



UNIVERSIDADE DO VALE DO RIO DOS SINOS
CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DO
POTENCIAL POZOLÂNICO DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA
DE CERÂMICA VERMELHA**

LUCAS DEIVID SEBASTIANY

São Leopoldo, Setembro de 2014.

LUCAS DEIVID SEBASTIANY

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DO
POTENCIAL POZOLÂNICO DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA
DE CERÂMICA VERMELHA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade do Vale do Rio dos Sinos - UNISINOS como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Claudio de Souza Kazmierczak
Co-Orientadora: Prof^ª. Dra. Marlova Piva Kulakowski

Banca examinadora: Prof. Dr. Mauricio Mancio
Prof. Dr. Geraldo Cechella Isaia

São Leopoldo, Setembro de 2014.

S443a Sebastiany, Lucas Deivid.
Avaliação de métodos de determinação do potencial
pozolânico de resíduos da indústria de cerâmica vermelha /
Lucas Deivid Sebastiany. – 2014.
141 f. : il. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade do Vale do Rio
dos Sinos, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil,
2014.
"Orientador: Prof. Dr. Claudio de Souza Kazmierczak;
co-orientadora: Profa. Dra. Marlova Piva Kulakowski."

1. Engenharia civil. 2. Argilas calcinadas. 3. Resíduo de
cerâmica vermelha. 4. Métodos para determinação do
potencial pozolânico. I. Título.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
(Bibliotecário: Flávio Nunes – CRB 10/1298)

LUCAS DEIVID SEBASTIANY

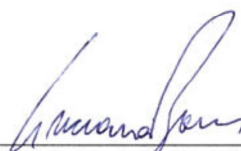
**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DO
POTENCIAL POZOLÂNICO DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA
DE CERÂMICA VERMELHA**

Dissertação apresentada como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Área de Concentração: Gerenciamento de Resíduos, da Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS.

Aprovada em 29 de setembro de 2014



Prof. Dr. Claudio de Souza Kazmierczak
Orientador – UNISINOS

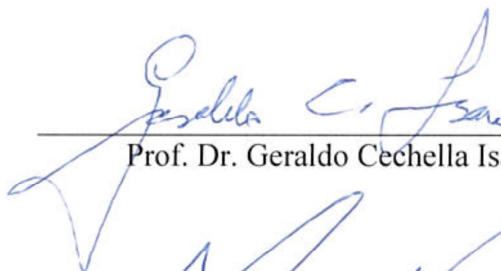


Prof.ª Dr.ª Luciana Paulo Gomes
Coordenadora do PPGEC/UNISINOS

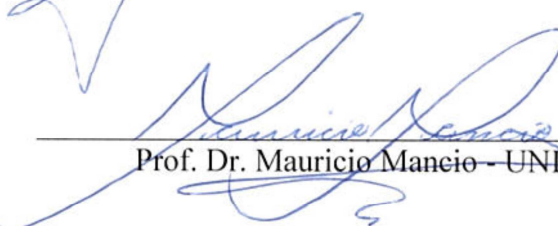


Prof.ª Dr.ª Marlova Piva Kulakowski
Coorientadora – UNISINOS

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Geraldo Cechella Isaia – UFSM



Prof. Dr. Mauricio Mancio – UNISINOS

*"Nenhuma engenharia
constrói um caráter."*

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Noêmia e Elton, e minhas irmãs, Luana e Alana, por toda a atenção e carinho dedicados durante esta jornada. Pela compreensão das minhas faltas e pelo esforço para compensar minha ausência.

À minha namorada, Aline, pelo incentivo e apoio incondicional.

Ao orientador Professor Claudio Kazmierczak, pela confiança em mim depositada e pelo respaldo durante todo o curso de mestrado.

À co-orientadora Professora Marlova Kulakowski, "mãe adotiva" deste trabalho, por todas as críticas e sugestões, da concepção até a conclusão desta pesquisa.

Aos demais professores do PPGEC da Unisinos: Andrea Kern, Feliciane Brehm, Luis Miranda, Luciana Gomes, Marco González e Mauricio Mancio, pela amizade e por todo o conhecimento repassado.

Ao irmão que a vida me deu, João Rafael Severo Nogueira (Teco) pela preocupação, força, e parceria de sempre.

Aos amigos Carlos Alberto Fink e Vasco Alexandre Brandt pela compreensão e ajuda prestada no decorrer desta caminhada.

Ao pessoal do Laboratório de Materiais de Construção da Unisinos: Maurício (Márcio) Schafer, Rodrigo Périco (Péricles), Fellipe Tortelli e Ingrid Schorn, por todas as experiências vividas durante a realização dos ensaios e, principalmente, pela amizade fortalecida nesta jornada. Forte abraço do Stefani.

Ao amigo José Francisco Henz, pela doação do aditivo superplastificante.

Às laboratoristas Alini Camacho, do LCVM da Unisinos, Micheli Goulart, do Itt Fossil da Unisinos e Juliana Pohlmann, do Lasid da UFRGS.

Aos colegas do PPGEC: Roberto Christ, Marcelo Pacheco, Jorge Berwanger Filho, Rodrigo Erhart, Franciéli Mantovani, Leandro Gomes, Patrícia Sardão, Neuri Rempel, Ângelo Rostirolla, Bruno Sartori, Daniele Capellari, Vinicius Marques, Michel Agostini e Michele Dias.

À toda a turma da Comitativa Sem Miséria 2014: Eduardo Diemer (Dudu), Mateus Dietrich (Nêne), Fabiano Bartzen (Fritz Infinito), Matheus Maurício (Fi Tocta), Márcio Hensel (Chiquinha), Felipe Flores (Pipo) e Anderson Mossmann (Pivete), por terem feito bonito na minha ausência e mantido a tradição.

Enfim, a todos que, à sua maneira, contribuíram para a realização desta grande conquista: Muito Obrigado!

FONTES DE FINANCIAMENTO DA PESQUISA

CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior

PROSUP - Programa de Suporte à Pós-Graduação de Instituições de Ensino

Particulares

PRONEM - Programa de Apoio a Núcleos Emergentes

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	25
1.1	JUSTIFICATIVA	27
1.2	OBJETIVOS	28
1.2.1	Objetivo geral.....	28
1.2.2	Objetivos específicos	28
1.3	ESTRUTURA DA PESQUISA	28
1.4	DELIMITAÇÕES DO TRABALHO	29
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	31
2.1	CIMENTO PORTLAND	31
2.1.1	Composição do cimento Portland	31
2.1.2	Tipos de cimento Portland e dados da produção no Brasil.....	33
2.2	MATERIAIS POZOLÂNICOS	36
2.2.1	Definição e classificação dos materiais pozolânicos	36
2.2.2	Reação pozolânica e potencial pozolânico.....	40
2.3	ARGILAS	43
2.3.1	Histórico e Definição.....	43
2.3.2	Composição química e mineralógica das argilas.....	44
2.3.3	Processo produtivo e geração de resíduo de cerâmica vermelha	45
2.3.4	Potencial pozolânico da cerâmica vermelha.....	48
2.3.5	Influência da temperatura de queima no potencial pozolânico das argilas calcinadas.....	48
2.3.6	Utilização de resíduos da indústria como adições pozolânicas	49
2.4	MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA	51
2.4.1	Análises termogravimétricas (TG/DTG)	54
2.4.2	Método de Luxàn	58
2.4.3	Resistência à compressão.....	59
3	MATERIAIS E MÉTODOS	63
3.1	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS.....	63
3.2	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	64
3.2.1	Aditivo	64
3.2.2	Aglomerantes.....	65
3.2.3	Água.....	66
3.2.4	Areia	67
3.2.5	Argilas calcinadas	67
3.3	MÉTODOS PARA CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	70
3.3.1	Fluorescência de Raios-X.....	70
3.3.2	Difração de Raios-X.....	70
3.3.3	Granulometria laser	70
3.3.4	Superfície específica.....	70
3.3.5	Massa específica.....	70
3.3.6	MEV/EDS	71
3.3.7	TG/DTG.....	71
3.3.8	Perda ao Fogo.....	71
3.4	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA.....	71
3.4.1	Análises termogravimétricas (TG/DTG)	71
3.4.2	Método Luxàn.....	72
3.4.3	NBR 12653/2012.....	73
4	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS	81
4.1	RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS.....	81
4.1.1	Aglomerantes.....	81
4.1.2	Argilas calcinadas.....	82
4.2	RESULTADOS DE ATIVIDADE POZOLÂNICA	91
4.2.1	Análises termogravimétricas (TG/DTG)	91
4.2.2	Método de Luxàn	94
4.2.3	NBR 12653/2012.....	95

4.3	RELAÇÃO ENTRE OS RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO E DE ATIVIDADE	
	POZOLÂNICA	103
4.3.1	<i>Diâmetro médio</i>	103
4.3.2	<i>Superfície específica</i>	107
4.3.3	<i>Perda ao fogo</i>	110
4.4	RELAÇÃO ENTRE OS MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE	
	POZOLÂNICA	115
4.4.1	<i>Análises termogravimétricas x Método de Luxàn</i>	115
4.4.2	<i>NBR 5752/2012 e NBR 5752/2012 x Análises termogravimétricas</i>	116
4.4.3	<i>NBR 5752/2012 e NBR 5752/2012 x Método de Luxàn</i>	118
4.4.4	<i>NBR 5751/2012 x NBR 5752/2012</i>	120
5	CONCLUSÃO	121
5.1	CONSIDERAÇÕES FINAIS	121
5.2	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	122
	REFERÊNCIAS	123
	APÊNDICE A	133
	APÊNDICE B	137
	APÊNDICE C	141

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Matéria-prima, elementos constituintes e principais compostos do cimento Portland.....	32
Tabela 2 – Composição dos cimentos Portland.....	34
Tabela 3 – Produção mundial de cimento.	34
Tabela 4 – Produção anual de cimento no Estado do Rio Grande do Sul.....	35
Tabela 5 – Classificação das pozolanas.....	38
Tabela 6 – Requisitos químicos das pozolanas.	38
Tabela 7 – Requisitos físicos das pozolanas (NBR 12653/2012).....	39
Tabela 8 – Requisitos físicos das pozolanas (NBR 12653/2014).....	40
Tabela 9 - Principais propriedades dos elementos constituintes das argilas.	45
Tabela 10 - Produção das indústrias de cerâmica vermelha no Brasil.	47
Tabela 11 – Principais fatores do planejamento experimental.....	64
Tabela 12 – Caracterização química e física do cimento Portland CP II F-32.....	66
Tabela 13 – Caracterização química e física da cal hidratada CH I.....	66
Tabela 14 – Caracterização química e física do metacaulim.....	67
Tabela 15 – Massas específicas do cimento e das argilas calcinadas e suas relações.....	71
Tabela 16 – Composição das pastas.	72
Tabela 17 – Especificações do hidróxido de cálcio.....	73
Tabela 18 – Denominação das argamassas com cal.....	75
Tabela 19 – Massas específicas da cal e das argilas calcinadas e suas relações.	75
Tabela 20 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pela NBR 5751/2012.....	76
Tabela 21 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pelo método modificado da NBR 5751/2012.....	77
Tabela 22 – Relações água/aglomerante, em massa e volume, das argamassas.	77
Tabela 23 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pela NBR 5752/2012.....	78
Tabela 24 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pelo método modificado da NBR 5752/2012.....	79
Tabela 25 – Relações água/aglomerante, em massa e volume, das argamassas.	80
Tabela 26 – Fluorescência de Raios-X do cimento e da cal.....	81
Tabela 27 – Fluorescência de Raios-X das argilas calcinadas.	83
Tabela 28 – EDS das argilas calcinadas.	83
Tabela 29 – Caracterização física das argilas calcinadas.	86
Tabela 30 – Resultados do método de Luxàn.....	94
Tabela 31 – ANOVA dos resultados do método de Luxàn.....	95
Tabela 32 – Resistência à compressão e desvio padrão das argamassas com cal.	96
Tabela 33 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012, aos 7 dias.	97
Tabela 34 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012 modificada, aos 7 dias.	97
Tabela 35 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012, aos 28 dias.	98
Tabela 36 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012 modificada, aos 28 dias.	98
Tabela 37 – Resistência à compressão e desvio padrão das argamassas com cimento.....	99
Tabela 38 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012, aos 7 dias.	100
Tabela 39 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012 modificada, aos 7 dias.	100
Tabela 40 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012, aos 28 dias.	101
Tabela 41 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012 modificada, aos 28 dias.	101
Tabela 42 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012, aos 63 dias.	102

Tabela 43 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012 modificada, aos 63 dias.....	102
Tabela 44 – Compilação dos coeficientes de relação linear (R^2): caracterização x atividade pozolânica.	114
Tabela 45 – Compilação dos coeficientes de relação linear (R^2): atividade pozolânica x atividade pozolânica.....	120

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Descarte de resíduos de cerâmica vermelha na periferia do município de Monte Carmelo/MG.....	27
Figura 2 – Micrografia ótica do clínquer de cimento Portland.....	33
Figura 3 – Produção anual de cimento Portland no Brasil.....	35
Figura 4 – Pantheon (a), na Itália; Anfiteatro de Arles (b) e Aqueduto Pont du Gard (c), na França.....	36
Figura 5 - Fluxograma de classificação das pozolanas.....	37
Figura 6 - Arranjo molecular de estruturas cristalina e amorfa compostas de sílica.....	41
Figura 7 - Efeito da incorporação de uma pozolana natural em substituição ao cimento sobre o calor de hidratação.....	42
Figura 8 - Etapas do processo produtivo de derivados da cerâmica vermelha.....	46
Figura 9 - Esquema do Ciclo de Vida dos produtos cerâmicos.....	47
Figura 10 - Índice de atividade pozolânica de argilas calcinadas.....	49
Figura 11 - Gráfico do método de Frattini.....	53
Figura 12 - Curvas de TG e DTG - Identificação das fases de perda de massa em pastas de cimento.....	58
Figura 13 - Fluxograma de ensaios desenvolvidos no programa experimental.....	63
Figura 14 - Moinho de rolos (a) e detalhe da cerâmica moída (b).....	68
Figura 15 - Moinho de bolas (a) e detalhe das bolas de porcelana em meio à cerâmica moída (b).....	69
Figura 16 - Cerâmica calcinada a 700°C antes do processo de moagem (a), após a moagem no moinho de rolos (b) e após a moagem no moinho de bolas (c).....	69
Figura 17 - Ensaio do método de Luxân: medição da condutividade da solução de hidróxido de cálcio antes (a) e depois da adição da cerâmica 700°C (b).....	73
Figura 18 - Argamassa com cerâmica 700°C após ensaio de índice de consistência.....	76
Figura 19 - Relação água/aglomerante, em volume, das argamassas.....	78
Figura 20 - Acondicionamento dos corpos-de-prova na estufa.....	79
Figura 21 - Relação água/aglomerante, em volume, das argamassas.....	80
Figura 22 - MEV do cimento. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).....	82
Figura 23 - Análise termogravimétrica do cimento CP II F-32.....	82
Figura 24 - Difração de Raios-X do metacaulim.....	84
Figura 25 - Difração de Raios-X da Cerâmica 700°C.....	84
Figura 26 - Difração de Raios-X da Cerâmica 900°C.....	85
Figura 27 - Difração de Raios-X da Cerâmica 1.000°C.....	85
Figura 28 - Distribuição granulométrica das argilas calcinadas.....	86
Figura 29 - MEV do metacaulim. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).....	88
Figura 30 - MEV da cerâmica 700°C. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).....	88
Figura 31 - MEV da cerâmica 900°C. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).....	88
Figura 32 - MEV da cerâmica 1000°C. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).....	88
Figura 33 - Padrões gráficos para avaliação da forma dos grãos.....	89
Figura 34 - Coeficientes de forma das argilas calcinadas.....	90
Figura 35 - Análise termogravimétrica das argilas calcinadas.....	91
Figura 36 - Análise termogravimétrica das pastas de cimento aos 7 dias.....	92
Figura 37 - Análise termogravimétrica das pastas de cimento aos 28 dias.....	92
Figura 38 - Percentuais de perda de massa relativo à decomposição do hidróxido de cálcio das pastas de cimento, aos 7 e 28 dias.....	93

