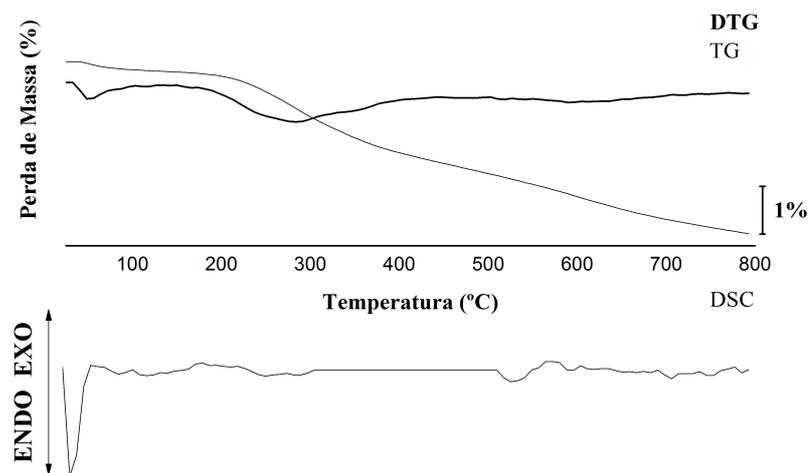


Figura 4.3: Análise Térmica Simultânea TG/DSC do RLV (Fonte: Autor).

Todas as amostras, RLR, RFV e RLV, apresentaram picos endotérmicos acompanhados de perda mínimas de massa no intervalo de 25 a 100°C. Além de estarem

relacionadas à possível perda de água livre, neste intervalo podem ocorrer perdas de massa relacionadas a decomposição de impurezas orgânicas.

Os intervalos de temperatura apresentados na Tabela 4.3 foram escolhidos baseado nos intervalos de temperatura onde ocorrem as perdas de massa relacionadas ao CH e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) do cimento Portland hidratado. Os valores apresentados na Tabela 4.3 a seguir serão adotados como referência para os cálculos de quantidade de CH e  $\text{CC}_3$  nas análises térmicas TG/DSC realizadas nas pastas de cimento Portland. O intervalo de 0 a  $100^\circ\text{C}$  é referente a perda de água livre, 400 a  $460^\circ\text{C}$  referente ao CH e entre 600 e  $700^\circ\text{C}$  referente ao  $\text{CC}_3$ .

Tabela 4.3: Perda de Massa dos RLR, RFV e RLV por TG (Fonte: Autor).

<b>Intervalo (<math>^\circ\text{C}</math>)</b>	<b>RLR (%)</b>	<b>RFV (%)</b>	<b>RLV (%)</b>
0 - 100	0,015	0,25	0,20
400 - 460	0,16	4,7	0,20
600 - 700	0,21	0,57	0,54

Os resultados apresentados de perda de massa para os RLR e RLV, comparados ao RFV, apresentaram valores bem inferiores. Este resultado condiz com a diferença de emprego dos materiais, RLR e RLV são utilizados nesta indústria como materiais de isolamento térmico, o que explica a baixa perda de massa a altas temperaturas, enquanto que, o RFV é utilizado como material de proteção mecânica e química.

#### 4.1.3 Análise por Espectroscopia Vibracional

A análise por espectroscopia vibracional, utilizando Raman e Infravermelho, foi empregada de forma a elucidar o grau de amorficidade dos silicatos nas amostras de RLR, RFV e RLV.

A Figura 4.4 a seguir apresenta a análise na região de estiramento da ligação Si-O do RLR, onde pode ser observado uma maior intensidade das bandas de oxigênio não ligadas, banda  $Q^1$ .

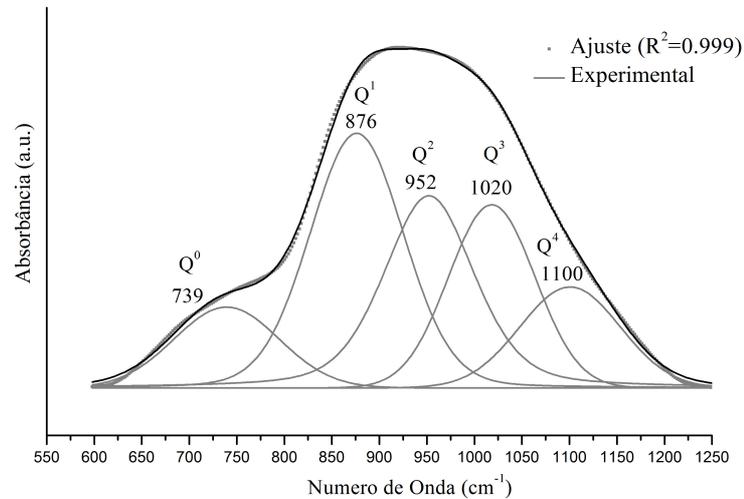


Figura 4.4: RLR Espectroscopia Vibracional Silicatos (Fonte: Autor).

Além dos silicatos, foi averiguado a presença de muitas partículas de ferro aderidas às superfícies das fibras. A Figura 4.5 apresenta o espectro de uma dessas partículas de óxido de ferro, que foi identificada como hematita (JUBB, 2010).

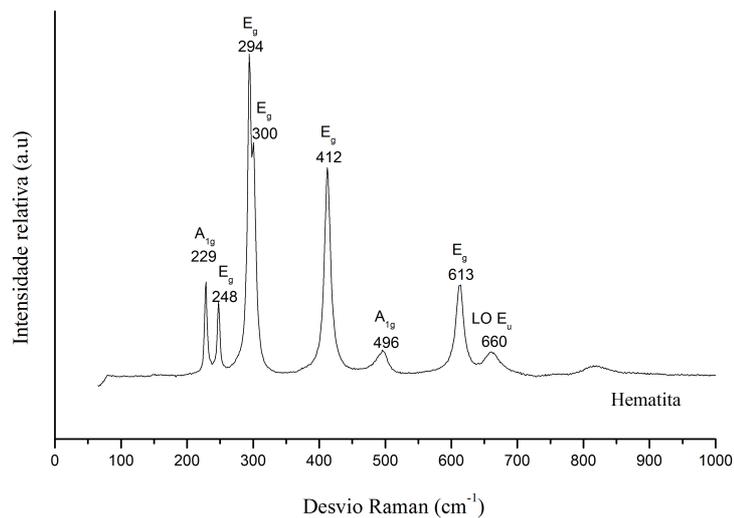


Figura 4.5: RLR Espectroscopia Vibracional Partícula de Ferro (Fonte: Autor).

Na Figura 4.6 a seguir é apresentada a análise na região de estiramento da ligação Si-O do RFV, onde pode ser observado uma maior intensidade das bandas de oxigênio ligadas, banda  $Q^3$ , o que indica menos defeitos nos tetraedros de  $SiO_4$ .

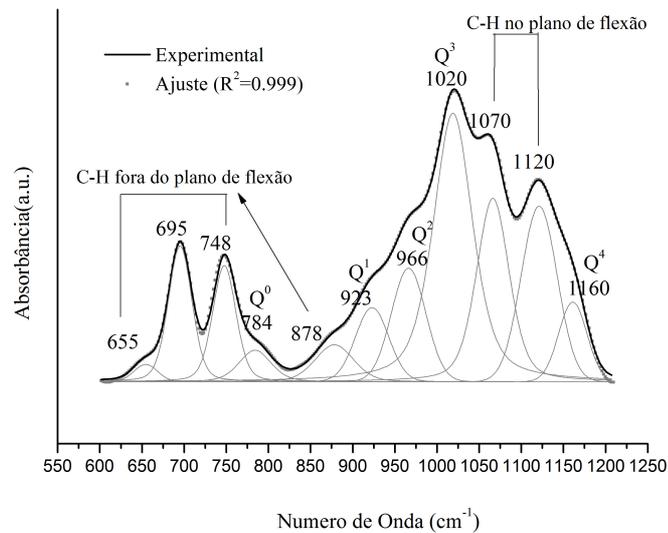


Figura 4.6: RFV Espectroscopia Vibracional Silicatos (Fonte: Autor).

Na análise da amostra de RFV, Figura 4.7, foi notado a presença de um material particulado com um composto orgânico presente em toda a superfície, fato que dificultou a análise da amostra. Assim como encontrado pela análise térmica do RFV, este composto orgânico pode ser devido à matriz de resina da amostra, um poliéster insaturado (OMRI *et al*, 2015; SKRIVARS *et al*, 2004).

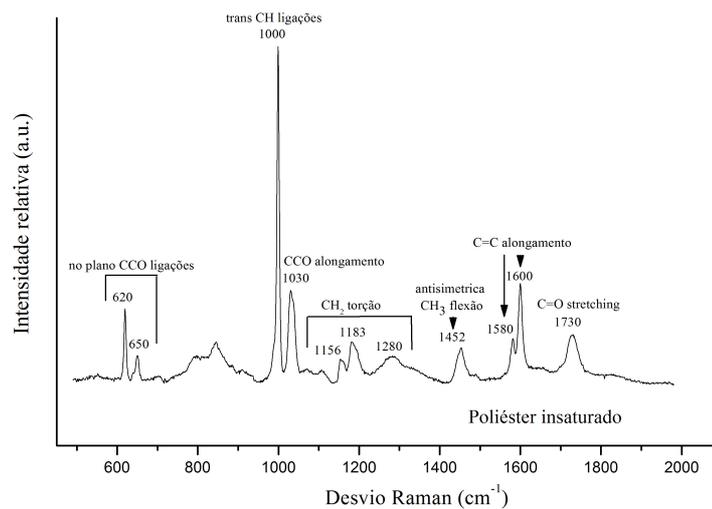


Figura 4.7: RFV Espectroscopia Vibracional Composto Orgânico (Fonte: Autor).

Na Figura 4.8 a seguir é apresentada a análise na região de estiramento da ligação Si-O do RLV, onde pode ser observado uma maior intensidade das bandas de oxigênio não ligadas, banda  $Q^1$ , assim como encontrado para o RLR.

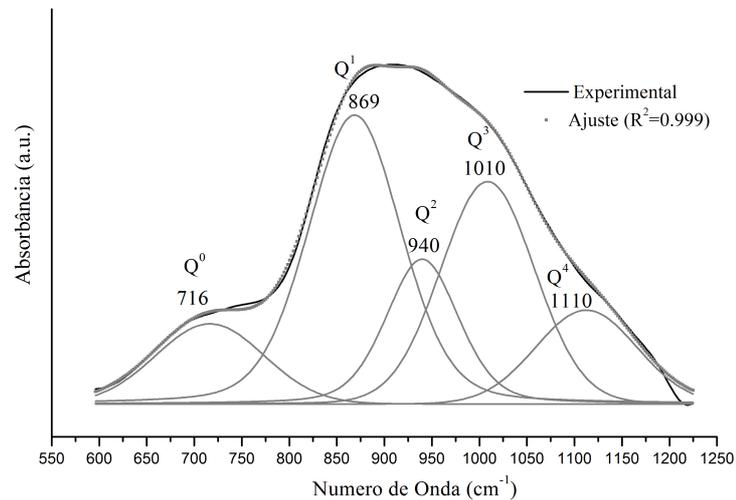


Figura 4.8: RLV Espectroscopia Vibracional Silicatos (Fonte: Autor).

A análise por espectroscopia vibracional dos compostos silicatos foi baseada na análise da presença de bandas de oxigênio que não formam pontes de ligação com outros tetraedros de  $SiO_4$  ( $O^-$ ) (KALAMPOUNIAS, 2011; HEHLEN, 2015). A banda correspondente aos silicatos pode ser decomposta em 5 bandas que correspondem às vibrações dos tetraedros de  $SiO_4$  com quatro ( $Q^0$ ), três ( $Q^1$ ), dois ( $Q^2$ ) e um ( $Q^3$ ) oxigênios não ligados e com quatro ( $Q^4$ ) oxigênios ligados (TSUNAWAKI *et al*, 1981).

Para o RFV a banda que apresenta maior intensidade é a  $Q^3$ , o que indica menos defeitos na amostra. Em termos de disponibilidade de oxigênios não ligados para reagir com os cátions de  $Ca^{2+}$ , as amostras RLR e RLV apresentaram resultados melhores do que as amostras de RFV. O que sugere melhores resultados quanto a atividade pozolânica para os RLR e RLV do que o RFV.

Os silicatos amorfos apresentam uma estrutura aberta, com disponibilidade de ligações, que permitem a acomodação de modificadores, como o  $Ca^{2+}$ . Logo os RLR e RLV apresentam silicatos com estrutura mais amorfas que os apresentados para o RFV.

#### 4.1.4 Análise Morfológica

A morfologia das partículas do RLR, RFV e RLV após o beneficiamento foi analisada pelo emprego da microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A micrografia do RLR é apresentada na Figura 4.9 a seguir. Através da micrografia apresentada é possível observar o formato predominantemente cilíndrico das partículas, de diferentes tamanhos e espessuras e algumas partículas irregulares. Os diferentes tons de cinza apresentados pelas imagens de elétrons retroespalhados, sugerem a presença de diferentes fases.

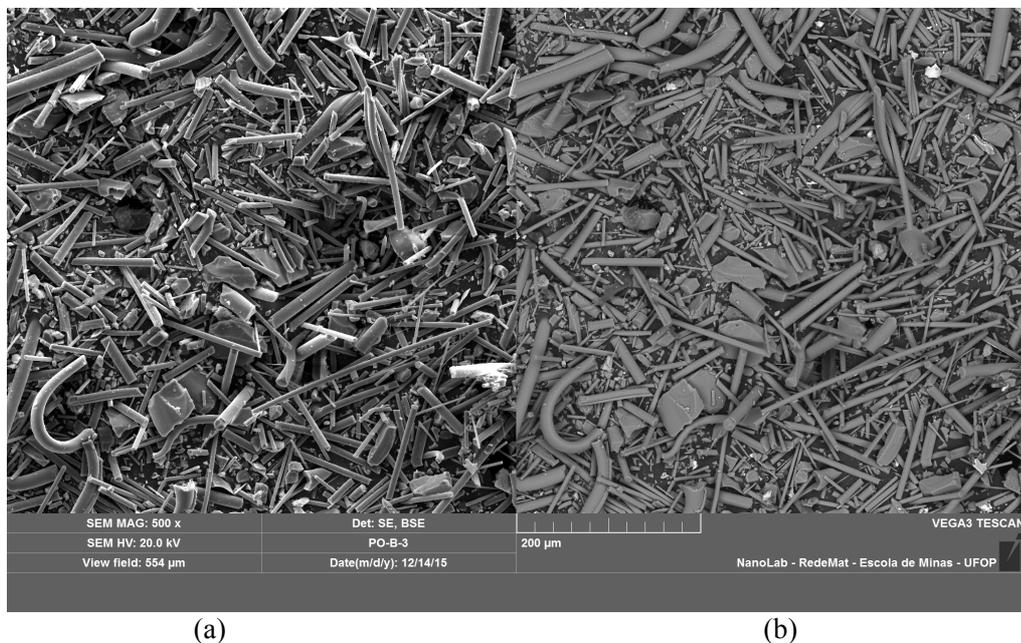
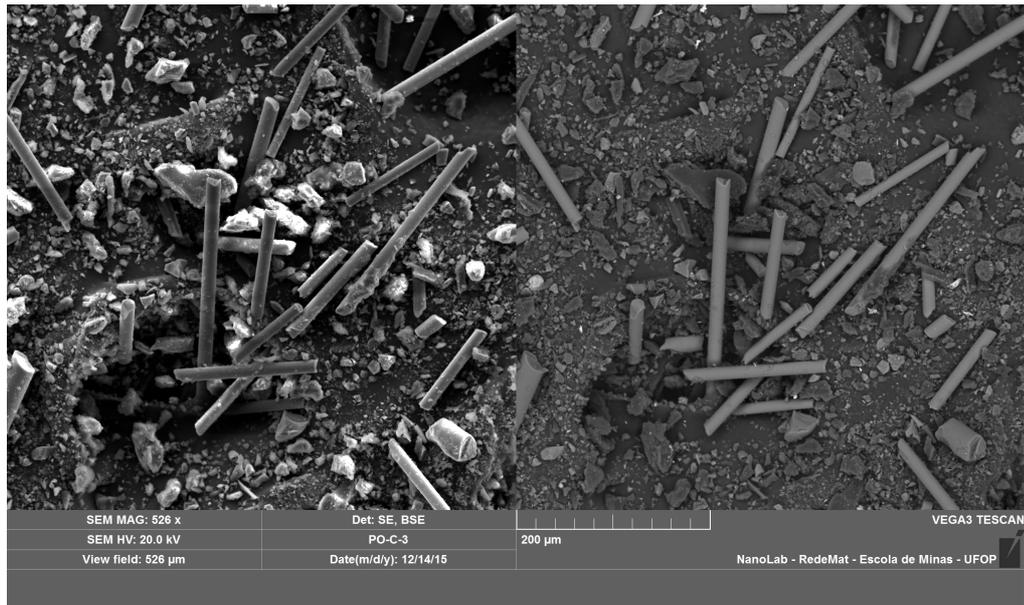


Figura 4.9: MEV do RLR (a) Elétrons Secundários SE (b) Retroespalhados BSE 500X (Fonte: Autor).

A micrografia do RFV é apresentada na Figura 4.10 a seguir. Por meio da micrografia é possível verificar que as formas predominantes no RFV, após o beneficiamento, é a forma cilíndrica com algumas partículas com formas irregulares.

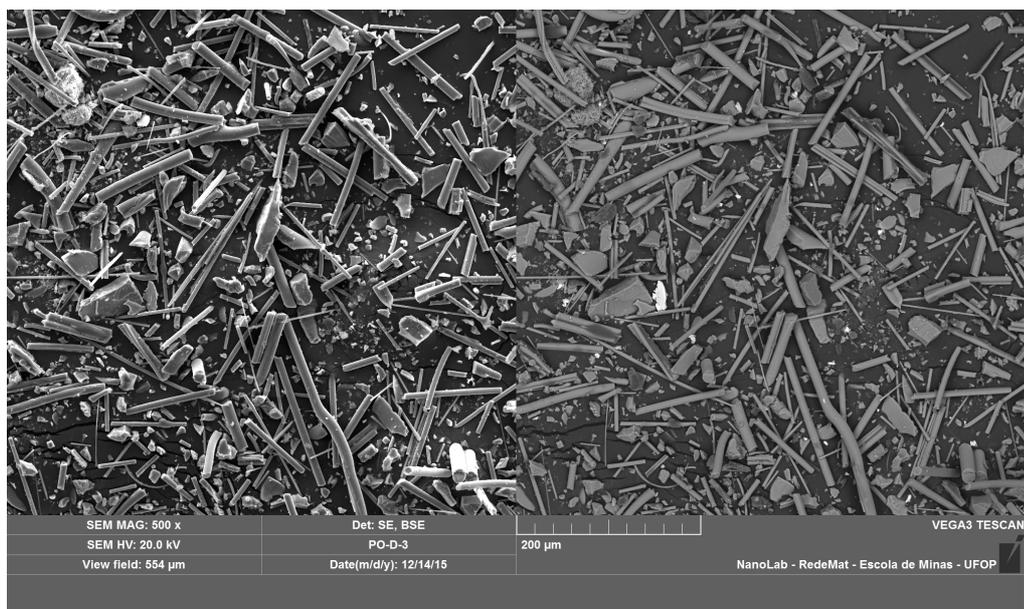


(a)

(b)

Figura 4.10: MEV do RLV (a) Elétron Secundários SE (b) Retroespalhados BSE 500X (Fonte: Autor).

