

JOÃO CLÁUDIO BASSAN DE MORAES

**UTILIZAÇÃO DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR
COMO MATERIAL POZOLÂNICO EM MATRIZES CIMENTANTES**

Ilha Solteira
2015

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

**UTILIZAÇÃO DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR COMO
MATERIAL POZOLÂNICO EM MATRIZES CIMENTANTES**

JOÃO CLÁUDIO BASSAN DE MORAES

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia - UNESP – Campus de Ilha Solteira, para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Área de Conhecimento: Estruturas

Orientador: Prof. Dr. Mauro Mitsuuchi Tashima

Co-Orientador: Prof. Dr. José Luiz Pinheiro Melges

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

M827u Moraes, João Cláudio Bassan de.
Utilização da cinza de folha de cana-de-açúcar como material pozolânico em matrizes cimentantes / João Cláudio Bassan de Moraes. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2015
70 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Estruturas, 2015

Orientador: Mauro Mitsuuchi Tashima
Co-orientador: José Luiz Pinheiro Melges
Inclui bibliografia

1. Cinza de folha de cana-de-açúcar . 2. Material pozolânico. 3. Matriz cimentante. 4. Caracterização. 5. Resistência mecânica. 6. Material alternativo.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ILHA SOLTEIRA

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO: Utilização da cinza de folha de cana-de-açúcar como material pozolânico em matrizes cimentantes

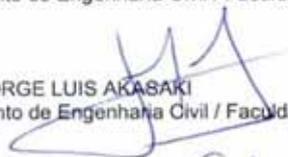
AUTOR: João Claudio Bassan de Moraes

ORIENTADOR: Prof. Dr. MAURO MITSUUCHI TASHIMA

CO-ORIENTADOR: Prof. Dr. JOSE LUIZ PINHEIRO MELGES

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de MESTRE EM ENGENHARIA CIVIL, Área: ESTRUTURAS, pela Comissão Examinadora:


Prof. Dr. MAURO MITSUUCHI TASHIMA
Departamento de Engenharia Civil / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira


Prof. Dr. JORGE LUIS AKASAKI
Departamento de Engenharia Civil / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira


Prof. Dr. FERMIN DE LA CARIDAD GARCIA VELASCO
Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas / Universidade Estadual de Santa Cruz

Data da realização: 27 de fevereiro de 2015.

Dedico este trabalho aos meus pais João Batista e Cássia Regina e à minha irmã Maria Júlia pelo incentivo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a todos que auxiliaram este trabalho, seja diretamente ou indiretamente.

Agradeço a Deus por estar sempre presente em todo local e hora e tornar tudo isso possível.

Agradeço aos meus pais João Batista e Cássia Regina, que me educaram com muito amor e são os grandes responsáveis por terem me feito chegar aqui.

Agradeço à minha irmã Maria Júlia por esses anos morando ao meu lado e acompanhando meu crescimento em Ilha Solteira.

Agradeço à Natasha pela motivação que tem me presenteado.

Agradeço ao orientador Prof. Dr. Mauro M. Tashima e co-orientador Prof. Dr. José Luiz P. Melges deste trabalho, e ao professor Prof. Dr. Jorge L. Akasaki, que sempre me auxiliaram academicamente, e compartilharam seu conhecimento sempre que necessário.

Agradeço ao Prof. Dr. Jordi Payá e à Profa. Dra. Lourdes Soriano, da *Universitat Politècnica de València – UPV*, pelo aprendizado e iluminando o caminho deste trabalho.

Agradeço ao grupo Materiais Alternativos de Construção (MAC) pelo apoio no desenvolvimento da pesquisa.

Agradeço ao Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón – ICITECH e ao Departamento de Física e Química – DFQ pelos suportes em ensaios de laboratório.

Agradeço aos técnicos do Laboratório Central de Engenharia Civil da FEIS/UNESP, Flávio, Gilson e Mário, pela colaboração do bom andamento da pesquisa.

Agradeço à Daniela, com quem iniciei a fase de pesquisas e sempre tem me acompanhado.

Agradeço ao Eng. Thiago Trentin, pela amizade que me proporcionou durante a pesquisa.

Agradeço ao Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pela bolsa de estudos concedida e ao projeto do CNPq (Processo 401724/2013-1).

RESUMO

O cimento Portland é largamente utilizado na construção civil, sendo também um dos materiais mais utilizados do mundo. Porém, há uma grande emissão de CO₂ na produção do cimento Portland, então surge a busca por materiais alternativos na construção civil. Outro problema está relacionado com o crescimento da produção de cana-de-açúcar no Brasil. A folha de cana-de-açúcar é um subproduto da colheita da cana-de-açúcar, e ela possui como qualidade o seu poder calorífico para geração de energia, que é comparável ao do bagaço de cana-de-açúcar. Entretanto, a produção de energia a partir da queima da folha de cana-de-açúcar gera um resíduo, a cinza de folha de cana-de-açúcar. Este resíduo é o principal elemento deste trabalho, objetivando seu uso como material pozolânico em matrizes cimentantes substituindo parcialmente o cimento Portland. Neste trabalho, é estudado desde a produção desta cinza até a sua utilização em matrizes cimentantes. Primeiramente, é estudado o modo de obtenção de uma cinza com boas qualidades pozolânicas. Portanto, são utilizados fornos para queimar a folha e obter a cinza, depois esta passa por um processo de peneiramento e, finalmente, a moagem do material. Após obter a cinza, esta é caracterizada pela Composição Química, Difração de Raio-X, Granulometria, Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier, Análise Termogravimétrica e Microscopia Eletrônica de Varredura. Em seguida, após a caracterização de cinza, esta é aplicada em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana com o objetivo de analisar sua reatividade pozolânica. Ensaios de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier, Análise Termogravimétrica e Microscopia Eletrônica de Varredura são utilizados como análise da evolução da reação pozolânica. Finalmente, a cinza é aplicada em argamassas substituindo parcialmente em massa o cimento Portland com o objetivo de analisar as propriedades mecânicas. Foram analisadas quatro diferentes substituições e comparadas à amostra controle sem cinza de folha de cana-de-açúcar. Os resultados de caracterização da cinza de folha de cana-de-açúcar e de pastas, como também das propriedades mecânicas de argamassas, mostram que o resíduo apresenta caráter pozolânico, podendo ser aplicado em até 30% em substituição parcial do cimento Portland.

Palavras-chave: Cinza de folha de cana-de-açúcar. Material pozolânico. Matriz cimentante. Caracterização. Resistência mecânica. Material alternativo.

ABSTRACT

Portland cement is widely used in building construction, and one of the mostly materials used in the world. However, Portland cement production generates huge amount of CO₂, and, consequently, researches for alternative materials in building construction is growing up. Another problem is related to growth of sugarcane production in Brazil. Sugar cane straw is a byproduct of harvesting sugar cane, and one of its qualities is the calorific value for power generation that can be compared to sugar cane bagasse. However, the production of energy from burning sugar cane straw generates a waste, the sugar cane straw ash. The residue is the main element in this work, aiming its use as pozzolanic material in cementitious binder replacing partially the Portland cement. In this work, is studied since the production of this ash until this use in cementing matrices. First, the method of obtaining a good ash with pozzolanic qualities is studied. Therefore, furnaces are used to burn the straw and obtain the ash, then it passes through sieves, and finally grinding the material. After obtaining the ash, it is characterized from Chemical Composition, X-Ray Diffraction, Particle Size, Fourier Transform Infrared Spectroscopy, Thermogravimetric Analysis and Scanning Electron Microscopy. Then, after characterizing the ash, it is assessed in cement pastes/pozzolan and lime/pozzolan to evaluate their pozzolanic reactivity. Fourier Transform Infrared Spectroscopy, Thermogravimetric Analysis and Scanning Electron Microscopy are used to evaluate the development of pozzolanic reaction. Finally, the ash is used in mortars replacing partially in mass the Portland cement to evaluate the mechanical properties. Four different substitutions were assessed and were compared to the control with no sugarcane straw ash. Results from characterization of sugar cane straw ash and pastes, as well as mechanical properties of mortars, show the residue present pozzolanic activity and can replace until 30% of Portland cement mass.

Keywords: Sugar cane straw ash. Pozzolanic material. Cementitious binder. Characterization. Mechanical strength. Alternative material.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	- Pantheon, em Roma, é um exemplo de utilização da mistura cal-pozolana.....	16
Figura 3.2	- Catacumbas de Roma: a) detalhe da parede; b) seção mostrando o substrato da parede.....	17
Figura 3.3	- Imagens de MEV de amostra de cinza de casca de arroz.....	19
Figura 3.4	- Imagens de MEV de amostra de cinza de bagaço de cana-de-açúcar: a) após 8 minutos de moagem; b) após 240 minutos de moagem.....	21
Figura 3.5	- Imagens de MEV de amostra de pasta cal e cinza de palha de cana-de-açúcar.....	23
Figura 4.1	- Distribuição granulométrica do agregado miúdo.....	25
Figura 4.2	- Conjunto de peneiras utilizado.....	26
Figura 4.3	- Moinho utilizado para diminuir o diâmetro das partículas da cinza de folha de cana-de-açúcar.....	27
Figura 4.4	- Fluorescência de Raios-X.....	27
Figura 4.5	- Difractômetro de Raios-X.....	28
Figura 4.6	- Aparato para determinar a granulometria a laser.....	29
Figura 4.7	- Equipamento utilizado para Análise Termogravimétrica.....	31
Figura 4.8	- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).....	32
Figura 4.9	- Máquina Universal EMIC®.....	32
Figura 4.10	- Ilustração das etapas do Procedimento Experimental para obtenção, caracterização da cinza e sua aplicação em matrizes cimentantes.....	33
Figura 4.11	- Evolução da temperatura de queima em função do tempo de queima da folha de cana-de-açúcar.....	35
Figura 4.12	- Argamassa pronta para ensaio de consistência e molde.....	40
Figura 4.13	- Mesa de ensaio de consistência.....	40
Figura 4.14	- Moldes utilizados para argamassa.....	41
Figura 4.15	- Moldes posicionados para moldagem da argamassa.....	41
Figura 4.16	- Corpos de prova recém moldados na câmara úmida.....	42
Figura 4.17	- Desmolde dos corpos de prova.....	42
Figura 4.18	- Corpos de prova desmoldados na câmara úmida aguardando a idade para ensaio de resistência à compressão.....	42
Figura 4.19	- Máquina EMIC®, onde os corpos de prova eram rompidos à flexão e à compressão.....	43
Figura 4.20	- Sequência do ensaio à flexão e compressão axial: a) ruptura por flexão, b) corpo de prova após ruptura por flexão, c) corpo de prova preparado para o ensaio de compressão axial, d) corpo de prova após ruptura por compressão axial.....	43
Figura 5.1	- Resultados da Difração de Raio-X da cinza de folha de cana-de-açúcar (CF).....	46
Figura 5.2	- Distribuição granulométrica da cinza de folha de cana-de-açúcar em diversos tempos de moagem.....	47
Figura 5.3	- Distribuição granulométrica em volume da cinza de folha de cana-de-açúcar em diversos tempos de moagem.....	47

Figura 5.4	- Distribuição granulométrica em volume e acumulada da cinza de folha de cana-de-açúcar moída por 50 minutos.....	49
Figura 5.5	- Análise pelo FTIR da cinza de folha de cana-de-açúcar (CF).....	50
Figura 5.6	- Análise Termogravimétrica cinza de folha de cana-de-açúcar (CF)..	51
Figura 5.7	- Imagens do MEV: a) cinza sem moer; b) cinza moída por 50 minutos.....	52
Figura 5.8	- Resultados do FTIR para pastas de cal/pozolana.....	53
Figura 5.9	- Resultados da Análise Termogravimétrica (curvas DTG) para pastas de cal/pozolana.....	54
Figura 5.10	- Imagem do MEV de pasta cal/pozolana após 28 dias de cura.....	57
Figura 5.11	- Resultados do FTIR para pastas de cimento/pozolana.....	58
Figura 5.12	- Resultados da Análise Termogravimétrica (curvas DTG) para pastas de cimento/pozolana.....	59
Figura 5.13	- Imagens do MEV de pastas cimento/pozolana após 28 dias de cura: a) C100-0 (controle); b) C-85-15 (15% de substituição de cinza).....	61
Figura 5.14	- Diâmetro de abertura das argamassas obtidos no ensaio de consistência.....	62
Figura 5.15	- Resultados do ensaio de resistência à compressão em função do tempo para as dosagens estudadas.....	64
Figura 5.16	- Resultados do ensaio de resistência à compressão em função da porcentagem de substituição de cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar para as dosagens estudadas.....	65
Figura 5.17	- Ganho de resistência das dosagens de substituições estudadas.....	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1	- Composição química do cimento utilizado (em %)	24
Tabela 4.2	- Proporções utilizadas em pastas de cal/pozolana	37
Tabela 4.3	- Proporções utilizadas em pastas de cimento/pozolana	37
Tabela 4.4	- Proporção dos materiais utilizados para a moldagem das argamassas	39
Tabela 5.1	- Composição química da cinza de folha de cana-de-açúcar (em %)	44
Tabela 5.2	- Parâmetros principais da granulometria de acordo com o tempo de moagem	48
Tabela 5.3	- Perda de água total (P_T) e perda devido a desidratação do hidróxido de cálcio (P_H) das amostras cal/pozolana para todas idades de cura	55
Tabela 5.4	- Cal fixada da pasta cal/pozolana para todas as idades de cura estudadas	56
Tabela 5.5	- Perda de água relacionada aos materiais hidratados em pastas de cal/pozolana para todas as idades de cura	56
Tabela 5.6	- Perda de água total (P_T) e perda devido a desidratação do hidróxido de cálcio (P_H) das amostras cimento/pozolana para todas idades de cura	60
Tabela 5.7	- Cal fixada da pasta cimento/pozolana para todas as idades de cura estudadas	60
Tabela 5.8	- Perda de água relacionada aos materiais hidratados em pastas de cimento/pozolana para todas as idades de cura	61
Tabela 5.9	- Resultados do ensaio de consistência para as dosagens estudadas (em mm)	62
Tabela 5.10	- Resultados do ensaio de resistência à compressão para as dosagens estudadas (em MPa)	63

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	12
1.2	IMPORTÂNCIA DO TEMA.....	12
1.3	ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO.....	13
2	OBJETIVOS.....	15
2.1	OBJETIVO GERAL.....	15
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	15
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
3.1	MATERIAIS POZOLÂNICOS.....	16
3.1.1	Definição.....	16
3.1.2	Histórico.....	16
3.1.3	Características.....	16
3.1.4	Classificação.....	17
3.1.5	Reação pozolânica.....	18
3.2	MATERIAIS POZOLÂNICOS EM MATRIZES CIMENTANTES.....	18
3.3	CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR.....	21
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	24
4.1	MATERIAIS.....	24
4.1.1	Cimento Portland.....	24
4.1.2	Agregado miúdo.....	24
4.1.3	Água de amassamento.....	24
4.1.4	Hidróxido de cálcio.....	24
4.1.5	Cinza de folha de cana-de-açúcar (CF).....	25
4.2	EQUIPAMENTOS.....	26
4.2.1	Forno para produção da cinza de folha de cana-de-açúcar.....	26
4.2.2	Peneiras.....	26
4.2.3	Moinho.....	26
4.2.4	Fluorescência de Raios-X (FRX).....	27
4.2.5	Difratômetro de Raios-X (DRX).....	28
4.2.6	Granulometria a laser.....	28
4.2.7	Espectrofotômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	29
4.2.8	Análise Termogravimétrica.....	30
4.2.9	Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).....	31
4.2.10	Máquina Universal EMIC®.....	32
4.3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	33
4.3.1	Produção da cinza de folha de cana-de-açúcar.....	34
4.3.2	Caracterização da cinza de folha de cana-de-açúcar.....	35
4.3.3	Estudo da cinza de folha de cana-de-açúcar em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana.....	37
4.3.3.1	<i>Composição das pastas de cal.....</i>	<i>37</i>
4.3.3.2	<i>Composição das pastas de cimento.....</i>	<i>37</i>

4.3.3.3	<i>Ensaio realizado para análise da evolução da reação pozolânica das pastas.....</i>	38
4.3.4	Estudo da influência da cinza de folha de cana-de-açúcar em argamassas.	38
4.3.4.1	<i>Composição das dosagens das argamassas.....</i>	39
4.3.4.2	<i>Preparação da argamassa, ensaio de consistência e moldagem.....</i>	39
4.3.4.3	<i>Avaliação da resistência mecânica da argamassa.....</i>	42
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	44
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR....	44
5.1.1	Composição química.....	44
5.1.2	Difração de Raios-X (DRX).....	45
5.1.3	Granulometria a laser.....	46
5.1.4	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)...	49
5.1.5	Análise Termogravimétrica.....	50
5.1.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	51
5.2	ESTUDO DA REATIVIDADE POZOLÂNICA DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR EM PASTAS.....	52
5.2.1	Pastas cal/pozolana.....	52
5.2.1.1	<i>Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....</i>	52
5.2.1.2	<i>Análise Termogravimétrica.....</i>	53
5.2.1.3	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....</i>	56
5.2.2	Pastas cimento/pozolana.....	57
5.2.2.1	<i>Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....</i>	57
5.2.2.2	<i>Análise Termogravimétrica.....</i>	58
5.2.2.3	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....</i>	61
5.3	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR EM ARGAMASSAS.....	61
5.3.1	Resultados do ensaio de consistência.....	62
5.3.2	Resultados de resistência à compressão.....	63
6	CONCLUSÕES.....	67
	REFERÊNCIAS.....	69

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Material pozolânico ou pozolanas são materiais silicosos ou silicoaluminosos que reagem com hidróxido de cálcio na presença de água e endurecem, criando materiais resistentes. Diferente dos materiais hidráulicos, que possuem também cálcio somado à sílica e/ou alumínio em sua composição, as pozolanas não conseguem endurecer somente pela presença de água.

O nome “pozolana” surgiu das cinzas vulcânicas da região de Pozzuoli no Império Romano, que, quando misturadas com a cal, produziam material aglomerante. Atualmente, este nome se estende a materiais inorgânicos, naturais ou artificiais, que endurece quando misturado hidróxido de cálcio juntamente com a água.

Seu uso foi restrito por muito tempo na Itália, onde eram encontradas quantidades consideráveis de pozolanas naturais. Nos outros países, o uso de pozolanas começou recentemente com o uso de resíduos, como a cinza volante, em conjunto com o cimento. O material pozolânico reage com o hidróxido de cálcio da reação de hidratação do cimento e forma materiais resistentes. Estudos mostram que o uso de pozolanas em concretos tem aumentado sua resistência e durabilidade (GHIASVAND et al., 2014; SENHADJI et al., 2014).

Neste trabalho, será avaliada a cinza de folha da cana-de-açúcar (CF) como material pozolânico em matrizes cimentantes. Destaca-se que é um produto com pouca pesquisa, sendo que somente autores como Villar-Cociña et al. (2002), Frías et al. (2005; 2006) e Martirena et al. (2006) possuem trabalhos publicados em revistas de alto impacto sobre o uso deste tipo de cinza como material pozolânico.

1.2 IMPORTÂNCIA DO TEMA

A construção civil vem crescendo a cada ano no mundo inteiro. Atualmente, o cimento é o segundo material mais utilizado no mundo (AÏTCIN, 2000), sendo 59,4 milhões de toneladas no Brasil (SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO - SNIC, 2013) e 3,7 bilhões toneladas no mundo (INTERNATIONAL CEMENT REVIEW, citado por FEDERACIÓN INTERAMERICANA DEL CEMENTO - FICEM, 2012), ficando atrás somente da água, que consta com 9 bilhões de m³ (MEKONNEN;

HOEKSTRA, 2011). Estima-se que a emissão de CO₂ pela produção do cimento representa de 5% a 8% do total emitido mundialmente (SHARP et al., 2010).

Segundo a UNIÃO DA INDÚSTRIA DE CANA-DE-AÇÚCAR - UNICA (2014), a produção de cana-de-açúcar foi de 653,4 mil toneladas na colheita de 2013/2014 no Brasil. A folha utilizada neste trabalho é um subproduto da colheita da cana-de-açúcar e, com o dado da produção nacional, nota-se que há uma abundante quantidade deste material. Atualmente, muito desta folha é queimada ao ar livre como um processo de pré-colheita e contribui com impactos ambientais negativos, sendo que já existe lei para a proibição deste tipo de queima. Após a colheita, uma quantidade enorme de folha fica concentrada no campo, sendo que uma parte recobre o solo, mas uma parte grande não possui nenhuma destinação.

Autores tem estudado métodos de colheita deste material com o objetivo de gerar energia, pois seu poder calorífico é comparável ao do bagaço de cana-de-açúcar. Portanto, pode-se aplicar um processo de queima controlada para geração dessa energia e produzindo uma cinza de boa qualidade para aplicação na construção civil como substituição parcial do cimento Portland.

A utilização de pozolanas a partir de resíduos de agricultura, como será mostrado na Revisão Bibliográfica, traz um benefício ecológico, pois estaria dando uma destinação a este material e a conseqüente redução do uso de cimento. Além disso, traz benefícios tecnológicos por melhorar a durabilidade e resistência de argamassas e concretos, como também econômico, por reduzir consumo de cimento, e social, pela geração de empregos.