Figura 39 - Resultado do método de Luxàn.....	95
Figura 40 - Resistência à compressão das argamassas com cal aos 7 dias.....	97
Figura 41 - Resistência à compressão das argamassas com cal aos 28 dias.....	98
Figura 42 - Resistência à compressão das argamassas com cimento aos 7 dias.....	100
Figura 43 - Resistência à compressão das argamassas com cimento aos 28 dias.....	101
Figura 44 - Resistência à compressão das argamassas com cimento aos 63 dias.....	102
Figura 45 - Relação linear entre os resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e o diâmetro médio.....	103
Figura 46 - Relação linear entre os resultados das análises termo gravimétricas aos 28 dias e o diâmetro médio.....	103
Figura 47 - Relação linear entre resultados do método de Luxàn e o diâmetro médio.....	104
Figura 48 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e o diâmetro médio.....	104
Figura 49 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e o diâmetro médio.....	105
Figura 50 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e o diâmetro médio.....	105
Figura 51 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e o diâmetro médio.....	106
Figura 52 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 63 dias e o diâmetro médio.....	106
Figura 53 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e a superfície específica.....	107
Figura 54 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 28 dias e a superfície específica.....	107
Figura 55 - Relação linear entre resultados do método de Luxàn e a superfície específica.....	108
Figura 56 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e a superfície específica.....	108
Figura 57 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e a superfície específica.....	108
Figura 58 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e a superfície específica.....	109
Figura 59 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e a superfície específica.....	109
Figura 60 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 63 dias e a superfície específica.....	109
Figura 61 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e a perda ao fogo.....	110
Figura 62 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 28 dias e a perda ao fogo.....	110
Figura 63 - Relação linear entre resultados do método de Luxàn e a perda ao fogo.....	111
Figura 64 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e a perda ao fogo.....	112
Figura 65 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e a perda ao fogo.....	112
Figura 66 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e a perda ao fogo.....	112
Figura 67 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e a perda ao fogo.....	113

Figura 68 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 63 dias e a perda ao fogo.	113
Figura 69 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e do método de Luxàn.	115
Figura 70 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 28 dias e do método de Luxàn.	115
Figura 71 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 e das análises termogravimétricas aos 7 dias.	116
Figura 72 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 e das análises termogravimétricas aos 28 dias.	116
Figura 73 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 e das análises termogravimétricas aos 7 dias.	117
Figura 74 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 e das análises termogravimétricas aos 28 dias.	117
Figura 75 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e do método de Luxàn.	118
Figura 76 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e do método de Luxàn.	118
Figura 77 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e do método de Luxàn.	119
Figura 78 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e do método de Luxàn.	119

LISTA DE ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira Normas Técnicas
ABCP	Associação Brasileira de Cimento Portland
ACI	American Concrete Institute
Al	Alumínio
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
ANICER	Associação Nacional da Indústria Cerâmica
ANOVA	Análise de variância
ASTM	American Society for Testing and Materials
Ba	Bário
°C	Graus Celsius
°C/min	Graus Celsius por minuto
C ₃ A	Aluminato tricálcico
C ₄ AF	Ferroaluminato tetracálcico
C-A-H	Aluminato de cálcio hidratado
C ₂ S	Silicato dicálcio
C ₃ S	Silicato tricálcio
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
Ca	Cálcio
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio
Cd	Cádmio
CH	Hidróxido de cálcio
CH _{Cimento Portland}	Hidróxido de Cálcio do Cimento Portland
CH I	Cal hidratada
Cl	Cloro
cm	Centímetro
CO ₂	Dióxido de carbono
CO ₃	Carbonato
CP	Cimento Portland
Cu	Cobre
Fe	Ferro
Fe ₂ O ₃	Óxido férrico
g	Gramas
g/cm ³	Gramas por centímetro cúbico
H	Água
H ₂ O	Água
IAP	Índice de Atividade Pozolânica
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
ISO	International Organization for Standardization
itt Fossil	Instituto Tecnológico de Micropaleontologia
K	Potássio
K ₂ O	Óxido de potássio
kcal	Kilocaloria
kcal/kg	Kilocaloria por kilo
kg	Quilograma
kV	Kilovolts
Lasid	Laboratório de Siderurgia

LCVM	Laboratório de Caracterização e Valorização de Materiais
LMC	Laboratório de Materiais de Construção
$\Delta mS/cm$	Variação de miliSiemens por centímetro
m	Metro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mg	Miligrama
Mg	Magnésio
MgO	Óxido de Magnésio
ml	Militro
mm	Milímetro
Mn	Manganês
MPa	MegaPascal
mS	MiliSiemens
mS/cm	MiliSiemens por centímetro
μm	Micrômetro
NaO	Óxido de sódio
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
NM	Norma Mercosul
O	Oxigênio
Pb	Chumbo
PPGEC	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
ppm	Partes por milhão
S	Enxofre
SEMAE	Serviço Municipal de Água e Esgotos
Si	Silício
SiO ₂	Dióxido de silício
SNIC	Sindicato Nacional da Indústria de Cimento
Sr	Estrôncio
Ti	Titânio
TiO ₂	Óxido de Titânio
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UNISINOS	Universidade do Vale do Rio dos Sinos
Zn	Zinco
Zr	Zircônio

RESUMO

SEBASTIANY, L. D. **Avaliação de métodos de determinação do potencial pozolânico de resíduos da indústria de cerâmica vermelha.** São Leopoldo, 2014. 141 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Unisinos, São Leopoldo. 2014.

Ao longo dos últimos anos, o setor da construção civil tem incorporado em seus insumos boa parte dos resíduos de indústrias metalúrgicas e energéticas e, mais recentemente, vem buscando formas de incorporação de outros resíduos provenientes do setor primário (cinza do bagaço de cana-de-açúcar e de casca de arroz), do setor cerâmico (cerâmica branca, cerâmica vermelha) e da própria indústria da construção (resíduos de construção e demolição). Partindo deste contexto e, tendo em vista o pólo cerâmico existente no Estado do Rio Grande do Sul, este trabalho buscou analisar o potencial pozolânico de argilas vermelhas calcinadas em temperaturas distintas (700°C, 900°C e 1000°C), comparando-as com outro tipo de argila calcinada utilizada no trabalho como referência comercial, o metacaulim. O trabalho foi desenvolvido reproduzindo-se os métodos propostos pela NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, bem como os métodos modificados destas normas (mantendo-se a relação água/aglomerante constante), além do Método de Luxàn. O consumo de Ca(OH)_2 foi determinado por termogravimetria (TG) e pela derivada da TG (DTG). O material pozolânico oriundo do processamento destas cerâmicas foi caracterizado quanto à composição química, por Fluorescência de Raios-X e EDS, quanto à mineralogia, através de difrações de Raios-X, e quanto à composição física, através da superfície específica (BET), granulometria a laser e perda ao fogo. Os resultados obtidos através dos métodos utilizados indicaram maior atividade pozolânica das amostras de metacaulim. Dentre as cerâmicas vermelhas, destacam-se as argilas calcinadas a 700°C que apresentaram resultados satisfatórios de pozolanicidade. No que tange à avaliação entre os métodos de determinação da atividade pozolânica utilizados, percebe-se que há uma boa correlação entre as análises termogravimétricas, método de Luxàn e método modificado da NBR 5752/2012, porém, não há correlação entre estes e os métodos propostos pelas normas NBR 5751/2012 e 5752/2012.

Palavras-chave: argilas calcinadas, resíduo de cerâmica vermelha, métodos para determinação do potencial pozolânico.

ABSTRACT

SEBASTIANY, L. D. **Evaluation of methods for determining the pozzolanic potential of red ceramic waste.** São Leopoldo, 2014. 141 p. Dissertation (Master Degree in Civil Engineering) – Postgraduate Civil Engineering Program, Unisinos, São Leopoldo. 2014.

Along the last few decades the civil construction industry has been using many residues from the metallurgical and energetic industries. More recently, it has been looking for different ways of incorporating other residues originated by the primary sector (as ashes from sugar cane and rice husk), the ceramic sector (white and red ceramic) and the construction industry itself (construction and demolition wastes). Considering the strong ceramics sector in the State of Rio Grande do Sul, this project aims to investigate the pozzolanic potential of red clays after calcination in different temperatures (700°C, 900°C and 1000°C), comparing them to a commercial reference, the metakaolin. There were used two methods, proposed by NBR 5751/2012 and NBR 5752/2012, two others modified methods based on these testing procedures, but adopting a fixed water/cement ratio and the Luxàn method. The Ca(OH)_2 consumption was determined by thermogravimetry (TG) and by the derivate of TG (DTG). The characteristics of the ceramic pozzolans were determined after crushing, using X-ray fluorescence, EDS, X-ray diffraction, measurement of specific surface area (BET), laser granulometry particle size analyse and loss due to fire. The metakaolin samples had the higher pozzolanic activity. The ceramics calcinated at 700°C had the best results on the ceramics samples. There are a high co-relation between the thermogravimetric analysis, the Luxàn method and the NBR5752/2012 modified method, but there is no correlation with the methods proposed by NBR 5751/2012 and NBR 5752/2012.

Key words: calcinated clays, red ceramic waste, methods to determine the pozzolanic potential.

1 INTRODUÇÃO

Desde a sua existência, o ser humano busca na natureza os subsídios para a supressão de suas necessidades, a fim de garantir, sobretudo, sua sobrevivência. Para tanto, ao longo da História, o Homem tem interferido na natureza, modificando-a de acordo com suas conveniências, tornando o meio em que vive concessor de tudo que lhe é necessário.

Estas interferências tornaram-se ainda mais evidentes a partir do Século XVIII, com a Revolução Industrial, iniciada na Europa e que tomou o restante do planeta a partir do Século XX. Este marco histórico da existência humana caracterizou-se por adventos científicos, impulsionamento da economia e reorganização social, alterando o panorama das relações entre o Homem e o meio ambiente (PINHEIRO, 2008).

Com o passar dos anos, esta nova ordem social baseada em produção pelo menor custo culminou, entre outros problemas sociais, na geração desenfreada de resíduos industriais. A partir deste contexto, a preocupação da sociedade com os impactos ambientais causados pela industrialização resultou na tomada de iniciativas com intuito de reverter o quadro desfavorável estabelecido frente ao meio ambiente.

Assim, medidas para minimização da geração, reutilização e reciclagem de resíduos industriais passaram a ser exploradas pela comunidade científica que, mais recentemente, tem sido estimulada pelo governo e até mesmo, pelas indústrias, através do fomento a pesquisas de cunho ambiental.

Atualmente, existe uma gama enorme de resíduos industriais com potencial a tornarem-se insumos em outras indústrias, na forma de subprodutos ou co-produtos, diminuindo o impacto ambiental provocado pela sua geração. Neste âmbito, a construção civil vem desempenhando papel importante, ao incorporar resíduos de outras indústrias, principalmente, como adição ao cimento ou em matrizes cimentícias, como argamassas e concretos. Esta condição possibilitou a incorporação em larga escala de resíduos gerados pelas indústrias siderúrgicas e energéticas, por exemplo, e vem sendo estudada como alternativa para disposição de resíduos cerâmicos e agrícolas (PINHEIRO, 2008).

De acordo com Cheah e Ramli (2012), a indústria do cimento é a maior consumidora de matérias-primas, em especial de origem calcária, e de recursos energéticos do mundo. Além disso, estima-se que este setor seja responsável por 7% das emissões mundiais de CO₂, contribuindo significativamente para o aquecimento global (ALI; SAIDUR;

HOSSAIN, 2011, CELIK *et al.*, 2014). Somente no Brasil, o consumo total de cimento no ano de 2012 alcançou a marca de 69,3 milhões de toneladas, de acordo com dados do SNIC (2013).

Entretanto, algumas medidas podem ser tomadas com vistas à diminuição das emissões de CO₂ relativas à produção do cimento. Dentre estas medidas está a redução da proporção de clínquer no cimento Portland que, por sua vez, relaciona-se com a incorporação de materiais com características pozolânicas que, normalmente, são provenientes de processos de outras setores da indústria (MEHTA; MALHOTRA, 2008).

No Brasil, mais especificamente na Região Sul, onde há geração de energia termelétrica, tem-se a disponibilidade de utilização de cinzas volantes, resultantes do processo de queima do carvão mineral. Porém, a disponibilidade deste material depende da atividade termelétrica à base de carvão e da gestão energética do país que, em função de seu potencial hídrico, tem como prioridade a geração de energia através de usinas hidrelétricas (CHRISTÓFOLLI, 2010).

Desta deficiência surge a necessidade de estudo da utilização de outros tipos de pozolanas, dentre elas, as argilas calcinadas, provenientes dos resíduos da indústria de cerâmica vermelha. Segundo Christófolli (2010), esta possibilidade torna-se atrativa, basicamente, por dois fatores: menor consumo energético para a calcinação de argilas, entre 450 e 650 kcal/kg (ZAMPIERI, 1993) em relação à produção do clínquer, 825 kcal/kg, (SNIC, 2008) e redução da emissão de gás carbônico, de 852 kg de CO₂ por tonelada de clínquer (CSI, 2012) para 185 kg de CO₂ liberados na calcinação de uma tonelada de argila (SNIC, 2008).

Soma-se a isto o fato da indústria de cerâmica vermelha no Brasil ter apresentado, somente no ano de 2009, uma produção de 76 bilhões de peças (85% blocos, lajotas e pisos; 15% telhas), além de uma geração de resíduos nos processos de produção da ordem de 4,5 a 6,7 milhões de toneladas (ANICER, 2013).

Do ponto de vista econômico, as vantagens da utilização de pozolanas não se limitam apenas pela utilização de um material de menor custo em relação ao clínquer. Outros ganhos estão relacionados a esta prática como o prolongamento da vida útil das jazidas de calcário e o aumento da produtividade nas indústrias cimenteiras (maior produção de cimento por quantidade de clínquer) (ZAMPIERI, 1993).

1.1 JUSTIFICATIVA

O contexto atual acerca do consumo de cimento, dos níveis de geração de CO₂ para produção do clínquer e da geração de resíduos industriais, sugere uma crescente adesão de pesquisadores a estudos relacionados com a incorporação de novos resíduos industriais na composição do cimento Portland.

Neste âmbito, a utilização de resíduos cerâmicos como adição na composição de cimentos ou em matrizes cimentícias, resulta em vantagens de cunho ambiental, tecnológico, econômico e social, relacionados não somente com a diminuição do consumo de clínquer para produção do cimento, como também, com a destinação final adequada destes resíduos.