A micrografia do RLV é apresentada na Figura 4.11 a seguir. Por meio da micrografia é possível verificar que as formas predominantes no RLV pós beneficiamento é a forma cilíndrica, com diferentes tamanhos e espessuras, e algumas partículas com formas irregulares e angulosas. Utilizando análise por BSE algumas partículas apresentam diferença de contraste, relacionado a diferentes fases na amostra.



(a)

(b)

Figura 4.11: MEV do RLV (a) Elétrons Secundários SE (b) Retroespalhados BSE do 500x (Fonte: Autor).

Utilizando as micrografias apresentadas anteriormente, é possível notar, visivelmente, que o RFV comparado ao RLR e RLV apresenta um volume menor de partículas com formato cilíndrico e um volume maior de partículas com formato irregular.

As amostras, RLR, RFV e RLV, apesar do processo de moagem mantiveram o formato predominantemente de fibra de suas partículas. As partículas com tonalidades mais claras encontradas pela análise BSE possivelmente estão relacionadas aos teores de óxido de ferro encontrados na análise por FRX, condizente, as micrografias apresentam mais contraste para o RLR e RLV do que RFV.

#### 4.1.4.1 Espectroscopia de Energia Dispersiva

Associado a análise de MEV foi utilizado a análise química pontual por EDS do RLR, RFV e RLV como apresentado na Figura 4.12, Figura 4.13 e Figura 4.14. Nas figuras seguem demarcadas as regiões adotadas para a análise pontual por EDS.

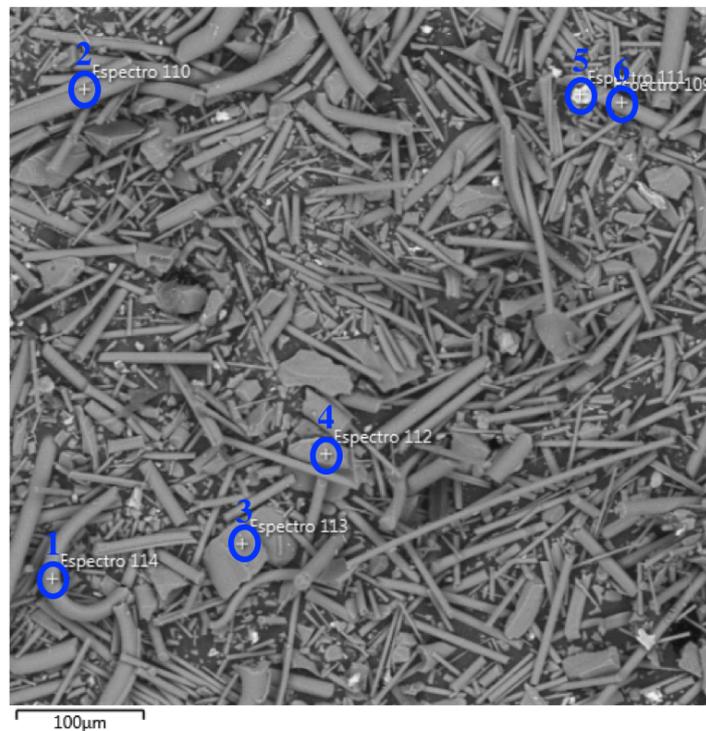


Figura 4.12: Análise Química Pontual do RLR por MEV/EDS (Fonte: Autor).

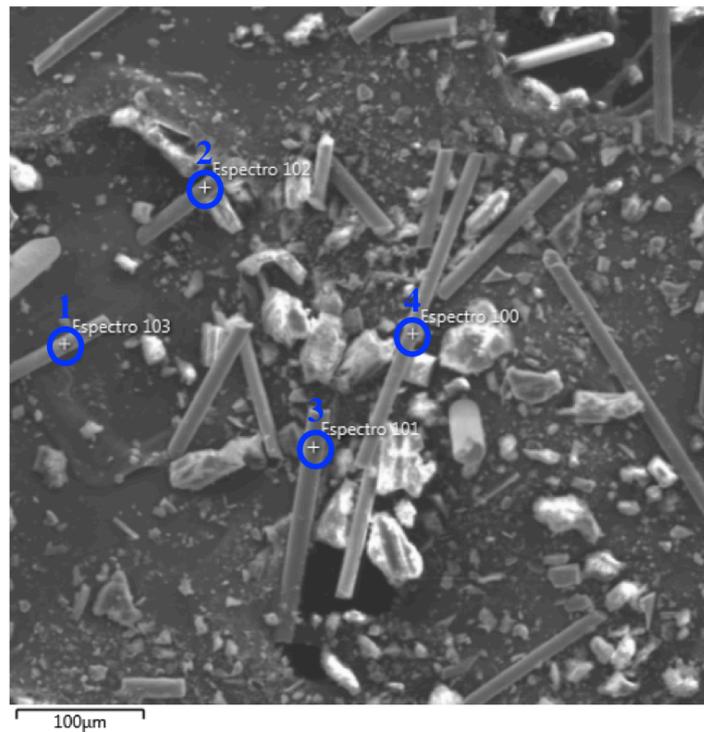


Figura 4.13: Análise Química Pontual do RFV por MEV/EDS (Fonte: Autor).

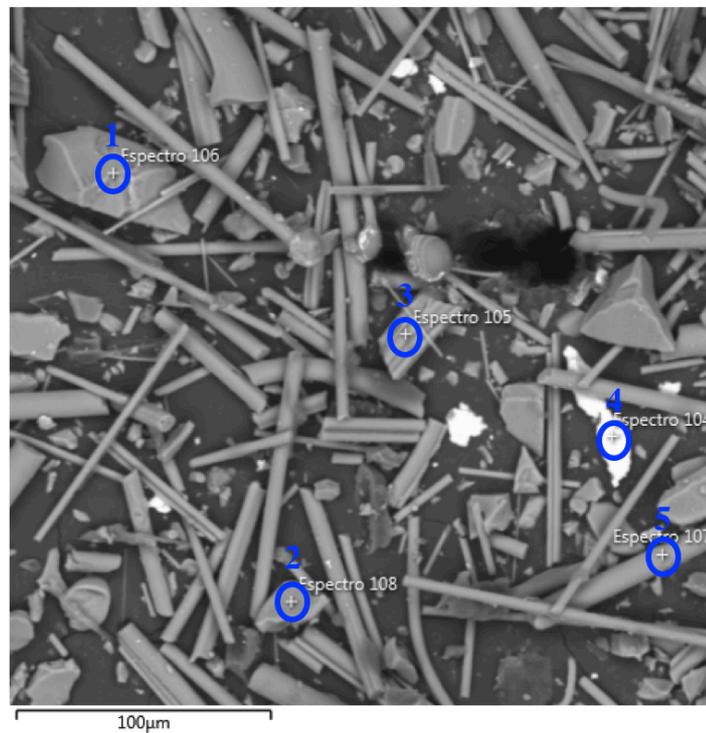


Figura 4.14: Análise Química Pontual do RLV por MEV/EDS (Fonte: Autor).

O resumo da análise química das regiões observadas para o RLR, RFV e RLV é apresentado na Tabela 4.4, Tabela 4.5 e Tabela 4.6, respectivamente. A análise química do

RLR, conforme apresentado na Tabela 4.4, para as regiões 1, 2, 3, 4 e 6, apresentou altos teores de silício e cálcio. Nota-se que apesar de não ter sido detectado pela FRX a análise por EDS apresentou valores baixos para alumínio. Para região mais clara, região 5, apresentada na micrografia, as partículas apresentaram altos teores de ferro e cromo.

Tabela 4.4: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.12 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do RLR (Fonte:Autor).

<b>Composto (%)</b>	<b>Região 1</b>	<b>Região 2</b>	<b>Região 3</b>	<b>Região 4</b>	<b>Região 5</b>	<b>Região 6</b>
Si	23,2	16,1	24,3	18,6	1,4	23,5
Ca	10,9	20,0	11,6	8,5	0,6	18,9
Fe	4,3	15,2	5,9	6,4	68,9	5,2
Na	4,0	1,5	4,3	5,2	-	4,1
Al	3,2	3,2	3,2	5,2	-	3,0
Mg	2,7	4,0	2,2	6,5	-	2,7
Ti	1,0	3,0	1,2	1,3	-	1,1
K	0,6	1,2	0,8	0,6	-	0,7
Cr	-	-	-	-	17,4	-
Mn	-	-	-	-	1,7	-
Ni	-	-	-	-	7,8	-

A análise química do RFV, conforme apresentado na Tabela 4.5, para todas as regiões adotadas, apresentou altos teores de silício e cálcio, em acordo com o resultado obtido pela FRX.

Tabela 4.5: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.13 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do RFV (Fonte:Autor).

<b>Composto (%)</b>	<b>Região 1</b>	<b>Região 2</b>	<b>Região 3</b>	<b>Região 4</b>
Si	14,2	16,8	21,3	21
Ca	17,1	9,7	12,2	13,3
Fe	-	-	-	-
Na	0,5	0,4	0,3	0,3
Al	7,3	5,4	6,9	6,5
Mg	0,2	0,2	-	0,4

As análises químicas do RLV, conforme apresentado na Tabela 4.6, para as regiões 1, 2, 3 e 5 apresentaram altos teores de silício e cálcio, baixos de ferro e alumínio. Assim como para o RLR, a região mais clara, região 4, apresentada na micrografia, as partículas apresentam altos teores de ferro e cromo.

Tabela 4.6: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.14 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do RLV (Fonte:Autor).

Composto (%)	Região 1	Região 2	Região 3	Região 4	Região 5
Si	16,3	9,4	18,3	1,0	21,3
Ca	10,9	31,6	13,7	0,4	15,8
Fe	3,2	13,4	4,2	64,5	5,1
Na	1,1	0,3	1,2	-	1,1
Al	5,9	2,7	6,5	-	7,3
Mg	3,6	1,1	4,1	-	4,4
Ti	0,7	2,1	1,0	-	1,0
K	0,8	1,8	0,9	-	1,1
Cr	-	-	-	16,5	-
Mn	-	-	-	1,5	-
Ni	-	-	-	7,3	-

Utilizando os dados obtidos pela análise por MEV associado ao EDS e a espectroscopia vibracional, a hipótese obtida pela FRX de que o RLR e RLV apresentaram teores elevados de óxido de ferro, devido à uma contaminação, se torna mais consistente.

#### 4.1.5 Análise Mineralógica

A Figura 4.15 a seguir apresenta o difratograma de raios X obtido para a amostra de RLR, com 10% de adição de Fluorita como padrão interno. Na amostra de RLR foram identificadas a hematita-proto, óxido de cálcio e a fluorita. A hematita presente é concordante com as demais análises, FRX, espectroscopia vibracional e MEV/EDS, sendo possivelmente proveniente de uma contaminação do material na indústria de mineração.

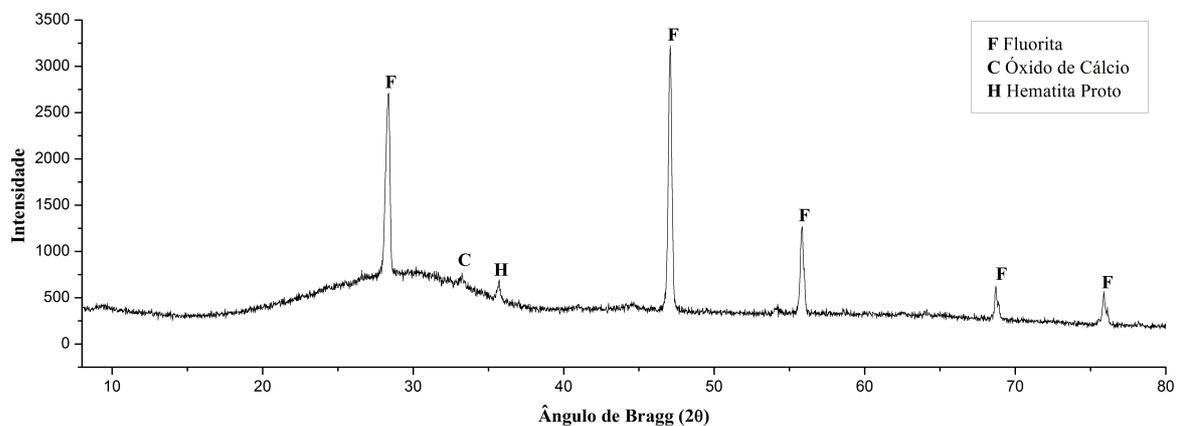


Figura 4.15: Difratograma de Raios X do RLR (Fonte: Autor).

O difratograma de raios X obtido da amostra de RFV com adição de fluorita como padrão interno, é apresentado na Figura 4.16 a seguir. Na amostra de RFV foram identificados o nitreto de boro, gibbsita, hematita e fluorita. Segundo Vieira (2014), o composto de boro com maior importância econômica é empregado na fabricação de fibras de vidro, sugerindo a possível origem do nitreto de boro. A gibbsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) encontrada, ratifica os teores encontrados de óxido de alumínio pela FRX.

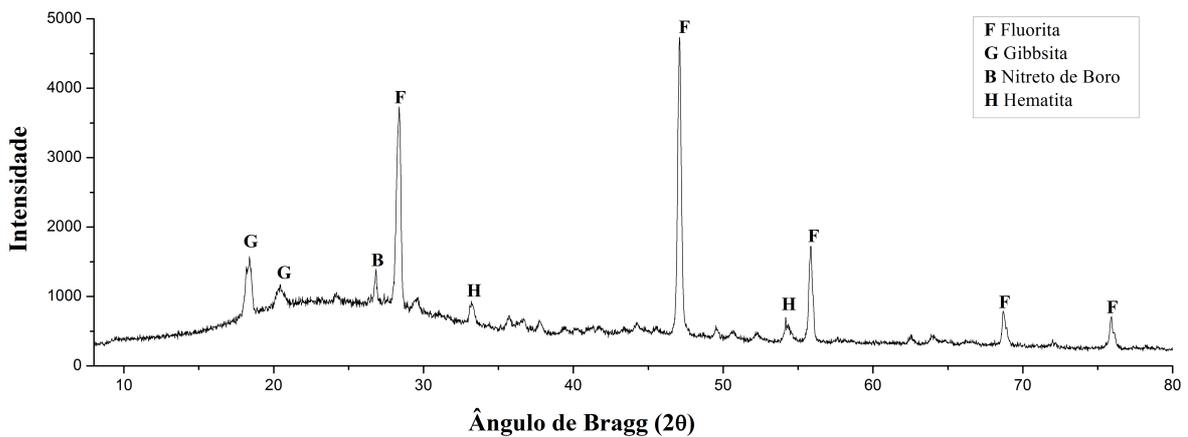


Figura 4.16: Difratograma de Raios X RFV (Fonte: Autor).

O difratograma de raios X do RLV com adição da fluorita é apresentado na Figura 4.17 a seguir. Na amostra de RLV foi identificada a fase respectiva ao padrão interno utilizado, fluorita. O resultado apresentado no difratograma é concordante com os resultados obtidos por Evangelista *et al* (2012), onde é apresentada que a lâ de vidro possui estrutura inteiramente amorfa.

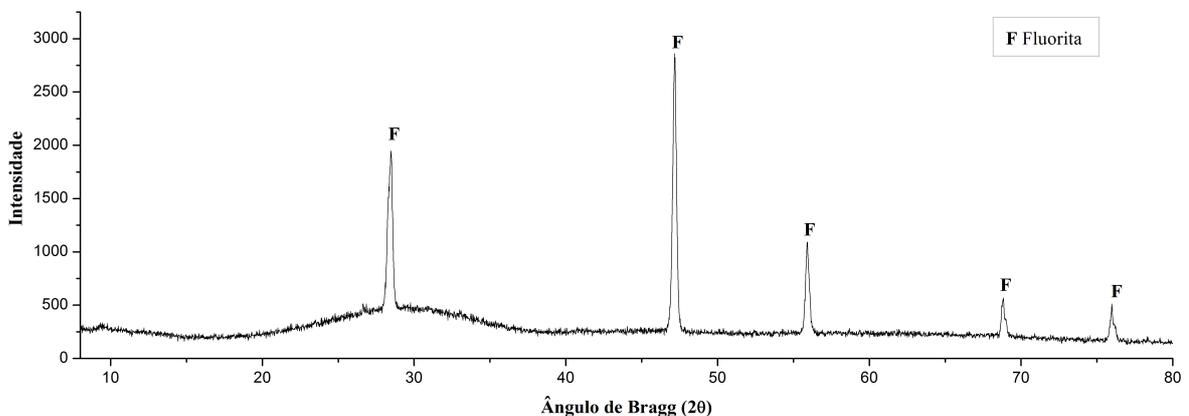


Figura 4.17: Difratograma de Raios X RLV (Fonte: Autor).

Em todas as amostras, RLR, RFV e RLV, os difratogramas de raios X apresentam nitidamente o halo característicos da fase amorfa e poucas fases cristalinas. Não foram identificadas ou detectadas através da DRX as fases que contêm Ca, exceto no RLR, considerando que reações expansivas acontecem através da hidratação do óxido de cálcio. Finalmente, para todas as amostras não foram identificadas ou detectadas fases que contêm Si, em acordo com os resultados obtidos da análise por espectroscopia vibracional, fator de importância para a atividade pozolânica.

O teor de fases e amorfo dos resíduos estão apresentados na Tabela 4.7 a seguir. Os resultados foram obtidos utilizando o método proposto por Rietveld (1969). Todos os resíduos apresentaram alto teor de amorfo, todos acima de 90%, característica desejável para função de material pozolânico, conhecido que materiais amorfos são mais reativos que materiais com estrutura cristalina. Os parâmetros estatísticos adotados como indicativo do refinamento, RWP e GOF, apresentaram valores satisfatórios.

