

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA**

ADRIANA MARIA PEREIRA

**AVALIAÇÃO DO USO DA CINZA DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR NA
PRODUÇÃO DE AGLOMERANTES ATIVADOS ALCALINAMENTE**

Ilha Solteira
2019

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

ADRIANA MARIA PEREIRA

**AVALIAÇÃO DO USO DA CINZA DO BAGAÇO DE CANA-DE-
AÇÚCAR NA PRODUÇÃO DE AGLOMERANTES ATIVADOS
ALCALINAMENTE**

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de
Ilha Solteira – UNESP como parte dos requisitos
para obtenção do título de Doutor em Ciência dos
Materiais. Área de Conhecimento: Ciência e
Engenharia dos Materiais

Prof. Dr. Jorge Luís Akasaki
Orientador

Prof. Dr. Mauro Mitsuuchi Tashima
Coorientador

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

P436a Pereira, Adriana Maria.
Avaliação do uso da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na produção de aglomerantes ativado alcalinamente / Adriana Maria Pereira. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2019
170 f. : il.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Engenharia dos Materiais, 2019

Orientador: Jorge Luís Akasaki
Coorientador: Mauro Mitsuchi Tashima
Inclui bibliografia

1. Material alternativo e sustentável. 2. Atividade pozolânica. 3. Ativação alcalina. 4. Resistência mecânica à compressão. 5. Microestrutura.


Raiane da Silva Santos

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

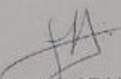
TÍTULO DA TESE: Avaliação do uso da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na produção de aglomerantes ativados alcalinamente

AUTORA: ADRIANA MARIA PEREIRA

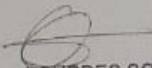
ORIENTADOR: JORGE LUIS AKASAKI

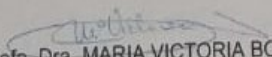
COORIENTADOR: MAURO MITSUUCHI TASHIMA

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Doutora em CIÊNCIA DOS MATERIAIS, área: Ciência e Engenharia dos Materiais pela Comissão Examinadora:


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


Prof. Dr. JOSE LUIZ PINHEIRO MELGES
Departamento de Engenharia Civil / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira


Profa. Dra. LOURDES SORIANO MARTINEZ
ICITECH - Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón / Universitat Politècnica de València


Profa. Dra. MARIA VICTORIA BORRACHERO ROSADO
ICITECH - Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón / Universitat Politècnica de Valencia


Prof. Dr. JOÃO CLAUDIO BASSAN DE MORAES
/ Instituto Tecnológico de Aeronáutica.

Ilha Solteira, 31 de janeiro de 2019

Dedico este trabalho aos meus pais Irineu Joaquim Pereira e Alice Maria Pereira e as minhas irmãs Daniela e Elaine, que sempre me apoiaram. Obrigada pelo incentivo e por acreditarem em mim.

AGRADECIMENTOS

Primeiro de tudo, gostaria de agradecer a Deus por me mostrar as oportunidades e me conduzir, iluminar e dar serenidade para seguir em frente com os propósitos e não desanimar com as dificuldades e obstáculos encontrados.

Agradeço as minhas irmãs Daniela e Elaine, meus cunhados Marco e Maurício, meus sobrinhos Felipe, Isabella e Miguel. E principalmente agradeço aos meus pais Irineu e Alice, que sempre me motivaram, e que me mostraram o quanto era importante o estudo.

Obrigado aos meus tios, tias e primos que sempre torceram por mim.

Agradeço ao Professor Dr. Jorge Luís Akasaki, meu orientador e uma pessoa muito importante na minha formação profissional e pessoal. Obrigada pela amizade, profissionalismo, orientação, confiança, incentivo e dedicação ao longo desses mais de 10 anos.

Agradeço ao Professor Dr. Mauro pela coorientação, e também pela amizade.

Agradeço a todos os professores do DEC, pelos ensinamentos que passaram desde a graduação. Um agradecimento especial ao professor José Luiz Pinheiro Melges.

Faço meu agradecimento ao Prof. Dr. Jordi Payá, a Prof. Dra. María Victoria Borrachero, a Prof. Dra. Lourdes Soriano e a Alba Font, da Universitat Politècnica de València – UPV - Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón – ICITECH, pelos conhecimentos compartilhados em todos esses anos entre mestrado e doutorado e pelo acolhimento nos meses que passei no GIQUIMA, em Valência.

À minha amiga Karina e à sua mãe, pelas orações e apoio. Também gostaria de agradecer ao meu amigo João Victor Fazzan e a toda a sua família; com vocês esses anos do doutorado foram mais leves e alegres.

Agradeço ao grupo Materiais Alternativos de Construção (MAC).

Ao Departamento de Física e Química – DFQ e ao Departamento de Engenharia Civil - DEC.

Ao Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón (ICITECH), na Universidad Politécnica de Valencia – UPV.

Aos técnicos do Laboratório de Engenharia Civil: Flávio, Gilson, Natália, Mário, Ozias e Ronaldo.

Aos amigos e colegas do grupo MAC, em especial ao Alan, Danilo e João Pedro, e um agradecimento especial a Maria Júlia, pelo apoio durante minha estadia em Valência e ao João Cláudio, pela colaboração no artigo “Valorisation of sugarcane bagasse ash (SCBA) with high quartz content as pozzolanic material in Portland cement mixtures”.

Agradeço ao Alexsandro dos Santos Felipe pela ajuda no laboratório.

Ao Instituto Federal de São Paulo, Câmpus de Presidente Epitácio e Câmpus Avançado de Ilha Solteira. Em especial à Instituição IFSP pelo apoio e concessão do Afastamento para Qualificação.

“Bendito seja o Senhor, meu rochedo que adestrou minhas mãos para a luta e os meus dedos treinou para a guerra.”

Salmos 144:1

“Aos que se surpreendem com a mistura que faço da tecnologia com a poesia direi que nem tudo é exato nesta nossa profissão de números e diagramas. É uma ilusão o rigor matemático que procuramos impor a tudo que fazemos. Basta entender que o objetivo de nossas teorias é descobrir uma simplicidade que não existe na natureza. É dessa realidade que nos achegamos indecisos e tateantes por meio de aproximações e de hipóteses.”

Reyolando

RESUMO

Nos últimos anos, tem havido um crescente interesse em substituir parcialmente ou totalmente o uso do cimento Portland por materiais com baixo impacto ambiental; logo o estudo de aglomerantes ativados alcalinamente obtidos a partir da mistura de um precursor sólido, rico em aluminossilicato, e uma solução alcalina de alta concentração, tem se mostrado uma alternativa viável, uma vez que o consumo de energia e a emissão de CO₂ durante a produção dessas matrizes são reduzidas, e ainda, ocorre a possibilidade de inserção de subprodutos agroindustriais, na matriz desses aglomerantes. Assim a presente tese apresenta um estudo de viabilidade do uso da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC), subproduto da indústria sucroalcooleira, na produção de aglomerantes ativados alcalinamente. A CBC foi obtida a partir da queima não controlada do bagaço de cana-de-açúcar e apresentou uma composição química predominantemente constituída de dióxido de silício. A cinza foi submetida a ensaios de caracterização física e química, de modo a avaliar a viabilidade do uso da cinza na produção de matrizes ativadas. Os ensaios de caracterização e de reatividade indicaram que a cinza apresenta grande parte da sua sílica no estado cristalino, além de apresentar baixa solubilidade e reatividade pozolânica. Porém, os ensaios térmicos e mecânicos das argamassas e pastas produzidas com a CBC, demonstraram que, a CBC apresenta boa reatividade para períodos de cura prolongados, possibilitando o seu uso em matrizes de cimento Portland e matrizes ativadas. Nos estudos das matrizes ativadas, foram analisados dois tipos de sistemas: no primeiro sistema, a CBC foi utilizada como precursor sólido em sistemas binários com a escória de alto forno e foi avaliado o comportamento microestrutural das matrizes a partir de ensaios de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TG), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e estudos mecânicos das matrizes ativadas com soluções de NaOH variando a concentração de 2 a 10M. Posteriormente, a CBC foi aplicada como fonte de silicato solúvel na produção da solução ativadora de NaOH, com concentração de 4M e 8M, e relação SiO₂/Na₂O igual a 0,5. Logo, o uso da CBC como fonte alternativa para a produção de novos aglomerantes contribui favoravelmente para a sustentabilidade ambiental, além de proporcionar a valorização do resíduo.

Palavras-chaves: Material alternativo e sustentável. Atividade pozolânica. Ativação alcalina. Resistência mecânica à compressão. Microestrutura.

ABSTRACT

ASSESSMENT OF THE SUGAR CANE BAGASSE ASH USE IN THE PRODUCTION OF ALKALI-ACTIVATED BINDERS

In recent years, there has been a growing interest in partially or totally replacing the use of Portland cement with materials with low environmental impact; Therefore, the study of alkaline activated binders obtained from the mixture of an aluminosilicate rich solid precursor and a high concentration alkaline solution, proved to be a viable alternative since energy consumption and CO₂ emission during production of these matrices are reduced, and also, there is the possibility of insertion of agroindustrial byproducts in the matrix of these binders. Thus, this thesis presents a viability study of the sugarcane bagasse ash (SCBA) use, a by-product of the sugar and alcohol industry, in the production of alkaline activated binders. The SCBA was obtained from the uncontrolled calcination of the sugarcane bagasse and presented a chemical composition predominantly constituted of silicon dioxide. The ash was physically and chemically characterized, in order to assess the viability of the ash use in the production of activated matrices. Characterization and reactivity analysis indicated that ash presents a great part of its silica in the crystalline state, low solubility and pozzolanic reactivity. However, the thermal and mechanical analysis of mortars and pastes produced with SCBA showed that ash presented good reactivity for long curing periods, allowing its use in Portland cement matrices and activated matrices. Two types of systems were analyzed in the activated matrices studies: in the first system, the SCBA was used as a solid precursor in binary systems with the blast furnace slag, the microstructural behavior of the matrices was assessed by means of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA), Scanning Electron Microscopy (SEM) and mechanical studies of the matrices activated with NaOH solutions varying the concentration from 2 to 10M. Subsequently, SCBA was applied as a source of soluble silicate in the production of the NaOH activator solution, with concentrations of 4M and 8M, and a SiO₂ / Na₂O ratio of 0,5. Thus, the use of SCBA as an alternative source for the production of new binders contributes favorably to the environmental sustainability, besides valorization of the residue.

Keywords: Alternative and sustainable material. Pozzolan activity. Alkaline activation. Compressive strength. Microstructure.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. 1 - Venda acumulada em 12 meses do Mercado Interno brasileiro	19
Figura 1. 2 - Evolução da área colhida no Brasil.....	22
Figura 3. 1– Diagrama ternário CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂	28
Figura 3. 2 - Mudanças do teor de hidróxido de cálcio durante a hidratação de um cimento Portland pozolânico ao longo do tempo	31
Figura 3. 3 - Esquemas das estruturas (a) SiO ₂ na forma cristalina e (b) SiO ₂ amorfo.....	33
Figura 3. 4 - Mecanismo de reação em uma partícula de escória de alto forno ativada por álcalis	36
Figura 4. 1– Distribuição granulométrica do agregado miúdo – areia média natural	51
Figura 4. 2 – Difratoograma da escória de alto forno.....	53
Figura 4. 3 – Distribuição granulométrica da escória de alto forno	53
Figura 4. 4 – Espectro FTIR da escória de alto forno.....	54
Figura 4. 5 – TG e DTG da escória de alto forno	55
Figura 4. 6 – Procedimento para a obtenção da CBC.....	56
Figura 4. 7 - Temperatura de queima em função do tempo.....	57
Figura 4. 8 – Moinho de bolas.....	58
Figura 4. 9 – Processo de produção da cinza de bagaço de cana-de-açúcar.....	59
Figura 4. 10 - Equipamento para ensaio de FRX	60
Figura 4. 11 - Difrátômetro de Raio-X	61
Figura 4. 12 - Espectrofotômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier.....	62
Figura 4. 13 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	63
Figura 4. 14 - Equipamento para o ensaio de granulometria a laser	63
Figura 4. 15 – Equipamento para análise termogravimétrica	65
Figura 4. 16 - Banho de areia	67
Figura 4. 17 – Equipamentos para as medidas de pH e de condutividade	68
Figura 4. 18 - Diagrama para avaliação da pozolanicidade.....	69
Figura 4. 19 – Esquema das etapas dos procedimentos experimentais	72
Figura 5. 1– Difração de Raio X da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)	78
Figura 5. 2– Relação entre o tempo de moagem e os diâmetros médios, d (0,1), d (0,5) e d (0,9) da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC).	80
Figura 5. 3- Distribuição granulométrica em porcentagem de volume e acumulada da cinza do bagaço da cana-de-açúcar (CBC).	81
Figura 5. 4- Análise pelo FTIR da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)	83
Figura 5. 5- Análise termogravimétrica cinza da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC) .	84
Figura 5. 6– Curva DTA da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC).....	84
Figura 5. 7- Microscopia Eletrônica de Varredura da cinza do bagaço da cana-de-açúcar	85
Figura 6. 1– Curva da condutividade elétrica da solução saturada e da pasta de CH/pozolana	89
Figura 6. 2- Curvas típicas obtidas a partir do novo método proposto após 7 dias de teste, demonstrando os valores de condutividade elétrica (a) e os valores de [OH-]	90
Figura 6. 3 Medida de condutividade elétrica para a CBC a 40°C.....	92

Figura 6. 4 – Medidas de condutividade elétrica para as suspensões de CH:CBC a 40°C, 50°C e 60°C	94
Figura 6. 5 – Medidas de pH e de [OH-] para as suspensões de CH:CBC a 40, 50 e 60°C.....	95
Figura 6. 6 – Representação da perda de condutividade elétrica (Lc) para as suspensões de CH:CBC a 40°C, 50°C e 60°C	97
Figura 6. 7 - Modelo de classificação da reatividade pozolânica proposta por Tashima et al. (2014).....	100
Figura 6. 8 - Classificação da reatividade pozolânica da CBC	100
Figura 6. 9 – Perda de condutividade e pH para uma suspensão de CH:CBC, realizada na temperatura de 60°C, para a cinza calcinada a 600°C por 30 minutos.....	101
Figura 7. 1– Espectro FTIR para amostra de CBC e para as pastas de CH/CBC, nas idades de cura de 3, 7, 28 e 90 dias.	105
Figura 7. 2– Curvas DTG curves para as pastas CH/CBC e CIM/CBC aos 90 dias de cura .	107
Figura 7. 3 – Resultado do teste de Frattini para as pastas de CIM/CBC, nas idades de cura de 8 e 15 dias	111
Figura 7. 4– Imagens do MEV das pastas de CH / CBC aos 90 dias de cura (Q: quartzo)....	112
Figura 7. 5 – Imagens do MEV para as pastas de CIM/CBC aos 28 dias de cura (Q: Quartzo; P: Portlandita; C-S-H: silicato de cálcio hidratado; AFt: Etringita)	113
Figura 8. 1 - Gráfico comparativo das resistências à compressão para as argamassas ativadas, para diferentes concentrações de NaOH, nas idades de 3, 7, 28 e 90 dias.	122
Figura 8. 2 - Relação de resistência à compressão (Rc) entre argamassas com 25% de CBC e argamassas contendo 0% de CBC, para as idades de 3, 7 28 e 90 dias, e para as concentrações de NaOH de 2 a 10 M.....	123
Figura 8. 3 - DTG para as argamassas com 4M de NaOH aos 7, 28 e 90 dias.....	124
Figura 8. 4 - Curvas DTG aos 28 dias	126
Figura 8. 5 - Espectros de FTIR de aglomerantes ativados alcalinamente, para as idades de cura à temperatura ambiente de 7, 28 e 90 dias, e uma concentração de 4M de NaOH.	128
Figura 8. 6 - Espectros de FTIR de aglomerantes ativados alcalinamente para as idades de cura de 28 dias e concentrações de 2, 4, 6 e 8M de NaOH	130
Figura 8. 7 - Micrografias da pasta 4M ESC aos 28 dias	131
Figura 8. 8 - Micrografias da pasta 4M CBC aos 28 dias	132
Figura 8. 9 - Micrografias da pasta 8M ESC aos 28 dias	133
Figura 8. 10 - Micrografias da pasta 8M CBC	134
Figura 9. 1 – Evolução da resistência à compressão das argamassas ativadas alcalinamente com concentração de NaOH de 4M e relação SiO ₂ /Na ₂ O igual a 0,5.....	140
Figura 9. 2 - DTG para as pastas com a CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora após 3 dias de cura.....	142
Figura 9. 3 - Espectros de FTIR das matérias-primas base (CBC e ESCC) e das pastas com a CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora após 3 e 28 dias de cura em câmara úmida.....	145
Figura 9. 4 – Micrografias para as pastas produzidas com concentração de 4M, ϵ igual a 0,5 e CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora aos 90 dias de cura.....	147
Figura I. 1– Relação $R_{(ativador\ controle)}/R_{(ativador\ Soda\ Caustica)}$	157
Figura II. 1– Dosagens dos sistemas ternários com 10 % de cimento na composição.....	160
Figura II. 2– Representação gráfica dos valores de resistência à compressão para os sistemas ternários com 10% de cimento na composição	162

Figura II. 3– Dosagens dos sistemas ternários com 10 % de cimento na composição.....	163
Figura II. 4– Representação gráfica dos valores de resistência à compressão para os sistemas ternários com 20% de cimento na composição	165

LISTA DE TABELAS

Tabela 3. 1- Linha do tempo de Cimentos ativados por álcalis.....	34
Tabela 3. 2 – Temperatura e tempo de produção das cinzas do bagaço da cana-de-açúcar estudadas por Frías et al. (2011).....	41
Tabela 4. 1 – Composição química em % de óxidos do Cimento Portland CP V - ARI	50
Tabela 4. 2 - Caracterização física do agregado miúdo – areia média natural	51
Tabela 4. 3 - Composição química da escória de alto forno em porcentagem de óxidos.....	52
Tabela 4. 4 - Temperatura de queima em função do tempo	57
Tabela 5. 1- Composição química da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (em porcentagem de óxidos)	76
Tabela 5. 2– Diâmetro médio, d (0,1), d (0,5) e d (0,9) da cinza do bagaço de cana-de-açúcar	81
Tabela 5. 3– Superfície e massa específica da CBC.....	82
Tabela 6. 1 - Proporções das soluções aquosas para o estudo de pH e condutividade.....	91
Tabela 6. 2 – Valores de perda de condutividade (Lc) das soluções aquosas de cal hidratada e CBC, após sete dias de ensaio	98
Tabela 6. 3 - Tempo de insaturação e valores da concentração do íon OH-	99
Tabela 6. 4 - Nível de reatividade segundo Tashima et. al (2014).....	99
Tabela 7. 1– Traços de pastas de CIM/CBC	104
Tabela 7. 2– Programa experimental para as pastas de cimento e de cal hidratada	105
Tabela 7. 3 - Desidratação total dos compostos (PT), desidratação do Ca (OH) 2 (PCH), fixação de cal e consumo de cal para as pastas de CH / CBC e para as pastas de CIM/CBC aos 90 dias de cura.....	110
Tabela 7. 4 - Trabalhabilidade e resistência à compressão das argamassas de CIM/CBC, nas idades de 3, 7, 28, 56 e 90 dias de cura.	114
Tabela 8. 1 - Soluções alcalinas de NaOH utilizadas	119
Tabela 8. 2 - Resistência à compressão das argamassas de escória de alto forno, ativadas alcalinamente com diferentes concentrações de NaOH, curados a temperatura ambiente, para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias.....	120
Tabela 8. 3 - Resistência à compressão das argamassas de escória de alto forno e CBC ativadas alcalinamente com diferentes concentrações de NaOH, curados a temperatura ambiente, para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias.....	121
Tabela 8. 4 - Perda total de massa (%) para as diferentes idades de cura, para a concentração de 4M – Crisol de alumina	125
Tabela 8. 5 - Valores de Perda total de massa em % para concentrações variando de 2 – 8M, para os sistemas binários aos 28 dias.....	127
Tabela 9. 1 – Condições do teor de SiO ₂ e da reatividade da CBC consideradas no preparo das soluções	138
Tabela 9. 2 – Misturas produzidas utilizando a CBC com ativador alcalino, para uma concentração de 4M e ϵ igual a 0,5	139
Tabela 9. 3 – Resistência à compressão das argamassas ativadas alcalinamente com concentração de NaOH de 4M e relação SiO ₂ /Na ₂ O igual a 0,5.....	140

Tabela 9. 4 - Perda total de massa - Pt (%) - das pastas com a CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora após 3 e 28 dias de cura	143
Tabela 9. 5 – Misturas produzidas utilizando a CBC com ativador alcalino, para uma concentração de 8M e ϵ igual a 0,5	148
Tabela 9. 6 - Resistência à Compressão das argamassas ativadas alcalinamente com concentração de NaOH de 8M e relação $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 0,5.....	149
Tabela 9. 7 - Resistência à compressão das argamassas com o uso de inerte na produção da solução ativadora	150

Tabela I. 1 – Composição química da soda cáustica	156
Tabela I. 2 - Resistência mecânica à compressão.....	157
Tabela II. 1– Resistência à compressão para os sistemas ternários com 10% de cimento na composição	161
Tabela II. 2– Resistência à compressão para os sistemas ternários com 20% de cimento na composição	164
Tabela III. 1– Dosagem para o estudo da influência da temperatura	167
Tabela III. 2 – Evolução da resistência mecânica das amostras de argamassas submetidas a altas temperaturas.....	168
Tabela III. 3– Absorção de água por capilaridade de argamassas submetidas a tratamento térmico de 60°C.....	169
Tabela III. 4– Absorção de água por capilaridade de argamassas submetidas a tratamento térmico de 105°C.....	169

SUMÁRIO

1	Introdução	19
1.1	ASPECTOS GERAIS E RELEVÂNCIA DO TEMA	19
1.2	ESTRUTURA DA TESE	23
	REFERÊNCIAS	25
2	Objetivos	27
2.1	OBJETIVO GERAL	27
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	27
3	Revisão bibliográfica	28
3.1	MATERIAIS POZOLÂNICOS.....	29
3.2	ATIVAÇÃO ALCALINA.....	33
3.2.1	Ativadores	37
3.2.2	Precursores sólidos	37
3.2.3	Condições de Cura.....	38
3.3	CINZA DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR.....	39
	REFERÊNCIAS	42
4	Metodologia Experimental	49
4.1	SELEÇÃO, PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	49
4.1.1	Cimento Portland.....	49
4.1.2	Hidróxido de cálcio	50
4.1.3	Agregado miúdo	50
4.1.4	Água	52
4.1.5	Escória de alto forno.....	52
4.1.6	Material alternativo – Cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)	55
4.1.7	Ativadores alcalinos	59
4.2	EQUIPAMENTOS.....	59
4.2.1	Fluorescência de raios X (FRX)	59
4.2.2	Difração de raios X (DRX)	60
4.2.3	Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	61
4.2.4	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	62
4.2.5	Análise de partículas por difração de raios laser (ADL)	63
4.2.6	Análise termogravimétrica (TG)	64

4.3	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	66
4.3.1	Superfície Específica Blaine e Massa Específica.....	66
4.3.2	Resíduos insolúveis	66
4.3.3	pH e Condutividade elétrica	68
4.3.4	Frattini	68
4.3.5	Preparação de pastas e argamassas.....	69
4.4	PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	71
	REFERÊNCIAS	73
5	Caracterização física e química da CBC	76
5.1	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX).....	76
5.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX).....	78
5.3	RESÍDUOS INSOLÚVEIS.....	79
5.4	ANÁLISE DE PARTÍCULAS POR DIFRAÇÃO DE RAIOS LASER (ADL).....	79
5.5	SUPERFÍCIE ESPECÍFICA DE BLAINE E MASSA ESPECÍFICA.....	82
5.6	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	82
5.7	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG)	83
5.8	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	85
5.9	CONCLUSÕES.....	86
	REFERÊNCIAS	86
6	pH e condutividade elétrica de suspensões aquosas.....	88
6.1	CONSIDERAÇÕES SOBRE O MÉTODO DE PH E CONDUTIVIDADE SEGUNDO TASHIMA et al. (2014).....	90
6.2	SUSPENSÃO AQUOSA DE CAL: CBC PARA AS TEMPERATURAS DE ENSAIOS DE 40°C, 50°C e 60°C.	91
6.3	CLASSIFICAÇÃO DA REATIVIDADE POZOLÂNICA DA CBC.....	98
6.4	CONCLUSÕES.....	102
	REFERÊNCIAS	102
7	Análise da reatividade pozolânica da CBC.....	103
7.1	ANÁLISE DAS PASTAS DE CAL/CBC E CIMENTO/CBC.....	104
7.1.1	Estudos microestruturais: preparação de pastas e técnicas experimentais.....	104
7.1.2	Estudo do FTIR das pastas de cal/CBC.....	105
7.1.3	Estudo da análise termogravimétrica das pastas de cal/CBC e cimento/CBC	106
7.1.4	Estudo de Frattini das pastas de cimento/CBC	111
7.1.5	Estudo das micrografias das pastas de cal/CBC.....	112
7.2	ARGAMASSAS DE CIMENTO PORTLAND/CBC.....	113

7.2.1	Dosagens das argamassas de cimento Portland/CBC.....	113
7.2.2	Caracterização das argamassas: Resistência à compressão e trabalhabilidade	114
7.3	CONCLUSÕES	115
	REFERÊNCIAS	116
8	Aglomerantes ativados alcalinamente: influência da concentração do hidróxido alcalino.....	118
8.1	INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DO HIDRÓXIDO DE SÓDIO	118
8.1.1	Propriedades mecânicas	120
8.1.2	Propriedades microestruturais	124
8.2	Conclusões	135
	REFERÊNCIAS	136
9	Utilização da CBC como ativador alcalino	137
9.1	ASPECTOS GERAIS	137
9.2	UTILIZAÇÃO DA CBC COMO ATIVADOR ALCALINO EM SISTEMA COM CONCENTRAÇÃO NaOH DE 4M.....	139
9.2.1	Propriedades mecânicas	140
9.2.2	Propriedade microestruturais.....	141
9.3	UTILIZAÇÃO DA CBC COMO ATIVADOR ALCALINO EM SISTEMA COM CONCENTRAÇÃO NAOH DE 8M	148
9.3.1	Propriedades mecânicas	148
9.3.2	Uso do material inerte para comprovação da eficiência da CBC.....	149
9.4	CONCLUSÕES	150
	REFERÊNCIAS	151
10	Conclusões e considerações finais	152
11	Propostas para estudos futuros	154
	APÊNDICE.....	162
	APÊNDICE A – ATIVADOR ALCALINO.....	156
	APÊNDICE B - SISTEMA TERNÁRIO: USO DO CIMENTO PORTLAND.....	159
	APENDICE C – INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NAS MATRIZES ATIVADAS ALCALINAMENTE.....	167

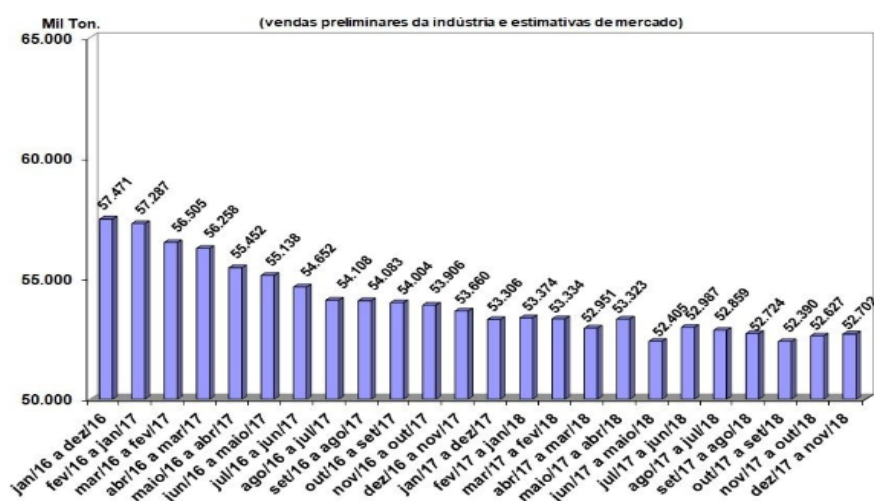
1 Introdução

1.1 ASPECTOS GERAIS E RELEVÂNCIA DO TEMA

O consumo aparente de cimento no mercado interno e as importações, segundo o Sindicato Nacional da Indústria do Cimento (SNIC, 2018), totalizaram 49 milhões de toneladas entre janeiro a novembro de 2018. O resultado representou uma queda de 1,5% em relação ao mesmo período de 2017, reflexo da crise econômica enfrentada pelo país.

Na comparação com o acumulado dos últimos 12 meses (dezembro de 2017 a novembro de 2018), a queda foi de 2% sobre igual período anterior (dezembro de 2016 a novembro de 2017), conforme a figura 1.1. (SNIC, 2018).

Figura 1. 1 - Venda acumulada em 12 meses do Mercado Interno brasileiro



Fonte: (SNIC, 2018)

O setor de produção de cimento Portland brasileiro, segundo dados do Sindicato Nacional da Indústria do Cimento de 2016, contam com mais de 100 fábricas produtoras de cimento Portland, controlados por 24 grupos industriais, com capacidade de produção de 100 milhões t/ano de cimento e produzindo em média 57 milhões de toneladas por ano. As fábricas estão em 88 municípios brasileiros e contam com mais de 23 mil empregos direto, o que indica o grande impacto econômico e social da indústria cimenteira no Brasil.

Segundo Toledo Filho et al., 2002, durante o processo de fabricação do cimento Portland, uma grande quantidade de energia é consumida. No procedimento de descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO_3) para a obtenção do óxido de cálcio (CaO), aproximadamente 40% da matéria-prima se perde em forma de CO_2 (gás carbônico) diretamente para a atmosfera.

O processo de calcinação do carbonato de cálcio (CaCO_3) e o processo da queima dos combustíveis utilizados na fabricação do clínquer faz com que as indústrias de cimento sejam responsáveis por cerca de 8% da emissão mundial de CO_2 na atmosfera, contribuindo significativamente para o aquecimento global. Estima-se que para cada tonelada de clínquer produzido no Brasil, há uma emissão de CO_2 na atmosfera entre 830 a 900 kg de CO_2 quilos (BENHELAL et al., 2013; MADLOOL et al., 2011; MIKULČÍČ et al., 2016; ODA et al., 2012).

Observando os dados das empresas cimentícias, pode-se ter ideia do grau de importância na economia, no meio ambiente e na sociedade brasileira; daí a necessidade de adequação dessas empresas a um ambiente econômico e ambiental mais sustentável.

De fato, devido ao impacto ambiental gerado pela produção e consumo do cimento Portland, tem-se buscado alternativas para diminuir os problemas provocados pelo uso cimento Portland, tais como a utilização de adições minerais durante a fabricação do clínquer, ou ainda na substituição parcial do cimento Portland por pozolanas e até mesmo na produção de novos tipos de cimentos.

Atualmente é crescente os estudos voltados a produção de aglomerantes ativados alcalinamente, que possibilita a produção de matrizes sem o uso do cimento Portland. Logo o uso desses sistemas alternativos, leva a economia de energia e a redução do custo de fabricação do cimento Portland, provocando o aumento da vida útil das jazidas de calcário e argila, provocando uma diminuição significativa nas emissões de CO_2 .

O uso de pozolanas para a produção de materiais cimentícios não é recente. Segundo Mehta (1987) e Kaefer (1998), seu uso já foi observado em construções gregas e romanas. Segundo o ACI CT 13, 2013, as pozolanas podem ser definidas como sendo materiais com elevado teor de sílica e/ou alumina no estado amorfo, que, quando finamente subdivididos, reagem quimicamente com o hidróxido de cálcio em presença de água para formar produtos hidratados estáveis. Hoje os estudos voltados para a melhoria do desempenho dos elementos ligados à construção civil retornam a evidenciar o uso desses materiais, uma vez que, no geral, são mais duráveis e apresentam melhores desempenhos mecânicos.

Já os estudos da produção de aglomerantes ativados alcalinamente, uma alternativa ao uso do cimento Portland, é mais recente, em relação as pozolanas e vem sendo feito segundo Davidovits (1994), desde a década de 40.

Segundo Davidovits (1982), a ativação alcalina de um modo geral é um processo químico de polimerização de uma fonte rica em aluminossilicato e uma solução de alto valor de pH, produzida a partir de um metal alcalino, que gera um material cimentante denominado de aglomerante ativado alcalinamente. A reação de geopolimerização tem como resultado um

material amorfo de resistência e durabilidade igual e/ou superior às matrizes de cimento Portland.

Logo, a utilização de resíduos e subprodutos industriais e agroindustriais na produção de aglomerantes alternativos mostra-se como uma boa opção para a redução do impacto ambiental gerado pela indústria de cimento Portland.

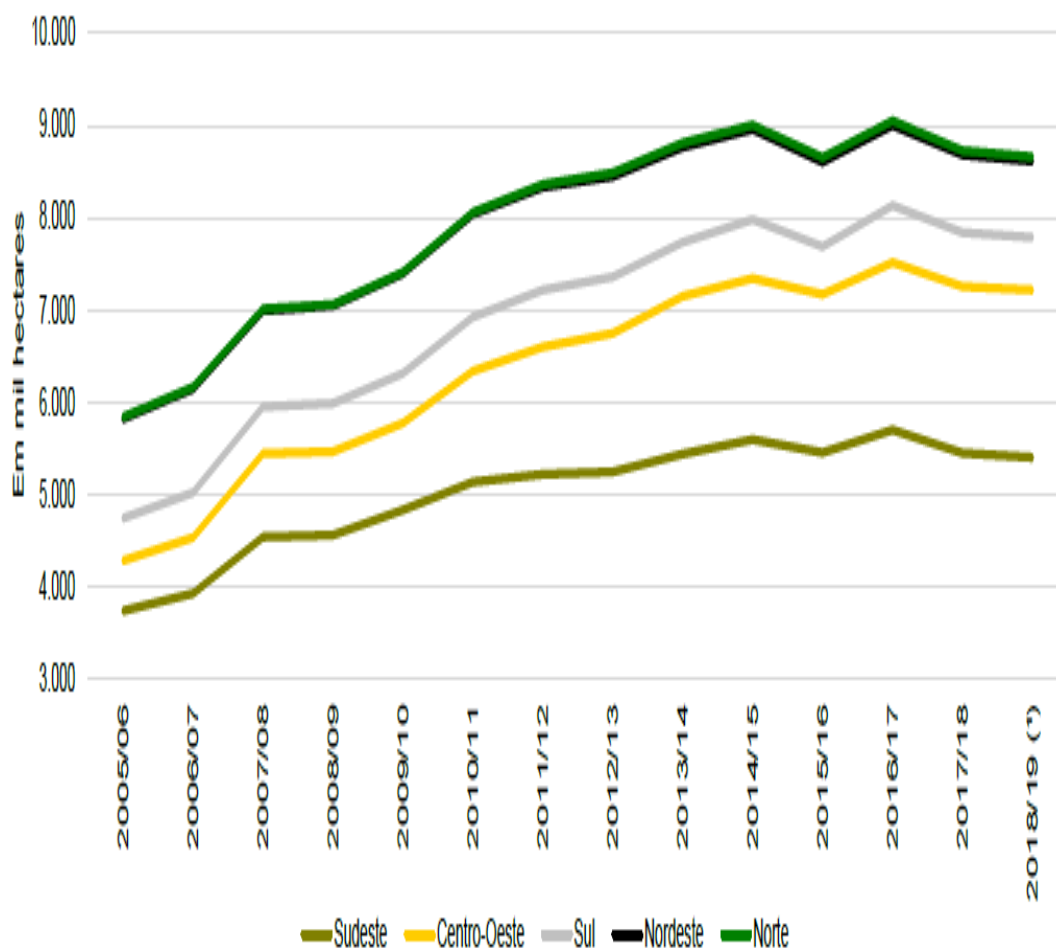
Portanto, a pesquisa desenvolvida nesta tese propõe o estudo da aplicação da cinza de bagaço de cana-de-açúcar na produção desses novos aglomerantes.

De acordo com a Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB, 2018), a produção de cana-de-açúcar estimada para a safra 2018/19 é de 635,51 milhões de toneladas, que corresponde a um aumento de 0,4% em relação à safra anterior. Estima-se uma área colhida de 8,66 milhões de Hectares.

Na região sudeste tem-se uma expectativa de produção de 412,4 milhões de toneladas de cana-de-açúcar processada, considerada a maior produção de todas as regiões do Brasil CONAB (2018).

Ainda conforme a CONAB (2018), nos últimos anos vem ocorrendo uma maior conscientização das pessoas em relação à preservação do meio ambiente, principalmente sobre os efeitos indesejáveis da utilização de combustíveis fósseis no balanço de carbono na atmosfera e seus efeitos desastrosos no aquecimento global. Esse efeito de conscientização pode ser observado na evolução em 10 anos da área plantada de cana-de-açúcar (Figura 1.2).

Figura 1. 2 - Evolução da área colhida no Brasil



Nota: * Estimativa em agosto/2018 ⁽¹⁾.

Fonte: (CONAB, 2018)

Logo, a agroindústria sucroalcooleira tem-se mostrado favorável devido ao esgotamento das jazidas petrolíferas e ao alto preço do petróleo; além do mais, o álcool é considerado um combustível ecologicamente correto, uma vez que é obtido a partir de uma fonte renovável (CONAB, 2018).

Neste contexto, o aumento do cultivo e do manejo da cana-de-açúcar gera a produção de resíduos tais como o bagaço e a folha da cana-de-açúcar, que podem ser utilizados na produção de aglomerantes para a construção civil.

1.2 ESTRUTURA DA TESE

A partir da introdução (*Capítulo I*) que apresenta sobre os aspectos gerais e a relevância do tema de pesquisa proposto, os demais capítulos abordados nesta tese foram divididos em mais 10 partes e organizados da seguinte maneira:

O *capítulo II* apresenta os objetivos gerais e específicos da tese.

O *capítulo III* aborda uma revisão bibliográfica, a respeito dos temas estudados, a saber: materiais pozolânicos e aglomerantes ativados alcalinamente. Neste capítulo aborda-se ainda sobre a cinza de bagaço de cana-de-açúcar e a sua utilização em matrizes cimentantes.

O *capítulo IV* apresenta a metodologia experimental realizada. O capítulo aborda primeiramente a seleção, produção e caracterização dos materiais empregados, em seguida foi apresentado os equipamentos, método de dosagem e os de ensaios para a caracterização da cinza de bagaço de cana-de-açúcar e das pastas e argamassas produzidas, e por fim foi apresentado de forma esquemática todo o procedimento experimental adotado.

Os resultados e discussões da pesquisa realizada estão nos capítulos V, VI, VII, VIII e IX.

O *capítulo V* apresenta os resultados da caracterização física e química da cinza de bagaço de cana-de-açúcar. Para a caracterização da CBC foram utilizadas as seguintes técnicas: Fluorescência de raios X, Difração de raios X, Análise da distribuição das partículas por difração a laser, Espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier, Microscopia eletrônica de Varredura, Análise termogravimétrica, resíduos insolúveis e superfície específica de Blaine e massa específica. Essas técnicas contribuíram na identificação da morfologia, mineralogia e componentes químicos da CBC.

A fim de analisar a viabilidade do uso da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na produção de aglomerantes ativados alcalinamente, realizou-se estudos prévios em sistemas de cinza de bagaço de cana-de-açúcar / cimento Portland e cinza do bagaço de cana-de-açúcar hidróxido de cálcio, objetivando analisar a reatividade do material. Esses resultados são apresentados nos capítulos VI e VII.

No *capítulo VI*, foi aplicado o método desenvolvido por Tashima et al. (2014) para a determinação da reatividade da CBC, o método consiste em análise de dados de pH e condutividade da amostra de pozolana em suspensões aquosas.

No *capítulo VII*, foram apresentados os dados referentes ao estudo do uso da CBC na substituição parcial do cimento Portland. Os dados referem-se ao artigo: ***Valorisation of sugarcane bagasse ash (SCBA) with high quartz content as pozzolanic material in Portland cement mixtures***”, desenvolvido por Pereira et al. (2018) e publicado na revista **Materiales de Construcción**.

E por fim nos capítulos VIII e IX, são apresentados os estudos relacionados à ativação alcalina.

O *capítulo VIII* apresenta os resultados dos aglomerantes ativados alcalinamente produzidos com escória de alto forno e cinza de bagaço de cana-de-açúcar. Estudou-se a influência da concentração do ativador alcalino nos sistemas binários.

O *capítulo IX* apresenta o estudo do uso da cinza de bagaço de cana-de-açúcar como ativador alcalino.

O *capítulo X*, cita as considerações finais e as conclusões obtidas do trabalho de investigação.

O *capítulo XI*, apresenta as sugestões para pesquisas futuras que podem ser desenvolvidas a partir dos dados apresentados na tese.

No final da tese são apresentados 3 apêndices, que se referem a estudos preliminares desenvolvidos ao longo da presente pesquisa.

No apêndice I é apresentado o estudo do uso da soda caustica como ativador alcalino.

O apêndice II mostra o estudo preliminar de aglomerantes ativados alcalinamente em sistemas ternários, onde os precursores sólidos utilizados foram a cinza do bagaço de cana-de-açúcar, a escória de alto forno e o cimento Portland.

E por fim no apêndice III é apresentado um estudo prévio de aglomerantes a base de escória de alto forno submetido a altas temperaturas.

REFERÊNCIAS

- BENHELAL, E.; ZAHEDI, G.; SHAMSAEI, E.; BAHADORI, A. Global strategies and potentials to curb CO₂ emissions in cement industry. **Journal of Cleaner Production**, v. 31, n. 1, p. 22–8, 2013.
- CONAB. Companhia Nacional de Abastecimento. **Acompanhamento da safra brasileira de cana-de-açúcar**. Disponível em: <<http://www.conab.gov.br/>> Acesso em: novembro de 2018.
- DAVIDOVITS, J. The need to create a new technical language for the transfer of basic scientific information: transfer and exploitation of scientific and technical information, EUR 7716. Luxembourg: Commission of the European Communities, 1982.
- DAVIDOVITS, J. Properties of geopolymers cements. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ÁLCALINE CEMENTS AND CONCRETES, 1., 1994, Ucrânia. Proceedings... Ucrânia: Kiev, 1994. v. 6, p.131-149.
- KAEFER, L. F. **A Evolução do Concreto Armado**. PEF 5707 – Concepção, Projeto e realização das estruturas: aspectos históricos. São Paulo, 1998.
- MADLOOL, N. A.; SAIDUR, R.; HOSSAIN, M. S.; RAHIM, N. A. A critical review on energy use and savings in the cement industries. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, Kidlington, v. 15, n. 4, p. 2042–2060, maio 2011.
- MEHTA, P.K. **Natural Pozzolan**. In: Supplementary Cementing Materials. Ottawa: V. M. Malhotra. 1987. 427p.
- MI, HILLS, ACI CT-13, “ACI Concrete Terminology.” *American Concrete Institute, Farmington*, pp. 50, 2013.
- MIKULČIĆ, H.; KLEMEŠ, J. J.; VUJANOVIĆ, M.; URBANIEC, K.; DUIĆ, N. Reducing greenhouse gasses emissions by fostering the deployment of alternative raw materials and energy sources in the cleaner cement manufacturing process. **Journal of Cleaner Production**, Amsterdam, v. 136, part. B, p. 119-132, 2016.
- ODA, J.; AKIMOTO, K.; TOMODA, T.; NAGASHIMA, M.; WADA, K.; SANO, F. International comparisons of energy efficiency in power, steel, and cement industries. **Energy Policy**, London, v. 44, p. 118–129, maio 2012.
- PEREIRA, A. M.; MORAES, J. C.B.; MORAES, M. J.B.; AKASAKI, J. L.; TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; Monzó, J.; Payá, J.. Valorisation of sugarcane bagasse ash (SCBA) with high quartz content as pozzolanic material in Portland cement mixtures. **MATERIALES DE CONSTRUCCION**, v. 68, p. e153, 2018.

TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V., AKASAKI, J. L.; PAYÁ, J.. New method to assess the pozzolanic reactivity of mineral admixtures by means of pH and electrical conductivity measurements in lime: pozzolan suspensions. **Materiales de Construcción** 64 (2014) 1 – 12.

SNIC. **Sindicato Nacional da Indústria de Cimento.** Disponível em: <<http://www.snic.org.br/>> Acesso em: novembro. 2018.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a viabilidade do uso da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC) na produção de aglomerantes ativados alcalinamente, em sistemas de CBC e escória de alto-forno.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para alcançar o objetivo geral proposto, foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- Caracterizar fisicamente e quimicamente a CBC;
- Avaliar a potencialidade pozolânica da CBC, através do método de pH e condutividade de suspensões aquosas;
- Realizar a análise microestrutural de pastas de cimento/CBC e cal/CBC e estudar o desempenho mecânico de argamassas de cimento/CBC;
- Analisar a potencialidade da CBC, para ser usada como precursor sólido.
- Identificar a interferência da concentração da solução do hidróxido de sódio nas propriedades físicas, químicas e mecânicas de aglomerantes ativados alcalinamente em sistemas binários de CBC e escória de alto forno, curado a temperatura ambiente e;
- Analisar a potencialidade da CBC, para ser usada como ativador alcalino em aglomerantes ativados alcalinamente, substituindo o uso do silicato sódio na produção das soluções alcalina.

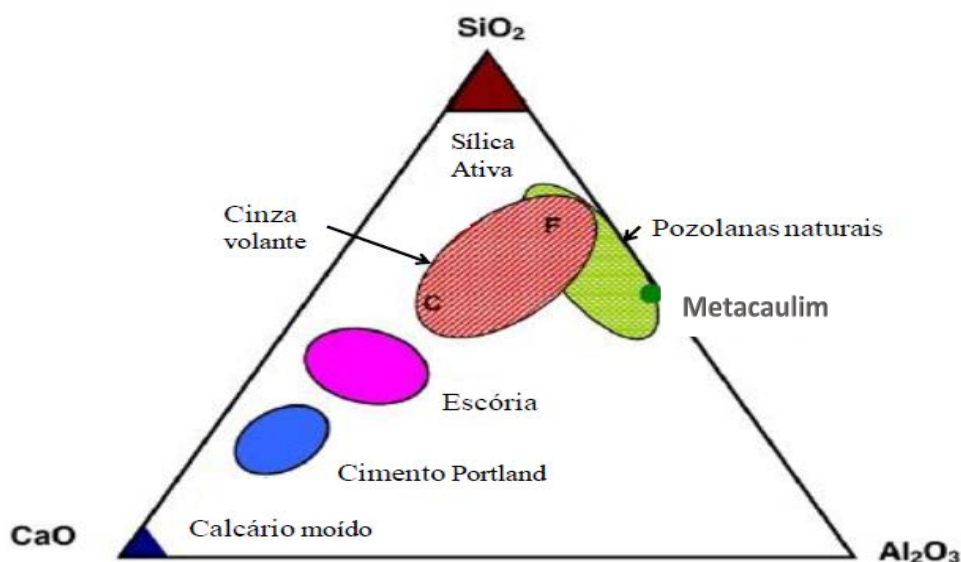
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Quando adições minerais são utilizadas na composição do cimento Portland ou quando elas são utilizadas na substituição parcial ou total do cimento Portland para a produção de materiais cimentícios, são adquiridas vantagens ambientais, sociais e econômicas, gerando a redução no uso do clínquer e, conseqüentemente, a menor emissão de CO_2 proveniente do consumo de combustíveis nos fornos e da calcinação do calcário, além de reduzir em algumas situações a exploração de jazidas naturais.

Nota-se ainda que esses novos aglomerantes possibilitam o uso e aproveitamento de resíduos agroindustriais, que podem ser classificados como materiais cimentícios suplementares (MCS).

Normalmente essas adições minerais são caracterizadas por exibir teor menor de óxido de cálcio em relação ao cimento Portland, como pode ser observado no diagrama ternário $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ da Figura 3.1. No diagrama, a distribuição dos grupos está de acordo com a quantidade de óxidos que cada material possui. Quando os MCS são ricos em sílica ocorrem mudanças na quantidade e nos tipos de hidratos formados e, logo, no volume, porosidade e durabilidade dos produtos da hidratação. Devido à grande quantidade de sílica ocorre a redução da relação CaO/SiO_2 (C/S) na fase C-S-H e maior consumo de portlandita. No caso de MCS ricos em alumina acontece o acréscimo da incorporação de Al no C-S-H, o que acarreta uma maior quantidade de aluminatos nos produtos hidratados (LOTHENBACH *et al.*, 2011; MASSAZZA, 1998; PINHEIRO, 2015).

Figura 3. 1– Diagrama ternário $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$



Fonte: Adaptado (LOTHENBACH *et al.*, 2011)

Duas alternativas ao uso do cimento Portland serão exploradas neste capítulo: o uso de adições minerais como pozolana na substituição parcial do cimento Portland e como precursor sólido na produção de aglomerantes ativado alcalinamente.