1.3 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

A dissertação apresenta seis capítulos, além da Introdução, que serão descritos a seguir:

O segundo capítulo apresenta os objetivos gerais e específicos da dissertação.

O terceiro capítulo apresenta uma revisão bibliográfica do tema, desde conceitos básicos sobre o assunto, como também pesquisas sobre a cinza de folha da cana-de-açúcar.

O quarto capítulo aborda os materiais e métodos utilizados neste trabalho e descrição detalhada de cada um deles.

O quinto capítulo mostra os resultados dos ensaios executados, discutindo e analisando cada um deles.

O sexto capítulo apresenta as conclusões parciais do trabalho.

Finalmente, no sétimo capítulo, as referências bibliográficas utilizadas neste trabalho são apresentadas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral do trabalho é estudar um resíduo da agricultura, a cinza de folha de cana-de-açúcar, e seu potencial para aproveitamento na construção civil como material pozolânico.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Este trabalho tem como objetivos específicos:

1. Produzir a cinza de folha de cana-de-açúcar, e caracterizá-la fisicamente e quimicamente para determinar seu possível caráter pozolânico;
2. Estudar a reatividade pozolânica da cinza de folha de cana-de-açúcar em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana;
3. Determinar a porcentagem ótima de substituição parcial do cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar através das propriedades mecânicas de argamassas.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 MATERIAIS POZOLÂNICOS

3.1.1 Definição

Segundo a Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT (2012), material pozolânico são materiais silicosos ou silicoaluminosos que, por si sós, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio para formar compostos com propriedades aglomerantes.

3.1.2 Histórico

Os primeiros usos de pozolanas se datam na época do Império Romano, quando utilizavam as cinzas vulcânicas da região de Pozzuoli para reagir com a cal e gerar um material resistente. Muitas obras naquela época foram construídas a partir da mistura de cal-pozolana (Figura 3.1).

Figura 3.1 – Pantheon, em Roma, é um exemplo de utilização da mistura cal-pozolana



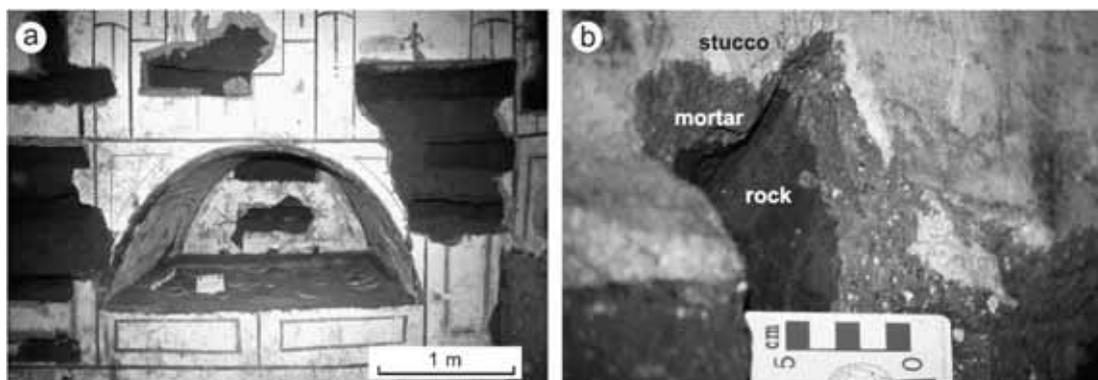
Fonte: Cartwright (2013).

Sánchez-Moral et al. (2004) estudaram as misturas cal/pozolana de catacumbas romanas (Figura 3.2) e destacam que a sua alta resistência, insolubilidade e endurecimento mesmo sob água eram conhecidas desde aquela época. O uso da mistura cal/pozolana é conhecido até na Idade Média, pois, no século XIX, o Cimento Portland desbancou estes e outros aglomerantes na construção civil (VEJMELKOVÁ et al., 2012).

Atualmente, entretanto, as pozolanas tem ganhado destaque novamente na substituição parcial do cimento Portland, melhorando a durabilidade do concreto reduzindo a emissão de CO₂. Além disso, a pozolana melhora a densificação da matriz, como também

diminui a quantidade de hidróxido de cálcio, melhorando contra ataques de ácido. Isso tudo faz com que as pozolanas contribuam para a produção de concretos mais econômicos e duráveis (SENHADJI et al., 2014).

Figura 3.2 – Catacumbas de Roma: a) detalhe da parede; b) seção mostrando o substrato da parede



Fonte: Sánchez-Moral et al. (2004).

3.1.3 Características

No geral, os materiais pozolânicos apresentam as seguintes características (TASHIMA, 2006; HEWLETT, 2008):

- 1) Alto teor de SiO_2 ou $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$;
- 2) Material fino;
- 3) Material amorfo.

Tendo essas características, o material consegue reagir com o hidróxido de cálcio formando materiais resistentes semelhantes aos encontrados na hidratação do cimento Portland.

3.1.4 Classificação

As pozolanas podem ser classificadas quanto sua origem, podendo ser naturais ou artificiais (HEWLETT, 2008).

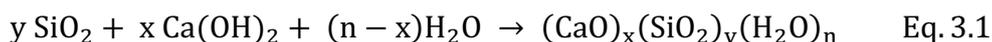
As pozolanas naturais estão ligadas aos materiais pozolânicos de origem vulcânica, ou seja, não é produzida através da ação do homem. Como exemplo são citados: tufo vulcânicos e argilas calcinadas. A desvantagem destes materiais é que não são renováveis, ou seja, seu uso é limitado às jazidas destes materiais.

Já as pozolanas artificiais estão ligadas a subprodutos ou resíduos ou podem ser produzidos para ser um material pozolânico (metacaulim, por exemplo), mas são caracterizadas por ser um fruto da ação do homem. Podemos citar a cinza volante e a sílica

ativa (industriais), como também a cinza de casca de arroz, a cinza do bagaço de cana de açúcar, e, presente neste trabalho, a cinza de folha de cana de açúcar (agrícolas).

3.1.5 Reação pozolânica

A reação pozolânica consiste na reação entre o material pozolânico e o hidróxido de cálcio produzindo materiais resistentes. Segundo Ordoñez et al. (2002) e Villar-Cociña et al. (2002), a sílica reage com o cálcio em ambiente aquoso e produz silicato cálcico hidratado $((\text{CaO})_x(\text{SiO}_2)_y(\text{H}_2\text{O})_n)$, que pode ser escrito C-S-H na sua forma abreviada). Também se produzem aluminato cálcico hidratado (C-A-H) e silicoaluminato cálcico hidratado (C-A-S-H), dependendo da composição química da pozolana (HEWLETT, 2008). O silicato cálcico hidratado também é o material obtido na reação do Cimento Portland. A Eq. 3.1 mostra a reação química que ocorre (PEREIRA et al., 2013):



A reação com a cal pelas pozolanas depende dos seguintes fatores: natureza das fases ativas, teor de SiO_2 , a relação cal/pozolana da mistura, o tempo de cura e a temperatura. Sendo que a taxa de combinação também depende da área específica da pozolana, a relação água/material sólido e a temperatura (HEWLETT, 2008).

Como o cimento Portland produz $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em sua reação de hidratação, o material pozolânico reagiria com este hidróxido de cálcio formando materiais resistentes contribuindo para a resistência e durabilidade de argamassas ou concretos. Esta reação em matrizes cimentantes é pesquisada até os dias de hoje.

3.2 MATERIAIS POZOLÂNICOS EM MATRIZES CIMENTANTES

Muitos pesquisadores estão estudando materiais pozolânicos em substituição parcial do cimento Portland. Autores como Payá et al. (2000), Villar-Cociña et al. (2010), Cordeiro et al. (2008, 2009, 2011) e Tashima (2006) pesquisaram o uso de resíduo da agricultura como material pozolânico.

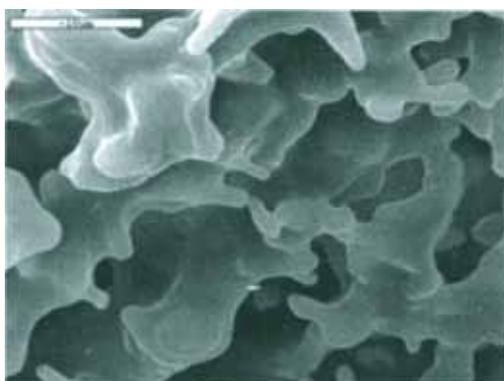
Sabe-se que hoje já são comercializados cimentos Portland com pozolanas em sua composição e a influência do material pozolânico se vê desde o início do processo de hidratação do cimento, sendo que alguns dos fatores modificados são o calor de hidratação, a quantidade de portlandita e a água combinada (HEWLETT, 2008). A utilização de pozolanas também tem acelerado a hidratação do cimento. O progresso da hidratação do

cimento Portland pode ser medido pelo crescimento do teor de portlandita da mistura. A presença de pozolana altera a taxa de portlandita ao longo do tempo da mistura, variando de acordo com a reatividade do material pozolânico. Esse fenômeno é chamado de Efeito Partícula (TASHIMA, 2012).

Quando se trata de pozolanas em argamassas e/ou concretos já endurecidos, autores tem mostrado que o uso de material pozolânico, como o metacaulim, tem aumentado tanto sua resistência mecânica quanto durabilidade, desde que se utilize proporções adequadas a cada dosagem (RAMEZANIANPOUR; JOVEIN, 2012).

No estudo da cinza de casca do arroz, Payá et al. (2000) utilizaram três tipos de cinzas diferentes, sendo duas procedentes de incineração sem recuperação de energia e uma de forno de combustão utilizado para desidratação de alimentos de animais. A primeira (Figura 3.3) e a segunda amostra possuíam coloração negra, e a terceira, acinzentada. Os autores encontraram um alto teor de sílica (mais de 80%) nas três amostras. Apesar da alta quantidade de sílica, os materiais apresentaram material cristalino em sua composição através da Difração de Raio-X. Os autores também fizeram ensaio com hidróxido de potássio (KOH) com o objetivo de determinar a porcentagem de sílica amorfa nas amostras, onde a segunda e a terceira amostras apresentaram 26%, enquanto a primeira apresentou 14%. Após os ensaios preliminares, a primeira amostra foi utilizada em misturas e cimento/cal/pozolana, substituindo 15% do cimento por pozolana, e concluíram que a cinza de casca do arroz não atua como material inerte e também notaram que a presença de cinza ajuda na hidratação do cimento.

Figura 3.3 – Imagens do MEV da primeira amostra de cinza de casca de arroz



Fonte: Payá et al. (2000).

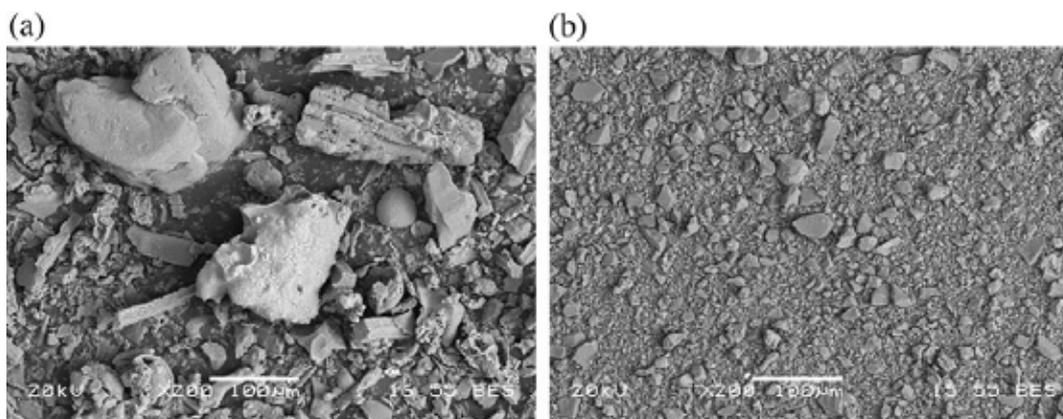
Villar-Cociña et al. (2010) utilizaram cinza de folha de bambu como material pozolânico. Pelos ensaios de caracterização, encontraram um alto teor de sílica (mais de 80%) e uma estrutura amorfa do material através da Difração de Raio-X, resultados que

mostra o potencial pozolânico do material. Quando utilizado em misturas de cal/pozolana, os autores puderam confirmar que a cinza de folha de bambu é um material pozolânico, pois no ensaio de condutividade elétrica, o material foi perdendo a condutividade ao longo do tempo, indicando a ocorrência da reação entre os íons e a formação de cristais resistentes.

Já em relação a estudos com a cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC), há trabalhos recentes publicados com bons resultados. Em um trabalho de Cordeiro et al. (2008), os autores estudaram se a melhora de concretos pela substituição parcial do cimento Portland pela CBC era pelo seu efeito filler ou por ser material pozolânico através de ensaios de caracterização, de atividade pozolânica e de resistência mecânica. Os autores concluíram a partir destes ensaios que a CBC pode ser classificado como material pozolânico. Em outro trabalho, Cordeiro et al. (2008) estudaram uma forma de obtenção da cinza fina através da variação do tempo de moagem, e observaram um aumento de 20% de resistência mecânica em relação ao controle utilizando a cinza produzida. A Figura 3.4 ilustra a diminuição do diâmetro da partícula da CBC entre dois tempos de moagem estudados (8 e 240 minutos). Já um trabalho mais recente, Cordeiro et al. (2011) estudaram a combinação da CBC e da cinza de casca do arroz (CCA) substituindo 40% do cimento Portland, sendo 20% para cada tipo de pozolana. Também foram realizadas, como comparação, dosagens de referência sem pozolanas, com substituição parcial de 20% de CBC e substituição de 20% de CCA. O autor concluiu que a CCA é melhor em relação a CBC para resistência mecânica do concreto. A combinação das duas cinzas permitiu atingir um nível elevado de substituição do cimento sem a necessidade de utilizar grandes quantidades de superplastificante devido à reologia da CBC. Além disso, a junção das cinzas diminuiu significativamente o aumento da temperatura máxima adiabática de concretos convencionais. Ainda obtiveram menos cargas elétricas no ensaio de penetração do íon cloreto em relação ao concreto convencional, indicando uma melhora na durabilidade do concreto.

O trabalho de Tashima (2006) é um trabalho do Grupo MAC – Materiais Alternativos de Construção -, da UNESP de Ilha Solteira, onde o autor utilizou a cinza de casca de arroz como material pozolânico e a sílica ativa como comparação. Tanto o modo de produção da cinza, como os ensaios de caracterização e utilização em matrizes cimentantes, são similares à esta dissertação, mas fazendo o uso da cinza de folha da cana-de-açúcar.

Figura 3.4 – Imagens de MEV de amostra de cinza de bagaço de cana-de-açúcar: a) após 8 minutos de moagem; b) após 240 minutos de moagem



Fonte: Cordeiro et al. (2008).

Sobre a caracterização da cinza, Tashima (2006) encontrou um alto teor de SiO_2 no valor de 83% na composição química do material, menor do que a sílica ativa, que possui teor de 91%. Na Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier, a cinza de casca do arroz apresentou comportamento muito similar ao da sílica ativa. Já na Difração de Raio-X, a cinza de casca do arroz apresentou ser um material totalmente amorfo, dando forte indicativo que é um material muito reativo. Esse indicativo aumentou no ensaio de determinação de sílica amorfa, onde a cinza apresentou 99% de material amorfo. Nos ensaios de Granulometria a Laser, Massa Específica e Área Específica foi determinada a granulometria ótima para a cinza de casca do arroz em relação ao tempo de moagem, de onde se concluiu que 20 minutos é o melhor tempo para se obter um menor diâmetro e uma maior área específica.

Nos ensaios de resistência mecânica, onde a cinza de casca de arroz substituiu parcialmente o cimento Portland e foi comparada a uma referência e a sílica ativa como substituição, o autor concluiu que há ganhos de até 40% em relação ao traço controle e que a cinza de casca do arroz pode ser comparada à sílica ativa.

3.3 CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR

Ripoli e Gamero (2007) estudaram uma forma de colheita da folha de cana-de-açúcar para ser levada a caldeiras e gerar energia. Autores como Ripoli (1991), citado por Ripoli e Gramero (2007), Hoi e Martincigh (2013) e Deepchand (1986), estudaram que o poder calorífico da folha de cana-de-açúcar está no intervalo entre 13-19 kJ/t. Este valor é comparável ao poder calorífico do bagaço de cana-de-açúcar, que também é da ordem de 18 kJ/t quando está seco (HUGOT, 1986). Com pesquisas sendo realizadas no âmbito de gerar energia a partir da folha de cana-de-açúcar, sabe-se que a queima pode gerar um resíduo: a

cinza de folha de cana-de-açúcar. Como possível destinação deste resíduo, pode-se apontar sua utilização na construção civil como material pozolânico na substituição parcial do cimento Portland.

Como material pozolânico, a cinza de folha de cana-de-açúcar (CF) é um material que começou a ser recentemente estudado. Autores como Villar-Cociña et al. (2002), Frías et al. (2005, 2006), Martirena et al. (2006), Guzmán et al. (2011) publicaram trabalhos sobre o aproveitamento desta cinza.

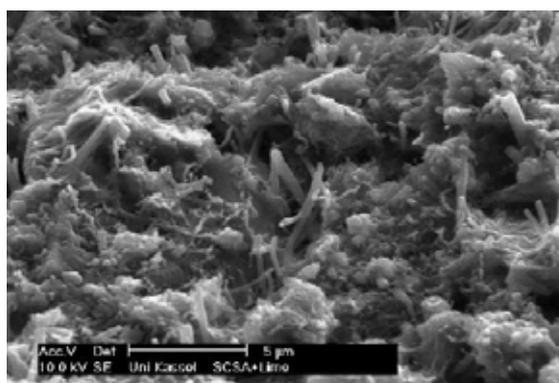
Villar-Cociña et al. (2002) estudaram a cinética da reação cal/pozolana da cinza de folha de cana-de-açúcar através da medição de corrente elétrica. Foram estudadas seis amostras: cinza de folha de cana-de-açúcar acrescido em 20% e 30% de argila calcinados a 800°C e 1000°C (quatro amostras) e foram comparadas a cinza de casca do arroz com adição de argila a 800°C (duas amostras). O objetivo da argila na composição é trabalhar como um aglutinante. Para avaliar a reatividade pozolânica, foi utilizada uma solução saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Os autores só realizaram o ensaio de composição química da cinza de folha de cana-de-açúcar com a argila, onde mostrou teores de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ maiores que 75%. Os autores concluíram que a cinza de folha de cana-de-açúcar possui boa atividade pozolânica quando comparada à cinza de casca do arroz com base na determinação dos parâmetros cinéticos.

Frías et al. (2005 e 2006) estudaram as mesmas amostras que Villar-Cociña et al. (2002), mas fizeram o ensaio de Difração de Raio-X, onde observaram que a argila calcinada a temperatura de 1000°C mostrou uma quantidade maior de quartzo. Os autores também observaram uma diminuição da reatividade pozolânica com o aumento da argila na composição das amostras. Finalmente, concluíram que as quatro amostras possuem alta reatividade pozolânica, mas a amostra com 20% de argila a 800°C apresentou a maior reatividade dentre elas.

Martirena et al. (2006) estudaram um modo rudimentar para obtenção de uma cinza de folha de cana-de-açúcar com caráter pozolânico. Os autores utilizaram um incinerador, onde a cinza foi queimada a 600°C com tempo de colocação da folha e retirada da cinza em um valor entre 1-3 horas. Duas amostras de cinzas diferentes foram utilizadas para caracterização e mistura de cal/pozolana, sendo a primeira do topo do incinerador (cinza 1) e a segunda da parte inferior (cinza 2), pois a variação de temperatura entre as duas partes foi de 50°C. Também foi utilizada uma cinza produzida a céu aberto. A composição da cinza 1 foi muito parecida em relação à cinza 2, a pouca diferença entre elas foi explicada devido a material não queimado ou homogeneização da cinza. Os teores de SiO_2 se encontraram

próximos de 60%, de Al_2O_3 abaixo dos 4% e quantidade de CaO próxima de 10%. O ensaio de Difração de Raio-X encontrou material amorfo e cristalino nas três cinzas e os autores concluíram que há menos material cristalino nas cinzas onde foram queimadas no incinerador. Quando misturadas as cinzas 1 e 2 com a cal (Figura 3.5), nota-se que nos primeiros 20 dias a cinza 2 apresenta uma maior reatividade, mas depois dessa idade, a cinza 1 passa a ter mais cal consumida. Após os 40 dias, elas seguem iguais até a data de 90 dias, último dado do ensaio. Em ensaios de resistência mecânica, as três cinzas possuíram comportamento mecânico muito semelhantes. Os autores concluíram que ambas as cinzas possuem boa reatividade pozolânica. Já quando comparadas com a cinza queimada a céu aberto, apesar de possuir mais material cristalino e menos amorfo, não viram diferença quando se utiliza os resultados de ensaios mecânicos como comparação.

Figura 3.5 – Imagens de MEV de amostra de pasta cal e cinza de palha de cana-de-açúcar



Fonte: Martirena et al. (2006).