A quantidade de óxido de cálcio, na forma cristalina, presente no RLR, citado como precursor de problemas de expansão quando utilizado em conjunto com o cimento Portland, apresentou-se pouco expressiva e assim não apresentando riscos para a utilização.

Tabela 4.7: Análise Quantitativa de DRX pelo Método de Rietveld (Fonte: Autor).

Amostra	Fases Minerais	Quantitativo (%)	Amorfo (%)
RLR	Cálcio	0,7	97,6
	Hematita-Proto	1,7	
	Fluorita	10	
RFV	Gibbsita	6,0	91,9
	Nitreto de Boro	1,2	
	Hematita	1,7	
	Fluorita	10	
RLV	Fluorita	10	100
GOF < 1,5			
RWP < 13			

#### 4.1.6 Análise Física

As características físicas do RLR, RFV, RLV após o beneficiamento e a cal utilizada no ensaio de atividade pozolânica NBR 5751:1992, densidade, área superficial específica e distribuição granulométrica, seguem conforme Tabela 4.8 a seguir.

Tabela 4.8: Densidade, Área Superficial Específica e Diâmetro das Partículas (Fonte: Autor).

Amostra	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Área Superficial Específica (m <sup>2</sup> /g)	Diâmetro das Partículas (µm)		
			D10%	D50%	D90%
RLR	2,691	0,742	5,562	28,91	96,38
RFV	1,711	3,347	2,101	18,59	70,15
RLV	2,596	0,555	5,283	25,61	85,36
Cal	2,215	-	-	-	-

D10% - 10% das partículas abaixo deste diâmetro;

D50% - Diâmetro mediano;

D90% - 90% das partículas abaixo deste diâmetro.

A densidade das amostras apresentou valores próximos para o RLR e RLV, e um valor inferior para o RFV. Para os resultados da análise por BET o RFV foi o que apresentou maior área superficial específica das 3 amostras, o RLR e RLV novamente apresentaram valores próximos. O valor obtido da área superficial específica do RFV pode indicar uma melhor reatividade do mesmo em relação ao RLR e RLV, considerando a importância da área superficial na reatividade (MASSAZZA, 1993).

O metacaulim possui uma área superficial específica aproximada de 19m<sup>2</sup>/g, enquanto que a sílica ativa entre 15 e 30m<sup>2</sup>/g (GRIST *et al*, 2015; SENHADJI *et al*, 2014). Comparando a área superficial específica do RLR, RFV e RLV com materiais pozolânicos de alta reatividade, como metacaulim e sílica ativa, pode-se notar que estes resíduos possuem área superficial específica expressivamente inferiores a estas pozolanas.

A distribuição granulométrica obtida pela granulometria a laser apresentou 90% do diâmetro das partículas da amostra de RLR, RFV e RLV abaixo de 100µm. Apesar dos materiais utilizados para o ensaio terem passado por peneiramento, e só terem sido utilizado material passante na peneira de número 325 (45µm). Para o RLR foi obtido 66,23% das partículas abaixo de 45µm, RFV apresentou 77,84% abaixo de 45µm e para o RLV, 70,71%

abaixo de 45 $\mu$ m. Segundo a NBR 12653:2012 o RLR, RFV e RLV, atenderam aos requisitos físicos, quanto ao material retido na peneira de malha 45 $\mu$ m.

Sugere-se que a diferença obtida entre o peneiramento e a análise está relacionada ao formato cilíndrico das amostras de RLR, RFV e RLV, apresentados na análise morfológica. Segundo Califice *et al* (2013) a análise por difração a laser apresenta valores subestimados para o tamanho das partículas, para amostras com formato de fibras, devido a teoria da análise considerar que as partículas são esféricas. De acordo com estes autores, a análise por difração a laser não é adequada para partículas alongadas ou produtos com diversos formatos.

## **4.2 Atividade Pozolânica**

Neste sub-tópico serão apresentados e discutidos os resultados obtidos dos métodos propostos para avaliação, direta e indireta, da atividade pozolânica das amostras RLR, RFV e RLV.

### **4.2.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland**

A substituição do cimento Portland por RLR, RFV e RLV provocou alterações na trabalhabilidade das argamassas. O índice de consistência, segundo NBR 7215:1996, das argamassas utilizadas no ensaio segue apresentado na Tabela 4.9 a seguir. O RLR e RLV promoveram uma perda de trabalhabilidade nas argamassas, comparadas a argamassa de controle, enquanto que o RFV promoveu uma melhora considerável na trabalhabilidade. Borges (2007) cita em suas pesquisas que o emprego de lã de vidro em aglomerante para concreto promoveu um ganho de trabalhabilidade da massa, contrário aos resultados apresentados para a argamassa com RLV.

Tabela 4.9: Índice de Consistência das Argamassas Utilizadas para Ensaio de Índice de Atividade Pozolânica NBR 5752:2014 (Fonte: Autor).

Argamassa	1ª Medição (mm)	2ª Medição (mm)	Média (mm)	Diferença (mm)
Controle	182,45	178,05	180,25	-
PRLR	179,9	175,0	177,45	2,8
PRFV	207,1	206,35	206,72	26,72
PRLV	*148,15	*147,20	*147,67	32,58
	°187,15	°187,1	°187,1	6,85

\* Índice obtido sem adição do superplastificante;

o Índice obtido com adição de 1% de superplastificante.

Os resultados obtidos seguem conforme apresentado na Figura 4.18 a seguir. As argamassas de controle aos 28 dias, PRLR, PRFV e PRLV se referem à argamassa de cimento Portland sem substituição, argamassa com substituição do cimento Portland por RLR, argamassa com substituição por RFV e argamassa com substituição por RLV, respectivamente.

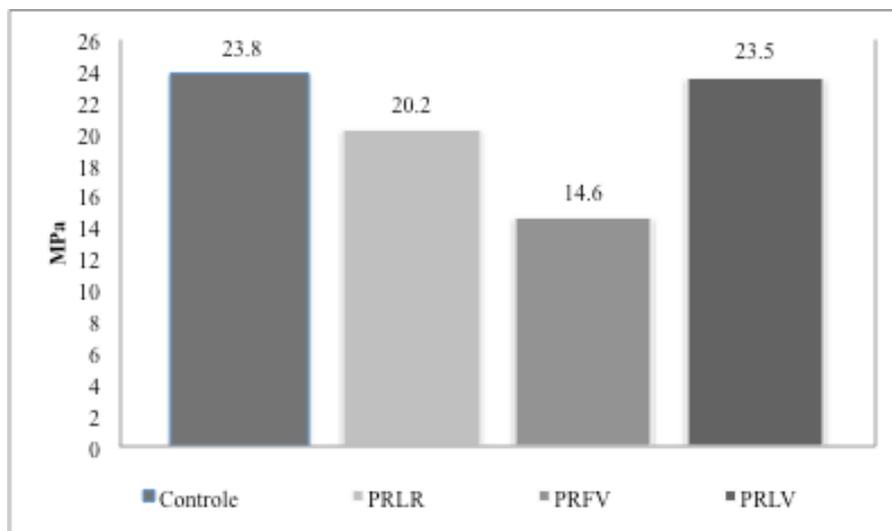


Figura 4.18: Resultado do Ensaio de Compressão Simples NBR 5752:2014 (Fonte: Autor).

O índice de atividade pozolânica (IAP) para as argamassas produzidas no trabalho, segundo a NBR 5752:2014 são apresentadas na Tabela 4.10. Os resultados obtidos para as argamassas com substituição por RLR e RLV atingiram um IAP superior a 75%, atendendo a exigência física mínima imposta pela NBR 12653:2012. A argamassa com substituição por RFV ficou abaixo da exigência, atingindo aproximadamente 60%.

Tabela 4.10: Resultados dos Ensaios à Compressão Simples NBR 5752:2012 (Fonte:Autor).

<b>Argamassa</b>	<b>Compressão Simples (MPa)</b>	<b>Índice Pozolânico (%)</b>
Controle	23,8	-
PRLR	20,2	84,8
PRFV	14,6	61,3
PRLV	23,5	98,7

Em comparação a outras pozolanas, o RLR e RLV apresentaram bons resultados para o IAP com cimento Portland (calculado de acordo com a Equação 3.1), como apresentado na Tabela 4.11 a seguir. Os valores apresentados na Tabela 4.11 são referentes ao IAP de diferentes materiais aos 28 dias de cura com cimento Portland (BARATA, 2002; SILVA 2011 *apud* MUNHOZ, 2007). O resultado apresentado pelo RLV se aproxima do resultado obtido para o metacaulim e cinza de casca de arroz, duas pozolanas de alta reatividade.

Tabela 4.11: Comparativo do IAP entre PRLR, PRFV, PRLV, Metacaulim e Cinza de Casca de Arroz (Fonte: Autor).

<b>Argamassa</b>	<b>Índice Pozolânico (%)</b>
PRLR	84,8
PRFV	61,3
PRLV	98,7
Metacaulim	103
Cinza de Casca de Arroz	98,9

Os valores encontrados para o IAP com cimento Portland do RLR estão em acordo com os resultados obtidos por Lin *et al* (2013), que para idades de 28 dias de cura apresentou um IAP com cimento Portland de 83%, para uma substituição de 20% da massa de cimento.

Evangelista (2002) utilizando resíduo similar de lã de vidro com cimento Portland, encontra resultados inferiores, valores próximos de 59%, para o IAP cimento Portland. Possivelmente devido às diferenças apresentadas entre a NBR 5752:1992, onde a consistência era corrigida alterando a relação água/aglomerante, e a NBR 5752:2014 onde correção é feita utilizando aditivo superplastificante.

Os resultados obtidos para a resistência à compressão simples podem estar diretamente relacionados ao refinamento dos poros e formação de C-S-H adicional, em decorrência da

atividade pozolânica dos resíduos. Entretanto os resíduos, como apresentado pelo MEV, podem desempenhar a função de fibra na matriz cimentícia. Segundo Cheng (2011), a lã de rocha e seu formato cilíndrico agem como um potencial inibidor de propagação e controlador de fissuras, similar ao efeito provocado por rejeitos de fibra de vidro do tipo E (CHEN, 2006), esta ação de fibra promove um aumento da resistência mecânica do compósito de cimento Portland.

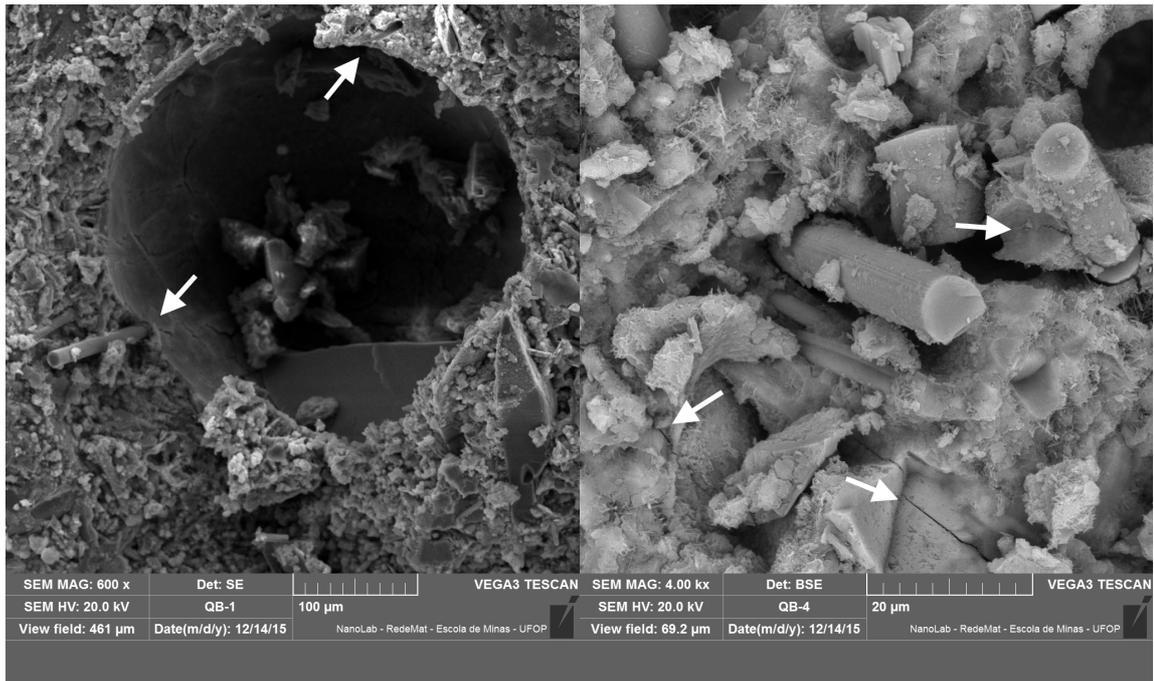
#### 4.2.2 Microestrutura dos Corpos de Prova

A análise microestrutural dos corpos de prova provenientes do ensaio de compressão simples NBR 5752:2014 das amostras com substituição do cimento Portland por RLR, RFV e RLV, foi realizada por meio da análise de MEV associada ao EDS.

A micrografia da amostra PRLR segue apresentada na Figura 4.19. O RLR manteve sua forma intacta após o período de 110 dias, aparentemente sem danos em sua superfície. Pelas micrografias é possível visualizar algumas microfissuras e as fibras ordenadas em direções aleatórias, apresentando algumas partículas aderidas a sua superfície. Na primeira imagem é visto somente um poro grande.

A micrografia apresentada na Figura 4.20 é referente a amostra PRFV. Assim como RLR, o RFV manteve seu formato de fibra, aparecendo em direções aleatórias e aparentemente sem danos em suas superfícies. Pelas micrografias, comparando ao resultado apresentado na Figura 4.19, é possível notar que a matriz cimentícia com RFV apresenta mais microporos espalhados, o que pode explicar a sua resistência mecânica reduzida em comparação aos demais resíduos.

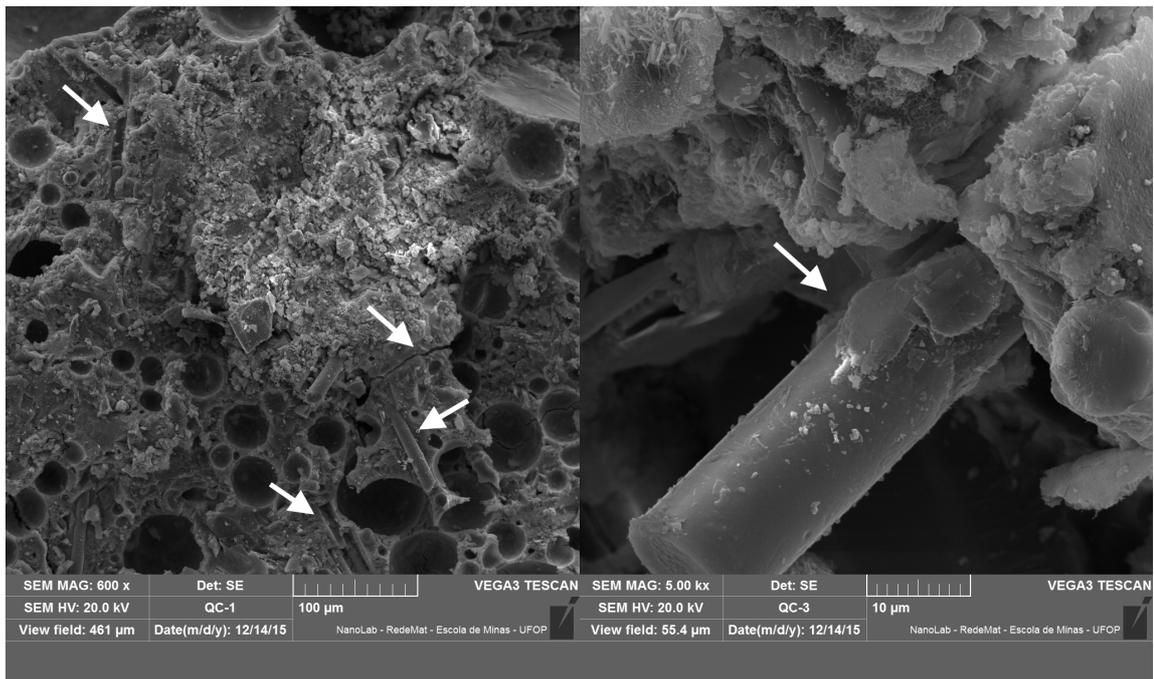
A amostra PRFV apresentou alto índice de consistência, comparada as amostras PRLR e PRFV para a mesma quantidade de água, como apresentado no item 4.2.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland (Tabela 4.9), o que pode estar relacionado a uma relação água/cimento alta. Segundo Mehta&Monteiro (2014), uma relação água/cimento alta pode provocar o surgimento de grandes poros, de 3 $\mu$ m a 5 $\mu$ m.



(a)

(b)

Figura 4.19: Microestrutura do Cimento Portland com RLR (a) 600X (b) 4000X (Fonte: Autor).

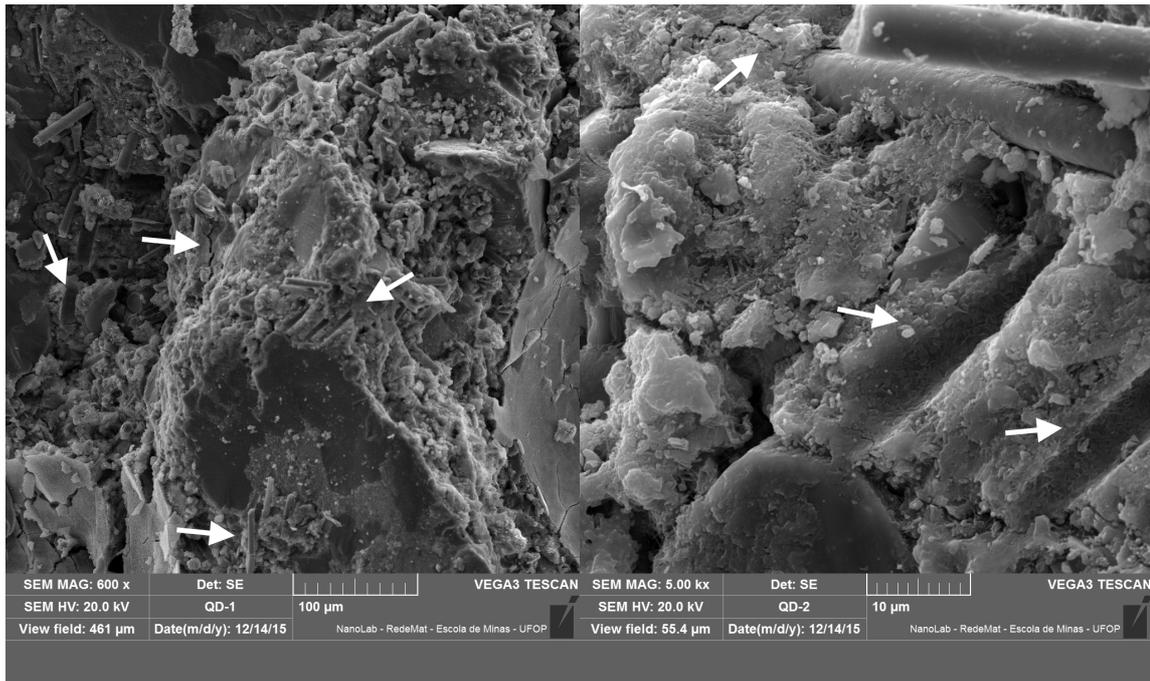


(a)

(b)

Figura 4.20: Microestrutura do Cimento Portland com RFV (a) 600X (b) 4000X (Fonte: Autor).