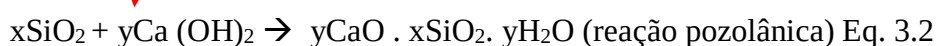
3.1 MATERIAIS POZOLÂNICOS

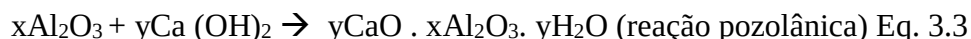
Segundo a NBR 12653 (ABNT, 2014), materiais pozolânicos são materiais silicosos ou silicoaluminosos que, por si sós, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que, quando finamente moídos e na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente formando compostos com propriedades aglomerantes. E ainda deve apresentar alto teor de SiO_2 ou $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e estrutura amorfa (HEWLETT, 2008).

Os materiais pozolânicos podem ser divididos em naturais e artificiais. Pozolanas naturais são aquelas cuja origem é vulcânica, ou de origem sedimentar com atividade pozolânica. Já as pozolanas artificiais são materiais resultantes de processos industriais ou provenientes de tratamento térmico com atividade pozolânica, e podem ser divididas em argilas calcinadas, cinzas volantes e outros materiais, tais como as pozolanas não-tradicionais, a saber: escórias siderúrgicas ácidas, cinzas de materiais vegetais, rejeito de carvão mineral (NBR 12653 (ABNT, 2014)).

De acordo com Mehta e Monteiro (1994), Cordeiro (2006) e Hewlett (2008), a reação pozolânica é a ação entre os componentes quimicamente ativos presentes na pozolana que podem reagir com a Portlandita (CH), produzidos pela hidratação dos silicatos do cimento Portland, para formar novos produtos hidratados resistentes (silicatos de cálcio hidratados (C-S-H), aluminatos de cálcio hidratados (A-C-H) e silicoaluminatos de cálcio hidratados (S-A-C-H)), semelhantes aos encontrados na hidratação do cimento Portland, gerando assim, um aumento de resistência mecânica, diminuição da permeabilidade e, conseqüentemente, um aumento na durabilidade.

As Equações 3.1 a 3.4, exibem de forma simplificada a reação. Sendo que o produto final da reação pozolânica é o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), que é o principal produto de hidratação do cimento Portland (JOHN *et al.*, 2003).





Conforme Lohtia e Joshi (1995), as reações pozolânicas geralmente começam depois que a hidratação do cimento Portland se inicia e o CH torna-se disponível. A substituição de cimento Portland por determinadas pozolana, como é o caso da cinza do bagaço da cana-de-açúcar, provoca o retardamento da taxa inicial de hidratação e, por conseguinte, o efeito pozolânico só pode ser notado nas idades prolongadas, onde pode ser observado o aumento da resistência mecânica e a diminuição da permeabilidade da matriz.

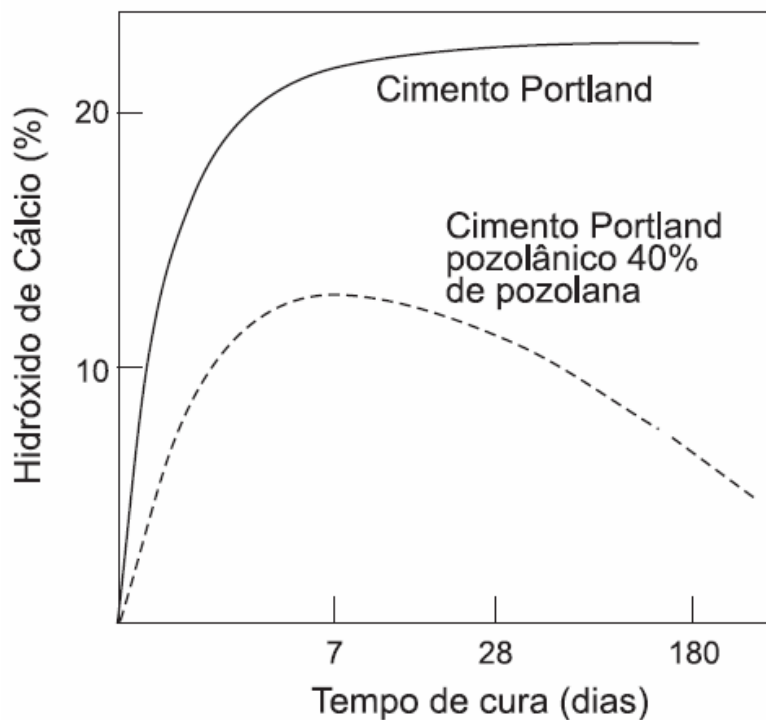
Lothenbach *et al.* (2011) e Martínez (2006) afirmam que a reação pozolânica é mais lenta do que a reação de hidratação das fases do clínquer. Inicialmente, a pozolana proporciona um efeito fíler, efeito físico da pozolana que atua no preenchimento de vazios de concretos, argamassas e pastas melhorando a coesão e diminuindo a exsudação, diminuindo o calor liberado durante a hidratação, uma vez que a pozolana não produz hidratos nos primeiros dias.

Além disso, ocorre também à nucleação, em que a superfície extra, proporcionada pela pozolana, funciona como ambiente de nucleação para os produtos de hidratação das fases do clínquer, ou seja, aumenta a velocidade de hidratação das partículas de cimento Portland nos primeiros dias de cura, gerando uma maior quantidade de hidratos, fazendo com que a quantidade de portlandita (CH) disponível cresça neste período, e aumente posteriormente a reação pozolânica. E em geral, as misturas com material pozolânico tem o período de aceleração mais marcante e a taxa máxima de calor maior em relação às misturas feitas somente com cimento Portland. Logo, pode-se afirmar que o emprego de pozolanas em matrizes cimentícias colabora para o incremento da resistência mecânica como resultado da combinação de efeitos físicos e químicos. (LOTHENBACH *et al.*, 2011; MARTÍNEZ, 2006).

Segundo Mehta (1987), a diferença entre a reação pozolânica e a reação que envolve a hidratação do cimento Portland separadamente, não está na composição de seus produtos da hidratação, mas na taxa na qual eles são formados. Sabe-se que a reação pozolânica ocorre de forma lenta, assim como a taxa de desenvolvimento de resistência e o calor de hidratação ligado a essa reação. Por outro lado, a hidratação do C₃S do cimento Portland é acelerada, e, portanto, a taxa de incremento da resistência e o calor de hidratação são altos.

A reação de hidratação do cimento produz hidróxido de cálcio, enquanto a reação pozolânica consome. Este processo pode ser observado por meio da representação da figura 3.2.

Figura 3. 2 - Mudanças do teor de hidróxido de cálcio durante a hidratação de um cimento Portland pozolânico ao longo do tempo



Fonte: (MEHTA, 1987)

De acordo com Hewelett (1998), Cordeiro e Fairbairn (2009) e Alavez-Ramirez et al. (2012), a atividade pozolânica e portanto a quantidade de cal fixada pelas pozolanas, depende da área específica e da finura da pozolana, dos teores de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) reativos, natureza e quantidade das fases ativas da pozolana, da relação pozolana/cal e/ou pozolana/cimento Portland nas misturas, da superfície específica, da relação água/sólido da mistura, do tempo e temperatura de cura, da estrutura cristalina ou desordenada e, sobretudo, da sua aptidão de se combinar com a cal para formar compostos com propriedades cimentícias.

Para a avaliação da reatividade pozolânica dos materiais, faz-se necessário o emprego de ensaios físicos, químicos e mecânicos, de pastas e argamassas com cimento Portland e/ou hidróxido de cálcio. Os seguintes ensaios têm sido comumente empregados para a avaliação da reatividade pozolânica:

- Ensaios de medida de condutividade elétrica (PAYÁ et al 2001; FRÍAS et al. 2005; VILLAR-COCIÑA et. al 2003; TASHIMA, 2012; TASHIMA et al. 2014; ROSSIGNOLO et al. 2018);

- Análise termogravimétrico de pastas com cal/pozolana e cimento/pozolana, para a determinação da cal fixada e da perda de massa total;
- Difração de raios X, em pastas para identificação das fases hidratadas formadas e;
- Avaliação mecânica.

No entanto antes da realização do estudo da reatividade pozolânica, deve-se conhecer e caracterizar a pozolana.

Segundo a ASTM C-618 (2012), para que um material seja considerado pozolana deve apresentar na sua composição, no mínimo, 50% da somatória dos óxidos $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ e, no máximo, 5% de SO_3 e que o teor máximo de álcalis disponíveis em Na_2O deve ser de 1,5%. Logo a análise das amostras por de espectrometria de fluorescência de raios X, possibilita a identificação e quantificação dos elementos químicos presentes na amostra.

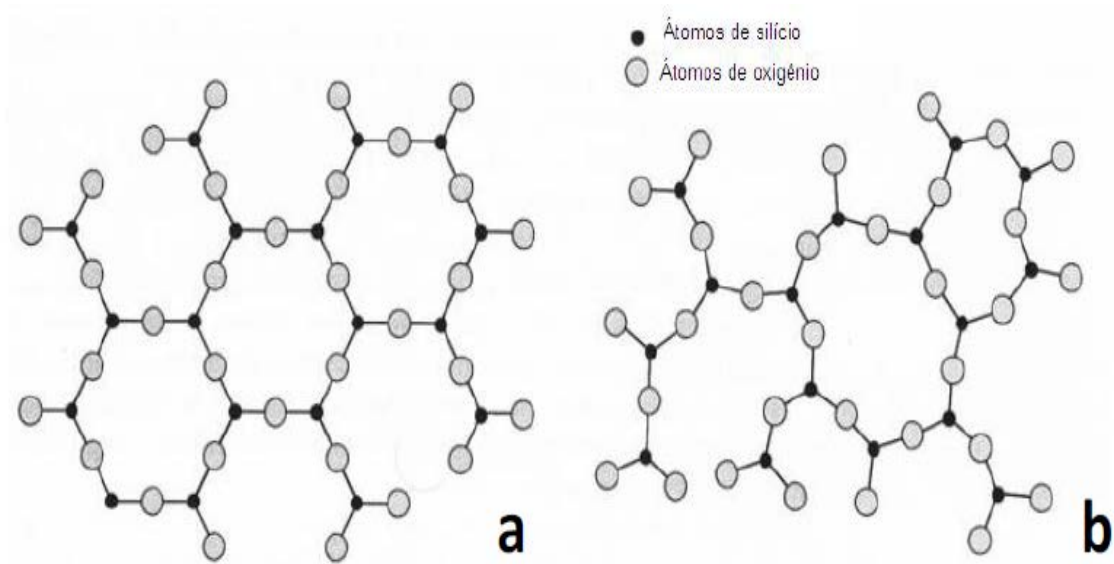
A perda ao fogo deve ser de, no máximo, 6% (ASTM C-618, 2012). A verificação da perda ao fogo pode ser realizada por meio da análise termogravimétrica (TG), onde a curva termogravimétrica relaciona a temperatura com a perda de massa ao longo do tempo ou pode ser obtida segundo o método da ABNT NBR 5743, que trata-se da queima do material em uma mufla em uma temperatura de $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$. A determinação do teor de carbono, é fundamental, uma vez que, a proporção influencia na quantidade de pozolana disponível para sofrer a reação. Segundo Cordeiro (2006), os dois métodos são equivalentes.

No estudo da reatividade das pozolanas, é importante avaliar a composição mineralógica do material. A utilização da técnica de difração de Raios X, possibilita a identificação química qualitativa e quantitativa das fases cristalinas e amorfas da pozolana. Quanto maior a quantidade de sílica amorfa, mais reativo será a pozolana. As condições de calcinação, a temperatura de queima, e o tempo de resfriamento dos subprodutos para a produção de cinzas reativas influencia diretamente na obtenção de uma sílica amorfa (SiO_2), com estrutura atômica desorganizada e altamente reativa (CORDEIRO, 2006).

Segundo Callister Jr. (2002) o resfriamento acelerado beneficia o desenvolvimento de um sólido não cristalino, devido a amostra não apresentar tempo suficiente para o processo de ordenação dos átomos.

A figura 3.3 mostra as estruturas do dióxido de silício (SiO_2) nas formas cristalina e amorfa, respectivamente.

Figura 3. 3 - Esquemas das estruturas (a) SiO_2 na forma cristalina e (b) SiO_2 amorfo



Fonte: (CALLISTER JÚNIOR, 2002).

Segundo Cordeiro (2006) e The Quartz Page (2018), a sílica cristalina pode ser encontrada de três diferentes formas na natureza: quartzo, tridimita e cristobalita. A fase estável da sílica cristalina (SiO_2) à temperatura ambiente, é conhecida como quartzo ou quartzo- α , o quartzo- α se transforma em quartzo- β a 573°C . A cristobalita é uma forma estável a alta temperatura (1470°C até ponto de fusão - 1713°C), mas pode existir na forma metaestável acima de 200°C a 275°C . A tridimita na forma metaestável pode existir desde a temperatura ambiente até 117°C .

E por fim, o efeito pozolânico depende também do efeito físico ocasionado pelas pequenas partículas na mistura (ISAIA *et al.*, 2003).

Logo, quanto maior for a superfície de contato da pozolana com o hidróxido de cálcio, maior será a taxa da reação pozolânica, a diminuição das partículas é necessária para ativar as reações químicas, já que as taxas de reação são equivalentes à superfície específica do material, que varia com o inverso do tamanho das partículas (CORDEIRO, 2006).

3.2 ATIVAÇÃO ALCALINA

A ativação alcalina de aglomerantes hidráulicos à base de cimento Portland e escórias de alto-forno vêm sendo realizada desde a década de 30. A Tabela 3.1 apresenta trabalhos relevantes relacionados a produção de matrizes ativadas alcalinamente.

Tabela 3. 1- Linha do tempo de Cimentos ativados por álcalis

1930	Kühl	Germany	Slag setting in the presence of dry potash (24)
1937	Chassevent	unknown	Slag reactivity measurement using a dry potash and soda solution (25)
1940	Purdon	Belgium	Clinker-free cements consisting of slag and caustic soda or slag and caustic alkalis synthesised with a base and an alkaline salt (8)
1957	Glukhovsky	USSR	Binder synthesis using hydrous and anhydrous aluminosilicates (vitreous rocks, clays, steel mill slag) and alkalis; proposal for a $\text{Me}_2\text{O}-\text{MeO}-\text{Me}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ cementitious system; coining of the term “soil cement” (9)
1981	Davidovits	France	Alkalis mixed with a blend of burnt kaolinite, limestone and dolomite, and trademarks such as Geopolymer, Pyrament, Geopolcem, Geopolymite (27)
1986	Krivenko	USSR	Principles governing system $\text{Me}_2\text{O}-\text{MeO}-\text{Me}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ properties; proposal for the generic name “alkaline cements” and the specific name “geocement” (17)
1999	Palomo	Spain	Production of hardened cementitious materials from alkali-activated type F fly ashes (28)
2006	Shi & Krivenko & Roy	Ukraine - USA	First book on alkali-activated cements (11)
2014	Provis J., & van Deventer J.S.J	UK & Australia	Alkali activated Materials State of the art Report. RILEM TC 224-AAM (13)

Fonte: (PALOMO et al., 2014)

A ativação alcalina é um processo químico de polimerização de uma mistura de uma fonte rica em aluminossilicato e uma solução de alto valor de pH, produzida a partir de um metal alcalino, gerando um material cimentante designado de aglomerante ativado alcalinamente (DAVIDOVITS, 1982; DAVIDOVITS, 1991; DAVIDOVITS, 2008).

O mecanismo de reação que dá origem aos aglomerantes ativados alcalinamente é um processo químico complexo de dissolução alcalina e orientação/precipitação numa solução aquosa de um precursor sólido, sendo responsável pelo endurecimento e propriedades dos aglomerantes ativados alcalinamente.

De modo geral, os aglomerantes ativados alcalinamente podem ser classificados, de acordo com a sua composição e teor de materiais cimentantes, em:

a) Aglomerantes de baixo teor de cálcio ativados alcalinamente [(Na, K)₂O-Al₂O₃-SiO₂-H₂O]

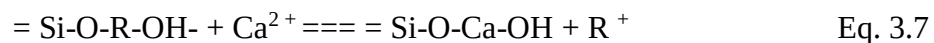
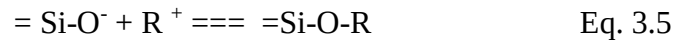
Os materiais que se enquadram nesse grupo são compostos em maior parte por alumínio e silício, sendo o cálcio mais escasso neste tipo de material, a exemplo das cinzas volantes, com baixo teor de CaO e do metacaulim. Neste caso, para a ativação dos aluminossilicatos é necessário a utilização de soluções com altas concentrações. O produto da reação de geopolimerização são estruturas amorfas do tipo gel N-A-S-H, e pode ocorrer a presença de algumas estruturas do tipo zeólita.

b) Aglomerantes de alto teor de cálcio ativados alcalinamente [(Na, K)₂O-CaO-Al₂O₃-SiO₂-H₂O]

O precursor sólido nesse grupo são materiais ricos principalmente em cálcio e silício (mais de 70% da composição do material). Típico da ativação alcalina da escória de alto forno, que é material vítreo formado da combinação de óxidos ácidos (Al₂O₃ e SiO₂) e de óxidos básicos (CaO e MgO). Dessa forma, os processos de ativação alcalina, desse tipo de material não precisam ser agressivos, logo concentrações baixas das soluções ativadoras são suficientes para iniciarem as reações de geopolimerização. Os compostos formados são muito semelhantes aos produtos de hidratação do cimento Portland. Os principais produtos formado pela reação é um gel do tipo silicoaluminatos de cálcio hidratados (C-A-S-H) e estruturas do tipo silicatos de cálcio hidratados (C-S-H). Um teor de produtos secundários pode ainda ser formado, incluindo a presença da hidrotalcita, em ativação de escória rica em magnésio, a calcita e AFm. Os produtos formados dependem do tipo concentração e concentração do ativador, da estrutura e composição da escória de alto forno, e do tipo de cura adotado (PROVIS, 2014; PALOMO et al. 2014).

A escória de alto forno tem como principais componentes o CaO (35-40%), SiO₂ (25–35%), MgO (5–10%) e Al₂O₃ (5–15%) e mais os elementos minoritários: S, Fe₂O₃, MnO e K₂O (com porcentagens abaixo de 1%) (PALOMO, 2014).

Glukhovsky (1994) e Krivenko e Kovalchuk (2007) propuseram um modelo que explicaria a ativação alcalina de materiais ricos em SiO₂ e CaO, como a escória de alto-forno por meio da série de reações resumidas abaixo (Equações 3.5, 3.6 e 3.7):

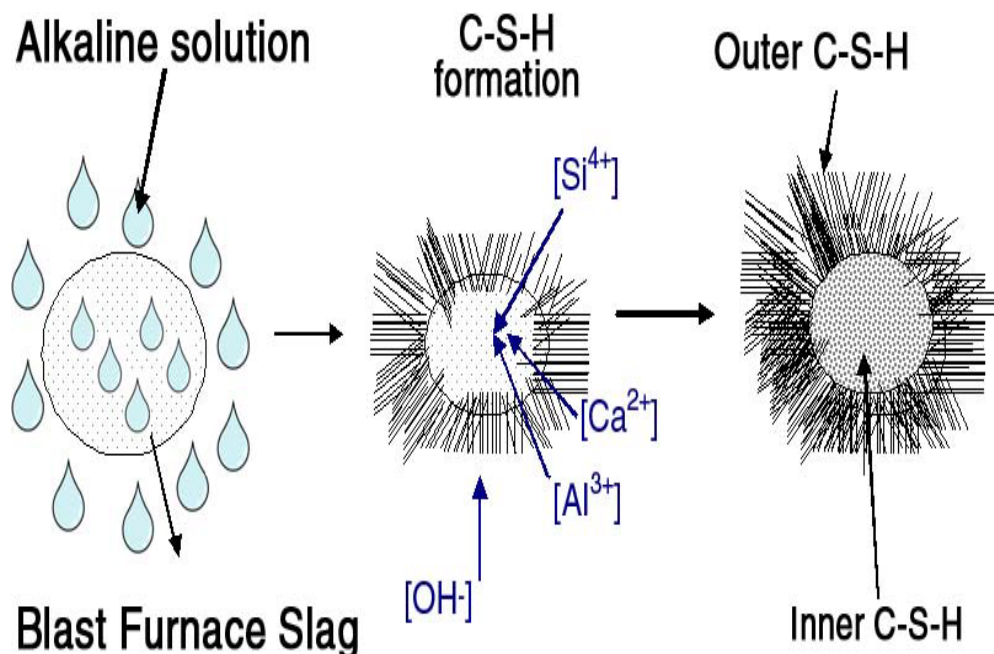


Nessa sequência, o cátion alcalino (R^+) atua como um mero catalisador nas fases iniciais de hidratação, via troca catiônica com os íons Ca^{2+} . Os autores esperavam que à medida que as reações avançavam, os cátions alcalinos seriam absorvidos pela estrutura.

Duxson et al. (2007) afirmam que o tipo de cátion envolvido na reação de ativação afeta o desenvolvimento estrutural do sistema. Em geral, pode-se afirmar que a atuação do íon OH^- é de catalisador da reação e a atuação do cátion de metal alcalino é de formação estrutural do elemento.

Fernández-Jiménez (2000) e Fernández-Jiménez et al. (2003) relataram que a natureza do ânion na solução também desempenha um papel importante na ativação alcalina, especialmente nos estágios iniciais de hidratação. O modelo para a reação de geopolimerização da escória de alto forno, proposta pelos autores está representado na Figura 3.4.

Figura 3. 4 - Mecanismo de reação em uma partícula de escória de alto forno ativada por álcalis.



Fonte: (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2000)

Em sistemas híbridos do tipo: $[(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}]-[(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}]$, como ocorre como a produção de sistemas ternários ativados

alcalinamente de escória de alto forno e cinza do bagaço de cana-de-açúcar, em que a escória apresenta alto teor de CaO e a CBC, é rica em SiO₂ e Al₂O₃, tem-se a formação de géis do tipo (N, C) -A - S - H (PALOMO et. al 2014).

3.2.1 Ativadores

Aglomerantes ativados alcalinamente geralmente consistem em duas partes, uma parte é o elemento cimentício (precursor sólido) e a outra parte é um elemento ativador alcalino, que é utilizado para o preparo de uma solução alcalina (solução ativadora).

As soluções ativadoras são produzidas a partir de elementos cáusticos ou alcalinos que têm a função de acelerar a solubilização da matéria prima, favorecem a formação de hidratos estáveis de baixa solubilidade e promoveram assim a formação de uma estrutura estável (TASHIMA, 2012).

Os ativadores alcalinos mais utilizados são os hidróxidos de sódio ou de potássio (NaOH e KOH), e a mistura dos hidróxidos com silicato de sódio ($n\text{SiO}_2\text{Na}_2\text{O}$) ou silicato de potássio ($n\text{SiO}_2\text{K}_2\text{O}$) (PACHECO-TORGAL et al., 2008).

As soluções de hidróxido de sódio (NaOH) apresentam um caráter básico alto, logo o uso dessa solução em altas concentrações não é indicado quando a escória de alto forno. Soluções de hidróxido de sódio com concentração de 2 a 4 molar, são suficientes para a ativação da escória (FERNANDEZ, 2000). Materiais que possuem baixa concentração de cálcio, as concentrações de sódio devem ser elevadas, em torno de 8 molar (GARCIA-LODEIRO; PALOMO; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2015).

A escolha do tipo e da concentração dos ativadores alcalinos, proporciona materiais cimentantes com boa trabalhabilidade e capacidade mecânica. O uso do hidróxido de sódio, promove o desenvolvimento de resistência mecânica, especialmente nas fases iniciais da reação, enquanto o uso de ativadores do tipo silicato favorece o desenvolvimento de resistência mecânica em idades avançadas (SHI & QIAN, 2000).

3.2.2 Precursores sólidos

A condição para que uma adição mineral seja utilizada como material no processo de ativação alcalina, é que esse material seja inorgânico, rico em aluminossilicato, apresente alta solubilidade em meios básicos e que apresente uma estrutura predominantemente amorfa (SHI

et al., 2011; TASHIMA, 2012). Características encontradas na maioria dos subprodutos agroindustriais.

Os aglomerantes ativados alcalinamente tornaram-se uma das alternativas mais promissoras ao cimento Portland devido a capacidade desse sistema em absorver os resíduos industriais, urbanos e agrícolas, representando uma redução do impacto ambiental provocado pela emissão de CO₂ na produção do cimento Portland (SHI et al. 2011; PROVIS; PALOMO; SHI, 2015).

Os materiais mais empregados na produção de aglomerantes ativados alcalinamente são as cinzas volante, as escórias e o metacaulim, todos apresentando composições físico-químicas adequadas e fases amorfas. Nos últimos anos, devido à dificuldade de acesso as escórias e as cinzas volantes em grande volume, tem-se buscado precursores alternativos para a utilização na produção dos aglomerantes ativados alcalinamente (PROVIS, 2014; MOHD SALAHUDDIN; NORKHAIRUNNISA; MUSTAPHA, 2015; PACHECO-TORGAL et al., 2015). Logo o uso de resíduos cerâmicos, resíduos de demolição, resíduos da agroindústria e resíduos de origem química ou industrial, tem se tornando alvo de estudo.

Na tabela 3.3 estão listadas as composições químicas dos materiais silicoaluminosos comumente usados na preparação de aglomerantes ativados alcalinamente.

Tabela 3.3. Composição química mais comum das matérias-primas utilizadas como precursores sólidos na preparação de aglomerantes ativados alcalinos.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	MgO	K ₂ O	Fe ₂ O ₃
Escoria	35,04	13,91	39,43	0,34	6,13	0,39	0,29
Ceniza volante	46,13	25,03	8,02	4,74	1,81	0,63	7,25
Metacaulín	49,85	36,34	0,00	0,00	0,15	0,00	0,57
Mine waste mud	53,48	16,66	0,00	0,62	1,27	7,65	12,33

Fonte: adaptado (TASHIMA, 2012).

3.2.3 Condições de Cura

A temperatura, o tempo e umidade de cura dos aglomerantes ativados alcalinamente, influencia diretamente no desenvolvimento do mecânico e estrutural das amostras. E ainda ocorre uma dependência entre o tipo de tratamento, de acordo com o tipo de precursor sólido utilizado.

No estudo desenvolvido por Barbosa (1999), o processo de geopolimerização para os materiais estudados, levou aproximadamente 24 horas à temperatura ambiente, ou cerca de 4 horas a 65 ° C. A realização da cura dos aglomerantes ativados alcalinamente, em altas temperaturas (igual ou superior a 60 °C), produziu no geral um material mais resistente, porque a cura à alta temperatura acelera o processo de reação de geopolimerização (BARBOSA, 1999).

Porém deve-se ficar atento a essa perda de água já que esta também atua como um catalisador na polimerização, principalmente quando se utiliza precursores com alto teor de CaO, uma vez que esse tipo de precursor, a exemplo da escória de alto forno, apresentam maior facilidade para o seu processo de reação e endurecimento a temperatura ambiente, não necessitando de altas temperaturas de cura (KUMAR et al., 2010).

Pacheco-Torgal et al. (2008) afirmaram que a resistência à compressão de argamassas ativadas alcalinamente produzidas com escória de alto-forno diminui para longos tempos de cura com alta temperatura. Indicando que parte da água permanece no aglomerante endurecido, mantendo a característica de gel dos aglomerantes ativados alcalinamente, ou seja, pequenas quantidades de água estrutural precisam ser mantidas a fim de reduzir fissuras e manter a integridade estrutural do corpo de prova.

O processo de geopolimerização apresenta uma maior eficácia quando os corpos de provas são curados em condições hidrotermais, evitando-se assim a ocorrência de carbonatação, devido à redução dos níveis de pH, que resulta no retardamento da ativação alcalina do sistema ou a presença de fissuração das amostras devido à perda de água (FERNANDO; SAID, 2010; BAKHAREV, 2005; FERNANDEZ-JIMENEZ, GARCÍA-LODEIRO; PALOMO, 2007).

Kani e Allahverdi (2009), estudaram o comportamento mecânico de aglomerantes ativados alcalinamente, produzidos a partir de pozolanas naturais ativadas com silicato de sódio e hidróxido de sódio e a relação com o teor de umidade e temperatura de cura. Os autores observaram que, a realização de uma etapa de pré cura das amostras em uma atmosfera com umidade relativa de 95% a temperatura ambiente antes da aplicação da cura térmica é benéfica para um melhor desenvolvimento mecânico, através da formação de mais géis alcalino, reduzindo assim microfissuras estruturais.

3.3 CINZA DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR

Para Lohtia e Joshi (1995) e Pinheiro (2015), a utilização de materiais alternativos como pozolanas transforma um passivo muitas vezes oneroso em proposta econômica, pois os custos e problemas ambientais associados à sua eliminação são minimizados ou eliminados.

Tal emprego, vai de encontro com a necessidade de reduzir o consumo do cimento Portland. Logo, o uso de materiais alternativos pode contribuir para a economia nos custos, no consumo de energia e recursos naturais necessários para a produção dos materiais a base de cimento Portland.

O bagaço de cana-de-açúcar é o principal subproduto agroindustrial produzido no Brasil. Para cada uma tonelada de cana-de-açúcar gera-se cerca de 250 kg de bagaço de cana-de-açúcar úmido, com teor de umidade de 50%, 48% de fibras, 2% de sólidos solúveis (CORTEZ *et al.*, 1992).

Parte desse bagaço hoje é reaproveitado na produção de energia, para atender às precisões energéticas da própria indústria sucroalcooleira. No entanto a queima do bagaço também gera uma cinza residual de difícil manejo. Sabe-se que, a queima de uma tonelada do bagaço de cana de açúcar gera cerca de 25 kg de cinza residual. A cinza residual vem sendo foco de estudo de pesquisadores, principalmente nos últimos 20 anos, para ser utilizado como adição mineral na produção de matrizes cimentantes (CORDEIRO *et al.*, 2009b; TEIXEIRA, 2010; MARTIRENA HERNANDEZ *et al.*, 1998).

Diversos estudos têm indicado que as cinzas obtidas a partir da calcinação do bagaço da cana-de-açúcar apresentam potencialidade para ser utilizada como adição mineral (CASTALDELLI *et al.*, 2013; CORDEIRO *et al.*, 2008; , CORDEIRO; TAVARES; TOLEDO FILHO, 2016; FAIRBAIRN *et al.*, 2010; FAIRBAIRN *et al.*, 2012; FRIAS *et al.*, 2011; GANESAN *et al.*, 2007; MARTIRENA-HERNÁNDEZ *et al.*, 1998; MORALES *et al.*, 2009; PAYÁ *et al.*, 2002; PEREIRA *et al.*, 2015).

Observando os trabalhos anteriores a cinza do bagaço de cana-de-açúcar tem mostrada um bom desempenho no uso como pozolana na substituição parcial do cimento Portland, e como precursor sólido em matrizes ativadas alcalinamente.

Ganesan *et al.* (2007) trabalharam com a avaliação de cinza de bagaço de cana que foram coletadas nas usinas sucroalcooleira e requeimada em laboratório, com temperatura controlada a 650 °C, durante 1 h, tendo como objetivo diminuir o teor de carbono presente na cinza. Após o tratamento térmico, a cinza foi utilizada na preparação de pastas com cimento Portland, nos teores de substituição de 5%, 10%, 15%, 20%, 25% e 30%. Os resultados indicaram que a utilização da cinza de bagaço na substituição parcial do cimento Portland provoca a melhora nas propriedades mecânicas e a impermeabilidade das matrizes, e que a substituição no teor de 20% pode ser utilizada sem efeitos adversos nas propriedades mecânicas.

Martirena Hernández *et al.* (1998), estudaram cinza do bagaço da cana-de-açúcar (CBC), quantidade de sílica na amostra foi de 72,74%. Foi observado a presença de fases

cristalinas de sílica por análise de difração de raios-X (DRX). Os ensaios de DRX em pastas de cal/CBC indicaram a evolução da formação de C-S-H ao longo do tempo de cura, comprovando a reatividade pozolânica da CBC.

Frías *et al.* (2011) trabalharam com três cinzas de bagaço de cana-de-açúcar (Tabela 3.2).

Tabela 3. 2 – Temperatura e tempo de produção das cinzas do bagaço da cana-de-açúcar estudadas por Frías *et al.* (2011)

	Produção	Temperatura	tempo
1	Laboratório	400°C – 800°C	20 minutos - 60 minutos
2	Usina	300°C	-
3	Usina	800°C	-

Fonte: Adaptado (FRÍAS *et al.*, 2011).

Todas apresentaram os mesmos óxidos, mas em diferentes proporções, sendo que a cinza de usina obtida a 300 °C, apresentaram um alto valor de perda ao fogo, igual a 18%. O DRX mostrou que todas as cinzas apresentaram o quartzo como sendo a principal fase cristalina, mas a cinza de usina, calcinada a 800 °C, apresentou também a cristobalita como fase cristalina. O ensaio químico mostrou que a cinza de 800 °C não apresentou propriedades pozolânicas. A cinza de 300 °C apresentou média reatividade, enquanto que a cinza produzida em laboratório, com temperatura controlada apresentou o melhor comportamento.

Frías *et al.* (2017) desenvolveram sistemas ternários substituindo 20% de cimento Portland por uma cinza composta de 50% de cinza do bagaço de cana-de-açúcar e de 50% de cinza da folha da cana-de-açúcar. Foram realizados ensaios de fixação de cal com as cinzas, cujos resultados foram comparados com ensaios realizados utilizando sílica ativa. O cálculo de cal fixada foi realizado com 1, 7, 28 e 90 dias de cura. Os resultados mostraram que as cinzas atingiram um consumo de cal muito próximo à amostra de sílica ativa, o valor chegou a cerca de 95% aos 90 dias, demonstrando a reatividade pozolânica da cinza.

São recentes as investigações do uso de cinza de bagaço de cana de açúcar (CBC), como fonte de silício para a produção de aglomerantes ativados alcalinamente.

A verificação da possibilidade do uso da cinza de bagaço de cana-de-açúcar, para a produção de aglomerantes ativados alcalinamente foi relatado por Tippayasam *et al.* (2010). Foram produzidas soluções ativadoras a partir do Na_2SiO_3 e NaOH , com concentração de 10M, cujos os corpos de provas das argamassas foram ensaiadas resistência à compressão aos

8 dias. As matrizes apresentaram os teores de 20%, 50% e 80% de cinza do bagaço de cana-de-açúcar em substituição ao metacaulim, os resultados de resistência à compressão foram respectivamente de 11,1 MPa, 16,2 MPa e 2,6 MPa. Tippayasam et al. (2010) observou altos teores de cinza provoca a instabilidade da matriz.

Castaldelli et al. (2013) também utilizaram cinza de bagaço de cana-de-açúcar para produção de aglomerantes ativados alcalinamente, a cinza de bagaço de cana-de-açúcar utilizado apresentou uma alta porcentagem de quartzo e calcita, materiais cristalinos que podem comprometer o processo de geopolimerização e um alto teor de matéria orgânica de 25%. Apesar disso, a quantidade de material solúvel em condições alcalinas sugeriu que a cinza poderia ser um resíduo com potencial para a produção de ligantes ativados por alcalinamente. Foram produzidas pastas e argamassas com cinza e escória de alto forno, nas proporções de: 100 / 0, 85/15, 75/25 e 60/40 (escória / cinza). Utilizou-se como ativador o NaOH (5M) e o silicato de sódio ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} - \varepsilon = 1,46$), a resistência das argamassas foi de 42 - 54 MPa aos 90 e 270 dias respectivamente, demonstrando o bom comportamento da CBC para longas idades de cura. O estudo microestrutural mostrou a influência da temperatura de cura na formação da matriz do material, a temperatura de cura de 20°C em relação a temperatura de 65°C, proporcionou uma diminuição dos poros e fortalecimento das ligações químicas dos géis formados.

Pereira (2015) e Pereira et al. (2015) trabalharam com a cinza do bagaço de cana-de-açúcar na produção de sistemas binários de cinza/escória de alto forno. Para a produção das matrizes foram utilizados como ativadores alcalino o KOH, as argamassas foram produzidas com uma solução de concentração molar igual a 8 e com substituição de 25% da escória por CBC e obtiveram 51 MPa aos 90 dias. Quanto a durabilidade das argamassas, os corpos de provas se mostraram resistente a ataques de ácidos e de sulfatos em relação a argamassas produzidas com cimento Portland. Logo, a cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC) obtida por autocombustão se mostrou como uma opção viável para a utilização como precursor mineral na produção de aglomerantes ativados alcalinamente.

REFERÊNCIAS

ALAVEZ-RAMIREZ, R., MONTES-GARCIA, P., MARTINEZ-REYES, J., ALTAMIRANO-JUAREZ, D.C., GOCHI-PONCE, Y. The use of sugarcane bagasse ash and lime to improve the durability and mechanical properties of compacted soil blocks. **Construction and Building Materials**, v. 34, p. 296-305, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 12653**: materiais pozzolânicos - requisitos. Rio de Janeiro, 2014.

BARBOSA, V.F.F.. **Síntese e caracterização de polissialatos.**, Tese de doutorado, Instituto militar de engenharia - IME, 1999.

BAKHAREV, T.. Durability of geopolymer materials in sodium and magnesium sulfate solutions, **Cement and Concrete Research**. 35 (2005) 1233–1246.

CALLISTER JR, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 5ª. Edição. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2002.

CASTALDELLI, V.N; J.L. AKASAKI; MELGES, J.L.P; M.M. TASHIMA; L. Soriano; BORRACHERO, M. V.; J. Mozó; J. Payá. Use of Slag/Sugar Cane Bagasse Ash (SCBA) Blends in the Production of Alkali-Activated Materials. **Materials** (Basel), v. 6, p. 3108-3127, 2013.

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**, v. 39(2), p. 110-115, 2009.

CORDEIRO, G. C.; TAVARES, L. M.; TOLEDO FILHO, R. D. Improved pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash by selective grinding and classification. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 89, p. 269–275, set 2016.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Pozzolan activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement and lime mortars. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 30, n. 5, p. 410-418, 2008.

CORDEIRO, G.C. **Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz em aditivos minerais em concreto**. 485p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil). COPPE – Programa em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 2006.

CORDEIRO, G.C., TOLEDO-FILHO, R.D., FAIRBAIRN, E.M.R. Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash. **Construction and Building Materials**, Guildford, n. 23, p. 3301–3, 2009.

CORTEZ, L., MAGALHÃES, P., HAPP, J. Principais subprodutos da agroindústria canavieira e sua valorização. **Revista Brasileira de Energia**, v. 2 (2), p. 12-18, 1992.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer chemistry and applications**. Saint-Quentin: Institut Géopolymère, 2008. 33 p.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: inorganic polymeric new materials. **Journal of Thermal Analysis**, Budapest, v. 37, n. 8, p. 1633–1656, 1991.

DAVIDOVITS, J. **The need to create a new technical language for the transfer of basic scientific information:** transfer and exploitation of scientific and technical information, EUR 7716. Luxembourg: Commission of the European Communities, 1982.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, V.; LUKEY, G.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J.. Geopolymer technology: the current state of the art, **Journal of Materials Science**. 42 (2007)

FAIRBAIRN, E.M. R.; PAULA T. P.; CORDEIRO, G. C.; AMERICANO, B. B.; AMERICANO, B. B.; TOLEDO FILHO, R. D. Avaliação da substituição parcial de clínquer por cinza de bagaço de cana: redução de emissão de CO₂ e potencial de créditos de carbono. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, São Paulo, v. 5, n. 2, p. 229-251, 2012.

FAIRBAIRN, E.M.; AMERICANO, B. B.; CORDEIRO, G. C.; PAULA, T.P., TOLEDO FILHO, R.D., SILVOSO. M.M. Cement replacement by sugar cane bagasse ash: CO₂ emissions reduction and potential for carbon credits. **Journal of Environmental Management**, California, v. 91, n. 9, p. 1864 - 1871, 2010.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. (2000) **Cementos de escorias activadas alcalinamante: influencia de las variables y modelización del proceso**. PhD Thesis, Universidad Autónoma de Madrid, Spain.

FERNANDEZ-JIMENEZ, A.; GARCÍA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.. Durability of alkali-activated fly ash cementitious materials, **Journal of Materials Science**. 42 (2007) 3055–3065.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PUERTAS, F.; SOBRADOS, I.; SANZ, J. Structure of calcium silicate hydrate formed in alkaline activated slag. Influence of the type of alkaline activator. **J. Am. Ceram. Soc.** 86 (2003) [8], 1389–1394.

FERNANDO, P.T.; SAID, J.. Resistance to acid attack, abrasion and leaching behavior of alkali-activated mine waste binders, **Mater Struct.** 44 (2010) 487–498.

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. 490-6, 2011.

FRÍAS, M.; RODRÍGUEZ, O.; SANCHEZ DE ROJAS, M. I.; VILLAR-COCINHA, E.; RODRIGUES, M. S.; SAVASTANO JUNIOR, H. Advances on the development of ternary cements elaborated with biomass ashes coming from different activation process. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 136, p. 73–80, jan 2017.

FRÍAS, M.; VILLAR-COCIÑA, E.; SÁNCHEZ DE ROJAS, M.I.; VALENCIA- MORALES, 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**. 35 (2005) 2137–2142.

GANESAN, K.; RAJAGOPAL, K.; THANGAVEL, K. Evaluation of bagasse ash as supplementary cementitious material. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 29, n. 6, p. 515-524, 2007.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.. An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. **Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes**, [s.l.], p.19-47, 2015. Elsevier.

GLUKHOVSKY, V. (1994) Ancient, Modern and Future Concretes. **First Inter. Conf. Alkaline Cements and Concretes**. 1, 1–8 (Kiev, Ukraine).

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

ISAIA, G.C. O Concreto: da era clássica à Contemporânea. **In: Concreto. Ensino, Pesquisa e Realizações**. Geraldo C. Isaia (Editor). IBRACON, p. 1-43, 2005.

JOHN, Vanderley Moacir, CINCOTTO, Maria Alba, SILVA, Maristela Gomes. Cinzas e Aglomerantes Alternativos. **In: Tecnologia e Materiais Alternativos de Construção**. Wesley Jorge Freire e Antônio Ludovico Beraldo (Coord.). Campinas, SP: Editora da UNICAMP, p. 145-190, 2003.

KANI, E. N., ALLAHVERDI, A. Effects of curing time and temperature on strength development of inorganic polymeric binder based on natural pozzolan. **Journal of Materials Science**, v. 44, p. 3088 – 3097, 2009.

KRIVENKO, P.; and KOVALCHUK, G.Y. (2007) Directed synthesis of alkaline alumiosilicate minerals in a geocement matrix. **J. Mater SCI**. 42, 2944–2952.

KUMAR, S.; KUMAR, R.; MEHROTRA, S.. Influence of granulated blast furnace slag on the reaction, structure and properties of fly ash based geopolymer, **Journal of Materials Science**. 45 (2010) 607–615.

LOHTIA, R. P. e JOSHI, R. C., “Mineral Admixtures”. In: RAMACHANDRAN, V. S. (ed), **Concrete Admixture Handbook - Properties, Science, and Technology**, 2nd ed., chapter 10, United States of America, Noyes Publications, pp. 657 – 739, 1995.

LOTHENBACH, B., SCRIVENER, K. L., HOOTON, R. D., “Supplementary Cementitious Materials”, **Cement and Concrete Research**, v. 41, pp. 1244–1256, 2011.

MARTÍNEZ-VELANDIA, D. **Caracterización y reactividad de materiales puzolánicos: el humo de sílice y su estado de densificación**. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Valencia, 2006.

MARTIRENA-HERNÁNDEZ, J. F.; MIDDENDORF, B.; GEHRKE, M.; BUDELMANN, H. Use of wastes of the sugar industry as pozzolana in lime-pozzolana binders: study of the reaction. **Cement and Concrete Research**, Elmsford, v. 28, n. 11, p. 1525-1536, 1998.

MASSAZZA, F., “Pozzolana and Pozzolanic Cements”, In: Hewlett, P. C. (ed), **Lea’s chemistry of cement and concrete**, 4 ed., chapter 10, Oxford, Elsevier Science & Technology Books, 1998.

MEHTA, P.K. **Natural Pozzolan. In: Supplementary Cementing Materials**. Ottawa: V. M. Malhotra. 1987. 427p.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: Editora Pini Ltda., 1994.

MOHD SALAHUDDIN, M. B.; NORKHAIRUNNISA, M.; MUSTAPHA, F. A review on thermophysical evaluation of alkali-activated geopolymers. **Ceramics International**, Kidlington, v. 41, n. 3, p. 4273–4281, abr. 2015.

MORALES, E. V.; VILLAR-COCIÑA, E.; FRÍAS, M.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JUNIOR., H. Effects of calcining conditions on the microstructure of sugar cane waste ashes (SCWA): Influence in the pozzolanic activation. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 31, n. 1, p. 22–28, 2009.

PAYÁ, J.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PERIS-MORA, E.; AMAHJOUR, F.. Enhanced conductivity measurement techniques for evaluation of fly ash pozzolanic activity, **Cement and Concrete Research**. 31 (2001) 41– 49.

PAYÁ, J.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; DÍAZ-PINZÓN, L.; ORDÓNEZ, L. M. Sugar-Cane Bagasse Ash (SCBA): Studies on Its Properties for Reusing in Concrete Production. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 77, n. 3, p. 321-325, 2002.

PACHECO-TORGAL, F., LABRINCHA, J. A., LEONELLI, C., PALOMO, A., CHINDAPRASIRT, P. **Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes**. Kingdom: Woodhead Publishing, 2015. P. 487-518.

PACHECO-TORGAL, F.; CASTRO-GOMES, J.; JALALI, S. Alkali-activated binders: A review: part 2. About materials and binders manufacture. **Construction and Building Materials**, Guildford, v. 22, n. 7, p. 1315–1322, 2008.

PALOMO, Á., KAVALEROVA, E., FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A., KRIVENKO, P., GARCÍA-LODEIRO, I., & MALTSEVA, O.. A review on alkaline activation: new analytical perspectives. **Materiales de Construcción**, v. 64, 2014.

PEREIRA, A. M.; AKASAKI, J. L.; MELGES, J. L. P.; TASHIMA, M. M; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PAYÁ J. Mechanical and durability properties of alkali-activated mortar based on sugarcane bagasse ash and blast furnace slag. **Ceramics International**, v. 41, p. 13012–13024, 2015.

PEREIRA, ADRIANA MARIA. **Análise da viabilidade da utilização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar como aglomerante para a produção de matrizes cimentantes**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2014. 207 f.

PINHEIRO, SAMANTHA COELHO. **Influência de sílica gel e de partículas micro e sub micrométricas produzidas a partir da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na hidratação, reologia, estrutura de poros e comportamento mecânico de pastas de cimento**. Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, Rio de Janeiro, 2015. 270 f.

PROVIS, J. L. Geopolymers and other alkali activated materials: why, how, and what? **Materials and Structures**, Dordrecht, v. 47, n. 1-2, p. 11–25, 5 jan. 2014.

PROVIS, J. L.; PALOMO, A.; SHI, C. Advances in understanding alkali-activated materials. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 78, p. 110–125, jun. 2015.

ROSSIGNOLO, J.A.; BORRACHERO, M.V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.. Influence of microwave oven calcination on the pozzolanicity of sugar cane bagasse ashes (SCBA) from the cogeneration industry. **CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS**, v. 87, p. 892-902, 2018.

SHI C., KRIVENKO P.V. and Roy D. **Alkali-activated Cements and Concretes**. Londres: Taylor & Francis, 2006.

SHI, C.; JIMÉNEZ, A. F.; PALOMO, A. New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 41, n. 7, p. 750–763, jul. 2011.

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

TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; MONZÓ, J., BORRACHERO, M. V., AKASAKI, J. L., PAYÁ, J.. New method to assess the pozzolanic reactivity of mineral admixtures by means of pH and electrical conductivity measurements in lime: pozzolan suspensions. **Materiales de Construcción**. 64 (2014) 1 – 12.

TEIXEIRA, R.S. **Utilização de resíduos sucro-alcooleiros na fabricação de fibrocimento pelo processo de extrusão.** 133p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

THE QUARTZ PAGE. The sílica group. Disponível em: <http://www.quartzpage.de>. Data de acesso: dezembro de 2018.

VILLAR-COCIÑA, E. **Modelos cinéticos para la caracterización de materiales puzolánicos y mezclas de moldeo para fundición de hierro.** 168 p. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciências Físicas) – Facultad de Matemática, Física y Computación, Universidad Central “Martha Abreu” de las Villas, Santa Clara, Villa Clara, Cuba, 2005.

VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORALES, E.; GONZÁLEZ-RODRÍGUEZ, R.; HERNÁNDEZ-RUÍZ, J.. Kinetics of the pozzolanic reaction between lime and sugar cane straw ash by electrical conductivity measurement: A kineticdiffusive model, **Cement and Concrete Research**. 33 (2003) 517–524.

4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Neste capítulo IV da tese serão descritos os materiais, equipamentos e procedimentos utilizados para o desenvolvimento da parte experimental das pesquisas que serão apresentadas nos capítulos V a IX.

No item 4.1 serão expostos a apresentação e caracterização dos materiais utilizados no trabalho, assim como todas as etapas para a obtenção da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC).

No item 4.2., são mostrados os equipamentos empregados durante ensaios de caracterização física, química e mecânica.

No item 4.3, são apresentados os procedimentos para a produção das argamassas e pastas a base de cimento Portland e ativadas alcalinamente.

E por fim, no item 4.4, será apresentado a estrutura do programa experimental utilizado, de modo esquematizado, de acordo com os objetivos propostos.