Guzmán et al. (2011) estudaram a cinza de folha de cana-de-açúcar no modo de produção, caracterização do material e aplicação em matrizes cimentantes. Primeiramente, os autores estudaram três processos de obtenção da cinza, variando a temperatura e forma de queima. A maior reação pozolânica foi da terceira cinza, onde ela passou por um processo de pré-queima e depois queimada por 2 horas a 700°C . No ensaio de Difração de Raio-X, encontraram material amorfo na cinza. Já no ensaio de composição química, encontraram uma alta quantidade de SiO_2 (81%) e baixas quantidades de Al_2O_3 e CaO . No ensaio de granulometria e também o último ensaio de caracterização, determinaram que $D_{50} = 17,7 \mu\text{m}$. Partindo para ensaios de resistência mecânica de argamassa, os autores concluíram que a cinza pode ser utilizada abaixo de 40% em substituição do cimento, sendo que as porcentagens de 10% e 20% apresentaram os melhores resultados.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo está dividido em três partes: materiais, equipamentos e procedimento experimental.

4.1 MATERIAIS

4.1.1 Cimento portland

O cimento utilizado foi o CP V – ARI Plus. A escolha deste cimento se justifica por possuir mais de 95% de clínquer na composição, não possuindo adição de pozolana para que não haja interferência na atividade pozolânica da cinza de folha de cana-de-açúcar. A caracterização do cimento é mostrada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Composição química do cimento utilizado (em %)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	N ₂ O	K ₂ O	SO ₃	Outros	PF*
18,2	6,2	3,2	62,3	0,7	0,2	0,7	2,8	1,2	4,5

* PF: Perda ao fogo

4.1.2 Agregado miúdo

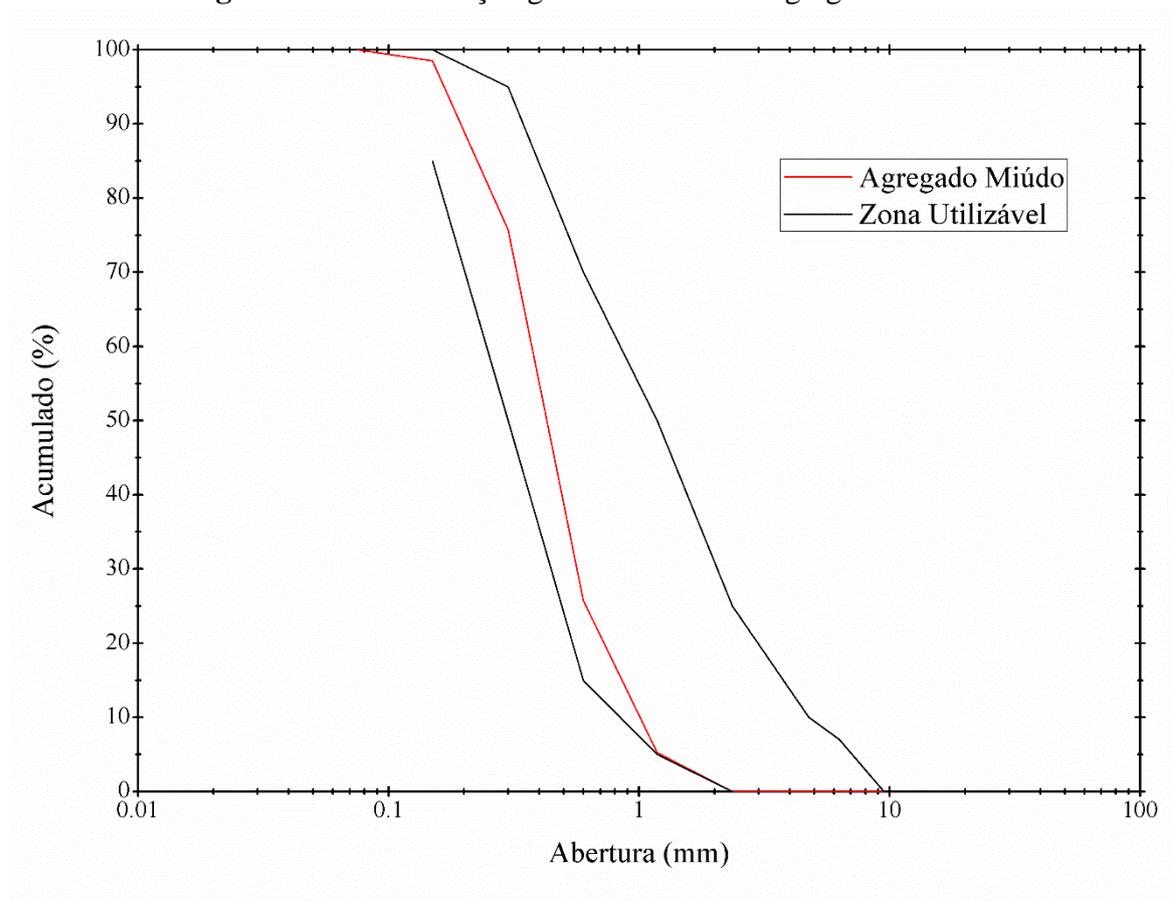
O agregado miúdo utilizado tem origem de Castilho/SP. Ele foi caracterizado de acordo com a granulometria, umidade e massa específica. As normas utilizadas são da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). A umidade do agregado miúdo é de 0,08%, com grau de finura 2,05 e a massa específica é de 2,667 g/cm³. A distribuição granulométrica é mostrada na Figura 4.1. Pelos resultados, o agregado miúdo é caracterizado como médio.

4.1.3 Água de amassamento

A água de amassamento utilizada é obtida do abastecimento público de Ilha Solteira.

4.1.4 Hidróxido de cálcio

O Hidróxido de Cálcio foi utilizado para produzir as pastas cal/pozolana, que serão utilizadas para analisar a reatividade pozolânica da cinza de folha de cana-de-açúcar através das técnicas experimentais Espectrofotômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Análise Termogravimétrica (TG). O hidróxido de cálcio utilizado possui mais de 95% de pureza.

Figura 4.1 – Distribuição granulométrica do agregado miúdo

Fonte: Próprio autor

4.1.5 Cinza de folha de cana-de-açúcar (CF)

A cinza de folha de cana-de-açúcar (CF) é o material principal deste estudo, portanto, foram estudados o método de produção, caracterização do material, sua utilização em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana, como também a influência em argamassas com substituição parcial do cimento Portland. A origem da folha de cana-de-açúcar para a queima é da empresa Usina Vale do Paraná. A cinza de folha de cana-de-açúcar foi produzida por um forno com patente do grupo MAC – Materiais Alternativos de Construção. A cinza foi caracterizada pelas técnicas experimentais Fluorescência de Raios-X, Difração de Raios-X, Granulometria a Laser, Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier, Análise Termogravimétrica e Microscopia Eletrônica de Varredura. As pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana tem como objetivo analisar a atividade pozolânica da cinza de folha de cana-de-açúcar através da Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier e Análise Termogravimétrica. A substituição parcial do cimento Portland em argamassas foi realizada para analisar a influência da cinza de folha de cana-de-açúcar e definir a melhor porcentagem de substituição pela pozolana.

Todos os detalhes sobre equipamentos e dosagens estão descritos nos itens 4.2 e 4.3, a seguir.

4.2 EQUIPAMENTOS

4.2.1 Forno para produção da cinza de folha de cana-de-açúcar

O forno utilizado neste trabalho foi o mesmo que Tashima (2006) utilizou na produção da cinza de casca do arroz. Dado os bons resultados de atividade pozolânica da cinza de casca do arroz utilizando este forno, justificando que neste trabalho a CF passou pelo mesmo procedimento. Trata-se de um processo de autocombustão, onde a folha de cana-de-açúcar é inserida no forno, iniciado o processo de queima e tampado para manter uma temperatura constante ao longo do forno.

4.2.2 Peneiras

Como a cinza vem com muitas impurezas do forno, são utilizadas peneiras para melhor seleção do material obtido. As peneiras possuem capacidade de 1 kg de material, e os tamanhos de abertura utilizados estão entre os valores de 0,300 mm e 4,76 mm. A Figura 4.2 mostra o conjunto de peneiras utilizado.

Figura 4.2 – Conjunto de peneiras utilizado



Fonte: Próprio autor

4.2.3 Moinho

Após a retirada da cinza do forno, ela foi colocada num moinho para diminuir o diâmetro das partículas e aumentar a superfície específica. O moinho utilizado pode ser visto na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Moinho utilizado para diminuir o diâmetro das partículas da cinza de folha de cana-de-açúcar



Fonte: Próprio autor

4.2.4 Fluorescência de Raios-X (FRX)

A Fluorescência de Raios-X (FRX) foi utilizada para determinar a composição química da cinza de folha de cana-de-açúcar, ou seja, os óxidos que contem na cinza.

O método de funcionamento da Fluorescência de Raios-X se inicia com uma radiação primária fazendo com que os elétrons de camadas interiores sejam expulsos. Os elétrons de camadas mais externas ocupam esses lugares. O excesso de energia dessa transição se dissipa em forma de fótons, que é chamada de radiação secundária ou Raio-X Fluorescente. Juntamente com o conhecimento de cada radiação secundária característica de cada elemento, podemos identifica-los através do equipamento. Para medir a concentração do elemento, mede-se a intensidade da energia que ele produz a cada transição de elétrons (TASHIMA, 2012). O modelo utilizado foi o XRF Philips Magix Pro (Figura 4.4).

Figura 4.4 – Fluorescência de Raios-X



Fonte: Tashima (2012).

4.2.5 Difratorômetro de Raios-X (DRX)

O Difratorômetro de Raio-X (DRX) foi utilizado para determinar a mineralogia da cinza de folha de cana-de-açúcar. A técnica consiste em medir o desvio de Raio-X que incide na amostra para determinar cristais. O modelo utilizado foi o RX Diffractometer Seifert TT 3003 (Figura 4.5).

Figura 4.5 – Difratorômetro de Raios-X



Fonte: Tashima (2012).

O método de funcionamento do Difratorômetro de Raio-X se dá pela medição do desvio da incidência de feixe primário de Raio-X na amostra (TASHIMA, 2012). Os ângulos de difração estão relacionados com a distância entre os planos dos materiais cristalinos presentes na amostra, de acordo com a Lei de Bragg (Eq. 4.1):

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{Eq. 4.1}$$

Onde:

n : número inteiro;

λ : comprimento de onda do Raio-X;

d : distância entre planos do cristal;

θ : ângulo entre o feixe incidente e o refratado.

4.2.6 Granulometria a laser

Este aparelho tem como objetivo determinar a distribuição dos tamanhos das partículas da cinza. O método de funcionamento da granulometria a laser é a partir da

incidência de luz monocromática sobre a partícula, onde detectores ópticos captam a dispersão da luz. Utilizando modelos ópticos que consideram a partícula como uma esfera, a distribuição do tamanho da partícula é obtida (TASHIMA, 2012).

O equipamento utilizado foi o Mastersizer 2000 da Malvern Instruments (Figura 4.6). Este equipamento permite a medição de partículas entre $0,02 \mu\text{m}$ e $2000 \mu\text{m}$. Como o equipamento só permite a utilização de materiais úmidos, foi utilizada água destilada. O equipamento também conta com uma fonte ultrassônica para melhor dispersão das partículas.

Figura 4.6 – Aparato para determinar a granulometria a laser



Fonte: Tashima (2012).

4.2.7 Espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Este aparelho tem como objetivo mais importante a determinação dos materiais orgânicos, mas tem se destacado ultimamente na determinação de materiais inorgânicos no meio científico. O FTIR será utilizado para analisar os materiais encontrados na cinza e também determinar os materiais formados na hidratação do cimento com pozolana e também da reação pozolânica com cal e cinza. O método de funcionamento consiste na absorção a nível molecular de radiação na zona de espectro infravermelho, que produz vibrações e rotações das moléculas. Para absorver radiação infravermelha, uma molécula deve sofrer uma mudança no momento dipolar, que é consequência da vibração ou rotação. Somente nessas circunstâncias que o campo elétrico da radiação pode interagir com a molécula e causar mudanças na amplitude de alguns movimentos (TASHIMA, 2012).

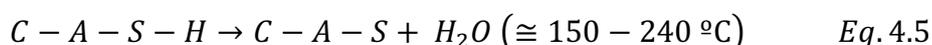
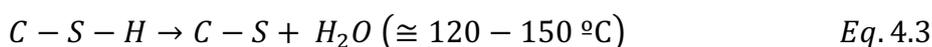
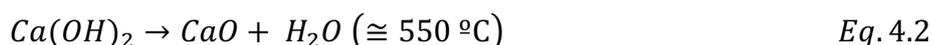
O equipamento utilizado foi o Bruker TENSOR 27, onde a frequência compreendida pelo aparelho está entre 4000 cm^{-1} a 400 cm^{-1} . As amostras foram inseridas em um crisol de alumínio e ensaiadas na atmosfera de ar.

4.2.8 Análise termogravimétrica

A Análise Termogravimétrica é outra técnica para analisar os materiais da cinza, como também determinar os materiais formados nas reações a partir de pastas cimento/pozolana e cal/pozolana. O método de funcionamento do equipamento consiste em medir a variação de massa com o aumento da temperatura em um ambiente controlado. Deste ensaio, é obtido um gráfico Massa x Temperatura nomeado termograma ou curva de decomposição térmica. Neste gráfico, há a curva termogravimétrica (TG), que mostra a diminuição ou o aumento de massa em função da temperatura. Para uma melhor análise, um gráfico chamado derivada termogravimétrica (DTG), que é a derivada da curva TG, também é mostrado, onde esta curva mostra se houve variação de massa através de picos. Outra curva obtida é a análise térmica diferencial simultânea (SDTA), onde pode-se obter se as variações de massa foram exotérmicas ou endotérmicas. A partir destes últimos gráficos, pode-se ver as grandes variações de massa durante o ensaio e o tipo de reação (TASHIMA, 2012). O equipamento utilizado neste trabalho foi o módulo TGA 850 Mettler-Toledo (Figura 4.7), que permite medir simultaneamente a curva TG, DTG e SDTA. Foi utilizado crisol de alumina para análise da cinza de folha de cana-de-açúcar e alumínio para as pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana. A atmosfera foi de nitrogênio.

No caso deste trabalho, a Análise Termogravimétrica pode ser útil a partir do conhecimento das reações químicas da Eq. 4.2, Eq. 4.3, Eq. 4.4 e Eq. 4.5 (JAMES; RAO, 1986; CRUZ et al., 2013; TASHIMA, 2012).

A partir das variações mostradas no gráfico DTG nas temperaturas das reações descritas, pode-se determinar quais materiais foram formados nas reações.



Sendo:

C-S-H: Silicato Cálcico Hidratado

C-A-H: Aluminato Cálcico Hidratado

C-A-S-H: Silicoaluminato Cálcico Hidratado

Figura 4.7 – Equipamento utilizado para Análise Termogravimétrica



Fonte: Tashima (2012).

4.2.9 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

O uso da microscopia eletrônica tem como objetivo analisar a morfologia da cinza de folha de cana-de-açúcar, bem como os compostos que foram formados após a reação de hidratação. O método de funcionamento deste equipamento é a partir da varredura de feixes de elétrons na amostra. Ao varrer a superfície com elétrons de energia elevada, sinais são formados. Estes sinais podem ser elétrons retroespalhados e secundários, que são a base de microscópios eletrônicos. A partir desses sinais vindas da energia dos elétrons, imagens são mostradas a partir de um computador (TASHIMA, 2012).

O equipamento utilizado foi o JEOL JSM6300 (Figura 4.8), que aplicou uma voltagem de 20 kV na amostra para obtenção das imagens. O equipamento que reveste com ouro é o BALTEC SCD 005. A microanálise foi feita por um equipamento OXFORD INSTRUMENTS. O programa de aquisição de Raios-X foi o X-Ray Analysis. O programa para quantificar o MEV é o método ZAF. Para a aquisição de imagens, utilizou-se o programa Autobeam.

Figura 4.8 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)



Fonte: Tashima (2012).

4.2.10 Máquina Universal EMIC®

A Máquina Universal EMIC® foi utilizada para ensaiar os corpos-de-prova de argamassa de cimento/pozolana à compressão axial e analisar a resistência mecânica. Os corpos-de-prova são colocados em uma base metálica e esmagados até a ruptura, onde a carga final era determinada pelo computador e utilizada para calcular a resistência em MPa.

A Máquina Universal EMIC® utilizada foi o modelo PC200®, com um limite de carga de 200 toneladas, que é controlada pelo computador e pelo modelo DL30000®. O aparato de ensaio é mostrado na Figura 4.9.

Figura 4.9 – Máquina Universal EMIC®

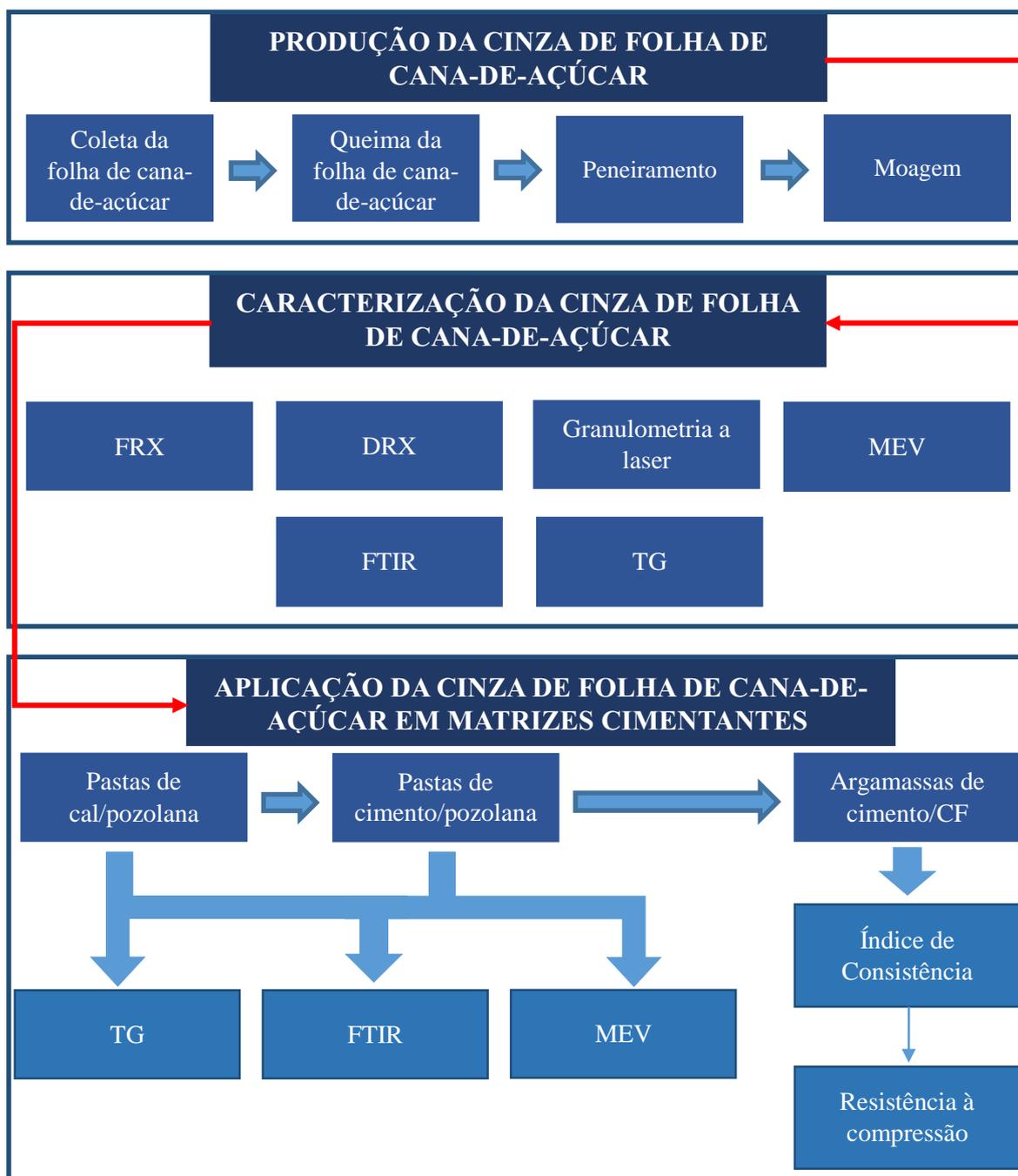


Fonte: Próprio autor

4.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A Figura 4.10 ilustra o Procedimento Experimental para obtenção e caracterização da cinza de folha de cana-de-açúcar, como também as etapas da aplicação deste material em matrizes cimentantes. Cada etapa e ensaio serão explicados nos itens posteriores.