Aspectos microestruturais da amostra PRLV são apresentados a seguir na Figura 4.21. O RLV assim como os demais materiais, mantiveram sua forma intacta, apresenta-se na matriz com orientação aleatória e com a superfície intacta. Visualmente o cimento não apresenta microporos, somente microfissuras.



(a)

(b)

Figura 4.21: Microestrutura Cimento Portland com RLV (a) 600X (b) 4000X (Fonte: Autor).

As micrografias (Figura 4.19; Figura 4.20 e Figura 4.21) apresentam-se de forma similar ao apresentado por Cao (2013) e Chen (2006), em estudos de utilização de microfibras em compósitos de cimento Portland. Nas micrografias as setas brancas marcam pontos onde são visíveis as microfissuras, os “bigodes” e vazios do arrancamento sofrido pelas fibras de RLR, RFV e RLV. As fibras aparecem na superfície da fratura de forma protuberante, “bigodes”, alguns vazios sugerem que as fibras sofreram arrancamento da matriz e microfissuras, terminando nas fibras. Sugere-se que as fibras de RLR, RFV e RLV podem estar atuando como inibidor da propagação de fissuras e reforço por fibra, assim como citado no item 4.2.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland, o que provocaria um aumento da resistência do compósito.

#### 4.2.2.1 Espectroscopia de Energia Dispersiva

Associado à análise de MEV foi utilizado a análise química pontual por EDS das amostras de PRLR, PRFV e PRLV como apresentado na Figura 4.22, Figura 4.23 e Figura 4.24. Nas figuras seguem demarcadas as regiões adotadas para a análise pontual por EDS.

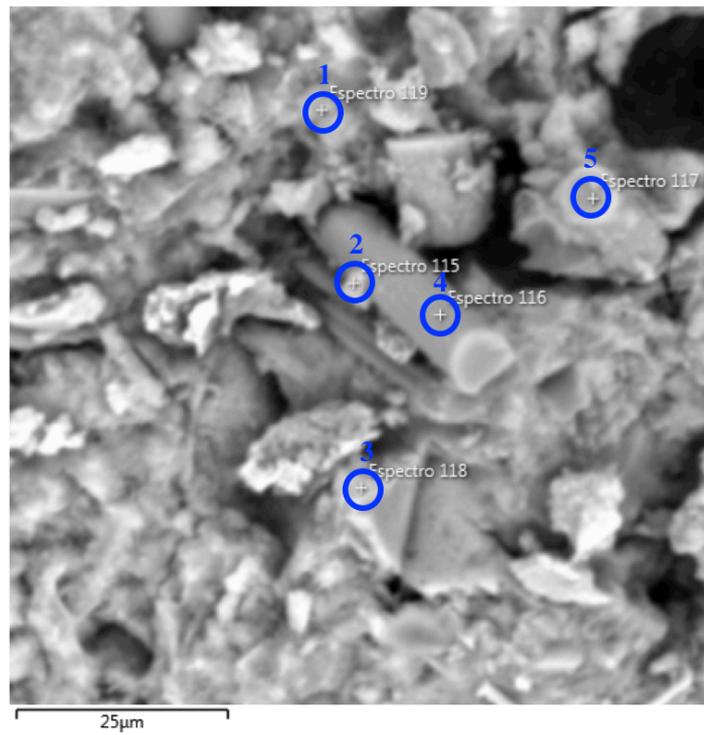


Figura 4.22: Análise Química Pontual da PRLR por EDS (Fonte: Autor).

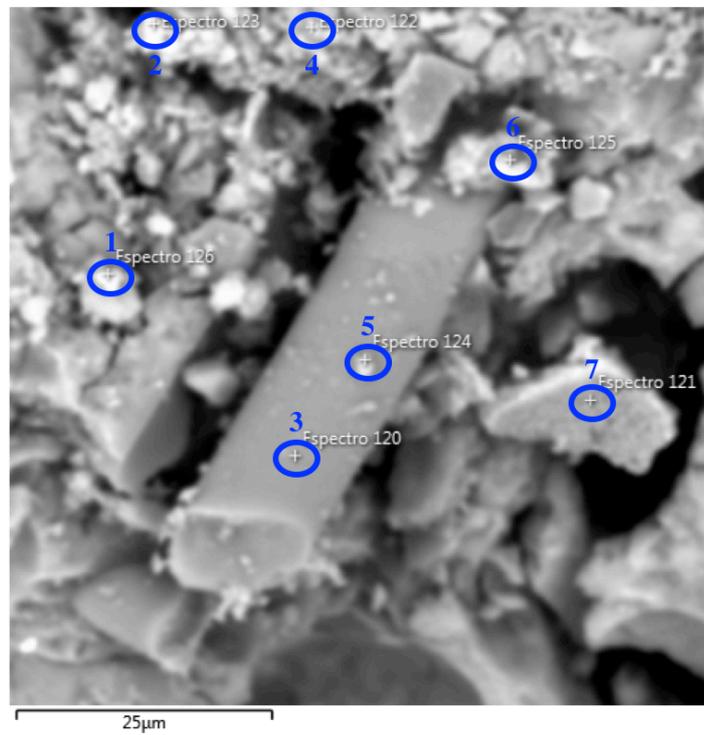


Figura 4.23: Análise Química Pontual da PRFV por EDS (Fonte: Autor).

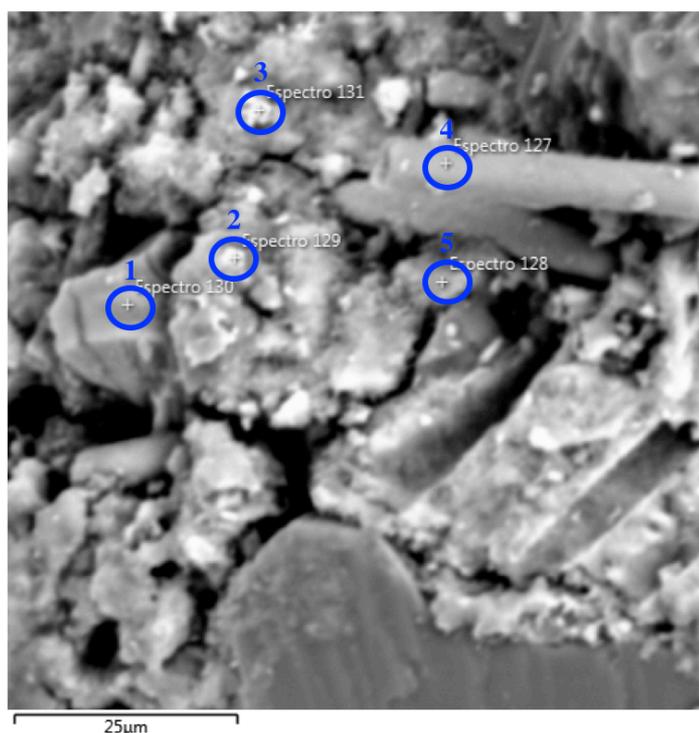


Figura 4.24: Análise Química Pontual da PRLV por EDS (Fonte: Autor).

O resumo da análise química das regiões observadas para o PRLR, PRFV e PRLV é apresentado na Tabela 4.12, Tabela 4.13 e Tabela 4.14, respectivamente. A análise química do PRLR, conforme Tabela 4.12, apresenta para todas as regiões adotadas altos teores de silício e cálcio. Na partícula aderida a superfície do RLR, região 2, a análise por EDS apresentou uma relação Ca/Si de 1,7, sugerindo que esta partícula é um gel de C-S-H.

Tabela 4.12: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.22 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do PRLR (Fonte:Autor).

Composto (%)	Região 1	Região 2	Região 3	Região 4	Região 5
Si	9,8	10,8	12,0	17,0	22,8
Ca	21,0	19,2	28,6	24,1	11,8
Fe	1,4	3,8	1,4	7,5	5,4
Na	1,2	1,8	1,0	1,1	6,2
Al	2,3	4,7	2,0	2,3	4,1
Mg	0,9	2,5	1,2	1,2	2,7
S	1,5	-	1,0	-	-
K	0,6	0,3	0,9	0,8	0,7
Cr	-	-	-	0,3	-
Ti	-	0,4	-	1,2	1,2

A análise química do PRFV, conforme Tabela 4.13, apresenta altos teores de sílica e cálcio para todas as regiões adotadas. Na partícula aderida a superfície do RFV, região 5, a análise por EDS apresentou uma relação Ca/Si de 0,97, possivelmente gel de C-S-H.

Tabela 4.13: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.23 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do PRFV (Fonte:Autor).

Composto (%)	Região 1	Região 2	Região 3	Região 4	Região 5	Região 6	Região 7
Si	6,1	11,0	28,8	16,4	20,8	7,1	6,7
Ca	30,3	28,2	21,1	18,7	20,2	30,4	32,3
Fe	1,1	1,3	0,4	0,7	0,9	0,7	0,7
Na	-	-	-	-	0,4	-	-
Al	5,2	2,3	7,9	1,6	6,3	2,6	4,1
Mg	0,5	0,4	-	0,7	0,5	0,3	-
S	0,9	0,8	-	0,8	0,8	1,3	0,5
K	-	-	0,6	-	0,6	-	-
Cr	-	0,3	0,3	-	-	-	-

A análise química do PRLV, conforme Tabela 4.14, apresentou altos teores de silício e cálcio, baixos teores de ferro e alumínio e traços de potássio e titânio. Não foram detectadas partículas aderidas às fibras de RLV.

Tabela 4.14: Análise Química das Regiões Consideradas pela Micrografia da Figura 4.24 por EDS. Análise Semi-Quantitativa (%) do PRLV (Fonte:Autor).

Composto (%)	Região 1	Região 2	Região 3	Região 4	Região 5
Si	22,7	9,8	9,5	22,2	4,5
Ca	18,0	30,4	27,9	15,5	23,9
Fe	5,6	0,9	2,2	4,7	9,1
Na	1,1	0,3	-	1,2	-
Al	7,6	1,7	1,7	7,6	6,5
Mg	4,6	0,3	1,2	4,6	3,3
S	-	1,0	0,9	-	-
K	1,2	0,3	0,3	1,1	-
Ti	1,1	-	0,5	0,9	0,5

Segundo Richardson (2000), a relação Ca/Si do C-S-H, resultante da hidratação do cimento Portland, apresenta-se em torno de 1,7 a 1,8. Entretanto, em função da adição de material pozolânico, a razão Ca/Si do C-S-H pode diminuir consideravelmente, observados em pastas de cimento contendo sílica ativa, uma a relação Ca/Si do C-S-H variando entre 0,7 e 0,8.

### 4.2.3 Índice de Atividade Pozolânica com Cal

Os resultados obtidos para o IAP com cal, conforme NBR 5751:1992, seguem apresentados na Figura 4.25 a seguir. A nomenclatura adotada CRLR, CRFV e CRLV se referem à argamassa de cal com RLR, argamassa com RFV e argamassa com RLV, respectivamente.

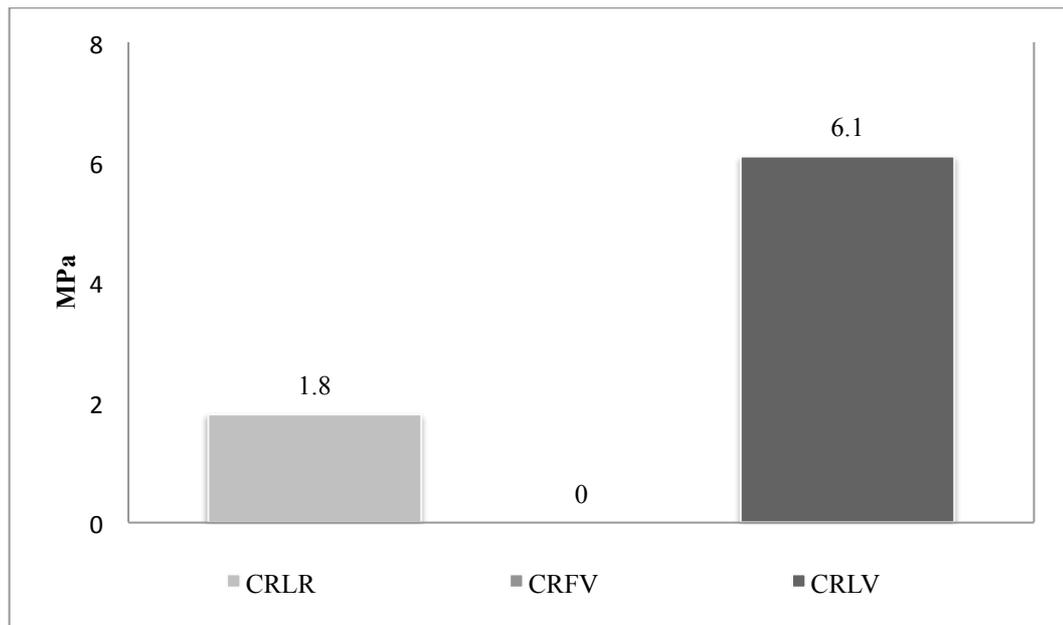


Figura 4.25: Resultado do Ensaio de Compressão Simples NBR 5751:1992 (Fonte: Autor).

O IAP para as argamassas produzidas neste trabalho, segundo NBR 5751:1992, são apresentadas na Tabela 4.15. Somente a argamassa com adição do RLV atingiu o valor mínimo exigido pela NBR 12653:2012 de 6MPa. A argamassa com RLR apresentou valor inferior ao resultado e a argamassa com adição de RFV, em todos os testes, não enrijeceu ao final dos 7 dias de cura.

Tabela 4.15: Resultados dos Ensaios Compressão Simples NBR 5751:1992 (Fonte: Autor).

Argamassa	Compressão Simples (MPa)	Índice Pozolânico*
CRLR	1,8	Não
CRFV	0	Não
CRLV	6,1	Sim

Comparado aos resultados do IAP com cimento Portland (4.2.1 Índice de Atividade Pozolânica com Cimento Portland), o RLR apresentou índice satisfatório com cimento

Portland, porém com cal obteve valores inferiores ao esperado. Massazza (1993), cita que as misturas de cal e pozolana possuem uma velocidade de endurecimento lenta, se comparadas à mistura de pozolana e cimento Portland.

O RFV apresenta resultado condizente com o ensaio obtido do IAP com cimento Portland, onde o material não apresenta atividade pozolânica, o que promoveria o não endurecimento da argamassa de cal. Segundo Vejmelková *et al* (2012), enquanto que para compostos de cal pura o processo de enrijecimento é provocado pela carbonatação, no caso dos compostos de cal e pozolana, esse processo é diferente. Os íons de silicatos e aluminatos reagem com os íons de  $\text{Ca}^{2+}$ , formando produtos similares ao processo de endurecimento do cimento Portland, conhecido como gel de C-S-H,  $\text{C}_4\text{AH}_{13}$ ,  $\text{C}_3\text{H}_6$  e  $\text{C}_2\text{ASH}_8$ .

O RLV apresenta IAP com cimento Portland alto, se comparado a pozolanas de alta reatividade como metacaulim, e resultados para o IAP com cal que satisfazem os requisitos físicos mínimos de acordo com NBR 12653:2012 (Tabela 2.10). Evangelista *et al* (2012) utilizando resíduo similar ao RLV, encontra para o IAP com a cal, segundo NBR 5751:1992, resultados para a compressão simples de 0,45Mpa, consideravelmente inferiores ao mínimo exigido pela NBR 12653:2012 e aos resultados obtidos no presente trabalho.

#### 4.2.4 Condutividade Elétrica

A análise da reatividade pozolânica por meio da condutividade elétrica, utilizando método proposto por Luxán *et al* (1989), foi executada para o RLR, RFV e RLV. Os resultados obtidos da leitura da variação da condutividade da solução seguem conforme apresentado na Tabela 4.16.

Tabela 4.16: Leitura da Condutividade da Solução de Hidróxido de Cálcio e RLR, RFV e RLV (Fonte: Autor).

Amostra	Variação da Condutividade (mS/cm)	Atividade Pozolânica
RLR	0,18	Não Pozolânico
RFV	1,7	Boa Pozolanicidade
RLV	0,31	Não Pozolânico

De todos os resíduos utilizados, RLR, RFV e RLV, somente o RFV apresentou pozolanicidade, se classificando segundo Tabela 2.11 (Capítulo 2) como uma boa pozolana. O RLR e RLV não promoveram uma variação na condutividade elétrica suficiente e foram classificados como materiais não pozolânicos.

A amostra de RFV apresentou a maior variação na condutividade elétrica, também é dentro dos três resíduos, o que apresenta a maior área superficial específica (Tabela 4.8). Conforme citado por Silva (2011), existe a possibilidade de os íons da solução serem apenas atraídos para a superfície das partículas, ocorrendo a variação somente em função da área superficial das partículas.

Utilizando os valores de atividade pozolana previamente discutidos, é possível notar que o RLR, apesar de apresentar um IAP com Cimento Portland (NBR 5752:2014) acima dos valores exigidos, apresenta tanto para o método da condutividade elétrica e IAP com cal (NBR 5751:1992), resultados abaixo dos valores esperados para materiais pozolânicos. O RFV, entretanto, apesar de obter resultados inferiores ao requisito mínimo para o IAP com cimento Portland (NBR 5752:2014) e IAP com cal (NBR 5751:1992), apresentou resultados para a condutividade elétrica que o classificam como boa pozolana. Finalmente, o RLV apresentou resultados acima dos requisitos mínimos para o IAP com cimento Portland (NBR 5752:2014) e IAP com cal (NBR 5751:1992) e resultados para condutividade elétrica que o classificam como não pozolânico.

#### **4.2.5 Avaliação do Consumo de Hidróxido de Cálcio em Pasta de Cimento**

Utilizando as pastas de cimento Portland, foi averiguado o efeito do RLR, RFV e RLV na matriz cimentícia, em relação à quantidade de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) remanescente, e assim sendo avaliado diretamente a atividade pozolânica.