Para os estudos de caracterização física e química, contou-se com a colaboração do Grupo de Investigação em Química dos Materiais de Construção (GIQUIMA) - Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón (ICITECH) - Universidad Politécnica de Valencia – UPV, localizado em Valência – Espanha. E para a produção da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC), para a moldagem das pastas e argamassas e para os estudos mecânicos, teve-se a colaboração dos laboratórios do Núcleo de Ensino e Pesquisa em Alvenaria Estrutural (NEPAE) e do Laboratório Central de Engenharia Civil – Departamento de Engenharia Civil (DEC) – UNESP/FEIS de Ilha Solteira – São Paulo.

4.1 SELEÇÃO, PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

4.1.1 Cimento Portland

Para o estudo de reatividade da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC), foi utilizado o cimento Portland CP V ARI (Cimento Portland de Alta Resistência Inicial), a pureza e a granulometria do cimento Portland CP V ARI, justificam o seu uso nesse trabalho, pois o mesmo não contém adições de pozolanas, apresentando maiores quantidades de C_3S (silicato tricálcico- $3CaO.SiO_2$) e C_2S (silicato dicálcico- $2CaO.SiO_2$), tendo portanto em sua composição mais de 95% de clínquer, o que faz com que seja aumentada a sua reatividade, além de não interferir na análise da reatividade da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC).

A composição química do cimento Portland, encontra-se na tabela 4.1 e segue as especificações da NBR 5733 (ABNT, 1991) e da NBR 11578 (ABNT, 1997).

Tabela 4. 1 – Composição química em % de óxidos do Cimento Portland CP V - ARI

Composição Química	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	MgO	Equivalente alcalino	Cal livre em CaO	Insolúveis	P.F.
%	18,16	7,01	2,57	62,95	0,18	0,77	3,1	0,70	0,69	1,67	0,24	4,07

*P.F. – Perda ao fogo

Fonte: Elaboração da própria autora

O valor da massa específica absoluta determinada foi de 3,14 g/cm³.

4.1.2 Hidróxido de cálcio

O hidróxido de cálcio (Ca (OH)₂) utilizado apresentou um teor de pureza maior que 95%. O material foi utilizado para ensaios de reatividade da CBC, na produção de pastas com CBC, no ensaio de Frattini e no preparo das soluções aquosas para o ensaio de pH e condutividade.

A opção em utilizar o hidróxido de cálcio na caracterização das pastas e das soluções com CBC, está associado ao elevado teor de CH disponível, em relação as pastas e soluções aquosas produzidas com cimento Portland, o que beneficia a reação do CH com a pozolana.

Ao longo da apresentação do trabalho o hidróxido de cálcio pode ser tratado como cal hidratada.

4.1.3 Agregado miúdo

Na composição das argamassas foi utilizado como agregado miúdo a areia média natural, de origem silícea, com teor de umidade inferior a 2%.

Para a confecção das argamassas, a areia natural passou por um processo de peneiramento, onde foi descartado todo o agregado retido na peneira de abertura de 2,36 mm (ABNT #8).

A areia passou pelos ensaios de caracterização conforme a ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), a saber:

- a) composição granulométrica pela NBRNM 248 (ABNT, 2003);
- b) teor de materiais pulverulentos pela NBR 46 (ABNT, 2003);
- c) massa específica e massa específica aparente pela NBRNM 52 (ABNT, 2009);
- d) absorção de água pela NBRNM 30 (ABNT, 2001).

As propriedades físicas obtidas estão na Tabela 4.2.

Tabela 4. 2 - Caracterização física do agregado miúdo – areia média natural

ϕ máximo (mm)	Módulo de finura	Massa específica			Pulverulentos (%)	Absorção (%)
		S.S.S. (g/cm ³)	Seca (g/cm ³)	Aparente (g/cm ³)		
2,36	2,03	2,63	2,65	2,59	0,48	0,34

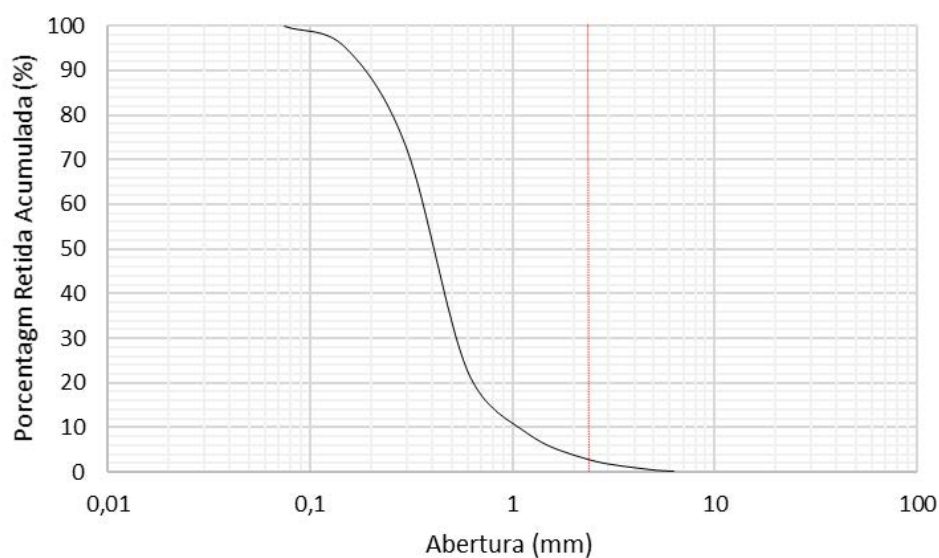
* ϕ - Diâmetro

Nota: * S.S.S. – saturado superfície seca

Fonte: Elaboração da própria autora.

A distribuição granulométrica da areia média encontra-se na figura 4.1. A distribuição corresponde a distribuição antes do peneiramento, a linha em vermelho delimita a peneira de abertura 2,36 mm.

Figura 4. 1– Distribuição granulométrica do agregado miúdo – areia média natural



Fonte: Elaboração da própria autora.

4.1.4 Água

A água utilizada na preparação das pastas e argamassas foi oriunda da rede de distribuição e abastecimento de água pública da cidade de Ilha Solteira - São Paulo.

Para o ensaio de pH e condutividade utilizou-se água deionizada para a produção das amostras de suspensão aquosa.

4.1.5 Escória de alto forno

Neste item será apresentado a caracterização da escória de alto-forno, um resíduo industrial, proveniente da indústria Rio Pardo Tratamento de Resíduos Industriais Ltda.

A escória de alto forno, foi utilizada como precursor sólido na produção de aglomerantes ativados alcalinamente.

A escória de alto forno caracterizada por meio de ensaios de fluorescência de raios X (FRX), perda ao fogo (PF), difração de raios X (DRX), análise da distribuição das partículas por difração a laser (ADL), espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR) e análise termogravimétrica (TGA).

A análise química através da FRX e da PF permitiu a determinação da porcentagem de óxidos presentes na escória de alto forno. A tabela 4.3 a seguir mostra a composição química em porcentagem de óxidos.

Tabela 4. 3 - Composição química da escória de alto forno em porcentagem de óxidos

Composição química	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	Cl	TiO ₂	Outros	P.F.
%	33,0	43,5	11,5	7,3	0,6	0,4	0,4	1,9	0,1	0,5	0,8	0,1

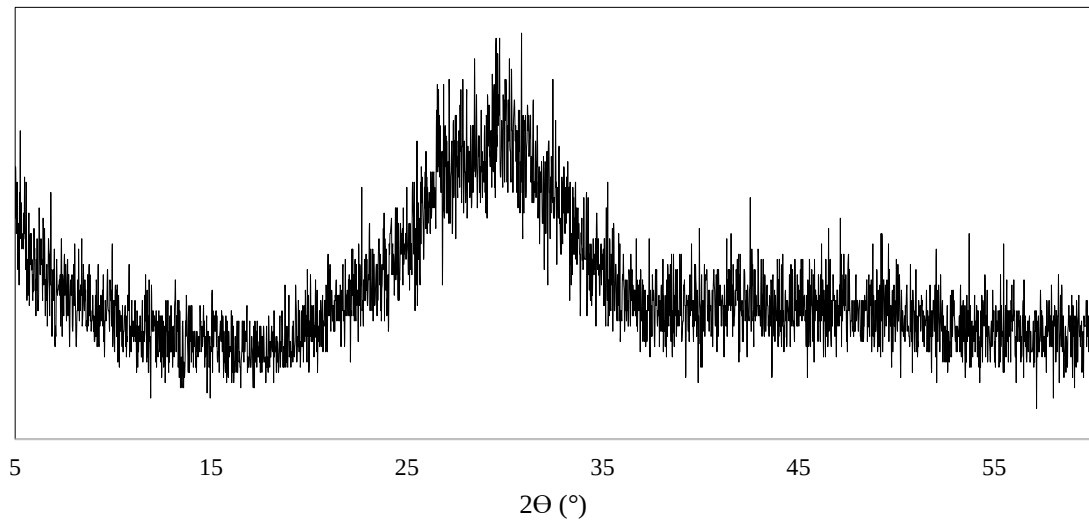
*P.F. – Perda ao fogo

Fonte: Elaborada pela autora.

Quanto a escória, pode-se observar uma porcentagem de 45,03% de SiO₂+Al₂O₃+Fe₂O₃ e 43,54% de CaO, que garante um caráter hidráulico ao material.

A figura 4.2, mostra a mineralogia da escória de alto-forno.

Figura 4. 2 – Difratoograma da escória de alto forno

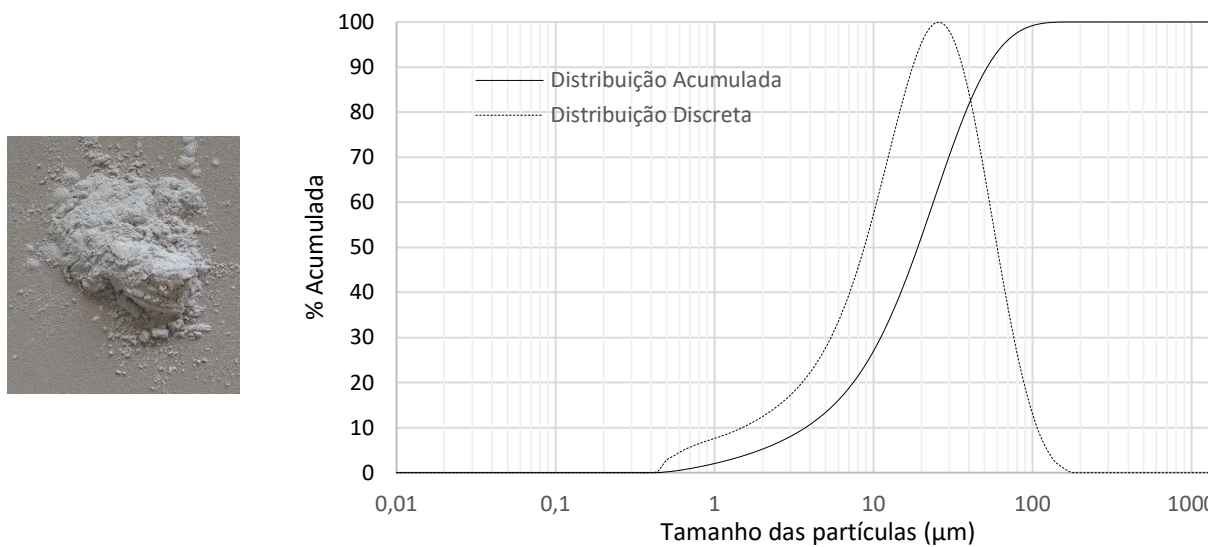


Fonte: Elaborada pela autora.

Na figura anterior, observa-se ruídos de baixas intensidades e o halo de amorficidade, entre os ângulos de 2θ 15-45° apresenta-se de forma nítida, característico dos materiais vítreos amorfos. Esse caráter amorfo, presente na escória, é um indicador do caráter reativo do material, fundamentalmente hidráulico.

A figura 4.3, apresenta a distribuição granulométrica da escória de alto forno, assim como uma amostra do material.

Figura 4. 3 – Distribuição granulométrica da escória de alto forno



Fonte: Elaborada pela autora.

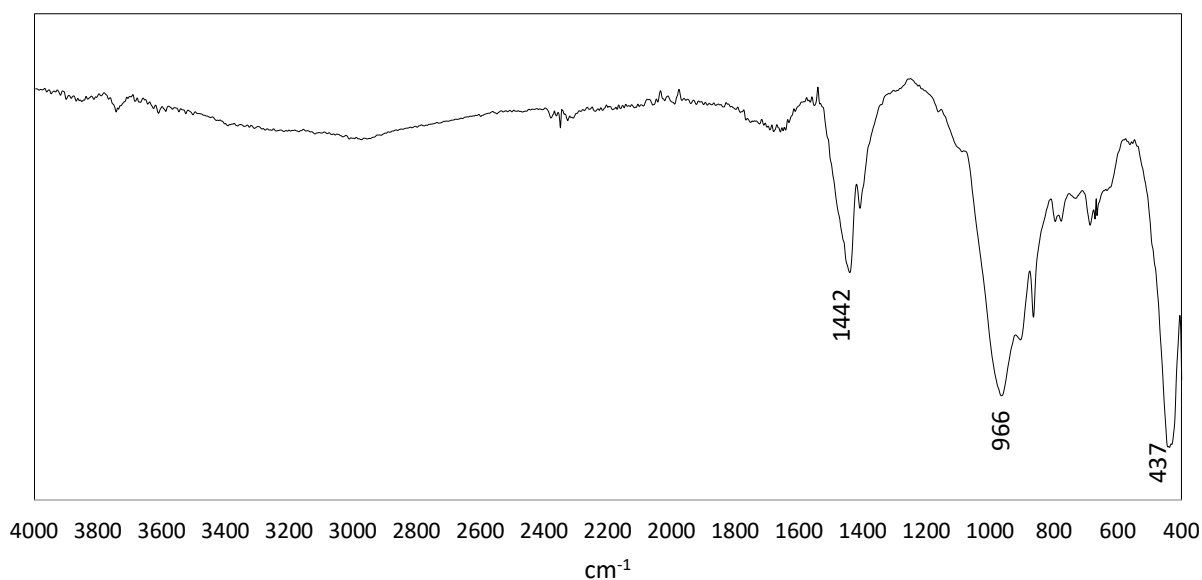
Mais de 99% da amostra de escória de alto forno, apresentam suas partículas nos intervalos de 0,2 μm a 100 μm , apresentando um diâmetro médio de aproximadamente 27,50 μm , 90% das partículas apresentam diâmetros inferiores a 58,56 μm , 50% apresentam diâmetros inferiores a 21,43 μm e 10% das partículas apresentam diâmetros inferiores a 4,21 μm .

O espectro FTIR para a escória de alto forno está representado na Figura 4.4.

O espectro para a escória de alto forno mostrou dois picos acentuados, o primeiro centrado em 437cm^{-1} relacionado às cadeias de alumínio e silicato, do tipo Si-O-Si e Al-O-Si. E um segundo pico centrado em 966cm^{-1} , atribuído a vibrações de alongamento simétrico das ligações Si-O-Si e Al-O-Si.

Ocorre também a presença de picos menores, na banda de 1442cm^{-1} atribuídos às vibrações devido aos ânions de carbonato.

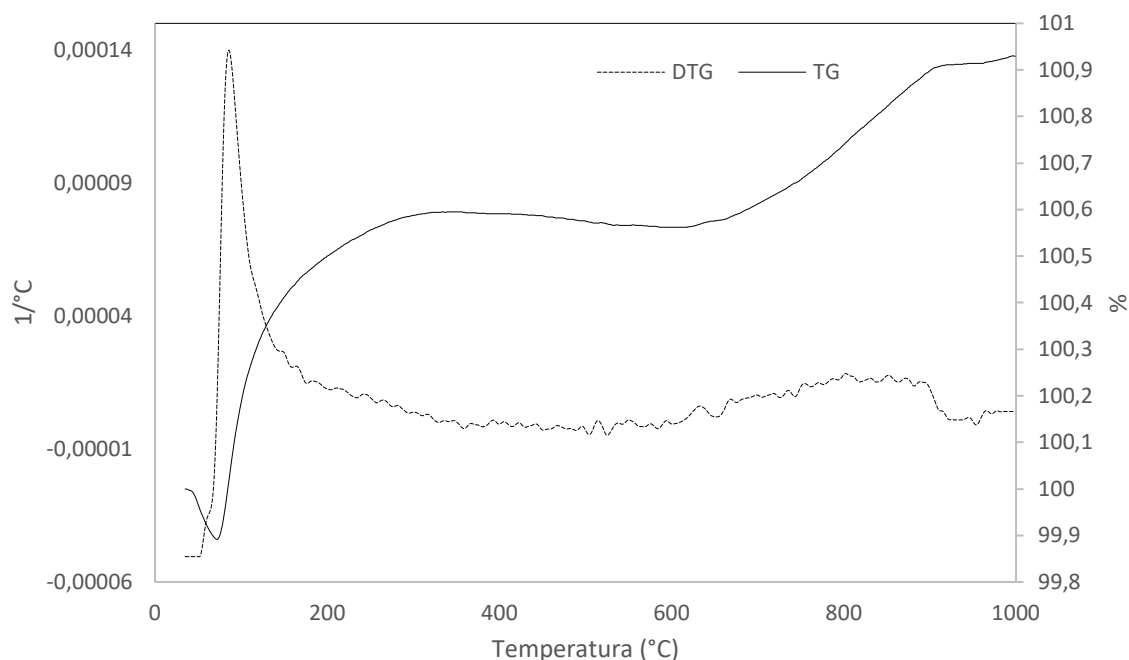
Figura 4. 4 – Espectro FTIR da escória de alto forno



Fonte: Elaborada pela autora.

Na figura 4.5 pode ser visto o resultado da curva TG e DTG.

Figura 4. 5 – TG e DTG da escória de alto forno



Fonte: Elaborada pela autora.

Castaldelli et al. (2013) e Castaldelli et al. (2014), realizaram o estudo de argamassas e pastas ativadas alcalinamente em sistemas binários de cinza de bagaço de cana-de-açúcar e escória de alto forno. A escória de alto forno analisada pelos autores apresentaram 30,19% de SiO_2 , 10,66% de Al_2O_3 , 1,31% de Fe_2O_3 e 38,53%CaO e diâmetro média de 21,4 μm ., além de apresentaram características vítreas, de acordo com a linha base, nota-se similaridade na composição química das escórias foco do presente estudo e da escória analisada pelos autores, a diferença maior se dá, no tamanho médio das partículas.

4.1.6 Material alternativo – Cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)

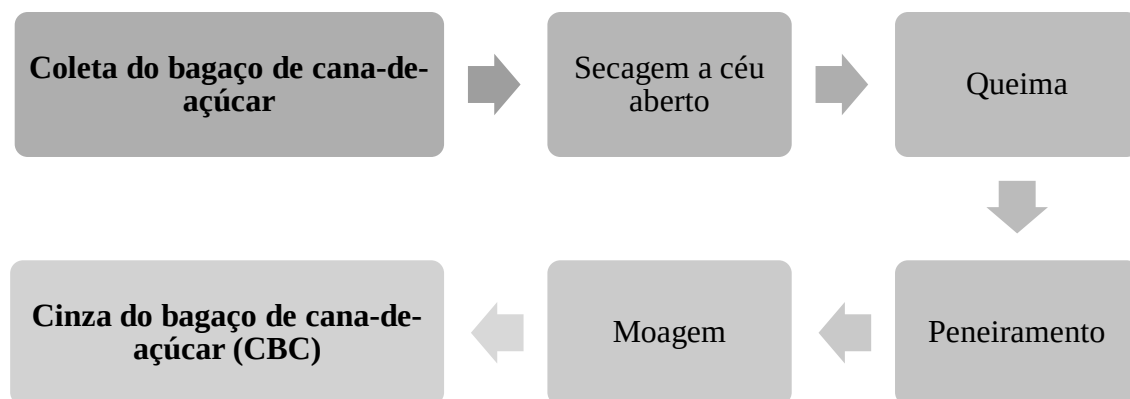
No presente trabalho, foram produzidas cinzas do bagaço de cana-de-açúcar para utilizá-las como adições minerais em matrizes a base de cimento Portland e matrizes ativadas alcalinamente.

O bagaço de cana-de-açúcar, foco dessa investigação, é um subproduto agrícola, produto obtido no processo final de beneficiamento da cana-de-açúcar para a produção de açúcar e álcool, nas indústrias sucroalcooleiras.

O bagaço de cana-de-açúcar passou por um processo de beneficiamento, de modo a tornar apto a ser utilizado na produção de pastas e argamassas, na forma de cinza. As etapas

dos ensaios laboratoriais, desde a coleta do bagaço de cana-de-açúcar até a obtenção da cinza, estão esquematizadas na figura 4.6.

Figura 4. 6 – Procedimento para a obtenção da CBC



Fonte: Elaborada pela autora.

Iniciou-se com a coleta do bagaço na usina sucroalcooleira. Em seguida o material passou por um processo de secagem a céu aberto, por um período de 24 horas ou até o bagaço chegar a um teor de umidade de 4%.

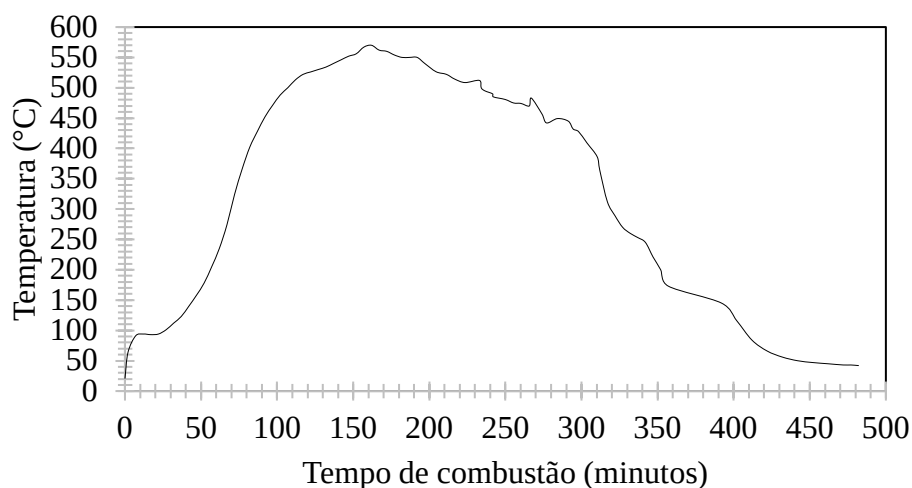
Para a obtenção da cinza, utilizou-se um forno desenvolvido por Tashima (2006) ligado ao grupo de pesquisa em Materiais Alternativos de Construção – MAC/UNESP. A utilização do forno se mostrou viável, como pode ser observado em alguns trabalhos desenvolvidos pelo grupo de pesquisa MAC, a saber: Tashima (2012), Pereira (2014), Moraes (2015), Fazzan (2017) e Vicentini (2018).

O forno tem uma capacidade de queimar por vez, cerca de 30 kg de bagaço de cana-de-açúcar, obtendo após a queima por autocombustão aproximadamente 0,7 kg de cinza do bagaço de cana-de-açúcar, ou seja, um rendimento de 2,2% do total do bagaço de cana-de-açúcar.

Realizou-se um processo de combustão não controlada, em que o tempo de combustão foi inferior a 8 horas, e a temperatura máxima atingida foi de 570°C no tempo correspondente de 162 minutos.

A relação entre a temperatura de combustão e o tempo de queima pode ser observado na figura 4.7, esses dados foram obtidos durante o processo de queima de uma amostragem de bagaço de cana-de açúcar, em que a temperatura foi verificada através de termopares.

Figura 4. 7 - Temperatura de queima em função do tempo



Fonte: Elaborada pela autora.

A tabela 4.4 apresenta um resumo dos materiais calcinados no forno desenvolvido por Tashima (2006). Tem-se que a queima do bagaço de cana-de-açúcar é o que exibe o menor tempo para a queima completa e é também a amostra que apresenta o menor pico de temperatura. Esses valores estão diretamente relacionados com a capacidade de compactação e a densidade da amostra de CBC, em relação a CF e a CCA.

Tabela 4. 4 - Temperatura de queima em função do tempo

Referência	Material	Tpico (°C)	tpico (minutos)	tm (horas)	Rendimento (%)	P.F. (%)
---	CBC	570	162	7,5	2,2	4,4
Vicentini (2018)	BSC - Bagaço de cana-de-açúcar + cerâmica vermelha	694	120	7,5	---	---
Moraes (2015)	CF- Cinza da folha da cana-de-açúcar	702	85 - 100	6	6,5	15,5
Tashima (2006)	CCA – cinza da casca de arroz	850	~720	36	10	5,28

Nota: *Tpico – temperatura máxima atingida; *tpico – tempo para a temperatura máxima; *tm - tempo médio para a queima completa da amostra; * PF – perda ao fogo.

Fonte: Elaborada pela autora.

Ainda observando a tabela 4.4, tem-se que o rendimento, a perda ao fogo e a reatividade desses materiais estão diretamente ligados com o tempo e temperatura de combustão.

Realizado a combustão, as cinzas do bagaço de cana-de-açúcar obtidas, passaram por um processo de peneiramento, utilizando um agitador mecânico, foi utilizado uma peneira de abertura de 0,3 mm (peneira ABNT #50), para o controle do processo, essa etapa visa remover as impurezas, assim como material não calcinado, que podem interferir na reatividade do material.

A próxima etapa consistiu na moagem do material, que passou na peneira de 0,3 mm, objetivando diminuir os grãos e aumentar a superfície específica. Para isto utilizou-se de um moinho de bolas (figura 4.8).

Figura 4. 8 – Moinho de bolas



Fonte: (PEREIRA, 2014)

O moinho de bolas é composto por 684 cilindros de aço cujo peso total está em torno de 52,5 kg, para cada processo de moagem, foram colocados 5 kg do material, por um período de 50 minutos. O tempo de moagem igual a 50 minutos, foi determinado por Pereira (2014). Obtendo-se assim a cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC).

A figura 4.9 ilustra o processo de transformação do bagaço de cana-de-açúcar em cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC).

Figura 4. 9 – Processo de produção da cinza de bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Elaborado pela autora.

Após a obtenção da CBC, o material passou por ensaios de caracterização física, química e estudo de reatividade, que serão apresentados no capítulo V, VI e VII.

Logo para o estudo da CBC, realizou-se ensaios de fluorescência de raios X (FRX), perda ao fogo (PF), difração de raios X (DRX), análise da distribuição das partículas por difração a laser (ADL), espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), superfície específica de Blaine, massa específica, determinação dos resíduos insolúveis, Frattini e ensaio de pH e condutividade.

4.1.7 Ativadores alcalinos

Para a produção das soluções alcalinas para a produção das pastas e argamassas ativadas alcalinamente foram utilizados três tipos de ativadores: o hidróxido de sódio, o silicato de sódio e a CBC, como um material alternativo para a produção da solução alcalina.

Foram utilizadas pastilhas de hidróxido de sódio (NaOH) e de acordo com as especificações do fabricante, o produto possui um grau de pureza de 97%.

O silicato de sódio (Na_2SiO_3) foi utilizado na forma de solução aquosa, composto por 29,7% de SiO_2 , 8,9% de Na_2O e 61,4% de H_2O em massa, sendo que a proporção de SiO_2 , Na_2O e H_2O foram levados em consideração no cálculo das concentrações necessárias para a preparação das soluções alcalinas.

A caracterização da CBC e o uso da cinza como ativador serão exploradas nos capítulos VIII e IX, respectivamente.

4.2 EQUIPAMENTOS

4.2.1 Fluorescência de raios X (FRX)

A espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) é um ensaio quantitativo que, por dispersão de comprimento de onda, possibilita a determinação da composição química de

amostras sólidas, essa análise foi realizada para a cinza de bagaço de cana-de-açúcar, o que possibilitou a identificação da porcentagem dos óxidos presentes na amostra.

Juntamente com análise de FRX, realizou-se o ensaio de perda ao fogo, para a CBC. As amostras de cinzas, foram secas em estufa a $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, e posteriormente foram submetidas a uma temperatura de $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, em uma mufla, por 1 hora, para determinar a porcentagem de matéria orgânica presente e após esse procedimento as cinzas foram levadas novamente a mufla por mais 1 hora, na temperatura de $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$, para determinar a porcentagem do teor de cinzas residuais e de carbonato de cálcio. A figura 4.10 mostra o equipamento utilizado.

Figura 4. 10 - Equipamento para ensaio de FRX



Fonte: (TASHIMA, 2012).

4.2.2 Difração de raios X (DRX)

A técnica de difração de Raio-X, promove a determinação da composição mineralógica, assim como a identificação da presença de fases cristalinas e amorfas dos materiais. O ensaio de DRX foi realizado para a amostra de CBC.

O modelo do equipamento utilizado foi modelo RX Diffractometer Seifert TT 3003, usando radiação em $\text{Cu-K}\alpha$ de comprimento de onda igual a $1,5418\text{\AA}$, para uma voltagem de 40KV e intensidade de 20mA.

Os dados foram obtidos a uma temperatura ambiente, usando uma geometria de Θ - 2Θ , com um intervalo de 2Θ de 5 a 60° , com um passo de $0,02^{\circ}$, com um tempo de análise de 2s/passos. A figura 4.11 Apresenta um modelo do difrattômetro utilizado.

Figura 4. 11 - Difratorômetro de Raio-X



Fonte: (TASHIMA, 2012).

4.2.3 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho foi utilizada para caracterizar qualitativamente a composição da cinza de bagaço de cana-de-açúcar e identificar os compostos formados durante o processo das reações, das pastas de cal, das pastas de cimento e das pastas ativadas alcalinamente.

A interação da radiação infravermelha com o material a ser analisado origina mudanças de estados vibracionais e rotacionais de suas moléculas, possibilitando-se assim a análise (TASHIMA, 2006; TASHIMA, 2012).

O equipamento de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) utilizado foi do modelo Bruker TENSOR 27, onde a frequência de trabalho da região do espectro de infravermelho abrangeu o comprimento de onda entre $4000 - 400\text{cm}^{-1}$ e a intensidade expressa em transmitância, sendo que as amostras foram ensaiadas na atmosfera de ar.

A Figura 4.12 mostra o equipamento de Espectroscopia por Infravermelho.

Figura 4. 12 - Espectrofotômetro de Infravermelho por Transformada de Fourier.



Fonte: Elaborado pela própria autora.

4.2.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise realizada por meio da microscopia eletrônica de varredura serviu para averiguar a morfologia da cinza de bagaço de cana-de-açúcar e os produtos de hidratação das pastas de cal, cimento e ativadas alcalinamente para diferentes dosagens, assim como serviu para visualizar os produtos formados devido as reações de geopolimerização e hidratação das pastas.

As amostras de pastas passaram por um processo de cobrimento com grafite/ouro, possibilitando assim uma melhora nas imagens e leituras obtidas, uma vez que o processo melhora a condutividade elétrica dos materiais.

A figura 4.13 Mostra o equipamento utilizado.

Figura 4. 13 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)



Fonte: Elaborado pela autora.

4.2.5 Análise de partículas por difração de raios laser (ADL)

O ensaio de ADL permite determinar o tamanho do diâmetro médio das partículas, assim como a sua distribuição granulométrica. Utilizou-se o equipamento Mastersizer 2000 de Malvern Instruments.

O tamanho das partículas é relacionado com o diâmetro equivalente, este equipamento utiliza como princípio de medição a dispersão de Fraunhofer e Mie e a sensibilidade de detecção varia entre 0,02 e 2000 μm e ainda possui o recurso de dispersão de partículas por ultrassom de baixa potência (TASHIMA, 2006).

A Figura 4.14 ilustra o granulômetro a laser utilizado na pesquisa.

Figura 4. 14 - Equipamento para o ensaio de granulometria a laser



Fonte: Elaborado pela autora.

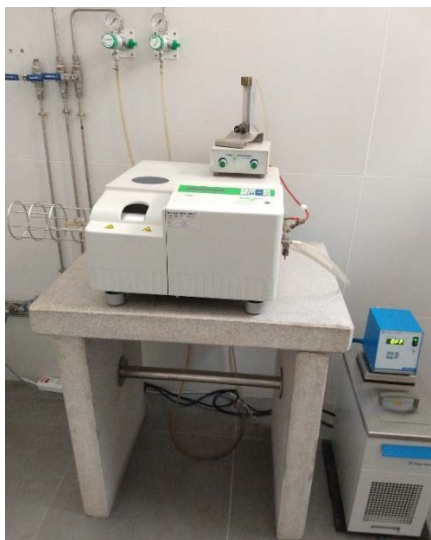
4.2.6 Análise termogravimétrica (TG)

Um analisador térmico é constituído por um forno (célula de medida) no qual a amostra é aquecida (ou resfriada) a uma taxa controlada, sob atmosfera pré-estabelecida. As mudanças das propriedades da amostra são monitoradas por um transdutor seletivo que pode ser constituído por: termopares; balança; sensor calorimétrico; medidor de deslocamento; detector de gás.

O transdutor gera um sinal elétrico que é amplificado e transferido para a unidade controladora, mantendo a comunicação permanente com a célula de medida. A unidade controladora, além de receber os dados da célula de medidas, transfere as informações necessárias para colocar o equipamento em operação de acordo com os parâmetros (faixa de temperatura, razão de aquecimento, tipo de atmosfera) previamente estabelecidos. É interfaceada a um microcomputador que controla a operação, a aquisição e análise de dados e o registro da curva termo analítica gerada.

Para a realização da análise térmica da CBC e das pastas, utilizou-se um equipamento de modelo, TGA 850 Mettler-Toledo que mede simultaneamente a curva termogravimétrica (TG), a curva termogravimétrica derivada (DTG) e a curva de análise térmica diferencial (DTA). O equipamento, possui uma balança horizontal com precisão de 0,1µg, um forno e sensores de temperatura que estão conectados com um computador (Figura 4.15).

Figura 4. 15 – Equipamento para análise termogravimétrica



Fonte: Elaborado pela autora.

A análise termogravimétrica foi definida com do tipo dinâmica ou convencional, onde a amostra é aquecida ou resfriada num ambiente em que a temperatura varia de maneira pré-determinada, de preferência à razão de aquecimento ou resfriamento linear. Ocorrendo o registrado das curvas de variação de massa da amostra (m) em função da temperatura (T) ou do tempo (t).

Tem-se que a exposição à temperatura elevada pode, algumas vezes, alterar a estrutura química e, por consequência, as propriedades físicas dos materiais. Portanto, a curva de degradação térmica, em condições não isotérmicas, mostra o perfil da resistência ou estabilidade térmica que o material apresenta quando submetido a uma varredura de temperatura.

Na curva TG avalia-se a variação de massa da amostra em função da temperatura e tempo, avaliando o ganho ou perda de massa, típicos das reações químicas produzidas pelos materiais analisados.

E os dados referentes a velocidade dessa variação de massa em função da temperatura e tempo é mostrada pela curva derivada termogravimétrica (DTG), que permite identificar com maior clareza as alterações de massa, especialmente quando as perdas são muito pequenas ou também quando existem processos químicos com temperaturas muito próximas.

Os ensaios foram realizados com uma atmosfera inerte de nitrogênio N_2 , com fluxo de 75 ml/min. e uma velocidade de aquecimento de 10 °C/min., sendo que o intervalo de temperatura do ensaio foi entre 35°C e 1000°C ou entre 35°C e 600°C. As amostras ensaiadas até 1000°C, foram acondicionadas em crisol de alumina de 70 μ l com tampa não selada. As

amostras ensaiadas até 600°C, foram acondicionadas em crisol de alumínio de 100 µl com tampa selada com orifício.

4.3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.3.1 Superfície Específica Blaine e Massa Específica

O ensaio de massa específica absoluta da cinza de bagaço de cana-de-açúcar foi realizado seguindo as recomendações da NBR 16605 (ABNT, 2017) e a superfície específica da cinza foi realizada de acordo com a NBR 16372 (ABNT, 2015).

4.3.2 Resíduos insolúveis

A determinação do resíduo insolúvel presente na cinza de bagaço de cana-de-açúcar, foi realizado segundo a referência da norma espanhola UNE-EN 196-2: 2006 e o trabalho desenvolvido por Velázquez (2002).

O objetivo do método consiste em avaliar a quantidade de resíduo insolúvel presente na cinza e, deste modo, a porcentagem de material que não reativo, ou seja, que não se dissolve.

Estes dados foram obtidos de modo resumo por ataque com uma solução de ácido clorídrico e, em seguida, o resíduo deste primeiro ataque foi tratado com uma solução em ebulição de hidróxido de potássio. No final o resíduo foi calcinado, obtendo-se assim a porcentagem de resíduo insolúvel.

Inicialmente pesou-se $1\text{g} \pm 0,05\text{ g}$ de CBC, a essa massa foi atribuído o nome de m_{13} , que foi transferida para um béquer, e foi adicionado 25 ml de água deionizada e realizado a dispersão com um agitador de vidro. Em seguida, 40 ml de ácido clorídrico concentrado foram adicionados no béquer e a solução foi aquecida moderadamente. O béquer foi colocado em um banho de areia (foto 4.16) até a completa evaporação, esta operação (adição de ácido e evaporação) foi repetida mais duas vezes, usando 20 ml de ácido clorídrico concentrado.

Figura 4. 16 - Banho de areia



Fonte: Elaborado pela autora.

Em seguida, o resíduo da terceira evaporação foi tratado com 100 ml de ácido clorídrico a 1: 3. E foi reaquecido, filtrado em papel de filtro médio e lavado com água a uma temperatura próxima da fervura, até que o filtrado estivesse isento de íons de cloreto quando testado com uma solução de nitrato de prata.

Subsequentemente, o filtro e o seu conteúdo foram transferidos para um frasco de 250 ml, ao qual foi adicionado um material refrigerante e foram adicionados 100 ml de solução de hidróxido de potássio. Deixou-se em repouso durante 16 horas à temperatura ambiente e depois a solução foi fervida durante 4 horas.

Em seguida, a amostra foi filtrada a quente, lavado com água destilada e depois com 100 ml de ácido clorídrico a 1: 9. Por fim, lavou-se com água destilada a uma temperatura próxima da temperatura de ebulição até que o filtrado estivesse isento de íons de cloreto quando ensaiado com uma solução de nitrato de prata, realizado essa etapa o material (cinza + filtro) foi calcinado a $950 \pm 25^\circ \text{C}$ até se atingir a constância da massa, chamada de m_{14} .

O resíduo insolúvel, expresso em porcentagem de massa, foi calculado segundo a equação 4.1.

$$\text{Resíduo Insolúvel} = \frac{m_{14}}{m_{13}} \times 100 \quad \text{Equação 4.1}$$

4.3.3 pH e Condutividade elétrica

As medidas de pH e condutividade elétrica em suspensões aquosas foram realizadas para analisar a reatividade da cinza de bagaço de cana-de-açúcar. Para a realização do ensaio foi utilizado o método proposto por Tashima (2012) e Tashima et al. (2014).

A avaliação da reatividade da CBC nesse ensaio está relacionada à perda relativa da condutividade elétrica do sistema CH/CBC.

Os equipamentos utilizados para a realização dos ensaios foram, um pHmetro Crison micro PH2001 M, um medidor de condutividade elétrica Crison micro CM2201 e um banho térmico com balança JULABO-SW22 – Temperatura de 20 a 99,9° (figura 4.17).

As considerações sobre o método serão apresentadas no capítulo VI.

Figura 4. 17 – Equipamentos para as medidas de pH e de condutividade



Fonte: Elaborado pela autora.

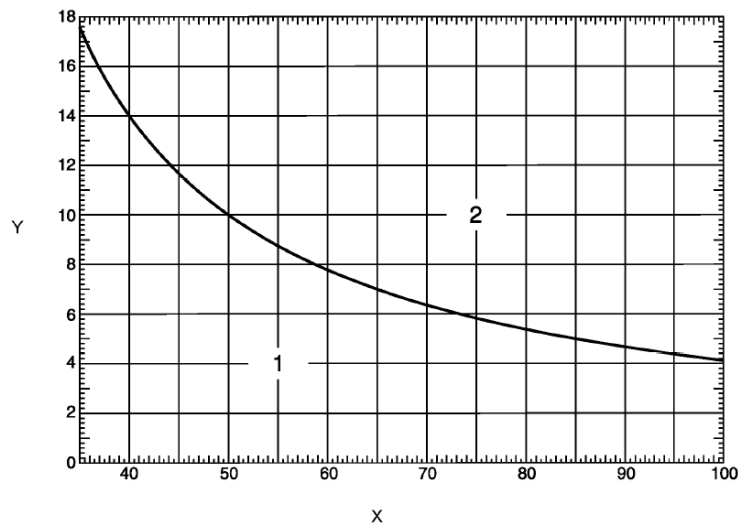
4.3.4 Frattini

O teste de Frattini analisou a atividade pozolânica da CBC e foi realizado de acordo com o procedimento especificado na norma espanhola EN 196-5 (2011).

Os resultados obtidos, após a realização dos procedimentos descritos pela norma, devem ser alocados em um gráfico determinado pela norma (Figura 4.18).

No caso, tem-se no eixo Y as concentrações dos íons de cálcio [Ca^{2+}], expressado de modo equivalente como óxido de cálcio (CaO), em mmol^{-1} . No eixo X, tem-se a concentração dos íons hidroxilos [OH^{-1}], em mmol^{-1} , a 40°C.

Figura 4. 18 - Diagrama para avaliação da pozolanicidade



Fonte: EN 196-5 (2011)

A análise do ensaio de Frattini foi feita da seguinte maneira: para os resultados que se encontraram abaixo da curva, que corresponde a ZONA 1, tem-se uma indicação que o material avaliado apresenta atividade pozolânica, os resultados localizados na linha da curva ou locados na ZONA 2, não apresentaram atividade pozolânica.

4.3.5 Preparação de pastas e argamassas

Trabalhou-se com dois tipos de argamassas, as argamassas a base de cimento Portland e CBC que foram utilizadas para a análise de reatividade da cinza, e as argamassas ativadas alcalinamente (escória de alto forno e CBC), foco da pesquisa.

Os dois tipos de argamassas foram moldados tendo como referência a norma espanhola UNE-EN 196-1 (1996), realizando as devidas adaptações de acordo com os materiais e traços a serem dosados.

Nas misturas em que a escória de alto forno ou o cimento Portland foi substituída parcialmente pela cinza de bagaço de cana-de-açúcar, realizou-se uma mistura prévia dos sólidos, para garantir a homogeneização. Para a produção das argamassas utilizou-se uma argamassadeira, com capacidade para 5kg, e com 3 velocidades de rotação 124, 220 e 450 rpm.

A mistura para a produção da argamassa foi definida da seguinte maneira:

1. Colocou-se os sólidos já misturados e a solução alcalina ou a água de acordo com o tipo de argamassa a ser produzida, na argamassadeira, a mistura foi

realizada por um período de 30 segundos a uma velocidade baixa correspondente a 124 rpm;

2. Realizou-se a mistura para a formação da pasta por mais 30 segundos na velocidade média, correspondente a 220 rpm;
3. Foi adicionado o agregado miúdo, durante 60 segundos, com a argamassadeira ligada na velocidade baixa;
4. Após a colocação do agregado miúdo, realizou-se a mistura da argamassa por 30 segundos na velocidade média e 30 segundos na velocidade alta, que corresponde a 450 rpm;
5. Após esses procedimentos, a argamassa passou por um processo de descanso de 60 segundos e;
6. Finalmente, foi homogeneizado por mais 60 segundos na velocidade média.

Os corpos de provas foram moldados em formas metálicas de dimensões 50 x 50 x 50 mm, para compactação das argamassas fez-se uso de uma mesa vibratória, e as amostras foram adensadas por aproximadamente 1 minuto.

Ressalta-se que para as formas utilizadas para a moldagem das argamassas ativadas alcalinamente, utilizou-se vaselina para criar uma película entre a argamassa e a forma metálica, facilitando assim a retirada do corpo de prova do molde. A vaselina utilizada apresentou aspecto pastoso de cor branca levemente amarelada e densidade variando entre 0,82 a 0,86.

Ressalta-se que as argamassas a base de cimento Portland foram ensaiadas no seu estado fresco. Determinou-se o nível de consistência, por meio do ensaio de mesa de consistência (Flow Table), de acordo com o método prescrito pela norma NBR 13276 (ABNT, 2005).

Após a moldagem, os corpos de provas foram cobertos por uma película plástica, de modo a evitar a evaporação da água ou carbonatação das amostras, e por fim para uma câmara úmida, a temperatura de 25°C e a um teor de umidade superior a 95%. Os corpos de provas foram desmoldados após 24 horas de cura úmida, e retornaram para a câmara umidade até a idade de realização dos ensaios mecânicos.

As argamassas foram submetidas a ensaios de resistência à compressão, para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias, em uma máquina universal de ensaios, modelo EMIC ® PC200 e controlada pelo modelo DL30000, que tem capacidade máxima de 200 toneladas. O ensaio foi realizado com uma taxa de carregamento de 0,30 MPa.

Adotou-se as argamassas e pastas produzidas a partir de 100% de escória de alto-forno e 100% de cimento Portland, como referência, de acordo com o sistema a ser analisado.

Para a produção das pastas realizou-se a mistura manual do sólido com água/ solução alcalina, e a mistura depois de homogeneizados foram curadas nas mesmas condições das argamassas.

Para a realização dos ensaios de FTIR e TG das pastas, as amostras passaram por um processo de preparação prévio. As amostras de pastas passaram por um processo de moagem e seguidamente de peneiramento para que as amostras apresentassem finura adequada, esta finura é necessária para os ensaios microestruturais, pois assim as reações sofridas pela amostra ocorrem à mesma temperatura e tempo e assim, se obtém saltos de perda de massa mais “verticais”.

O procedimento inicia-se com a moagem da pasta na presença de acetona (CH_3COCH_3), com densidade de 0,7910 g/ml. Em seguida as amostras foram filtradas e secas em estufa durante 30 minutos a 60 - 65 °C, de modo a interromper os processos de hidratação e por fim as amostras são peneiradas em uma peneira de abertura de 0,075mm (ABNT #200), utilizando-se apenas o material passante. Realizado esse procedimento nas pastas, as amostras em forma de pó, encontram-se prontas para serem ensaiadas.

Em relação ao ensaio de MEV, o procedimento a ser realizado é similar, no caso um pedaço de aproximadamente 5 mm da amostra da pasta é retirado e colocado imerso na acetona, em seguido a amostra deve ser filtrada e depois seca em estufa.

4.4 PROGRAMA EXPERIMENTAL

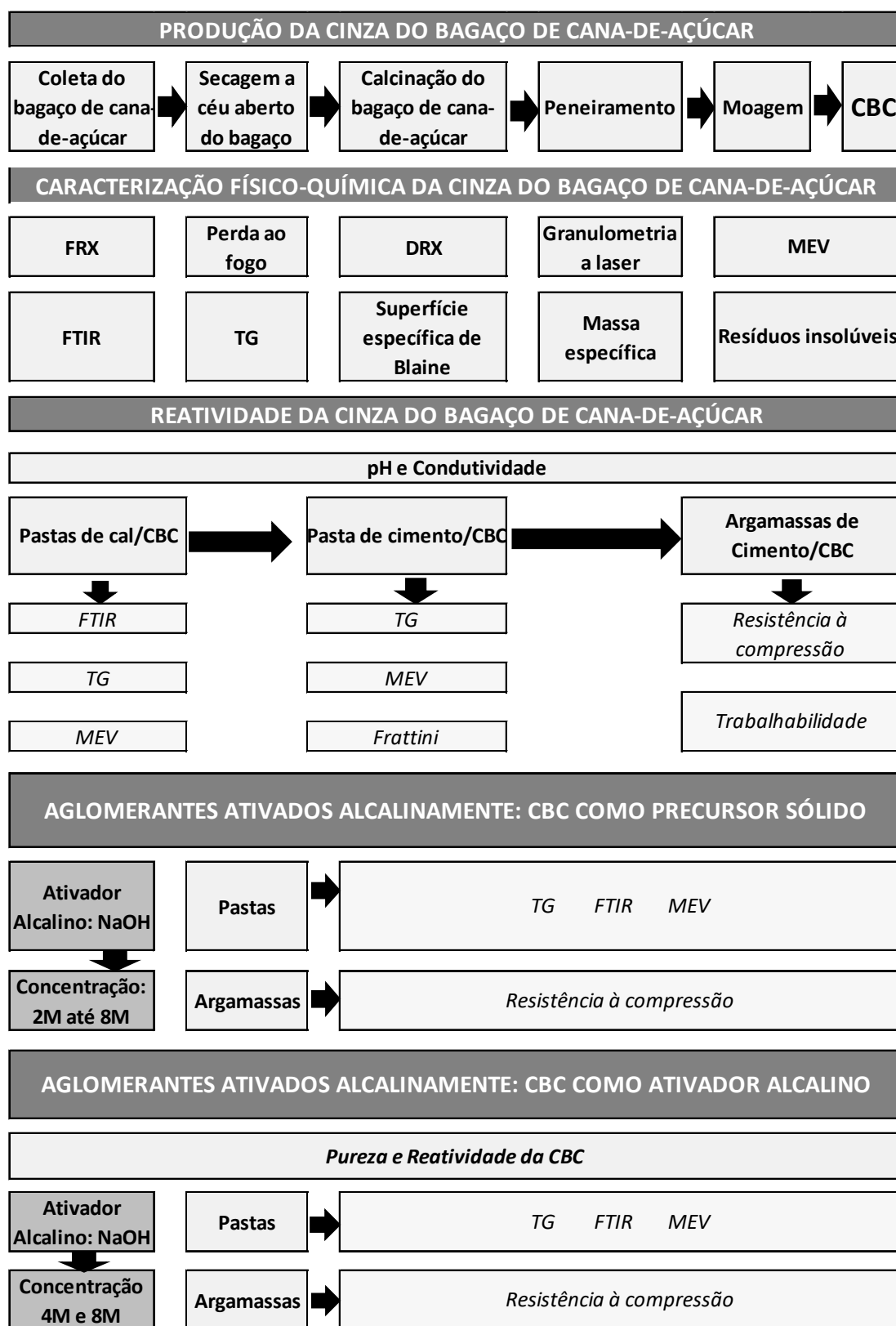
O item 4.4 apresenta o programa experimental (figura 4.19) da pesquisa desenvolvida nesta tese. O desenvolvimento da pesquisa foi dividido em 5 partes.