Figura 4.10 – Ilustração das etapas do Procedimento Experimental para obtenção, caracterização da cinza e sua aplicação em matrizes cimentantes



Fonte: Próprio autor

4.3.1 Produção da cinza de folha de cana-de-açúcar

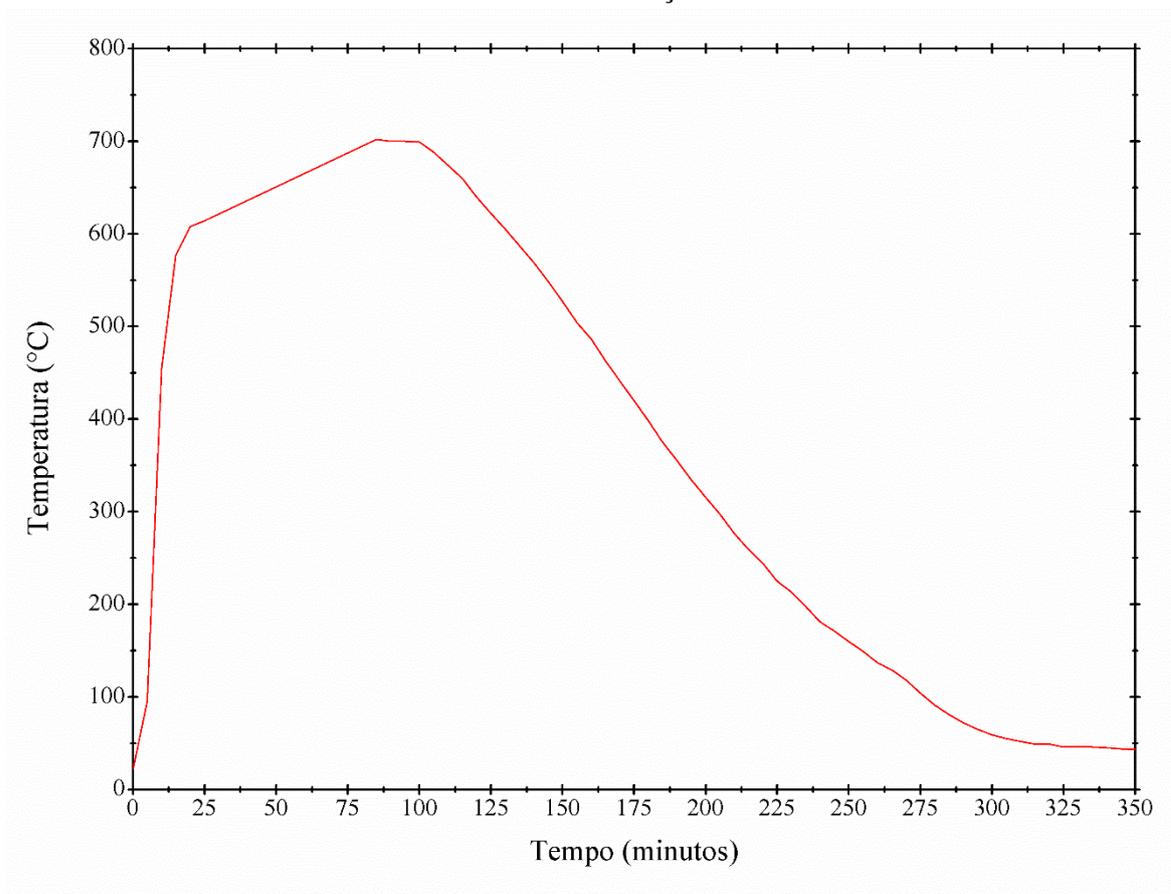
Após a obtenção da folha, o primeiro passo é a queima do material no forno. Como procedimento, primeiramente a folha de cana-de-açúcar é inserida no forno, onde será queimada pelo processo de autocombustão. Espera-se em torno de um dia para que o forno esfrie e a cinza possa ser retirada. A produção média de cinza é de 1,30 kg a partir da média de 19,91 kg de folha de cana-de-açúcar, ou seja, uma eficiência de queima média de 6,53 % em relação ao valor de matéria-prima colocado no forno.

Para avaliar a variação da temperatura de queima com o tempo, utilizou-se um termopar. O resultado deste ensaio é ilustrado na Figura 4.11. Nota-se que a queima tem duração de aproximadamente 300 minutos (6 horas), pois a partir deste tempo a temperatura atinge seu menor valor e se mantém constante. A temperatura de pico foi de 702°C, que foi atingida entre os tempos de 85 e 100 minutos. Em comparação ao trabalho de Tashima (2006), a cinza da folha de cana-de-açúcar é obtida mais rapidamente do que a cinza de casca de arroz, que teve duração de queima de 36 horas. Entretanto, o pico de temperatura desta cinza foi de 850°C, que é maior do obtido neste trabalho. A diferença de tempo e temperatura de queima pode ser explicada quanto a compactação do material dentro do forno, já que a folha de cana-de-açúcar é um material bem menos compactável do que a casca do arroz. Estas diferenças influenciam no caráter pozolânico do material, pois o tempo e a temperatura de queima estão relacionadas à perda ao fogo e a fase da cinza que é retirada do forno.

Partindo para a próxima etapa, com o objetivo de diminuir a quantidade de impurezas e também uma melhor seleção do material obtido do forno, a cinza foi passada por um processo de peneiramento. Foi colocado o material em quantidade de 1 kg nas peneiras por 7 minutos. O material que passa da peneira ASTM #50 (abaixo de 0,300 mm) foi utilizado para a sequência do trabalho.

Finalmente, para diminuir o diâmetro da cinza e aumentar a superfície específica do material, a CF é colocada no moinho. Cordeiro et al. (2008) estudaram várias granulometrias e superfícies específicas da cinza do bagaço de cana-de-açúcar e constatou que, quanto maior a superfície específica, maior foram as resistências mecânicas quando o cimento foi substituído parcialmente pelo cinza. Os tempos de moagem foram de 5 a 50 minutos, com intervalo de 5 minutos. O menor diâmetro das partículas encontrado no ensaio de granulometria a laser nos tempos executados foi adotado como tempo ótimo para moagem da cinza.

Figura 4.11 – Evolução da temperatura de queima em função do tempo de queima da folha de cana-de-açúcar



Fonte: Próprio autor

Após estes procedimentos de preparo da cinza, foram realizados também ensaios de caracterização antes de seguir para a próxima etapa de confecção de pastas e argamassas.

4.3.2 Caracterização da cinza de folha de cana-de-açúcar

A caracterização da cinza é fundamental para uma melhor compreensão da relação entre características do material que será trabalhado e as propriedades dos compósitos gerados. A partir dos ensaios de caracterização, é possível ver o potencial da cinza como material pozolânico. Os estudos de caracterização foram realizados no Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón – ICITECH, na Universitat Politècnica de València (UPV), Espanha

No ensaio por Fluorescência de Raio-X obtem-se a composição química da cinza de folha de cana-de-açúcar. É importante que o material apresente quantidades de SiO_2 ou $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, o que pode indicar seu potencial para ser um material pozolânico.

Já no aparelho Difractômetro de Raio-X (DRX), é possível analisar a mineralogia e morfologia da cinza de folha de cana-de-açúcar. Foram utilizadas a radiação $K\alpha$ de Cu e

um monocromador secundário (filtro de Níquel) que elimina a radiação $K\beta$ de Cu. A intensidade e a voltagem do gerador de Raio-X foi de 20 mA e 40 kV, respectivamente. Foram registrados os difractogramas para o intervalo de 2θ entre 5° e 60° , com passo de 0,02 e tempo acumulado de 2 segundos. Como resultado do DRX, é possível determinar se a cinza de folha de cana-de-açúcar apresenta estrutura amorfa, que é característica de material pozolânico.

Para definir o melhor tempo de moagem da cinza, fez-se o uso da granulometria a laser. O ensaio foi realizado com amostras nos tempos já descritos anteriormente. A partir deste ensaio, definiu-se o tempo ótimo de moagem para o menor diâmetro de partícula encontrado. A cinza com a granulometria definida foi utilizada na confecção de pastas e argamassas.

Para os ensaios de FTIR e TG, são utilizadas amostras que passam pela Peneira #200 (75 μm). Primeiramente, a cinza foi secada em estufa durante 30 minutos a 60°C . Na análise pelo FTIR, a amostra foi preparada em forma de pastilhas de 7 mm de diâmetro. Já para o TG, a amostra foi ensaiada em um crisol de alumina, na atmosfera de arsênio (fluxo de gás: 75 mL/min) a pressão ambiente, e foi submetida em um intervalo de temperatura entre 35°C e 1000°C , com uma velocidade de esquentamento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Finalmente, o gráfico TG, DTG e SDTA são obtidos para análise.

Finalmente, o MEV foi utilizado nesta etapa para analisar a morfologia da CF. Também utilizou-se o equipamento para comparar a cinza de folha de cana-de-açúcar antes e após o processo de moagem, onde a cinza moída foi utilizada nas etapas seguintes do trabalho. Para este ensaio, as amostras foram metalizadas com ouro para melhorar a condutividade elétrica e, após esta etapa, utiliza-se o MEV para obter imagens do material. O tempo de exposição da amostra é de 90 segundos, com uma intensidade de 40 mA e uma distância de trabalho de 5 mm. A pressão no processo de recobrimento é de $2,4 \times 10^{-2}$ mbar.

Após os ensaios de caracterização da cinza, o material foi testado em ensaios para analisar a evolução da reação em pastas com cal/pozolana e cimento/pozolana.

4.3.3 Estudo da cinza de folha de cana-de-açúcar em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana

Neste capítulo é dividido em duas etapas: a preparação das pastas (cal/pozolana e cimento/pozolana) que serão analisadas e o procedimento dos ensaios realizados.

Dos ensaios realizados nesta etapa, espera-se que a cinza de folha de cana-de-açúcar consuma a cal, no caso das pastas cal/pozolana, e que reaja com o hidróxido de cálcio da reação do cimento, nas pastas cimento/pozolana, para gerar produtos hidratados resistentes.

4.3.3.1 Composição das pastas de cal

Foi somente utilizada uma proporção de cal:pozolana de 3:7 em massa curada a 20°C. Esta proporção é justificada por não conhecer a reatividade da cinza. A relação água/aglomerante (soma em massa de cal e pozolana) foi de 0,80 devido a necessidade de água requerida pelo hidróxido de cálcio (Tabela 4.2).

Tabela 4.2 – Proporções utilizadas em pastas de cal/pozolana

Nome	Proporção Cal/Pozolana	Cal (g)	Pozolana (g)	Água (g)
Cal-CF 3:7	3:7	3,0	7,0	8,0

4.3.3.2. Composição das pastas de cimento

Após realizar os ensaios com a pasta de cal e determinando se há a reação da cinza com o hidróxido de cálcio, são confeccionadas as pastas de cimento/pozolana, que tem como objetivo analisar quimicamente a combinação entre os materiais. Foram utilizadas uma pasta controle com nenhuma substituição de cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar, e outra pasta de substituição parcial de 15% em massa do cimento pela pozolana, ambas com uma relação água/aglomerante (soma em massa do cimento e pozolana) de 0,50 (Tabela 4.3). A justificativa dessa proporção estudada está relacionada a proporções ótimas já estudadas de resíduos originários da indústria da cana-de-açúcar (CORDEIRO et al., 2008; GUZMÁN et al., 2011). As amostras foram curadas a 20°C.

Tabela 4.3 – Proporções utilizadas em pastas de cimento/pozolana

Nome	Proporção Cimento/Pozolana	Cimento (g)	Pozolana (g)	Água (g)
Controle	100/0	10,0	0	5,0
CF15%	85/15	8,5	1,5	5,0

4.3.3.3 Ensaios realizados para análise da evolução da reação pozolânica das pastas

Com as pastas prontas, as amostras para os ensaios de análise da evolução da reação pozolânica são preparadas. As pastas cal/pozolana e cimento/pozolana foram analisadas no FTIR e TG após 3, 7, 28 e 90 dias de cura a 20°C. Para a análise através do MEV, as amostras foram estudadas após 28 dias de cura a 20°C.

As amostras devem ser moídas e fazer o uso de acetona para que não ocorra mais o processo de hidratação. As amostras passam por um processo de filtração e depois são colocadas em uma estufa durante 30 minutos a 60°C. Após isso, a amostra seca ainda passa pela Peneira #200 (75 µm) e o material passante é utilizado para os de FTIR e TG. Na análise pelo FTIR, as amostras foram preparadas e ensaiadas conforme foi descrito no item 3.3.2. Já para o TG, as amostras foram ensaiadas em um crisol de alumínio, na atmosfera de nitrogênio (fluxo de gás: 75 mL/min) a pressão ambiente, e foi submetida em um intervalo de temperatura entre 35°C e 600°C, com uma velocidade de esquentamento de 10°C/min. Finalmente, o gráfico DTG é obtido para análise.

Durante a obtenção de amostras para os ensaios de FTIR e TG, são retirados pequenos fragmentos que serão analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os procedimentos de preparo das amostras para utilização do aparelho são os mesmos descritos no item 3.3.2. Após os ensaios realizados para analisar a reação pozolânica da cinza de folha de cana-de-açúcar através de pastas, segue-se para o estudo da sua influência em argamassas.

4.3.4 Estudo da influência da cinza de folha de cana-de-açúcar em argamassas

Este capítulo está dividido em três partes: composição das dosagens das argamassas, moldagem e ensaio de consistência e, finalmente, os corpos de prova tem sua resistência mecânica avaliada em ensaios de compressão axial.

4.3.4.1 Composição das dosagens das argamassas

Para a composição dos traços de argamassa, os seguintes materiais foram utilizados: cimento/cinza, areia e água. A proporção entre material cimentante e areia foi de 1:2,50. Já a relação água/material cimentante foi de 0,50. Essas proporções foram utilizadas por apresentar boa consistência sem a utilização de aditivos, de modo que se obtenha boas resistências mecânicas, sendo possível analisar o efeito da cinza de folha de cana-de-açúcar nestes dois parâmetros.

Foram realizadas cinco porcentagens de substituição: 0% (controle), 15%, 20%, 25% e 30%. A justificativa dos valores relativamente altos de substituições utilizados se dá pelo objetivo de ver fortemente a influência da cinza em argamassas. Não se utilizou valores maiores porque tem sido apoiado na bibliografia (GUZMÁN, 2011) uma perda muito grande da resistência mecânica quando a substituição do cimento por pozolana residuária da indústria de cana-de-açúcar supera o valor de 30%.

As idades de ruptura do ensaio de resistência à compressão são: 3 dias, 7 dias, 28 dias e 90 dias. A escolha dessas idades é justificada para determinar se a cinza é reativa a curtos ou longos tempos de cura.

A Tabela 4.4 apresenta as proporções dos materiais que foram pesados e utilizados para moldagem. Com as proporções definidas, a próxima etapa é a moldagem das argamassas.

Tabela 4.4 – Proporção dos materiais utilizados para a moldagem das argamassas

Argamassa	Cimento (g)	CF (g)	Água (g)	Areia (g)
Controle	500	0	250	1250
CF15%	425	75	250	1250
CF20%	400	100	250	1250
CF25%	375	125	250	1250
CF30%	350	150	250	1250

4.3.4.2 Preparação da argamassa, ensaio de consistência e moldagem

O processo de moldagem teve como referência a Norma da NBR 7215/96 (ABNT, 1996).

Após os materiais serem pesados, eles foram levados à argamassadeira e seguiu o procedimento:

- Colocaram-se a água e o cimento/pozolana, que foram batidos por 30 segundos em velocidade lenta;
- Colocou-se a areia por 30 segundos enquanto a argamassadeira estava em velocidade lenta;
- Em seguida, após a colocação de toda a areia, os materiais foram batidos por 60 segundos em velocidade alta;
- Após este tempo em velocidade alta, a argamassa descansou por 90 segundos, onde durante esse tempo, o manuseador retirava materiais que ficaram grudados na argamassadeira, homogeneizando a argamassa.

- Finalmente, a argamassa foi batida por mais 60 segundos em velocidade alta e seguiu para o ensaio de consistência e molde (Figura 4.12).

Figura 4.12 – Argamassa pronta para ensaio de consistência e molde



Fonte: Próprio autor

No ensaio de consistência, que foi realizado conforme a referida norma em uma mesa circular (Figura 4.13), foram medidos três diâmetros de abertura em posições diferentes e calculadas a média e o desvio padrão.

Figura 4.13 – Mesa de ensaio de consistência



Fonte: Próprio autor

Após o ensaio de consistência, foram utilizadas formas 40x40x160 mm³ (Figura 4.14) para a moldagem da argamassa. Fez-se o uso de uma mesa vibratória para melhor compactação e retirada de vazios da argamassa (Figura 4.15).

Figura 4.14 – Moldes utilizados para argamassa



Fonte: Próprio autor

Figura 4.15 – Moldes posicionados para moldagem da argamassa



Fonte: Próprio autor

Finalmente, os corpos de prova foram colocados em câmara úmida (Figura 4.16) para o processo de cura à temperatura ambiente (25°C) e umidade maior que 95%. Após um dia, os corpos de prova eram desmoldados, colocados em plásticos para evitar a perda de água (Figura 4.17) e depois retornavam à câmara úmida para continuar o processo de cura (Figura 4.18). Após isso, os corpos de prova eram levados para serem rompidos por flexão e compressão nas idades já estipuladas.

Figura 4.16 – Corpos de prova recém moldados na câmara úmida



Fonte: Próprio autor

Figura 4.17 – Desmolde dos corpos de prova



Fonte: Próprio autor

Figura 4.18 – Corpos de prova desmoldados na câmara úmida aguardando a idade para ensaio de resistência à compressão



Fonte: Próprio autor

4.3.4.3 Avaliação da resistência mecânica da argamassa

Quando os corpos de prova atingem a idade estipulada, eles são levados à ruptura por compressão axial. Os corpos de prova foram rompidos nas seguintes idades: 3 dias, 7 dias, 28 dias e 90 dias. A Figura 4.19 mostra o equipamento da EMIC® PC200 antes do ensaio ser realizado.

A Figura 4.20 mostra a sequência dos corpos de prova no ensaio de flexão e compressão axial. Três corpos de prova eram ensaiados à flexão para cada dosagem e idade,

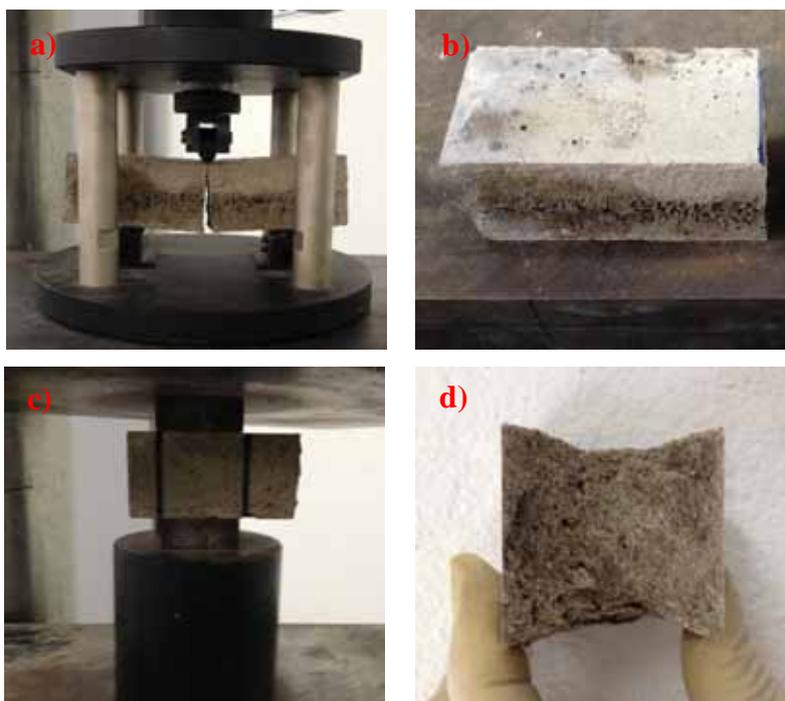
originando seis corpos de prova para ensaio de resistência à compressão. Após os ensaios, as cargas foram anotadas e as resistências à compressão dos corpos de prova foram calculados para os seis corpos de prova, onde se calculavam a média e o desvio padrão para a dosagem e idade analisada. Os resultados serão mostrados e discutidos no Capítulo 5.

Figura 4.19 – Máquina EMIC®, onde os corpos de prova eram rompidos à flexão e à compressão



Fonte: Próprio autor

Figura 4.20 – Sequência do ensaio à flexão e compressão axial: a) ruptura por flexão, b) corpo de prova após ruptura por flexão, c) corpo de prova preparado para o ensaio de compressão axial, d) corpo de prova após ruptura por compressão axial



Fonte: Próprio autor

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, serão apresentados os resultados e as discussões dos ensaios realizados. São três etapas de apresentação dos resultados e discussões: caracterização da cinza de folha de cana-de-açúcar, estudo da reatividade pozolânica em pastas e influência da cinza de folha de cana-de-açúcar em argamassas.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR

Neste item serão apresentados e discutidos os resultados dos ensaios de caracterização da cinza de folha de cana-de-açúcar. São eles: composição química, difração de raios-X, granulometria a laser, FTIR, TG e MEV.