##### **4.2.5.1 Análise Térmica**

A atividade pozolânica do RLR, RFV e RLV foi avaliada em função da quantidade de CH e CC3 na pasta de cimento hidratada, 28 e 56 dias de cura, por meio de análise termogravimétrica (TG) e calorimetria diferencial de varredura (DSC). Na Figura 4.26 é

apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) do cimento hidratado de controle (sem adição), com 28 dias de cura. Para a pasta de cimento hidratada é possível notar a perda de massa, acentuada, acompanhada de picos endotérmicos em três intervalos: temperatura de início 25 a 100°C, entre 400 e 450°C e finalmente, entre 600 e 700°C. Os resultados mostram-se de acordo com estudos prévios com cimento hidratado (ROSZCZYNIANSKI, 2002; SILVA, 2011).

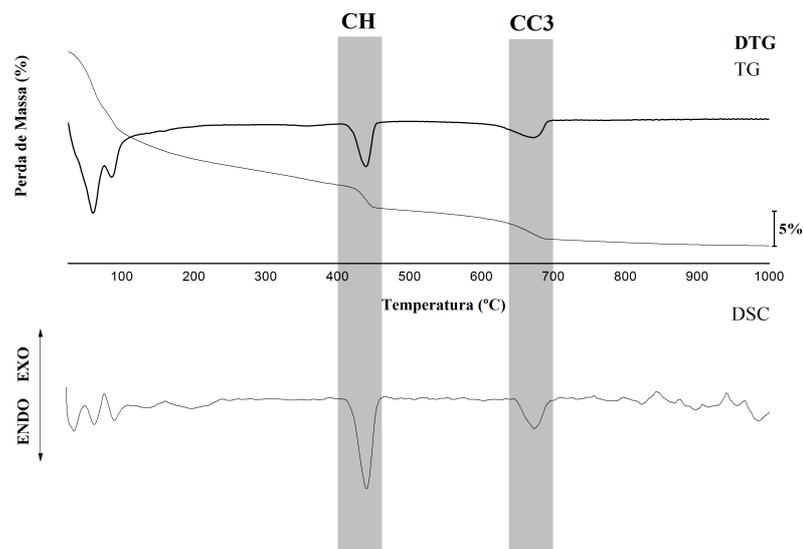


Figura 4.26: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da Pasta de Controle 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.27 é apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) do cimento hidratado PCRLR (com RLR), com 28 dias de cura. Os intervalos de perda de massa e picos endotérmicos mantiveram-se como apresentando para o cimento hidratado de controle, com alterações somente na intensidade dos mesmos. Este resultado era esperado, considerando os resultados obtidos da caracterização térmica do RLR, Figura 4.1.

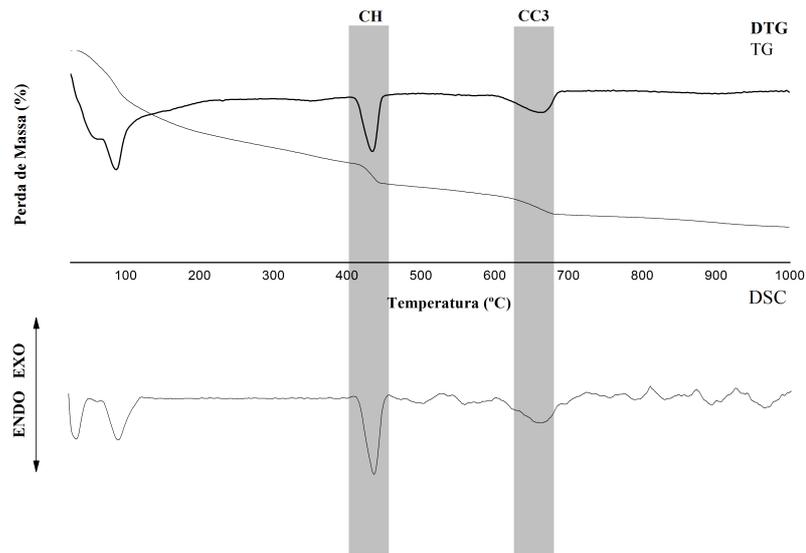


Figura 4.27: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLR 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.28 é apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) do cimento hidratado PCRFBV (com RFV), com 28 dias de cura. A amostra apresenta os mesmos intervalos de perda de massa e picos endotérmicos do cimento hidratado de controle, adicionados a dois novos picos de perda de massa: entre 100 e 200° C e 350 e 400°C. A perda de massa na faixa de 350 a 400°C é proveniente da decomposição de compostos relacionadas à resina utilizada no RFV (discutido em 4.1.2 Análise Térmica) e apresentado na Figura 4.2.

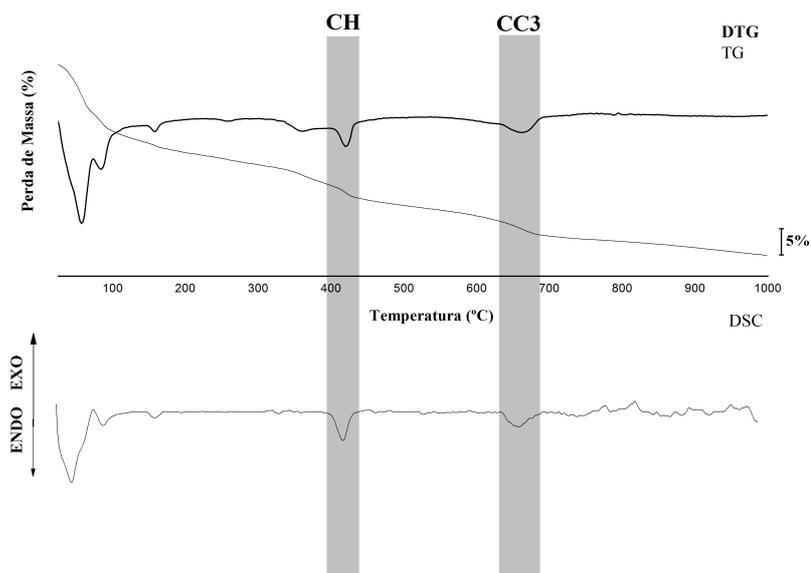


Figura 4.28: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRFBV 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.29 é apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) do cimento hidratado PCRLV (com RLV), com 28 dias de cura. Os intervalos de perda de massa e picos endotérmicos mantiveram-se como apresentando para o cimento hidratado de controle, com alterações somente na intensidade dos mesmos. Este resultado era esperado, considerando os resultados obtidos da caracterização térmica do RLV, Figura 4.3.

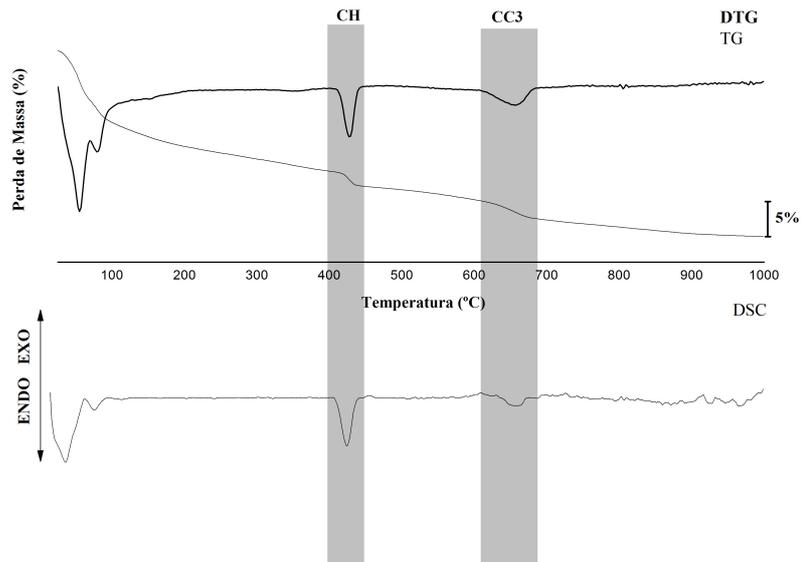


Figura 4.29: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLV 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.30 a seguir, é apresentado no mesmo gráfico as curvas de perda de massa por TG para o controle, PCRLR, PCRLV e PCRFV, com 28 dias de cura. Visivelmente, as amostras PCRLR, PCRFV e PCRLV apresentam uma redução nas curvas relacionadas ao CH e CC3.

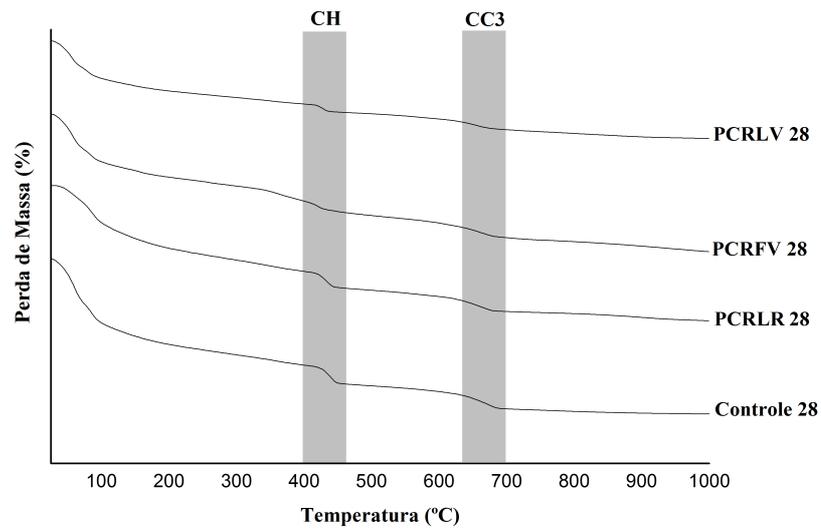


Figura 4.30: Análise Térmica TG 28 Dias (Fonte: Autor).

A análise térmica (TG/DTG/DSC) da amostra de cimento hidratado de controle (sem adição), aos 56 dias de cura, é apresentada na Figura 4.31 a seguir. Os resultados da amostra apresentam os mesmos intervalos de perda de massa e picos endotérmicos do cimento hidratado de controle para 28 dias.

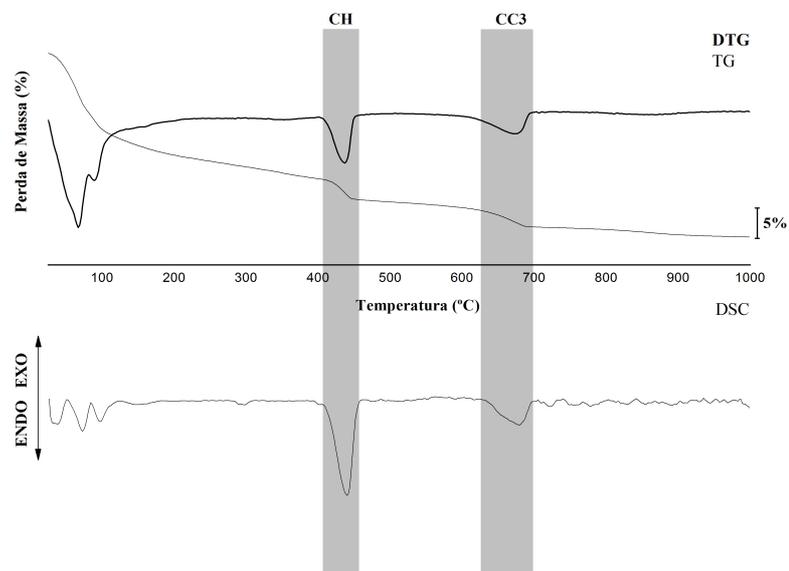


Figura 4.31: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da Pasta de Controle 56 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.32 é apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) para a amostra de cimento hidratado PCRLR (com RLR), aos 56 dias de cura. Os intervalos de perda massa e os

picos endotérmicos são os mesmos para a amostra cimento de controle, alterando somente a intensidade dos mesmos.

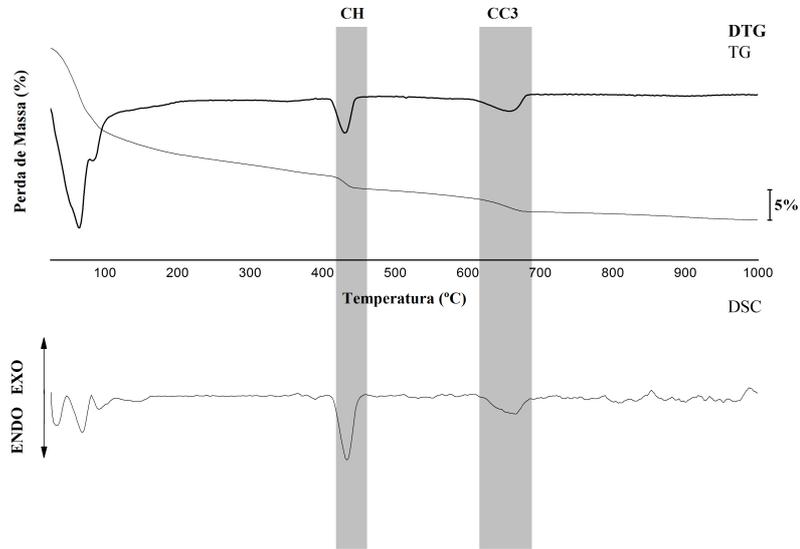


Figura 4.32: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLR 56 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.33 é apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) para a amostra de cimento hidratado PCRFBV (com RFV), aos 56 dias de cura. Os intervalos de perda massa e os picos endotérmicos são os mesmos para a amostra cimento de controle, e assim como para amostra PCRFBV com 28 dias de cura, ocorre o aparecimento de dois picos novos, nos intervalos entre 100 e 200°C e 350 e 400°C.

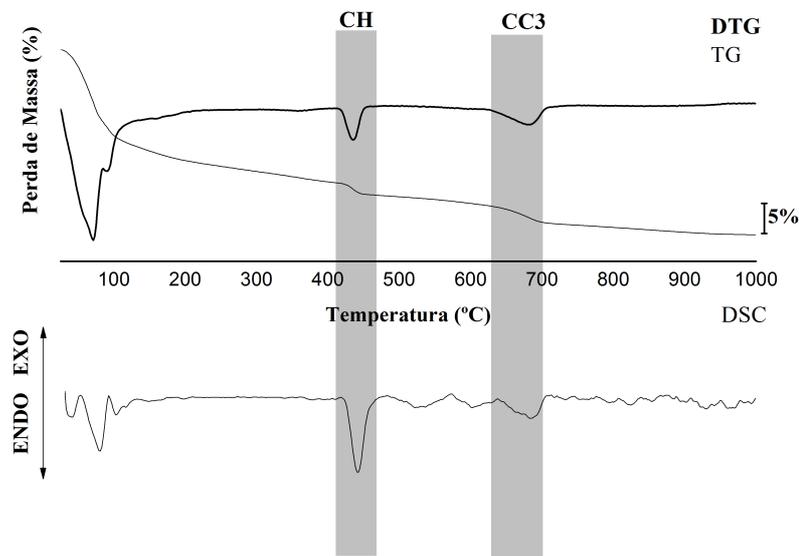


Figura 4.33: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRFBV 56 Dias (Fonte: Autor).

Finalmente, na Figura 4.34 é apresentada a análise térmica (TG/DTG/DSC) para a amostra de cimento hidratado PCRLV (com RLV), aos 56 dias de cura. Os intervalos de perda massa e os picos endotérmicos são os mesmos para a amostra cimento de controle, onde se altera somente a intensidade dos mesmos.

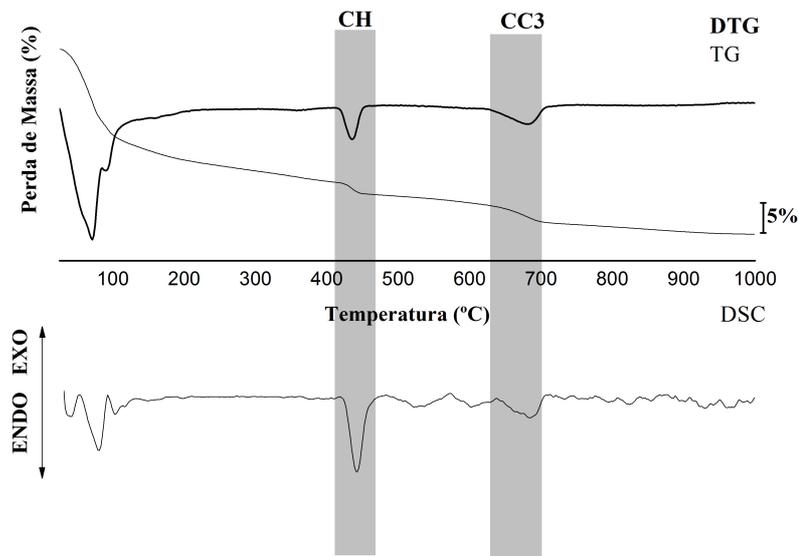


Figura 4.34: Análise Térmica Simultânea TG/DSC da PCRLV 56 dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.35 a seguir, é apresentado os resultados para análise térmica TG para todas as amostras, controle, PCRLR, PCRFV e PCRLV, aos 56 dias de cura. Novamente, como visto para a idade de 28 dias, as amostras de PCRLR, PCRFV e PCRLV comparadas à amostra de controle, visivelmente apresentam uma redução nas curvas relacionadas ao CH e CC3.

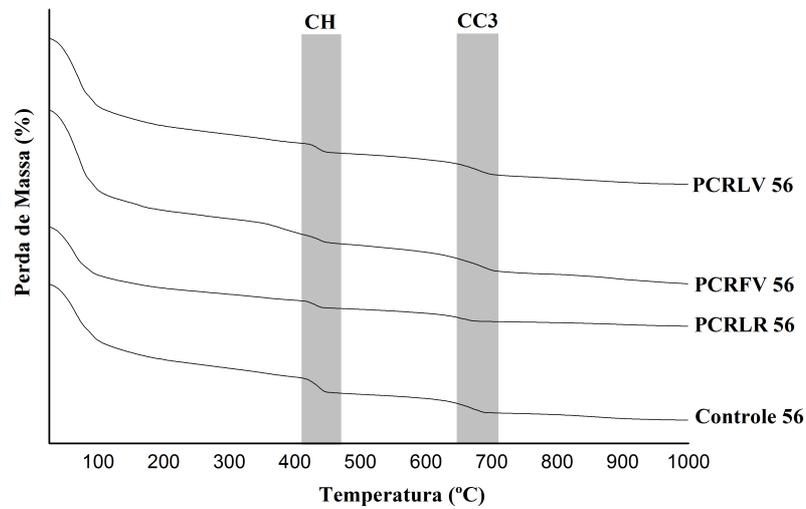


Figura 4.35: Análise Térmica TG 56 dias (Fonte: Autor).