Na primeira parte tem-se as etapas de produção da cinza de bagaço de cana-de-açúcar, já apresentados neste capítulo, no item 4.1.6. Seguido tem-se as etapas 2 e 3, que corresponde a caracterização da cinza de bagaço de cana-de-açúcar e o estudo da reatividade da cinza

Na quarta parte do desenvolvimento experimental, tem-se o estudo de argamassas e pastas ativadas alcalinamente, em sistemas binário de escória de alto forno e CBC.

E finalizando, na quinta e última parte experimental tem-se o estudo do uso da CBC como ativador alcalino.

Figura 4. 19 – Esquema das etapas dos procedimentos experimentais



Fonte: Elaboração da própria autora.

REFERÊNCIAS

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE – EN 196-1**: métodos de ensayo de cementos. Parte 1: determinación de las resistências mecánicas. Madrid, 2005. 36 p.

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE – EN 196-2**: métodos de ensayo de cementos. Parte 1: análisis químico de cementos. Madrid, 2006. 54 p.

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE – EN 196-5**: Métodos de ensayo de cementos: Parte 5: Ensayo de pozolanicidad para los cementos puzolánicos. Madrid, 2011. 15 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBRNM 30**: agregado miúdo - determinação da absorção de água. Rio de Janeiro, 2001. 3 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBRNM 46**: agregados - determinação do material fino que passa através da peneira 75 micrometros, por lavagem. Rio de Janeiro, 2003. 6 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBRNM 52**: agregado miúdo - determinação de massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro, 2009. 6 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBRNM 248**: agregados - determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003. 6 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 5733**: cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991. 5 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 11578**: cimento Portland composto: especificação. Rio de Janeiro, 1997. 5 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - **ABNT. NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016. 3 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 16372**: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 16605**: Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2017.

CASTALDELLI, V.N; AKASAKI, J.L.; MELGES, J.L.P; TASHIMA, M.M.; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; MOZÓ, J.; Payá, J. Use of Slag/Sugar Cane Bagasse Ash (SCBA) Blends in the Production of Alkali-Activated Materials. **Materials (Basel)**, v. 6, p. 3108-3127, 2013.

CASTALDELLI, V.N; TASHIMA, M.M.; MELGES, J.L.P; AKASAKI, J.L.; MOZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J. Preliminary Studies on the use of Sugar Cane Bagasse Ash (SCBA) in the Manufacture of Alkali Activated Binders. **Key Engineering Materials (Online)**, v. 600, p. 689-698, 2014.

FAZZAN, J. V. **Avaliação da reatividade da cinza do bagaço de cana-de-açúcar em concretos por meio do fator k de eficácia cimentante**. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2017. 306 f.

MELO, L. G. de A. **Síntese e caracterização de geopolímeros contendo filito**. 2011. 184 f. Dissertação (Mestrado em ciência dos materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2011.

MORAES, J. C. B. **Utilização da cinza de folha de cana-de-açúcar como material pozolânico em matrizes cimentantes**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2015. 70 f.

PEREIRA, A. M. **Análise da viabilidade da utilização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar como aglomerante para a produção de matrizes cimentantes**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2014. 207 f.

TASHIMA, M. M. **Cinza de casca de arroz altamente reativa: método de produção, caracterização físico-química e comportamento em matrizes de cimento Portland**. 2006. 80 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2006.

TASHIMA, M. M. **Producción y caracterización de materiales cementantes a partir del Silicoaluminato Cálcico Vítreo (VCAS)**. 2012. 454 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Departamento de Ingeniería de la Construcción y de Proyectos de Ingeniería Civil, Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, 2012. 454 f.

TASHIMA, M. M.; Soriano, L.; Monzó, J., Borrachero, M. V., Akasaki, J. L., Payá, J.. New method to assess the pozzolanic reactivity of mineral admixtures by means of pH and electrical conductivity measurements in lime: pozzolan suspensions. **Materiales de Construcción** 64 (2014) 1 – 12.

VELÁZQUEZ, S. **Aplicaciones del catalizador de craqueo catalítico usado (FCC) en la preparación de conglomerantes hidráulicos. Estudio de sus propiedades puzolánicas.** Tesis Doctoral, Universidad Politecnica de Valencia, Valencia, 2002.

VICENTINI, A. H. **Caracterização de um novo aglomerante originado da combustão da mistura de argila e biomassa.** Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2018. 117 f.

5 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DA CBC

Neste capítulo será apresentado a caracterização da cinza de bagaço de cana-de-açúcar - CBC, por meio de ensaios de Fluorescência de raios X (FRX), Perda ao Fogo (PF), Difração de raios X (DRX), Análise da distribuição das partículas por difração a laser (ADL), Espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR), Microscopia eletrônica de Varredura (MEV), Análise termogravimétrica (TG), resíduos insolúveis e superfície específica de Blaine e massa específica. Essas técnicas instrumentais contribuem na identificação da morfologia, mineralogia e componentes químicos da cinza.

5.1 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)

A análise química através da espectroscopia por FRX e por perda ao fogo, possibilitou a determinação da composição dos óxidos presentes na CBC, assim como permitiu identificar a presença de carbono residual nas amostras.

A tabela 5.1 apresenta a caracterização química da CBC, em porcentagens de óxidos.

Tabela 5. 1- Composição química da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (em porcentagem de óxidos)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	TiO ₂	MgO	P ₂ O ₅	SO ₃	Na ₂ O	Cl	P.F.
78,59	4,47	4,88	1,34	2,37	1,16	1,04	0,74	0,66	0,22	0,13	4,40

*P.F. – Perda ao fogo

Fonte: Elaborada pela autora.

Segundo a American Society for Testing and Materials – ASTM C-618 (2015) , um material para ser classificado como pozolana deve apresentar em sua composição química um teor mínimo de 70% da somatória dos óxidos de SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃. No caso da CBC estudada, tem-se o teor dos óxidos especificados igual a 87,94%, valor que atende a condição da norma e é um indicativo da possibilidade da utilização da CBC como material pozolânico, e o alto teor de óxido de silício (78,59%), possibilita a utilização da cinza, para ser usada como um precursor sólido, para a obtenção de aglomerantes ativados alcalinamente.

O teor de anidrido sulfúrico (SO₃), considerado um contaminante, deve ser de no máximo 5%, segundo a norma adotada, a CBC atendeu as especificações máximas, com um teor de 0,66%. Ressalta-se que a presença de SO₃ é derivado da matéria orgânica presente na cana-de-açúcar.

Em relação ao teor máximo de álcalis disponíveis (1,5%), que corresponde a presença de sódio e potássio, para a CBC, o valor encontrado foi de 1,74%, valor maior do que o estipulado pela ASTM C-618, essa alteração do valor pode estar relacionada com contaminação do bagaço por solo.

A CBC apresentou uma porcentagem baixa de Al_2O_3 , correspondente a 4,47%, a presença de óxidos de alumínio na composição da cinza, poderia contribuir para a formação de produtos de hidratação nas matrizes ativadas alcalinamente.

A cinza também apresentou uma baixa porcentagem de CaO , no valor de 1,34%, um alto teor de CaO , poderia fornecer um caráter hidráulico à CBC.

O valor de perda ao fogo varia com a temperatura e tempo de calcinação. Ainda segundo a ASTM C-618 (2015), o valor de perda ao fogo deve ser de no máximo 6%, a CBC atendeu as especificações máximas, com um valor de perda ao fogo de 4,4%. A perda ao fogo está diretamente relacionada ao teor de matéria orgânica, carbono e carbonatos presentes na cinza. O valor baixo de perda ao fogo mostra a efetividade do processo de queima adotado.

Um teor de aproximado de 0,4% da amostra de cinza foi atribuído à decomposição de carbonatos a temperatura de 650-950°C. Logo a cinza de bagaço de cana-de-açúcar apresentou um baixo valor de carbono residual.

Tippayasam et al. (2010), utilizou na produção de matrizes ativadas alcalinamente, cinzas de bagaço de cana-de-açúcar com teores de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 e CaO , respectivamente de 75,39; 5,44; 3,42 e 7,89. As porcentagens de óxidos encontrada pelos autores são próximas aos teores da CBC estudada, indicando a possibilidade da utilização da cinza produzida para esse fim. Tippayasam et al. (2010), ainda ressalta a impossibilidade da utilização de 100% da cinza de bagaço de cana-de-açúcar na produção de matrizes ativadas alcalinamente.

Castaldelli et al. (2013), Castaldelli et al. (2014), trabalharam com a cinza de bagaço de cana-de-açúcar coletada em uma lagoa de decantação da usina sucroalcoeira, e foi observado uma perda ao fogo superior a 30%, a esse alto valor de ignição foi atribuído a água residual da lavagem, rica em matéria orgânica.

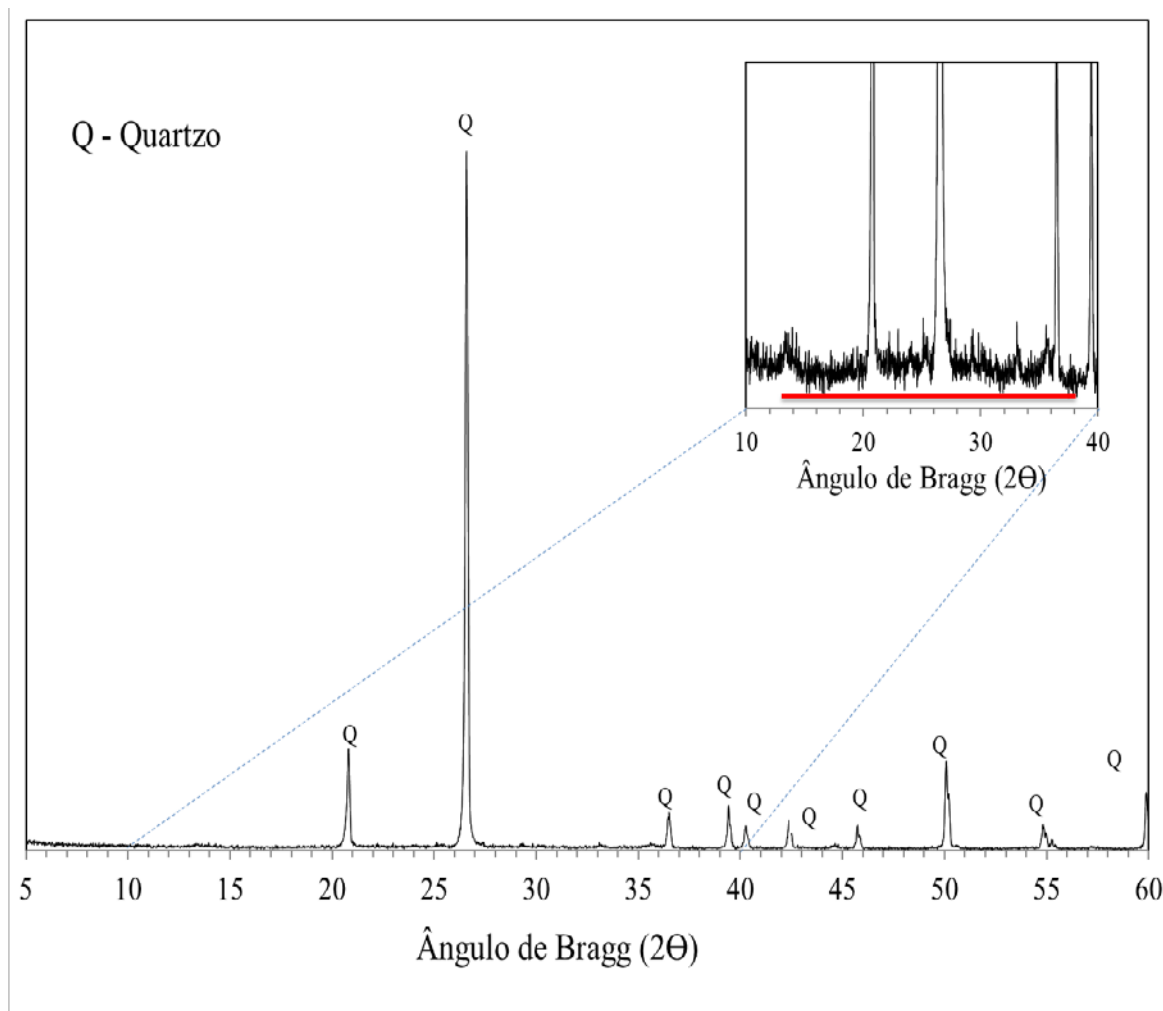
A CBC, utilizada pelos autores apresentaram um teor de 31,41% de SiO_2 , antes do tratamento térmico. No entanto foi observado que para a utilização da cinza para uso em sistemas binários com a escória de alto forno e ativadas alcalinamente, a cinza deveria passar por um tratamento térmico a 650°C, por 2 horas. Após o tratamento da cinza, Castaldelli et al. (2016), determinou 43,34% de SiO_2 , 10,45% de Al_2O_3 e perda ao fogo de 7,61%, na composição da cinza.

Observa-se uma redução considerada de SiO_2 , na composição da cinza, em relação a cinza estudada na tese e a apresentada por Tippayasam et al. (2010). Observa-se que a origem da cinza a ser estudada tem influência direta na composição dos óxidos.

5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

O ensaio de DRX possibilitou a análise da mineralogia da cinza do bagaço de cana-de-açúcar. A figura 5.1. ilustra o difratograma da cinza.

Figura 5. 1– Difração de Raio X da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)



Fonte: Elaborada pela autora.

Como pode ser visto na Figura 5.1 a CBC apresenta o quartzo (PDF Card #331161) como fase cristalina principal, o material apresenta ruídos de alta intensidade, no entanto pode ser observado o desvio da linha base entre $2\theta=15^\circ$ e 35° , na ampliação da figura 5.1, esse

desvio é típico de materiais que apresentam fases amorfas, a presença do desvio é um indicação da presença de reatividade da cinza.

A presença de quartzo na CBC pode ser atribuída a contaminação do bagaço por solo durante o processo de colheita do bagaço de cana-de-açúcar nas usinas sucroalcooleiras.

A presença de Quartzo na composição da cinza do bagaço de cana-de-açúcar foi observada por: Cordeiro et. al. (2009), Fazzan (2017) e Pinheiro (2015).

Castaldelli et al. (2013) e Castaldelli et al. (2014) no difratômetro da cinza de bagaço de cana-de-açúcar, observou também a presença e quartzo, como o principal mineral presente na amostra, ressaltando o elevado grau de cristalinidade da cinza.

5.3 RESÍDUOS INSOLÚVEIS

A fim de analisar a potencialidade reatividade pozolânica em misturas de CBC com cimento Portland, é relevante conhecer o teor de sílica amorfa e cristalina, assim como a quantidade de resíduos insolúveis. De modo geral, a reatividade pozolânica do CBC está diretamente relacionada ao teor de sílica no estado amorfo (MORAES et. al, 2015; CORDEIRO et al., 2009; MORALES et al., 2009).

A determinação do resíduo insolúvel para a cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC) foi realizada de acordo com a UNE-EN 196-2 (2006). Foi determinado um valor médio de resíduos insolúveis igual a $61,6 \pm 0,6\%$, o ensaio foi realizado para 3 amostragem de CBC, ou seja, apenas 38,4% da cinza estudada é solúvel.

Ressalta-se que mesmo a CBC apresentando em sua composição um total de 78,6% de SiO_2 , apenas uma pequena parcela desse óxido de silício é solúvel e que, portanto, participa das reações.

Essa determinação foi fundamento para a determinação do uso da CBC como ativador alcalino, assim como no comportamento mecânico das argamassas, uma vez que para uma taxa alta de resíduos insolúveis, espera-se um baixo desempenho para o uso do material como pozolana.

5.4 ANÁLISE DE PARTÍCULAS POR DIFRAÇÃO DE RAIOS LASER (ADL)

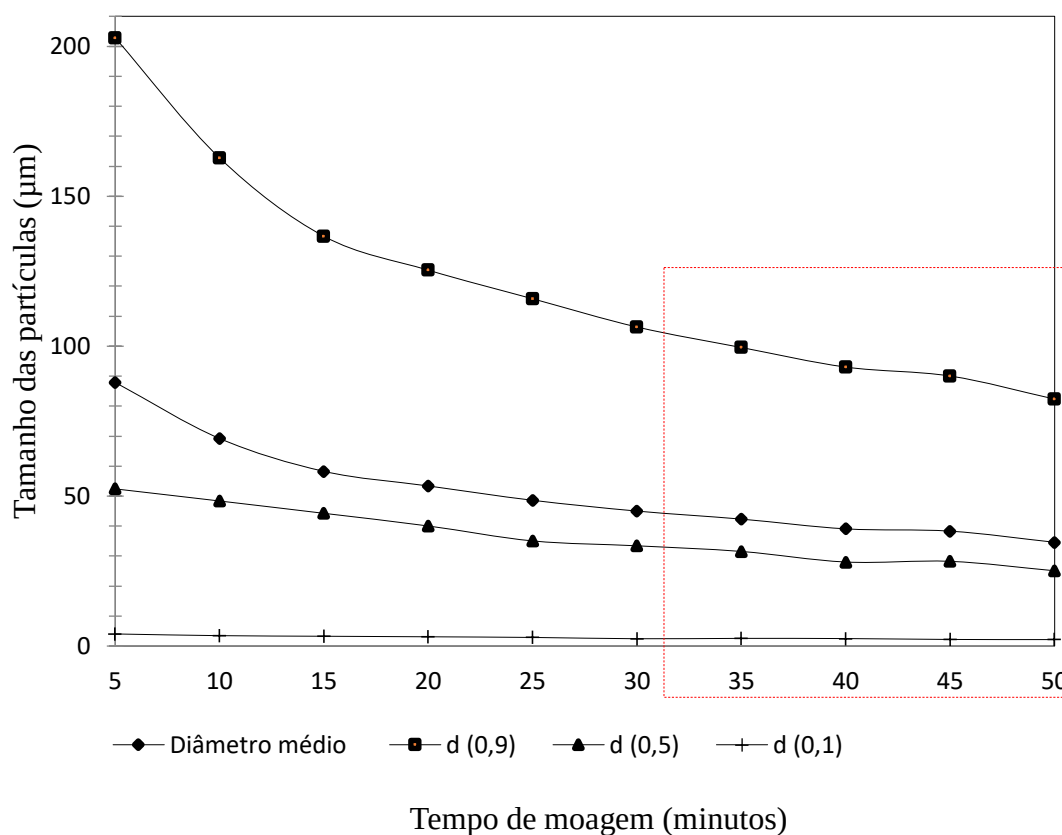
A distribuição granulométrica da CBC foi determinada pelo ensaio de granulometria a laser. Pereira (2014), realizou um estudo da influência do tempo de moagem na distribuição granulometria da cinza do bagaço de cana-de-açúcar.

Foi estudado a distribuição granulométrica para amostras de cinzas moídas durante um período de 5 a 50 minutos, onde foi retirado uma amostra para análise a cada 5 minutos.

Foi suposto que as partículas de CBC tinham formato esférico, Pereira (2014) determinou o diâmetro médio das partículas. Um resumo do estudo está apresentado na Figura 5.2 a seguir.

Após comparação e análise dos resultados, foi verificado que os valores dos diâmetros médios e $d(0,5)$ a partir de 35 - 40 minutos de moagem eram muito próximos, indicando que a capacidade de moagem do equipamento utilizado (moinho de bolas) era limitada. Logo elegeu-se trabalhar com a CBC, moída por um período de 50 minutos.

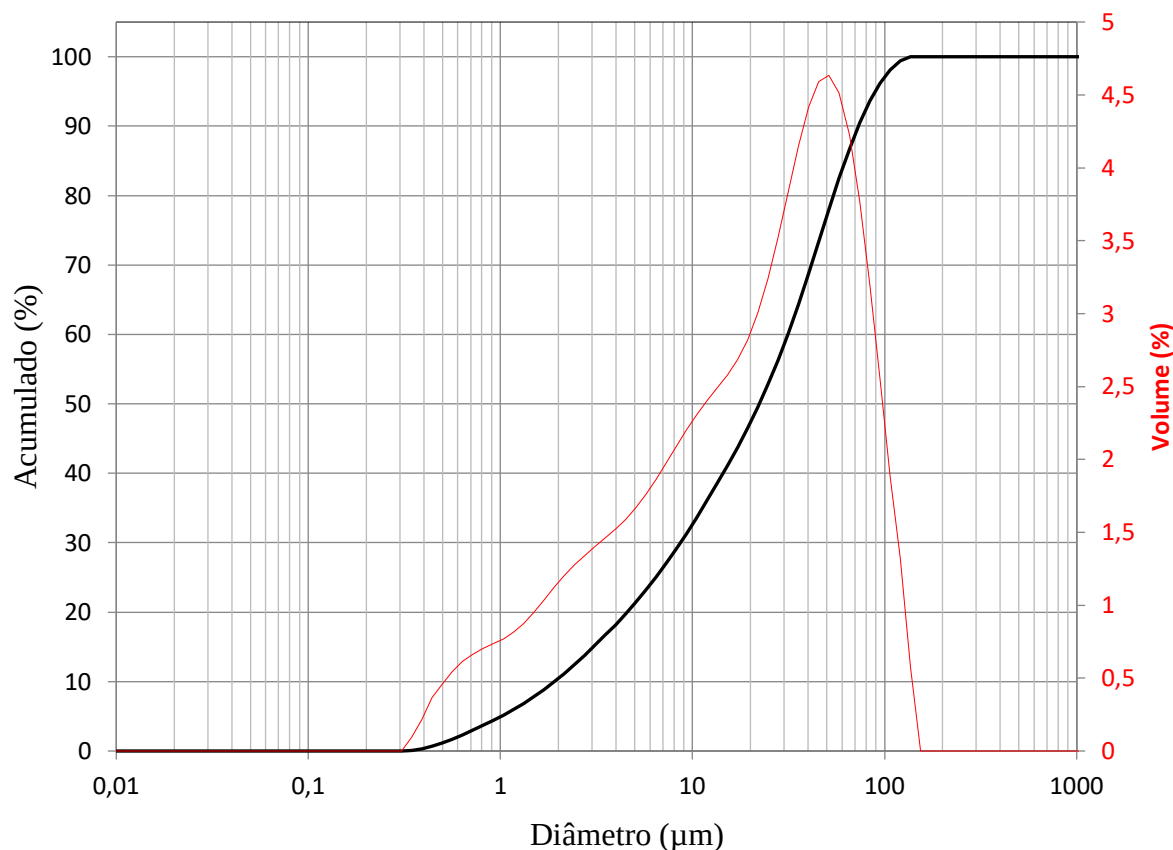
Figura 5. 2– Relação entre o tempo de moagem e os diâmetros médios, $d(0,1)$, $d(0,5)$ e $d(0,9)$ da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC).



Fonte: Adaptado (PEREIRA, 2014).

A curva da distribuição granulométrica da CBC, que foi utilizada na pesquisa, pode ser observada na figura 5.3.

Figura 5. 3- Distribuição granulométrica em porcentagem de volume e acumulada da cinza do bagaço da cana-de-açúcar (CBC).



Fonte: Elaborada pela autora.

Observa-se uma distribuição assimétrica das partículas de CBC. A tabela 5.2 mostra o valor do diâmetro médio e também as porcentagens $d(0,1)$, $d(0,5)$ e $d(0,9)$, da CBC.

Tabela 5. 2– Diâmetro médio, $d(0,1)$, $d(0,5)$ e $d(0,9)$ da cinza do bagaço de cana-de-açúcar

Tempo de Moagem (minutos)	Diâmetro médio (μm)	$d(0,9)$ (μm)	$d(0,5)$ (μm)	$d(0,1)$ (μm)
50	34,60	82,35	25,11	2,16

Fonte: Elaborada pela autora.

Castaldelli et al. (2016), determinou para a cinza de bagaço de cana-de-açúcar um diâmetro médio de $26,8\mu\text{m}$, antes da amostra passar por tratamento térmico a 650°C por 2 horas, após o tratamento térmico o diâmetro médio obtido foi de $18,47\mu\text{m}$, para um valor de $d(0,9)$

igual a 61,3 μ m. Logo o tratamento pode acarretar em um maior ou menor reatividade da cinza, influenciando diretamente na porosidade e densidade do material.

5.5 SUPERFÍCIE ESPECÍFICA DE BLAINE E MASSA ESPECÍFICA

A tabela 5.3, apresenta os dados relacionados a finura e a massa específica da CBC.

Tabela 5. 3– Superfície e massa específica da CBC

Superfície Específica Blaine	Massa Específica Absoluta	Massa Específica Aparente
m²/kg	g/cm³	g/cm³
807	2,84	0,84

Fonte: Elaborada pelo autor.

A CBC tem uma elevada área de superfície específico, o que indica que é um material de finura considerável, característica relevante para o uso como adição mineral.

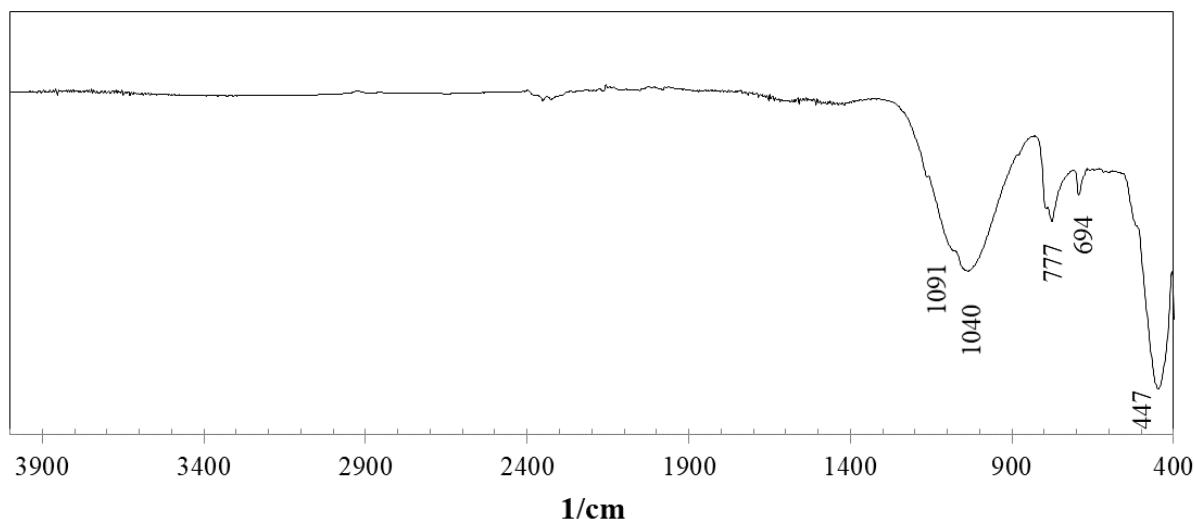
Pinheiro (2015) determinou valores de massa específica absoluta para a cinza de bagaço de cana-de-açúcar entre 2,3 – 2,6 g/cm³ e superfície específica de Blaine entre 25 – 12640m²/kg, ainda segundo Pinheiro (2015) os valores elevados de Blaine, estão relacionados com os menores valores de massa específica e correspondem as amostras com elevados teores de carbonato, ou seja, amostras com maior teor de perda ao fogo, no caso analisado a perda ao fogo foi próxima de 21%.

Um dos valores da superfície especifica de Blaine encontrada por Pinheiro (2015) foi de 90m²/kg, valor próximo encontro para a CBC aqui estudada.

5.6 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Os espectros de FTIR para a CBC estão indicados na Figura 5.4.

Figura 5. 4- Análise pelo FTIR da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)



Fonte: Elaborada pela autora.

No espectro da CBC a maior intensidade de absorção foi de 1040cm^{-1} , que é relativo as vibrações assimétricas do alongamento das ligações do tipo Si-O-Si e Al-O-Si.

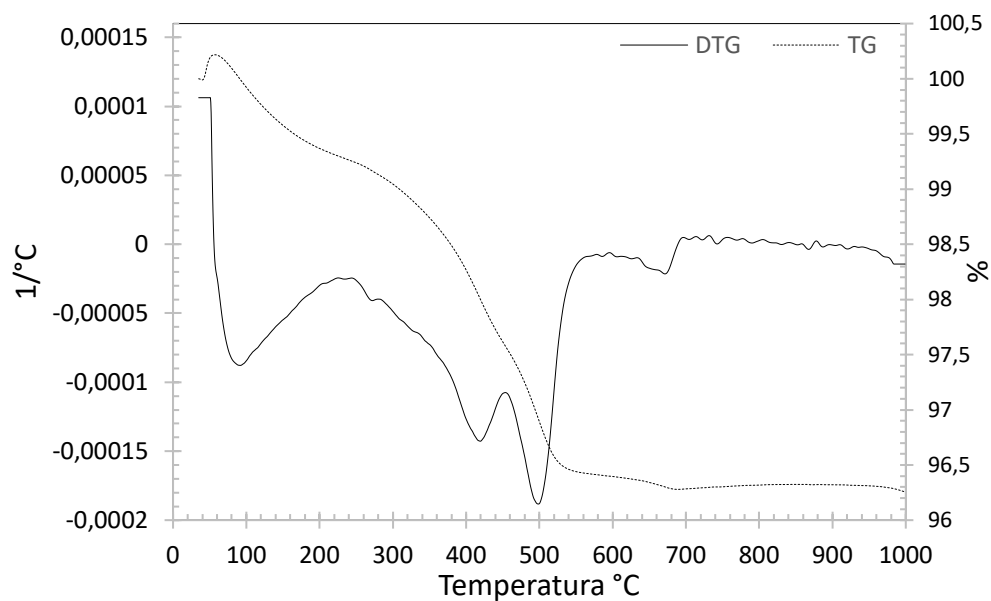
. O espectro de 694cm^{-1} pode ser atribuído a presença de matéria orgânica encontrado nas cinzas do bagaço de cana-de-açúcar, apresentando comportamento similar ao encontrado por Castaldelli et al. (2016).

5.7 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG)

A análise térmica da cinza do bagaço de cana-de-açúcar possibilitou a identificação das transformação e decomposição do material.

As curvas TG e DTG, podem ser vistas na figura 5.4, e a curva DTA na figura 5.5.

Figura 5. 5- Análise termogravimétrica cinza da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC)



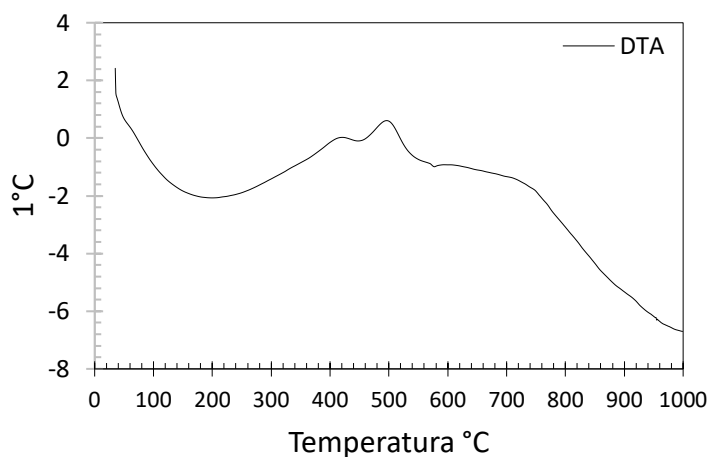
Fonte: Elaborada pela autora.

Como primeira análise, a cinza perdeu cerca de 4% em massa durante o ensaio de análise térmica.

As perdas de massa (2,32%) vista na curva DTG entre 350°C e 550° pode ser devido à presença de matéria orgânica na cinza.

Na curva (figura 5.6), tem-se uma curva típica de uma perda exotérmica. Entre a temperatura de 438 ° e 502 °C, observa-se a oxidação/volatilização relacionado a matéria orgânica.

Figura 5. 6– Curva DTA da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC)



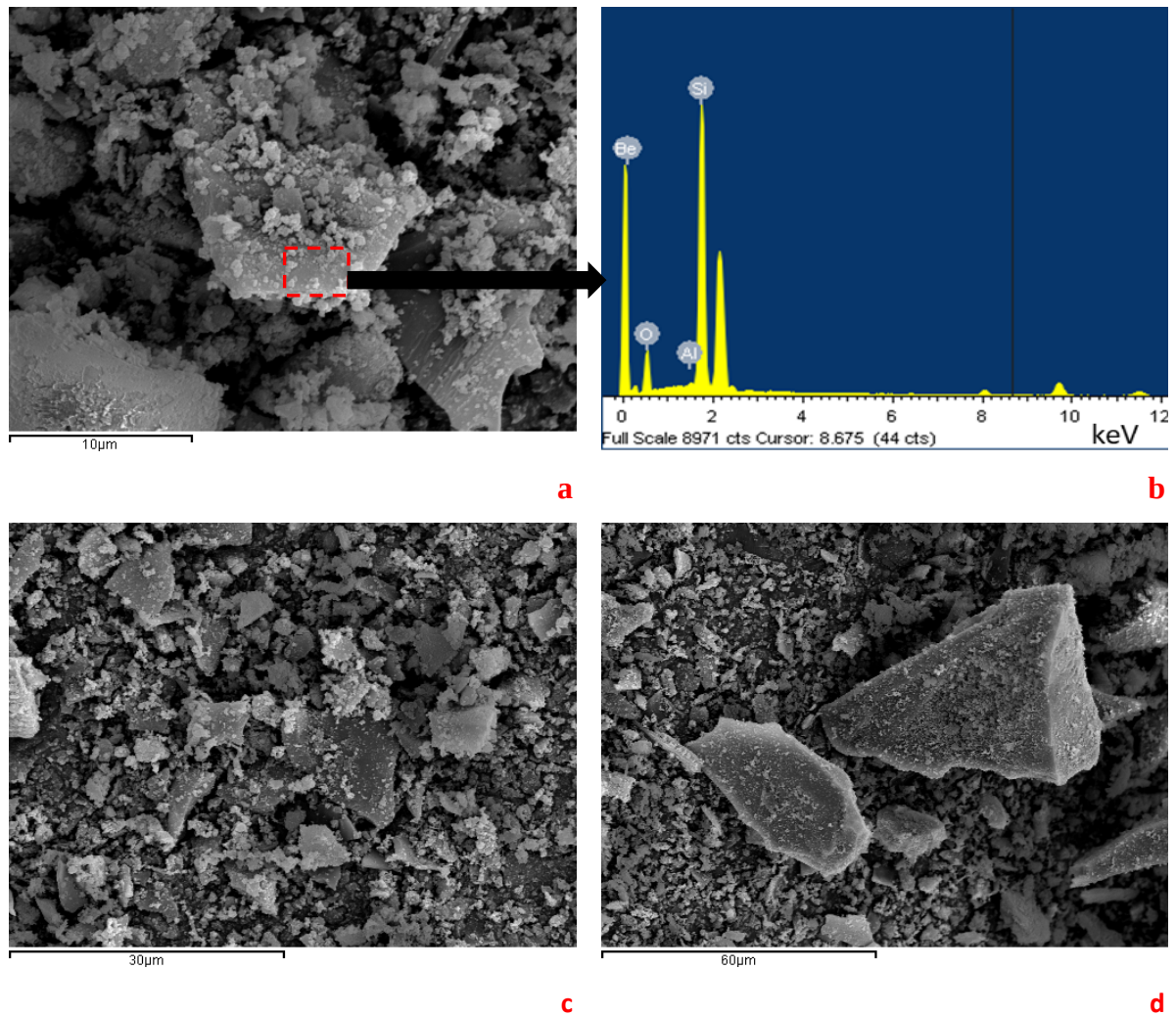
Fonte: Elaborada pela autora.

5.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A morfologia das partículas de cinza do bagaço de cana-de-açúcar, moída após o período de 50 minutos estão representadas na figura 5.7.

As partículas apresentam formatos irregulares e superfícies ásperas e porosas, semelhante as partículas encontradas por Castaldelli et. al. (2016).

Figura 5. 7- Microscopia Eletrônica de Varredura da cinza do bagaço da cana-de-açúcar



Fonte: Elaborado pela autora.

5.9 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos na caracterização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar, vem ao encontro aos estudos de Cordeiro et. al., 2008, Frias et. al., 2011 e Castaldelli (2013), que indicam que as cinzas do bagaço de cana-de açúcar apresentam uma composição química adequada ao emprego como adição mineral, principalmente no que se refere aos teores SiO_2 .

A partir dos resultados apresentados no capítulo V pode-se concluir que:

- A composição química exibida pelas amostras de CBC, com alto teor de SiO_2 , mostra que o material é propício a ser utilizado para a produção de materiais cimentantes a base de cimento Portland e de aglomerantes ativados alcalinamente;
- Notou-se que a CBC, apresenta o Quartzo como fase cristalina principal, como pode ser observado no DRX e ainda apresenta uma baixa solubilidade, assim faz-se necessário o estudo de reatividade do material com pastas e argamassas, para determinar que apesar do baixo potencial a CBC produzida é capaz de sofrer reações e formar produtos.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS- ASTM: **ASTM C 618**: standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete. New York, 2015.

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE – EN 196-2** métodos de ensayo de cementos. Parte 1: análisis químico de cementos. Madrid, 2006. 54 p.

CASTALDELLI, V.N. **Estudo de geopolímeros utilizando cinzas residuais do bagaço de cana-de-açúcar**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2013. 86 f.

CASTALDELLI, V.N ; J.L. AKASAKI ; MELGES,J.L.P ; M.M. TASHIMA ; L. Soriano ; BORRACHERO, M. V. ; J. Mozó ; J. Payá . Use of Slag/Sugar Cane Bagasse Ash (SCBA) Blends in the Production of Alkali-Activated Materials. **Materials (Basel)**, v. 6, p. 3108-3127, 2013.

CASTALDELLI, V.N; M.M. TASHIMA; MELGES, J.L.P; J.L. AKASAKI; J. Mozó; BORRACHERO, M. V.; L. Soriano; J. Payá. Preliminary Studies on the use of Sugar Cane

Bagasse Ash (SCBA) in the Manufacture of Alkali Activated Binders. **Key Engineering Materials (Online)**, v. 600, p. 689-698, 2014.

CASTALDELLI, V.N.; MORAES, J.C.B.; AKASAKI, J.L.; MELGES, J.L.P.; Monzó, J.; Borrachero, M.V.; SORIANO, L.; Payá, J.; Tashima, M.M.. Study of the binary system fly ash/sugarcane bagasse ash (FA/SCBA) in $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ alkali-activated binders. **Fuel (Guildford)**, v. 174, p. 307-316, 2016.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Pozzolanic activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement and lime mortars. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 30, n. 5, p. 410-418, 2008.

CORDEIRO, G.C., TOLEDO-FILHO, R.D., FAIRBAIRN, E.M.R. Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash. **Construction and Building Materials**, Guildford, n. 23, p. 3301–3, 2009.

FRIAS, M.; VILLAR, E.; SAVASTANO JUNIOR, H. Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture. **Cement and Concrete Composites**, Barking, v. 33, n. 4, p. 490 - 496, 2011.

MORAES, J.C.B.; AKASAKI, J.L.; MELGES, J.L.P.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M.V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.; TASHIMA, M.M.. Assessment of sugar cane straw ash (SCSA) as pozzolanic material in blended Portland cement: Microstructural characterization of pastes and mechanical strength of mortars. **Construction & Building Materials**, v. 94, p. 670-677, 2015.

MORALES, E.V., VILLAR-COCIÑA, M.F., SANTOS S.F., SAVASTANO, J.R.H. Effects of calcining conditions on the microstructure of sugar cane waste ashes (SCWA): Influence in the pozzolanic activation. **Cement and Concrete Composites**, Kayseri, v. 31, n. 1, p. 22–8, 2009.

PEREIRA, A. M. **Análise da viabilidade da utilização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar como aglomerante para a produção de matrizes cimentantes**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2014. 207 f.

PINHEIRO, SAMANTHA COELHO. **Influência de sílica gel e de partículas micro e sub micrométricas produzidas a partir da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na hidratação, reologia, estrutura de poros e comportamento mecânico de pastas de cimento**. Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, Rio de Janeiro, 2015. 270 f.

TIPPAYASAM, C.; BOONSALEE, S; SAJJAVANICH, S.; PONZONI, C.; KAMSEU, E.; CHAYSUWAN, D. Geopolymer development by powders of metakaolin and wastes in Thailand. **Advances in Science and Technology**, Faenza, v. 69, p. 63-68, 2010.

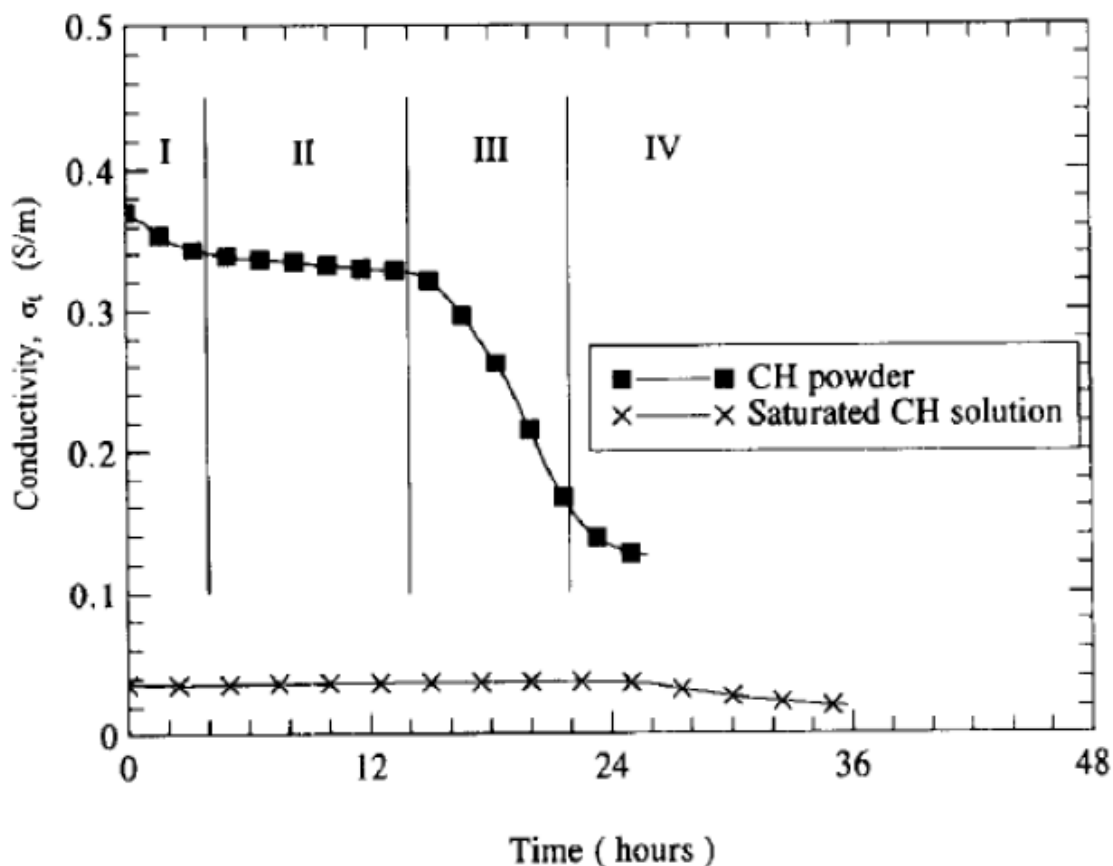
6 pH E CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DE SUSPENSÕES AQUOSAS

Estudar a reatividade das pozolanas por meio de ensaio de condutividade elétrica é uma técnica que vêm sendo utilizada por diversos pesquisadores, devido a possibilidade de obter resultados em um curto período de tempo.

O processo da reação da pozolana com o hidróxido de cálcio forma produtos insolúveis, gerando uma diminuição da concentração de CH na solução. Segundo Villar-Cocina (2005), a diminuição de íons de Ca^{2+} , ocorre devido ao aumento de fases de C-S-H, provocando a diminuição da condutividade elétrica, e a velocidade da mudança desses valores de condutividade, depende, do grau de reatividade da pozolana (alta, média ou baixa).

Um exemplo de estudo de aplicação de condutividade elétrica em pozolana, foi realizado por McCarter e Tran (1996), que avaliaram a reatividade do metacaulim e da microssílica e trabalharam com a medição de condutividade elétrica dos materiais em dois tipos de solução, a primeira era uma solução saturada de CH/pozolana e a segunda uma solução de pasta de CH/ pozolana. Os autores identificaram quatro estágios nas curvas de condutividade pelo tempo, como pode ser observado na figura 6.1.

Figura 6. 1– Curva da condutividade elétrica da solução saturada e da pasta de CH/pozolana



Fonte: (McCARTER; TRAN, 1996)

Na região I, recorrente às primeiras 4 h, foi observado que a condutividade elétrica cai aproximadamente 10% do seu valor inicial, e esse comportamento foi relacionado a alguma atividade química nas partículas e também a presença de atividade pozolânica, uma vez que quanto maior a redução da condutividade elétrica, maior é a reatividade pozolânica da adição mineral. Na região II, no período de 4h e 14h, a condutividade elétrica permaneceram relativamente constantes, indicando uma redução na atividade química na pasta de CH/pozolana, e segundo os autores o período pode ser classificado como sendo de indução.

Ainda segundo McCarter e Tran (1996), no período entre 14 e 22 h, que corresponde a região III, aconteceu uma perda alta na condutividade elétrica da amostra, indicando a taxa da atividade química que ocorre na pasta. E finalmente na região IV (períodos superiores a 22 h), não ocorreu mudanças de condutividade significativas, esse comportamento foi atribuído a diminuição da atividade química.

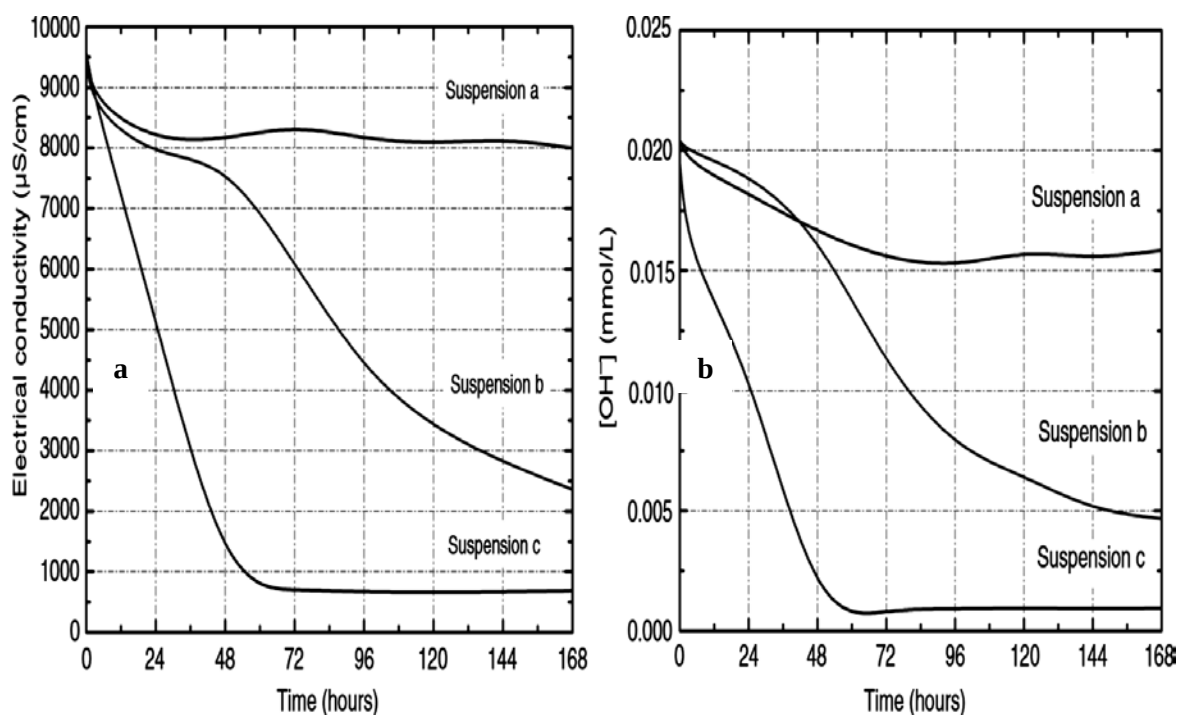
6.1 CONSIDERAÇÕES SOBRE O MÉTODO DE PH E CONDUTIVIDADE SEGUNDO TASHIMA et al. (2014)

Para a validação do método proposto, Tashima et al. (2014) utilizaram quatro pozolanas com reatividade diferentes (dois tipos de sílica ativa e dois tipos de cinza de casca de arroz), com teores de sílica superiores a 85%, com diferentes graus de amorficidade.