É comum a utilização de resíduos cerâmicos em aplicações secundárias como para regularizações de estradas vicinais, aterros, entre outros. Em outras situações, os resíduos são simplesmente dispostos nas proximidades das indústrias, como mostra a Figura 1.



Figura 1 - Descarte de resíduos de cerâmica vermelha na periferia do município de Monte Carmelo/MG.

Fonte: Dias (2004).

Contudo, a viabilidade técnica da utilização de novos materiais como adição pozolânica condiciona-se à mensuração desta propriedade. Atualmente, existem inúmeros métodos, normatizados ou não, utilizados por diversos pesquisadores para análise da atividade pozolânica dos materiais. Não há concordância entre a comunidade científica sobre o método de análise mais indicado para determinação da atividade pozolânica, dada a heterogeneidade na composição dos materiais e do seu comportamento ante às reações de hidratação do cimento (PARROT *et al.*, 1990, SWAMY, 1993, GAVA, 1999, REGO, 2004, CORDEIRO, 2009, BARROS, 2012).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

De maneira geral, esta pesquisa objetiva analisar o potencial pozolânico de argilas calcinadas provenientes do processo produtivo de derivados da cerâmica vermelha e avaliar diferentes métodos para determinação desta propriedade, com vistas ao estudo da possibilidade de utilização destes materiais em matrizes cimentícias em substituição à frações de cimento.

1.2.2 Objetivos específicos

Quanto aos objetivos específicos, podemos afirmar que este trabalho visa:

- Verificar o potencial pozolânico de resíduos cerâmicos submetidos a ciclos de queima com patamares de temperaturas distintos (700, 900 e 1000°C), comparando-os a uma pozolana comercial (metacaulim);
- Avaliar a relação existente entre as metodologias utilizadas através de ferramentas de análise estatística;
- Testar melhorias em métodos de determinação da atividade pozolânica.

1.3 ESTRUTURA DA PESQUISA

Esta pesquisa divide-se em cinco capítulos, conforme relacionado abaixo:

O primeiro capítulo trata de uma breve introdução à problemática envolvida neste trabalho, apresentando as justificativas para a escolha do tema abordado, estabelecendo, assim, os objetivos gerais e específicos da pesquisa.

O capítulo seguinte traz uma contextualização através de revisão bibliográfica dos assuntos de maior relevância à pesquisa: cimento Portland, materiais pozolânicos, argilas calcinadas e métodos para determinação da atividade pozolânica dos materiais.

No capítulo três são descritas as variáveis do programa experimental, a caracterização dos materiais e os métodos utilizados para o desenvolvimento das análises previstas.

O quarto capítulo consiste na apresentação, análise e discussão dos resultados obtidos no programa experimental.

Finalmente, o capítulo cinco apresenta as considerações finais, baseadas nos resultados alcançados nesta pesquisa, além de sugestões para trabalhos futuros.

1.4 DELIMITAÇÕES DO TRABALHO

Dadas as especificidades desta pesquisa, principalmente, no que tange ao programa experimental desenvolvido, faz-se necessário apresentar algumas delimitações.

As determinações da atividade pozolânica serão realizadas através de análises termogravimétricas, do método de Luxàn e das análises previstas pelas normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012. Existem, ainda, outros métodos para determinação da atividade pozolânica, utilizados com menor frequência em estudos da área, mas que podem ser tanto ou mais eficientes do que os métodos utilizados neste trabalho para análise de argilas calcinadas. Contudo, não há consenso entre os pesquisadores sobre qual destes métodos existentes é o mais indicado para a análise destes materiais.

Com relação às normas para determinação da atividade pozolânica, sabe-se que, a NBR 12653/2012 estabelece requisitos, classifica e define o nível de pozolanicidade dos materiais em função dos resultados obtidos através das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012. Ocorre que, no final do mês de julho do ano corrente, as normas NBR 12653 e NBR 5752 foram atualizadas, revogando-se as versões anteriores do ano de 2012. Nesta atualização foram promovidas alterações, inclusive, quanto aos métodos de ensaio propostos pelas versões de 2012. Como o programa experimental deste trabalho começou a ser desenvolvido em janeiro de 2014, a caracterização, classificação e os ensaios de determinação da atividade pozolânica seguiram as versões do ano de 2012 das normas NBR 12653 e NBR 5752. Todavia, durante o trabalho, serão citadas as alterações mais relevantes das versões do ano de 2014 em relação às versões anteriores das referidas normas.

De certo modo este trabalho adiantou-se à atualização das normas, tendo em vista que uma das principais mudanças diz respeito à padronização da relação água/aglomerante das argamassas, condição que foi satisfeita neste trabalho a partir da criação de um método modificado da versão de 2012 destas normas, detalhado mais adiante.

Outra limitação desta pesquisa diz respeito à obtenção dos resíduos de cerâmica vermelha. Para garantir a fidedignidade do processo de queima e evitar a contaminação do material, foram coletados blocos recém-extrudados na indústria, que foram submetidos aos processos de secagem, calcinação, cominuição e peneiramento em laboratório.

Feitas estas considerações, pode-se elencar os limites das pesquisas conforme segue:

- Teor de substituição de argila calcinada por cimento Portland de 35%, em volume, tanto para produção das pastas de cimento (análises termogravimétricas), quanto para produção das argamassas (NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012);
- Determinação da atividade pozolânica através de análises termogravimétricas, do método de Luxàn e dos métodos convencional e modificado das normas NBR 5751/2012 e 5752/2012;
- Análise da mesma argila vermelha, calcinada em patamares de temperaturas máximas de 700°C, 900°C e 1.000°C;
- Utilização de resíduo cerâmico com partículas de tamanho inferior a 45 µm.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O presente capítulo traz uma contextualização acerca dos tópicos de maior relevância à pesquisa, como os materiais objeto das análises (cimento Portland e argilas calcinadas) e as metodologias para determinação da atividade pozolânica dos materiais em estudo.

2.1 CIMENTO PORTLAND

A palavra cimento deriva do latim "caementu", utilizada na Roma Antiga como referência a uma espécie de pedra natural de rochedos isenta de cortes e/ou ângulos retos. Á época, os materiais ligantes utilizados eram produzidos, basicamente, à base de cal (TASHIMA, 2006). Somente em meados do século XVIII, através do inglês John Smeaton, foi obtido um produto de alta resistência resultante da calcinação de calcários moles e argilosos. Mais tarde, em 1824, o também inglês Joseph Aspdin aprimorou esta técnica, calcinando conjuntamente pedras calcárias e argilas, e transformando-as em um pó fino. Este pó, quando misturado à água e depois de seco, apresentava dureza semelhante às pedras da ilha de Portland, que eram largamente utilizadas na Grã-Bretanha. Á esta mistura, portanto, concedeu-se a patente de cimento Portland, por apresentar cor e propriedades mecânicas que lembravam as rochas da ilha britânica batizada com este nome (BATTAGIN, 2010).

De maneira sucinta, a ABCP (2013) define cimento como um pó de elevada finura que endurece sob ação da água, devido às suas propriedades aglomerantes, aglutinantes ou ligantes.

O cimento Portland é um aglomerante hidráulico, produzido a partir da moagem e associação de proporções adequadas de calcário e argilas sinterizadas. Adicionam-se a esta combinação, rica em silicatos de cálcio hidráulicos, frações de sulfatos de cálcio a fim de regular o tempo de pega (MEHTA; MONTEIRO, 2008).

Conforme Mattos Júnior (2007), o cimento Portland consiste num material formado, basicamente, por silicatos e aluminatos de cálcio que, em contato com a água, desencadeiam um processo de hidratação, adquirindo elevada resistência mecânica após a secagem.

2.1.1 Composição do cimento Portland

O cimento Portland é composto, basicamente, por clínquer e adições. O clínquer é o principal componente e está presente em todos os tipos de cimento Portland. Para Liduário

(2006) e Tiboni (2007), o cimento Portland é resultado da integração de elementos compostos de carbonato de cálcio, característico de materiais de origem calcária, e de sílica, alumina e óxido de ferro, provenientes das argilas.

Durante sua produção, os óxidos que compõem o cimento Portland são combinados quimicamente entre si, formando compostos mais complexos (MEHTA; MONTEIRO, 2008). A Tabela 1 relaciona os elementos constituintes das matérias-primas e os principais compostos formados no processo de fabricação do clínquer do cimento Portland.

Tabela 1 - Matéria-prima, elementos constituintes e principais compostos do cimento Portland.

Matéria-prima	Elementos constituintes	Compostos
Pedra calcária	$\text{CaCO}_3 = \text{CaO} + \text{CO}_2$	$3\text{CaO}.\text{SiO}_2$ $\text{C}_3\text{S} \rightarrow$ Silicato tricálcico
		$2\text{CaO}.\text{SiO}_2$ $\text{C}_2\text{S} \rightarrow$ Silicato dicálcico
Argila	$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$	$3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$ $\text{C}_3\text{A} \rightarrow$ Aluminato tricálcico
		$4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$ $\text{C}_4\text{AF} \rightarrow$ Ferroaluminato tetracálcico

Fonte: Mehta e Monteiro (2008).

Além dos elementos destacados, outros óxidos são encontrados em menores concentrações nas matérias-primas como MgO , TiO_2 , MnO_2 e os álcalis K_2O e Na_2O . A composição real do cimento Portland varia de acordo com o tipo de cimento produzido, influenciando nas características finais do produto (Matos Neto, 2013).

Após a hidratação dos óxidos constituintes do cimento Portland, uma série de novos componentes se forma tendo, cada um deles, uma parcela de importância no endurecimento do material. É comum, nas reações de hidratação do cimento, que alguns grãos de clínquer não sejam hidratados, permanecendo na forma de partículas amorfas. A seguir, são apresentadas as características dos principais constituintes do clínquer, segundo Mehta e Monteiro (2008) e Ramachandran *et al.* (2002):

- Os silicatos de cálcio (C_3S e C_2S) ocupam de 50% a 60% do volume de sólidos do cimento Portland. O C_3S é o maior responsável pela resistência mecânica do cimento após a hidratação, especialmente durante o primeiro mês de cura, liberando grande quantidade de calor na hidratação. Já, o composto C_2S apresenta crescimento lento da resistência até os 28 dias, sendo responsável pelo processo de ganho de resistência à longo prazo, apresentando baixa liberação de calor durante todo o processo de hidratação;

- Os sulfoaluminatos de cálcio hidratados, abreviados por C-A-H, apresentam menor potencial resistente se comparado aos silicatos. Estes compostos ocupam em torno de

15% a 20% do volume de sólidos presentes na pasta. O C_3A caracteriza-se pela pega instantânea e alta liberação de calor de hidratação, controlada através da adição de gipsita ou gesso na composição do cimento, que agem como retardantes de pega. O C_4AF tem pega rápida mas não instantânea, apresenta baixa resistência e age, sobretudo, como fixador de alumina na mistura;

A Figura 2 apresenta uma microscopia ótica do clínquer de cimento Portland, em que é possível observar a formação dos silicatos e sulfoaluminatos formados a partir do processo de hidratação do cimento.

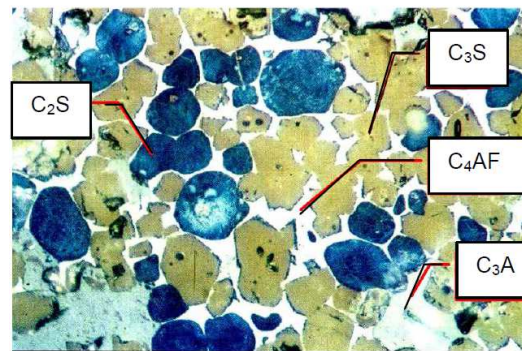


Figura 2 – Micrografia ótica do clínquer de cimento Portland.

Fonte: John, Poole e Sims (1998) *apud* Chistófolli (2010).

- Os cristais de hidróxido de cálcio, abreviados por CH, são responsáveis pela ocupação de 20% a 25% do volume de sólidos da pasta e, praticamente, não contribuem para a resistência mecânica da mesma. Além disso, devido à sua alta solubilidade, este componente pode provocar efeitos desfavoráveis à pasta quando lixiviado, diminuindo a resistência e aumentando a porosidade e permeabilidade da mesma. Esta característica pode acarretar em danos significativos à pasta, aumentando sua suscetibilidade à ataques químicos e à carbonatação, resultando assim, na diminuição da durabilidade.

2.1.2 Tipos de cimento Portland e dados da produção no Brasil

Os tipos de cimento são definidos, principalmente, com base nas suas adições que, por sua vez, podem variar com relação à sua natureza e quanto ao percentual de incorporação em relação ao produto final (ABCP, 2002). A Tabela 2 mostra a composição de cada tipo de cimento Portland e as respectivas normas que regulamentam a produção deste material no Brasil.

No que tange à produção de cimento Portland, as Tabelas 3 e 4 trazem dados do SNIC (2014) sobre a produção mundial de cimento e a quantidade de cada tipo de cimento produzida no Brasil, respectivamente. A partir destas Tabelas, percebe-se que, no ano de

2011, o Brasil já ocupava a sexta posição no ranking da produção mundial de cimento e que o cimento Portland CP II é o tipo mais produzido no Brasil até o ano de 2012.

Tabela 2 – Composição dos cimentos Portland.

Tipo do cimento Portland	Sigla	Composição (% em massa)				Norma Brasileira
		Clínquer + gesso	Escória de alto forno (Sigla E)	Material pozolânico (Sigla Z)	Material carbonático (Sigla F)	
Comum	CP I	100	-	-	-	NBR 5732
	CP I-S	99-95	-	1-5	-	
Composto	CP II-E	94-56	6-34	-	0-10	NBR 11578
	CP II-Z	94-76	-	6-14	0-10	
	CP II-F	94-90	-	-	6-10	
Alto-forno	CP III	65-25	35-70	-	0-5	NBR 5735
Pozolânico	CP IV	85-45	-	15-50	0-5	NBR 5736
Alta Resistência Inicial	CP V-ARI	100-95	-	-	0-5	NBR 5733

Fonte: ABCP (2002).

Tabela 3 – Produção mundial de cimento.

País/Ano	Produção de cimento (x10 ⁶ ton)						
	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011
China	1.079,6	1.253,5	1.379,0	1.401,2	1.657,1	1.868,0	2.080,0
Índia	146,8	162,0	172,9	186,1	190,0	215,5	240,5
Estados Unidos	99,4	98,2	95,5	86,5	64,0	64,9	67,9
Turquia	45,6	49,0	50,8	53,4	57,6	62,0	67,8
Irã	32,7	35,3	40,0	44,4	48,8	61,3	66,4
Brasil	39,2	42,4	47,2	52,3	52,1	59,2	64,1
Japão	72,7	73,2	71,4	67,6	59,6	54,0	56,4
Rússia	49,5	55,2	60,1	53,5	45,7	50,4	56,1
Vietnã	30,8	32,7	35,8	36,3	47,7	55,0	52,0
Arábia Saudita	26,1	27,1	30,4	37,4	37,8	41,0	48,4
Coréia do Sul	49,1	51,4	54,4	55,1	52,2	47,4	48,3
Egito	38,9	39,2	40,1	40,1	46,9	48,2	45,4
Indonésia	36,1	38,1	39,9	41,8	39,7	39,5	45,2
México	35,4	38,4	39,2	37,7	35,4	34,5	35,4
Alemanha	31,0	33,6	33,4	33,6	30,4	30,2	33,5
Total Mundial	2.344,8	2.608,0	2.797,7	2.841,5	3.033,0	3.345,0	3.638,0

Fonte: SNIC (2014).