As perdas de massa relacionadas às faixas de 25 a 100°C e 100 a 400° C, se referem à perda de água fisicamente absorvida e perda de água referente aos produtos de hidratação do cimento, respectivamente. No trabalho foi considerado o consumo de CH, e para o cálculo da quantidade de CH remanescente foram utilizadas as curvas de TG e DTG, nas faixas relacionadas ao CH e CC3, segundo Equação 2.1 (Capítulo 2) apresentada por El-Jazairi (1980). Mesmo que as amostras tenham sido curadas em sacos plásticos lacrados, como prevenção à possíveis processos de carbonatação, segundo Vedalaskshimi *et al* (2003) o teor percentual de carbonato é importante e deve ser considerado no cálculo da água combinada com o CH.

Na Tabela 4.17 a seguir são apresentados os resultados das perdas de massa utilizadas para o cálculo do teor de CH remanescente. As perdas tratadas, são relacionadas aos intervalos de temperatura relacionadas ao CC3 e CH.

Tabela 4.17: Perda de Massa Referente as Pastas de Cimento Portland Hidratado com Adição de RLR, RFV e RLV (Fonte: Autor).

<b>Pasta</b>	<b>Idade (Dias)</b>	<b>Ca(OH)<sub>2</sub> (g)</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> (g)</b>
Controle	28	0,37699	0,33086
	56	0,5286	0,4557
PCRLR	28	0,3311	0,2763
	56	0,26333	0,25597
PCRFV	28	0,11439	0,25655
	56	0,23479072	0,60503
PCRLV	28	0,15344	0,1898
	56	0,3139	0,473

A Tabela 4.18 a seguir apresenta os resultados calculados para o teor de CH em relação a massa de cimento final. Todos os resultados já foram previamente multiplicados pelo fator de diluição e, especificamente no caso da amostra de PCRFV, descontado os valores referentes a perda de massa do RFV.

Tabela 4.18: Teor de Hidróxido de Cálcio em Relação à Massa de Cimento Portland Final (Fonte: Autor).

<b>Pasta</b>	<b>Idade (Dias)</b>	<b>Ca(OH)<sub>2</sub> (%)</b>
Controle	28	18,6
	56	20,51
PCRLR	28	17,15
	56	17,51
PCRFV	28	17,78
	56	23,47
PCRLV	28	16,79
	56	18,29

Utilizando os valores obtidos da Tabela 4.18, é possível analisar que na amostra PCRLR (com RLR), ocorreu uma redução de 7,7% da quantidade de CH para 28 dias e de 14,6% para 56, comparados à amostra de controle. Comparando a amostra de PCRFV (com RFV) com a amostra de controle, ocorreu uma redução de 4,4% do CH para 28 dias e aumento de 14,4% para 56 dias. A última amostra, PCRLV (com RLV), comparada a de controle, apresenta uma redução de 9,7% no teor de CH para 28 dias e 10,8% para 56 dias. As reduções do teor de CH presente nas argamassas, apresentado pelo RLR e RLV sugerem que estes materiais promoveram a atividade pozolânica.

A amostra PCRFBV, apresentou como resultado para idade de 56 dias de cura, teor de CH superior à amostra de controle. Possivelmente este fato se deve a perda de massa do RFV no mesmo intervalo do CH ou ao processo de carbonatação que ocorreu nas amostras. A amostra de PCRFBV apresentou em suas micrografias (Figura 4.20) diversos microporos, que podem facilitar o processo de carbonatação da amostra e ter incrementado os resultados dos teores de CH.

Marsh *et al* (1988), avaliou os efeitos da cinza volante no consumo de CH, presente em pastas de cimento Portland utilizando análise térmica TG, para idades de 3 dias a 1 ano. Utilizando a cinza volante como substituição de 30% do cimento Portland, o autor encontra reduções de aproximadamente 10% para 28 dias e aproximadamente 16% para 49 dias, sendo que o consumo de CH aumenta consideravelmente a partir de 49 dias, podendo atingir valores próximos a 50% com idades de 1 ano. Comparando os resultados obtidos com os valores apresentados por Marsh *et al* (1988), para cinza volante, o RLV apresenta resultados próximos de consumo de CH para idades de 28 dias.

#### **4.2.5.2 Análise Quantitativa por Difração de Raios X**

A atividade pozolânica do RLR, RFV e RLV foi avaliada em função da quantidade de portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), levando em consideração a formação da calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) nas pastas de cimento hidratada, com 28 e 56 dias de cura. Para todas as amostras foram adicionados 10%, em relação à massa, de Fluorita como padrão interno. Na Figura 4.36 é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a pasta de cimento hidratada de controle (sem adição), com 28 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, fluorita, portlandita e hatrurita. Os resultados obtidos para o DRX do cimento hidratado mostraram-se em acordo com estudos prévios com cimento Portland hidratado (FANG *et al*, 2015).

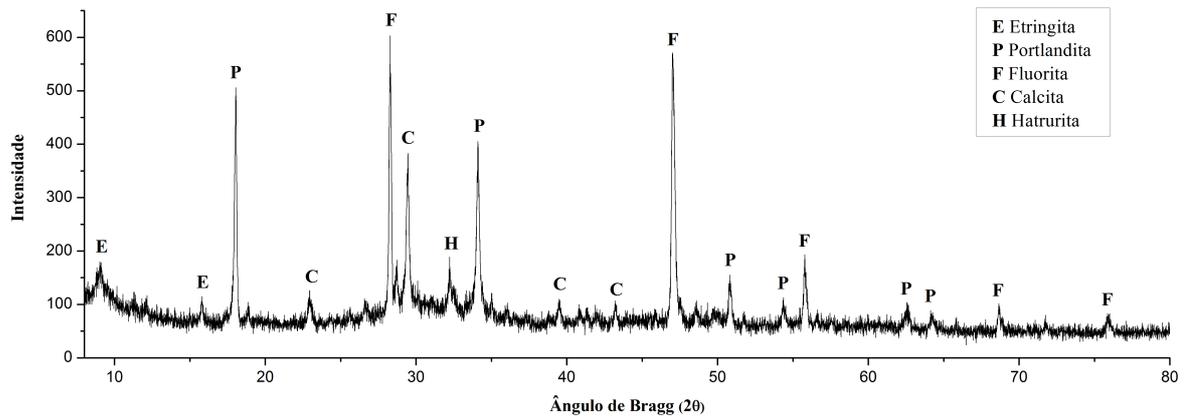


Figura 4.36: Difratoograma de Raios X da Pasta de Controle 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.37 é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a pasta de cimento hidratada PCRLR (com RLR), com 28 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, fluorita, portlandita, calcita, hatrurita e larnita.

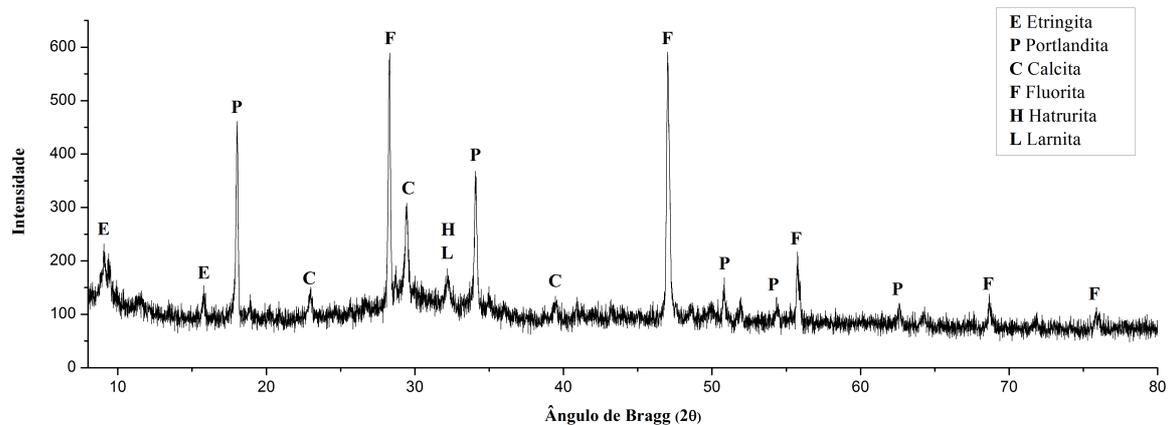


Figura 4.37: Difratoograma de Raios X da PCRLR 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.38 a seguir é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a amostra de cimento hidratada PCRFBV (com RFV), com idade de 28 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, portlandita, calcita, hatrurita e larnita.

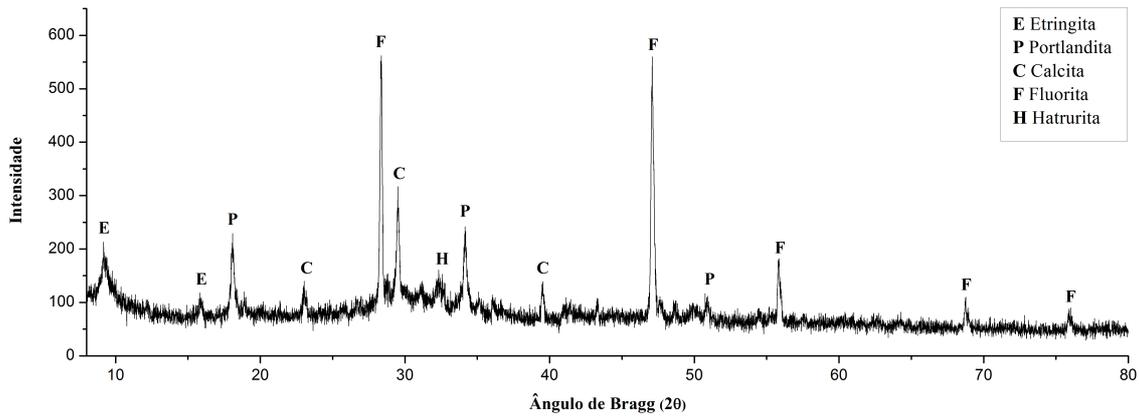


Figura 4.38: Difratoograma de Raios X da PCRFV 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.39 segue apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a amostra de cimento hidratada PCRLV (com RLV) com 28 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, portlandita, calcita, fluorita e hatrurita.

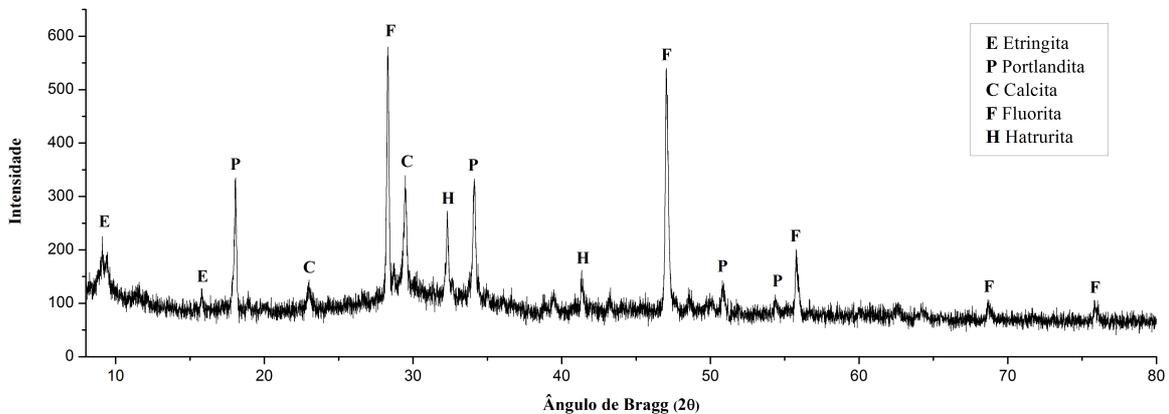


Figura 4.39: Difratoograma de Raios X da PCRLV 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.40 foram agrupados todos os difratogramas de raios X (DRX), para todas as amostras com idade de 28 dias de cura. É possível notar que os picos de portlandita e calcita tem sua intensidade reduzida para as amostras PCRLR, PCRFV e PCRLV, comparadas à amostra de controle. Não foi encontrada ou detectada a presença de novos compostos minerais nas amostras, exceto a larnita que está presente somente na amostra PCRLR e PCRFV.

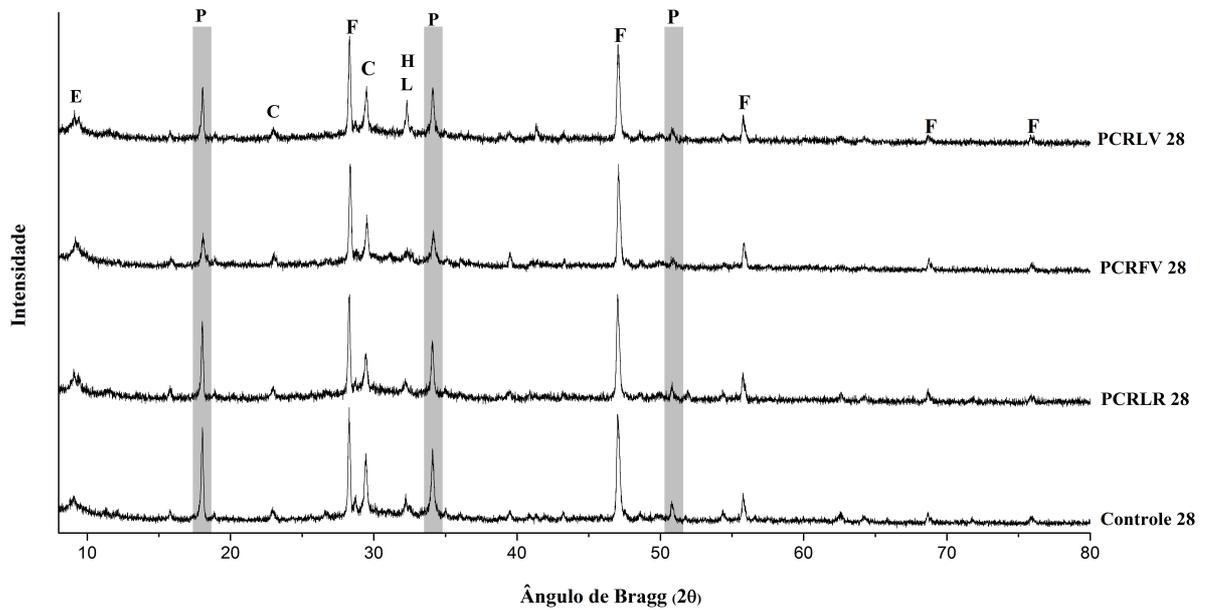


Figura 4.40: Difratoograma de Raios X Amostras com 28 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.41 é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para amostra de cimento hidratado de controle (sem adição), com 56 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, portlandita, calcita, fluorita, hatruirita e larnita.

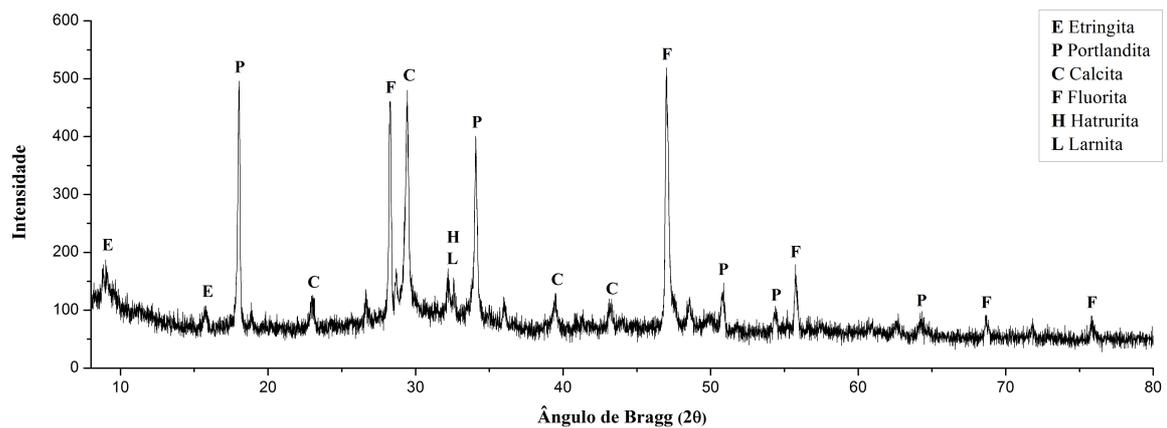


Figura 4.41: Difratoograma de Raios X da Pasta de Controle 56 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.42 é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a amostra de cimento hidratado PCRLR (com RLR), com idade de 56 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, portlandita, fluorita, hatruirita e larnita.

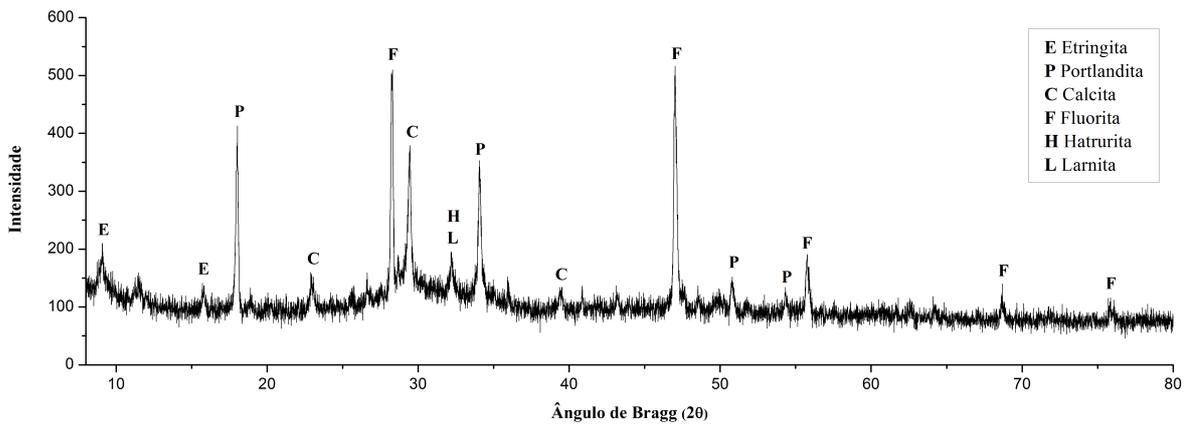


Figura 4.42: Difratoograma de Raios X da PCRLR 56 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.43 é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a amostra de cimento hidratado PCRFBV (com RFV), com idade de 56 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, portlandita, calcita, fluorita e hatrurita.