Ainda segundo Tashima et al. (2014), o método proposto para avaliar a reatividade pozolânica foi baseado no estudo de suspensões aquosas de hidróxido de cálcio e pozolanas em diferentes proporções durante um período de 7 dias por meio de medições de pH e condutividade elétrica.

As curvas típicas que foram obtidos para este novo método, estão representadas na figura 6.2.

Figura 6. 2- Curvas típicas obtidas a partir do novo método proposto após 7 dias de teste, demonstrando os valores de condutividade elétrica (a) e os valores de $[\text{OH}^-]$



Fonte: (TASHIMA ET. AL, 2014)

Segundo Tashima et. al (2014), a “Suspensão a” representa uma curva típica para materiais de baixa reatividade pozolânica e em alguns casos, esse tipo de curva também pode

representar um excesso de hidróxido de cálcio na suspensão, fato que impede a insaturação da suspensão.

A “Suspensão b” representa, segundo Tashima et. al (2014), uma curva típica para materiais pozolânicos que nas primeiras horas de teste não são capazes de obter a insaturação da suspensão.

E por fim na curva representada por “Suspensão c” indica um consumo muito rápido de hidróxido de cálcio e é característico de materiais pozolânicos de alta reatividade e / ou para suspensões com baixo teor inicial de hidróxido de cálcio (TASHIMA et al. 2014).

6.2 SUSPENSÃO AQUOSA DE CAL: CBC PARA AS TEMPERATURAS DE ENSAIOS DE 40°C, 50°C e 60°C

Para a realização do método, iniciou-se com a preparação de uma solução saturada de hidróxido de cálcio e cinza de bagaço de cana-de-açúcar, o consumo do hidróxido de cálcio pela pozolana criou uma insaturação, originando uma redução do pH e da condutividade elétrica da solução.

Trabalhou-se com seis proporções de CH: CBC (Tabela 6.1) em massa, a massa total de sólidos foi constante em 1,0g e utilizado 50mL de água deionizada, e trabalhou-se em três diferentes temperaturas (40°C, 50°C e 60°C).

Tabela 6. 1 - Proporções das soluções aquosas para o estudo de pH e condutividade

Proporções em massa → CH: pozolana	
Proporções estudadas	Proporções por Tashima (2012)
0,5:9,5	2:8
01:09	2,5:7,5
1,5:8,5	3:7
02:08	3,5:6,5
2,5:7,5	4:6
03:07	4,5:5,5

Fonte: Elaborado pela autora.

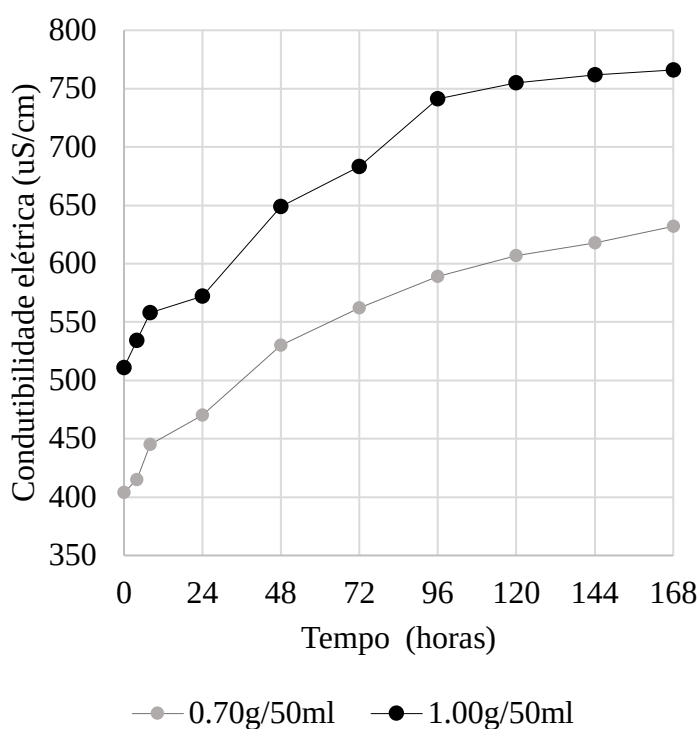
Nota-se que na presente pesquisa, trabalhou se com algumas proporções das suspensões diferentes das utilizadas por Tashima et al. (2014), uma vez que os autores trabalharam com

materiais majoritariamente amorfos e de alta reatividade pozolânica comprovada, tais como sílica e cinza da casca de arroz, e a cinza de bagaço de cana-de-açúcar tem reatividade limitada.

Antes da realização das medidas de pH e condutividade elétrica das suspensões aquosas, realizou-se a caracterização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar.

Inicialmente foi realizado a avaliação do comportamento da CBC em água deionizada, sem o hidróxido de cálcio, com a finalidade de conhecer a contribuição dos íons gerados pela cinza na condutividade do sistema CH/CBC. Foi preparado uma suspensão com 50mL de água deionizada e 0,7g de CBC e 100mL de água deionizada e 1,0g de CBC. As suspensões foram tratadas em um banho térmico a 40°C por 7 dias, durante o período foram feitas leituras de pH e condutividade elétrica. O resultado do estudo está representado na figura 6.3.

Figura 6. 3 Medida de condutividade elétrica para a CBC a 40°C



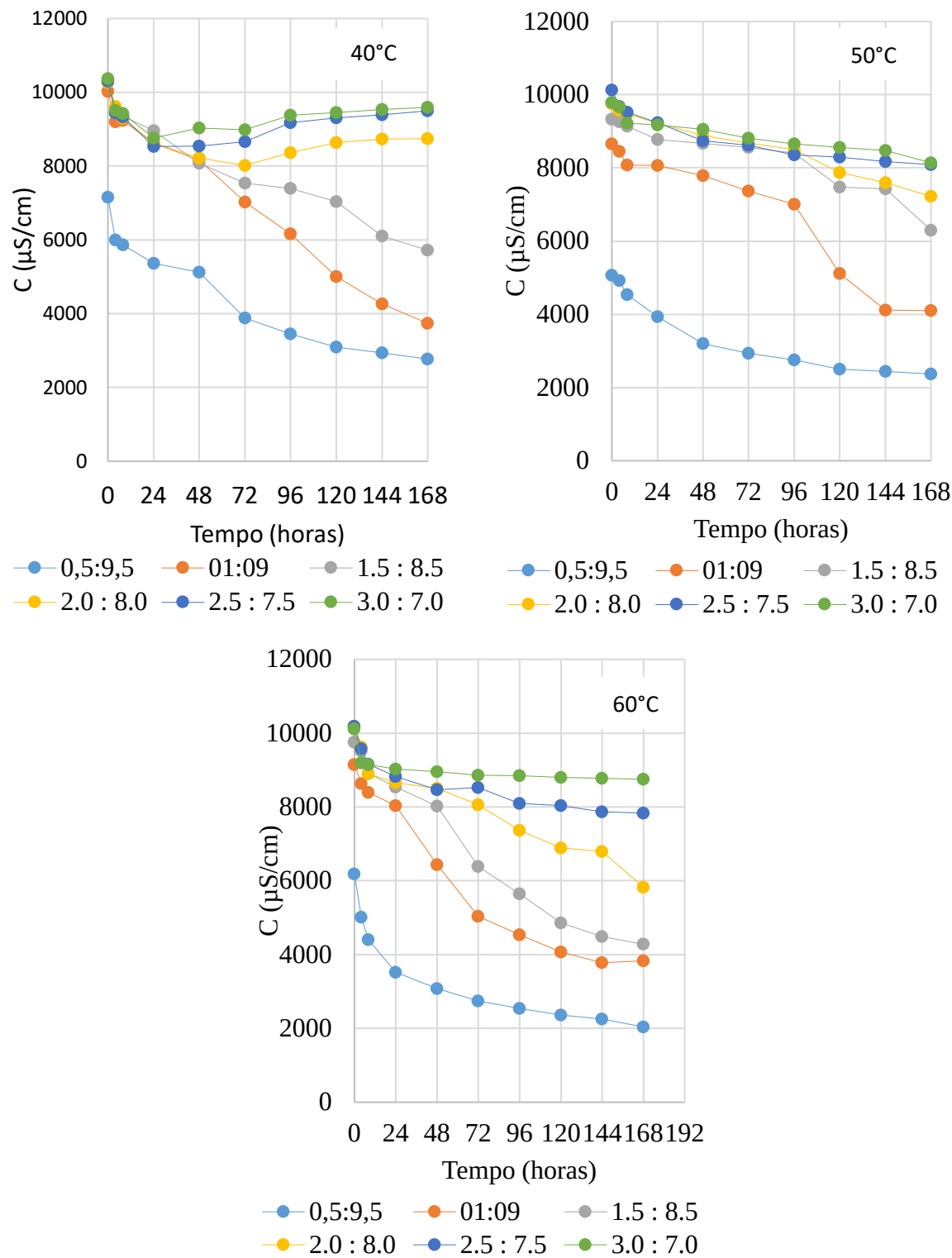
Fonte: Elaborado pela autora.

As leituras médias de pH ao longo do tempo, para as suspensões foram respectivamente $9,08 \pm 0,47$ e $9,12 \pm 0,44$.

Quanto a condutividade elétrica, teve-se um rápido crescimento dos valores nas primeiras 8 horas, que segundo Tashima (2012), esse incremento de condutividade elétrica está ligado a presença de sais solúveis presente na adição mineral.

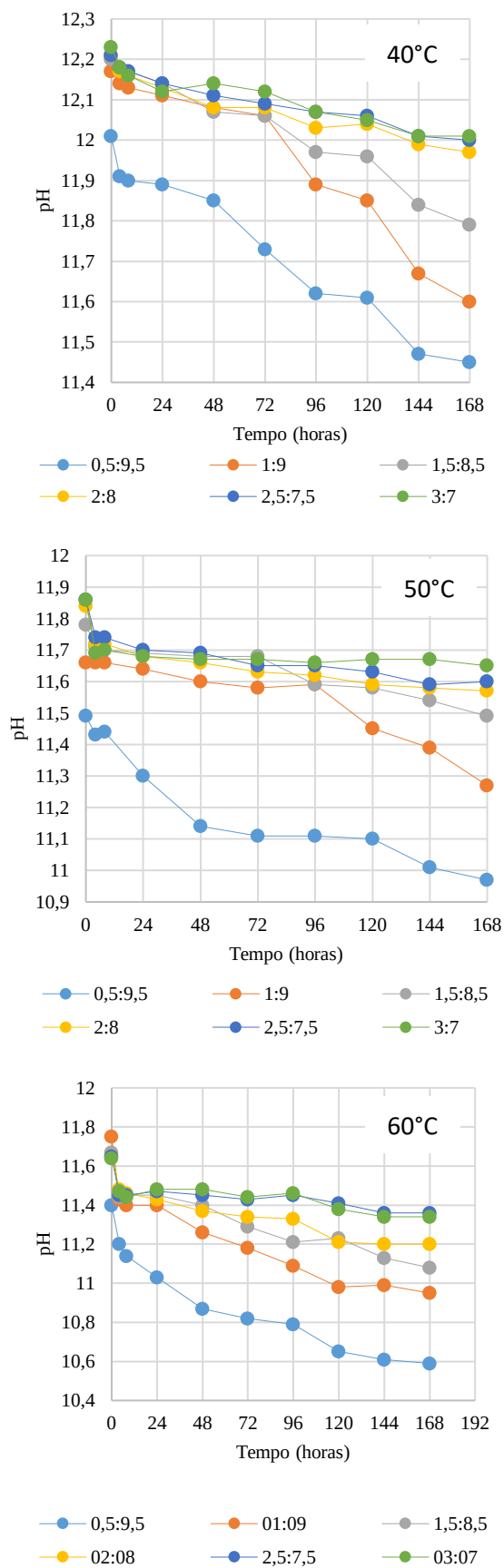
Na figura 6.4 pode-se observar os resultados de condutividade, para as suspensões aquosas com cinza de bagaço de cana-de açúcar (CBC), ensaiados durante um período de 7 dias a 40°C, 50°C e 60°C. E na figura 6.5 observa-se os valores da variação do pH durante 7 dias para as três temperaturas.

Figura 6. 4 – Medidas de condutividade elétrica para as suspensões de CH:CBC a 40°C, 50°C e 60°C



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 6. 5 – Medidas de pH para as suspensões de CH:CBC a 40, 50 e 60°C



Fonte: Elaborado pela autora.

Para as suspensões com uma menor quantidade de cal hidratada, ocorre uma rápida diminuição nos valores de condutividade elétrica e do pH, como pode ser observado nas figuras anteriores principalmente para as proporções: 0,5:9,5 e 1:9.

Para as suspensões com teores maiores de hidróxido de cálcio, como é o caso das amostras 2:8, 2,5:7,5 e 3:7, tem-se que a condutividade elétrica e o pH permaneceram praticamente constantes ao longo do ensaio. Indicando que a quantidade de CBC utilizada não foi capaz de insaturar a suspensão durante os 7 dias de teste.

Na amostra com a proporção 1,5:8,5, observa-se na faixa de tempo entre 48 e 120 horas, os valores de condutividade elétrica praticamente são constantes.

Esse comportamento também foi observado por Tashima (2012). Segundo Tashima (2012), esse fenômeno é devido a presença de hidróxido de cálcio não dissolvido na solução, que mantém a concentração de Ca^{+2} e íons OH^- mais ou menos constante e que quando o hidróxido de cálcio que está na fase sólido está esgotado ocorre uma diminuição significativa na condutividade elétrica e do pH da suspensão, e esse comportamento ocorre devido à reação entre o hidróxido de cálcio com a CBC (reação pozolânica), que reduz a quantidade de íons dissolvidos na suspensão, formando novos produtos hidratados do tipo C-S-H (Silicato de Cálcio Hidratado).

A perda de condutividade em porcentagem, foi determinada utilizando as equações 6.1 Eq. 6.2., conforme descrito por Tashima (2012).

$$L_c(\%)_t = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \quad \text{Eq. 6.1}$$

$$C_t = C_0 - C_{\text{poz}} \quad \text{Eq. 6.2}$$

Onde:

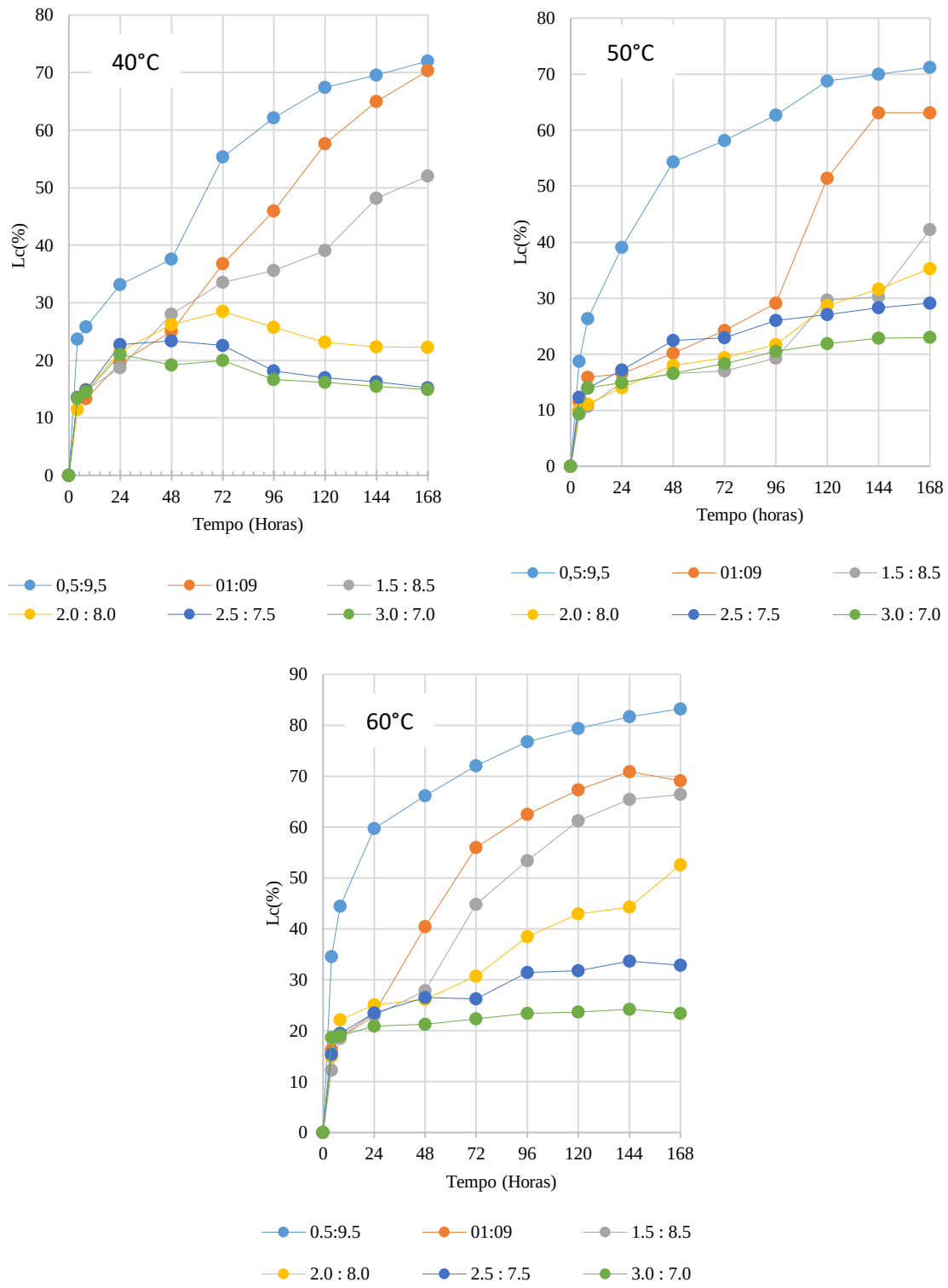
C_0 : condutividade elétrica inicial da suspensão de hidróxido de cálcio, antes de se adicionar a pozolanas (CBC);

C_t : condutividade da mistura de CH/pozolanas em um tempo t;

C_{poz} : condutividade elétrica da pozolana em água.

Na figura 6.6 são apresentadas as curvas de perda de condutividade ($L_c(\%)$) em relação ao tempo.

Figura 6. 6 – Representação da perda de condutividade elétrica (Lc) para as suspensões de CH:CBC a 40°C, 50°C e 60°C



Fonte: Elaborado pela autora.

Nas primeiras quatro horas de ensaio, observa-se que a perda relativa de condutividade elétrica da CBC, para a maioria das soluções, menor que 20%, visto que nesse período as cinzas ainda estavam sendo dissolvidas na solução.

As suspensões com baixo teor de cal hidratada, apresentaram perda significativa da condutividade elétrica, na faixa de 70%.

Nas amostragens com teores altos de hidróxido de cálcio presente na suspensão a perda foi reduzida, na faixa de 15%, mantendo se praticamente constante após 96 horas de ensaio.

6.3 CLASSIFICAÇÃO DA REATIVIDADE POZOLÂNICA DA CBC

As representações de Lc (%) e pH em função do tempo para as amostras avaliadas nas três temperaturas, apresentaram uma configuração inversa, ou seja, quanto maior o Lc (%) alcançado para cada amostragem, menor foi o pH final.

Como já estudado por Tashima (2012), o aumento da temperatura causou um aumento da cal consumida para quase todas as proporções. E quanto maior a quantidade de hidróxido de cálcio na solução, maior foi a dificuldade para provocar a insaturação e assim diminuir o Lc (%).

A tabela 6.2 apresenta a perda de condutividade obtida para todas as amostras estudadas.

Tabela 6. 2 – Valores de perda de condutividade (Lc) das soluções aquosas de cal hidrata e CBC, após sete dias de ensaio

Temperatura °C	0,5:9,5	01:09	1,5:8,5	02:08	2,5:7,5	03:07
	Lc (%)					
40	72,01	70,32	52,00	22,28	15,20	14,91
50	71,20	63,12	42,23	35,28	29,12	22,98
60	83,20	69,09	66,38	52,57	32,88	23,36

Fonte: Elaborado pela autora.

Logo segundo Tashima (2012), o método tem como critério que para as suspensões com perda de condutividade (Lc (%)) superiores a 30%, encontram-se insaturadas em relação ao hidróxido de cálcio.

A tabela 6.3 apresenta o tempo de insaturação e os valores de OH⁻ para as suspensões aos 7 dias de ensaio.

Tabela 6. 3 - Tempo de insaturação e valores da concentração do íon OH-

Suspensões	40°C		50°C		60°C	
	[OH ⁻]	T _{insaturação}	[OH ⁻]	T _{insaturação}	[OH ⁻]	T _{insaturação}
	(mmol/l)	(h)	(mmol/l)	(h)	(mmol/l)	(h)
0,5:9,5	0,0028	17,16	0,0009	12,63	0,0003	3,48
01:09	0,0040	58,16	0,0019	96,96	0,0009	33,33
1,5:8,5	0,0062	56,66	0,0031	134,84	0,0012	51,02
02:08	0,0093	-	0,0037	130,95	0,0016	68,06
2,5:7,5	0,0100	-	0,0040	-	0,0023	89,52
03:07	0,0102	-	0,0045	-	0,0022	-

Fonte: Elaborado pela autora.

Quanto aos valores do tempo de insaturação foi observado um comportamento similar ao obtido por Tashima (2012). Os tempos de insaturação aumentaram, com o aumento do hidróxido de cálcio nas suspensões.

Nota-se que a suspensão 3:7, não apresentou insaturação mesmo após 7 dias de ensaios e a suspensão 2,5:7,5, sofreu a insaturação apenas para a temperatura mais elevada de ensaio.

Verifica-se ainda que para as suspensões submetidas a temperatura de ensaio de 60°C, o tempo de insaturação foi menor em relação as temperaturas de 50 e 40°C, isso ocorre porque o aumento da temperatura provoca um aumento na velocidade da reação pozolânica. O método aplicado neste capítulo, permite classificar a pozolana quanto à sua reatividade de acordo com a tabela 6.4.

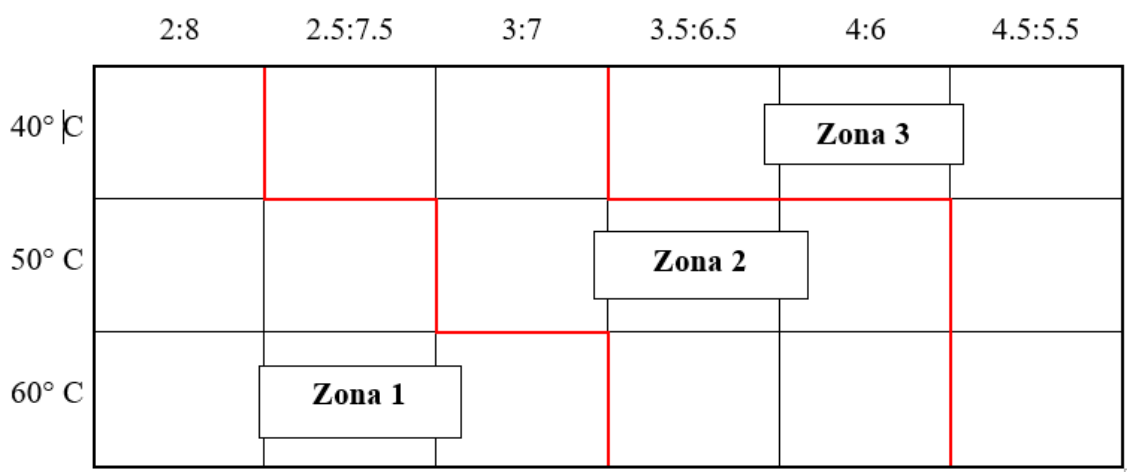
Tabela 6. 4 - Nível de reatividade segundo Tashima et. al (2014)

Zona Reatividade	
1	Baixa
2	média
3	alta

Fonte: Adaptado (TASHIMA et al., 2014).

Após sete dias, para as amostras em que a perda de condutividade (Lc (%)) atingir um valor superior a 30%, deve ser colocada uma marca para a proporção e temperatura correspondentes no modelo proposto por Tashima et al. (2014) (Figura 6.7), e cada zona representada na figura corresponde a classificação dada na tabela 6.4.

Figura 6. 7 - Modelo de classificação da reatividade pozolânica proposta por Tashima et al. (2014)

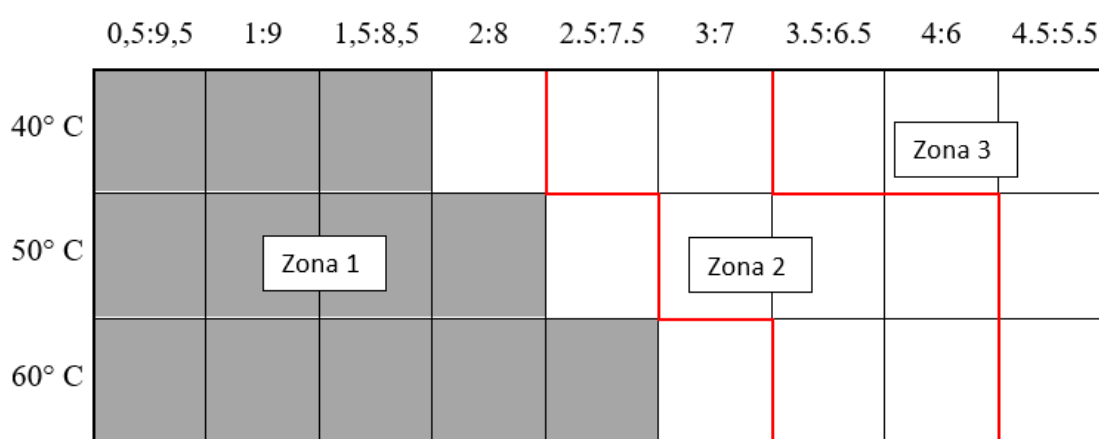


Fonte: Adaptado (TASHIMA et al., 2014)

Por fim, a figura 6.8 apresenta uma adaptação da tabela proposto por Tashima et. al. (2014) preenchida (áreas em cinza) com os dados obtidos das amostras estudadas, para as proporções das soluções que atingiram Lc (%) superior a 30% nas diferentes temperaturas.

A tabela foi adaptada de acordo com o material analisado, no caso a CBC, uma vez que Tashima et. al (2014), trabalhou com pozolanas de alto grau de reatividade.

Figura 6. 8 - Classificação da reatividade pozolânica da CBC

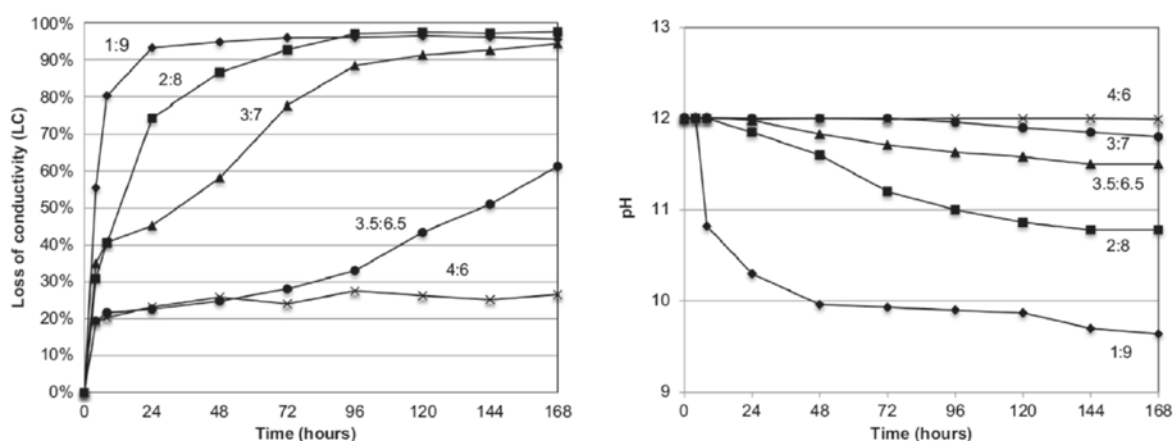


Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se que a CBC para toda as proporções estudadas se encontra na Zona 1, da tabela de classificação, logo, segundo a tabela 6.3, a cinza de bagaço de cana-de-açúcar pode ser classificada com um nível de reatividade baixa (Low).

Rossignolo et al. (2018), realizou o estudo de pH e condutividade segundo o método de desenvolvido por Tashima et al. (2014), para a cinza de bagaço de cana-de-açúcar calcinada a uma temperatura de 600°C por 30 minutos. A figura 6.9 mostra as curvas de perda de condutividade e pH obtidas pelos autores.

Figura 6. 9 – Perda de condutividade e pH para uma suspensão de CH:CBC, realizada na temperatura de 60°C, para a cinza calcinada a 600°C por 30 minutos.



Fonte: (ROSSIGNOLO et al., 2018).

Os resultados mostraram que as suspensões de proporções 1: 9 e 2: 8 (maior teor de CBC), atingiram a insaturação nas primeiras horas do teste e o valor de L_C (%) foi de aproximadamente 90% no fim do teste, foi observado que a insaturação foi devida ao consumo da fase sólida do CH através da reação pozolânica. A suspensão com o menor teor de CBC (4: 6) apresentaram valores constantes de L_C (%) de aproximadamente 25% já nas primeiras quatro horas de ensaio, indicando que a insaturação não ocorreu.

O valor final de L_C (%) e o tempo para atingir a insaturação dependem da relação de CH:CBC e da reatividade pozolânica da adição mineral utilizada, no caso estudado por Rossignolo et al. (2018), as misturas com proporções de 1: 9, 2: 8 e 3: 7 atingiram um estado insaturado nas primeiras oito horas da reação, enquanto que a mistura de 3,5: 6,5 alcançou a insaturação após 96 h. Comparando o estudo realizado por Rossignolo et al. (2018), com o estudo proposto na tese, a CBC produzida pelo Rossignolo et al. (2018) apresentou reatividade média e tempo de insaturação menores ao obtido na presente pesquisa, nota-se que a origem da CBC, assim como o modo e tempo de calcinação altera as condições de reatividade do material.

6.4 CONCLUSÕES

A partir dos resultados apresentados no capítulo VI pode-se concluir que:

- A cinza de bagaço de cana-de-açúcar pode ser classificada com um nível de reatividade baixa (Low).
- O método de monitoramento de pH e condutividade elétrica em suspensões aquosas de cal e CBC, possibilitou classificar a reatividade da CBC, de modo rápido, no entanto a análise da reatividade do material dever ser complementada com outros ensaios, tais como TG, FTIR e frattini.

REFERÊNCIAS

Rossignolo, J.A.; BORRACHERO, M.V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.. Influence of microwave oven calcination on the pozzolanicity of sugar cane bagasse ashes (SCBA) from the cogeneration industry. **CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS**, v. 87, p. 892-902, 2018.

TASHIMA, M. M.; Soriano, L.; Monzó, J., Borrachero, M. V., Akasaki, J. L., Payá, J.. New method to assess the pozzolanic reactivity of mineral admixtures by means of pH and electrical conductivity measurements in lime: pozzolan suspensions. **Materiales de Construcción** 64 (2014) 1 – 12.

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

VILLAR-COCIÑA, E. **Modelos cinéticos para la caracterización de materiales puzolánicos y mezclas de moldeo para fundición de hierro**. 168 p. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciências Físicas) – Facultad de Matemática, Física y Computación, Universidad Central “Martha Abreu” de las Villas, Santa Clara, Villa Clara, Cuba, 2005

7 ANÁLISE DA REATIVIDADE POZOLÂNICA DA CBC

Os resultados apresentados neste capítulo são fragmentos do artigo: *“Valorisation of sugarcane bagasse ash (SCBA) with high quartz content as pozzolanic material in Portland cement mixtures”*, publicado na revista **Materiales de Construcción**, Vol. 68, Issue 330, April – June 2018, e153, ISSN-L: 0465-2746 e <https://doi.org/10.3989/mc.2018.00617>

MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN
Vol. 68, Issue 330, April–June 2018, e153
ISSN-L: 0465-2746
<https://doi.org/10.3989/mc.2018.00617>

Valorisation of sugarcane bagasse ash (SCBA) with high quartz content as pozzolanic material in Portland cement mixtures

A.M. Pereira^a, J.C.B. Moraes^a, M.J.B. Moraes^a, J.L. Akasaki^a, M.M. Tashima^a, L. Soriano^b, J. Monzó^b, J. Payá^b✉.

a. Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia, Ilha Solteira. MAC – Grupo de Pesquisa em Materiais Alternativos de Construção. (São Paulo, Brasil)

b. ICITECH – Instituto de Ciencia y Tecnología del Hormigón, GIQUIMA group, Universitat Politècnica de València (Valencia, Spain)

✉ jjpaya@cst.upv.es

Received 20 January 2017
Accepted 24 July 2017
Available on line 20 April 2018

O estudo apresentado neste capítulo também é uma complementação da investigação iniciada por Pereira (2014).

Os resultados apresentados neste capítulo, juntamente com os dados dos dois capítulos anteriores, avaliam a reatividade da cinza de bagaço de cana-de-açúcar. A confirmação dessa reatividade possibilita o uso da CBC não apenas como material pozolânico, mas como precursor sólido em matrizes ativadas alcalinamente.

7.1 ANÁLISE DAS PASTAS DE CAL/CBC E CIMENTO/CBC

7.1.1 Estudos microestruturais: preparação de pastas e técnicas experimentais

Foram realizados estudos em pastas a fim de avaliar a atividade pozolânica da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC).

Primeiramente estudou-se a pasta de cal hidratada/cinza de bagaço de cana-de-açúcar (Nomenclatura: CH/CBC). A pasta foi produzida na proporção de 3:7:10 em massa, que corresponde respectivamente a proporção de cal hidratada, CBC e água.

As pastas a base de cimento Portland e cinza do bagaço de cana-de-açúcar (Nomenclatura: CIM/CBC%), foram produzidas com uma relação água/aglomerante (CBC+cimento Portland) igual a 0,5.

Trabalhou-se com cinco traços, realizando-se a substituição parcial do cimento Portland pela CBC. A tabela 7.1 apresenta os traços estudados.

Tabela 7. 1– Traços de pastas de CIM/CBC

Nomenclatura adotada	% de CBC	% de cimento Portland
CIM/CBC0%	0	100
CIM/CBC15%	15	85
CIM/CBC25%	25	75
CIM/CBC33%	33	67
CIM/CBC50%	50	50

Fonte: Elaborado pela autora.

O traço CIM/CBC0%, foi adotado como controle.

As pastas foram curadas em câmara úmida a 20°C, para um controle de umidade de 95%. De acordo com a idade de cura, foram realizados ensaios microestruturais.

A tabela 7.2 apresenta as técnicas e a idade das amostras ensaiadas.

Tabela 7. 2– Programa experimental para as pastas de cimento e de cal hidratada

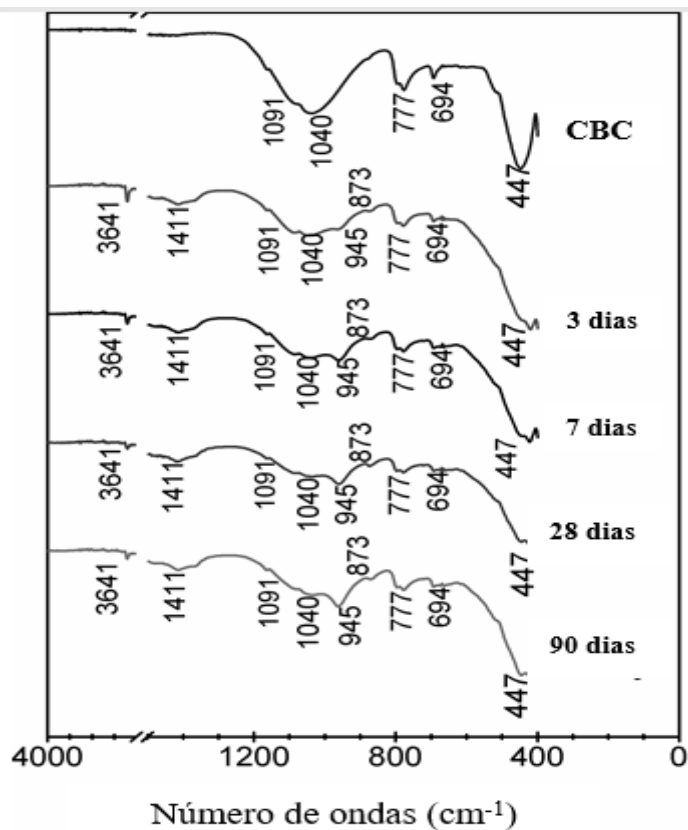
Nomenclatura adotada	Ensaio microestruturais			
	FTIR	TG	MEV	Frattini
	Idade de realização dos ensaios (dia)			
CH/CBC	3, 7, 28 e 90	90	90	-
CIM/CBC0%	-	90	-	-
CIM/CBC15%	-	90	-	-
CIM/CBC25%	-	90	-	8 e 15
CIM/CBC33%	-	90	28	8 e 15
CIM/CBC50%	-	90	-	8 e 15

Fonte: Elaborada pela autora.

7.1.2 Estudo do FTIR das pastas de cal/CBC

Os espectros do FTIR para a CBC e para as pastas de CH/CBC são mostrados na figura 7.1.

Figura 7. 1– Espectro FTIR para amostra de CBC e para as pastas de CH/CBC, nas idades de cura de 3, 7, 28 e 90 dias.



Fonte: Adaptado (PEREIRA et al., 2018).

As principais vibrações encontradas no espectro da CBC são do tipo Si-O, para os números de ondas iguais a 1091, 1040, 777, 694 e 447 cm^{-1} , conforme já estudado no capítulo V.

Para todas as idades de cura as pastas de CH / CBC apresentaram como características, vibração principal na faixa de onda 3641 cm^{-1} (O-H), além de vibrações nas faixas de 1441 e 873 cm^{-1} , correspondentes à vibração do tipo O-C-O, e vibrações do tipo Si-O, correspondente aos números de ondas iguais a 1091, 1040, 945, 777, 694 e 447 cm^{-1} , conforme as características encontradas por Allahverdi et al. (2010).

Nota-se que as bandas de vibração 1040 e 3641 cm^{-1} diminuíram ao decorrer da idade de cura, isso corresponde ao resultado da reação pozolânica entre a SiO_2 amorfa presente na CBC e o $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

E os produtos cimentícios dessa reação podem ser identificados na banda de vibração de 945 cm^{-1} , observa-se que a banda aumentou com a idade de cura. Ainda segundo Yu et al. (1999), bandas na faixa de 950-970 cm^{-1} são atribuídas a vibrações de Si-O do gel C-S-H.

E provavelmente a baixa faixa de energia foi devida à alta relação de Ca/Si e a presença de Al na estrutura gel do C-S-H.

É importante ressaltar que a CBC não consumiu toda a cal hidratada, visto que a banda de vibração a 3641 cm^{-1} permaneceu após os 90 dias de cura.

As bandas de vibração de Si-O em 1091, 777, 694 e 447 cm^{-1} permaneceram inalterados para todas as idades de cura, o que significa que essas vibrações são atribuídas ao quartzo presente na CBC. As demais bandas de vibração, em 1441 e 873 cm^{-1} , estão relacionadas com a carbonatação da amostra e / ou impurezas de CaCO_3 presente na cal hidratada.

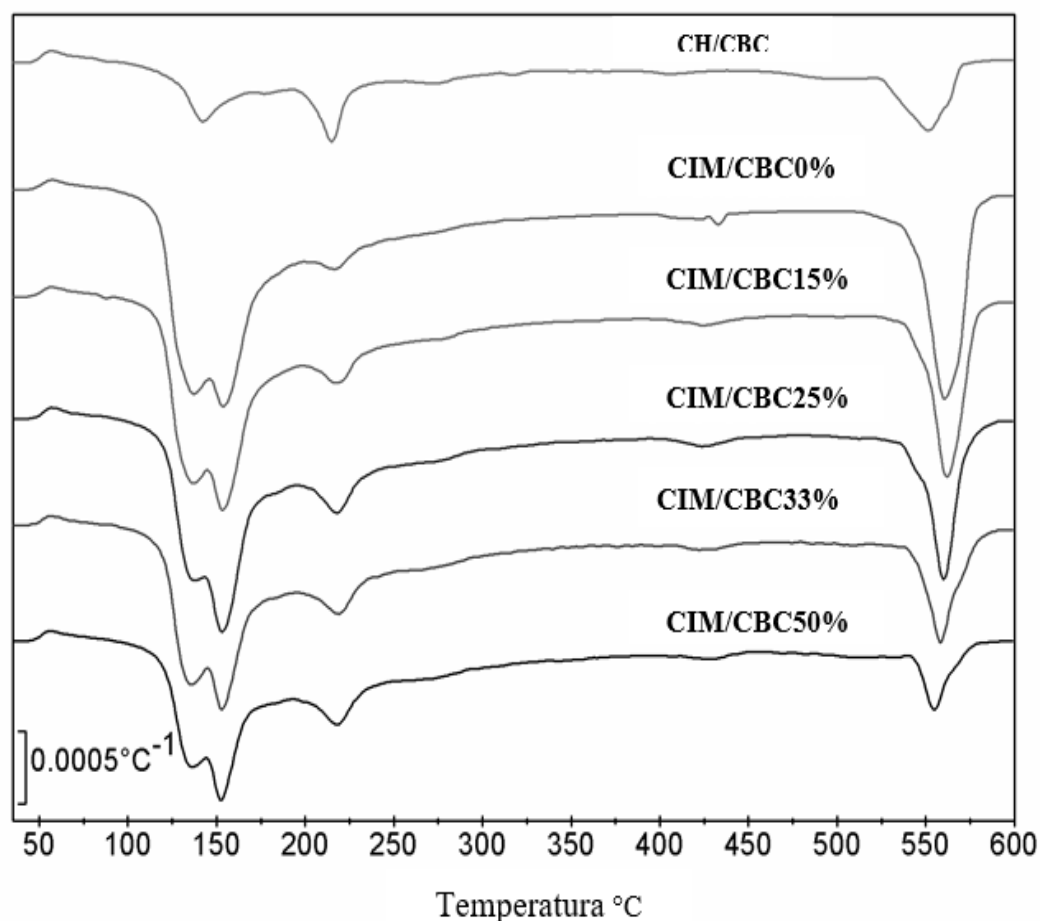
7.1.3 Estudo da análise termogravimétrica das pastas de cal/CBC e cimento/CBC

Segundo James e Rao (1986) e Cruz et al. (2013), o uso da análise termogravimétrica em hidróxido de cálcio / pozolanas é uma das técnicas instrumentais mais utilizadas para avaliar a reatividade pozolânica dos materiais.

A técnica é baseada no consumo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pela reação pozolânica para diferentes tempos de cura: os óxidos ácidos da pozolana (SiO_2 , Al_2O_3), sofrem reação com o hidróxido de cálcio para formar compostos cimentícios (C-S-H, C-A-H e C-A-S-H).

Na figura 7.2 são apresentadas as curvas termogravimétricas derivadas (DTG) para pastas as pastas de CH / CBC e CIM / CBC após 90 dias de cura.

Figura 7. 2– Curvas DTG curves para as pastas CH/CBC e CIM/CBC aos 90 dias de cura



Fonte: Adaptado (PEREIRA et al., 2018).

As perdas de massa entre 125 e 250 ° C estão ligadas à desidratação dos produtos cimentícios. As primeiras perdas de massa, entre 125 e 175 °C, estão relacionadas à desidratação do gel C-S-H e da etringita, conforme descrito por Yu et. al (1999).

A segunda perda de massa, entre 200 e 250 °C, corresponde à desidratação da gehlenita hidratada (C_2ASH_8) e outros aluminossilicatos de cálcio hidratados, conforme Murat (1983) e Serry et al. (1984). A perda final de massa, entre 525 e 600 °C, segundo Moraes et al. (2015) corresponde à desidratação da portlandita.

Na pasta CH / CBC, os produtos de reação, o gel C-S-H e gehlenita hidratada, foram formados, uma vez que existem perdas de massa na faixa de 125-150 °C e 200-250 ° C, respectivamente.

A gehlenita hidratada é atribuída à presença do alumínio reativo nas cinzas. Esse alumínio é atribuído à contaminação do bagaço pelo solo, provavelmente como componente de

argila. A CBC não reagiu com toda a cal hidratada, uma vez que ocorre perda de massa na faixa de 525 a 575 °C após 90 dias de cura. Estes resultados estão de acordo com os estudos FTIR.

Para as pastas de CIM / CBC, é notável que a perda de massa relacionada ao hidrato de silicato de cálcio diminui com o aumento da porcentagem de CBC na pasta, enquanto a perda de massa relacionada aos hidratos contendo alumínio aumenta.

Como esperado, a perda de massa relacionada a portlandita diminui à medida que a quantidade de CBC aumenta por dois motivos: primeiro, há menos cimento Portland e, conseqüentemente, menos portlandita; e em segundo lugar, a reação pozolânica provoca o consumo de portlandita pelo CBC.

Ainda através das curvas TG e DTG é possível quantificar o hidróxido de cálcio que ficou sem reagir e, a partir desses dados, calcular a taxa de cal fixada.

Sabe-se que a perda de massa na curva termogravimétrica está associada à desidroxilação de hidróxido de cálcio de acordo com a reação descrita na Eq. 7.1.



O cálculo da porcentagem de cal fixada em sistemas de cal hidratada e pozolana, se dá pela Eq. 6.2 (TASHIMA, 2012; CORDEIRO E SALES, 2015 e PAYÁ et al., 2003)

$$\text{Cal fixada \%} = \frac{CH_o - CH_t}{CH_o} \text{ Eq. 7.2}$$

Onde:

CHo é a quantidade inicial de hidróxido de cálcio na mistura e;

CHt é a quantidade restante de hidróxido de cálcio após um determinado tempo de cura, calculada a partir da curva TG da pasta curada.

A quantidade de hidróxido de cálcio presente nas pastas, deve ser calculada a partir da relação estequiométrica da Eq. 7.1, empregando a seguinte Eq. 7.3.

$$CH_t = \frac{M_{CH}}{M_H} \times P_H \quad \text{Eq. 7.3}$$

Onde:

P_H é a perda de massa associada à desidroxilação/ desidratação do hidróxido de cálcio presente nas misturas, a partir do gráfico de TG;

M_H é a peso molecular da água e;

M_{CH} é a peso molecular do hidróxido de cálcio.

O $\text{Ca}(\text{OH})_2$ fixado no sistema cimento Portland / pozolana pode ser calculado de acordo com a Eq. 7.4 que leva em conta a porcentagem de CBC que substitui o cimento Portland (TASHIMA, 2012):

$$\text{Cal fixada \%} = \frac{(C \times CH_C) - CH_T}{(C \times CH_C)} \quad \text{Eq. 7.4}$$

Onde:

CH_C é a quantidade de hidróxido de cálcio na pasta de controle (apenas cimento Portland) para uma dada idade de cura;

CH_T é a quantidade de hidróxido de cálcio na mistura (cimento Portland + pozolana) para a mesma idade de cura que a pasta de controle e;

C é a proporção de cimento presente nas pastas.

A Tabela 7.3 apresenta de forma resumida as perdas de massa das pastas de CH/CBC E CIM/CBC aos 90 dias de cura.

Tabela 7. 3 - Desidratação total dos compostos (P_T), desidratação do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (P_{CH}), fixação de cal e consumo de cal para as pastas de CH / CBC e para as pastas de CIM/CBC aos 90 dias de cura.

Tipo de pasta	Amostras	$P_T(\%)*$	$P_{CH}(\%)*$	Cal fixada (%)	Cal consumida**
Pastas de cal hidratada	CH/CBC	8,57	1,55	60,73	0,26
Pastas de cimento Portland	CIM/CBC0%	20,84	3,06	-	-
	CIM/CBC15%	19,02	2,33	10,42	0,11
	CIM/CBC25%	17,75	1,54	32,9	0,19
	CIM/CBC33%	16,26	1,31	36,1	0,14
	CIM/CBC50%	13,43	0,92	39,87	0,08

Notas: *Valores obtidos a partir das curvas TG

** g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ fixada/ g de CBC

Fonte: Adaptado (PEREIRA et al., 2018)

As perdas de massa estão relacionadas ao processo de desidratação de compostos da hidratação do cimento, da reação pozolânica (P_T), da desidratação de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (P_{CH}), da fixação de cal (porcentagem de cal hidratada que reagiu com a CBC) e do consumo de cal (razão de hidróxido de cálcio consumido / CBC em massa).

Para a pasta de CH / CBC, é notável que 60,73% da cal hidratada foi consumida pela CBC após 90 dias de cura e o consumo de cal foi de 0,26. Este valor é notável levando em conta a alta percentagem de resíduos insolúveis presente na CBC.