5.1.1 Composição química

No ensaio do equipamento de Fluorescência de Raio-X (FRX) obteve-se a composição química da cinza de folha de cana-de-açúcar. Os resultados estão na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Composição química da cinza de folha de cana-de-açúcar (em %)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	N ₂ O	K ₂ O	SO ₃	P ₂ O ₅	Outros	PF
36,5	2,8	3,4	16,4	7,3	0,2	7,9	4,4	4,0	1,6	15,5

Pelos resultados apresentados, nota-se que a cinza possui uma quantidade razoável de SiO₂ (36,5%), e uma baixa quantidade de Al₂O₃ (2,8%). Esses resultados mostram que o material tem caráter silicoso. Foi também encontrado um alto teor de CaO (16,4%), mas em ensaios realizados com pastas de cinza e água não mostraram que o material possua caráter hidráulico. Outros óxidos presentes na composição química são: MgO (7,3%), K₂O (7,9%) e P₂O₅ (4,0%). Por fim da análise de composição química, nota-se uma elevada perda ao fogo durante o ensaio. Isso deve-se a quantidade de matéria orgânica que não foi corretamente queimada.

Comparando ao trabalho de Frias et al. (2006), a cinza utilizada pelos autores possui 70% de SiO₂ e uma perda ao fogo de 1%. Também foram encontradas quantidades de outros óxidos: CaO, SO₃ e K₂O. Já no trabalho de Guzmán et al. (2011), a cinza utilizada pelos autores apresentou 81% de SiO₂ e perda ao fogo de 4%. Também foram encontrados outros óxidos, como CaO, K₂O, MgO, SO₃ e P₂O₅. Comparando as cinzas dos autores com cinza utilizada nesta dissertação, percebe-se uma porcentagem bem menor de SiO₂ e uma maior

perda ao fogo em relação ao valor encontrado pelos dois trabalhos. Isso se deve pelo fato da cinza de Frías et al. (2006) ter sido produzida com uma temperatura controlada e maior do que neste trabalho, assim como Guzmán et al. (2011) utilizaram um processo de pré-queima e produziu a uma temperatura controlada. Os outros óxidos minoritários presentes nos trabalhos dos autores são semelhantes ao desta dissertação.

Já comparando à cinza do bagaço de cana-de-açúcar do trabalho de Cordeiro et al. (2008), o material apresentou um alto teor de SiO_2 (78,3%) e quantidade razoável de Al_2O_3 (8,55%). Também apresentou óxidos como CaO , K_2O , MgO e P_2O_5 em menores quantidades. A perda ao fogo foi baixa, atingindo um valor de 0,4%. A diferença entre o trabalho de Cordeiro et al. (2008) e desta dissertação é mais uma vez justificada pelo pico e controle da temperatura.

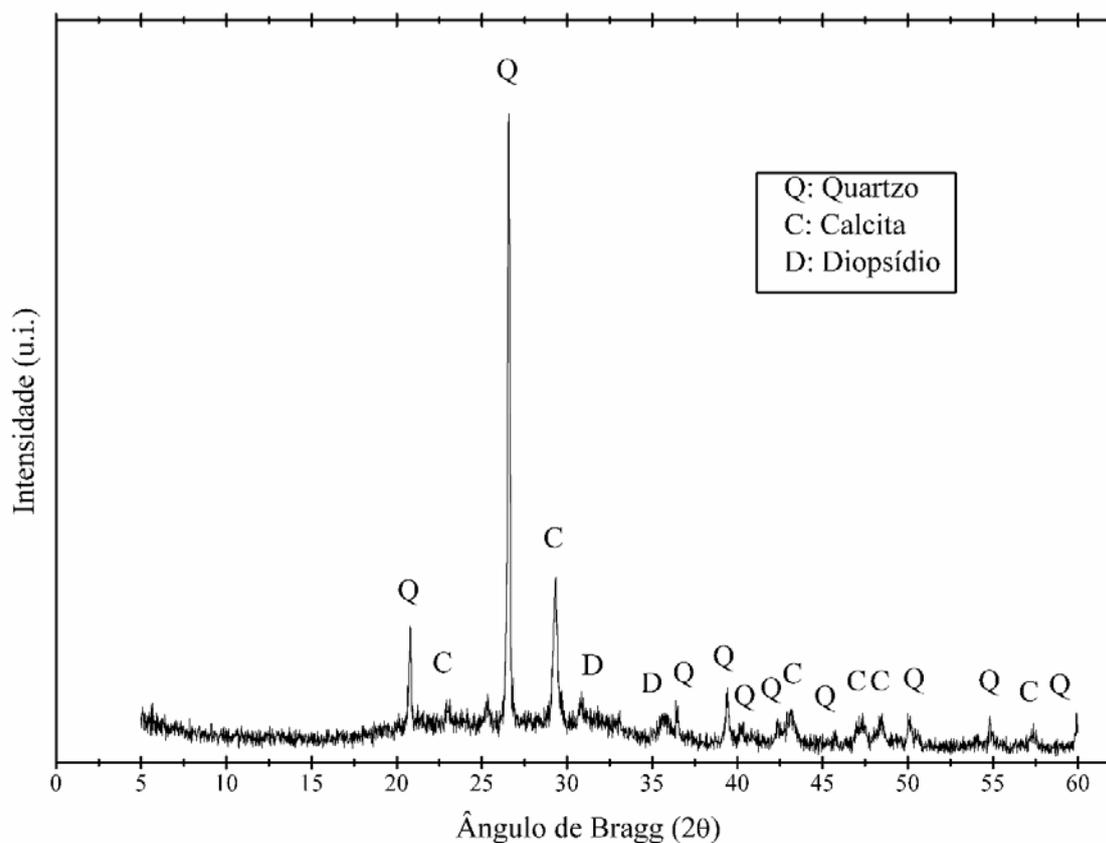
5.1.2 Difração de Raios-X (DRX)

Os resultados da Difração de Raio-X (DRX) mostram a mineralogia da cinza de folha de cana-de-açúcar (CF) e os resultados podem ser visualizados na Figura 5.1.

Como primeira análise, pode-se perceber que entre $2\theta = 15^\circ$ e $2\theta = 35^\circ$ há um desvio característico de material amorfo. Porém, há picos devido a presença de quartzo (PDF Card #331161), calcita (PDF Card #050586) e diopsídio (PDF Card #011-0654). Esses minerais devem ter acompanhado a folha no processo de coleta no campo. Ao fim dessa análise, pode-se notar que o material possui características amorfas, mas tem fortes traços de material cristalino. Ainda através do ensaio de Difração de Raio-X, pode-se manter a afirmação de que partículas de solo aderiram à cinza e se mantiveram até após a queima.

Frías et al. (2006) também encontraram desvio na linha base de uma estrutura amorfa e picos de quartzo, calcita e cristobalita, enquanto Guzmán et al. (2011) determinou que sua cinza tem comportamento amorfo. Utilizando cinza do bagaço de cana-de-açúcar, Cordeiro et al. (2008) encontraram picos de quartzo e cristobalita na mineralogia da cinza estudada. Os autores também afirmaram que partículas de solo aderiram ao bagaço devido ao aparecimento de picos cristalinos no ensaio de DRX.

Figura 5.1 – Resultados da Difração de Raio-X da cinza de folha de cana-de-açúcar (CF)



5.1.3 Granulometria a laser

O ensaio de granulometria a laser foi utilizado para definir qual tempo de moagem é o ideal para a cinza, ou seja, a menor granulometria encontrada no ensaio determinou quanto tempo a cinza foi moída para a continuação do trabalho, na confecção de pastas e argamassas.

A Figura 5.2 ilustra a distribuição granulométrica acumulada da cinza de folha de cana-de-açúcar para diversos tempos de moagem. A Figura 5.3 mostra a distribuição em volume da cinza de folha de cana-de-açúcar para os mesmos tempos de moagem.

Nota-se, a partir da Figura 5.2, que quanto maior o tempo de moagem, menor a granulometria da cinza. A Figura 5.3 mostra que, quanto maior o tempo de moagem, o volume de cinza obtido tende a menores diâmetros. A Tabela 5.2 mostra os valores de $d(0,1)$, $d(0,5)$, $d(0,9)$ e $d_{\text{méd}}$ dos tempos de moagem analisados.

Figura 5.2 – Distribuição granulométrica acumulada da cinza de folha de cana-de-açúcar em diversos tempos de moagem

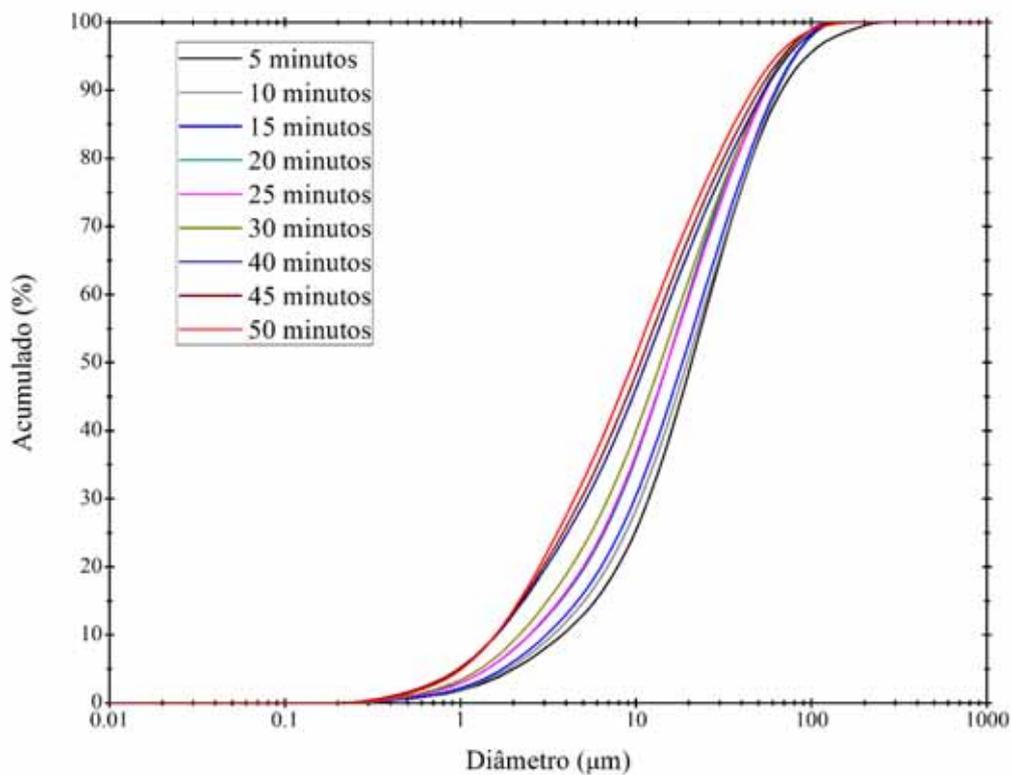


Figura 5.3 – Distribuição granulométrica em volume da cinza de folha de cana-de-açúcar em diversos tempos de moagem

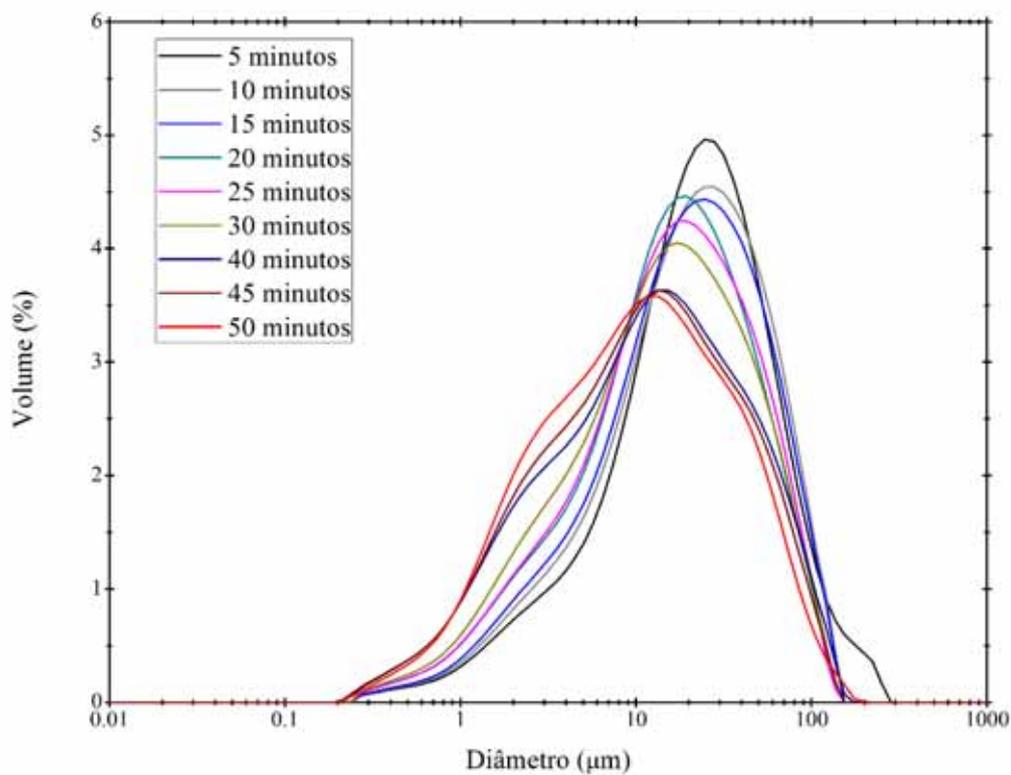


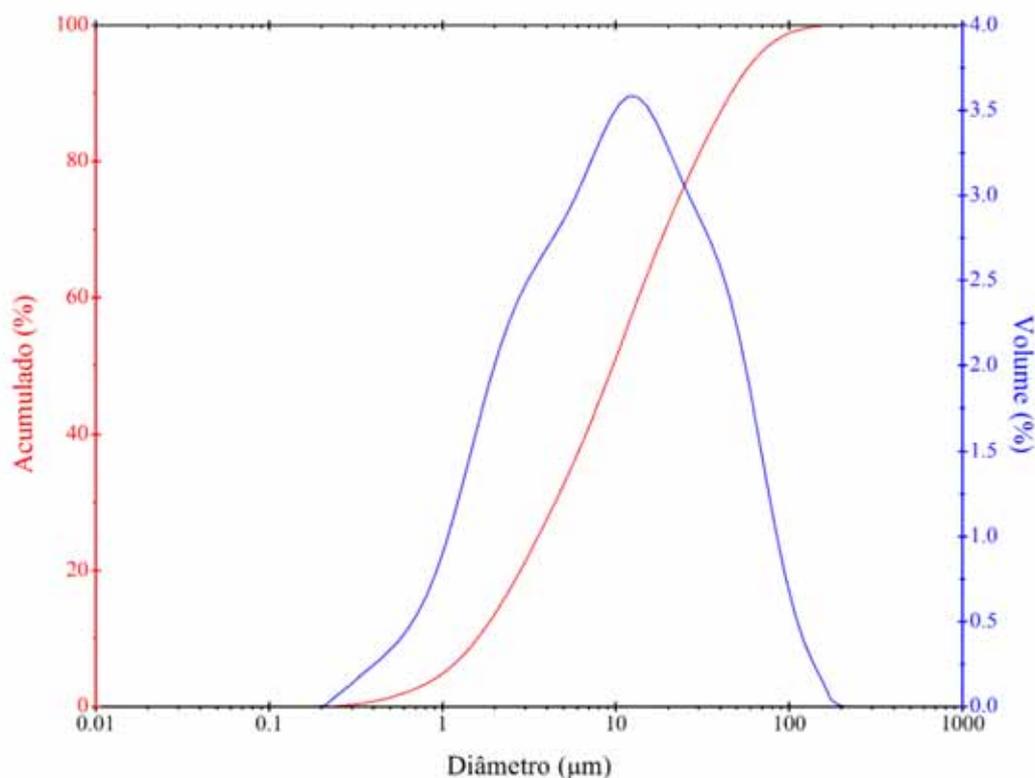
Tabela 5.2 – Parâmetros principais da granulometria de acordo com o tempo de moagem

Tempo de moagem	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	d _{méd}
5 minutos	4,28	23,35	76,30	34,61
10 minutos	3,78	22,11	72,36	31,13
15 minutos	3,48	20,75	70,19	29,85
20 minutos	2,77	17,07	62,15	25,71
25 minutos	2,44	15,58	60,88	24,61
30 minutos	2,07	13,78	60,71	23,59
40 minutos	1,81	12,89	60,91	23,18
45 minutos	1,79	11,98	56,77	21,60
50 minutos	1,79	10,85	52,05	20,18

A partir dos resultados da Figura 5.2, Figura 5.3 e Tabela 5.2, obtém-se que o tempo ideal de moagem de 50 minutos por ter os menores valores de granulometria, o que indica uma maior atividade pozolânica conforme Cordeiro et al. (2008). Portanto, para os ensaios em pastas e moldagem de argamassas será utilizada a cinza moída com este tempo ótimo.

A distribuição granulométrica em volume e acumulada da cinza de folha de cana-de-açúcar moída por 50 minutos é ilustrada na Figura 5.4. O tempo de moagem escolhido oferece uma cinza com d_{méd} de 20,18 μm , sendo que 90% está abaixo de 52,05 μm e 50% está abaixo de 10,85 μm (Tabela 5.2). Apesar da grande dispersão de granulometria, o valor médio é de um material fino, possuindo um bom potencial pozolânico.

Figura 5.4 – Distribuição granulométrica em volume e acumulada da cinza de folha de cana-de-açúcar moída por 50 minutos

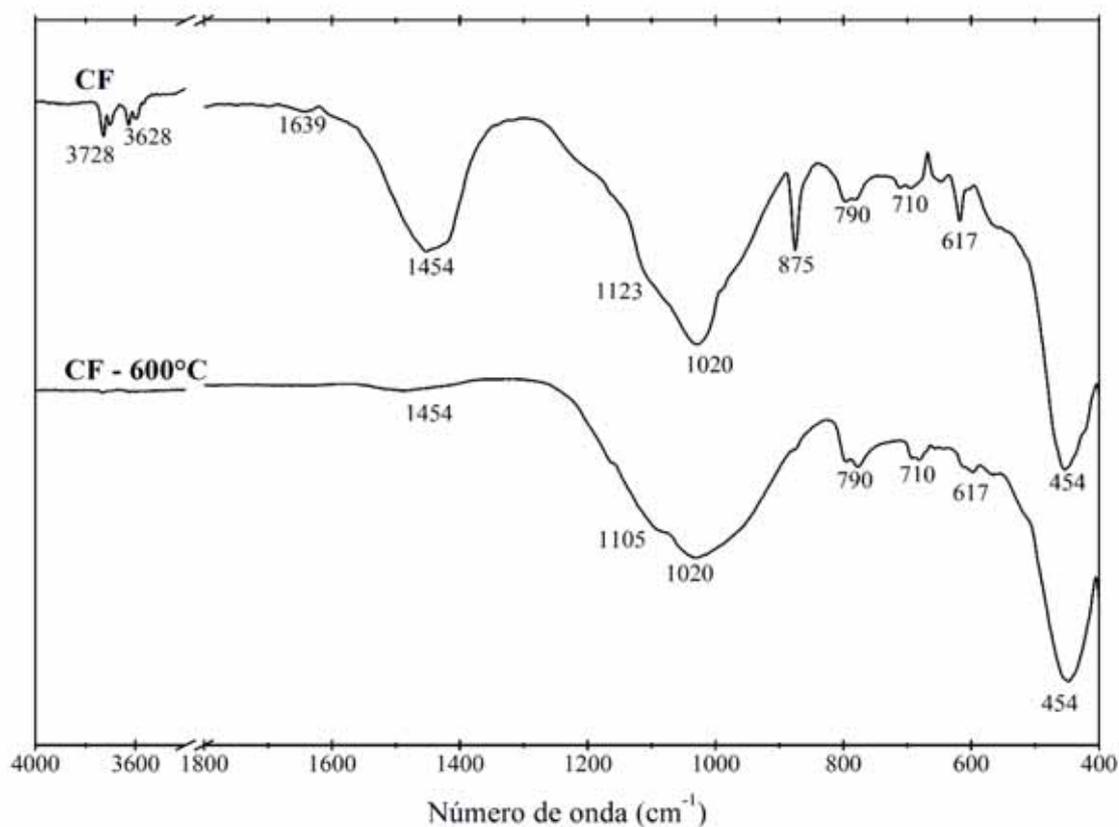


5.1.4 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise pelo FTIR da cinza de folha de cana-de-açúcar é ilustrada no gráfico da Figura 5.5. Dois espectros são mostrados nesta figura: o primeiro é da cinza de folha de cana-de-açúcar utilizada no trabalho, enquanto o segundo é da mesma cinza, mas acrescido de um processo de queima controlada a 600°C por 2 horas com o objetivo de remover a matéria orgânica.

Analisando a Figura 5.5, primeiramente destaca-se as primeiras bandas correspondente aos valores de 3728 cm^{-1} e 3628 cm^{-1} , que estão ligadas às vibrações de O-H. Já a banda correspondente ao valor de 1639 cm^{-1} está vinculada à vibração da conexão H-O-H. A banda dos pontos 1454 cm^{-1} e 875 cm^{-1} estão ligadas às vibrações da ligação O-C-O de CO_3^{2-} . Estas bandas são de matéria orgânica, pois no espectro da cinza calcinada não há picos presentes nestas regiões. Nas bandas de 1123 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} , 790 cm^{-1} , 710 cm^{-1} e 453 cm^{-1} estão ligadas às vibrações de Si-O-Si. Finalmente, a banda 617 cm^{-1} pode estar ligada as vibrações de Si-O e/ou Al-O (TASHIMA, 2012 e FRÍAS et al., 2011). A determinação das bandas Si-O relativas à parte amorfa ou de cristal do espectro da cinza de folha de cana-de-açúcar será discutida na seção do estudo da reatividade do material em pastas.