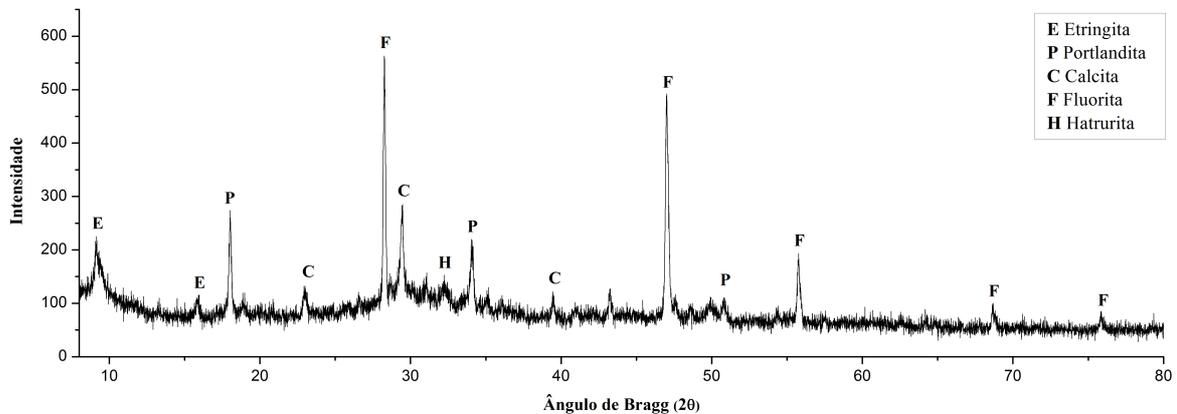


Figura 4.43: Difratoograma de Raios X da PCRFBV 56 Dias (Fonte: Autor).

Por último, na Figura 4.44 é apresentado o difratograma de raios X (DRX) para a amostra de cimento hidratado PCRLV (com RLV) com idades de 56 dias de cura. Na amostra foram identificados os compostos etringita, portlandita, calcita, fluorita e hatrurita.

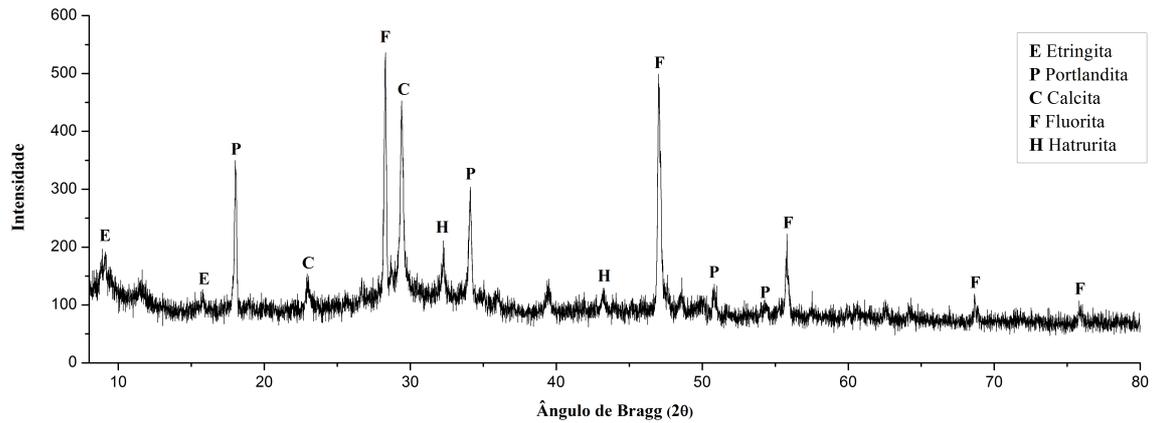


Figura 4.44: Difratograma de Raios X da PCRLV 56 Dias (Fonte: Autor).

Na Figura 4.45 foram agrupados todos os difratogramas de raios X (DRX), para todas as amostras com idade de 56 dias de cura. A redução na intensidade dos picos de portlandita e calcita das amostras PCRLR, PCRFV e PCRLV, em relação à amostra de controle se torna mais expressiva. Assim como para as amostras com idade de 28 dias de cura, as amostras com 56 dias de cura não apresentaram ou foram detectados novos compostos minerais nas amostras.

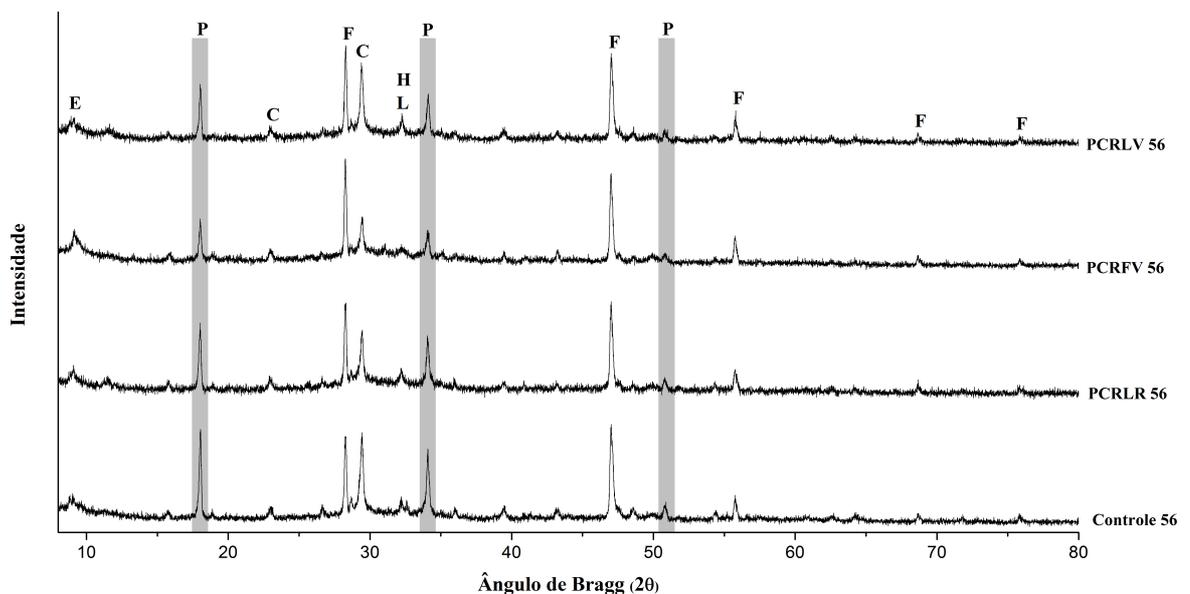


Figura 4.45: Difratograma de Raios X Amostras com 56 Dias (Fonte: Autor).

Pelo aumento da intensidade dos picos correspondentes ao carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) nas amostras de cimento hidratado de controle, é possível constatar que houve um aumento considerável da quantidade de carbonato de cálcio, considerando o aumento da amostra de 28 dias para a amostra com 56 dias de cura. A análise de DRX ratifica o resultado obtido pela análise térmica (TG/DSC), que ocorreu uma carbonatação exagerada para as amostras com idade de 56 dias.

Na Tabela 4.19 seguem os valores quantitativos obtidos utilizando o método de Rietveld *et al* (1969). A amostra de cimento hidratada PCRLR (com RLR) comparada à pasta de controle (sem adição), apresentou uma redução de 52,4% e 40% da quantidade de portlandita para as idades de 28 e 56 dias, respectivamente. Para a amostra de cimento hidratada PCRFBV (com RFBV) comparada a de controle, apresentou uma redução de 57% e 69% da quantidade de portlandita para as idades de 28 e 56 dias, respectivamente. E por último, a amostra de cimento hidratado PCRLV (com RLV) em comparação a de controle, mostrou uma redução de 49% e 60% da quantidade de portlandita para as idades de 28 e 56 dias respectivamente.

Tabela 4.19: Quantificação das Fases das Pastas de Cimento Hidratadas pelo Método de Rietveld (Fonte: Autor).

Legenda		P	C	H	L	E	F	-
Pasta	Idade (Dias)	Portlandita (%)	Calcita (%)	$\text{C}_3\text{S}$ (%)	$\text{C}_2\text{S}$ (%)	Etringita (%)	Fluorita (%)	Amorfo (%)
Controle	28	14,1	4,9	3,4	-	6	10	71,6
	56	18,5	12,9	1,5	0,7	12	10	54,4
PCRLR	28	6,7	2,5	1,3	0,4	9,8	10	79,59
	56	11,1	5	1,4	0,3	8,4	10	73,8
PCRFBV	28	6	3	2	-	9,4	10	79,6
	56	5,6	4,9	0,2	-	10,2	10	79
PCRLV	28	7,1	5,3	4,9	-	9	10	73,7
	56	7,3	8,2	1,7	-	7,1	10	75

GOF < 1,5  
RWP < 13

Os valores obtidos para o consumo do CH pela DRX sugerem que o RLR, RFBV e RLV promoveram a atividade pozolânica nas amostras. Os resultados apresentam reduções na quantidade de CH para todas as amostras, e idades de cura, sem o eventual aumento do CC3.

Os valores obtidos para a calcita, nas amostras de controle, mostram que as amostras passaram por um processo de carbonatação, apesar da metodologia proposta. Porém, nas demais amostras ocorre a diminuição da portlandita sem eventuais aumentos da quantidade de calcita, comparando-as com a amostra de controle.

Os compostos hattrita e larnita,  $C_3S$  e  $C_2S$  respectivamente, estão relacionados ao compostos do cimento anidro (NISHI *et al*, 1985; CHUNG *et al*, 1999; DONATELLO *et al*, 2014). A amostra PCRLR apresentou uma melhora na hidratação do  $C_3S$  para 28 e 56 dias, também para o  $C_2S$  para 56 dias, comparada a amostra de controle. Para amostra de PCRFV, apresenta uma melhora na hidratação do  $C_3S$  e  $C_2S$  para as idades de 28 e 56 dias. Por último, a amostra PCRLV apresentou uma redução no processo de hidratação do  $C_3S$  para as idades de 28 e 56 dias.

O teor de amorfo, cuja principal fase no cimento Portland hidratado é em grande parte composto por C-S-H (TAYLOR, 1990) , apresentado pelas PCRLR, PCRFV e PCRLV é sempre superior ao teor de amorfo encontrado para a amostra de controle, para todas as idades de cura. A etringita, apresenta valores maiores para as pastas PCRLR, PCRFV e PCRLV aos 28 dias, comparadas a pasta de controle. Entretanto, aos 56 dias, as amostras PCRLR, PCRFV e PCRLV apresentam valores inferiores aos da amostra de controle.

#### **4.2.6 Avaliação Geral dos Resultados da Atividade Pozolânica**

Os resultados dos ensaios realizados para a determinação da reatividade pozolânica do RLR, RFV e RLV seguem apresentados na Tabela 4.20.

Tabela 4.20: Quadro Geral dos Resultados de Ensaios de Atividade Pozolânica (Fonte:Autor).

Amostra	Idade (Dias)	IAP com Cimento Portland (%)	IAP com Cal	Análise Quantitativa de DRX				Análise Térmica	Conduct. Elétrica (mS/cm)
				Teor de Ca(OH)2 (%)	Teor de Amorfo (%)	Teor de CaCO3 (%)	Teor de Cimento Anidro (%)	Teor de Ca(OH)2 (%)	
REF.									
RLR	-	84,8	Não	-	-	-	-	-	0,18
RFV	-	61,3	-	-	-	-	-	-	1,7
RLV	-	98,7	Sim	-	-	-	-	-	0,31
Controle	28	-	-	14,1	71,6	4,9	3,4	18,6	-
	56	-	-	18,5	54,4	12,9	2,2	20,51	-
PCRLR	28	-	-	6,7	79,59	2,5	1,7	17,15	-
	56	-	-	11,1	73,8	5	1,7	17,51	-
PCRFV	28	-	-	6	79,6	3	2,0	17,78	-
	56	-	-	5,6	79,0	4,9	0,2	23,47	-
PCRLV	28	-	-	7,1	73,7	5,3	4,9	16,79	-
	56	-	-	7,3	75	8,2	1,7	18,29	-

Os resultados obtidos para análise por condutividade elétrica, para o RLR e RLV podem estar associados ao fato de que o método proposto por Luxán (1989) foi testado utilizando pozolanas de origem natural, enquanto que o RLR e RLV são sub-produtos.

O RLR apresentou resultados positivos para atividade pozolânica em todos os ensaios diretos, consumo de CH por análise térmica e DRX para todas as idades, e em 1/3 dos ensaios indiretos, IAP com cimento Portland (NBR 5752:2014). A amostra RFV apresentou resultados negativos para 2/3 das análises indiretas, IAP com cimento Portland e IAP com cal, e resultados que apresentam consumo de CH pela análise térmica, exceto para idade de 56 dias, e pela DRX para todas as idades. O RLV apresenta resultados positivos para todas as análises diretas, análise térmica (TG/DSC) e DRX e para 2/3 das análises indiretas, IAP com cimento Portland (NBR 5752:2014) e IAP com cal (NBR 5751:1999).

## 5. CONCLUSÃO

O objetivo geral deste trabalho foi o estudo da atividade pozolânica do resíduo de lã de rocha (RLR), resíduo de fibra de vidro (RFV) e resíduo de lã de vidro (RLV). Estes resíduos, atualmente não tem aplicação ou processo de reciclagem, e são depositados em aterros sanitários.

A partir da revisão bibliográfica e métodos propostos, foi possível avaliar a reatividade pozolânica do RLR, RFV e RLV. Com base nos resultados experimentais e discussões desenvolvidas neste estudo, a seguir são apresentadas as seguintes conclusões.

### 5.1 Caracterização do Resíduo de Lã de Rocha, Fibra de Vidro e Lã de Vidro

Conforme os resultados obtidos da caracterização dos resíduos:

- O RLR apresenta em sua composição química 70,6% de sílica e ferro e, baixos teores de óxido sulfúrico em acordo com a ABNT NBR 12653:2012. A morfologia do resíduo é composta por partículas predominantemente cilíndricas com algumas partículas irregulares. O RLR é composto por 97,6% de fase amorfa, 1,7% de hematita e 0,7% de óxido de cálcio, sendo a sílica altamente reativa devido a sua estrutura amorfa e com defeitos. Apresenta de 25 a 800°C uma perda de massa total de 1,74%. O diâmetro mediano do material após o tratamento é de 28,91  $\mu\text{m}$ , área superficial específica de 0,742m<sup>2</sup>/g e densidade de 2,691g/cm<sup>3</sup>.
- O RFV apresenta em sua composição química 76,47% de sílica, alumínio e ferro, baixos teores de óxido sulfúrico em acordo com a ABNT NBR 12653:2012. A morfologia do resíduo é composta por partículas predominantemente cilíndricas com algumas partículas irregulares. O RFV é composto por 91,9% de fase amorfa, 6% de gibbsita, 1,2% de nitreto de boro e 1,7% de hematita. Apresenta de 25 a 800°C uma perda de massa total de 42,19 %, sendo 4.7% relacionada à resina poliéster a base de ácido isoftálico. O diâmetro mediano do material após o tratamento é de 18,59  $\mu\text{m}$ , área superficial específica de 3,347m<sup>2</sup>/g e densidade de 1,711g/cm<sup>3</sup>.

- O RLV apresenta em sua composição química 73,3% de sílica, alumínio e ferro, baixos teores de óxido sulfúrico em acordo com a ABNT NBR 12653:2012. A morfologia do resíduo é composta por partículas predominantemente cilíndricas com algumas partículas irregulares. O RLR é composto por 100% de fase amorfa, sendo a sílica altamente reativa devido a sua estrutura amorfa e com defeitos. Apresenta de 25 a 800°C uma perda de massa total de 5,30%. O diâmetro mediano do material após o tratamento é de 25,61  $\mu\text{m}$ , área superficial específica de 0,555 $\text{m}^2/\text{g}$  e densidade de 2,596 $\text{g}/\text{cm}^3$ .

O teor de amorfo e a quantificação dos compostos minerais foi obtida através do refinamento baseado no Método de Rietveld dos dados da DRX. Ao final da análise e refinamento foram alcançados índices estatísticos, GOF e RWP, e ajuste gráfico entre o difratograma calculado e observado, que indicam uma análise quantitativa confiável.

## 5.2 Índice de Atividade Pozolânica

De acordo com a norma que determina o índice de atividade pozolânica com cimento Portland (NBR 5752:2014), somente as amostras de RLR e RLV foram consideradas pozolanas, atingindo uma índice de 84,8% e 98,7%, respectivamente. Utilizando o índice de atividade pozolânica com cal (NBR 5751:1992), somente as amostras de RLV atingiram os valores mínimos exigidos pelos requisitos físicos, 6 Mpa, para classificação como pozolana.

Utilizando o método da condutividade elétrica proposto por Luxán (1989), somente o RFV foi classificado como boa pozolana, enquanto que o RLR e RLV apresentaram pouca ou nenhuma atividade pozolânica. Como citado previamente, a reatividade apresentada pelo RFV pode estar associada a sua área específica superficial e não à uma atividade pozolânica, creditada pelos resultados abaixo da média encontrado nos ensaios de resistência.

## 5.3 Teor de Hidróxido de Cálcio e Carbonato de Cálcio

O teor de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) remanescente foi obtido através da análise térmica, termogravimétrica (TG) e calorimetria de varredura diferencial (DSC), e análise quantitativa de difração de raios X (DRX). Onde foi constatado que para todas as amostras,

com substituição por RLR, RFV e RLV promoveram uma diminuição na quantidade de  $\text{Ca(OH)}_2$  para todas as idades, sem aumentar a quantidade de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ). Considerando essa redução, descontada o fator de diluição, todas as amostras apresentaram atividade pozolânica.

#### **5.4 Influência na Hidratação do Cimento Portland**

A avaliação da influência da substituição do cimento Portland por RLR, RFV e RLV foram realizadas utilizando a análise quantitativa de DRX, adotando como parâmetro os teores de compostos comuns ao cimento Portland anidro, alita ( $\text{C}_3\text{S}$ ) e belita ( $\text{C}_2\text{S}$ ). O RLR e RFV apresentaram uma melhora na hidratação do  $\text{C}_3\text{S}$  e  $\text{C}_2\text{S}$ , entretanto o RLV provocou uma piora na hidratação tanto do  $\text{C}_3\text{S}$  quanto do  $\text{C}_2\text{S}$ . Essas diferenças podem estar relacionadas a redução na concentração de clínquer de cimento Portland provocada pela substituição por resíduo.