Nas pastas de CIM / CBC, o valor P_T diminuiu com o aumento da porcentagem de CBC na pasta, como resultado de uma redução na formação de produtos. No entanto, os valores de P_T para as pastas contendo CBC foram superiores ao produto da P_T para as pastas de cimentos multiplicadas pela porcentagem de cimento: este comportamento significa que há uma significativa contribuição da reatividade do CBC.

A fixação de cal aumentou conforme incrementou o teor de CBC nas pastas e para a pasta com maior teor de substituição (CIM / CBC50%) tem-se ainda a presença da portlandita. Ao comparar este resultado com a fixação de cal em misturas de cimento e cinzas volantes, relatada por Lorca. et al. (2014), pode-se concluir que a reatividade pozolânica da CBC estudada foi inferior ao encontrado para as cinzas volantes.

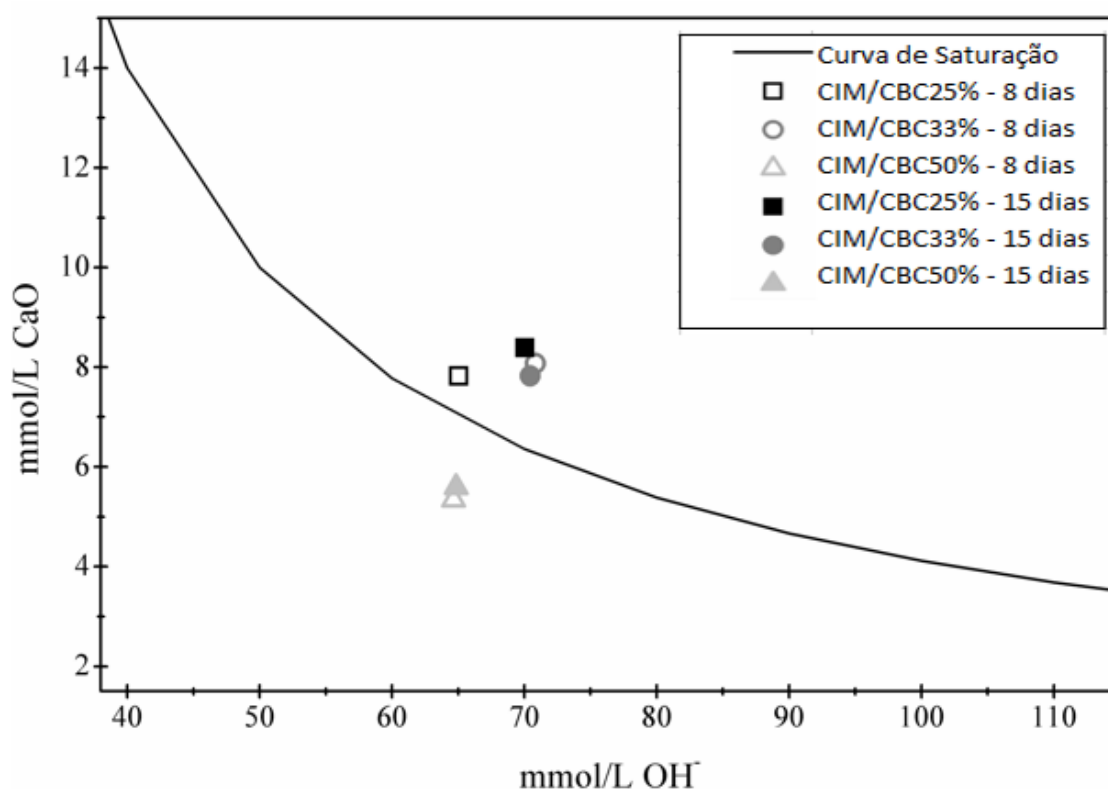
O valor mais alto indicativo do consumo de cal para as pastas com CBC na composição foi de 0,19, e refere-se a mistura CIM / CBC25%, sugerindo que a porcentagem de substituição ideal do cimento Portland por CBC, pode ser encontrada na faixa de 20 a 30%.

7.1.4 Estudo de Frattini das pastas de cimento/CBC

O teste de Frattini foi realizado seguindo as recomendações da norma espanhola na norma espanhola EN 196-5 (2011). E o diagrama para avaliação da pozolanicidade da CBC está representado na Figura 7.3.

Realizou-se o estudo para as pastas de CIM/CBC, para as idades de cura de 8 e 15 dias.

Figura 7. 3 – Resultado do teste de Frattini para as pastas de CIM/CBC, nas idades de cura de 8 e 15 dias



Fonte: Adaptado (PEREIRA et al., 2018)

Analisando os resultados, nota-se que a mistura CIM/CBC50%, encontra-se abaixo da linha de saturação (Zona 1), para as idades de 8 e 15 dias, enquanto que as misturas CIM/CBC25% e CIM/CBC33% para as duas idades avaliadas encontram-se acima da linha de saturação (Zona 2).

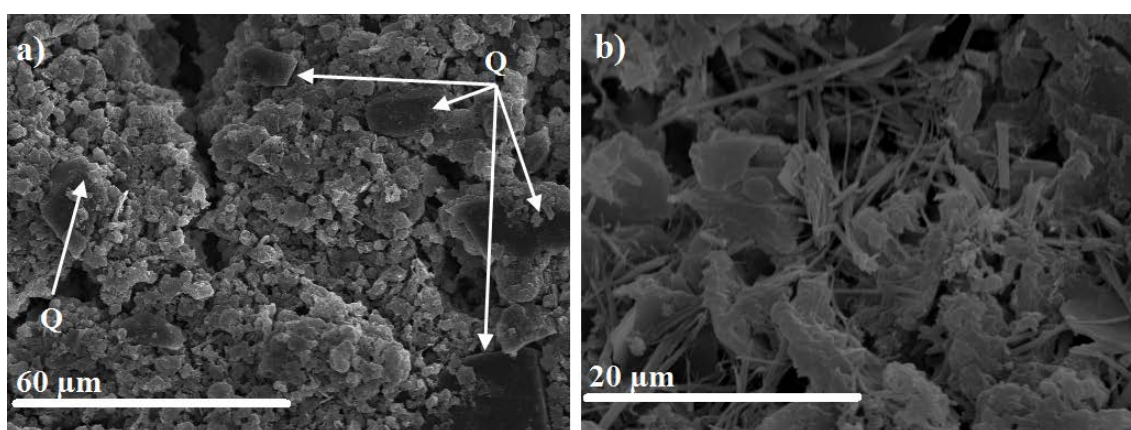
Os resultados evidenciam, a baixa reatividade pozolânica da CBC nas idades iniciais, uma vez que segundo a norma a Zona 2, indica que o material não apresenta reatividade pozolânica. No entanto os ensaios de TG e FTIR, realizado nas amostras, indicaram atividade pozolânica a tempos de curas mais longos.

7.1.5 Estudo das micrografias das pastas de cal/CBC

A figura 7.4 mostra as imagens do MEV para as pastas de CH / CBC, após 90 dias de cura.

A Figura 7.4 a, apresenta uma visão geral da matriz formada a partir da reação pozolânica, observa-se ainda partículas de quartzo presentes na CBC, que não reagiram. Já na figura 7.4b, tem-se em detalhe os produtos pozolânicos formados com diferentes morfologias.

Figura 7. 4– Imagens do MEV das pastas de CH / CBC aos 90 dias de cura (Q: quartzo)



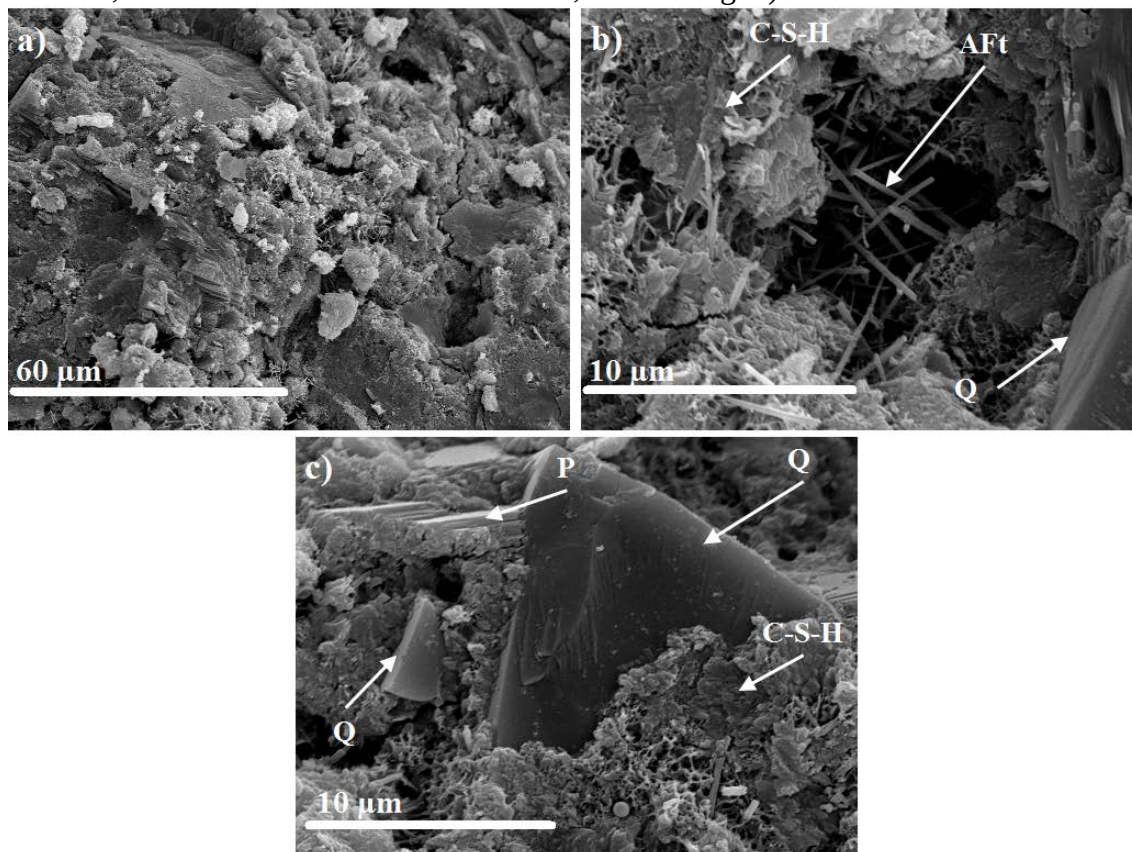
Fonte: (PEREIRA et al., 2018).

As imagens de MEV para a amostra de CIM/CBC33%, aos 28 dias estão representadas na figura 7.5.

A imagem 7.5a mostra uma visão geral da matriz de cimento formada e as reações pozolânica.

Na figura 7.5b e c, pode ser observado ainda a presença de gel do tipo C-S-H, etringita (formato de agulhas), portlandita e ainda a presença de partículas de quartzo.

Figura 7. 5 – Imagens do MEV para as pastas de CIM/CBC aos 28 dias de cura (Q: Quartzo; P: Portlandita; C-S-H: silicato de cálcio hidratado; AFt: Etringita)



Fonte: (PEREIRA et al., 2018).

7.2 ARGAMASSAS DE CIMENTO PORTLAND/CBC

7.2.1 Dosagens das argamassas de cimento Portland/CBC

Foram produzidas argamassas com substituição parcial do cimento Portland por CBC, nas proporções de 0%, adotado como controle, 10%, 15%, 20% e 30% (Nomenclatura: CBC0%, CBC10%, CBC15%, CBC20% e CBC30%, respectivamente).

Adotou-se para todas as argamassas a relação água/aglomerante (cimento Portland e CBC), como sendo 0,5, e uma relação aglomerante/areia igual a 2,5.

Os corpos de provas foram curados em uma câmara úmida a 25°C, com teor de umidade superior a 95%. As amostras foram ensaiadas a resistência à compressão para as idades de cura de 3, 7, 28, 56 e 90 dias. Antes da moldagem as misturas tiveram a trabalhabilidade avaliada, seguindo a norma NBR 13276 (2016).

7.2.2 Caracterização das argamassas: Resistência à compressão e trabalhabilidade

A tabela 7.4 apresenta os resultados de resistência compressão e os valores de consistência, para as amostras de argamassa.

Tabela 7. 4 - Trabalhabilidade e resistência à compressão das argamassas de CIM/CBC, nas idades de 3, 7, 28, 56 e 90 dias de cura.

Amostras	Ensaio de consistência (mm)			Resistência à compressão (MPa)					b_{CBC}/b_{ctr}
				3 dias	7 dias	28 dias	56 dias	90 dias	
<i>CBC0%</i>	294	±	4	33,1 ± 2	43,7 ± 1,2	45 ± 2	56,9 ± 2,4	58 ± 3	-
<i>CBC10%</i>	280	±	4	29,5 ± 2	37,3 ± 0,8	39 ± 1,6	47 ± 1,8	47,2 ± 2,9	0,72
<i>CBC15%</i>	298	±	2	27,2 ± 0,7	32 ± 1,3	34,6 ± 1,9	46 ± 2,7	46,5 ± 2,5	0,83
<i>CBC20%</i>	294	±	4	23,9 ± 0,3	30 ± 1,7	34,6 ± 1,8	42,4 ± 2	43 ± 2	0,82
<i>CBC30%</i>	251	±	3	24,3 ± 1,5	32,2 ± 0,5	35,7 ± 1,5	37,7 ± 1,9	38,1 ± 1,7	0,55

Fonte: Adaptado (PEREIRA et al., 2018).

Nota-se que a substituição parcial do cimento Portland, nas proporções de 10 a 20%, não causaram alteração na trabalhabilidade das argamassas, ao passo que para a dosagem de 30% de CBC na mistura, uma redução considerável da trabalhabilidade foi observada, indicando a limitação do uso da CBC.

Quanto aos valores de resistência à compressão, teve-se para todas as amostras um incremento nos valores ao longo do tempo de cura. Com relação a comparação da argamassa controle, sem uso de adição, com as argamassas com CBC, observa-se uma alta redução dos valores de resistência, quando se trabalha com CBC, esse comportamento é mantido para todas as idades de cura e dosagens.

O comportamento mecânico das argamassas já era esperado, confirmando, os estudos de TG apresentados anteriormente, que mostraram que a contribuição pozolânica da CBC era limitada. Tem-se que os valores de resistência mecânica são inversamente proporcionais aos teores de CBC, contido nas misturas.

As misturas CBC10% e CBC15% foram as que apresentaram os melhores resultados mecânicos, atingindo aos 90 dias 80% do valor da resistência à compressão da argamassa controle. A mistura CBC30%, atingiu apenas 65% do valor da amostra controle, para a mesma idade de cura, confirmando a reatividade limitada da cinza do bagaço de cana-de-açúcar.

Com a finalidade de determinar a contribuição da CBC para o ganho de resistência, foi realizado uma correlação entre o tempo de cura (t) e valores de resistência à compressão (R_c) de acordo com a equação 7.5.

$$R_c = a + b \log(t) \quad \text{Eq. 7.5}$$

Onde a inclinação da equação, b, representa o ganho de resistência à compressão em um determinado intervalo de tempo de cura da argamassa analisada.

A inclinação da argamassa de controle foi denominada b_{ctr} e a inclinação da argamassa com CBC foi nomeada b_{CBC} . A inclinação relativa de uma argamassa com CBC foi calculada pela razão fornecida na equação 7.6, conforme mostra a última coluna da tabela 7.4.

$$\text{Inclinação relativa} = \frac{b_{CBC}}{b_{ctr}} \quad \text{Eq. 7.6}$$

As amostras de argamassa CBC15% e CBC20% foram as que apresentaram os maiores valores para a relação b_{CBC} / b_{ctr} , o que significa que para essas porcentagens de substituição, as argamassas de CBC tiveram um incremento maior na resistência à compressão do que as argamassas CBC10% e CBC30%.

Concluindo que para a cinza de bagaço de cana-de-açúcar estuda, que apresenta uma grande proporção de partículas inertes, a proporção adequada para substituição encontra-se na faixa de 15 a 20%.

7.3 CONCLUSÕES

Para o estudo da atividade pozolânica, realizou-se a análise da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC), caracterizado pela composição de mais de 78% de SiO_2 , no entanto com elevado teor de quartzo, e alta taxa de insolubilidade.

Todavia, apesar da baixa reatividade pozolânica e melhor desempenho a idades de ensaios mais prolongadas, o uso da CBC se mostrou viável para ser aplicado na construção civil, uma vez que se consegue valores de resistência mecânica superiores a 47MPa, aos 90 dias de cura

Logo conclui-se que:

- Para as pastas de CH/CBC, as análises de FTIR e TG, mostram que a CBC, não realiza toda a fixação de cal, para a proporção estudada (3:7), apresentando uma fixação de cal de 60,73% aos 90 dias de cura;
- As micrografias do MEV, mostraram a presença do gel do tipo C-S-H, típico da reação pozolânica;
- Estudos de TG para as pastas de CIM/CBC apresentaram fixação de cal na faixa de 10,42-39,87% aos 90 dias de cura e, a melhor porcentagem de substituição de cimento Portland por CBC, se dá no intervalo de 20 a 30%, para um valor de 0,19 para a amostra CIM/CBC25%;
- Quando se avaliou as argamassas, a trabalhabilidade não sofreu mudanças para o uso de CBC no intervalo de 0 a 20% e;
- Argamassas com CBC, na faixa de substituição entre 15-20%, teve um maior ganho de resistência à compressão, apresentando um valor de b_{CBC} / b_{ctr} superior a 0,80.

REFERÊNCIAS

ALLAHVERDI, A.; SHAVERDI, B.; KANI, E. (2010) Influence of sodium oxide on properties of fresh and hardened paste of alkali-activated blast-furnace slag. **Int. J. Civ. Eng.** 8, 304–314.

ASOCIACIÓN ESPAÑOLA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. **UNE – EN 196-2** métodos de ensayo de cementos. Parte 1: análisis químico de cementos. Madrid, 2006. 54 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - **ABNT. NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016. 3 p.

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.

CORDEIRO, G.C.; SALES, C.P. Pozzolanic activity of elephant grass ash and its influence on the mechanical properties of concrete, **Cem. Concr. Compos.** 55 (2015) 331–336.

PAYÁ, J.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M.V.; VELÁSQUEZ, S.; BONILLA, M.. Determination of pozzolanic activity of fluid catalytic cracking residue: thermogravimetric analysis studies on FC3R-lime pastes, **Cem. Concr. Res.** 33 (2003) 1085–1091.

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.

LORCA, P.; CALABUIG, R.; BENLLOCH, J.; SORIANO, L.; PAYÁ, J. (2014) Microconcrete with partial replacement of Portland cement by fly ash and hydrated lime addition. **Mater. Des.** 64, 535–541.

MORAES, J.C.B.; AKASAKI, J.L.; MELGES, J.L.P.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M.V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.; TASHIMA, M.M.. Assessment of sugar cane straw ash (SCSA) as pozzolanic material in blended Portland cement: Microstructural characterisation of pastes and mechanical strength of mortars. **Constr. Build. Mater.** 94, 670–677.

MURAT, M. (1983) Hydration reaction and hardening of calcined clays and related minerals: II. Influence of mineralogical properties of raw-kaolinite on the reactivity of metakaolinite. **Cem. Concr. Res.** 11, 511–518.

PEREIRA, A. M. **Análise da viabilidade da utilização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar como aglomerante para a produção de matrizes cimentantes**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2014. 207 f.

PEREIRA, A. M.; MORAES, J. C.B.; MORAES, M. J.B.; AKASAKI, J. L.; TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; Monzó, J.; Payá, J.. Valorisation of sugarcane bagasse ash (SCBA) with high quartz content as pozzolanic material in Portland cement mixtures. **MATERIALES DE CONSTRUCCION**, v. 68, p. e153, 2018.

SERRY, M.A.; TAHA, A.S.; EL-HEMALY, S.A.S.; EL-DIDAMONY, H. (1984) Metakaolin-lime hydration products. **Thermochim. Acta** 79, 103–110.

YU, P.; KIRKPATRICK, R.J.; POE, B.; MCMILLAN, P.F.; CONG, X. (1999) Structure of calcium silicate hydrate (C-S-H): Near-, mid-, and far-infrared spectroscopy. *J. Am. Ceram. Soc.* 82(3), 742–748.

8 AGLOMERANTES ATIVADOS ALCALINAMENTE: INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DO HIDRÓXIDO ALCALINO

Após a análise microestrutural e de reatividade da cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC) e dos estudos da cinza em sistemas de cal/CBC e cimento /CBC, a utilização da cinza como fonte de aluminossilicato na produção de aglomerantes ativados alcalinamente mostrou-se promissora.

8.1 INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DO HIDRÓXIDO DE SÓDIO

Neste capítulo 8, em que analisa aglomerantes ativados alcalinamente em sistemas binários de escória de alto forno (ESC) e cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC), foi estudado a influência da concentração do hidróxido de sódio (NaOH) nas propriedades mecânicas e micro estruturais desses aglomerantes, para isto analisou o comportamento de argamassas para 9 concentrações de NaOH, em sistemas com 100% de escória de alto forno como precursor sólido e em sistemas com 25% de CBC e 75% de escória de alto forno como precursores sólidos. As concentrações das soluções de NaOH utilizadas correspondem a faixa de 2 a 10 molar, as argamassas e pastas, foram produzidas de acordo com os procedimentos descritos no capítulo IV.

A nomenclatura das misturas, foi adotada da seguinte maneira: XXM ESC ou XXM CBC, sendo XX o valor da concentração da solução alcalina de NaOH, M para indicar molar e ESC, para indicar as amostras com 100% de escória como precursor sólido e CBC para indicar as amostras com 25% de CBC e 75% de escória (Tabela 8.1).

Tabela 8. 1 - Soluções alcalinas de NaOH utilizadas

Misturas	Molaridade mol/L
2M ESC	2
3M ESC	3
4M ESC	4
5M ESC	5
6M ESC	6
7M ESC	7
8M ESC	8
9M ESC	9
10M ESC	10
2M CBC	2
3M CBC	3
4M CBC	4
5M CBC	5
6M CBC	6
7M CBC	7
8M CBC	8
9M CBC	9
10M CBC	10

Fonte: Elaborado pela autora.

Ressalta-se, que as argamassas foram dosadas em proporções em massa, sendo a relação de *agregado miúdo/ escória de alto forno + CBC* igual a 2,5, e a relação de *água/ CBC + escória de alto forno* igual a 0,45 para todos os sistemas estudados neste capítulo. Os corpos de provas foram curados em uma câmara úmida com umidade relativa >95% e temperatura igual a 25°C, até as idades de ensaios definidas, a saber, 3, 7, 28 e 90 dias.

Também foram preparadas pastas com as concentrações de 2 a 10M, com as condições de curas iguais as argamassas, para a realização da caracterização micro estrutural.

Tashima (2012) descreve que a principal função do ativador alcalino é a formação das estruturas geopoliméricas, uma vez que eles elevam a alcalinidade das misturas, de modo a acelerar o processo de dissolução das fontes de alumínio e de silicato, possibilitando a formação do gel do tipo N(C) -A-S-H.

Segundo Palomo et al. (1999), existe uma concentração ótima para a produção das soluções alcalinas, já que o excesso de álcalis pode gerar problemas de carbonatação e fluorescência e levar a uma redução dos valores de resistência mecânica e de durabilidade.

Segundo Fernandez, (2000), as soluções de hidróxido de sódio (NaOH) proporcionam um caráter básico elevado para a solução, logo o uso dessa solução em concentrações altas não é recomendado quando se trabalha com a escória de alto forno como precursor sólido.

Para Garcia-Lodeiro et al. (2015), as soluções de hidróxido de sódio geralmente são utilizadas em concentração de 2 a 4 molar, para sistemas com alta concentração de cálcio.

Assim com esse estudo pretende-se analisar a faixa de concentração ótima de NaOH na produção de aglomerantes ativados alcalinamente a base de escória de alto forno e CBC.

8.1.1 Propriedades mecânicas

Com o objetivo de se analisar a viabilidade de produção e utilização dos aglomerantes ativados alcalinamente na construção civil, realizou-se ensaios mecânicos, dos corpos de provas cúbicos. Tem-se que para cada mistura foram ensaiados 3 corpos de provas.

As tabelas 8.2 e 8.3 apresentam os resultados de resistência mecânica para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias, para as misturas com 0% de CBC e para as misturas com 25% de CBC, respectivamente.

Tabela 8. 2 - Resistência à compressão das argamassas de escória de alto forno, ativadas alcalinamente com diferentes concentrações de NaOH, curados a temperatura ambiente, para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias.

Misturas	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
	Rc (MPa)			
2MESC	19,1 ± 0,2	34,4 ± 0,2	45,4 ± 0,3	51,2 ± 0,3
3MESC	21,1 ± 0,7	31,3 ± 1,2	46,8 ± 0,7	54,5 ± 0,7
4MESC	17,8 ± 0,5	27,7 ± 0,4	42,2 ± 5,7	57,7 ± 0,5
5MESC	15,7 ± 0,4	27,4 ± 1,0	38,5 ± 1,0	48,7 ± 0,4
6MESC	11,5 ± 0,2	18,9 ± 0,5	32,2 ± 0,7	42,2 ± 0,3
7MESC	8,6 ± 0,1	13,7 ± 0,3	23,8 ± 0,1	36,5 ± 0,4
8MESC	5,5 ± 0,0	10,4 ± 0,5	21,4 ± 2,4	26,3 ± 1,6
9MESC	6,7 ± 0,1	9,7 ± 0,2	16,1 ± 0,0	24,7 ± 0,0
10MESC	5,3 ± 0,2	9,5 ± 0,2	14,7 ± 0,1	23,1 ± 0,9

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 8. 3 - Resistência à compressão das argamassas de escória de alto forno e CBC ativadas alcalinamente com diferentes concentrações de NaOH, curados a temperatura ambiente, para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias.

Misturas	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
	Rc (MPa)			
2MCBC*	n. d	6,2 ± 0,1	36,8 ± 0,7	34,9 ± 0,3
3MCBC*	n. d	5,5 ± 1,3	43,7 ± 0,5	56,1 ± 0,9
4MCBC	7,3 ± 0,3	28,0 ± 0,5	50,3 ± 0,1	59,3 ± 0,6
5MCBC	12,0 ± 0,3	28,0 ± 1,7	47,6 ± 0,7	60,1 ± 1,6
6MCBC	8,3 ± 0,3	17,2 ± 0,9	32,1 ± 1,4	48,6 ± 0,2
7MCBC	6,6 ± 0,2	18,5 ± 0,4	23,7 ± 4,0	41,8 ± 0,4
8MCBC	3,8 ± 0,0	12,7 ± 0,8	25,0 ± 0,6	27,4 ± 1,4
9MCBC	5,2 ± 0,3	13,0 ± 0,2	19,5 ± 0,2	29,5 ± 0,0
10MCBC	4,4 ± 0,1	11,4 ± 0,2	15,7 ± 0,4	23,0 ± 0,2

Notas: *Os sistemas em destaques não endureceram até os 3 dias de cura em câmara úmida

Fonte: Elaborado pela autora.

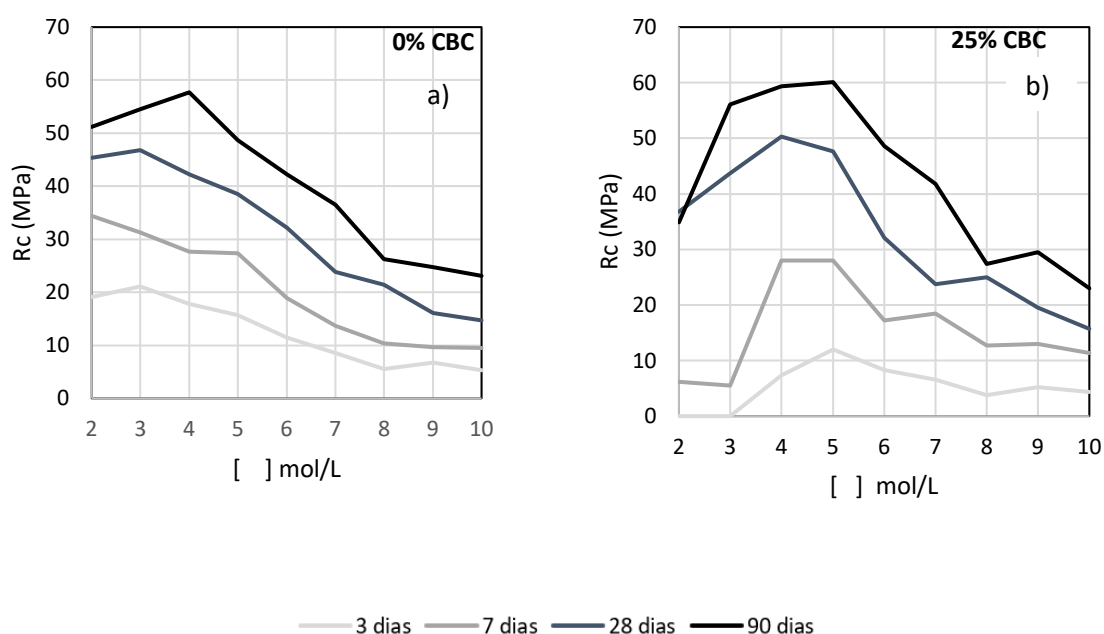
A utilização de CBC nas misturas comprometeram o tempo de endurecimento dos novos aglomerantes. Para as matrizes ativadas alcalinamente que continham em sua composição 0% e 25% CBC, e concentrações de NaOH médias e altas, o tempo de cura para a desmoldagem foi de 24 horas, a temperatura ambiente. Observa-se que a utilização de CBC, juntamente com concentrações baixas do ativador alcalino, ocasiona um retardo no tempo de endurecimento das matrizes. Assim, cabe mencionar que a argamassas 2M CBC e 3M CBC, foram as misturas que apresentaram um comprometimento da resistência aos 3 dias, e a mistura 2M CBC passou por um processo de cura térmica a 65°C por 24h aos 4 dias de cura, possibilitando assim o seu desmolde e posteriormente caracterização mecânica.

Observando ainda as tabelas 8.1 e 8.2, tem-se o incremento da resistência mecânica das misturas ao longo das idades e que as maiores resistências mecânicas correspondem as concentrações baixas e intermediárias de NaOH.

Quando se analisa a relação entre o incremento de resistência e da concentração de NaOH, em geral o incremento da concentração de NaOH promove o aumento das propriedades mecânicas dos aglomerantes ativados alcalinamente produzidos com escória de alto forno e escória de alto forno e CBC até determinado valor de concentração de NaOH, obtendo assim um valor ótimo da concentração de NaOH, de modo a obter a maior resistência e durabilidade.

Esse comportamento pode ser visto na figura 8.1, em que para as misturas com 0% de CBC aos 90 dias o valor ótimo de concentração, para as condições estudada foi de 4M e para as misturas com 25% de CBC, os valores ótimos de concentrações foi de 4 e 5M.

Figura 8. 1 - Gráfico comparativo das resistências à compressão para as argamassas ativadas, para diferentes concentrações de NaOH, nas idades de 3, 7, 28 e 90 dias.



Fonte: Elaborado pela autora.

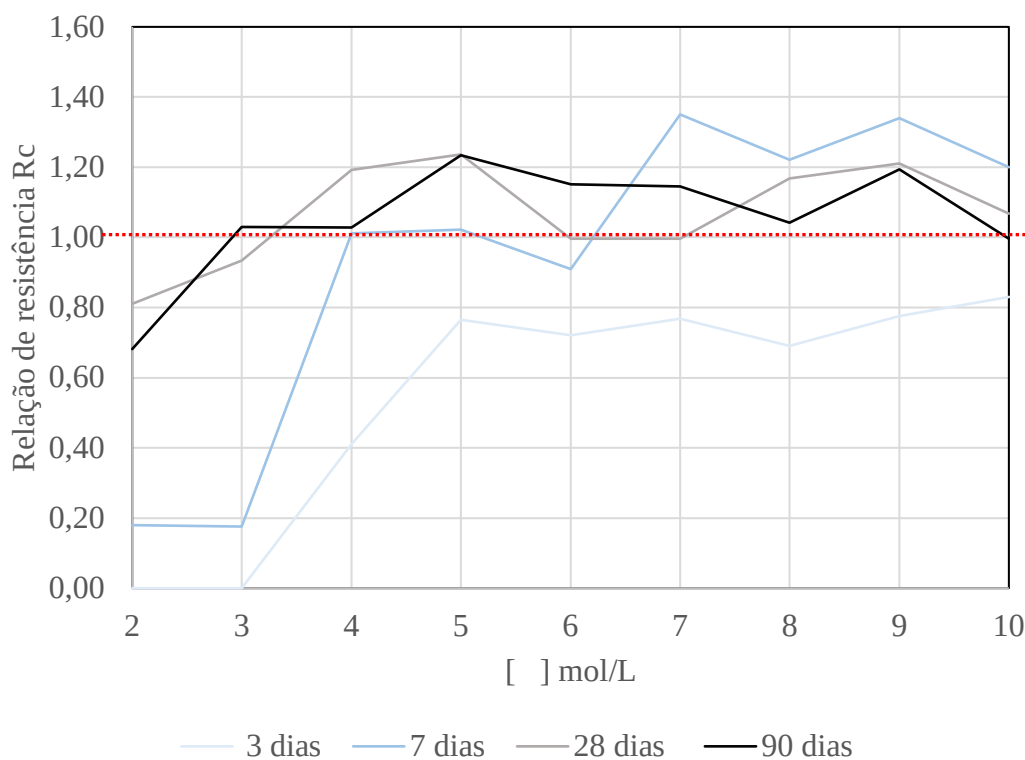
Observando a figura 8.1. a, as misturas ativadas, com apenas escória de alto forno na composição, aos 90 dias, para as concentrações menores (até 6M), foi obtido resistências superiores a 40MPa. Sendo que a partir de 8M, tem-se um declínio da resistência mecânica e uma estabilização da mesma, na faixa de 25MPa (para as concentrações de 8M, 9M e 10M).

Observando a figura 8.1. b, as misturas ativadas, tendo como precursores 25% de CBC e 75% de escória de alto forno na composição, aos 90 dias, para as concentrações menores (3, 4 e 5M), foi obtido os melhores valores de resistência, com valores próximos e até superiores a 60MPa. Observa-se que para as misturas com molaridades muito baixas, a exemplo de 2M CBC, por ter CBC na sua composição, tem-se um prejuízo dos valores de resistência. A queda pronunciada da resistência à compressão dá-se também para as misturas com concentrações iguais ou superiores a 8M.

Ainda na figura 8.1, pode ser observada a tendência dos valores de resistência mecânica, para as concentrações ao longo do tempo.

A partir da análise da figura 8.2, que mostra a relação entre a resistência à compressão das amostras com 25% de CBC, pela resistência à compressão das amostras apenas com escória de alto forno, para as diferentes idades e concentrações, observa-se que a substituição de 25% de escória de alto forno por cinza de bagaço de cana-de-açúcar gerou um aumento da resistência da matriz a partir do tempo de cura de 7 dias, para concentrações iguais e/ou superiores a 8molar, para as concentrações mais baixas a atuação da CBC é visível para idades superiores a 28 dias, obtendo-se assim uma relação superior a 1. Esse aumento de resistência pode estar relacionado ao fechamento de poros das matrizes proporcionado pela CBC ou aos tipos de ligações formadas.

Figura 8. 2 - Relação de resistência à compressão (R_c) entre argamassas com 25% de CBC e argamassas contendo 0% de CBC, para as idades de 3, 7 28 e 90 dias, e para as concentrações de NaOH de 2 a 10 M



Fonte: Elaborado pela autora.

8.1.2 Propriedades microestruturais

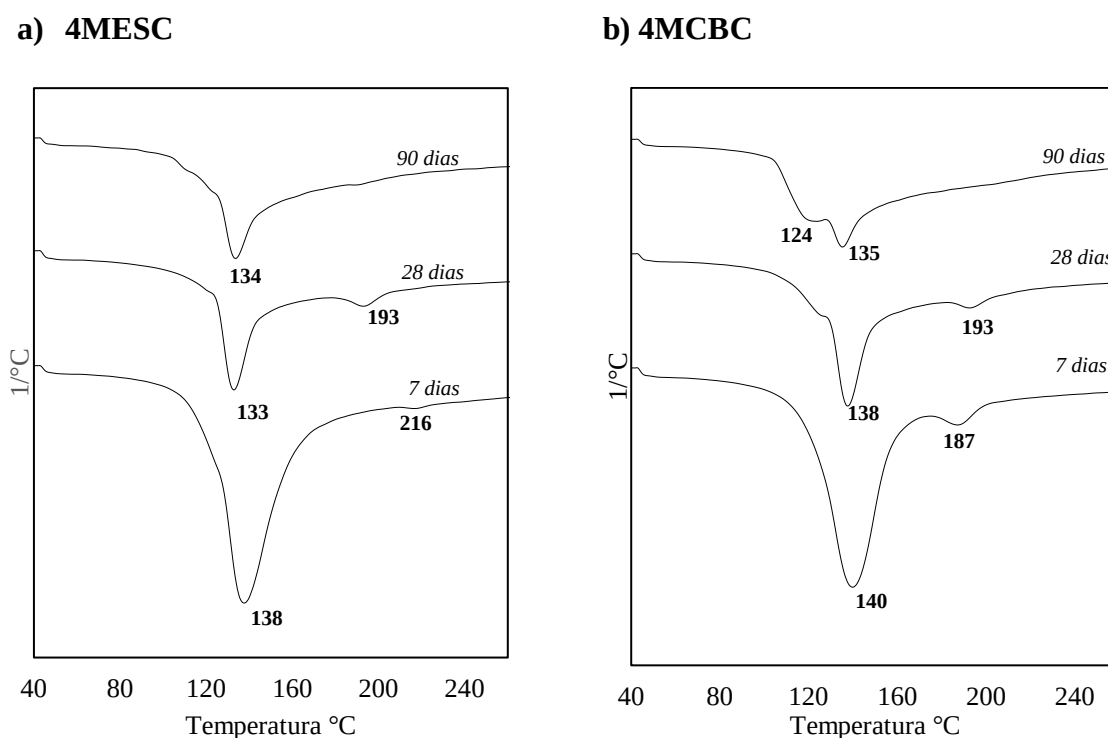
Neste item do capítulo 8, são apresentados os dados microestruturais das misturas com diferentes concentrações de NaOH. Essa análise é de fundamental importância, visto que a partir dela pode se justificar os valores de resistência mecânica obtidos para as diferentes argamassas. Foram realizados estudo de TG, FTIR e SEM, para as amostras das pastas.

Os conjuntos de pastas, 4M ESC e 4M CBC, foram analisados para as idades de 7, 28 e 90 dias de cura. As caracterizações por análise termogravimétrica (TG) e por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), também foram realizadas para o seguinte conjuntos de pastas: 2M ESC, 2M CBC, 4M ESC, 4M CBC, 6M ESC, 6M CBC, 8M ESC, 8M CBC, aos 28 dias de cura. Para os ensaios de microscopia eletrônica de varredura (SEM), foram ensaiadas as amostras 4M ESC, 4M CBC, 8M ESC e 8M CBC.

8.1.2.1 Análise termogravimétrica (TG)

A figura 8.3 mostra as curvas DTG, obtidas para diferentes idades de cura, para as amostras com 0% de CBC e 25% de CBC, para a concentração de 4M. A temperatura de pico (T_p) das curvas DTG também estão representadas na figura 8.3.

Figura 8. 3 - DTG para as argamassas com 4M de NaOH aos 7, 28 e 90 dias



Fonte: Elaborado pela autora.

A análise termogravimétrica possibilita quantificar a formação dos produtos hidratados produtos das reações de geopolimerização, logo a perda de massa total (Pt) das curvas TG para as misturas com concentração de 4M de NaOH, com 0% e 25% de CBC, para as idades de 7, 28 e 90 dias, estão listadas na tabela 8.4.

Tabela 8. 4 - Perda total de massa (%) para as diferentes idades de cura, para a concentração de 4M – Crisol de alumina

Misturas	4M ESC	4M CBC
	Pt (%)	
7 dias	12,5	10,4
28 dias	10,9	11,5
90 dias	11,8	12,8
Pt – Perda total		

Fonte: Elaborado pela autora.

Grande parte da perda total de massa do ensaio, encontra-se no intervalo de 140-155°C. Segundo Rickard et. al (2010) a alteração de massa nessa faixa de temperatura pode estar relacionar a perda de água, ou seja, devido à baixa energia das ligações presentes nos produtos de reações dos géis do tipo N(C)-A-S-H e/ou C-S-H, com a elevação da temperatura ocorre a desidratação.

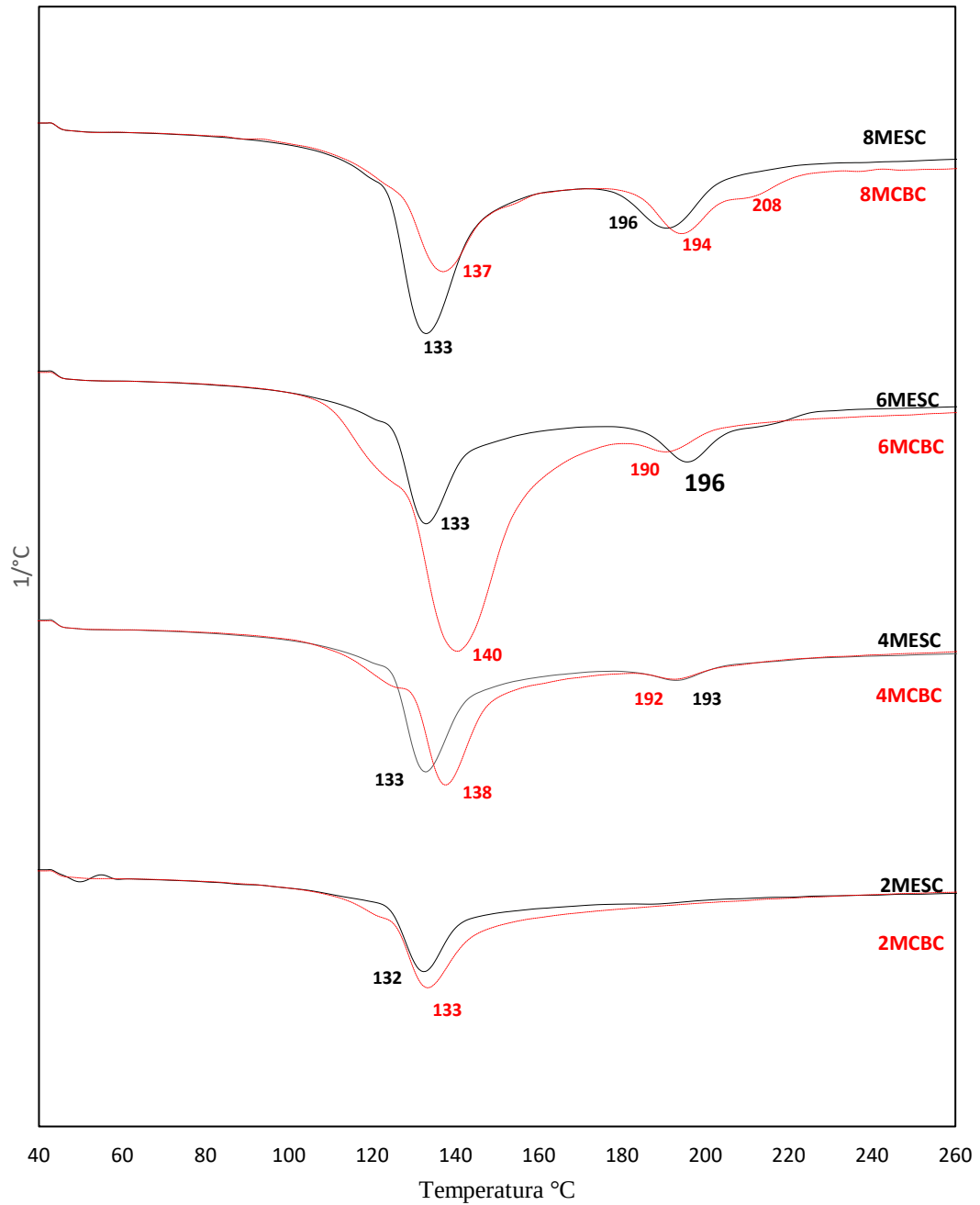
Observa-se, em geral, um crescimento da perda de massa ao longo do tempo, para as misturas com CBC na composição. E as perdas de massa total variam na faixa de 10 a 12%. Quando se realiza uma comparação da perda de massa entre as misturas com e sem CBC, tem-se que aos valores são próximos (variação de 8,47%).

Pode observar ainda que os picos no intervalo entre 140-155°C são maiores aos 7 dias para as misturas que apresentam apenas escória de alto forno na sua composição, visto que com o passar do tempo matrizes ativadas alcalinamente tornam mais resistentes mecanicamente e consequentemente a perda de água diminui. Pode-se notar ainda que para as misturas com cinza do bagaço de cana-de-açúcar as perdas são maiores para as idades mais longas, confirmando a potencialidade e reatividade da cinza a idades maiores. Logo a perda de massa devido a desidratação do gel N (C)A-S-H, está relacionada com a formação de produtos amorfos nas misturas, devido a aceleração das reações de geopolimerização com o tempo.

A perda de massa total (Pt) das curvas TG e a temperatura de pico (Tp) das curvas DTG, para as misturas com concentração de 2M, 4M, 6M e 8M de NaOH, com 0% e 25% de CBC,

para a idade de 28 dias, estão listadas na tabela 8.5 e figura 8.4, para condição de ensaio em que a temperatura variou de 35°C a 600°C.

Figura 8. 4 - Curvas DTG aos 28 dias



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 8. 5 - Valores de Perda total de massa em % para concentrações variando de 2 – 8M, para os sistemas binários aos 28 dias.

Misturas	Pt (%)	Misturas	Pt (%)
2M ESC	6,7	2M CBC	7,2
4M ESC	10,9	4M CBC	11,5
6M ESC	12	6M CBC	15,4
8M ESC	12,3	8M CBC	15,6

Fonte: Elaborado pela autora.

Quanto ao pico de temperatura, tem-se que as misturas com CBC na composição apresentam uma tendência de temperaturas superiores ao seu traço controle correspondente. E as temperaturas de pico giram em torno de 133 – 140°C.

Nas curvas DTG representados nas figuras 8.4, os picos na faixa de 140 – 155° C também estão relacionados com a desidratação do gel do tipo N (C) A-S-H. Relata-se ainda, observando a tabela 8.5 o aumento da perda de massa total, conforme ocorre o aumento da concentração do NaOH nas misturas.

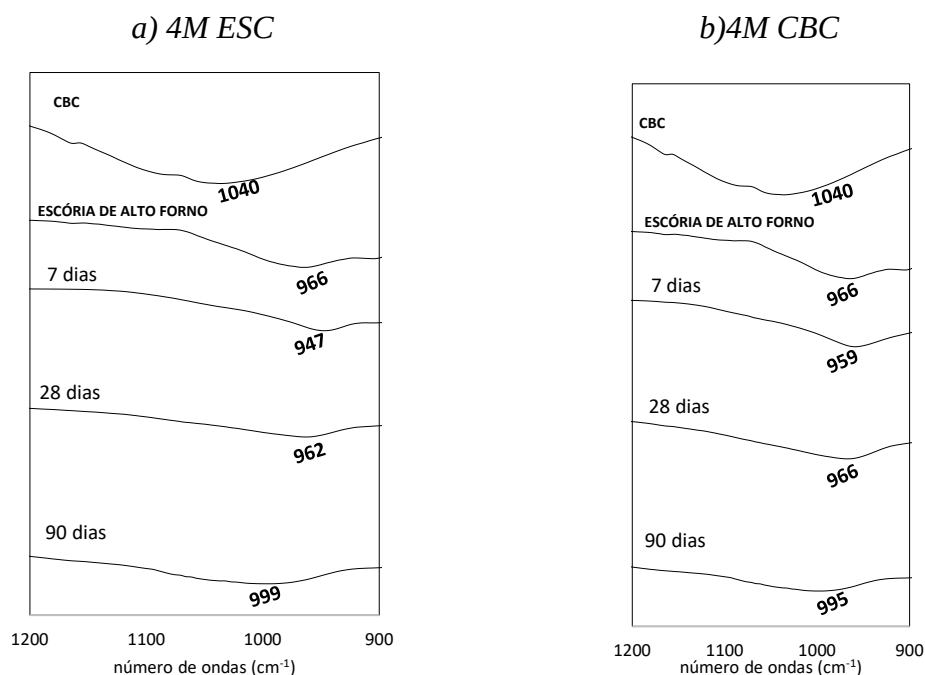
Os dados de perda de massa total, e o comportamento similar das matrizes com e sem CBC, na mistura indica que a cinza de bagaço de cana-de-açúcar é reativa, apesar do alto teor de material cristalino na sua composição (PEREIRA et al., 2015).

8.1.2.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A partir da espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier pode-se obter os tipos de ligações químicas presentes nos aglomerantes formados pela ativação da CBC e da escória de alto forno, com soluções de NaOH.

A figura 8.5, mostram os espectros de FTIR, para a CBC, escória de alto forno e para as pastas ativadas, nas idades de 7, 28 e 90 dias, para as misturas de 0% e 25% de CBC, com concentração de 4M.