Tabela 4 – Produção anual de cimento Portland no Brasil, segundo os tipos.

Ano/Tipo de cimento	Produção de cimento (x10 ³ ton)					
	CP I	CP II	CP III	CP IV	CP V	Branco
2007	1.034	29.848	7.842	3.876	3.254	115
2008	346	33.080	8.879	5.714	3.577	86
2009	84	34.662	7.967	5.097	3.377	-
2010	88	38.474	8.345	6.686	4.211	-
2011	103	38.659	9.347	8.247	4.973	-
2012	98	39.743	10.000	9.612	5.580	-

Fonte: SNIC (2014).

A Figura 3 mostra o aumento da produção do setor no Brasil, entre os anos de 1970 e 2012.



Figura 3 – Produção anual de cimento Portland no Brasil.

Fonte: SNIC (2013).

De acordo com dados do ano de 2012, a Região Sul do Brasil apresentou uma produção de 10.065 mil toneladas de cimento ocupando, assim, a 3ª posição no ranking de produção deste material, atrás das Regiões Sudeste e Nordeste, 1º e 2º lugares, respectivamente. Em âmbito estadual, o Rio Grande do Sul aparece como o nono maior produtor de cimento Portland no Brasil, com uma produção de 2.225 mil toneladas em 2012 (SNIC, 2014).

Assim como em outros Estados, a produção de cimento Portland vem crescendo no Rio Grande do Sul ao longo dos últimos anos. A queima de carvão mineral em usinas termelétricas gera resíduos pozolânicos que ainda viabilizam, do ponto de vista econômico, a produção em grande escala de cimento Portland CP IV. A Tabela 4 apresenta a produção anual de cimento no período de 2003 a 2012 no Estado do Rio Grande do Sul.

Tabela 4 – Produção anual de cimento no Estado do Rio Grande do Sul.

Ano	Consumo (x10 ³ ton)	Ano	Consumo (x10 ³ ton)
2003	1.683	2008	2.034
2004	1.575	2009	1.940
2005	1.473	2010	2.122
2006	1.511	2011	2.190
2007	1.661	2012	2.225

Fonte: CBIC (2013).

Com relação ao consumo de cimento, de acordo com dados do SNIC (2014), em 2010, o Brasil passou a ser o 4º maior consumidor mundial. No ano seguinte, operavam no

país, 81 unidades produtivas espalhadas por 23 Estados mais o Distrito Federal, com capacidade para produção de 78 milhões de toneladas por ano.

2.2 MATERIAIS POZOLÂNICOS

O termo “pozolana” provém da Roma Antiga, em que eram utilizados fragmentos de rochas vulcânicas contendo zeólita, encontradas no entorno do Monte Vesúvius, em Pozzuoli. Daí, o surgimento do termo pozolanas que, posteriormente, foi estendido á outros materiais, naturais e artificiais, com características aglomerantes (ZAMPIERI, 1989).

Após a invenção do cimento Portland as misturas de materiais pozolânicos com cal caíram em desuso, porém, a durabilidade destas misturas pode ser comprovada pelas edificações icônicas existentes por toda a Europa, que resistiram aos milhares de anos, como o *Pantheon* de Roma, na Itália, o Anfiteatro de Arles e o aqueduto *Pont du Gard*, ambos na França (Figura 4).



(a)



(b)



(c)

Figura 4 – Pantheon (a), na Itália; Anfiteatro de Arles (b) e Aqueduto Pont du Gard (c), na França.

Fonte: Wikipédia (2013).

2.2.1 Definição e classificação dos materiais pozolânicos

Os materiais pozolânicos podem ser definidos como sendo todo material inorgânico, natural ou artificial, silicosos ou silicoaluminosos que, por si só, possuem pouca

ou nenhuma atividade aglomerante, mas que, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes (ASTM C618, 1991; ACI 116.R-00, 2002; NBR 12653, 2014).

As pozolanas podem agrupar-se em dois grandes grupos: as naturais e as artificiais. A Figura 5 apresenta um fluxograma de classificação das pozolanas, sugerido por Pontes (2011).

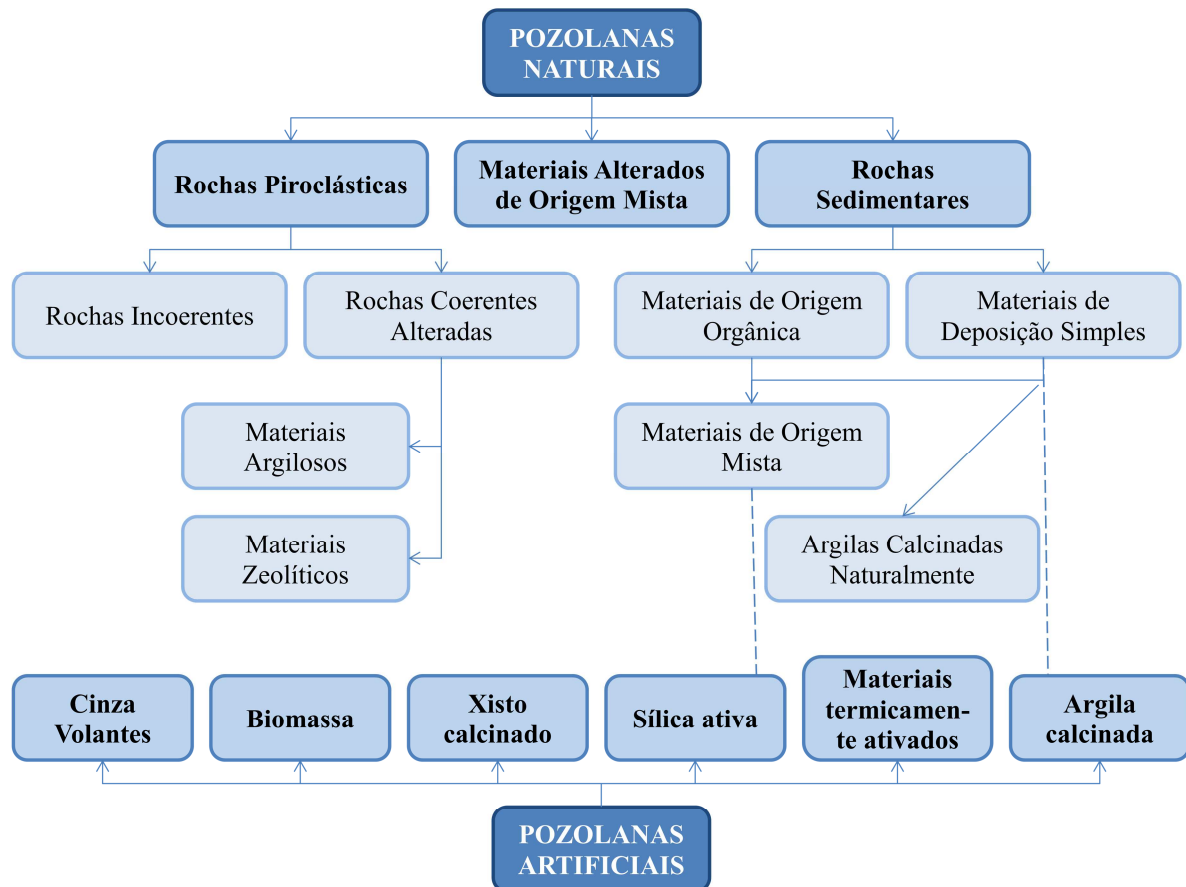


Figura 5 - Fluxograma de classificação das pozolanas.

Fonte: Adaptado de Pontes (2011).

As pozolanas naturais são submetidas a um processo de grande aquecimento, seguido de um resfriamento abrupto tal que lhes confira o caráter amorfo ou vítreo, característico de materiais pozolânicos. A composição química está associada à origem dos materiais porém, a presença de compostos de sílica, alumina e óxido de ferro é comum em meio às pozolanas naturais (TASHIMA, 2006). São exemplos deste tipo de material os tufos vulcânicos, terras diatomáceas e as argilas calcinadas naturalmente (BARROS, 2012).

Dentro da classe de pozolanas artificiais pode-se considerar a existência de dois subgrupos: as artificiais feitas especialmente para utilização como pozolanas e aquelas provenientes de processos industriais (coprodutos) (PONTES; SILVA; FARIA, 2012).

De acordo com Calmon (2007) existe uma linha muito tênue que distingue um produto nobre, passível de ser utilizado como adição em cimentos Portland, de um resíduo gerado de uma atividade industrial ou agrícola. Para embasar esta afirmação, o autor toma como exemplo o resíduo da indústria siderúrgica (escória de alto-forno), que durante muito tempo gerou impactos negativos do ponto de vista ambiental e econômico, mas atualmente, vem sendo largamente utilizado como adição no cimento Portland. A sílica ativa e as cinzas volantes também têm sua utilização consagrada como adição ao cimento Portland (RODRIGUES, 2004; VELOSA, 2006).

Há ainda, uma gama enorme de resíduos industriais que vêm sendo estudados como as cinzas de casca de arroz e de bagaço de cana-de-açúcar, as argilas calcinadas, entre outros.

A NBR 12653/2014 classifica as pozolanas em três grupos, com base nas origens dos materiais, como mostra a Tabela 5.

Tabela 5 – Classificação das pozolanas.

Classificação	Definição
Classe N	Pozolanas naturais e artificiais que obedecem aos requisitos da NBR 12653/2014, como certos materiais vulcânicos de caráter petrográfico ácido, cherts silicosos, terras diatomáceas e argilas calcinadas.
Classe C	Cinzas volantes produzidas pela queima de carvão mineral em usinas termoelétricas, que obedeça aos requisitos da NBR 12653/2014.
Classe E	Quaisquer pozolanas, não contempladas nas classes N e C, que obedecem aos requisitos da NBR 12653/2014.

Fonte: NBR 12653 (2014).

Esta classificação é criticada por Tashima (2006). Segundo o autor, as pozolanas devem ser classificadas levando-se em consideração a reatividade dos materiais e não somente a sua origem.

A partir da classificação do material pozolânico, a NBR 12653/2014 estabelece requisitos químicos, conforme apresentado na Tabela 6.

Tabela 6 – Requisitos químicos das pozolanas.

Propriedades	Classe de material pozolânico		
	N	C	E
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	≥ 70	≥ 70	≥ 50
SO_3	≤ 4	≤ 5	≤ 5
Teor de umidade	≤ 3	≤ 3	≤ 3
Perda ao fogo	≤ 10	≤ 6	≤ 6
Álcalis disponíveis em Na_2O	$\leq 1,5$	$\leq 1,5$	$\leq 1,5$

Fonte: NBR 12653 (2014).

Pinheiro (2008) afirma que não devem ser estabelecidas restrições quanto à composição química dos materiais pozolânicos. O autor sugere que o agrupamento dos materiais seja feito de acordo com critérios que possibilitem uma avaliação prévia da atividade pozolânica e da composição química e mineralógica.

No que tange às propriedades físicas, a versão do ano de 2012 da NBR 12653 apresenta os requisitos para que os materiais possam ser classificados como pozolânicos (Tabela 7).

Tabela 7 – Requisitos físicos das pozolanas (NBR 12653/2012).

Propriedades	Classe de material pozolânico		
	N	C	E
Material retido na peneira com abertura de malha de 45 µm	≤ 34%	≤ 34%	≤ 34%
Índice de atividade pozolânica: - com cimento aos 28 dias, em relação ao controle; - com cal aos 7 dias; - água requerida.	≥ 75% ≥ 6 MPa ≤ 115%	≥ 75% ≥ 6 MPa ≤ 110%	≥ 75% ≥ 6 MPa ≤ 110%
^a Critérios de uniformidade: a massa específica e a finura de amostras individuais não podem ter variação, em relação à média estabelecida em dez ensaios consecutivos, superior a no máximo 5%, em todos os casos.			

Fonte: NBR 12653 (2012).

A partir dos requisitos apresentados, Gava (1999) faz ponderações quanto aos limites estabelecidos para resistência à compressão e para água requerida. Segundo a autora, os requisitos químicos e físicos determinados pelas normas podem inviabilizar a utilização comercial de materiais de elevado potencial pozolânico.

Com a atualização da NBR 5752 em 2014, foram realizadas alterações em relação à versão do ano de 2012, nos valores mínimos de resistência mecânica (de 75% para 90%), e no teor de substituição de cimento por material pozolânico (de 35% para 25%) nas argamassas.

Outra modificação relevante diz respeito à previsão de uma quantidade máxima de água requerida pelas argamassas. Na versão de 2014 da NBR 12653 este requisito foi suprimido, já que a NBR 5752/2014 prevê a utilização de aditivo superplastificante para correção das consistências das argamassas.

A partir destas modificações e a título de informação, são apresentados na Tabela 8 os requisitos físicos para materiais pozolânicos, de acordo com a NBR 12653/2014.

Apesar das alterações realizadas na NBR 12653, Cordeiro (2009) atenta para a necessidade de uma caracterização mais abrangente quanto às características físicas, químicas e mineralógicas dos materiais pozolânicos.

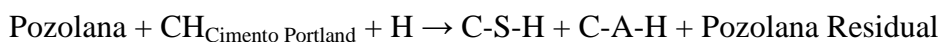
Tabela 8 – Requisitos físicos das pozolanas (NBR 12653/2014).

Propriedades	Classe de material pozolânico		
	N	C	E
Material retido na peneira 45 µm	< 20%	< 20%	< 20%
Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, em relação ao controle	≥ 90%	≥ 90%	≥ 90%
Atividade pozolânica com cal aos sete dias	≥ 6 MPa	≥ 6 MPa	≥ 6 MPa

Fonte: NBR 12653 (2014).

2.2.2 Reação pozolânica e potencial pozolânico

A pozolana, quando introduzida à pasta de cimento Portland, além de reagir com o CH existente produz, entre outros compostos com características resistentes, mais C-S-H. Esta reação, denominada “reação pozolânica”, tem função fundamental nas propriedades da pasta, acarretando em melhorias no desempenho da mesma. Segue figura esquemática da reação:



Onde:

$\text{CH}_{\text{Cimento Portland}}$ Hidróxido de Cálcio do Cimento Portland

H Água

C-S-H Silicato de Cálcio Hidratado

C-A-H Aluminato de Cálcio Hidratado

A reação pozolânica ocorre devido à reatividade da sílica e da alumina frente ao hidróxido de cálcio, dada a fragilidade e instabilidade das ligações estruturais no material pozolânico.

De maneira prática, Zhang *et al.* (2011) definem potencial pozolânico como sendo a capacidade de um material pozolânico reagir com cal na presença de água, em temperaturas normais, para formar compostos de cimento.

Vieria (2005) explica que, um material pozolânico, quando introduzido numa matriz cimentícia, reage com o hidróxido de cálcio livre, gerando novos compostos resistentes e estáveis como o C-S-H.