#### **5.5 Atividade Pozolânica**

Com relação à reatividade pozolânica dos resíduos RLR, RFV e RLV é possível concluir:

- O RLR atende aos critérios físicos e químicos exigidos em norma (NBR 12653: 2012), apresenta em 1/3 dos ensaios indiretos índice de atividade pozolânica exigido. E para todos os métodos diretos apresenta consumo de hidróxido de cálcio, atribuída à atividade pozolânica. O RLR promoveu uma média atividade pozolânica, devido ao consumo de hidróxido de cálcio e baixa reatividade, devido aos resultados obtidos pelo IAP com cimento Portland e Cal.
- O RFV atende alguns critérios físicos e químicos exigidos em norma (12653:2012), apresenta em 1/3 dos ensaios indiretos, método da condutividade elétrica, resultados mínimos exigidos, sendo o resultado creditado à sua área superficial específica e não à atividade pozolânica. E para todos os métodos diretos apresenta consumo de hidróxido de cálcio, porém essas reduções aparentemente estão relacionadas a relação conhecida da fibra

de vidro com o ambiente alcalino do cimento. A reação entre o hidróxido de cálcio e o RFV, baseado nos outros métodos, não sugere como resultado a formação de silicatos e aluminatos hidratados de cálcio. Logo, o RFV não apresentou atividade pozolânica, apesar de ocorrer o consumo de hidróxido de cálcio em um dos ensaios diretos, possivelmente relacionado ao ataque alcalino à fibra de vidro.

- O RLV atende aos critérios físicos e químicos exigidos em norma (NBR 12653:2012), apresenta em 2/3 dos ensaios indiretos, IAP com cimento Portland e IAP com cal, resultados mínimos exigidos, com elevado índice de atividade pozolânica. E para todos os métodos diretos apresenta consumo de hidróxido de cálcio, atribuída a atividade pozolânica. O RLV promoveu alta atividade pozolânica, alto consumo de hidróxido de cálcio para todas as idades e pode ser considerada uma pozolana de média/alta pozolanicidade, devido aos resultados obtidos dos ensaios de IAP com cimento Portland e cal.

Logo, o RLR e RLV apresentam-se como uma opção de material pozolânico, para emprego com cimento Portland. Apresenta como vantagem o fato de não demandarem nenhum processo de calcinação e seu beneficiamento se tornaria viável em larga escala, levando em consideração o baixo tempo de moagem e equipamentos utilizados no trabalho.

O RFV não apresentou um bom comportamento com as matrizes de cimento Portland e cal, e o consumo de hidróxido de cálcio não indica relação com a atividade pozolânica. Logo, o RFV, segundo os métodos utilizados no presente trabalho, não se apresenta como uma opção de material pozolânico.

## **5.6 Sugestões para Trabalhos Futuros**

- Avaliação do emprego RLR, RFV e RLV como fibra de reforço em compósitos de cimento Portland.
- Avaliação da durabilidade do compósito de cimento com RLR, RFV e RLV.

- Avaliação da atividade pozolânica do RLR, RFV e RLV, com idades superiores a 90 dias, conhecido que a atividade pozolânica se desenvolve de forma lenta.
- Todas as sugestões visam a aquisição e engrandecimento dos conhecimentos de pozolanas e dos resíduos trabalhados no presente trabalho.

## 6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

Alves, J.O. Processo de reciclagem da escória de aciaria e do resíduo de corte de granito visando a produção de lã mineral. Dissertação de mestrado. REDEMTA/UFOP. Ouro Preto, 2008.

Ângulo, S.C.; Zordan, S.E.; Jhon, V.M. Desenvolvimento sustentável e a reciclagem de resíduos na construção civil. 2001. Disponível em <[www.pedrasul.com.br/artigos/sustentabilidade.pdf](http://www.pedrasul.com.br/artigos/sustentabilidade.pdf)>. Acessado em 15/12/2015 às 10:43h.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 150 – 99a** Standard Specification for Portland Cement. Philadelphia.1999.

Ashori, A.; Tabarsa, T.; Valizadeh, I. Fiber reinforced cements boards made from recycled newsprint paper. *Materials Science and Engineering*. V. 528,p. 7801-7804. 2011.

Associação Brasileira de Cimento Portland – ABCP – Guia Básico de Utilização do Cimento Portland. Boletim Técnico. 7 Ed. São Paulo, 2002.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT – NBR 5732 – Cimento Portland Comum. Rio de Janeiro. 1991.

\_\_\_\_ NBR 5733 – Cimento Portland de Alta Resistência Inicial. Rio de Janeiro. 1991.

\_\_\_\_ NBR 5735 – Cimento Portland de Alto-Forno. Rio de Janeiro. 1991.

\_\_\_\_ NBR 5751 – Materiais Pozolânicos – Determinação de Atividade Pozolânica – Índice de atividade pozolânica com a cal. Rio de Janeiro. 1992.

\_\_\_\_ NBR 5752 - Materiais Pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica com cimento Portland – Índice de atividade pozolânica com o cimento. Rio de Janeiro. 2014.

\_\_\_\_ NBR 5736 – Cimento Portland Pozolânicos – Especificação. Rio de Janeiro.1991.

\_\_\_\_ NBR 7214 – Areia Normal para Ensaio de Cimento – Especificação. Rio de Janeiro. 1982.

\_\_\_\_ NBR 7215 – Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro. 1996.

\_\_\_\_ NBR 11578 – Cimento Portland Composto – Especificação. Rio de Janeiro. 1991.

\_\_\_\_ NBR 12653 – Materiais Pozolânicos – Requisitos. Rio de Janeiro. 2012.

\_\_\_\_ NBR EB-1763 – Aditivos para concreto de cimento Portland – Especificação. Rio de Janeiro. 1992.

Bakolas, A.; Aggelakopolou, A.; Anagnostopoulou, A. Evaluation of Pozzolanic Activity and Physico-Mechanical Characteristics in Metakaolin-Lime Pastes. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. V. 84, p. 157-163.2006.

Barata, M.; Dal Molin, D. Avaliação preliminar do resíduo caulínico das indústrias de beneficiamento de caulim como matéria-prima na produção de uma metacaulinita altamente reativa. *Ambiente Construído*. V.2, p 69-78. 2002

Borges, P. Utilização de resíduo de lã de vidro em fabricação de concreto. Ouro Preto. Dissertação de Mestrado. REDEMAT/UFOP. 2007.

Budak, M.; Akkurt, S.; Boke, H. Evaluation of heat treated clay for potential use in intervention mortars. *Applied Clay Science*. V.49, p.414-419.2010.

Callifice, A.; Michel, F.; Dislaire, G.; Pirard, E. Influence of particle shape on size distribution measurements by 3D and 2D image analyses and laser diffraction. *Powder Technology*. V.237, p.67-75. 2013.

Calligaris, G.; Franco, M. Aldrige, L.; Rodrigues, M.; Beraldo, A.; Yokaichiya, F.; Turrilas, X.; Cardoso, L. Assessing the pozzolanic activity of cements with added sugar cane straw ash by synchrotron X-ray diffraction and Rietveld analysis. *Construction and Building Materials*. V.98, p.44-50. 2015.

Cao, M.; Zhang, C.; Wei, J. Microscopic reinforcement for cement based composite materials. *Construction and Building Materials*. V.40, p.14-25. 2013.

Chen, C.; Huang.; Wu, J.; Yang, C. Waste E-glass particles used in cementitious mixtures. *Cement and Concrete Research*. V. 36, p.449-456. 2006.

Cheng, A.; Wei-Ting, L.; Huang, R. Application of rock wool waste in cement-based composites. *Materials and Design*. V.32, p. 636-642. 2011.

Chung, F.; Smith, D. *Industrial applications of x-ray diffraction*. Taylor Print on Dema. Ed. 4. United States. 1999.

Cordeiro, G.; Filho, R.; Tavares, L.; Fairbairn, M.; Hempel, S. Influence of particle size and specific surface area on the pozzolanic activity of residual rice husk ash. *Cement & Concrete Composites*. V.33, p.529-534. 2011.

Cordeiro, G.; Filho, R.; Tavares, L.; Fairbairn, E. Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete. *Cement and Concrete Research*. v.39, p.110-115. 2009.

Donatello, S.; Kuenzel, C.; Palomo, A. Fernández-Jiménez. High temperature resistance of a very high volume fly ash cement paste. *Cement and Concrete Composites*. V. 45, p. 234-242. 2014.

El-Jazairi, B.; Illston, J. The hydration of cement paste using the semi-isothermal method of derivative thermogravimetry. *Cement and Concrete Research*. V. 10, p. 361-366. 1980.

Enfedaque, A.; Gálvez, J.; Suárez, F. Analysis of fracture tests of glass fibre reinforced cement (GRC) using digital image correlation. *Construction and Building Materials*. V.75, p .472-487. 2015.

Enfedaque, A.; Cendón, D.; Gálvez, F.; Sánchez-Gálvez, V. Analyses of glass fiber reinforced cement (GRC) fracture surfaces. *Construction and Building Materials*. V. 24, p. 1302-1308. 2010.

Evangelista, N. Estudo da utilização de resíduos industriais de lã cerâmica e lã de vidro em argamassas e concretos. Tese de Doutorado. REDEMAT/UFOP. 2011.

Evangelista, N; Tenório, J.; Oliveira, J. Pozzolanicidade dos resíduos industriais, lã de vidro e lã cerâmica. *Revista Escola de Minas*. V. 65, p.79-85. 2012.

Fajun, W.; Grutzeck, M.; Roy, D.M. The retarding effects of fly ash upon the hidrataion of cement pastes: the first 24 hours. *Cement and Concrete Research*. V. 15, p. 174-184. 1985.

Fang, Y.; Chang, J. Microstructure changes of waste hydrated cement paste induced by accelerated carbonation. *Construction and Building Materials*. V.76, p. 360-365. 2015.

Fontes, W.; Dutra, M.; Okada, E.; Silva, G.; Peixoto, R. Argamassas com resíduos de lã de vidro e lã de rocha pós-processados. 56º Congresso Brasileiro de Concreto. IBRACON. 2014.

Fordham, C.; Smalley, I. A simple thermogravimetric study of hydrated cement. *Cement and Concrete Research*. V.15, p.141-144. 1985.

Freitas, E. Caracterização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar do município de Campos dos Goytacazes para uso na construção civil. Dissertação de Mestrado. UENF/LECIV. 2005.

Frías, M.; Cociña-Villar, E.; Sánches de Rojas, M.I.; Valencia-Morales, E. The effect that diferente pozzolanic activity methods has on the kinetic constantes of the pozzolanic reaction in sugar cane straw-clay ash/lime systems: Application of a kinetic-diffuse model. *Cement and Concrete Research*. V. 35, p. 2137-2142. 2005.

Gobbo, L. Os compostos do clínquer do cimento Portland: Sua caracterização por difração de raios x e quantificação pelo método de Rietveld. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2003.

Grist, E.; Paine, K.; Heath, A.; Norman, J.; Pinder, H. Structural and durability properties of hydraulic lime-pozzolan concrete. *Cement and Concrete Composites*. V. 61, p. 212-223. 2015.

Hehlen, B.; Neuville, D. Raman response of network modifier cations in alumino-silicate glasses. *The Journal of Physical Chemistry B*. V.119, p. 4093-4098. 2015.

Jiricková, M.; Cerny, R.; Effect of hydrophilic admixtures on moisture and heat transport and storage parameters of mineral wool. *Construction and Building Materials*. V.20, p.425-434. 2006.

Jubb, A; Allen, H. Vibrational spectroscopic characterization of hematite, maghemite, and magnetite thin films produced by vapor deposition. *ACS Applied Materials and Interfaces*. V.2, p. 2804-2812. 2010.

Kaminskas, R.; Cesnauskas, V.; Kubiliute, R. Influence of diferente artificial additives on Portland cement hydration and hardening. *Construction and Building Materials*. V.95, p. 537-544. 2015.

Kalampounias, A. IR and Raman spectroscopic studies of sol-gel derived alkilene-earth. *Bulletin of Materials Science*. V.34, p.299-303. 2011.

Lin, W.; Cheng, A.; Huang, R.; Zou S. Improved microstructure of cement-based composites through the addition of rock wool particles. *Materials Characterization*. V.84, p. 1-9.2013

López, F.; Martín, M.; Alguacil, F.; Rincón, J.; Centeno, T.; Romero, M. Thermolysis of fibreglass polyester composite and reutilisation of the glass fibre residue to obtain a glass-ceramic material. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. V.93, p.104-112. 2012.

Luxán, M.; 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.

Majumdar, A.; Nurse, R. Glass Fibre Reinforced Cement. *Materials Science and Engineering*. V.15, p. 107-127. 1974.

Marsh, B.; Day, R. Pozzolanic and cementitious reactions of fly ash in blended cement pastes. *Cement and Concrete Research*. V.18, p.301-310. 1988.

Massazza, F. Pozzolanic Cements. *Cement & Concrete*. V. 15, p.185-214.1993.

Marikunte, S.; Aldea, C.; Shah S. Durability of glass fiber reinforced cement composites. *Advanced Cement Based Materials*. V.5, p.100-108. 1997.

Mehta, P. ; Monteiro, P. *Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais*. 2ª Edição. IBRACON. 2014.

Mirzahosseini, M.; Riding, K. Effect of curing temperature and glass type on the pozzolanic reactivity of glass powder. *Cement and Concrete Research*. V. 58, p. 103-111. 2014.

Neto, L.; Pardini, L. *Compósitos estruturais: ciência e tecnologia*. 1ª Edição. Editora Edgard Blucher. São Paulo, 2006.

Netto, R. *Materiais Pozolânicos*. Monografia de Curso de Especialização em Construção Civil. UFMG. Belo Horizonte. 2006.

Nishi, F.; Takéuchi, Y.; Maki, I. Tricalcium silicate  $\text{Ca}_3\text{O}[\text{SiO}_4]$ : The monoclinic superstructure. *Zeitschrift für Kristallographie*. V.172, p.197-314. 1985.

Nita, C. *Utilização de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibras de celulose e PVA*. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2006.

Nita, C.; John, V.M. Materiais pozolânicos: o metacaulim e a sílica ativa. Boletim Técnico. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2007.

Okada, E.; Chilibi, P.; Bastos, L.; Eliane, R.; Fontes, W.; Peixoto, R.; Produção de argamassa aditivada com resíduo de fibra de vidro pós-processada. X Simpósio Brasileiro de Tecnologia da Argamassa. 2013.

Oliveira, R.; Brito, J.; Veiga, R. Incorporação de agregados finos de vidro em argamassas. Teoria e Prática na Engenharia Civil. V.2, p.25-39. 2013.

Omri, M.; Triki, A.; Guicha, M.; Hassen, M.; Arous, M.; El-Hamzaoui, H.; Bulou, A. Adhesion analysis of non-woven natural fibres in unsaturated polyester resin. Applied Physics A. V. 118, p. 1067-1078. 2015.

Paya, J. Determination of the pozzolanic activity of fluid catalytic cracking residue. Thermogravimetric analysis studies on FC3R – lime pastes. Cement and Concrete Research. 2003.

Picanço, M.; Angélica, R.; Barata, M. Cimentos Portland aditivados com arenito zeolítico com propriedades pozolânicas. Revista Matéria. V.19, n. 02, p. 68-80. 2014.

Pilar, R. Avaliação da atividade pozolânica da cinza pesada moída em pastas de cimento Portland. Dissertação de Mestrado. PPGEC. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 2012.

Purnell, P. Short, N.; Page, C. A static fatigue model for the durability of glass fibre reinforced cement. Journal of Materials Science. V.36 , p. 5385-5390. 2001.

Proctor, B.; Yale, B. Glass fibres for cement reinforcement. Phil. Trans. R. Soc. Lond. A 294, 427-436 (1980).

Richardson, I. The nature of the hydration products in hardened cement pastes. Cement and Concrete Composites. V. 22, p. 97-113. 2000.

Rietveld, H.M. A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structure. *Journal Of Applied Crystallography*. V. 2, p.65. 1969.

Rocha, G. Caracterização Microestrutural do Metacaulim de Alta Reatividade. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais. Pós graduação em engenharia metalúrgica e de minas. 2005.

Roszczyński, W. Determination of Pozzolanic Activity of Materials By Thermal Analysis. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. V. 70, p. 387-392. 2002.

Senhadji, Y.; Escadeillas, G.; Mouli, M.; Khelafi, H.; Benosman. Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar. *Powder Technology*. V.254, p. 314-323. 2014.

Silva, G. Estudo da Atividade Pozzolânica do Resíduo de Polimento de Porcelanato. Tese de doutorado. UFMG/CEPGEM. 2011.

Skrivars, M.; Niemela, P.; Koskienen, R.; Hormi, O. Process cure monitoring of unsaturated polyester resins, vinyl ester resins, and gel coats by Raman spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science*. V.93, p.1285-1292. 2004.

Taylor, H. *Cement Chemistry*. ACADEMIC PRESS. LONDON. 1990.

Tsunawaki, Y.; Iwamoto, N.; Hattori, T.; Mitsuishi, A. Analysis of  $\text{CaOSiO}_2$  and  $\text{CaOSiO}_2\text{CaF}_2$  glasses by Raman spectroscopy. *Journal of Non-Crystalline Solids*. V. 44, p. 369-378. 1981.

Vedalakshmi, R.; Sundara, A.; Raj, S.; Srinivasan, K.; Ganesh, B. Quantification of hydrated cement products of blended cements in low and medium strength concrete using TG and DTA technique. *Thermochimica Acta*. V. 407, p. 49-60. 2003.

Vejmelková, E.; Keppert, M.; Rovnaníková, P.; Keršner, Z.; Černý, R. Properties of lime composites containing a new type of pozzolana for the improvement of strength and durability. *Composites: Part B*. V. 43, p. 3234-3540. 2012.

VALE, 2014. <http://www.vale.com/brasil/pt/aboutvale/news/paginas/parceria-ufop-destino-sustentavel-materiais-descartados-tubarao.aspx>. Acessado em 15/12/2015 as 09:15h.

Vieira, F.T. Elementos do Bloco “p”. Notas de Aula. Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri. Diamantina. 2014. Disponível em <http://site.ufjvm.edu.br>. Acessado em 05/12/2015 as 18:35h.

Voglis, N.; Kakali, G.; Tsvivilis, S. Identification of Composite Cement Hydration Products by Means of X-Ray Diffraction. *Mikrochimica Acta*. V.126, p.181-183. 2001

Wu Yao, Y.; Manjian Wu, X. Quantitative evaluation of hydrated cement modified by sílica fume using QXRD,  $^{27}\text{AlMAS}$  NMR, TG-DSC and selective dissolution techniques. *Construction and Building Materials*. V. 36, p. 925-932. 2012.

Yamamoto, J.; Kihara, Y.; Coimbra, A.; Montanheiro, T. Environmental Impact Reduction on the Production of Blended Portland Cement in Brazil. *Environmental Geosciences*. V 4, p. 192-206. 1997.

Young, R.A. Introduction to the Rietveld method. *The Rietveld Method*. International Union of Crystallography. 1993.