Figura 8. 5 - Espectros de FTIR de aglomerantes ativados alcalinamente, para as idades de cura à temperatura ambiente de 7, 28 e 90 dias, e uma concentração de 4M de NaOH.



Fonte: Elaborado pela autora.

Conforme mostrado no Capítulo IV e V, a escória de alto forno apresentou em seu espectro uma banda centrada em 966cm^{-1} , atribuído a vibrações de alongamento simétrico das ligações Si-O-Si e Al-O-Si. A CBC apresentou em seu espectro uma banda centrada em 1040cm^{-1} , associadas as vibrações assimétricas do alongamento das ligações do tipo Si-O-Si e Al-O-Si. Para todas as pastas estudadas com concentração de 4M ocorre a presença nos espectros de uma banda centrada na faixa de $947 - 999\text{cm}^{-1}$, que corresponde a vibração de alongamento assimétrica das ligações do tipo Si-O-T, onde T significa: silício ou alumínio tetraédrico.

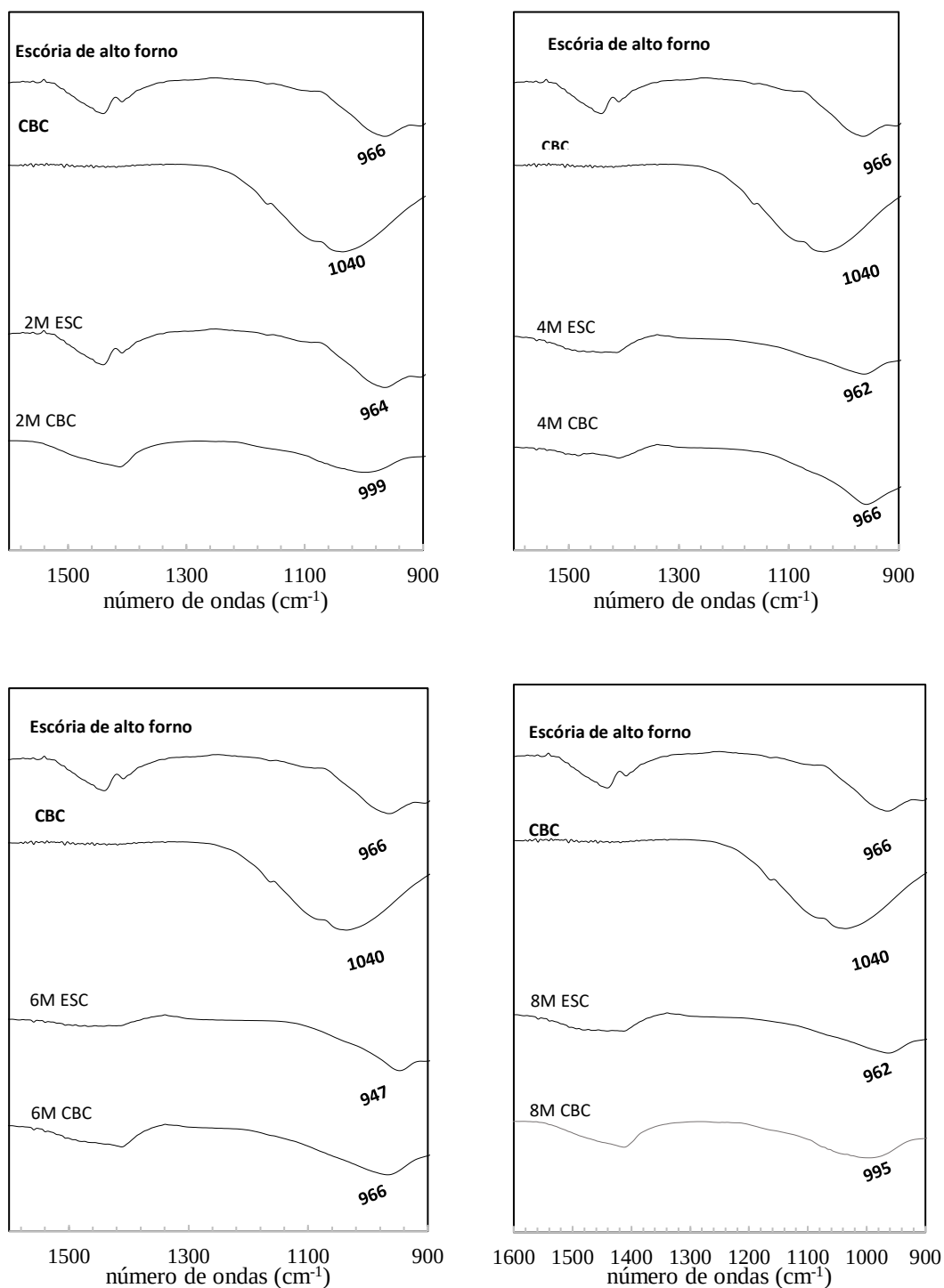
Nota-se, portanto, que não ocorre mudanças significativas nos compostos formados devido ao processo de geopolimerização, quando se trabalha com a escória de alto forno como precursor sólido e quando se trabalha com a substituição parcial da escória pela CBC, para todas as idades de cura estudada. E, as pastas ativadas alcalinamente com concentração de 4M de NaOH, apresentaram picos similares ao espectro da escória de alto forno.

A alteração dos espectros das pastas em relação aos espectros da CBC e da escória de alto forno, sugere a formação de novas estruturas, indicando, portanto, que a CBC é reativa.

O estudo dos espectros de FTIR foram feitos para as pastas ativadas alcalinamente, na idade de 28 dias, para as misturas de 0% e 25% de CBC, com concentrações de 2M, 4M, 6M e 8M. também A figura 8.6, mostram os espectros de FTIR.

Nota-se, que as pastas ativadas alcalinamente com diferentes concentrações de NaOH apresentaram picos próximos aos picos do espectro da escória de alto forno, ocorrendo um deslocamento mínimo (ligeira redução) das bandas características, que estão associadas ao processo de reação de geopolimerização e a formação dos compostos cimentantes.

Figura 8. 6 - Espectros de FTIR de aglomerantes ativados alcalinamente para as idades de cura de 28 dias e concentrações de 2, 4, 6 e 8M de NaOH



Fonte: Elaborado pela autora.

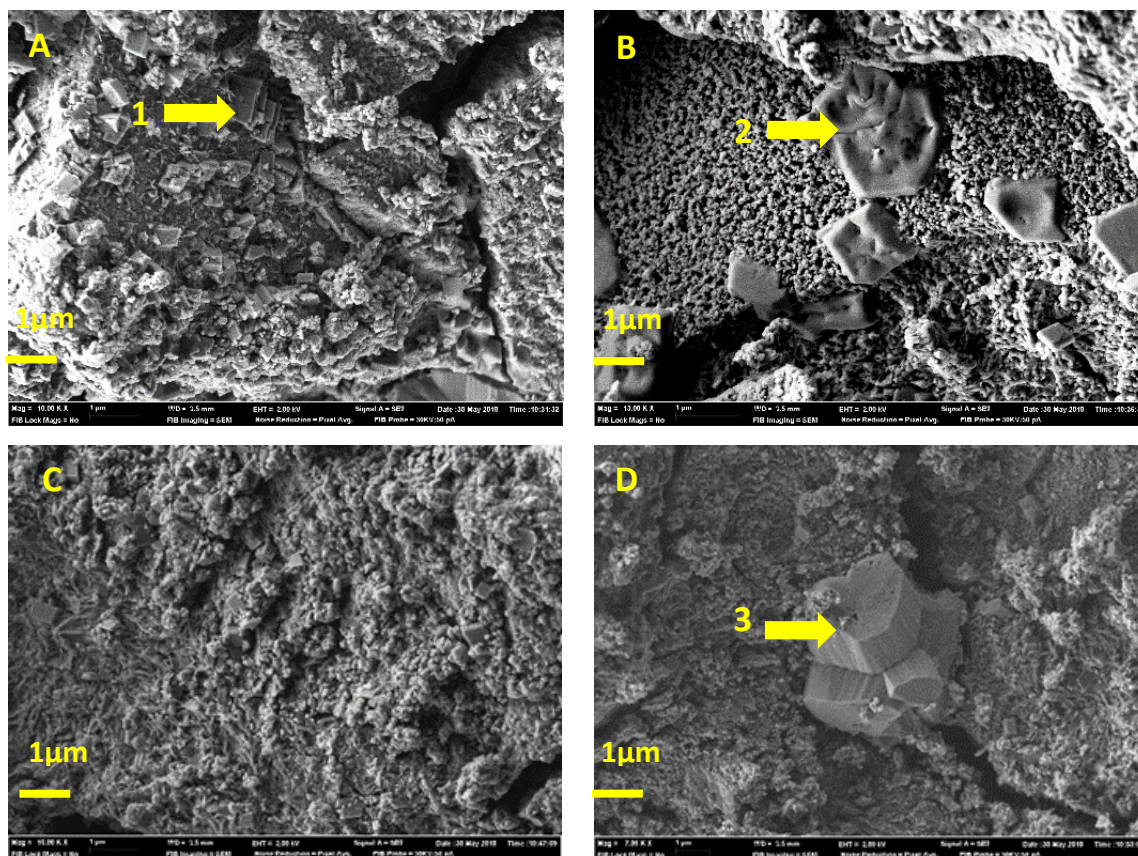
8.1.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (SEM)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV), possibilita visualizar a microestrutura dos aglomerantes ativados alcalinamente para diferentes concentrações de NaOH.

Nas figuras 8.8 e 8.9 são apresentadas as micrografias das pastas ativadas alcalinamente 4M ESC e 4M CBC, respectivamente, aos 28 dias de cura.

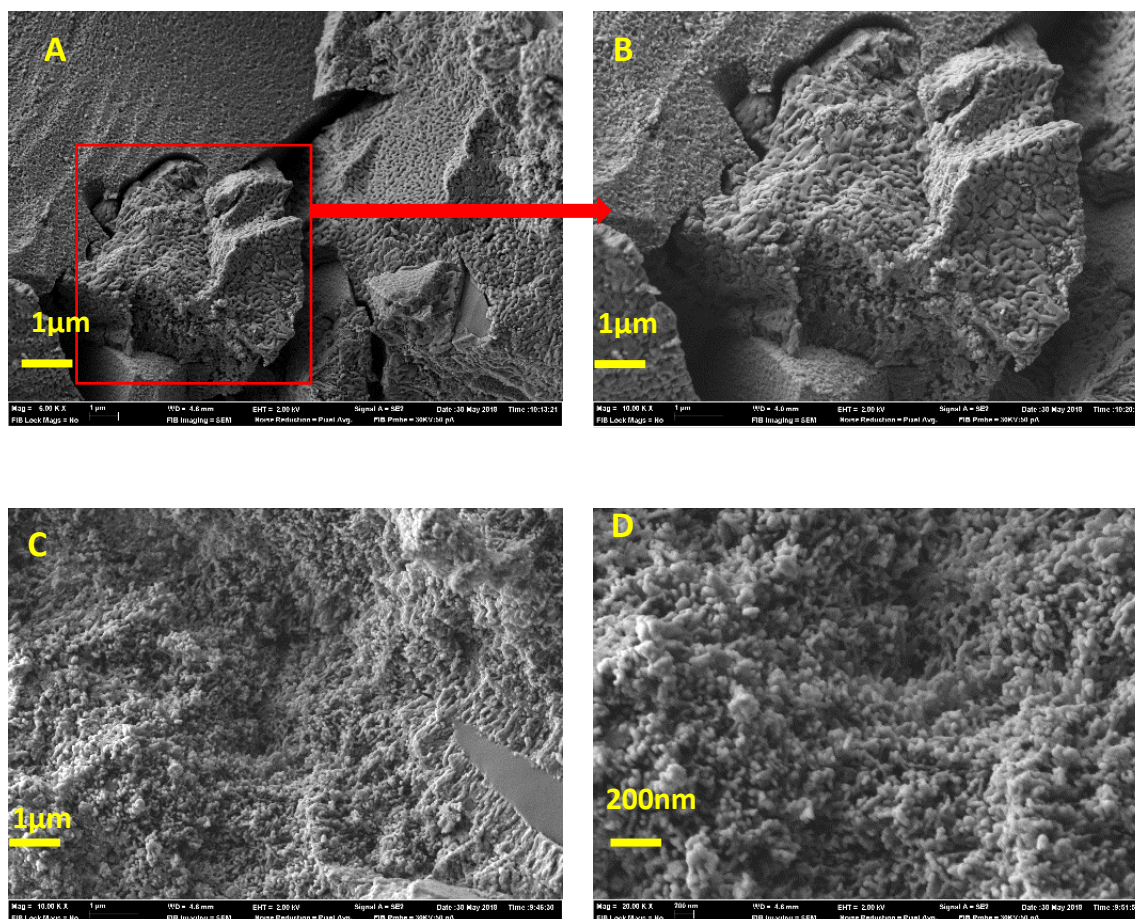
Na pasta 4M ESC foi verificado uma microestrutura bem polimerizada e densa, apesar de ser possível verificar a presença de partículas de escória de alto forno que não reagiram ou que reagiram parcialmente (Figura 8.7-a, ponto 1) e a presença de algumas estruturas cristalinas (Figura 8.7, ponto 2 e Figura 8.7, ponto 3).

Figura 8. 7 - Micrografias da pasta 4M ESC aos 28 dias



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 8. 8 - Micrografias da pasta 4M CBC aos 28 dias

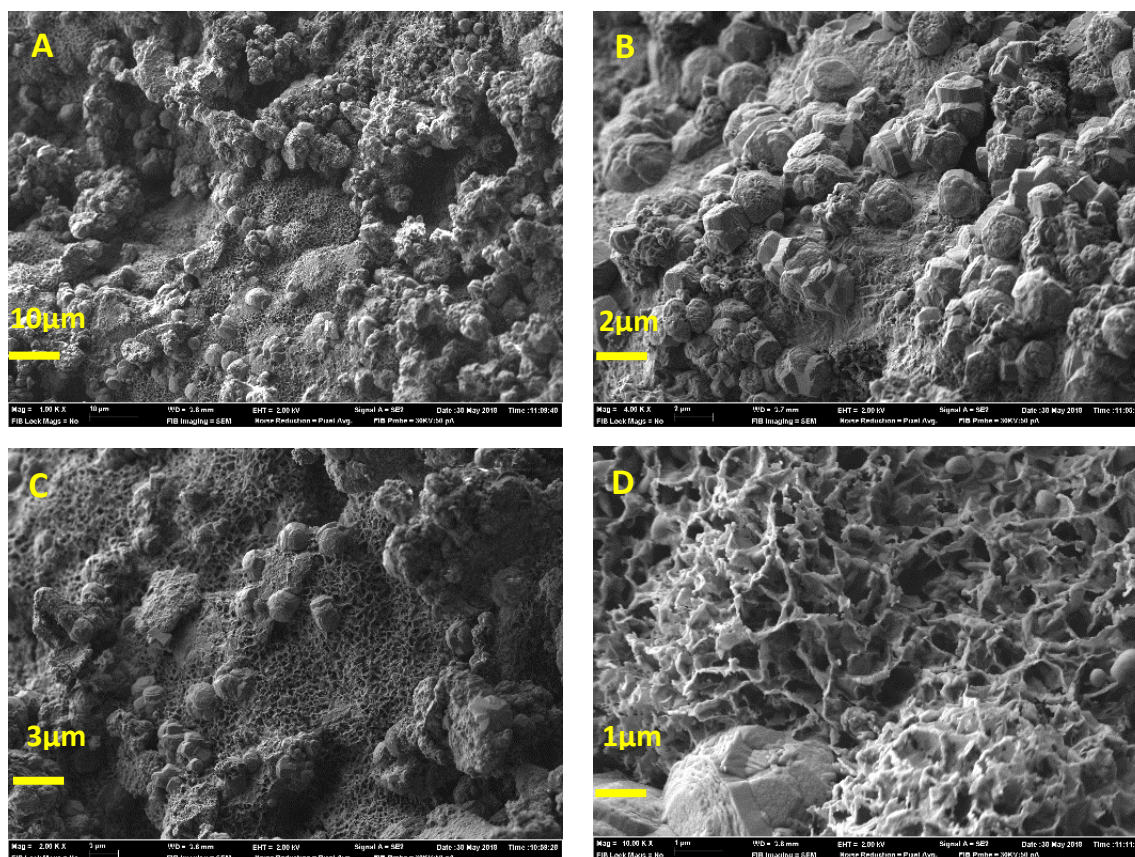


Fonte: Elaborado pela autora.

Na pasta 4M CBC verificou-se também uma microestrutura bem polimerizada e ocorreu a formação de géis mais compactos (figura 8.9 – A e B), e de géis com uma estrutura mais porosa (figura 8.9 – D).

A figura 8.9 a seguir mostra as micrografias das pastas com 100% de escória de alto forno e concentração de 8M de NaOH.

Figura 8. 9 - Micrografias da pasta 8M ESC aos 28 dias



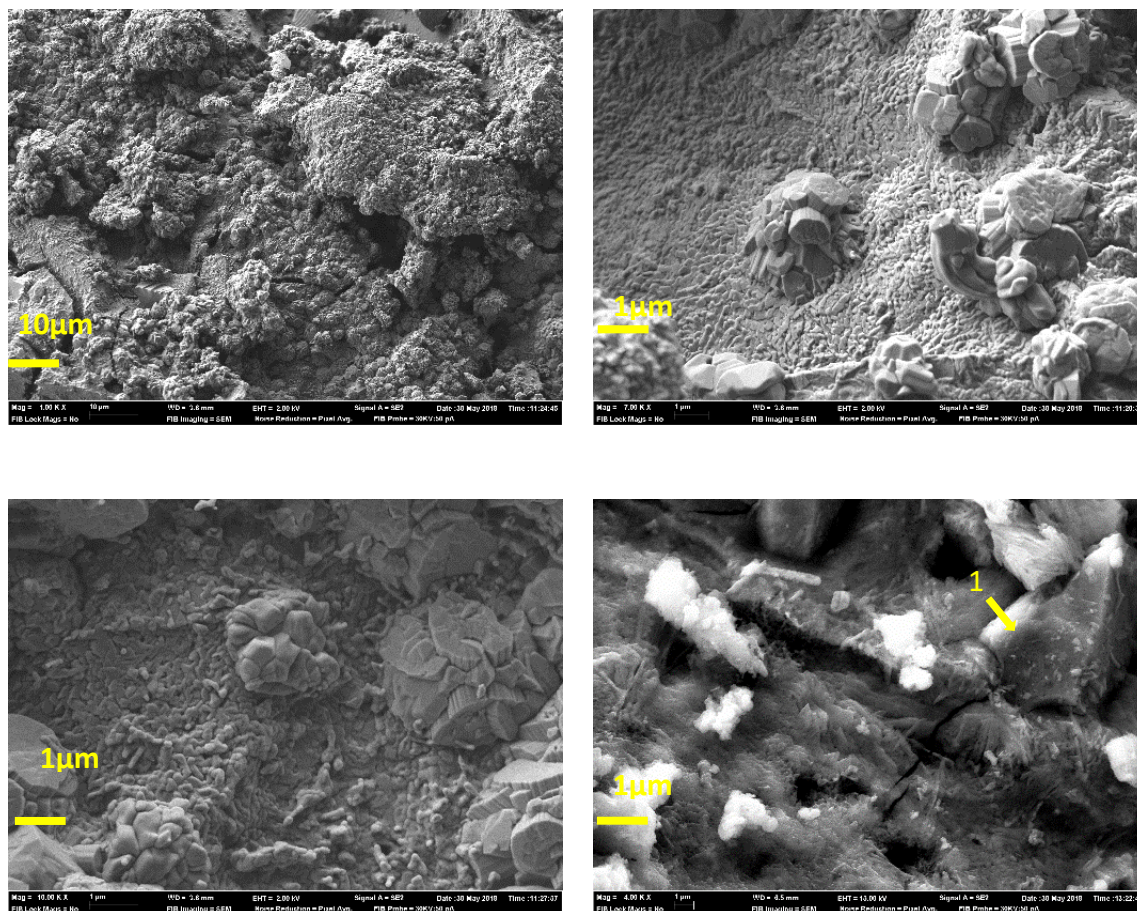
Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando qualitativamente as micrografias da mistura 8M ESC, e comparando com a estrutura da figura 8.7, que corresponde a mistura 4M ESC, tem-se que o aumento da concentração do ativador na mistura de 4M para 8M influencia na formação dos géis formados, uma vez que para a mistura 8M ESC, tem-se a formação de géis amorfos porosos. O que justifica a queda de resistência de 50,7% em relação ao 4M ESC.

Em geral a mistura 8M ESC, apresentou uma matriz amorfo (figura 8.9-d. Além da presença da matriz amorfa, as micrografias apresentaram grupos de partículas cristalinas arredondadas e de tamanho inferior a 1µm, e com elevado teor de alumínio em relação ao gel amorfo (Figura 8.9-b). Logo, a alta concentração de NaOH, como ativador, na situação estudada, gera um material com géis porosos e amorfo e predominância de partículas com um comportamento mais cristalino.

A figura 8.10 a seguir mostra as micrografias das pastas com 25% de CBC e concentração de 8M de NaOH.

Figura 8. 10 - Micrografias da pasta 8M CBC



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da análise da imagem anterior, aplicando como precursores sólidos, a CBC e a escória de alto forno na produção de aglomerantes ativados alcalinamente, a matriz formada possui uma estrutura mais compactada em relação aos géis formados pela mistura 8M ESC. A compacidade dos géis se aproxima das estruturas dos géis da mistura 4M CBC. Observa-se ainda a presença de aglomerados de partículas cristalinas, com tamanhos superiores a 1µm (Figura 8.10 – b e c). O excesso de partículas cristalinas foi um dos fatores que pode estar relacionado com a queda de resistência mecânica na proporção de 49,7% em relação a mistura 4M CBC. Foi observado também a presença de partículas de escória de alto forno que não sofreram o processo de reação de geopolimerização (Figura 8.9 – d, ponto 1).

8.2 CONCLUSÕES

No estudo da CBC e da escória de alto forno utilizando diferentes concentrações de NaOH, conclui-se que:

- A variação da concentração da solução alcalina, influencia diretamente nos valores mecânicos, observa-se que para uma variação de 2 a 8M de NaOH, obteve-se valores de resistência à compressão entre 23MPa a 60,1MPa. Nota-se que a concentração ideal de NaOH varia entre 3M a 5M. Os maiores valores de resistência à compressão obtidos nas misturas com CBC, corresponde as concentrações de 4M e 5M, com 59,3MPa e 60,1MPa, respectivamente. Para as misturas apenas com escória de alto forno, o maior valor obtido foi de 57,7MPa para a concentração de 4M;
- Pode observar ainda que a substituição da escória de alto forno por cinza de bagaço de cana-de-açúcar na proporção de 25%, promove uma redução das propriedades mecânica nas idades iniciais, no entanto para as misturas dosadas próximos as concentrações ótimas têm-se um incremento dessa resistência em até 24% aos 90 dias;
- De fato, a CBC apresenta no sistema ativado alcalinamente o mesmo comportamento quanto a evolução da resistência mecânica ao longo do tempo, apresentado nas misturas com Cimento Portland e CBC, uma vez que os melhores resultados são para idades avançadas de cura;
- Quanto à microestrutura dos aglomerantes ativados alcalinamente, eles são formados por estruturas majoritariamente amorfas, com a presença de algumas estruturas cristalinas. A estrutura amorfa apresentou uma variação na sua densificação, que estava relacionada à concentração do ativador, para concentrações altas, a estrutura formada era porosa e consequente a matriz apresentou um baixo valor de resistência mecânica. Para a concentração baixa de NaOH, a microestrutura formada era mais densa, compacta e pouco porosa;
- O resultado da reação de geopolimerização para as diferentes concentrações de NaOH, foram os géis do tipo (N, C) -A-S-H e;

- De modo geral, o excesso de álcalis é desfavorável ao processo de geopolimerização, pois pode reduzir os produtos cimentantes a serem formados, sendo esse comportamento visível principalmente nas amostras com concentrações superiores a 8M de NaOH.

REFERÊNCIAS

PALOMO, A.; GRUTZECK, M.W.; BLANCO, M.T.. Alkali-activated fly ashes: A cement for the future, **Cement and Concrete Research**. 29 (1999) 1323–1329.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.. An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes, [s.l.], p.19-47, 2015. **Elsevier**.

FERNANDEZ, J.A. **Cementos de escorias activadas alcalinamante: influencia de las variables y modelizacion del processo**.2000. Tese (Doutorado), Universidade Autonoma de Madrid, Spain, 2000.

PEREIRA, A. M.; AKASAKI, J. L.; MELGES, J. L. P.; TASHIMA, M. M; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PAYÁ J. Mechanical and durability properties of alkali-activated mortar based on sugarcane bagasse ash and blast furnace slag. **Ceramics International**, v. 41, p. 13012–13024, 2015.

RICKARD, W.D.A.; VAN RIESSEN, A.; WALLS, P.. Thermal Character of Geopolymers Synthesized from Class F Fly Ash Containing High Concentrations of Iron and α -Quartz, **International Journal of Applied Ceramic Technology**. 7 (2010) 81–88)

TASHIMA, M. M. **Producción y caracterización de materiales cementantes a partir del Silicoaluminato Cálcico Vítreo (VCAS)**. 2012. 454 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Departamento de Ingeniería de la Construcción y de Proyectos de Ingeniería Civil, Universidad Politecnica de Valencia, Valencia, 2012. 454 f.

9 UTILIZAÇÃO DA CBC COMO ATIVADOR ALCALINO

9.1 ASPECTOS GERAIS

Segundo Pacheco-Torgal et. al (2008) e Duxson et al (2007), grande parte das pesquisas envolvendo ativação alcalina, tem-se usado soluções alcalinas produzidas a partir de silicatos solúveis. Esse comportamento é recorrente uma vez que a utilização de silicato na composição da solução reflete no aumento dos valores dos comportamentos mecânicos, já que a presença do silicato promove o aumento da velocidade do processo de geopolimerização. No entanto a produção do silicato de sódio é cara e poluente, logo seu uso dependendo da concentração e condição pode ir contra a ideia de se produzir aglomerantes ecologicamente corretos. Assim neste capítulo é apresentando uma alternativa ao uso do silicato solúvel comercial.

Neste capítulo propõe-se a utilização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar como fonte de sílica para a produção da solução ativadora. A solução ativadora foi preparada utilizando uma mistura de CBC e NaOH.

As soluções foram preparadas com uma concentração de 4M e 8M de NaOH, para uma relação molar de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 0,5 (relação molar $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = \varepsilon = 0,5$). Foram produzidas argamassas de dimensão 5x5x5 cm, com relação de *agregado miúdo/ (escória de alto forno + CBC +)* igual a 2,5, e a relação de *água/ (escória de alto forno + CBC)* igual a 0,45. As argamassas foram curadas em câmara úmida a 25°C e umidade de 95% e submetidas a ensaios de resistência à compressão para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias.

Foi proposto 3 modos de uso da CBC como ativador alcalino. A seguir são descritos os processos de preparação das soluções. Foram preparadas soluções com concentração de 4M e 8M de NaOH, com razão molar de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (ε) igual a 0,5, onde:

a) A CBC foi utilizada no lugar do silicato, e a solução foi preparada em uma garrafa térmica. A garrafa térmica foi mantida em um banho térmico com temperatura constante igual a 65°C, durante 7 dias, durante esse período realizou a homogeneização da mistura ao menos uma vez ao dia. Após esse procedimento que foi denominado de pré-ativação da cinza do bagaço de cana-de-açúcar, realizou se a produção das argamassas;

b) A segunda maneira de utilização da CBC, na produção da solução ativadora, foi realizando a preparação da solução com NaOH e em seguida foi colado a da CBC, na quantidade

adequada, seguido pela homogeneização da solução. Após o esfriamento da solução (procedimento padrão), produziu-se as argamassas e;

c) Foi produzido a solução com NaOH e a quantidade corresponde a CBC em relação a substituição do silicato, foi misturado previamente ao precursor sólido, no caso a escória de alto forno.

Ainda em relação a utilização da CBC como ativador, foi levado em consideração o teor de SiO_2 presente na CBC, que está relacionado com a pureza e o caráter amorfo da cinza; e a reatividade da CBC, que está relacionada com a quantidade de material solúvel presente no material. As condições consideradas para a dosagem da CBC estão esquematizadas na tabela 9.1.

Tabela 9. 1 – Condições do teor de SiO_2 e da reatividade da CBC consideradas no preparo das soluções

Condição	Teor de SiO_2 na CBC (%)	Reatividade da CBC (%)
1	100	100
2	78,6	100
3	78,6	75
4	78,6	50
5	78,6	25

Fonte: Elaborado pela autora.

Na condição 1, foi considerado que toda a cinza é constituída de SiO_2 e ela é 100% solúveis e, portanto 100% reativa. Nas condições de 2 a 4, foi considerado os dados de FRX, em que a quantidade de SiO_2 presente na cinza é de 78,6%. Nota-se que para a condição 5, condição mais próxima a reatividade real da CBC, uma vez que a quantidade de resíduos insolúveis da CBC foi determinada em 61,6%, há impossibilidade da moldagem das argamassas mantendo os parâmetros adotados, uma vez que se tem um excesso de material sólido na mistura que compromete a trabalhabilidade da mistura.

A nomenclatura adotada para as argamassas foi:

X Y PA-4M e X Y PA-8M

X Y S- 4M e X Y PA-8M

X Y P- 4M e X Y P- 8M

Onde, X corresponde a pureza da CBC considerada e Y corresponde a reatividade da CBC, PA está relacionado ao tratamento a) da solução em que a cinza é colocada na garrafa térmica, P corresponde a produção da solução segundo a condição b) em que a CBC é colocada na solução ativadora e P corresponde ao tratamento c), em que a CBC é colocada diretamente junto com o precursor sólido.

9.2 UTILIZAÇÃO DA CBC COMO ATIVADOR ALCALINO EM SISTEMA COM CONCENTRAÇÃO NaOH DE 4M

A tabela 9.2 apresenta as misturas estudadas e os ensaios realizados. Para fins de comparação foi utilizado como traço controle a mistura 4M ESC, já estudada no capítulo anterior e a mistura SS 4 MESC, que corresponde a uma matriz ativada alcalinamente com concentração de 4M e relação ε igual a 0,5, e para a produção foi utilizado silicato de sódio solúvel, composto por 29,7% de SiO₂, 8,9% de Na₂O e 61,4% de H₂O em massa.

Tabela 9. 2 – Misturas produzidas utilizando a CBC com ativador alcalino, para uma concentração de 4M e ε igual a 0,5

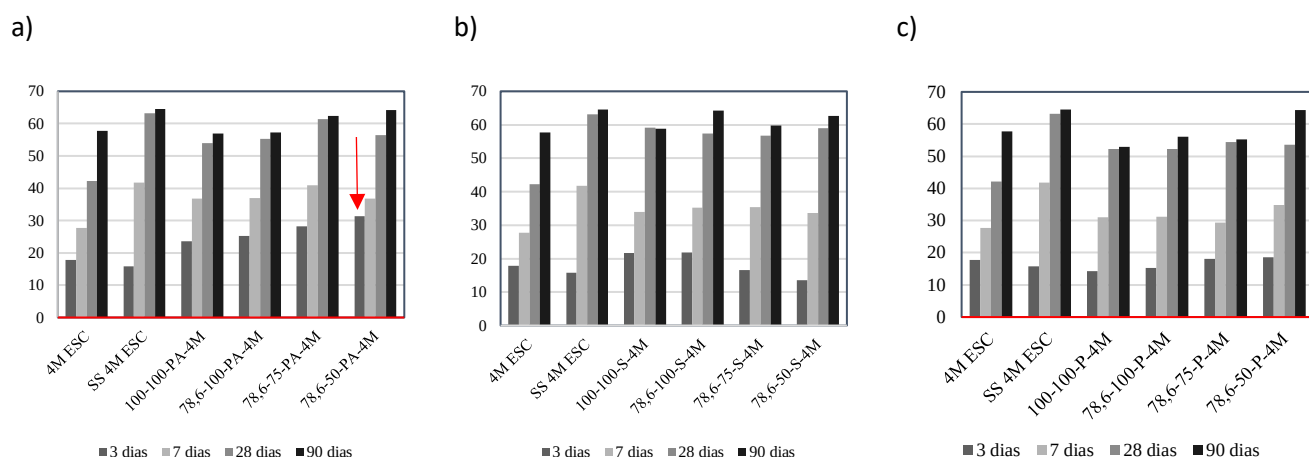
Misturas	Idade dos ensaios (dias)			
	Rc	TG	FTIR	SEM
4M ESC	3, 7, 28 e 90	-	-	-
SS 4M ESC	3, 7, 28 e 90	-	-	-
100-100-PA-4M	3, 7, 28 e 90	3 e 28	3 e 28	90
78,6-100-PA-4M				
78,6-75-PA-4M				
78,6-50-PA-4M				
100-100-S-4M	3, 7, 28 e 90	3	3	-
78,6-100-S-4M				
78,6-75-S-4M				
78,6-50-S-4M				
100-100-P-4M	3, 7, 28 e 90	3	3	-
78,6-100-P-4M				
78,6-75-P-4M				
78,6-50-P-4M				

Fonte: Elaborado pela autora.

9.2.1 Propriedades mecânicas

Os resultados de resistência à compressão (média e desvio padrão) em função do tempo das dosagens estudadas com concentração de 4M são mostrados na Tabela 9.3. A figura 9.1, apresenta de forma gráfica os dados de resistência mecânica.

Figura 9. 1 – Evolução da resistência à compressão das argamassas ativadas alcalinamente com concentração de NaOH de 4M e relação $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 0,5



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 9. 3 – Resistência à compressão das argamassas ativadas alcalinamente com concentração de NaOH de 4M e relação $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 0,5

Misturas	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
4M ESC	17,80 ± 0,50	27,70 ± 0,40	42,20 ± 5,70	57,70 ± 0,50
SS 4M ESC	15,8 ± 0,9	41,8 ± 0,4	63,2 ± 0,3	64,6 ± 0,6
100-100-PA-4M	23,6 ± 0,4	36,8 ± 2,3	54,0 ± 0,3	56,9 ± 0,7
78,6-100-PA-4M	25,2 ± 0,7	37,0 ± 0,2	55,3 ± 0,2	57,3 ± 0,5
78,6-75-PA-4M	28,2 ± 0,2	40,9 ± 2,4	61,4 ± 0,8	62,4 ± 0,7
78,6-50-PA-4M	31,4 ± 0,8	36,8 ± 6,3	56,5 ± 0,5	64,2 ± 0,6
100-100-S-4M	21,7 ± 0,5	33,9 ± 0,6	59,2 ± 0,6	58,8 ± 0,3
78,6-100-S-4M	21,9 ± 0,2	35,3 ± 0,2	57,4 ± 0,1	64,3 ± 0,4
78,6-75-S-4M	16,5 ± 0,4	35,4 ± 1,0	56,7 ± 1,4	59,8 ± 0,5
78,6-50-S-4M	13,5 ± 0,2	33,7 ± 0,0	58,9 ± 0,4	62,7 ± 0,7
100-100-P-4M	14,2 ± 0,2	31,0 ± 0,4	52,3 ± 1,0	52,9 ± 0,6
78,6-100-P-4M	15,3 ± 0,7	31,2 ± 1,3	52,2 ± 0,6	56,1 ± 0,6
78,6-75-P-4M	18,1 ± 0,6	29,3 ± 0,5	54,4 ± 0,4	55,2 ± 0,8
78,6-50-P-4M	18,6 ± 0,7	34,8 ± 1,3	53,6 ± 0,2	64,3 ± 0,3

Fonte: Elaborado pela autora.

As argamassas em que foi considerado a reatividade da CBC igual a 50%, apresentaram valores de resistência mecânica similar a amostra controle (SS 4M ESC), valor na faixa de 64MPa aos 90 dias para a reatividade considerada da CBC de 50%, indicando que o uso da CBC, na substituição total do silicato de sódio para a produção da solução ativadora é eficiente.

A estabilidade dos valores mecânicos para a amostra controle ocorre aos 28 dias, nas amostras com CBC, observa-se os valores máximos apenas na idade de 90 dias. Fazendo um paralelo ao estudado nos capítulos anteriores, a CBC, mesmo sendo utilizada como ativador alcalino no sistema estudado, a cinza apresentou a sua máxima potencialidade nas idades avançadas de cura.

De modo geral o tipo de preparo das soluções (condições a, b e c do item 9.1, que correspondem aos resultados mecânicos respectivamente da figura 9.1 a, b e c) não alteraram os valores mecânicos finais, como pode ser observado nas figuras 9.1, uma vez que esperava-se que a dissolução da CBC em na solução com NaOH, em uma garrafa térmica por 7 dias a temperatura constante de 65°C, aumentaria a potencialidade da solução e consequentemente ocasionaria um melhor desempenho mecânico. No entanto a aceleração da dissolução da CBC, apenas proporcionou uma melhora considerável na resistência na idade de 3 dias de cura, das misturas em relação ao controle, obteve-se já aos 3 dias e para a cura em câmara úmida, valores de resistência entre 23 e 31MPa, como pode ser notado na figura 9.1a, indicado pela seta vermelha. Nota-se que ao aumentar o teor de CBC na composição das argamassas, até a condição de 78,6 de SiO₂ e 50% de reatividade da CBC, obteve-se o máximo valor mecânico.

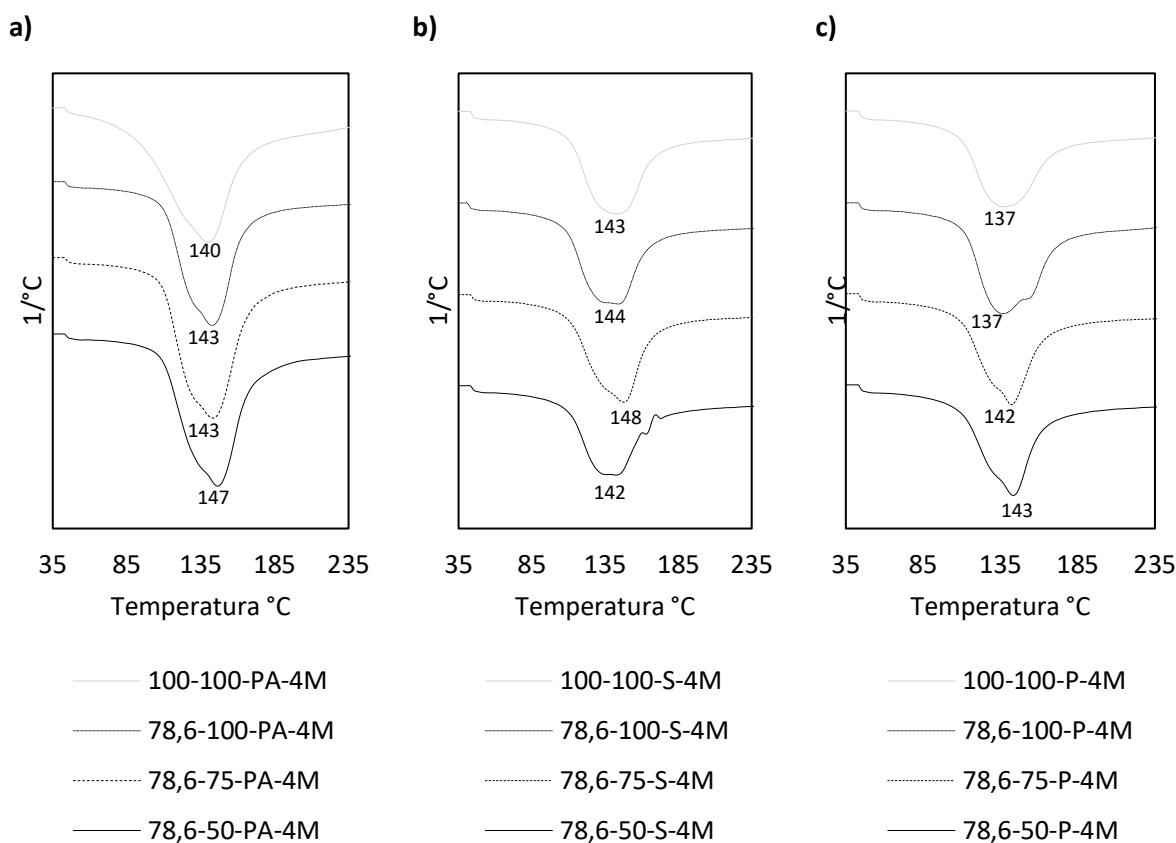
Logo nota-se que o uso da CBC, como fonte de silicato solúvel, possibilita o aumento de Si nas misturas e consequentemente consegue-se obter aglomerantes de altas resistência mecânica.

9.2.2 Propriedade microestruturais

9.2.2.1 *Análise termogravimétrica (TGA)*

A análise termogravimétrica, para as matrizes ativadas alcalinamente para a idade de 3 dias estão representados na figura 9.2.

Figura 9. 2 - DTG para as pastas com a CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora após 3 dias de cura



Fonte: Elaborado pela autora.

A perda total de massa do ensaio, para as três amostras ensaiadas (figura 9.2a, b e c), encontra-se no intervalo de 135-150°C, logo a perda está relacionada com a formação dos géis do tipo N(C)-A-S-H, típicos da reação de geopolimerização. Nota-se que para todas as pastas os valores da temperatura de pico são próximos, indicando que as matrizes, apresentam comportamento similares.

A quantificação da perda de massa total (Pt (%)), está listada na tabela 9.4 abaixo.

Tabela 9. 4 - Perda total de massa - Pt (%) - das pastas com a CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora após 3 e 28 dias de cura

Misturas	Pt (%)	
	3 dias	28 dias
100-100-PA-4M	14,2	14,8
78,6-100-PA-4M	12,3	18,1
78,6-75-PA-4M	14,1	16,8
78,6-50-PA-4M	13,4	15,1
100-100-S-4M	9,4	-
78,6-100-S-4M	9,1	-
78,6-75-S-4M	8,8	-
78,6-50-S-4M	7,8	-
100-100-P-4M	8,9	-
78,6-100-P-4M	9,2	-
78,6-75-P-4M	9,1	-
78,6-50-P-4M	8,4	-

Fonte: Elaborado pela autora.

Para as amostras 100-100-PA-4M; 78,6-100-PA-4M; 78,6-75-PA-4M e 78,6-50-PA-4M se observa que o aumento do tempo de cura contribui para o avanço das reações, uma vez que se tem um aumento de Pt(%) de 3 para 28 dias, possibilitando assim a formação dos produtos hidratados.

9.2.2.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de FTIR das matérias-primas base (ESC e CBC) e das pastas (100-100-PA-4M; 78,6-100-PA-4M; 78,6-75-PA-4M e 78,6-50-PA-4M) após três e vinte oito dias de cura e para as pastas (100-100-S-4M; 78,6-100-S-4M; 78,6-75-S-4M; 78,6-50-S-4M; 100-100-S-4M; 78,6-100-S-4M; 78,6-75-S-4M e 78,6-50-S-4M) após 3 dias de cura estão representados na Fig. 9.3.

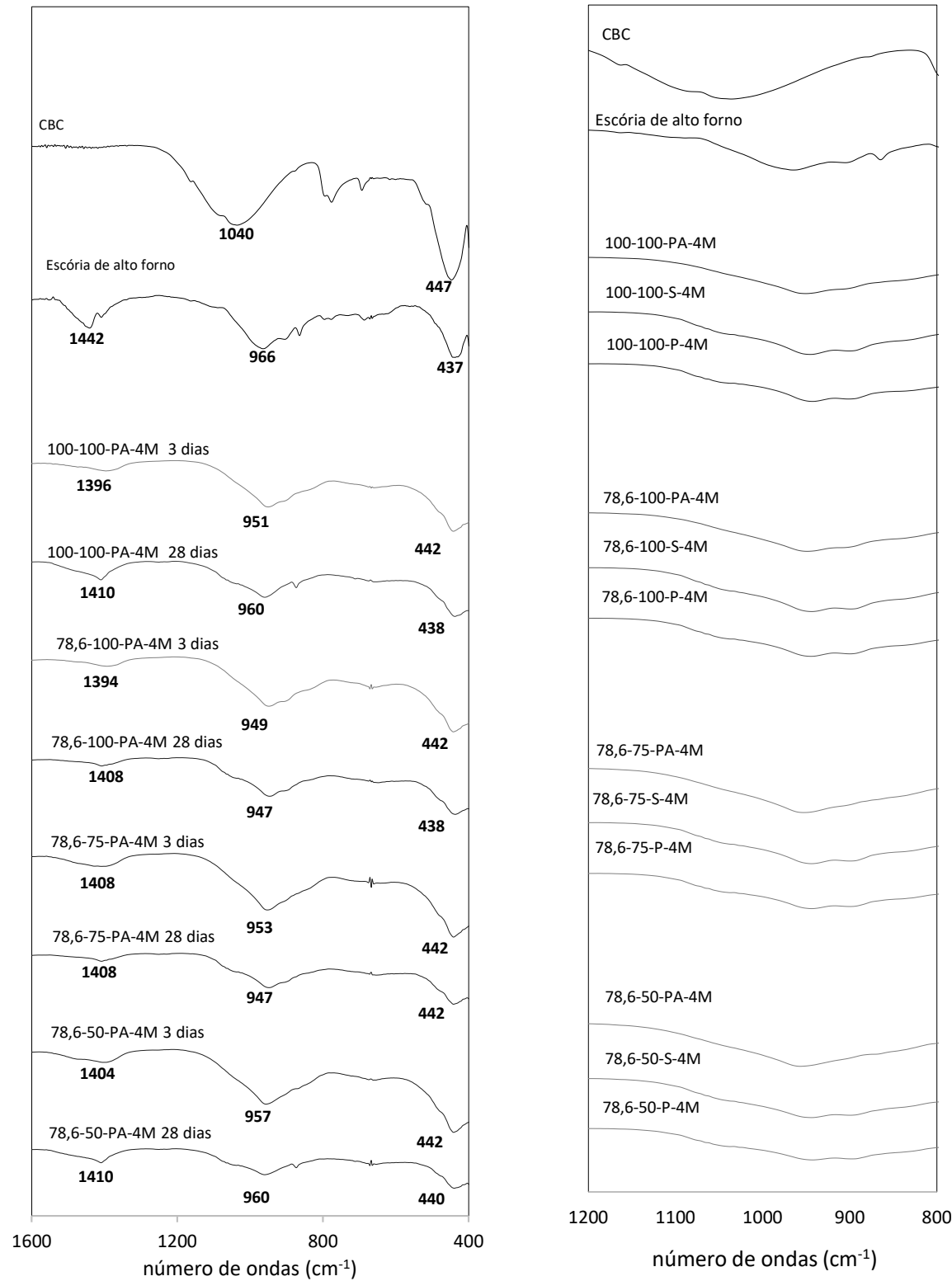
As bandas centradas próximos a 1400 cm^{-1} , corresponde as tensões assimétricas das ligações de O-C-O, dos grupos do CO_3 (calcita), indicado o início da carbonatação da amostra.

As bandas próximas a faixa de 950 cm^{-1} , correspondem as vibrações assimétricas de Si-O-Si e Si-O-Al. E as bandas na centradas nas faixas próximas a 440 cm^{-1} , estão relacionadas as vibrações por deformações internas das ligações Si-O-Si e Si-O-Al.

Não foram observadas diferenças significativas entre as pastas em relação à mudança de idade de cura e em relação às mudanças de reatividade, pureza e tipo de preparo da solução

ativadora. Todas as amostras apresentaram um pico centrado próximo a 950cm^{-1} . Comportamento similar foi observado por Moraes et al. (2018), no estudo da utilização da cinza da folha da cana-de-açúcar como fonte de silício para a produção da solução ativadora.