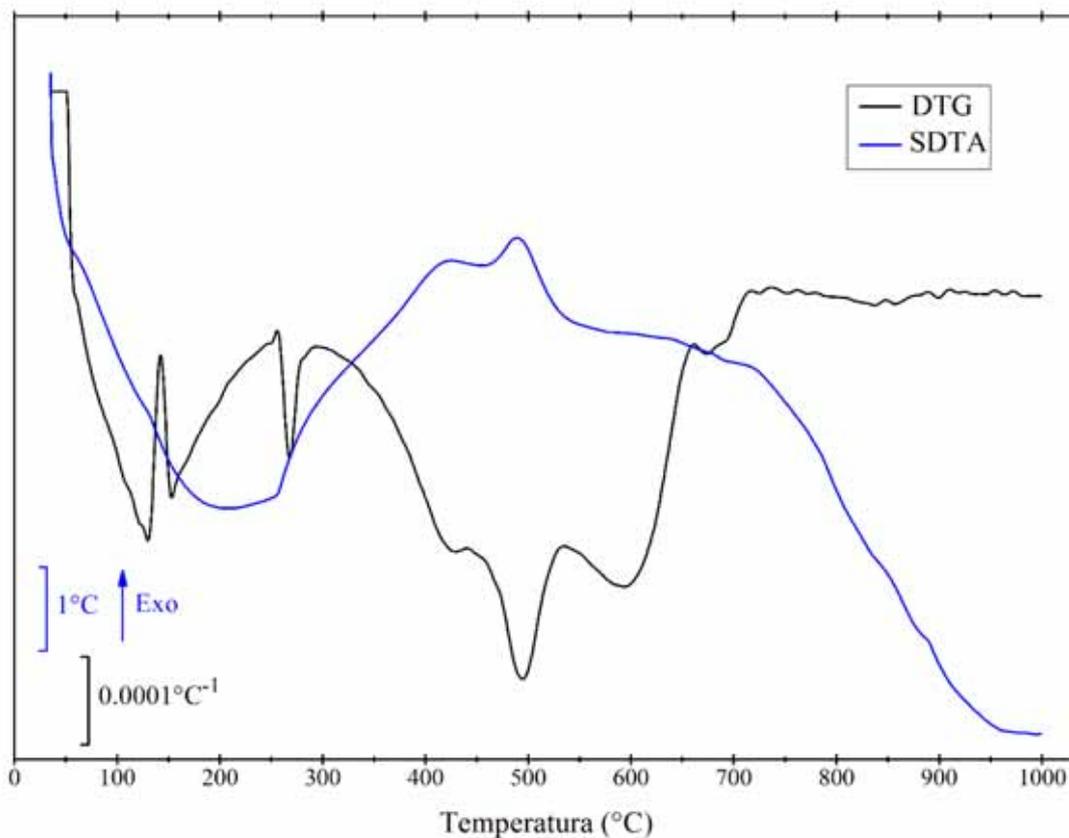
Figura 5.5 – Análise pelo FTIR da cinza de folha de cana-de-açúcar (CF)



5.1.5 Análise termogravimétrica

A Análise Termogravimétrica da cinza de folha de cana-de-açúcar (CF) é ilustrada na Figura 5.6 com a curva de DTG (preta) e SDTA (azul).

Como primeira análise, a cinza perdeu 14,0% em massa durante o ensaio de Análise Termogravimétrica até a temperatura de 1000°C. Acredita-se que as perdas de massa vista na curva DTG entre 300°C e 600° é devido à matéria orgânica, já que na curva SDTA é visto uma perda exotérmica. A presença de matéria orgânica também é constatada pelo FTIR.

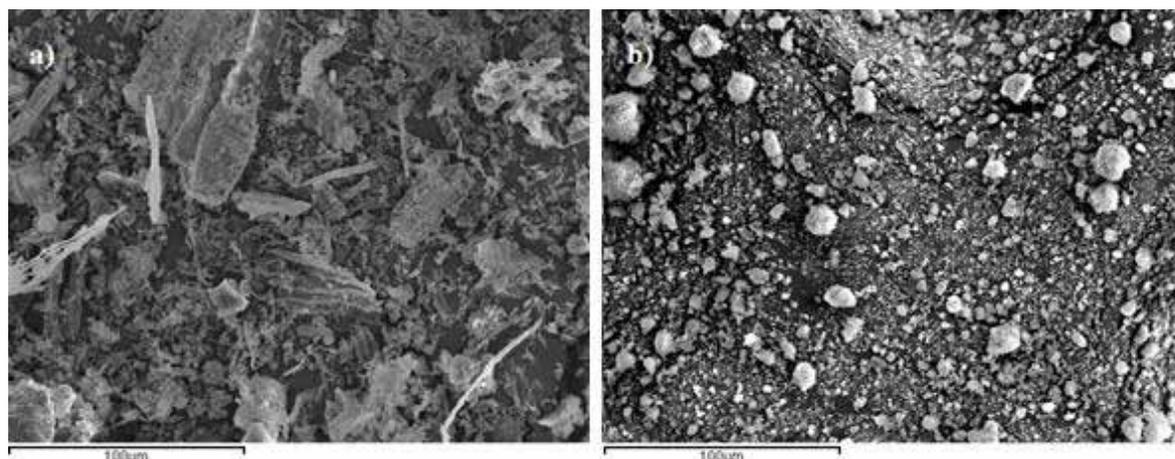
Figura 5.6 – Análise Termogravimétrica cinza de folha de cana-de-açúcar (CF)

5.1.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O MEV foi utilizado para analisar a microestrutura da cinza de folha de cana-de-açúcar. Também foi utilizado para comparar a cinza sem moer e a cinza moída após 50 minutos, que é a utilizada na Análise da Evolução da Reação Pozolânica e na Resistência à Compressão das Argamassas. A Figura 5.7a mostra a cinza antes de moer e a Figura 5.7b mostra a cinza moída por 50 minutos.

Pelas imagens se vê nitidamente que a cinza moída possui uma menor granulometria quando compara à cinza sem moer. A cinza moída apresenta uma granulometria mais esférica, enquanto a granulometria da cinza sem moer apresenta muita irregularidade.

Figura 5.7 – Imagens do MEV: a) cinza sem moer; b) cinza moída por 50 minutos



5.2 ESTUDO DA REATIVIDADE POZOLÂNICA DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR EM PASTAS

5.2.1 Pastas de cal/pozolana

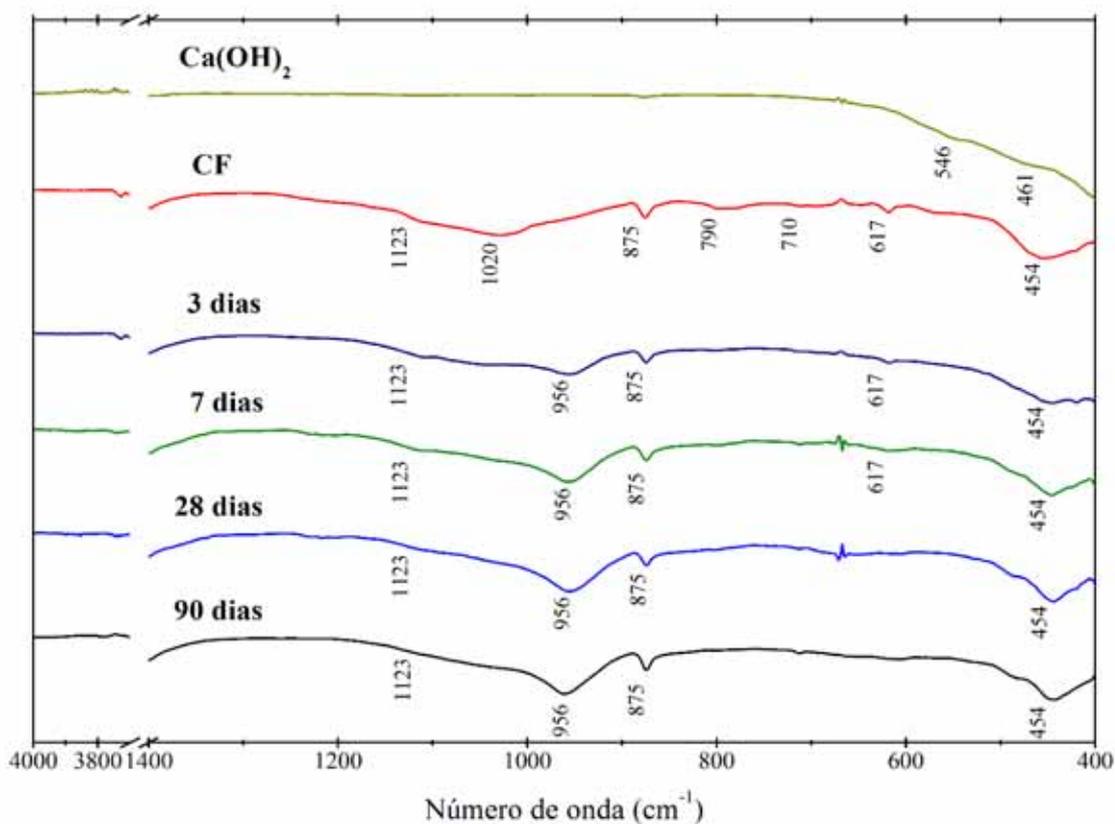
Neste item, serão mostrados os resultados do FTIR, TG e MEV para as pastas de cal/pozolana. Na realização destes ensaios, espera-se que a cinza de folha de cana-de-açúcar consuma a cal e forme produtos resistentes semelhantes ao encontrado na reação do cimento Portland.

5.2.1.1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

As pastas de cal foram analisadas pelo FTIR aos 3, 7, 28 e 90 dias de cura a 20°C. Os resultados podem ser vistos na Figura 5.8.

Analisando a figura, as bandas das pastas nos pontos próximos aos valores de 870 cm^{-1} estão ligadas às vibrações da ligação O-C-O de CO_3^{2-} . Estes picos podem estar ligados à matéria orgânica encontrada na cinza, já que a presença deste pico está presente na cinza de folha de cana-de-açúcar e se mantém nas pastas. As bandas próximas de 1123 cm^{-1} , 956 cm^{-1} e 454 cm^{-1} , estão ligadas às vibrações de Si-O-Si. As bandas 1123 cm^{-1} e 454 cm^{-1} devem estar ligadas ao quartzo, já que são picos que estão presentes na cinza de folha de cana-de-açúcar e se mantém nas pastas. Já o pico 956 cm^{-1} pode estar ligado ao material resistente criado pela reação pozolânica, ou seja, do consumo da cal pela cinza de folha de cana-de-açúcar, pois aparece somente nas pastas. Uma outra prova que houve o consumo da cal pela cinza de folha de cana-de-açúcar é o desaparecimento das bandas abaixo de 600 cm^{-1} do hidróxido de cálcio e das bandas 1020 cm^{-1} e 617 cm^{-1} do resíduo, que estão ligadas às vibrações de silício amorfo.

Figura 5.8 – Resultados do FTIR para pastas de cal/pozolana

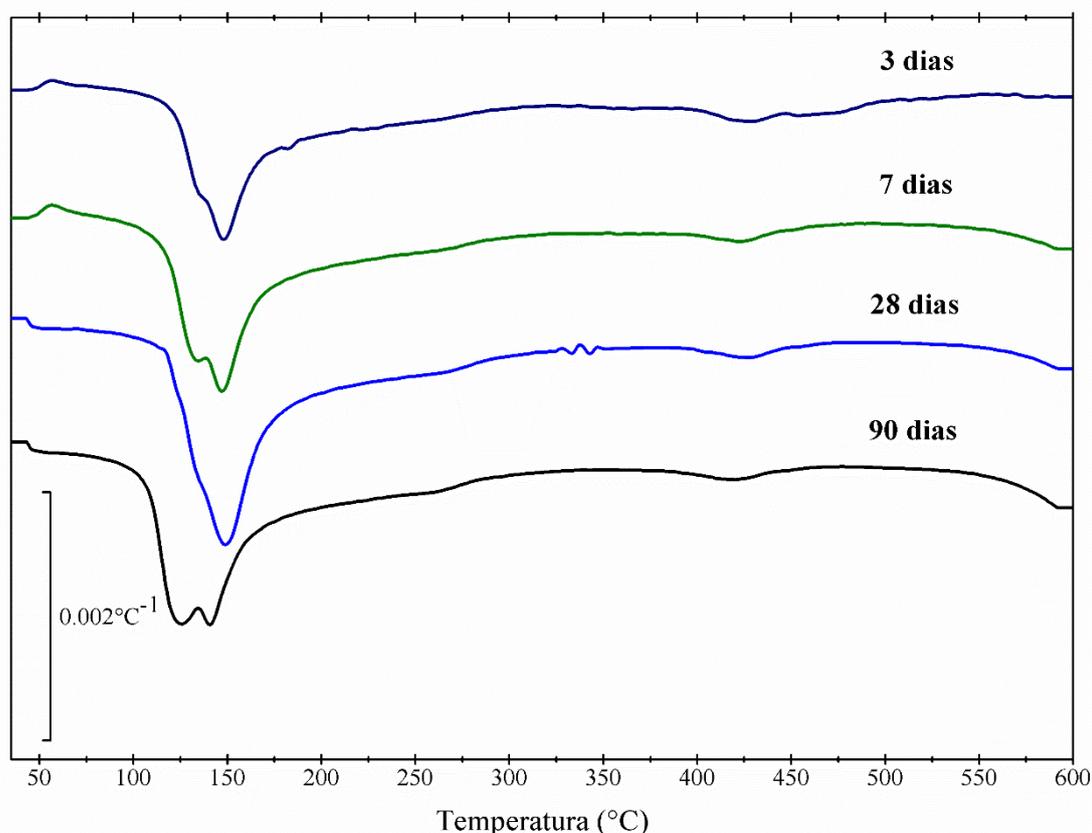


5.2.1.2 Análise termogravimétrica

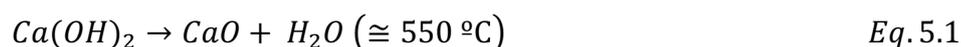
As pastas de cal também foram analisadas aos 3, 7, 28 e 90 dias de cura a 20°C para o TG. Os resultados da curva DTG podem ser vistos na Figura 5.9.

Analisando os resultados, primeiramente nota-se que o hidróxido de cálcio já foi totalmente consumido aos 3 dias de cura, pois não há pico na região da temperatura de 550°C . Os picos dos produtos hidratados, próximo aos 150°C , se mantém constante desde os 3 dias até os 90 dias de cura devido ao consumo total da cal. Os picos próximos de 400°C e 600°C são perdas da cinza de folha de cana-de-açúcar, conforme Figura 5.6.

Figura 5.9 – Resultados da Análise Termogravimétrica (curvas DTG) para pastas de cal/pozolana



Outra forma de analisar a reação pozolânica através das curvas DTG é a determinação do hidróxido de cálcio que ficou sem reagir e, a partir dessa informação, calcular a taxa de cal fixada. A cal fixada é um valor dado em porcentagem, onde ele relaciona a quantidade de cal inicial na pasta e a quantidade de hidróxido de cálcio em um tempo de cura determinado. O valor calculado nos dá a relação de cal que reagiu neste tempo. O cálculo da cal fixada se dá sabendo pela equação química e a temperatura da desidratação do hidróxido de cálcio, conforme Eq. 5.1, e a Eq. 5.2 traz o cálculo da cal fixada para pastas de cal (TASHIMA, 2012).



$$\text{Cal fixada (\%)} = \frac{CH_0 - CH_t}{CH_0} \times 100 \quad \text{Eq. 5.2}$$

Sendo:

CH_0 : quantidade de cal inicial;

CH_t : quantidade de cal sem reagir na pasta em um tempo de cura determinado.

Sabendo-se que o a curva DTG mostra a perda de água do hidróxido de cálcio (Eq. 5.1), utiliza-se a relação estequiométrica da reação e chega-se a Eq. 5.3, que é utilizada para calcular o valor de CH_t :

$$CH_t = P_H \times \frac{PM_{CH}}{PM_H} \quad Eq. 5.3$$

Sendo:

P_H : quantidade perdida de água do hidróxido de cálcio a partir do gráfico TG;

PM_{CH} : peso molecular do hidróxido de cálcio;

PM_H : peso molecular da água.

A Tabela 5.3 mostra os valores da perda de massa total da amostra (P_T) e perda devido à desidratação do hidróxido de cálcio (P_H) para todas as idades de cura das pastas cal/pozolana. Estes dados foram extraídos do computador utilizado para realizar o TG. Analisando a tabela, nota-se que não houve perda de massa devido a desidratação do hidróxido de cálcio, pois este foi totalmente consumido pela cinza de folha de cana-de-açúcar. A perda de massa total aumentou conforme há o aumento da idade de cura. Esta perda está relacionada com os produtos hidratados formados e será analisada adiante.

Tabela 5.3 – Perda de água total (P_T) e perda devido a desidratação do hidróxido de cálcio (P_H) das amostras cal/pozolana para todas idades de cura

Amostra	Idade (dias)	P_T (%)	P_H (%)
Cal-CF 3:7	3	13,42	0
	7	15,34	0
	28	17,00	0
	90	17,54	0

A Tabela 5.4 se observa os valores da cal fixada para todas as idades da pasta cal/pozolana. Nota-se que, neste caso, não há perda de massa devido à desidratação do hidróxido de cálcio, portanto a fixação de cal é 100% para todas as idades, já que houve o consumo total da cal.

Tabela 5.4 – Cal fixada da pasta cal/pozolana para todas as idades de cura estudadas

Amostra	Idade (dias)	Cal Fixada (%)
Cal-CF 3:7	3	100
	7	100
	28	100
	90	100

Pode-se ainda fazer a análise dos produtos hidratados formados analisando a perda total e a perda de água pelo hidróxido de cálcio. Para isso, basta subtrair o valor da perda total e o valor da perda pelo hidróxido de cálcio, conforme Eq. 5.4 (TASHIMA, 2012).

$$P_R = P_T - P_H \quad \text{Eq. 5.4}$$

A Tabela 5.5 mostra os valores da perda dos produtos hidratados formados (P_R) da pasta cal/pozolana para todas as idades de cura utilizando a Eq. 5.4 e os dados da Tabela 5.3. Analisando a Tabela 5.5, nota-se que todas as perdas de massa das amostras vista na Tabela 5.3 foram devido à perda de água dos produtos resistentes, já que não há pico de perda de água do hidróxido de cálcio. Segundo os resultados, a perda de água de produtos resistentes aumentou conforme aumenta o tempo de cura. Isso pode ser justificado devido à reorganização dos materiais hidratados.

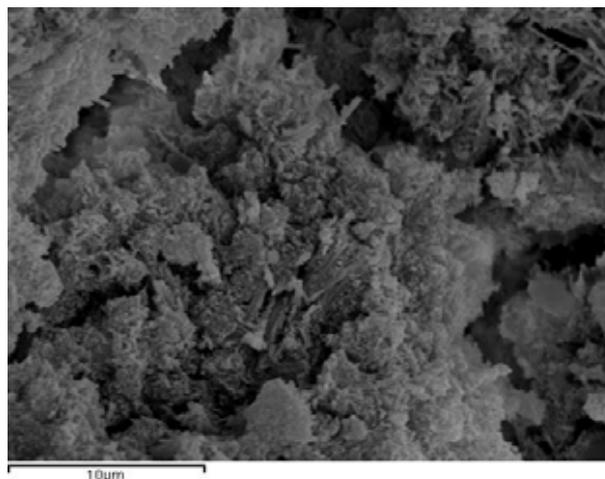
Tabela 5.5 – Perda de água relacionada aos materiais hidratados em pastas de cal/pozolana para todas as idades de cura

Amostra	Idade (dias)	P_R (%)
Pasta de Cal-CF 3:7:8	3	13,42
	7	15,34
	28	17,00
	90	17,54

5.2.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O ensaio de microscopia para as pastas tem como objetivo analisar a microestrutura do material. Para pastas de cal/pozolana, a Figura 5.10 ilustra a sua microestrutura após 28 dias de cura. Assim como era esperado devido aos resultados de TG e FTIR, a estrutura das pastas cal/pozolana são compostos por gel amorfo e também apresentam uma estrutura densa, já que houve o consumo total da cal pela cinza de folha de cana-de-açúcar aos 28 dias de cura.

Figura 5.10 – Imagem do MEV de pasta cal/pozolana após 28 dias de cura



5.2.2 Pastas de cimento/pozolana

Neste item, serão mostrados os resultados do FTIR, TG e MEV para as pastas de cimento/pozolana. Espera-se nestes ensaios que haja a reação da cinza de folha de cana-de-açúcar com o hidróxido de cálcio originado da hidratação do cimento para formar produtos resistentes.