Massazza (1993) elenca as principais propriedades e características dos materiais que interferem no seu potencial pozolânico:

- Reatividade: esta característica refere-se às fases ativas (grau de amorfismo) dos materiais, ou seja, a pozolanicidade é inversamente proporcional à quantidade de fases

crystalinas apresentadas pelo material. Como exemplo desta diferença de amorfismo o autor cita o exemplo da cristobalita e do quartzo. Ambos são constituídos por sílica, porém a cristobalita apresenta reatividade (amorfismo) elevada em relação ao quartzo. A Figura 6 ilustra o arranjo molecular de dois compostos de sílica: um cristalino (quartzo) e outro amorfo (vidro);

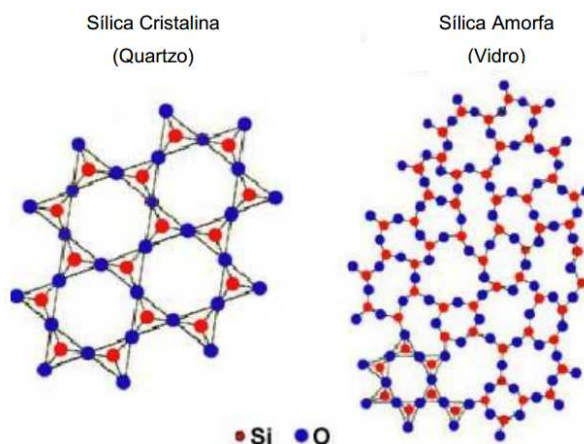


Figura 6 - Arranjo molecular de estruturas cristalina e amorfa compostas de sílica.

Fonte: Pontes (2011).

- Percentual de SiO_2 presente nas fases ativas: o percentual de sílica, que geralmente varia entre 45% e 85%, influencia no percentual de cal consumida. Porém, não se deve desconsiderar a presença de outros compostos pozolânicos, como a alumina;

- Razão cal/pozolana presente na mistura: trabalhos desenvolvidos pelo autor dão conta de que, ao diminuir a razão cal/pozolana, o percentual de cal consumida aumenta;

- Superfície específica: á curto prazo, a reatividade está intimamente ligada à superfície específica da pozolana, enquanto que a reatividade a longo prazo está mais dependente da composição química e mineralógica das pozolanas. O autor estabelece ainda que, segundo alguns estudos, a velocidade de reação é proporcional ao quadrado da superfície específica;

- Temperatura: esta variável implica em alterações na velocidade de reação cal/pozolana, porém, estudos mostraram que não há linearidade entre a temperatura de mistura e o consumo de cal, tendo em vista as diferentes naturezas de cada tipo de pozolana.

Com relação à cinética, cabe ressaltar que a reação pozolânica ocorre de maneira mais lenta se comparada à reação do cimento. Logo, a liberação de calor e o ganho de resistência também se darão de forma mais lenta (MEHTA; MONTEIRO, 2008). A Figura 7

ilustra o efeito da substituição parcial do cimento Portland por uma pozolana natural, com relação ao calor de hidratação do cimento Portland.

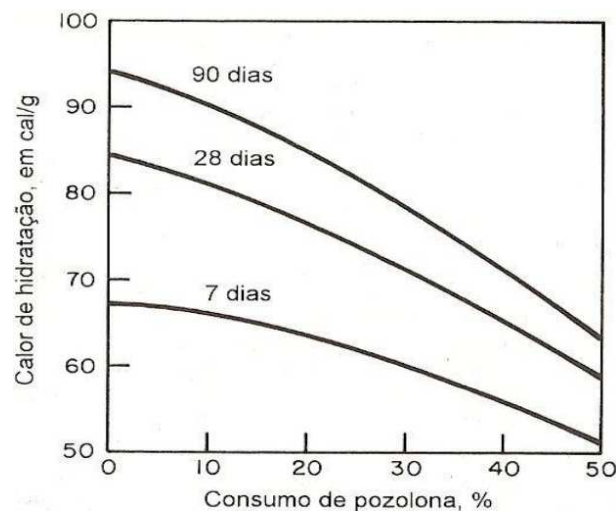


Figura 7 - Efeito da incorporação de uma pozolana natural em substituição ao cimento sobre o calor de hidratação.

Fonte: Mehta e Monteiro (2008).

No caso da incorporação de cerâmica vermelha, as principais diferenças quanto à cinética da hidratação do cimento estão ligadas à formação de C_3S . Nas demais etapas da hidratação não há diferenças significativas devido à incorporação de cerâmica vermelha em uma matriz cimentícia (TYDLITÁT *et al.*, 2012).

As partículas de aluminato de cálcio hidratado e de pozolana residual que não reagem no processo de hidratação do cimento, permanecem na pasta na forma de fíler aumentando a compacidade da pasta. Assim, a combinação dos produtos resistentes e do efeito fíler, gerados através da reação pozolânica, resulta em melhorias significantes na resistência à esforços mecânicos e ataques químicos da pasta, contribuindo, por extensão, para o aumento da sua durabilidade (VIEIRA, 2005).

Sob este aspecto, Mehta e Monteiro (2008) destacam que as reações pozolânicas desencadeiam dois efeitos importantes do ponto de vista físico: o refinamento do tamanho dos poros e do tamanho dos grãos. O primeiro diz respeito à formação de silicatos de cálcio hidratados ao redor das partículas de pozolana. Esta reação resulta no preenchimento dos poros existentes na pasta com um material microporoso e, conseqüentemente, de baixa densidade. Com relação ao refinamento do grão, os autores afirmam que o processo de nucleação do C-S-H ao redor das partículas de pozolana, tende a formar cristais pequenos e com menor orientação se comparado às partículas de pozolana, além de gerar produtos de

reação pouco cristalinos. Estes dois efeitos têm importância fundamental no sucesso da reação pozolânica nas pastas de cimento Portland.

Assim, os benefícios da utilização de pozolanas em matrizes cimentícias, do ponto de vista técnico, podem ser resumidos, basicamente, em três fatores: baixa liberação de calor durante a reação de hidratação, formação de novos compostos hidratados e preenchimento de poros pelos produtos da reação pozolânica. Estes fenômenos resultam na diminuição da fissuração e no aumento da compacidade, da resistência mecânica e da durabilidade das pastas cimentícias.

2.3 ARGILAS

2.3.1 Histórico e Definição

A produção de materiais cerâmicos é uma das atividades industriais mais antigas do mundo. Desde o período neolítico, a necessidade humana de acondicionar alimentos, principalmente, levou o homem a desenvolver utensílios de barro que, inicialmente, eram secos naturalmente (KAZMIERCZAK, 2010). Posteriormente, o Homem constatou que o calor melhorava as propriedades mecânicas do material, surgindo, assim, a cerâmica propriamente dita (BAUER, 1994). Assim, pode-se afirmar que as argilas foram o primeiro material com características ligantes utilizados pelo Homem.

A história da utilização de argilas calcinadas como pozolana é contemporânea à utilização de rochas vulcânicas para esta finalidade. Zampieri (1993) relata que os romanos utilizavam telhas cerâmicas moídas no preparo de argamassas com pozolana e cal, em substituição às pozolanas naturais nas regiões com baixa disponibilidade deste material. Na mesma época, egípcios e hindus também se valiam da utilização de pozolanas provenientes de argilas calcinadas, produzindo argamassas de cal e argila cozida e moída.

Já no século XX, uma das maiores contribuições no que diz respeito à ativação térmica de argilas foi dada pelos indianos. Em 1968 introduziu-se na Índia a norma denominada IS:1344 - "Specification for burnt clay pozzolan", objetivada no fornecimento das diretrizes para obtenção de pozolanas a partir da ativação térmica das argilas (CHRISTÓFOLLI, 2010).

No Brasil, os primeiros registros de utilização de argilas calcinadas como pozolanas data da época da construção da barragem de Jupia, em meados da década de 1960 (CHRISTÓFOLLI, 2010).

À época, a utilização de argilas calcinadas como pozolanas na obra de Jupiá levou algumas cimenteiras a fazer uso deste material no seu processo produtivo, tais como: Cimento Tupi (Volta Redonda/RJ), Cimento Itaú de Corumbá, Cimepar (Paraíba) e Companhia de Cimento Itambé (Paraná). Porém, esta prática caiu em desuso em função da utilização de outras opções que apresentavam-se mais vantajosas economicamente, como as escórias de alto-forno e as cinzas volantes (ZAMPIERI, 1989; BATTAGIN, 1987).

A palavra argila vem do grego *árgilos* que, traduzida ao latim, torna-se argila (FERREIRA, 2010). Atualmente, em meio à comunidade científica, o termo "argila" permite várias definições, dependendo da formação profissional, técnica e científica daqueles que utilizam deste material como objeto de estudo (MEIRA, 2001 e SOUZA, 2006). Porém, o conceito com aceitação mais abrangente define a argila como sendo um material natural, terroso, composto de partículas (geralmente, argilominerais), podendo conter impurezas e que, quando associada com água em quantidade conveniente, desenvolve propriedades plásticas. Além disso, endurece após a secagem e adquire resistência mecânica durante processos de queima em elevadas temperaturas (SANTOS, 1989; MEIRA, 2001; PUREZA, 2004).

Santos (2008) classifica as argilas em dois grandes grupos: residuais e transportadas. As argilas residuais, ou naturais, são aquelas que, dadas as condições de intemperismo, topografia e natureza da rocha matriz, permaneceram no local de sua formação. Já, as argilas denominadas como transportadas, secundárias ou sedimentares são aquelas que foram removidas do seu local de formação através da ação de agentes da natureza (chuva, derretimento de geleiras, vento, entre outros).

2.3.2 Composição química e mineralógica das argilas

É consenso na comunidade científica que as propriedades físicas e químicas de uma determinada argila estão intimamente ligadas aos argilominerais que as constituem (SANTOS, 2008). Estes materiais são formados, basicamente, do ponto de vista químico, por silicatos de alumínio hidratados, podendo conter elementos como magnésio, ferro, cálcio, sódio, potássio, lítio, entre outros (BARBOSA, 2009 e SOUZA, 2006).

As cerâmicas vermelhas são constituídas, basicamente, por argilominerais como a caulinita, a illita e as montmorilonitas; e outros mineiras como quartzo, feldspato, mica, pirita e hematita (KAZMIERCZAK, 2010). A Tabela 9 mostra as principais propriedades que estes elementos conferem à cerâmica vermelha.

Tabela 9 - Principais propriedades dos elementos constituintes das argilas.

Elementos	Principais Propriedades
Alumina	Propicia estabilidade dimensional em temperaturas elevadas.
Carbonato e sulfato de cálcio e magnésio	Resultam em expansão volumétrica, agem como fundentes.
Matéria Orgânica	Resulta em retração, fissuras durante o processo de sazonalidade e queima, e diferenças de coloração em um mesmo componente cerâmico.
Sílica livre	Diminui a retração durante os processos de sazonalidade e queima, reduz a plasticidade da argila.
Silicatos e fosfatos	São fundentes, alguns aumentam a resistência da cerâmica.
Sais solúveis	Propiciam o aparecimento de eflorescências nos componentes cerâmicos.

Fonte: Kazmierczak (2010).

O metacaulim (ou metacaulinita), por sua vez, é um material amorfo resultante do processo de desidratação da caulinita através da calcinação em elevadas temperaturas (GARDOLINSKI, 2003). Segundo Ferreira (2010), o prefixo "meta", de origem grega, significa mudança (alteração) de algo em relação à situação inicial, bem como a condição que a precede. No caso da palavra "metacaulim", o prefixo remete à mudança no estado de hidratação do caulim, de hidratado para desidratado, provocada por um aquecimento (GARDOLINSKI, 2003).

Diferentemente das demais pozolanas que, via de regra, são caracterizadas pelo alto teor de sílica em comparação aos demais compostos, o metacaulim apresenta teores semelhantes, em massa, de sílica e alumina (MALHOTRA; MEHTA, 1996).

Battagin (1987) explica que a maior presença de alumina confere ao metacaulim maior potencial pozolânico pois, segundo o autor, quanto maior o teor de sílica maior é a presença de materiais de baixa atividade pozolânica, como o quartzo.

O metacaulim é obtido a partir da calcinação de argilas caulínicas e caulins em temperaturas entre 600°C e 900°C. Durante a calcinação, a caulinita perde de sua estrutura cristalina os íons hidroxila, ocasionando a destruição do arranjo atômico, criando um material amorfo de elevada instabilidade (DAL MOLIN, 2005).

A calcinação, porém, deve ser realizada controlando-se a temperatura a fim de garantir a reatividade do material sem causar sua fusão. Barata (1998) afirma que, acima dos 900°C ocorre a formação de compostos cristalinos estáveis com menor superfície específica e, por extensão, menor atividade pozolânica.

2.3.3 Processo produtivo e geração de resíduo de cerâmica vermelha

O processo produtivo de derivados da indústria cerâmica vermelha pode ser resumido em três etapas: preparação, conformação e queima. O primeiro processo consiste na

extração das argilas (matéria-prima) e na preparação (mistura e homogeneização) deste material para a etapa de conformação. A segunda etapa envolve a moldagem da matéria-prima na forma desejada (tijolo, tavela, telha, entre outros). Finalmente, as peças são submetidas à secagem, natural ou artificial, podendo, então, sofrer o processo de queima (GRIGOLETTI; SATTLER, 2003). A Figura 8 apresenta de forma mais detalhada as etapas do processo produtivo dos produtos de cerâmica vermelha.

A indústria da cerâmica vermelha concentra-se na produção de componentes de construção como blocos, tijolos, telhas, tabelas, entre outros. De acordo com Ribeiro (2010), este setor corresponde a 4,8% do total de indústrias da construção civil no Brasil, que consomem 10,3 milhões de toneladas de argila ao mês.

A extração da argila vermelha destaca-se como a 4ª maior produção do setor mineral brasileiro, atrás apenas da produção de ferro e de agregados (areia e brita) (RIBEIRO, 2010).

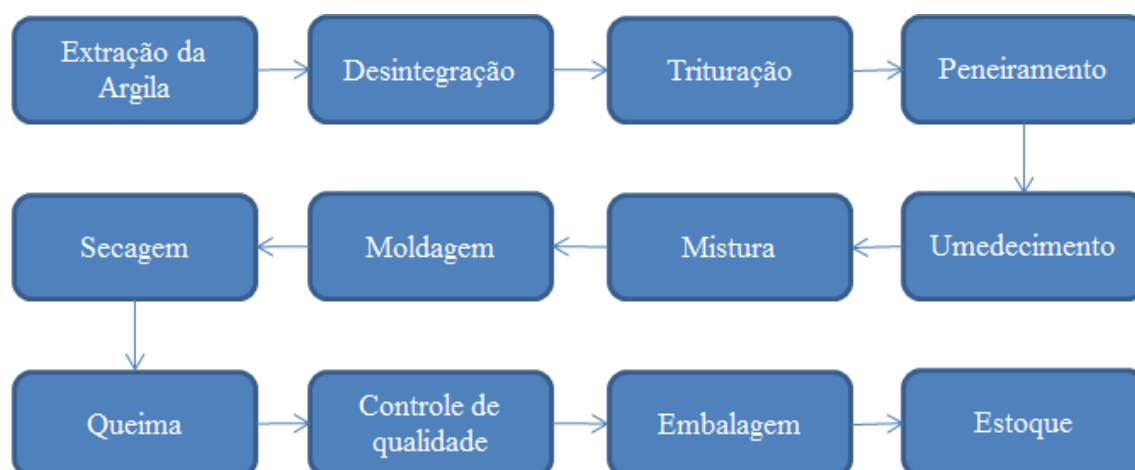


Figura 8 - Etapas do processo produtivo de derivados da cerâmica vermelha.