Figura 9. 3 - Espectros de FTIR das matérias-primas base (CBC e ESCC) e das pastas com a CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora após 3 e 28 dias de cura em câmara úmida



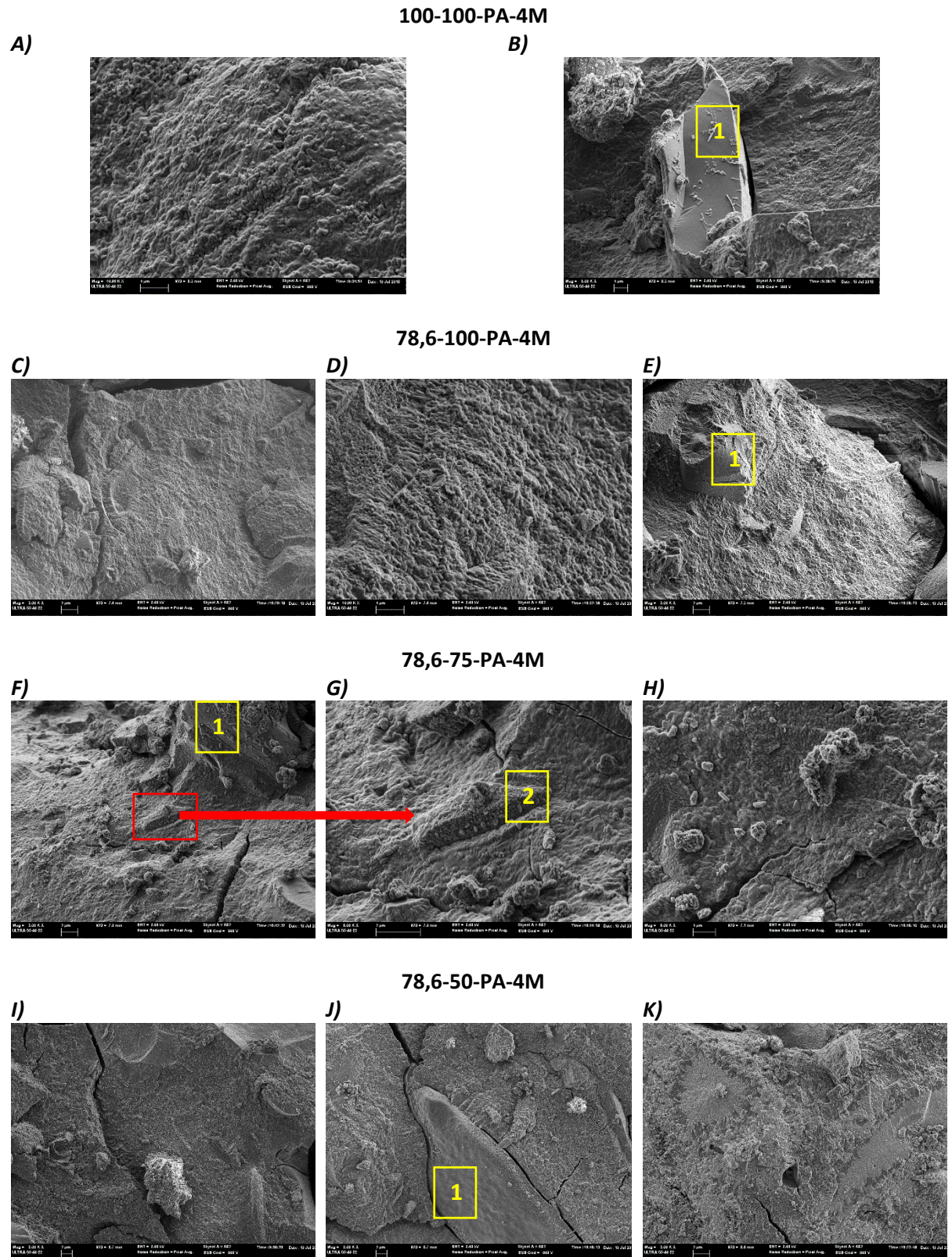
Fonte: Elaborado pela autora.

9.2.2.3 *Microscopia eletrônica de varredura (MEV)*

A Figuras 9.4, mostra as micrografias das amostras de pastas 100-100-PA-4M; 78,6-100-PA-4M; 78,6-75-PA-4M e 78,6-50-PA-4M os 90 dias.

Ao analisar a microestrutura das misturas, verifica-se uma estrutura bem uniforme e compacta. A densificação pode ser relacionada ao desenvolvimento dos géis do tipo N(C)-A-S-H. Ainda analisando a microestrutura das pastas produzidas, nota-se que a inserção da CBC, como silicato solúvel, reduziu a presença de estruturas cristalinas (em relação as matrizes estudadas no capítulo VIII). Observa-se ainda a presença de escória sem sofrer reação, envolvidas por géis amorfos (ponto 1 da figura 9.5) e na amostra 78,6-75-PA-4M, chama a atenção a presença de uma estrutura cristalina (ponto 2 da figura 9.5).

Figura 9. 4 – Micrografias para as pastas produzidas com concentração de 4M, ϵ igual a 0,5 e CBC como fonte de silício para a produção da solução ativadora aos 90 dias de cura



Fonte: Elaborado pela autora.

9.3 UTILIZAÇÃO DA CBC COMO ATIVADOR ALCALINO EM SISTEMA COM CONCENTRAÇÃO NAOH DE 8M

A tabela 9.5 apresenta as misturas avaliadas, quanto aos ensaios, as matrizes com concentração de 8M, foram avaliadas apenas quanto ao seu desempenho mecânico, para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias. Os traços 8M ESC e SS 8M ESC, foram utilizados como controle.

Tabela 9. 5 – Misturas produzidas utilizando a CBC com ativador alcalino, para uma concentração de 8M e ε igual a 0,5

Misturas
8M ESC
SS 8M ESC
100-100-PA-8M
78,6-100-PA-8M
78,6-75-PA-8M
78,6-50-PA-8M
100-100-S-8M
78,6-100-S-8M
78,6-75-S-8M
78,6-50-S-8M
100-100-P-8M
78,6-100-P-8M
78,6-75-P-8M
78,6-50-P-8M

Fonte: Elaborado pela autora.

9.3.1 Propriedades mecânicas

Segue na Tabela 9.6 abaixo os resultados de resistência mecânica à compressão (média e desvio padrão) dos corpos de prova ao longo do tempo de cura.

Tabela 9. 6 - Resistência à Compressão das argamassas ativadas alcalinamente com concentração de NaOH de 8M e relação SiO₂/Na₂O igual a 0,5

Misturas	3 dias		7 dias		28 dias		90 dias	
8M ESC	5,5	± 0,0	10,4	± 0,5	21,4	± 2,4	26,3	± 1,6
SS 8M ESC	9,1	± 0,4	34,7	± 0,2	52,3	± 0,2	59,7	± 0,9
100-100-PA-8M	9,0	± 0,2	12,2	± 0,1	22,2	± 0,4	31,1	± 0,2
78,6-100-PA-8M	10,7	± 0,2	10,8	± 0,2	24,4	± 0,1	32,6	± 0,2
78,6-75-PA-8M	12,2	± 0,4	14,0	± 0,1	29,3	± 0,1	31,1	± 0,4
78,6-50-PA-8M	13,4	± 0,3	14,3	± 0,3	31,1	± 0,2	42,4	± 0,6
100-100-S-8M	10,3	± 0,2	13,5	± 0,2	23,0	± 0,5	28,1	± 0,8
78,6-100-S-8M	10,8	± 0,2	16,2	± 0,2	25,6	± 0,5	27,5	± 1,1
78,6-75-S-8M	11,2	± 0,2	16,3	± 0,3	23,6	± 0,2	35,7	± 0,4
78,6-50-S-8M	15,7	± 0,3	22,8	± 0,4	31,8	± 0,6	37,5	± 2,8
100-100-P-8M	9,0	± 0,2	14,2	± 0,2	0,0	± 0,3	33,4	± 1,3
78,6-100-P-8M	9,9	± 0,1	15,3	± 0,2	0,0	± 0,5	36,8	± 0,8
78,6-75-P-8M	11,7	± 0,6	18,1	± 0,3	0,0	± 0,1	40,5	± 0,6
78,6-50-P-8M	13,5	± 0,2	18,6	± 0,2	0,0	± 0,8	39,9	± 0,6

Fonte: Elaborado pela autora.

De maneira geral a utilização da cinza do bagaço de cana-de-açúcar nos 12 sistemas estudados para a concentração de 8M, não superaram os valores de resistência mecânica à compressão do controle SS 8M ESC, em relação a esse controle teve-se apenas uma melhora nos valores de resistência à compressão na idade inicial, no entanto no desenvolvimento da resistência ao longo do tempo esse comportamento não foi reproduzido. Entretanto pode ser observado que ocorre uma melhora significativa no desenvolvimento mecânico quando compara os sistemas estudados com a matriz 8M ESC.

9.3.2 Uso do material inerte para comprovação da eficiência da CBC

A fim de comparar a efetividade do uso da CBC na produção da solução ativadora, foi utilizado um material inerte, denominado quartzo triturado ou areia fina natural com diâmetro variando entre 0,05mm a 0,3mm, no lugar da CBC, para a produção das argamassas que passaram pelo processo de pré-ativação (condição de tratamento a).

Quanto a nomenclatura, foi acrescentado a letra I, na frente dos nomes das misturas, para indicar o uso do material inerte.

Segue na Tabela 9.7 abaixo os resultados de resistência mecânica à compressão (média e desvio padrão) dos corpos de prova das argamassas ao longo do tempo de cura.

Tabela 9. 7 - Resistência à compressão das argamassas com o uso de inerte na produção da solução ativadora

Misturas	3 dias		7 dias		28 dias		90 dias	
8M ESC	5,5	± 0,0	10,4	± 0,5	21,4	± 2,4	26,3	± 1,6
SS 8M ESC	9,1	± 0,4	34,7	± 0,2	52,3	± 0,2	59,7	± 0,9
I100-100-PA-8M	7,3	± 0,2	10,8	± 0,2	15,4	± 0,5	28,3	± 0,8
I78,6-100-PA-8M	7,7	± 0,2	10,7	± 0,2	19,3	± 0,5	30,8	± 1,1
I78,6-75-PA-8M	6,8	± 0,2	9,5	± 0,3	18,6	± 0,2	28,9	± 0,4
I78,6-50-PA-8M	6,7	± 0,3	10,0	± 0,4	19,5	± 0,6	28,4	± 2,8

Fonte: Elaborado pela autora.

Para quaisquer condições de reatividade e pureza considerado e de idade de cura, o material inerte adicionado no processo de produção da solução ativadora, a resistência à compressão não supera os valores de tensão da amostra SS 8M ESC, que é o controle, além dos 4 sistemas estudado apresentarem valores de resistência mecânica praticamente iguais para todas as idades de cura, confirmando a ineficiência do material inerte na solução em substituição ao silicato de sódio na proporção SiO_2/Na_2O igual a 0,5.

Comparando os valores mecânicos dos corpos de provas que apresentam CBC e Inerte (Tabela 9.6 e Tabela 9.7, respectivamente) na composição da solução alcalina, nota-se que o inerte na composição promove uma redução dos valores mecânicos entre 9 a 12% em relação as amostras com CBC, aos 90 dias de cura. A redução dos valores mecânicos está relacionada com a comprovação da inatividade da areia (material inerte) nas misturas.

9.4 CONCLUSÕES

Conclui-se que:

- A utilização da CBC como fonte de silício para produzir a solução alcalina, mostrou-se eficiente para a concentração de NaOH de 4M e relação $\mathcal{E}$ igual a 0,5 e tendo como precursor sólido a escória de alto forno;
- As matrizes estudadas apresentaram valores mecânicos semelhantes a matriz ativada com silicato de sódio e exibiram a formação de uma microestrutura compacta e amorfa;

- Conforme Moraes et al. (2018) a dissolução do NaOH na água facilita a dissolução da sílica presente na cinza utilizada. O uso da garrafa térmica para potencializar a dissolução da CBC, mostrou-se promissora para as idades de 3 dias, obtendo-se resistência superior a 30MPa aos 3 dias de cura em câmara úmida. No entanto para as idades mais longas, o processo de produção da solução ativadora não é o fator determinante, uma vez que se consegue chegar em valores mecânicos similares utilizando os três métodos propostos e;
- As misturas com concentração de 8M, apresentaram comportamento mecânico reduzidos em relação a mistura produzida com silicato de sódio, entretanto as misturas apresentaram um comportamento eficaz em relação às misturas ativadas apenas com NaOH.
- A análise mecânica dos corpos de provas que apresentaram o uso do material inerte em substituição ao silicato de sódio, na produção da solução alcalina, confirma a eficácia do uso da CBC como ativador alcalino, nota-se ainda que os valores mecânicos das amostras com inerte, correspondem a dosagem das argamassas apenas com NaOH na composição da solução alcalina.

REFERÊNCIAS

DUXSON, P.; MALLICOAT, S.W.; LUKEY, G.C.; KRIVEN, W.M.; VAN DEVENTER, J.S.J. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**. 292 (2007) 8 – 20.

MORAES, J.C.B.; FONT, A.; SORIANO, L.; AKASAKI, J.L.; Tashima, M.M.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M.V.; PAYÁ, J.. New use of sugar cane straw ash in alkali-activated materials: A silica source for the preparation of the alkaline activator. **CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS**, v. 171, p. 611-621, 2018.

PACHECO-TORGAL, F.; CASTRO-GOMES, J.; JALALI, S.. Alkali-activated binders: A review. Part 2. About materials and binders manufacture, **Construction and Building Materials**. 22 (2008) 1315–1322.

10 CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS

Tendo-se em vista que o objetivo desta pesquisa foi avaliar a viabilidade do uso da cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBC) na produção de aglomerantes ativados alcalinamente, em sistemas de CBC e escória de alto-forno, conclui-se que:

O princípio da análise da viabilidade do uso da CBC, se deu realizando o estudo de reatividade pozolânica da CBC, iniciou-se aplicando o novo método baseado no monitoramento do pH e condutividade elétrica criado por Tashima et al. (2014). Após os sete dias de monitoramento das suspensões de hidróxido de cálcio / CBC, por meio de medidas de pH e condutividade e pelos parâmetros propostos de tempo de insaturação e perda de condutividade, tem-se que a cinza do bagaço de cana-de-açúcar apresenta baixa reatividade, apresentando melhores comportamentos mecânicos a idades mais prolongadas e a altas temperaturas (igual ou superior a 50°C).

O método de Frattini também confirmou a baixa reatividade da cinza, no entanto a partir da análise termogravimétrica e do FTIR, pode ser observado que a CBC contribui para a formação de novos produtos hidratados em sistemas de cal/CBC e CIMENTO Portland / CBC. No entanto é evidente a limitação da proporção de CBC nesses sistemas, para que não ocorra prejuízo nas matrizes.

A partir dos estudos mecânicos das argamassas de cimento Portland/CBC, pode afirmar que a porcentagem ótima de substituição de cimento Portland por CBC está na faixa entre 10% e 20%, obtendo-se argamassas com resistência mecânica superiores a 45MPa.

Logo, baseado nas análises anteriores, a cinza (teor de 25% em relação a escória de alto forno) foi aplicada como fonte de aluminossilicato na preparação de aglomerantes ativados alcalinamente, que era o objetivo principal da pesquisa. A partir das características estudadas da cinza e das pastas apresentou grande potencial para esse tipo de aplicação.

Ressalta-se que:

Trabalhou-se apenas com a cura a 25°C e umidade superior a 95%, e como hidróxido alcalino foi utilizado o NaOH. Ao analisar a influência da concentração do ativador alcalino, observa-se que concentrações muito baixas comprometem no desenvolvimento mecânico nas primeiras idades. As argamassas ativadas alcalinamente, com concentrações entre 3 e 5M, foram as concentrações que apresentaram teores ótimos, uma vez que os valores mecânicos foram máximos. E o excesso de NaOH, para os sistemas de escória de alto forno e CBC afetam na evolução da resistência mecânica nas idades mais longas, como é bem visível no caso das matrizes com 8M de NaOH.

As argamassas ativadas alcalinamente com soluções de silicato de sódio e NaOH, apresentaram um aumento significativo nas propriedades mecânicas. No entanto o uso e a produção do silicato de sódio, pode tornar a produção desse tipo de matriz onerosa. Logo a substituição do silicato de sódio pela cinza de bagaço de cana-de-açúcar, se mostrou eficaz, uma vez que se conseguiu resultados similares e até superiores em relação as matrizes com silicato. Observa-se que para o uso da CBC, como ativador alcalino deve-se levar em consideração a quantidade de material insolúvel e a pureza da cinza.

Os produtos das reações de geopolimerização, tais como os géis amorfos do tipo N(C)-A-S-H, puderam ser observados nos ensaios microestruturais, confirmando a reatividade da CBC em sistemas ativados alcalinamente.

Logo, a utilização da CBC, mesmo em proporção limitada e com o melhor desempenho mecânico para idades mais longas, é uma fonte alternativa para a produção de novos aglomerantes, contribuindo favoravelmente para a sustentabilidade ambiental, uma vez que se retira o resíduo agroindustrial que poderia ser um contaminante ao meio ambiente e o utiliza em aplicações na construção civil, valorizando o resíduo e minimizando o uso de fontes não renováveis.

11 PROPOSTAS PARA ESTUDOS FUTUROS

Com o propósito de ampliar o conhecimento sobre as matrizes ativadas alcalinamente, a partir dos estudos apresentados neste trabalho, propõe-se:

- Realizar a análise mecânica das matrizes geopoliméricas a base de escória e CBC para idades superiores a 90 dias, de modo a avaliar o comportamento mecânico e de durabilidade desses novos materiais a prazos longos;
- Estudo do comportamento das argamassas ativadas alcalinamente, variando as condições de cura, como por exemplo submeter as amostras a cura térmica, uma vez que todas as amostras estudadas foram curadas apenas em câmara úmida com umidade superior a 95% e temperatura controlada de 25°C;
- Vale ressaltar a importância da realização de estudos de durabilidade, tais como ataques de ácidos e sulfatos, estudos de retração, carbonatação e eflorescência;
- Aplicação das matrizes estudadas no desenvolvimento de concreto e elementos estruturais.

APÊNDICES

Como visto nos quatro últimos capítulos, o estudo de aglomerantes ativados alcalinamente é abrangente. Nos apêndices 1, 2 e 3, são apresentados os estudos iniciais de matrizes ativadas alcalinamente, que foram desenvolvidos ao longo do doutorado.

APÊNDICE A – ATIVADOR ALCALINO

I.1. Considerações gerais

Nas dosagens das pastas e argamassas ativadas alcalinamente produzidas ao longo do trabalho, foram utilizados para a produção da solução alcalina, o hidróxido de sódio (NaOH), de elevada pureza e de comercialização mais restrita. O valor agregado ao produto devido ao alto controle de qualidade, pode encarecer a produção das matrizes cimentícias. Uma opção barata, acessível e viável é a utilização da soda cáustica, nome popular dado aos produtos à base de NaOH, comumente encontrada no mercado comercial brasileiro, a um custo mais baixo.

I.2. Resultados mecânicos

Foi realizado a comparação do comportamento mecânico de argamassas ativadas alcalinamente a base de escória de alto forno, utilizando os dois tipos de ativadores.

Na tabela I.1, tem-se a composição química fornecida pelo fabricante, da soda cáustica utilizada na validação da investigação.

Tabela I. 1 – Composição química da soda cáustica

Nome do Produto	Composição	pH	Densidade	Solubilidade em água
Soda Cáustica	Hidróxido de Sódio Cloreto de Sódio Carbonato de Sódio	13 - 14	2,13 g/cm ³	109 g/100mL a 20°C

Fonte: Fabricante (Dalila Saneantes)

Para a comparação entre os ativadores foi utilizada uma argamassa de relação areia/escória igual a 2,5, relação água/escória igual a 0,45 e concentração da solução da 4M.

As amostras foram curadas em câmara úmida e foram submetidas a ensaio de resistência à compressão para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias, conforme mostra os dados da tabela I.2.

Tabela I. 2 - Resistência mecânica à compressão.

Traços	Resistência à compressão (MPa)			
	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
4MESC	17,8 ± 0,5	27,7 ± 0,4	46,2 ± 0,8	57,7 ± 0,5
SODA - 4MESC	14,5 ± 0,1	33,8 ± 0,5	55,1 ± 0,4	57,9 ± 0,2

Fonte: Elaborado pela autora

A figura I.1, mostra R, a relação da resistência à compressão das amostras de argamassas produzidas com soda cáustica em relação a resistência da argamassa produzida com o NaOH de venda mais restrita.

Observa-se que para 90 dias o valor de resistência se iguala, tendo a relação R valor igual a 1. R está descrito na equação I.1:

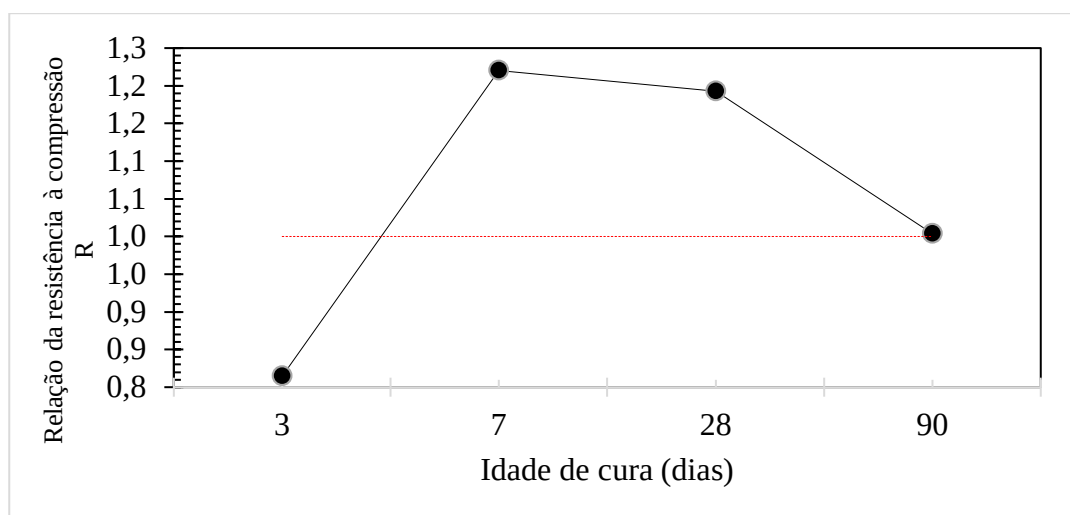
$$R = \frac{R_{\text{ativador controle}}}{R_{\text{ativador Soda Caustica}}} \quad \text{Equação I.1}$$

Onde:

$R_{\text{ativador controle}}$ – Resistência à compressão da amostra controle e

$R_{\text{ativador Soda Caustica}}$ - Resistência à compressão da amostra produzida com soda caustica

Figura I. 1– Relação $R_{\text{(ativador controle)}}/R_{\text{(ativador Soda Caustica)}}$



Fonte: Elaborado pela autora.

I.3. Conclusão

Logo a utilização da soda cáustica pode ser uma opção viável, e de baixo custo, principalmente na produção de grandes volumes de aglomerantes ativados alcalinamente. No entanto apesar do bom comportamento mecânico determinado e da vantagem econômica mencionada, a soda caustica comumente encontrada no comércio brasileiro apresenta em sua composição o cloreto de sódio e sabe-se que a presença de sais nos compósitos cimentícios está relacionado a menor resistência à compressão, além de promover um comportamento expansivo nas matrizes após o início de pega. Portanto, o desempenho das argamassas no estado endurecido deve ser aprofundado.

APÊNDICE B - SISTEMA TERNÁRIO: USO DO CIMENTO PORTLAND

II.1. Aspectos gerais

Um outro estudo preliminar realizado foi a utilização do cimento Portland CP V ARI (Cimento Portland de Alta Resistência Inicial) na composição das matrizes ativadas alcalinamente a base de escória e CBC, o sistema foi denominado de sistema ternário.

O objetivo deste estudo preliminar foi analisar a influência do uso do cimento Portland na resistência mecânica, principalmente nas idades iniciais das argamassas ativadas alcalinamente.

As variáveis aplicadas foram:

- a) Variação da porcentagem do cimento Portland nas misturas: 10% e 20% em massa;
- b) Variação da concentração molar: 2, 4 e 8M e
- c) Variação da porcentagem da CBC nas misturas: 0, 10, 20 e 30%.

Definido os parâmetros, foram produzidas argamassas de dimensão 5x5x5 cm, com relação de *agregado miúdo*/ (*escória de alto forno* + *CBC* + *cimento Portland*) igual a 2,5, e a relação de *água*/ (*escória de alto forno* + *CBC* + *cimento Portland*) igual a 0,45.

Na preparação da argamassa, realizou-se uma mistura prévia de todos os sólidos (cimento Portland + escória de alto forno + CBC) e posteriormente seguiu os passos descritos no capítulo IV para a produção das argamassas.

As argamassas foram submetidas a ensaios de resistência à compressão para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias.

A cura das argamassas foi realizada em câmara úmida com umidade e temperatura controlada.

A nomenclatura adota para os sistemas foram: T ESC – CBC – CIM – XM.

Onde:

T – Corresponde ao sistema ternário;

ESC – a porcentagem em massa da escória de alto forno;

CBC – a porcentagem em massa da cinza de bagaço de cana-de-açúcar;

CIM – a porcentagem em massa do cimento Portland e;

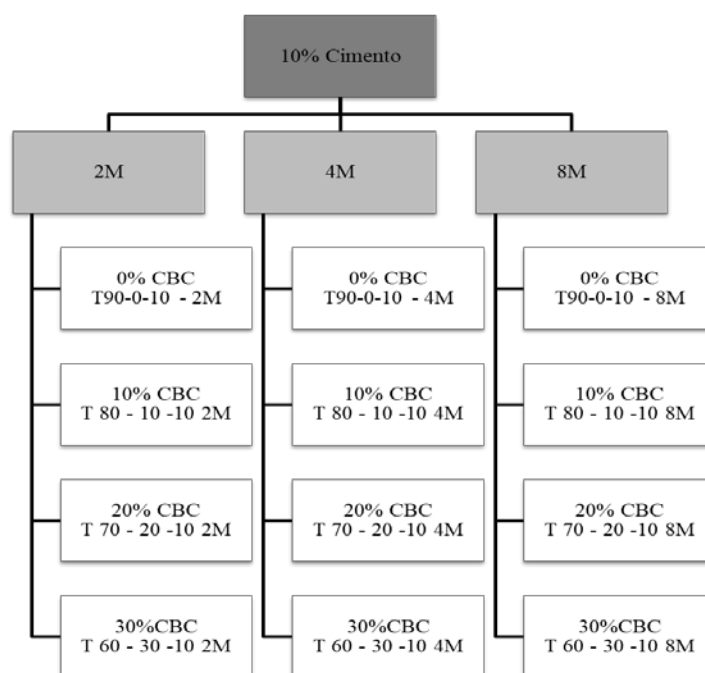
XM – X corresponde a concentração molar da amostra e M é igual a molar.

Foi utilizado como ativador alcalino o hidróxido de sódio (NaOH).

II.2. Sistema ternário com 10% de cimento Portland

A figura II.1 abaixo mostra de modo esquemático as dosagens estudadas

Figura II. 1– Dosagens dos sistemas ternários com 10 % de cimento na composição



Fonte: Elaborado pela autora

A tabela II.1 apresenta os valores de resistência à compressão para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias para os sistemas.

Tabela II. 1– Resistência à compressão para os sistemas ternários com 10% de cimento na composição

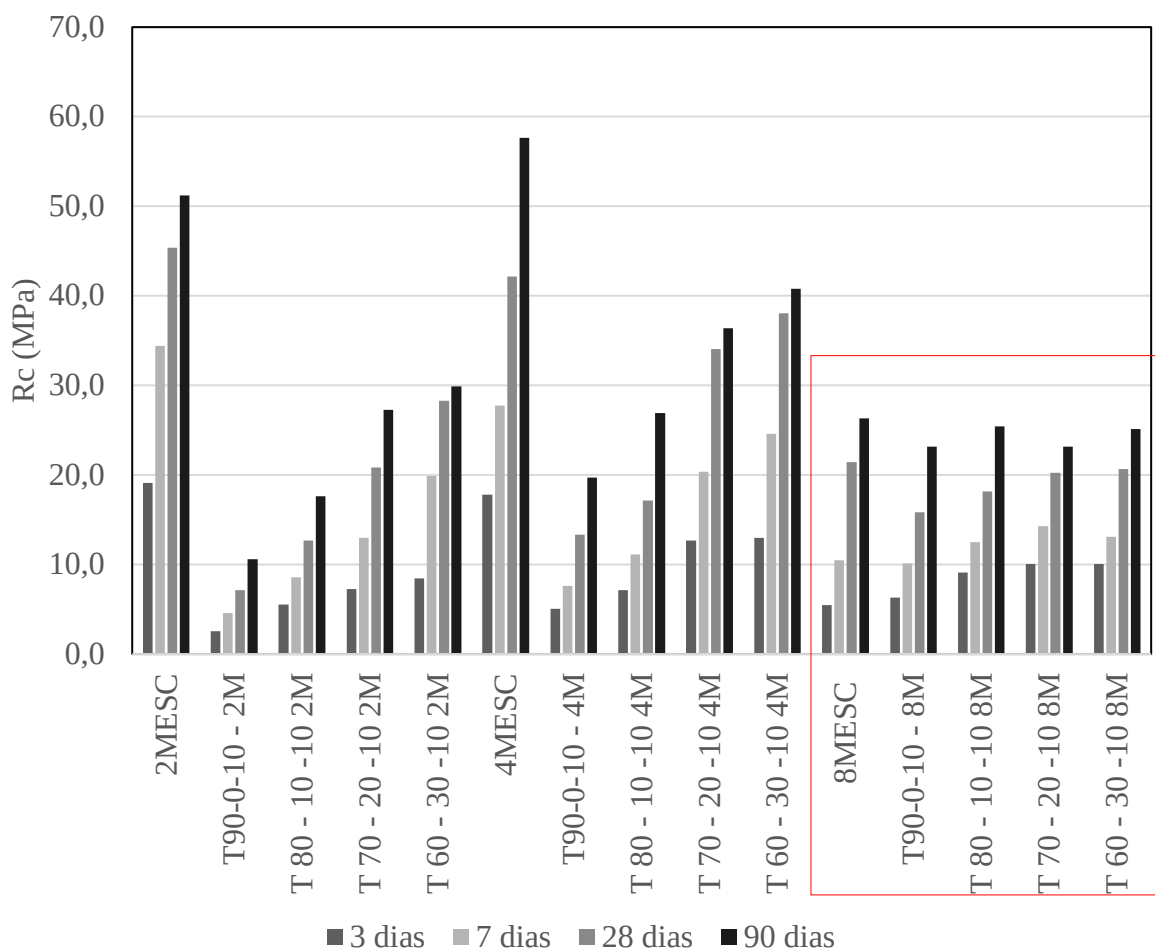
Misturas	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
CIM	31,8 ± 0,9	38,5 ± 1,2	46,6 ± 0,5	47,8 ± 2,6
2MESC	19,1 ± 0,2	34,4 ± 0,2	45,4 ± 0,3	51,2 ± 0,3
T90-0-10 - 2M	2,6 ± 0,3	4,6 ± 0,3	7,1 ± 0,4	10,6 ± 0,2
T 80 - 10 -10 2M	5,5 ± 0,1	8,6 ± 0,1	12,7 ± 0,2	17,6 ± 0,2
T 70 - 20 -10 2M	7,3 ± 0,2	13,0 ± 0,0	20,8 ± 0,7	27,3 ± 0,1
T 60 - 30 -10 2M	8,5 ± 0,7	19,9 ± 0,1	28,3 ± 0,4	29,9 ± 0,6
4MESC	17,8 ± 0,5	27,7 ± 0,4	42,2 ± 5,7	57,7 ± 0,5
T90-0-10 - 4M	5,0 ± 0,3	7,6 ± 0,1	13,3 ± 0,3	19,7 ± 0,1
T 80 - 10 -10 4M	7,1 ± 0,2	11,1 ± 0,4	17,1 ± 0,5	26,9 ± 0,5
T 70 - 20 -10 4M	12,7 ± 0,5	20,4 ± 0,2	34,1 ± 0,5	36,4 ± 1,1
T 60 - 30 -10 4M	12,9 ± 0,2	24,6 ± 0,2	38,0 ± 0,4	40,8 ± 0,4
8MESC	5,5 ± 0,0	10,4 ± 0,5	21,4 ± 2,4	26,3 ± 1,6
T90-0-10 - 8M	6,3 ± 0,2	10,1 ± 0,1	15,8 ± 0,3	23,1 ± 0,3
T 80 - 10 -10 8M	9,1 ± 0,5	12,5 ± 0,4	18,1 ± 0,4	25,4 ± 0,4
T 70 - 20 -10 8M	10,1 ± 0,7	14,3 ± 0,2	20,3 ± 0,2	23,2 ± 0,4
T 60 - 30 -10 8M	10,1 ± 0,1	13,1 ± 0,5	20,7 ± 0,1	25,1 ± 0,1

Fonte: Elaborado pela autora.

A fim de comparação foi inserido na tabela anterior dados da argamassa convencional, produzida apenas com cimento Portland, e com relação a/c igual a 0,45. Além dos traços com apenas escórias para as concentrações de 2, 4 e 8M.

A figura II.2, apresenta os dados de resistência em forma de gráfico, facilitando a visualização do desenvolvimento mecânico.

Figura II. 2– Representação gráfica dos valores de resistência à compressão para os sistemas ternários com 10% de cimento na composição



Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se que quando a mistura tem apenas escória de alto forno e cimento Portland na sua composição, o sistema com concentração de 8M foi o que apresentou o melhor comportamento (aumento de 17% em relação ao 4M aos 28 dias).

Mantendo as misturas com o cimento Portland constante e igual a proporção de 10% e substituindo 10% da escória de alto forno por CBC, a concentração de 4 e 8M apresentaram comportamentos similares.

Conservando 10% de cimento Portland e substituindo 20% da escória de alto forno por CBC, os sistemas com as concentrações de 2M e 8M, tiveram comportamentos similares aos 28 dias (20,8MPa – T70-20-10 2M e 20,3MPa – T70-20-10 8M).

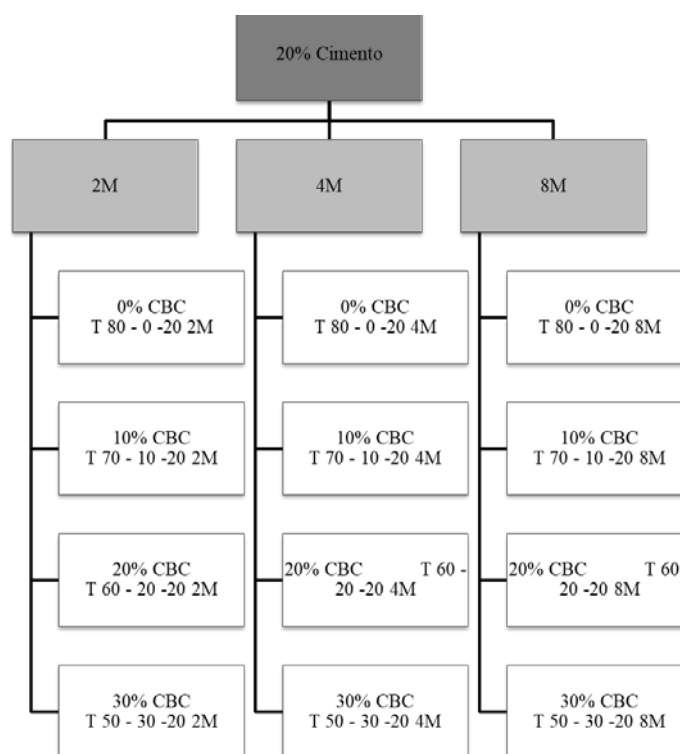
As argamassas com 10% de cimento Portland e 30 ou 20% de CBC na composição, para uma concentração de 4M, foram as misturas que apresentaram os melhores resultados mecânicos aos 28 e 90 dias.

Quando se realiza a comparação dos sistemas ternários, com o traço produzido apenas com cimento Portland (traço: CIM), tem-se valores inferiores de resistência mecânica para todos os sistemas ternários ativados alcalinamente.

II.3. Sistema ternário com 20% de cimento Portland

A figura II.3 a seguir apresenta de modo esquemático as dosagens estudadas para os sistemas ternários com 20% de cimento Portland na composição.

Figura II. 3– Dosagens dos sistemas ternários com 10 % de cimento na composição



Fonte: Elaborado pela autora.

A tabela II.2 exibe os valores de resistência à compressão para as idades de 3, 7, 28 e 90 dias para os sistemas com 20% de cimento Portland na composição.

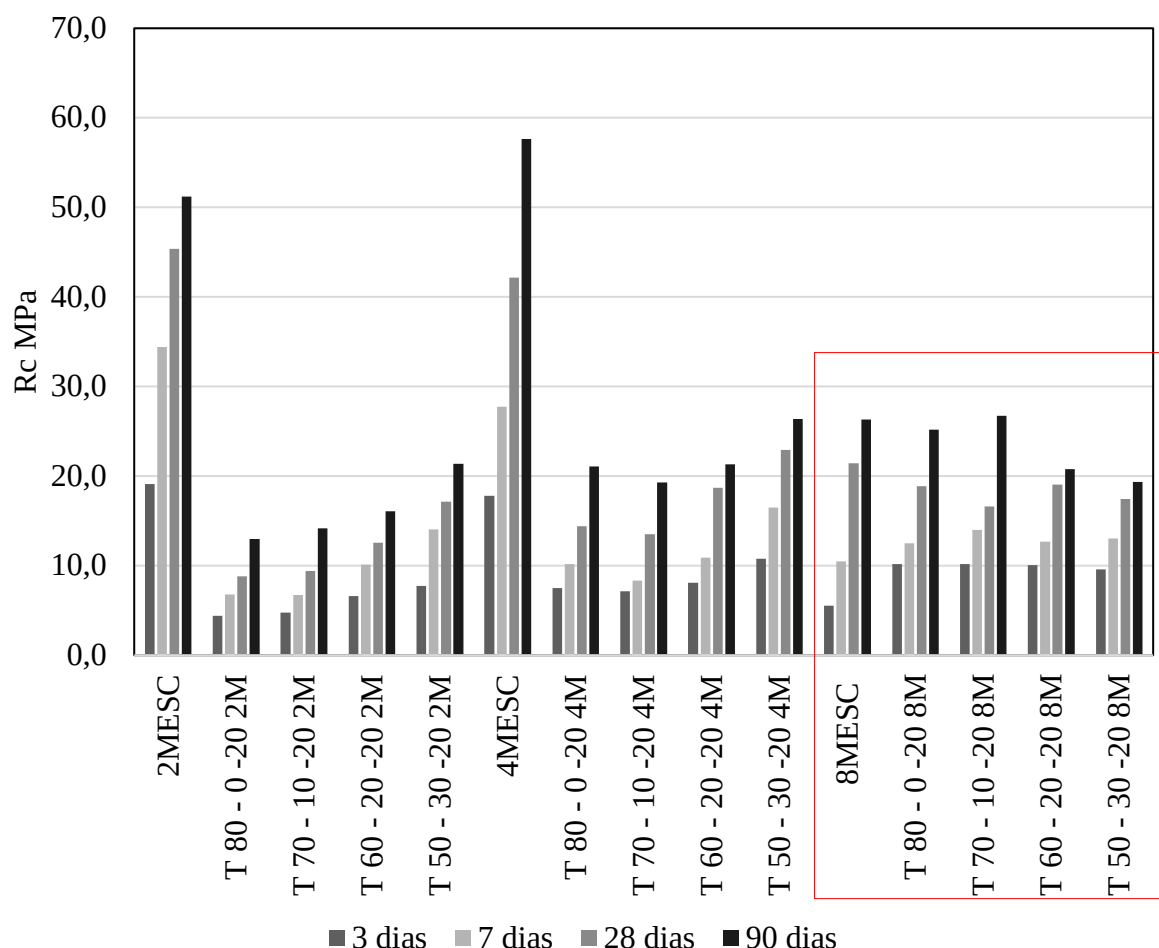
Tabela II. 2– Resistência à compressão para os sistemas ternários com 20% de cimento na composição

Misturas	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias
CIM	31,8 ± 0,9	38,5 ± 1,2	46,6 ± 0,5	47,8 ± 2,6
2MESC	19,1 ± 0,2	34,4 ± 0,2	45,4 ± 0,3	51,2 ± 0,3
T 80 - 0 -20 2M	4,4 ± 0,3	6,8 ± 0,2	8,8 ± 0,3	13,0 ± 0,1
T 70 - 10 -20 2M	4,8 ± 0,3	6,7 ± 0,2	9,4 ± 0,2	14,2 ± 0,2
T 60 - 20 -20 2M	6,6 ± 0,1	10,1 ± 0,1	12,6 ± 0,2	16,1 ± 0,5
T 50 - 30 -20 2M	7,7 ± 0,3	14,1 ± 0,1	17,2 ± 0,3	21,4 ± 0,3
4MESC	17,8 ± 0,5	27,7 ± 0,4	42,2 ± 5,7	57,7 ± 0,5
T 80 - 0 -20 4M	7,5 ± 0,1	10,2 ± 0,1	14,4 ± 0,3	21,1 ± 0,2
T 70 - 10 -20 4M	7,1 ± 0,2	8,3 ± 0,5	13,5 ± 0,2	19,3 ± 0,1
T 60 - 20 -20 4M	8,1 ± 0,0	10,9 ± 0,2	18,7 ± 0,3	21,3 ± 0,3
T 50 - 30 -20 4M	10,8 ± 0,1	16,5 ± 0,3	22,9 ± 0,2	26,4 ± 0,3
8MESC	5,5 ± 0,0	10,4 ± 0,5	21,4 ± 2,4	26,3 ± 1,6
T 80 - 0 -20 8M	10,2 ± 2,0	12,5 ± 0,6	18,8 ± 0,1	25,2 ± 0,2
T 70 - 10 -20 8M	10,2 ± 0,4	14,0 ± 0,4	16,6 ± 0,6	26,7 ± 0,3
T 60 - 20 -20 8M	10,1 ± 0,6	12,7 ± 0,2	19,1 ± 0,2	20,8 ± 0,2
T 50 - 30 -20 8M	9,6 ± 0,3	13,0 ± 0,2	17,4 ± 0,1	19,4 ± 0,2

Fonte: Elaborado pela autora.

A figura II.4, exibe os dados de resistência a compressão.

Figura II. 4– Representação gráfica dos valores de resistência à compressão para os sistemas ternários com 20% de cimento na composição



Fonte: Elaborado pela autora.

Mantendo 20% de cimento e substituindo 20% da escória por CBC, as concentrações 4M e 8M tem comportamentos similares aos 28 dias (18,7MPa – T60-20-20 4M e 19,1MPa – T60-20-20 8M).

Nota-se que para os sistemas ternários, com concentração de 8M, a utilização do cimento Portland mostrou-se viável, tanto para a mistura com 10% e 20% em massa de cimento Portland na composição. Obteve-se valores de resistência à compressão similar ao controle (8MESC), aos 90 dias.

Observa-se ainda que para a idade de 3 dias, todos esses sistemas ternários, com concentração de 8M, apresentaram valores mecânicos superiores aos sistemas com concentração de 2 e 4M, o que pode indicar que o uso do cimento Portland, do modo que foi empregado, tem uma boa atuação nas misturas com altas concentrações de hidróxido de sódio.

II.4. Conclusões

Observando os dados mecânicos dos sistemas, conclui-se que:

- De todos os sistemas ternários estudados, os mais viáveis em relação ao comportamento mecânico são os sistemas T70-20-10 4M e T60-30-10 4M, que apresentaram valores superiores a 35MPa aos 90 dias e chegaram próximos aos valores dos traços controle, além de possibilitarem o uso de altos teores de cinza de bagaço de cana-de-açúcar em suas composições e;
- O cimento Portland, no modo que foi utilizado não atuou nas primeiras idades, conforme previsto, uma das hipóteses que pode ser levantada, é que o sistema de produção das argamassas ativadas alcalinamente adotada na pesquisa, tenha alterado diretamente a hidratação do cimento Portland. Observa-se que as matrizes com concentrações de 2M, apresentaram valores de resistência mecânica inferiores a 3MPa, para alguns sistemas aos 3 dias de cura.
- Para misturas com concentrações altas de hidróxido de sódio (NaOH), o sistema ternário mostrou-se uma opção viável, para todas as idades de cura e proporções de CBC e cimento Portland estudada.

APENDICE C – INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NAS MATRIZES ATIVADAS ALCALINAMENTE

III.1. Considerações gerais

O último estudo preliminar realizado foi a avaliação da influência das altas temperaturas nas matrizes ativadas alcalinamente a base de escória de alto forno após 90 dias de cura a temperatura ambiente. Com o intuito inicial de analisar o comportamento, trabalhou-se apenas com as matrizes tendo como precursores sólidos apenas a escória de alto forno.

Para a pesquisa foram estudados 5 traços. A nomenclatura pode ser vista na tabela III.1 abaixo.

Tabela III. 1– Dosagem para o estudo da influência da temperatura

Nomenclatura das misturas	Concentração molar do NaOH (mol/l)	Relação ϵ ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$)
CIM	-	-
4MESC	4	0
8MESC	8	0
SS4MESC	4	0,5
SS8MESC	8	0,5

Fonte: Elaborado pela autora.

Trabalhou-se com argamassas de dimensão 4x4x16 cm, com relação de *agregado miúdo/ escória de alto forno* igual a 2,5, e a relação de *água/ escória de alto forno*, igual a 0,45. Todas as argamassas foram curadas em câmara úmida a 25°C e a umidade superior a 95%, e ensaiadas a resistência à compressão nas idades de 28 e 90 dias. Aos 90 dias iniciou-se o tratamento térmico.

O tratamento térmico consistiu em submeter os corpos de provas a temperatura de 60°C e 105°C em estufa, até a constância da massa. Após a etapa de secagem das amostras, realizou-se ensaio de resistência a compressão de modo a analisar a perda/ganho de resistência e também foi realizado ensaio de absorção.

O ensaio de absorção de água por ascensão capilar foi feito utilizando-se a metodologia descrita na NBR 9779 (2012). Os corpos de prova de argamassa foram mantidos em uma lâmina

d'água constante a 5 ± 1 mm acima da sua face inferior. Foram realizadas medidas com 3, 6, 24, 48 e 72 horas de imersão, sendo o índice de absorção capilar expresso pela Equação III.1.

$$C = \frac{A-B}{S} \quad \text{Eq. III.1}$$

Onde:

C - Absorção de água por capilaridade em g/cm²;

A - Massa do corpo de prova que permanece com uma das faces em contato com a água durante um período de tempo especificado;

B - Massa do corpo de prova seco;

S - área da seção transversal do corpo de prova.

III.2. Resultados mecânicos

A tabela III.2 apresenta os valores de resistência mecânica das argamassas estudadas. Na segunda e terceira coluna são apresentados os valores de resistência à compressão das amostras curadas em câmara úmida nas idades de 28 e 90 dias respectivamente. Na quarta e quinta coluna temos os valores de mecânicos após os 90 dias de cura, as amostras passaram por tratamento térmico, respectivamente 60°C e 105°C.

Tabela III. 2 – Evolução da resistência mecânica das amostras de argamassas submetidas a altas temperaturas

Nomenclatura das misturas	Valores médios de resistência à compressão (MPa)											
	28 Dias – 25°C			90 dias – 95°C			60°C			100°C		
	Rc (MPa)	±	σ (MPa)	Rc (MPa)	±	σ (MPa)	Rc (MPa)	±	σ (MPa)	Rc (MPa)	±	σ (MPa)
CIM	46,6	± 0,5		47,8	± 2,6		51,8	± 0,3		54,0	± 0,3	
4MESC	37,0	± 1,5		43,5	± 0,7		19,8	± 0,7		21,8	± 0,7	
8MESC	22,4	± 2,3		26,7	± 1,4		33,9	± 1,1		28,6	± 1,0	
SS4MESC	67,7	± 0,8		62,2	± 1,7		44,6	± 0,7		49,7	± 1,2	
SS8MESC	51,1	± 0,9		42,5	± 0,5		18,7	± 0,6		13,1	± 0,5	

Fonte: Elaborado pela autora.

Analizado a tabela anterior, de modo geral as argamassas ativadas alcalinamente apresentaram queda de resistência para as duas temperaturas estudadas, comportamento não

observado na matriz de cimento Portland que apresentou uma evolução dos valores mecânicos ao longo do tratamento térmico.

III.3. Absorção por capilaridade

As tabelas III.3 e III.4, apresentam os valores de absorção por capilaridade para as argamassas.

Tabela III. 3– Absorção de água por capilaridade de argamassas submetidas a tratamento térmico de 60°C

Nomenclatura das misturas	Absorção por capilaridade (g/cm ²) – 60°C				
	3 horas	6 horas	24 horas	48 horas	72 horas
CIM	0,4	0,49	0,81	0,86	1,2
4MESC	0,84	1,25	2,16	2,36	2,37
8MESC	1,20	1,63	2,34	2,37	2,56
SS4MESC	0,55	0,69	1,07	1,50	1,74
SS8MESC	1,15	1,61	2,06	2,18	2,20

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela III. 4– Absorção de água por capilaridade de argamassas submetidas a tratamento térmico de 105°C

Nomenclatura das misturas	Absorção por capilaridade (g/cm ²) – 105°C				
	3 horas	6 horas	24 horas	48 horas	72 horas
CIM	0,19	0,29	0,70	0,76	1,11
4MESC	0,80	1,07	1,76	1,87	2,65
8MESC	1,04	1,42	2,49	2,91	2,94
SS4MESC	0,42	0,53	1,00	1,57	1,69
SS8MESC	0,53	0,69	1,27	1,78	1,94

Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando de modo geral, o tratamento térmico de 105°C, retardou a taxa da ascensão de água. As amostras com concentração de 8M de NaOH, apresentaram as maiores taxas de capilaridade, esse fenômeno está relacionado com os valores mecânicos, já que concentrações

altas de NaOH, em aglomerantes a base de escória de alto forno, apresentam resistência mecânica menores.

III.4. Conclusões

A partir dos dados mecânicos e de capilaridade, conclui-se que:

- Como apresentando no início, trata-se de um estudo preliminar, logo a refinação dos dados é necessária, mas o estudo se mostra promissor uma vez que a temperatura altera a estrutura das argamassas ativadas alcalinamente, de modo a promover a queda da resistência mecânica.
- A perda de resistência mecânica indica que parte da água permanece no aglomerante endurecido, mantendo a característica de gel dos aglomerantes ativados alcalinamente, quando ocorre o aquecimento da amostra, ocorre conseqüentemente alteração na estrutura.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 9778**: argamassa e concreto endurecidos – determinação da absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2009. 4 p.