5.2.2.1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

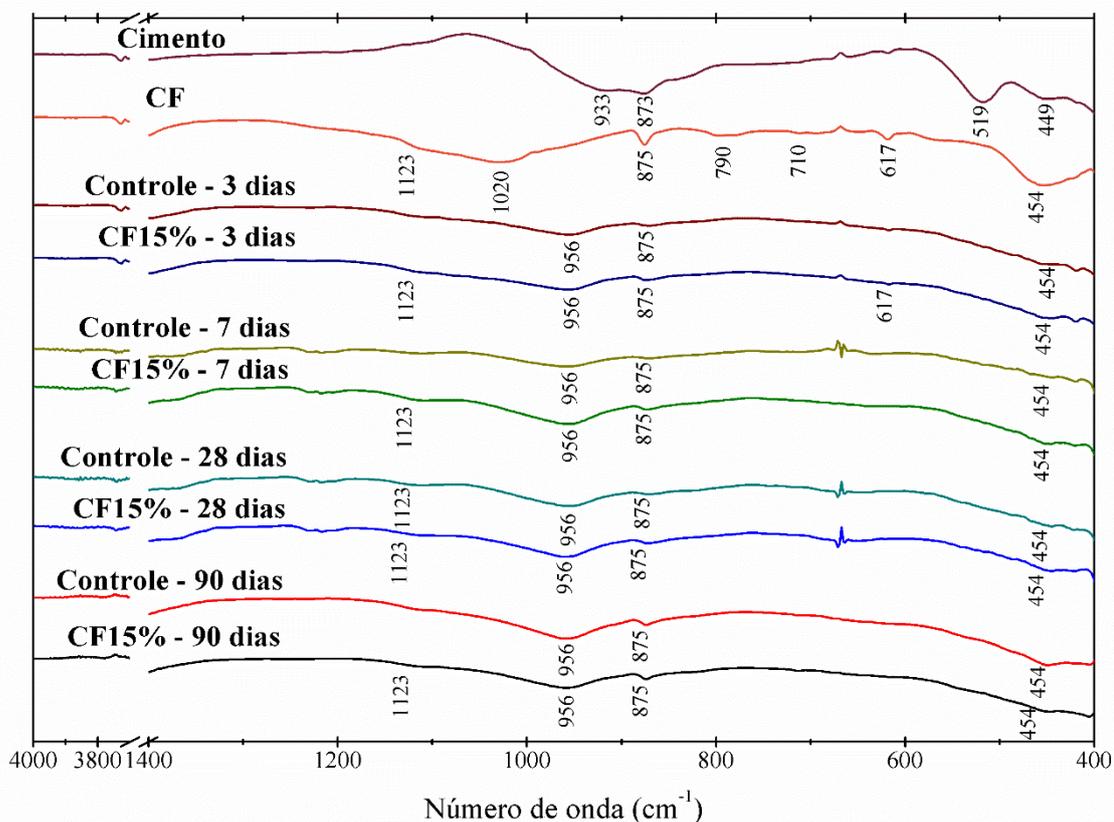
O ensaio de FTIR foi realizado para as pastas de cimento com proporções de cimento/pozolana de 100/0 e 85/15. Os ensaios foram realizados aos 3, 7, 28 e 90 dias de idade de cura a temperatura de 20°C. A Figura 5.11 ilustra os resultados do FTIR.

Analisando a figura, as bandas das pastas correspondentes aos valores de 873 cm^{-1} e 875 cm^{-1} estão ligadas às vibrações da ligação O-C-O de CO_3^{2-} . Estes picos podem estar ligados à carbonatação das amostras com somente cimento, e também pode-se adicionar a influência da matéria orgânica encontrada na cinza quando há o resíduo na pasta.

As bandas das pastas correspondentes aos valores de 1123 cm^{-1} , 956 cm^{-1} e 454 cm^{-1} estão ligadas às vibrações de Si-O-Si. A banda 1123 cm^{-1} deve estar ligada ao quartzo, já que são picos que estão presentes na cinza de folha de cana-de-açúcar e se mantém nas pastas, enquanto as bandas 956 cm^{-1} representam o material resistente formado da reação do cimento e da reação pozolânica. Não se pode afirmar se a banda 454 cm^{-1} de todas pastas pertence somente ao quartzo, como na pasta de cal, pois aparece tanto na pasta controle, como na pasta com cinza de folha de cana-de-açúcar. Neste ensaio, percebe-se que a banda 1020 cm^{-1} da cinza de folha de cana-de-açúcar é totalmente consumida logo aos 3 dias de

cura, indicando que o resíduo reagiu com o hidróxido de cálcio da hidratação do cimento e formou compostos semelhantes ao desta hidratação, conforme pico 956 cm^{-1} .

Figura 5.11 – Resultados do FTIR para pastas de cimento/pozolana



5.2.2.2 Análise termogravimétrica

As pastas de cimento também foram analisadas pelo TG após 3, 7, 28 e 90 dias de cura a 20°C. Os resultados são apresentados na Figura 5.12. Para todas as idades de cura, percebe-se que o pico relativo à desidratação do hidróxido de cálcio ($\cong 550^\circ\text{C}$) é menor na pasta com cinza de folha de cana-de-açúcar quando comparada ao controle. Isso se justifica pela reação pozolânica, onde a cinza de folha de cana-de-açúcar consumiu o hidróxido de cálcio produzido pela reação do cimento e formou materiais resistentes.

Analisando agora a cal fixada, a Eq. 5.5 traz o cálculo para pastas de cimento (TASHIMA, 2012).

$$\text{Cal fixada (\%)} = \frac{(CH_C \times C) - CH_t}{CH_C \times C} \times 100 \quad \text{Eq.5.5}$$

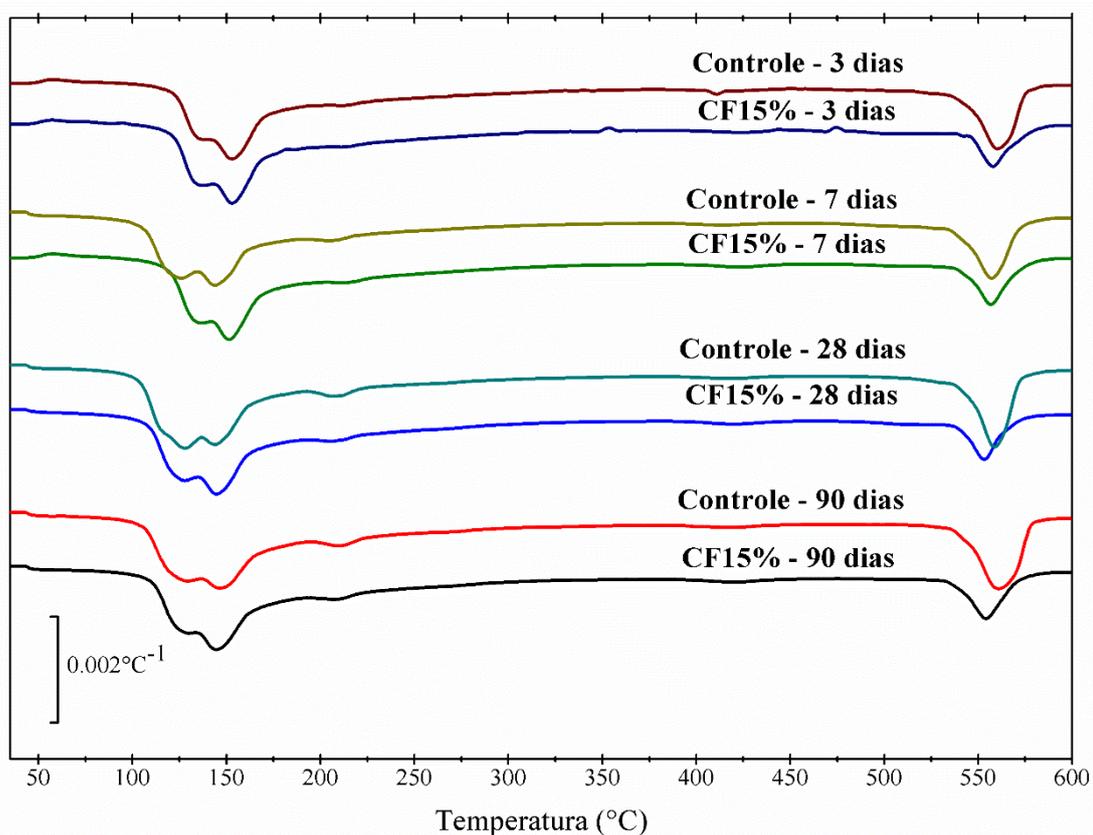
Sendo:

CH_C : quantidade de hidróxido de cálcio da pasta controle;

CH_t : quantidade de cal em um tempo de cura determinado na pasta com substituição de cimento por cinza na mesma idade do controle;

C : proporção de cimento na pasta com pozolana.

Figura 5.12 – Resultados da Análise Termogravimétrica (curvas DTG) para pastas de cimento/pozolana



A Tabela 5.6 mostra os valores da perda de massa total da amostra (P_T) e perda devido à desidratação do hidróxido de cálcio (P_H) para todas as idades de cura das pastas cimento/pozolana. Nesta tabela, é visto que a perda de massa total é semelhante para as duas pastas em todas as idades de cura. Destaca-se nessa tabela o valor de perda devido a desidratação do hidróxido de cálcio, onde este é menor para as pastas que apresentam a cinza de folha de cana-de-açúcar e isto é justificado pela reação pozolânica.

Tabela 5.6 – Perda de água total (P_T) e perda devido a desidratação do hidróxido de cálcio (P_H) das amostras cimento/pozolana para todas idades de cura

Idade de cura	P_T (%)		P_H (%)	
	Amostra		Amostra	
	Controle	CF15%	Controle	CF15%
3 dias	16,88	16,73	3,09	1,64
7 dias	17,98	17,68	2,51	1,68
28 dias	20,35	18,89	2,92	1,53
90 dias	20,73	19,09	3,20	1,60

A Tabela 5.7 se observa os valores da cal fixada para todas as idades da pasta cimento/pozolana. Analisando a tabela, percebe-se que há um valor de cal fixada alto já para os 3 dias de cura, aumentando muito pouco para as outras idades de cura. Esses resultados mostram que a cinza de folha de cana-de-açúcar possui alta reatividade a curtas idades de cura.

Tabela 5.7 – Cal fixada da pasta cimento/pozolana para todas as idades de cura estudadas

Amostra	Idade (dias)	Cal Fixada (%)
CF15%	3	37,56
	7	21,26
	28	38,36
	90	41,18

A Tabela 5.8 mostra os valores da perda dos produtos hidratados formados (P_R) das pastas cimento/pozolana para todas as idades de cura utilizando a Eq. 5.4 e os dados da Tabela 5.3. Nota-se que, para curtas idades, a cinza de folha de cana-de-açúcar se mostra um material muito reativo, pois apresenta quantidade maior de produtos hidratados do que o controle. Porém, para idades após 28 dias, as duas dosagens apresentam quantidades de produtos hidratados semelhantes. Este resultado mostra que a cinza de folha de cana-de-açúcar é um material reativo a curtas idades (até 7 dias de cura) e que em nada prejudica a hidratação do cimento a longas idades (mais de 28 dias de cura).

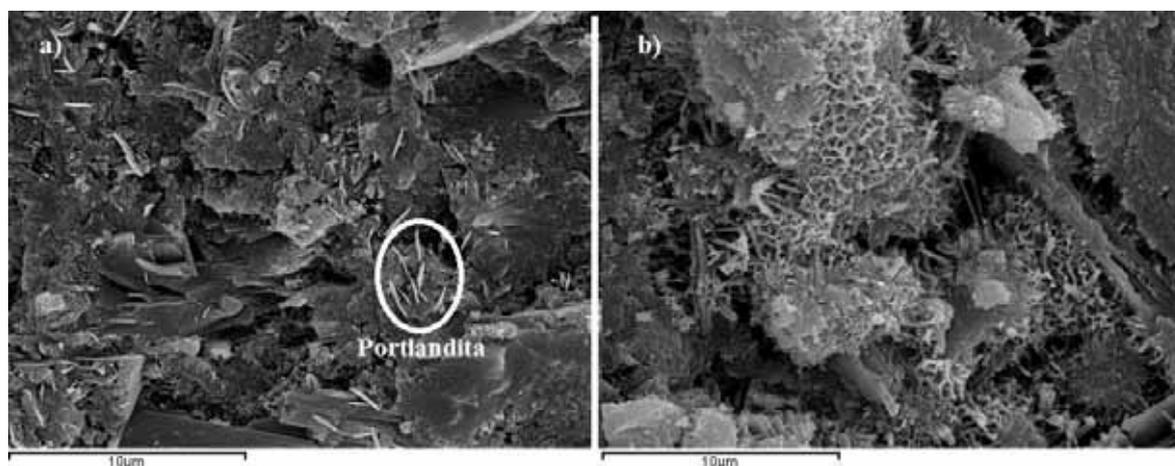
Tabela 5.8 – Perda de água relacionada aos materiais hidratados em pastas de cimento/pozolana para todas as idades de cura

Idade de cura	P _R (%)	
	Controle	CF15%
3 dias	13,79	15,09
7 dias	15,47	16,00
28 dias	17,43	17,36
90 dias	17,53	17,49

5.2.2.3 Microscópio Eletrônica de Varredura (MEV)

As pastas de cimento/pozolana analisadas são as mesmas que já estudadas pelo FTIR e TG, que são a C100-0 (controle) e C85-15 (com 15% de substituição). A Figura 5.13 ilustra imagens do MEV para pastas cimento/pozolana após 28 dias de cura. Como primeira análise, nota-se que as duas estruturas possuem géis amorfos e também uma estrutura densa. Na Figura 5.13a, que é da pasta controle, são vistos cristais de portlandita, enquanto na Figura 5.13b são vistos menos destes cristais. Acredita-se que isso se dá pelo consumo da portlandita pela reação pozolânica para formar produtos hidratados.

Figura 5.13 – Imagens do MEV de pastas cimento/pozolana após 28 dias de cura: a) C100-0 (controle); b) C-85-15 (15% de substituição de cinza)



5.3 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA CINZA DE FOLHA DE CANA-DE-AÇÚCAR EM ARGAMASSAS

Este item será dividido em dois subitens: resultados do ensaio de consistência e resultados de resistência à compressão das argamassas. Os subitens mostrarão os resultados dos ensaios descritos nos itens 4.3.4.2 e 4.3.4.3 das cinco dosagens estudadas: Controle, CF15%, CF20%, CF25% e CF30%.

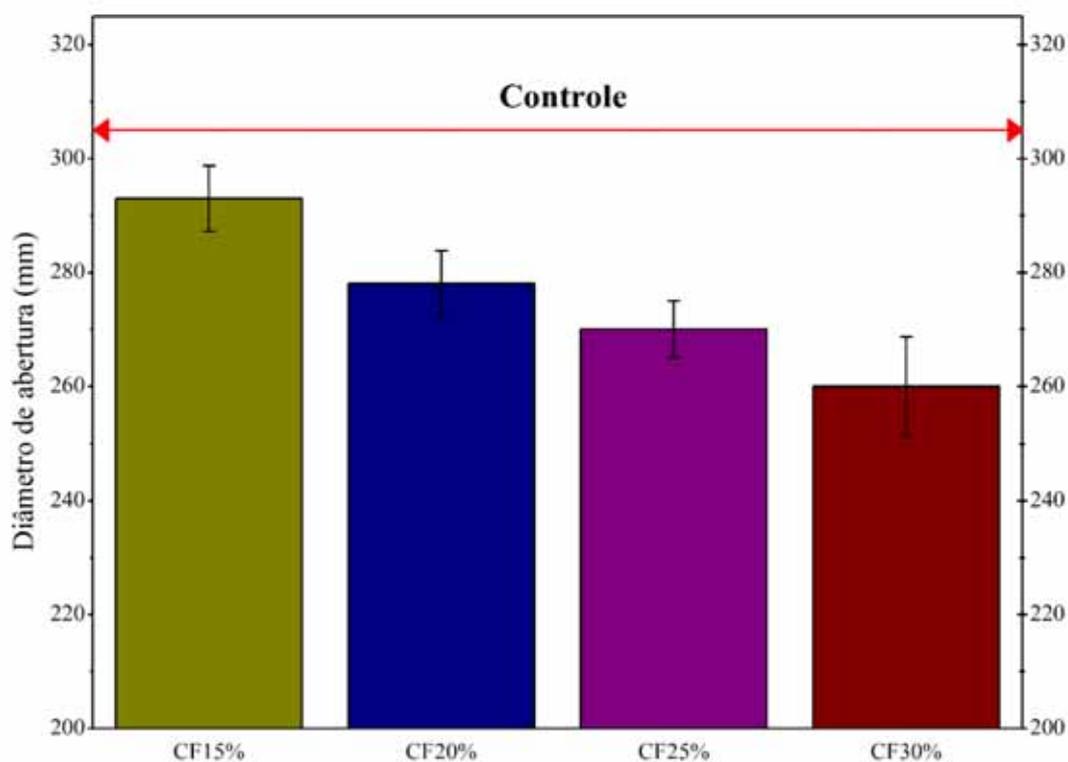
5.3.1 Resultados do ensaio de consistência

Neste item, serão mostrados os resultados do ensaio de consistência das argamassas. A Tabela 5.9 e a Figura 5.14 mostram os valores médios dos diâmetros de abertura e o desvio padrão para as dosagens Controle, CF15%, CF20%, CF25% e CF30%. Os resultados mostram que a cinza de folha de cana-de-açúcar diminui a fluidez das argamassas, pois o diâmetro de abertura diminui conforme há o aumento da substituição do cimento pelo resíduo. É importante mencionar que as pozolanas, em geral, diminuem a fluidez das argamassas, como também é visto nos trabalhos de Tashima (2006) e Guzmán et al. (2011). É possível que essa perda de fluidez se dê pela finura da cinza de folha de cana-de-açúcar e pela presença matéria orgânica.

Tabela 5.9 – Diâmetro de abertura das argamassas obtidos no ensaio de consistência (em mm)

Controle	CF15%	CF20%	CF25%	CF30%
305 ± 5,00	293 ± 5,77	278 ± 5,77	270 ± 5,00	260 ± 8,67

Figura 5.14 – Diâmetro de abertura das argamassas obtidos no ensaio de consistência



5.3.2 Resultados de resistência à compressão

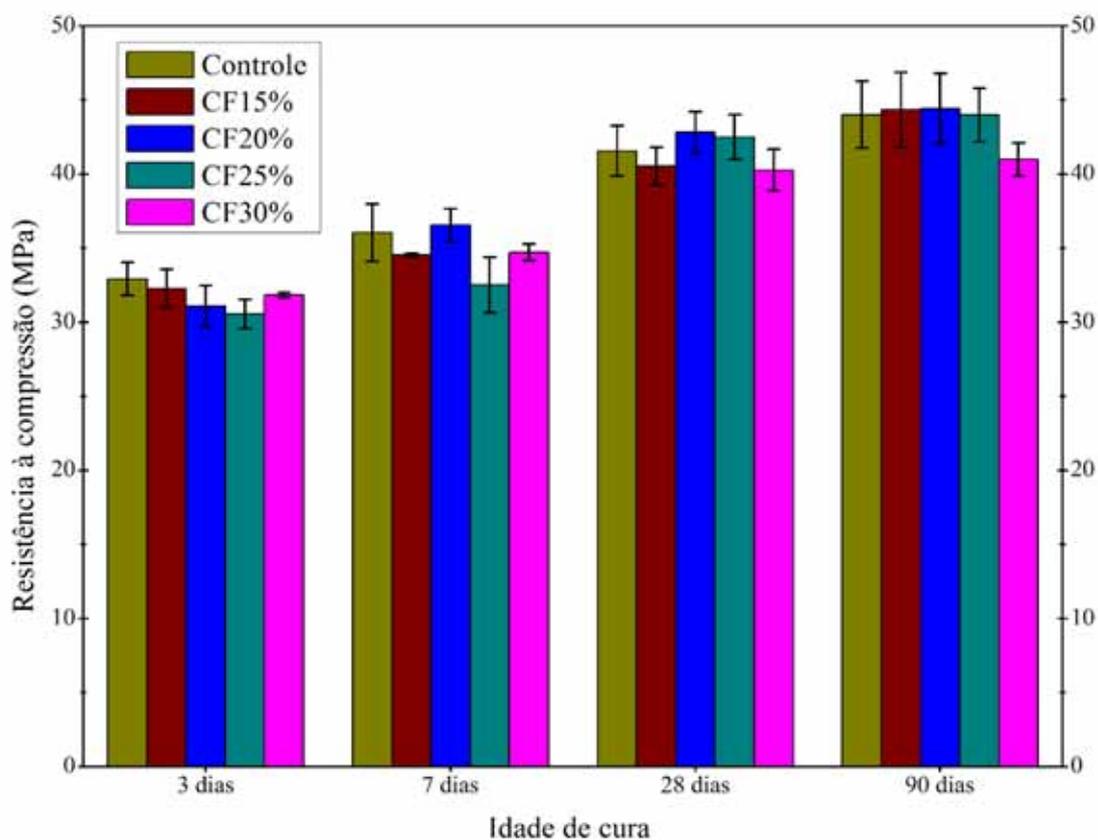
Os resultados de resistência à compressão (média e desvio padrão) das dosagens estudadas em função do tempo são mostrados na Tabela 5.10 e na Figura 5.15. Como primeira análise, nota-se que houve o aumento da resistência à compressão conforme há o aumento da idade de cura.