Fonte: Adaptado de Grigoletti e Sattler (2003).

A Associação Nacional da Indústria Cerâmica (ANICER, 2013) afirma que existem, no Brasil, 7.431 empresas, gerando 293 mil empregos diretos e faturando, anualmente, 18 bilhões de reais.

A Tabela 10 relaciona a quantidade de indústrias de cerâmica vermelha no Brasil com os produtos fabricados.

Porém, a fabricação em grande escala de produtos cerâmicos traz consigo a geração de resíduos decorrentes de seu processo de produção, ainda largamente realizado de forma artesanal. Após a queima, o rearranjo da estrutura molecular de alguns componentes da cerâmica vermelha torna-a frágil, aumentando sua suscetibilidade a choques mecânicos,

principalmente. Assim, etapas produtivas como paletização, carga, transporte e descarga dos materiais, são grandes geradoras de resíduos cerâmicos, antes mesmo da sua utilização final.

Tabela 10 - Produção das indústrias de cerâmica vermelha no Brasil.

Produto	Nº de empresas	% do setor	Produção (peças/mês x 10 ⁶)	Consumo de argila (ton/mês x 10 ⁶)
Blocos e tijolos	4.820	63	4.000	7.800
Telhas	2.509	36	1.300	2.500
Tubos	12	0,1	325,5km	-

Fonte: Prado e Bressiani (2013).

A Figura 9 ilustra o ciclo de vida dos produtos cerâmicos, em geral, de acordo com a Associação Nacional da Indústria Cerâmica (ANICER, 2013). Esta figura esquemática sugere a geração de resíduos somente ao final da vida útil dos produtos cerâmicos, porém, o índice de geração de resíduos na etapa de produção da cerâmica pode variar de 3% a 30% (DIAS, 2004). De acordo com Gonçalves (2005), estas perdas são significativas, tendo em vista a produção em larga escala de produtos cerâmicos no Brasil, e estão relacionadas com a fragilidade dos produtos, além de problemas nas etapas de transporte, estocagem e manutenção dos depósitos.



Figura 9 - Esquema do Ciclo de Vida dos produtos cerâmicos.

Fonte: Adaptado de ANICER (2013).

Além disso, os resíduos cerâmicos são responsáveis por uma parcela considerável dos resíduos de construção e demolição que, por sua vez, correspondem a 50% dos resíduos sólidos urbanos nas cidades brasileiras (CABRAL *et al.*, 2009).

De acordo com Pacheco-Torgal e Jalali (2010), a geração de resíduos cerâmicos na indústria europeia, de modo geral, monta de 3 a 7% da produção total. Como complicativo, existem cada vez mais restrições à disposição de resíduos em aterros no Velho Continente, o que torna cada vez mais necessário o reaproveitamento destes materiais.

Em estudo realizado com indústrias de cerâmica vermelha no Rio Grande do Sul, Grigoletti e Sattler (2003) ratificam esta afirmação e relatam que a geração de resíduos após a queima da cerâmica, além de representar um consumo desnecessário de recursos naturais, resulta na necessidade de ocupação de solo e em risco de acidentes que, segundo os autores, não devem ser negligenciados.

2.3.4 Potencial pozolânico da cerâmica vermelha

Durante o processo de queima, a perda de água das argilas provoca a destruição da sua estrutura cristalina, convertendo-se, então, para o estado amorfo instável, ou seja, com elevado potencial reativo (MURAT, 1983). Combinados com hidróxido de cálcio e água, iniciam reação pozolânica formando compostos de alta resistência e durabilidade (VEJMELKOVÁ *et al.*, 2012).

Em seu tamanho original, os resíduos cerâmicos apresentam pouca atividade pozolânica na superfície devido à sua composição química e, principalmente, ao tamanho de grão. Quando moídos, porém, a atividade pozolânica aumenta proporcionalmente ao incremento da área superficial (JIMÉNEZ *et al.*, 2013).

Vieira (2005) ratifica esta afirmação ao apresentar estudos que mostram que os resíduos de cerâmica vermelha desenvolvem maior atividade pozolânica quando moídos, potencializando a utilização destes em argamassas ou concretos.

Porém, embora a incorporação de resíduo de cerâmica vermelha possa promover uma estrutura mais homogênea e densa, existem muitos fatores que implicam em variações na composição do resíduo, como a homogeneidade e temperatura de queima e a mineralogia da argila utilizada na fabricação do produto (VIEIRA, 2005).

2.3.5 Influência da temperatura de queima no potencial pozolânico das argilas calcinadas

Para entender o comportamento pozolânico das argilas calcinadas faz-se necessário avaliar as condições e temperaturas de queima a que foram submetidas. Este condicionante influencia fortemente as propriedades mecânicas das cerâmicas, afetando a

microestrutura e porosidade interior das peças de cerâmica vermelha (PINHEIRO; HOLANDA, 2010).

Segundo Sánchez de Rojas *et al.* (2006), as propriedades pozolânicas das argilas são ativadas quando submetidas à temperatura de queima acima de 900°C, dando-lhes, assim, propriedades pozolânicas.

Cordeiro e Désir (2010), porém, contrariam esta afirmação, baseados em estudo que relaciona a temperatura de queima com a reatividade das argilas, em função do diferente grau de desordem cristalina do material. A Figura 10 apresenta o gráfico elaborado pelos autores, que ilustra a relação entre as variáveis estudadas e o valor mínimo de atividade pozolânica estabelecido pela NBR 12653/2012 (75%).

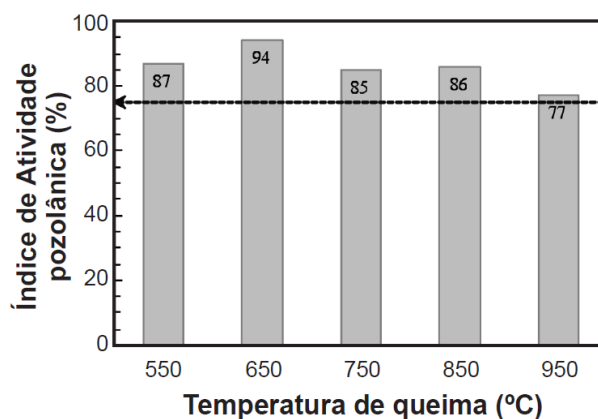


Figura 10 - Índice de atividade pozolânica de argilas calcinadas.

Fonte: Cordeiro e Désir (2010).

A partir dos resultados de Cordeiro e Désir, percebe-se que o pico de atividade pozolânica da argila estudada foi atingido com temperatura de queima de 650°C e, o menor na temperatura de 950°C. Este índice das argilas queimadas a 950°C é justificado pelos autores pelo início da transição entre as fases metacaulinita e mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). Ainda assim, o índice de atividade pozolânica para todas as temperaturas de queima das argilas esteve acima do limite determinado pela versão de 2012 da NBR 12653.

2.3.6 Utilização de resíduos da indústria como adições pozolânicas

No Brasil, têm-se realizados estudos que comprovam a viabilidade técnica e o ganho ambiental da incorporação de resíduos de cerâmica vermelha na composição do cimento ou em matrizes cimentícias.

Alves *et al.* (2002) realizaram estudos substituindo 45% do cimento por fíler de cerâmica vermelha em argamassas. Nos ensaios de resistência à compressão, as argamassas com adição cerâmica atingiram 75% da resistência obtida pela argamassa de referência.

Outra pesquisa, desenvolvida Bahiense *et al.* (2008), avaliou a influência da incorporação de um resíduo de cerâmica vermelha, em substituição a uma fração de cimento, nas resistências de concretos e argamassas. Como resultado, os autores observaram que, para substituições em torno de 15%, a incorporação de resíduos de cerâmica melhorou as propriedades dos concretos e argamassas.

Gonçalves (2005) submeteu argamassas com diferentes teores de incorporação de resíduo cerâmico (10, 20, 30 e 40%) a análises térmicas, a fim de estimar a quantidade de água quimicamente combinada nos produtos de hidratação do cimento. Concluiu-se que, o melhor comportamento com relação à formação de hidratos ocorre com argamassas de teor de incorporação de 10%.

Da mesma forma, Fonseca (2006), Silva, Brito e Veiga (2009) e Ribeiro, Labrincha e Morelli (2012), em pesquisas realizadas com matrizes cimentícias, ratificam os benefícios mecânicos e ambientais da incorporação de argilas calcinadas, obtidas na forma de resíduo cerâmico vermelho, em substituição à frações de cimento.

Em pesquisa realizada com concretos produzidos com diferentes teores de substituição (5, 10 e 15%) de cimento por cerâmica vermelha, concluiu-se que a atividade pozolânica apresentada pela cerâmica contribuiu para o aumento da resistência mecânica dos concretos, principalmente, para aqueles com incorporação de 15% de fíler (CORDEIRO; DÉ SIR, 2010).

Em âmbito internacional, Pontes, Silva e Faria (2012) realizaram estudos com incorporação de metacaulim e resíduo de cerâmica vermelha, em argamassas à base de cal hidráulica natural. Concluíram que a substituição parcial de cal por estes materiais é vantajosa dos pontos de vista técnico e ambiental, e que o percentual de substituição deve ser determinado em função das características pretendidas para a argamassa.

O'Farrell *et al.* (2006) estudaram a influência da incorporação de 30% de resíduos finos de blocos cerâmicos em substituição ao cimento em argamassas, e submeteram amostras à ensaios de resistência à compressão simples. Como resultado, aos 28 dias, as argamassas apresentaram menor resistência em relação à argamassa de referência (sem incorporação de

material cerâmico). Contudo, aos 90 dias de idade, as argamassas com adição cerâmica apresentaram desempenho mecânico acima do obtido para as argamassas de referência.

Pesquisas realizadas na Argentina com argilas calcinadas provenientes de resíduos da produção de telhas de cerâmica vermelha mostraram que este material também é adequado para substituição parcial do cimento (de 20% a 30%, em massa), sem efeito prejudicial na resistência à compressão de argamassas (LAVAT; TREZZA; POGGI, 2009).

2.4 MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA

Do surgimento de novos materiais com potencial pozolânico surgiu a necessidade de introdução de uma medida que demonstrasse a eficácia destes materiais quando combinados à matrizes cimentícias. Desta forma, introduziu-se o conceito de "atividade pozolânica", que pode ser definida como um parâmetro que permite a análise da reatividade de um determinado material, permitindo a comparação de seu desempenho pozolânico frente à outros materiais (CORDEIRO, 2009).

Contudo, a variedade de métodos existentes para determinação da atividade pozolânica evidencia a dificuldade que a comunidade científica vem tendo para encontrar uma metodologia que possa ser aplicada a todos os tipos de pozolanas estudadas (CORDEIRO, 2009). Entre os fatores que dificultam esta padronização na determinação da atividade pozolânica estão a heterogeneidade dos materiais estudados e os fenômenos que ocorrem durante a hidratação em matrizes cimentícias (REGO, 2004).

Kieling (2009) ratifica esta problemática ao afirmar que não há concordância quanto ao método mais indicado para determinação da atividade pozolânica, justamente, porque esta propriedade pode ser influenciada por características muito peculiares do material.

A atividade pozolânica pode ser determinada por métodos diretos e indiretos. Os métodos diretos monitoram a presença de hidróxido de cálcio e sua variação em função do tempo durante a reação pozolânica, utilizando métodos analíticos como a difração de Raios-X quantitativa, microscopia ou análise termogravimétrica do material. Os métodos indiretos, no entanto, medem as variações ocorridas nas propriedades mecânicas, físicas ou químicas do material como, por exemplo, resistência à compressão, condutividade elétrica e teor de água quimicamente combinada, respectivamente (PARROT *et al.*, 1990, DONATELLO; TYRER; CHEESEMAN, 2010).

Neste contexto, Swamy (1993) explica que a avaliação da atividade pozolânica deve ocorrer de forma ampla, ou seja, considerando as características químicas, morfológicas e físicas intrínsecas à cada material, e avaliando a resistência mecânica da reação pozolânica quando associados à cal e ao cimento.

Gava (1999) realizou um estudo com argamassas, objetivado na avaliação comparativa de diferentes métodos de determinação da atividade pozolânica. Concluiu que os métodos disponíveis na época não apresentavam concordância com o real desempenho das pozolanas nas argamassas e que as normas utilizadas para classificação das pozolanas inibiam o uso de um determinado tipo de material ao classificá-lo de forma errônea.

Como exemplos de métodos mais utilizados para determinação da atividade pozolânica dos materiais, pode-se elencar, em ordem crescente de adesão em pesquisas: método de Chapelle modificado, ensaio de Frattini, método de Luxàn, análises térmicas e avaliação da resistência à compressão (CUNHA, 2012). Dada maior frequência de utilização em pesquisas da área, os três últimos métodos foram reproduzidos neste trabalho e, portanto, serão descritos com maior riqueza de detalhes em comparação aos demais.

O método de Chapelle, desenvolvido por Chapelle em 1958, foi criado com o objetivo de avaliar a atividade pozolânica de um material, determinando-se a quantidade de hidróxido de cálcio não reagido com o material ensaiado, obtido por titulação. Quanto menor o teor de hidróxido de cálcio não reagido, maior a atividade pozolânica do material analisado (ANTIOHOS; CHOULIARA; TSIMAS, 2006). Mais tarde, os pesquisadores Benoit e Largent promoveram alterações relativas à temperatura e tempo de duração do ensaio e introduziram a agitação constante, passando o ensaio a ser denominado de método de Chapelle modificado (MADALENA, 2013).

De acordo com a norma francesa NFP 18 513 (2010), o ensaio consiste em misturar 1,0 g de material pozolânico com 2,0 g de óxido de cálcio em 100 ml de água destilada. Esta solução deve ser mantida em agitação durante 16 horas, a uma temperatura de $85 \pm 5^\circ\text{C}$. Assim, a pozolanicidade do material pode ser determinada obtendo-se a quantidade de cal consumida pela pozolana, através de um processo de titulação.

No Brasil, este método segue as determinações da NBR 15895/2010 que prevê a determinação da atividade pozolânica através da quantificação de hidróxido de cálcio fixado pela pozolana, comparando-se soluções de óxido de cálcio, com e sem adição pozolânica.

Estas soluções são mantidas a 90°C durante 16 horas quando, após este período, são determinadas as quantidades de óxido de cálcio não reagidas (SANTOS, 2006).

Pontes (2011) realizou estudo comparativo entre diferentes métodos de determinação da atividade pozolânica e concluiu que o método de Chapelle modificado apresenta correlação significativa com os ensaios de resistência à compressão realizados em argamassas, dando bons indícios sobre o comportamento da pozolana nos primeiros 28 dias de idade.

Contudo, apesar do método de Chapelle modificado consistir em uma metodologia simples, rápida e eficiente para determinar a atividade pozolânica de um material, Adreijkovičová *et al.* (2011) consideram que o comportamento do material ensaiado num sistema "pozolânico fresco", não representa necessariamente o real comportamento do sistema no estado endurecido e em idades elevadas. Segundo os autores, para uma correta avaliação da atividade pozolânica ao longo do tempo, devem ser realizados ensaios de resistência mecânica com argamassas ou concretos, após meses ou anos de cura.