Em relação às resistências de acordo com o tempo de cura, aos 3 dias todas as substituições apresentaram uma resistência à compressão menor do que o controle, mas ainda se apresentam bem próximos ao valor da dosagem sem substituição. Apesar das porcentagens altas de substituição, logo aos 3 dias nota-se que as argamassas com cinza já são comparadas ao controle. Depois de 7 dias de cura, a dosagem CF15% já apresenta resistência mecânica ligeiramente maior do que o controle, enquanto as outras substituições ainda apresentam menores valores de resistência à compressão. Para os 28 dias de cura, as dosagens controle, CF15%, CF20% e CF25% apresentam valores muito próximos de resistência, enquanto o CF30% apresenta valor relativamente inferior às outras dosagens. Finalmente, aos 90 dias de cura, a comparação da resistência mecânica entre as dosagens se apresenta igual aos 28 dias, com o controle, CF15%, CF20% e CF25% com resistências semelhantes e CF30% apresentando uma resistência relativa menor. Pelos resultados apresentados, pode-se dizer que a cinza de folha de cana-de-açúcar apresenta uma reatividade alta, pois com 3 dias de cura já apresenta resistências comparáveis ao controle. As principais reações ocorreram até a idade de 28 dias, pois após este tempo de cura não houve grandes ganhos de resistência. Nesta idade, todas as dosagens possuíam resistência bem próximas, mostrando que a cinza de folha de cana-de-açúcar é reativa a baixas idades de cura.

Tabela 5.10 – Resultados do ensaio de resistência à compressão para as dosagens estudadas (em MPa)

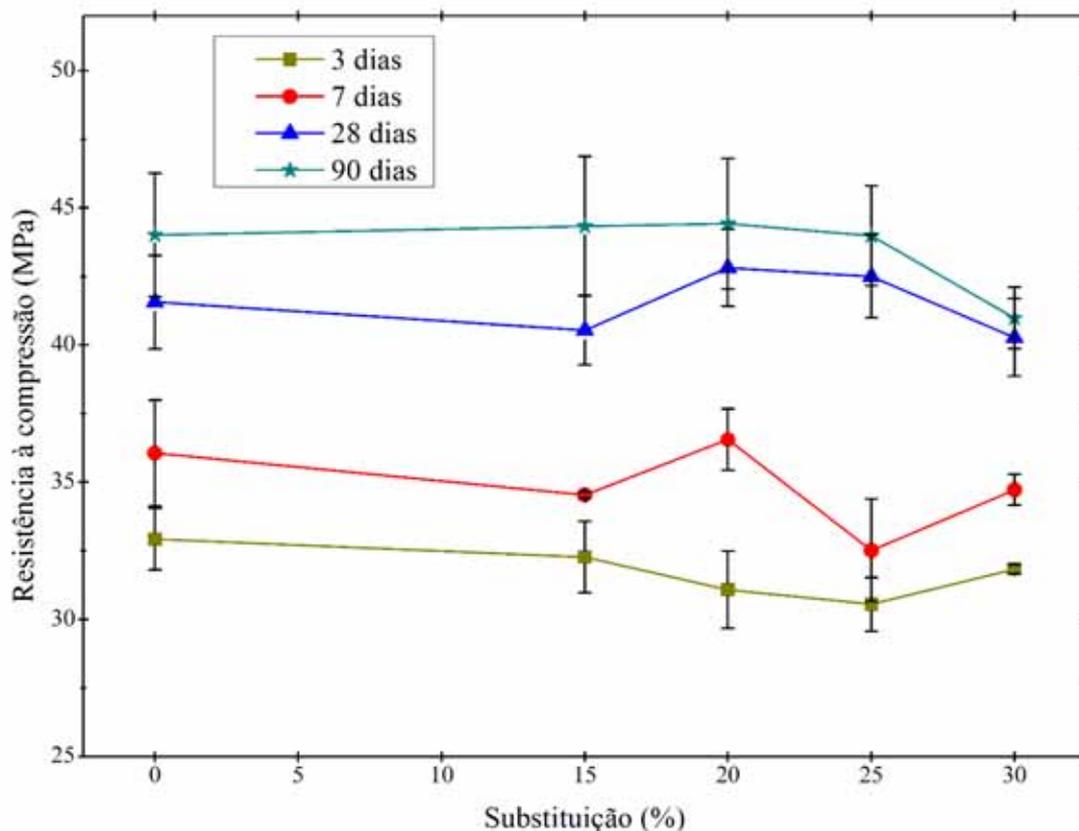
Dosagem/Idade	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
Controle	32,93 ± 1,13	36,06 ± 1,94	41,56 ± 1,70	44,01 ± 2,25
CF15%	32,27 ± 1,30	34,53 ± 0,12	40,55 ± 1,27	44,33 ± 2,55
CF20%	31,08 ± 1,41	36,56 ± 1,11	42,82 ± 1,41	44,42 ± 2,38
CF25%	30,55 ± 0,98	33,97 ± 1,87	42,51 ± 1,51	43,99 ± 1,82
CF30%	31,83 ± 0,16	34,73 ± 0,56	40,28 ± 1,41	40,99 ± 1,11

Figura 5.15 – Resultados do ensaio de resistência à compressão em função do tempo para as dosagens estudadas



A Figura 5.16 ilustra o valor de resistência à compressão em função da porcentagem de substituição. Através deste gráfico, nota-se que há um ponto ótimo a partir dos 7 dias de cura, que é a porcentagem de 20% de substituição de cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar. Aos 28 e 90 dias, a porcentagem de substituição de 20% ainda possui a maior resistência, porém um pouco maior do que as porcentagens de 15% e 25% de substituição.

Figura 5.16 – Resultados do ensaio de resistência à compressão em função da porcentagem de substituição de cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar para as dosagens estudadas



A Figura 5.17 apresenta os resultados do Ganho de Resistência (GR) em função do tempo de cura para cada substituição. O valor de GR leva em consideração a substituição de cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar. O ganho de resistência é calculado conforme a Eq. 5.6 (PAYÁ et al., 2001):

$$GR = \frac{R_i - \left(R_0 * \frac{m_c}{m_c + m_p} \right)}{\left(R_0 * \frac{m_c}{m_c + m_p} \right)} \times 100 \quad \text{Eq. 5.6}$$

Sendo:

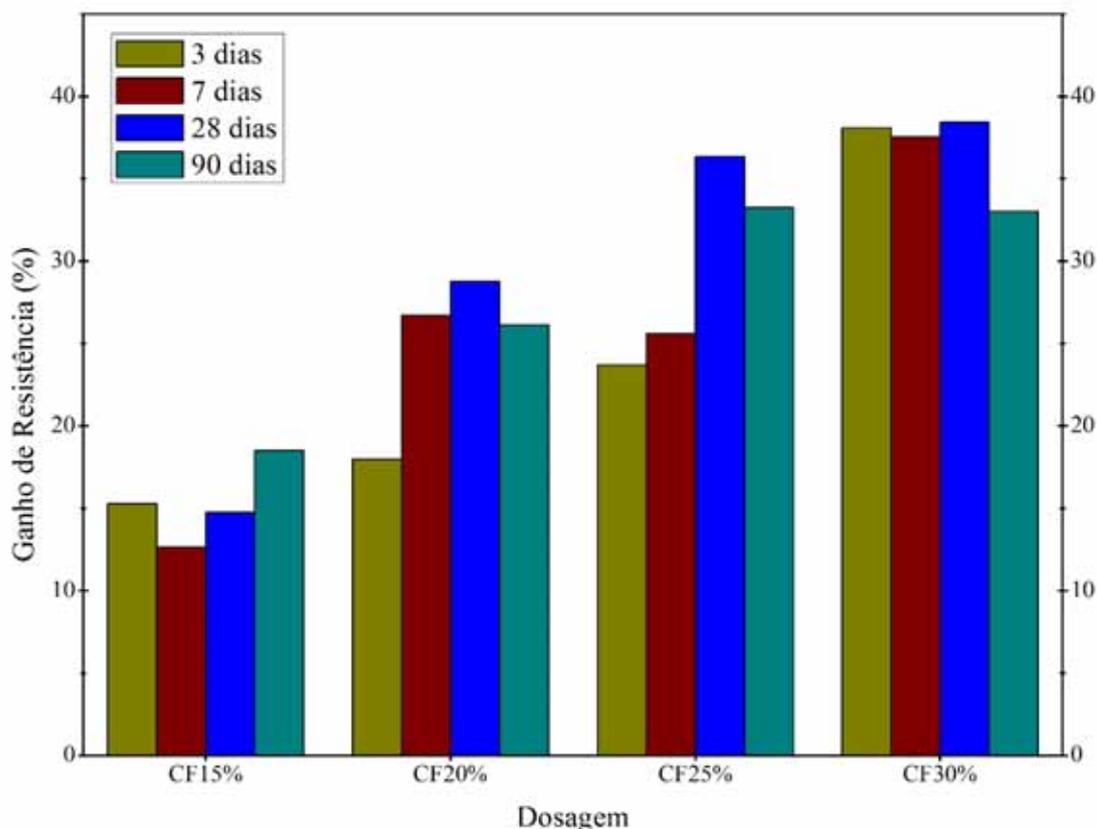
R_i : resistência à compressão da argamassa da substituição estudada em uma determinada idade de cura;

R_0 : resistência à compressão da argamassa controle;

m_c : massa de cimento utilizado na substituição estudada;

m_p : massa de cinza de folha de cana-de-açúcar utilizada na substituição estudada.

Figura 5.17 – Ganho de resistência das dosagens de substituições estudadas



Analisando o gráfico, percebe-se que as dosagens estudadas, em todas as idades de cura, apresentam Ganho de Resistência devido à reação pozolânica da cinza de folha de cana-de-açúcar. No geral, as dosagens com substituição de 15% e 30% não apresentam mudança significativa com o avanço das idades, enquanto a porcentagem de 20% tem um salto de 3 para 7 dias, e a porcentagem de 25% tem um salto de 7 dias para 28 dias. Nestes resultados, pode-se mostrar que o teor de substituição de 30% apresentou os melhores valores, pois seu ganho de resistência foi maior do que 30% para todas as idades.

Outra análise é que o aumento da resistência à compressão das dosagens a partir dos 28 dias de cura foi devido à reação do cimento, pois o valor de ganho de resistência se mantém igual ou diminui para as substituições estudadas. Este resultado está de acordo com o estudo de pastas, onde a cinza apresentou uma alta reatividade inicial e estagnação após os 28 dias de cura.

6 CONCLUSÕES

Como conclusões, a cinza de folha de cana-de-açúcar obtida a partir do forno do Grupo MAC foi caracterizada e analisada em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana, e demonstrou possuir características de um material pozolânico. Os ensaios da influência da cinza de folha de cana-de-açúcar em argamassas também mostrou sua reatividade pozolânica, melhorando as propriedades mecânicas das matrizes cimentantes.

Nos ensaios de caracterização, o material apresentou uma boa proporção de SiO_2 , indicando ser um material silicoso. Já no ensaio de Difração de Raio-X, o material apresentou características amorfas e cristalinas. O material apresentou um desvio entre $2\theta = 15^\circ$ e $2\theta = 35^\circ$ típico de materiais pozolânicos. Porém, também apresentou picos de quartzo, calcita e dióxido de silício. No ensaio de granulometria a laser, o material pode ser analisado a partir de diversos tempos de moagem, sendo que 50 minutos foi o tempo ótimo que o material deve passar pelo moinho e garantir o menor diâmetro médio, como também uma distribuição com granulometrias menores em relação aos outros tempos. Após o ensaio FTIR, percebe-se que a cinza possui vibrações de Si-O-Si e também de O-C-O, ou seja, demonstra ser um material silicoso e possuir certa quantidade de matéria orgânica. O ensaio TG também mostrou presença de matéria orgânica na composição da cinza de folha de cana-de-açúcar. Finalmente, o MEV mostrou que a moagem da cinza realmente diminuiu o diâmetro da cinza.

Já nos ensaios de análise de análise da reação pozolânica, a cinza apresentou bons resultados em pastas de cal/pozolana e cimento/pozolana. No ensaio de FTIR, é visto que há o consumo da cinza de folha de cana-de-açúcar para formar materiais resistentes. Já no ensaio de TG, também vê a produção de materiais hidratados com o aumento do tempo de cura a partir da curva DTG, cal fixada e cálculo da perda de água dos produtos hidratados. Quando analisada pelo MEV, é vista uma estrutura densa e amorfa devido aos produtos hidratados formados.

Os resultados do estudo da cinza de folha de cana-de-açúcar em argamassas mostrou resultados satisfatórios. No ensaio de índice de consistência, constatou que a cinza de folha de cana-de-açúcar diminui a fluidez das argamassas, pois os valores do diâmetro de abertura diminuía conforme há o aumento da substituição do cimento Portland pelo resíduo. No entanto, se tratando dos valores absolutos de resistência mecânica, a substituição que apresentou o maior valor foi de 20%, onde esta dosagem mostrou resistência mecânica

levemente superior ao controle e às demais dosagens estudadas. Quando estudado os valores relativos de resistência mecânica através do ganho de resistência (GR), notou-se que a substituição de 30% de cimento Portland pela cinza de folha de cana-de-açúcar apresentou os melhores resultados. Isto mostra que, mesmo para porcentagens maiores de substituição, a cinza apresenta ganhos de resistência.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR NM 52:** agregado miúdo – determinação de massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro, 2009, p.1-6.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR NM 248:** agregados – determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003. p.1-6.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento — Especificação.** Rio de Janeiro, 2012, p.1-4.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 7215:** cimento portland – determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1996, p.1-8.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 12653:** materiais pozzolânicos - requisitos. Rio de Janeiro, 2012, p.1-6.
- AÏTCIN, P. C. Cements of yesterday and today concrete of tomorrow. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 30, n. 9, p. 1349-1359, 2000.
- CARTWRIGHT, C. Pantheon, Rome. Disponível em: <http://www.ancient.eu/image/1272/>. Acessado em 13/03/2015.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 39, p. 110-115, 2008.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash. **Construction and Building Materials**, Guildford, v.23, p. 3301-3303, 2009.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Experimental characterization of binary and ternary blended-cement concretes containing ultrafine residual rice husk and sugar cane bagasse ashes. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 29, p. 641-646, 2011.
- CRUZ, J. M.; FITA, I. C.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.; BORRACHERO, M. V. The use of electrical impedance spectroscopy for monitoring the hydration products of Portland cement mortars with high percentage of pozzolans. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 50, p. 51-61, 2013.
- DEEPCHAND, K. Characteristics, present use and potential of sugar cane tops and leaves. **Agricultural Wastes**, Inglaterra, v. 15, p. 139-148, 1986.
- INTER AMERICAN CEMENT FEDERATION- FICEM - **Statistical report 2013.** Bogotá: Ángela Plazas Impresos, 2013. Disponível em: http://www.ficem.org/estadisticas/statiscal_report_2013.pdf. Acessado dia 11 mar 2014.

FRÍAS, M.; VILLAR-COCIÑA, E.; SÁNCHEZ DE ROJAS, M. I.; VALENCIA-MORAES, E. The effect that different pozzolanic activity methods has on the kinetic constants of the pozzolanic reaction in sugar cane straw-clay ash/lime systems: Application of a kinetic–diffusive model. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 35, p. 2137-2142, 2005.

FRÍAS, M.; VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORAES, E. Characterization of sugar cane straw waste as pozzolanic material for construction: Calcining temperature and kinetic parameters. **Waste Management**, Kidlington, v. 27, p. 533-538, 2006.

FRÍAS, M.; VILLAR, E.; SAVASTANO, H. Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture. **Cement & Concrete Composites**, Kayseri, v. 33, p. 490-496, 2011.

GHIASVAND, E.; RAMEZANIANPUR, A. A.; RAMEZANIANPUR, A. M. Effect of grinding method and particle size distribution on the properties of Portland-pozzolan cement. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 53, p. 547-554. 2014.

GUZMÁN, A.; GUTIÉRREZ, C.; AMIGÓ, V.; MEJIA, G. R.; DELVASTO, S. Pozzolanic evaluation of the sugar cane leaf. **Materiales de Construcción**, Madrid, v. 61, n. 302, p.213-225, 2011.

HEWLETT, P. C. **Lea's chemistry of cement and concrete**. 4. ed. London: ELSEVIER, 2008. 1057 p.

HOI, L. W. S.; MARTINCIGH, B. S. Sugar cane plant fibres: separation and characterization. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v. 47, p. 1-12, 2013.

HUGOT, E. **Handbook of cane sugar engineering**, 3rd ed. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1986. 1057 p.

JAMES, J.; RAO, M. S. Reaction product of lime and silica from rice husk ash. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 16, p. 67-73, 1986.

MEKONNEN, M. M; HOEKSTRA, A. Y. **National water footprint accounts: the green, blue and grey water footprint of production and consumption**. Netherlands: Institute for Water Education - UNESO-IHE, 2011. 50 p. (Value of Water Research Report Series, 50.).

MATIRENA, F.; MIDDENDORF, B.; DAY, R. L.; GEHRKE, M.; ROQUE, P.; MARTÍNEZ, L.; BETANCOURT, S. Rudimentary, low tech incinerators as a means to produce reactive pozzolan out of sugar cane straw. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 36, p. 1056-1061, 2006.

ORDÓÑEZ, L. M.; PAYÁ, J.; COATS, A. M.; GLASSER, F. P. Reaction of rice husk ash with OPC and portlandite. **Advances in Cement Research**, London, v. 14, n. 3 p. 113-119, 2002.

PAYÁ, J.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V. Physical, chemical and mechanical properties of Fluid Catalytic Cracking Catalyst Residue (FC3R) blended cements. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 31, p. 57-61, 2001.

PAYÁ, J.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; PERIS-MORA, E.; ORDÓÑEZ, L. M. Studies on crystalline rice husk ashes and the activation of their pozzolanic properties. **Waste Materials in Construction**, Maastricht, v. 1, p.493-503, 2000.

PEREIRA, C. L.; SAVASTANO JUNIOR, H.; PAYÁ, J.; SANTOS, S. F.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J. Use of highly reactive rice husk ash in the production of cement matrix reinforced with green coconut fiber. **Industrial Crops and Products**, Netherlands, v. 49, p. 88-96, 2013.

RAMEZANIANPOUR, A. A.; JOVEIN, H. B. Influence of metakaolin as supplementary cementing material on strength and durability of concretes. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 30, p. 470-479, 2012.

RIPOLI, M. L. C.; GAMERO, C. A. Palhiço de cana-de-açúcar: ensaio padronizado de recolhimento por enfardamento cilíndrico. **Energia na Agricultura**, Botucatu, v. 22, n.1, p. 75-93, 2007

SÁNCHEZ-MORAL, S.; LUQUE, L.; CAÑAVERAS, J. C.; SOLER, V.; GARCIA-GUINEA, J.; APARICIO, A. Lime pozzolana mortars in Roman catacombs: composition, structures and restoration. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 35, p. 1555-1565, 2004.

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.

SHARP, J. H.; GARTNER, E. M.; MACPHEE, D. E. Novel cement systems (sustainability). **Advances in Cement Research**, London, v. 22, n. 4, p. 195-202, 2010.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO- SNIC. **Consumo mensal de 2013**. Rio de Janeiro: [s.n.], 2014. Disponível em: http://www.snic.org.br/numeros_dinamico.asp. Acessado dia 11 mar 2014.

TASHIMA, M. M. **Cinza de casca de arroz altamente reativa: método de produção, caracterização físico química e comportamento em matrizes de cimento portland**. 2006. 81 f. Dissertação (Mestrado)- Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista- UNESP, Ilha Solteira, 2006.

TASHIMA, M. M. **Producción y caracterización de materiales cementantes a partir del silicoaluminato cálcico vítreo (VCAS)**. 2012. 454 f. Tese (Doutorado) – Universitat Politècnica de Valencia, Valencia, 2012.

UNIÃO DA INDÚSTRIA DE CANA-DE-AÇÚCAR- UNICA. **Produção de cana-de-açúcar, 2004/2004 - 2013/2014**. [S.l.: s.n.], 2014. Disponível em: <<http://www.unicadata.com.br>>. Acessado em: 18 set. 2014.

VEJMELKOVÁ, E.; KEPPERT, M.; ROVNANÍKOVÁ, P.; KERŠNER, Z.; CERNÝ, R. Application of burnt clay shale as pozzolan addition to lime mortar. **Cement & Concrete Composites**, Kayseri, v. 34, p. 486-492, 2012.

VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORAES, E.; GONZÁLEZ-RODRIGUÉZ, R.; HERNÁNDEZ-RUIZ, J. Kinetics of the pozzolanic reaction between lime and sugar cane straw ash by electrical conductivity measurement: A kinetic–diffusive model. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 33, p. 517-524, 2002.

VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORAES, E.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JUNIOR, H.; FRÍAS, M. Pozzolanic behavior of bamboo leaf ash: Characterization and determination of the kinetic parameters. **Cement & Concrete Composites**, Kayseri, v. 33, p. 68-73, 2010.