O ensaio de Frattini, por sua vez, prevê a determinação da atividade pozolânica através da comparação da quantidade de hidróxido de cálcio presente na fase líquida que contém a matriz cimentícia avaliada, com a quantidade de hidróxido de cálcio necessária para saturar um meio de mesma alcalinidade. Assim, o potencial pozolânico é evidenciado quando o teor de cálcio da solução restante fica abaixo da curva de saturação de hidróxido (Figura 11), em função da alcalinidade do meio (SANTOS, 2006).

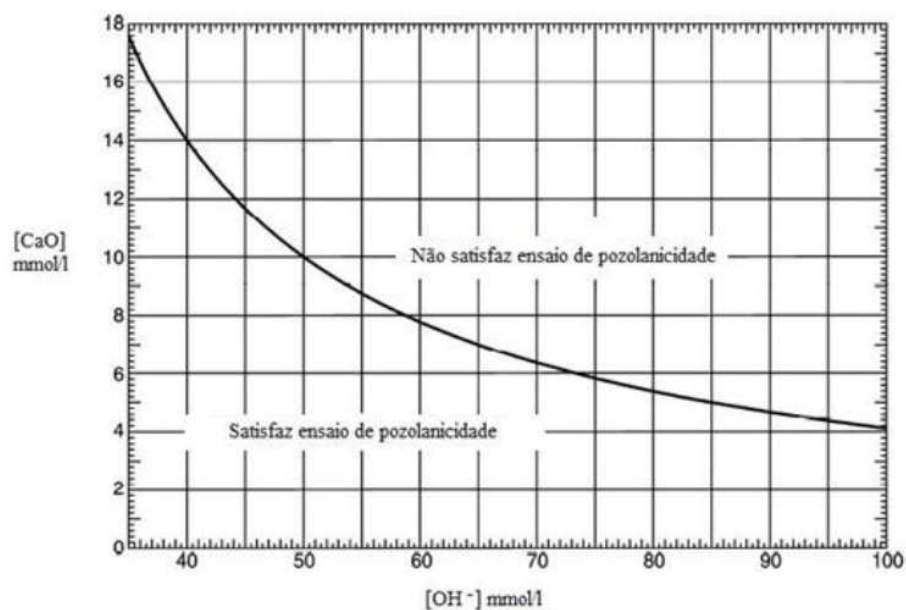


Figura 11 - Gráfico do método de Frattini

Fonte: Madalena (2013).

Donatello, Tyrer e Cheeseman (2010) utilizaram o método de Frattini para determinar a atividade pozolânica de diferentes materiais, comparando com ensaios de resistência à compressão. Os autores chegaram à conclusão de que há correlação significativa entre os resultados obtidos pelos dois tipos de ensaio.

A grande limitação deste ensaio, porém, está ligada à avaliação de soluções altamente reativas, em que os resultados podem sair dos limites do gráfico ilustrado na Figura 11 (PONTES, 2011).

2.4.1 Análises termogravimétricas (TG/DTG)

A atividade pozolânica de um material quando associado ao cimento pode ser determinada, também, a partir de análises termogravimétricas. Este método baseia-se na determinação do tipo e da quantidade de fases hidratadas em diferentes idades. À medida em que a concentração de CH diminui, aumentam as quantidades de fases de C-S-H e C-A-H e, portanto, evidencia-se a presença de reação pozolânica na matriz estudada (TIRONI *et al.*, 2014).

Sob outra ótica, Silva (2011) explica que, através destas análises é possível determinar a quantidade de água quimicamente combinada na forma de hidroxilas em função do aumento gradativo da temperatura. Esta medida é tomada a partir da perda ou do ganho de massa do material de acordo com as reações (endotérmicas ou exotérmicas) que ocorrem quando da variação da temperatura. Os gráficos resultantes dão informações sobre estabilidade térmica, composição inicial e outros compostos que venham a se formar no decorrer do ensaio.

No caso de pastas de cimento Portland com adições pozolânicas, Massazza (1998) explica que os hidratos formados pelas reações pozolânicas são quimicamente muito próximos dos hidratos formados pelo cimento Portland. Assim, a influência da incorporação de materiais pozolânicos em pastas de cimento Portland pode ser explicada, também, utilizando-se as técnicas de termogravimetria.

Pesquisas realizadas por Dweck *et al.* (2002) mostraram que, através de análises térmicas, é possível determinar o teor de água quimicamente combinada de todos os hidratos formados em pastas de cimento Portland, avaliando-se a perda de massa no intervalo de temperatura entre 50°C e a temperatura final de decomposição do hidróxido de cálcio. Mais tarde, o método foi refinado, tomando como base de cálculo das curvas TG e DTG a massa calcinada da pasta de cimento e não mais a massa inicial da amostra (DWECK *et al.*, 2009).

Esta medida visa aprimorar as comparações entre os resultados encontrados pelas análises termogravimétricas, uma vez que, dadas as diferenças na composição inicial das amostras analisadas, os cálculos das curvas em base à massa inicial não são representativos (CUNHA, 2012).

DWECK *et al.* (2013) ratificam esta justificativa ao afirmar que, em estudos com pastas de cimento ou argamassas, em que se pretende comparar produtos hidratados de amostras com diferentes tempos de hidratação ou com incorporação de outros materiais, a análise da perda real de massa das amostras em função destas variáveis não pode ser realizada com base na comparação direta entre as curvas padrão obtidas por termogravimetria. Em 2013, os autores promoveram nova modificação no método, calculando a perda de massa de cada mistura com base na massa de cimento inicial da amostra.

Tanto o método com base na massa calcinada de cimento (DWECK *et al.*, 2009), como o método com base na massa inicial (DWECK *et al.*, 2013) deste material são maneiras corretas para análise das perdas de massa por termogravimetria e geram os mesmos resultados comparativos. A vantagem em utilizar o método com base na massa inicial de cimento é que os percentuais obtidos são numericamente mais fáceis de serem compreendidos em relação àqueles calculados com base na massa calcinada de cimento. Isto porque os percentuais calculados em relação à massa calcinada de cimento, que vinha sendo utilizada em trabalhos anteriores, geram resultados em uma base aparentemente "virtual" para a maioria dos leitores, conduzindo a uma compreensão mais difícil dos resultados (DWECK *et al.*, 2013).

De acordo com a metodologia desenvolvida por DWECK *et al.* (2013), o cálculo da perda de massa percentual de pastas de cimento ou argamassas, em base à massa inicial de cimento, varia em função da existência, ou não, de adições incorporadas à estas matrizes.

Para as pastas ou argamassas que não possuem adições, ou seja, nos casos em que os óxidos resultantes da calcinação têm a mesma composição do cimento calcinado, os dados originais das análises termogravimétricas são transformados, a fim de que os valores de perda de massa nas temperaturas "T" sejam obtidos em base de massa da amostra calcinada, conforme mostra a Equação 1:

$$M,cb = \frac{M,ib}{M_c,ib} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

M,cb = massa percentual na temperatura "T", em base de massa calcinada;

M, ib = massa percentual na temperatura "T", obtida a partir da respectiva curva TG, em base de massa inicial da amostra;

Mc, ib = massa percentual da amostra calcinada a 1.000°C, obtida a partir da respectiva curva TG, em base de massa inicial da amostra.

A partir da Equação 2, a massa percentual da amostra, calculada em base de massa calcinada da mesma (M, cb) é transformada a partir da massa de cimento calcinado, em base de massa de cimento inicial.

$$M, cim = M, cb \times \frac{Mc, cim}{100} \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

M, cim = massa percentual na temperatura "T", em base de massa de cimento inicial;

Mc, cim = massa percentual de cimento calcinado a 1.000°C, em base da massa inicial de cimento;

Para os casos em que há adição de outros materiais (agregados) em pastas de cimento ou argamassas, a fração de massa dos óxidos de cimento originais presentes na amostra calcinada podem ser estimados conforme a Equação 3.

$$foxcim, ib = \frac{Mcim \times Mc, cim}{(Mcim \times Mc, cim) + \sum_{k=1}^k (Mk \times Mck, ib)} \quad \text{Equação 3}$$

Onde:

$foxcim, ib$ = fração de massa de óxidos de cimento originais presentes no resíduo calcinado a 1.000°C, em base de massa inicial da amostra;

$Mcim$ = massa de cimento utilizada na composição da pasta/argamassa;

Mk = massa de agregado "K" utilizado na composição da pasta/argamassa;

Mck, ib = massa percentual de agregado "K" calcinado a 1.000°C, obtida a partir da respectiva curva TG, em base de massa inicial da amostra.

Assim, para se obter a massa percentual de cada mistura na mesma base de massa de cimento calcinado, utiliza-se a Equação 4.

$$Mf,cb = \frac{100 \times \frac{Mf,if}{Mf,cif}}{foxcim,ib} \quad \text{Equação 4}$$

Onde:

Mf,cbf = massa percentual da mistura na temperatura "T", em base de massa de cimento calcinado;

Mf,if = massa percentual da mistura na temperatura "T", obtida a partir da respectiva curva TG, em base de massa inicial da amostra;

Mf,cif = massa percentual da mistura calcinada a 1.000°C, obtida a partir da respectiva curva TG, em base de massa inicial da amostra.

Por fim, a exemplo do previsto pela Equação 2, os resultados de perda de massa das pastas de cimento ou argamassas, obtidos em base de massa calcinada, são transformados em base de massa de cimento inicial (Mf,cim) através da Equação 5.

$$Mf,cim = Mf,cbf \times \frac{Mc,cim}{100} \quad \text{Equação 5}$$

Para relacionar a perda de massa, obtida através de análises termogravimétricas, com o potencial pozolânico de uma amostra de pasta de cimento ou argamassa, faz-se necessário correlacionar os picos apresentados pelas curvas de TG e DTG com as reações de desidroxilação e decomposição que ocorrem durante o aquecimento da amostra. A Figura 12 apresenta as reações de perda de massa em função da temperatura durante o ensaio de termogravimetria.

Até a temperatura de 35°C, ocorre a perda de massa correspondente à água livre não combinada, em função da secagem das amostras, caso não tenham sido secas previamente. A partir desta temperatura até 200°C, observam-se picos característicos da decomposição da tobermorita e da etringita, que estão sobrepostos e são analisados juntos. Entre 200°C e 350°C ocorre a decomposição de outras fases hidratadas. O pico formado entre as temperaturas de 350°C e 450° refere-se à desidroxilação de hidróxido de cálcio e, por fim, entre 550°C e 750°C tem-se um pico correspondente à decomposição do carbonato de cálcio (CUNHA, 2012).

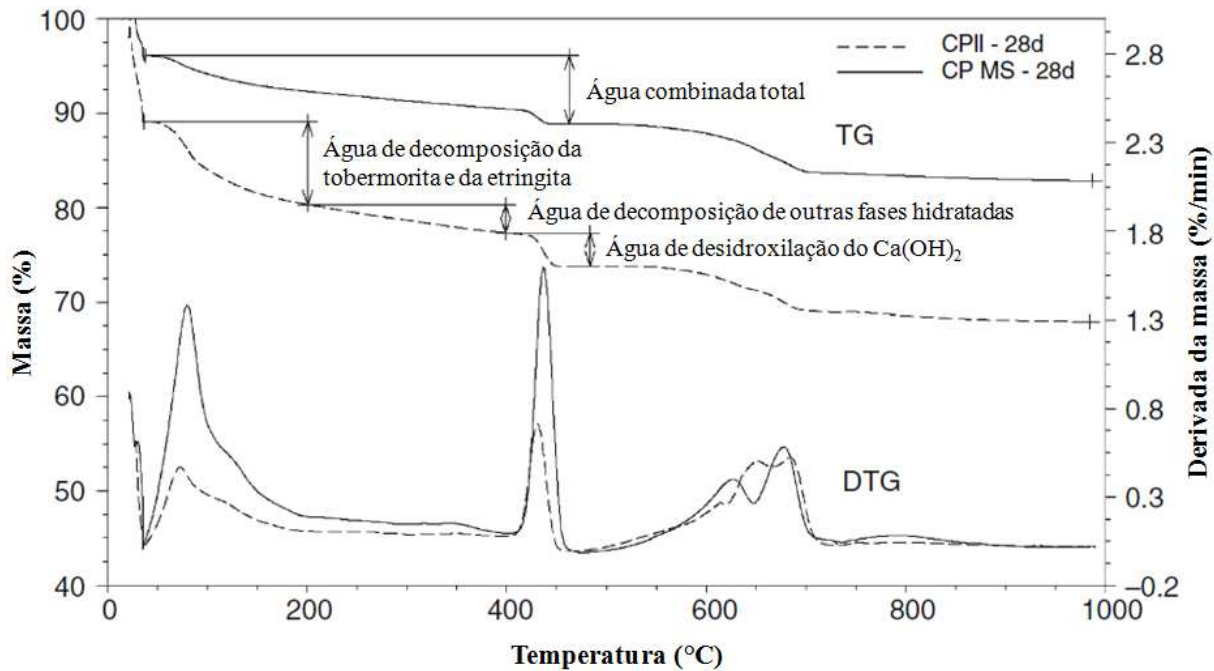


Figura 12 - Curvas de TG e DTG - Identificação das fases de perda de massa em pastas de cimento.

Fonte: Adaptado de DWECK *et al.* (2013).

2.4.2 Método de Luxàn

O método de aferição da atividade pozolânica proposto por Luxàn *et al.* (1989) baseia-se na mensuração da condutividade elétrica de 200 ml de solução saturada de Ca(OH)_2 a $40^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, com adição de 5 mg de material pozolânico, submetida à agitação constante durante 120 segundos, em um agitador magnético.

Com a adição de materiais pozolânicos, a condutividade elétrica decresce em função da menor quantidade de íons Ca^{2+} e $(\text{OH})^-$ livres na solução. Assim, a atividade pozolânica pode ser determinada a partir da diferença entre a condutividade elétrica antes e depois da adição de resíduo cerâmico à solução.

Luxàn *et al.* (1989) classificam os materiais pozolânicos em três grupos de acordo com o respectivo índice de atividade pozolânica:

- Materiais sem atividade pozolânica: $\Delta\text{mS/cm} < 0,4$
- Materiais de atividade pozolânica moderada: $0,4 < \Delta\text{mS/cm} < 1,2$
- Materiais com alta atividade pozolânica: $\Delta\text{mS/cm} > 1,2$

Apesar da praticidade de reprodução do método de Luxàn, Rodrigues (2004) atenta para a possibilidade do decréscimo da condutividade elétrica não representar de forma realística a atividade pozolânica do material analisado. O autor explica que esta premissa é válida para os casos em que ocorre nucleação com os íons Ca^{2+} , que acabam sendo atraídos

para a superfície das partículas, sem que ocorra a reação entre os íons e o material pozolânico. O curto período de tempo entre as aferições da condutividade elétrica aumenta a probabilidade de ocorrência deste fenômeno. Neste caso, o decréscimo da condutividade elétrica dar-se-ia muito mais em função da superfície específica das partículas do que do teor e da qualidade de sua fase ativa.

2.4.3 Resistência à compressão

A determinação da atividade pozolânica, no Brasil, segue normatização através das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2014. Estas normas baseiam-se no princípio da aferição da resistência mecânica de argamassas de cal e cimento a partir da incorporação de materiais pozolânicos, e definem, ainda, requisitos físicos e químicos que os materiais devem atender para serem considerados pozolânicos.

A NBR 5751/2012 propõe um método para avaliação da atividade pozolânica a partir resistência mecânica apresentada por corpos-de-prova de 5,0 cm de diâmetro e 10,0 cm de altura, moldados com argamassas produzidas com a utilização de cal como aglomerante. Segundo esta norma, a quantidade de material pozolânico incorporado às argamassas deve corresponder ao dobro da quantidade de cal utilizada, e todas as argamassas devem apresentar índice de consistência de 225 ± 5 mm. A NBR 5751/2012 estabelece, ainda, requisitos físicos e químicos para que o material seja considerado pozolânico, e fixa a resistência mínima das argamassas em 6 MPa aos 7 dias de idade.

Apesar da revisão desta norma no ano de 2012, as discussões acerca do método de determinação da atividade pozolânica proposto pela revisão anterior (1992) continuam sendo pertinentes, dividindo opiniões quanto à aplicabilidade da mesma.

Alguns autores (REGO, 2004 e POUHEY, 2006) aderiram à utilização de misturas com cal hidratada como parâmetro para determinação da atividade pozolânica. Weber (2001), porém, afirma que podem haver variações significativas nos resultados de atividade pozolânica em função da variação na qualidade da cal.

Além da utilização de pastas de cal, a determinação da atividade pozolânica pode ser avaliada através da resistência à compressão de matrizes cimentícias. Através deste método, são comparadas as resistências de amostras com e sem adições, para um mesmo período de hidratação. Caso apresente propriedades pozolânicas, quando incorporado ao cimento, o material promove a formação de novas fases hidratadas e a consequente

diminuição do teor de hidróxido de cálcio na amostra, aumentando, assim, a resistência à compressão das matrizes de cimento.

Atualmente, no Brasil, a determinação da atividade pozolânica com cimento segue os métodos NBR 5752/2014. Porém, a exemplo de muitas pesquisas relacionadas com atividade pozolânica, este trabalho seguiu as determinações da NBR 5752/2012 para o desenvolvimento da metodologia prevista sendo, portanto, imprescindível que se façam considerações a respeito da mesma.

A versão de 2012 da NBR 5752 prevê a avaliação da pozolanicidade de um determinado material a partir da diferença de desempenho mecânico de argamassas, produzidas com e sem material pozolânico, preparadas com o proporcionamento e consistência (225 ± 5 mm) padronizados.

Esta norma define que, para as argamassas produzidas com material pozolânico, seja substituído 35% de cimento pela pozolana, em volume. Assim, após 28 dias, os corpos-de-prova, de 5,0 cm de diâmetro e 10,0 cm de altura, moldados com argamassa contendo adição pozolânica, devem apresentar resistência à compressão igual ou superior a 75% da resistência obtida pelos corpos-de-prova referência (sem adição pozolânica).

Á exemplo do que ocorre com a NBR 5751/2012, a NBR 5752/2012 também foi alvo de críticas por parte dos pesquisadores da área. Isto porque, salvo pequenas alterações, o conteúdo do método proposto em 1992 permaneceu inalterado na versão de 2012, mantendo as dúvidas com relação à efetividade da mesma.

Entre as críticas mais recorrentes destaca-se a fixação da trabalhabilidade das argamassas. A utilização de materiais pozolânicos de elevada finura tende a aumentar a demanda de água e, por extensão, afetar negativamente a resistência mecânica das argamassas produzidas com estes materiais em relação à argamassa de referência (GAVA, 1999).

Esta mesma problemática é destacada por Cordeiro (2009) ao afirmar que os resultados dos métodos propostos pelas normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, podem ser influenciados pela variação da relação água/aglomerante, como também, pela composição do cimento utilizado.

Reig *et al.* (2013) justificam as críticas, ao afirmar que a alteração da relação água/aglomerante, de 0,45 para 0,35, em argamassas com incorporação de resíduo de cerâmica vermelha, provocou aumento de 41% na resistência mecânica das amostras (de 29 MPa para 41 MPa).

Porém, na última revisão da NBR 5752, estas reivindicações foram atendidas. A NBR 5752/2014 prevê que as argamassas devem apresentar índice de consistência igual (± 10 mm) ou superior à argamassa de referência. Caso isto não ocorra, a norma determina que a consistência seja ajustada com a utilização de aditivo superplastificante.

Ainda assim, Rego (2004) critica o fato da substituição do cimento por pozolana ser realizada em volume, pois como a maioria das pozolanas apresenta massa específica menor em relação ao cimento, a massa de pozolana incorporada à mistura é menor do que a massa de cimento retirada. No entanto, o autor considera o método da NBR 5752 como sendo o que melhor representa a real complexidade das reações que ocorrem entre o cimento e os materiais pozzolânicos.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O programa experimental foi desenvolvido visando cumprir os objetivos a que se propôs este trabalho e levando-se em consideração as variáveis de resposta e os fatores fixos estabelecidos no escopo da pesquisa.

Primeiramente, foram realizados os ensaios de caracterização dos materiais utilizados: aditivo, aglomerantes (cimento e cal), água, areia e argilas calcinadas (metacaulim e cerâmica vermelha). Posteriormente, realizaram-se os ensaios para determinação da atividade pozolânica das argilas calcinadas.

A Figura 13 esquematiza os ensaios realizados neste trabalho.

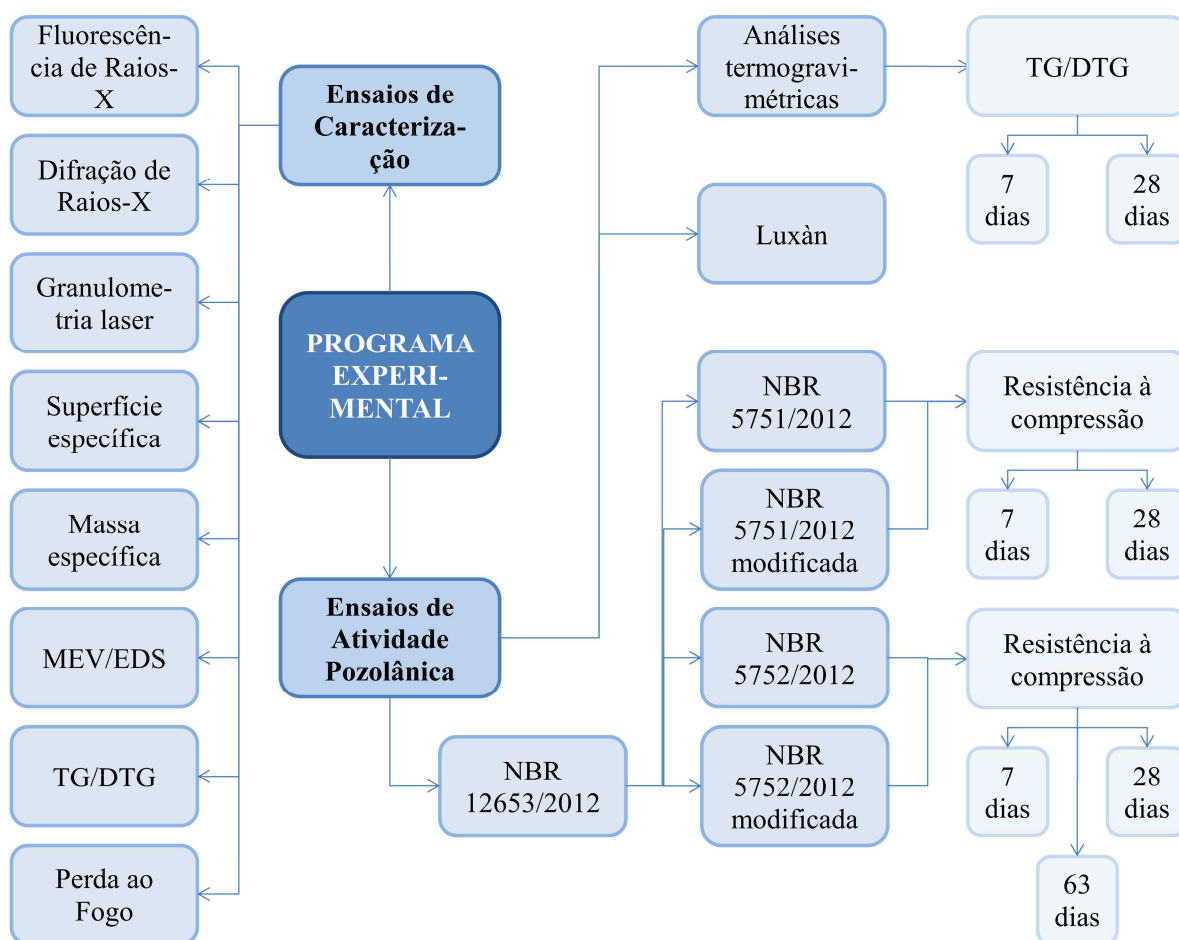


Figura 13 - Fluxograma de ensaios desenvolvidos no programa experimental.

3.1 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

A Tabela 11 destaca os principais fatores fixos, de controle, não-controláveis e os fatores de resposta do programa experimental proposto.

Tabela 11 – Principais fatores do planejamento experimental.

Ensaio	Fatores fixos	Fatores de controle (independentes)	Fatores não-controláveis (independentes)	Fatores de resposta (dependentes)
Análises termogravimétricas	- Traço das pastas; - Tipo de aglomerante; - Relação a/agl; - Moldagem e cura dos corpos-de-prova.	- Tipo de argila calcinada incorporada à pasta; - Idade das pastas (7 e 28 dias).	- Possibilidade de carbonatação das amostras quando da sua moagem e peneiramento.	- Percentual de perda de massa de Ca(OH) ₂ .
Método de Luxàn	- Solução saturada de Ca(OH) ₂ ; - Temperatura da solução (40°C).	- Tipo de argila calcinada.	- Possibilidade de carbonatação da solução quando da realização do ensaio.	- Variação na condutividade elétrica da solução.
NBR's 5751 e 5752	- Traço das argamassas - Granulometria dos agregados; - Tipo de aglomerante; - Índice de Consistência das argamassas; - Moldagem e cura dos corpos-de-prova.	- Tipo de argila calcinada incorporada à argamassa; - Idade das argamassas (7 e 28 dias).	- Interferência da relação a/agl na resistência à compressão das argamassas.	- Resistência à compressão das argamassas.
NBR's 5751 e 5752 modificadas	- Traço das argamassas; - Granulometria dos agregados; - Tipo de aglomerante; - Índice de Consistência das argamassas; - Moldagem e cura dos corpos-de-prova; - Relação a/agl.	- Tipo de argila calcinada incorporada à argamassa; - Idade das argamassas (7 e 28 dias).	- Interferência do aditivo superplastificante na resistência à compressão das argamassas; - Compatibilidade entre cimento e aditivo.	- Resistência à compressão das argamassas.

Com relação aos fatores não-controláveis, cabe destacar que, além dos apresentados na Tabela 11, podem ainda haver outros de menor relevância, mas que também são capazes de gerar interferências nos resultados dos ensaios (variações climáticas nos dias de transporte dos corpos-de-prova para a câmara úmida, troca de operador de equipamentos, diferenças na geometria e acabamento dos moldes, etc.). Portanto, para minimizar o efeito destes fatores, foram tomadas algumas medidas durante a execução do plano experimental como a aleatorização na produção das pastas e argamassas, moldagem dos corpos-de-prova em dias e turnos alternados e em quantidades superiores às previstas pelos métodos de determinação da atividade pozolânica utilizados.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

3.2.1 Aditivo

Para a produção das argamassas previstas pelos métodos modificados das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, foi utilizado aditivo superplastificante à base de policarboxilatos, de densidade 1,07 g/cm³.

3.2.2 Aglomerantes

Os aglomerantes utilizados para realização dos ensaios desta pesquisa são cimento CP II F-32 e cal hidratada tipo CH I.

3.2.2.1 Cimento

A NBR 5752/2012, no seu item 4.1.1, define que o cimento utilizado nos ensaios deve satisfazer as exigências da NBR 5732/1991 devendo, portanto, ser de classe CP I ou CP I-S. Porém, devido à pouca oferta de cimento Portland comum no mercado atual e, a fim de aproximar os resultados deste trabalho à uma possível aplicação prática da incorporação de resíduo de cerâmica vermelha em matrizes cimentícias, se comprovada esta hipótese, optou-se por utilizar cimento composto com fíler calcário (CP II F-32).

Esta escolha justifica-se pelo fato do CP II F-32 ser o único cimento composto que não apresenta adição pozolânica, o que poderia dificultar a análise do real efeito pozolânico das argilas calcinadas em estudo. Sendo assim, tomamos a NBR 11578/1997 como referência para exigências físicas e químicas do cimento utilizado.

Ressalta-se que esta modificação do tipo de cimento utilizado nos ensaios, de cimento comum para CP II F-32, está prevista na versão de 2014 da NBR 5752.

A fração de cimento empregada na realização dos ensaios é parte integrante do lote de outubro do ano de 2013. A Tabela 12 apresenta a caracterização química e física do cimento utilizado, fornecida pelo fabricante.

3.2.2.2 Cal

A NBR 5752/2012 regulamenta a determinação da atividade pozolânica utilizando-se hidróxido de cálcio como aglomerante. Portanto, para realização dos ensaios previstos por esta norma, utilizou-se cal hidratada CH I como hidróxido de cálcio. A Tabela 13 apresenta a caracterização química e física da cal e os requisitos definidos pela NBR 5751/2012.

Do exposto, percebe-se que, o percentual de óxido de magnésio após a calcinação não é informado pelo fabricante. Além disso, o percentual mínimo da soma dos óxidos de cálcio e magnésio estabelecidos pela NBR 5751/2012 não é atendido pela cal utilizada. Portanto, na análise dos resultados, não serão discutidos os valores absolutos dos ensaios previstos pela NBR 5752/2012, e sim a relação entre os resultados deste e dos demais métodos de determinação da atividade pozolânica previstos neste trabalho.

Tabela 12 – Caracterização química e física do cimento Portland CP II F-32.

Requisitos químicos e físicos	Cimento utilizado	Limites da NBR 11578/1991 (%)
Al ₂ O ₃ (%)	4,26	-
SiO ₂ (%)	18,62	-
Fe ₂ O ₃ (%)	2,71	-
CaO (%)	60,75	-
MgO (%)	4,98	≤ 6,5
SO ₃ (%)	2,69	≤ 4,0
Perda ao fogo (%)	4,75	≤ 6,5
CaO livre (%)	1,44	-
Resíduo insolúvel (%)	1,11	≤ 2,5
Equivalente alcalino (%)	0,70	-
Espansão à quente (mm)	0,23	-
Início de pega (h:min)	3:15	≥ 1
Fim de pega (h:min)	3:57	-
Água cons. normal (%)	26,3	-
Blaine (cm ² /g)	3.285	-
#200 (%)	2,04	-
#325 (%)	11,09	-
fc 1 dia (MPa)	14,0	-
fc 3 dias (MPa)	27,4	≥ 10
fc 7 dias (MPa)	32,9	≥ 20
fc 28 dias (MPa)	40,7	≥ 32

Fonte: Fabricante (2013).

Tabela 13 – Caracterização química e física da cal hidratada CH I.

Requisitos químicos e físicos	Cal utilizada	Limites da NBR 5751/2012
CaO (%)	43,0	
MgO (%)	29,8	
MgO (%) após calcinação	-	≤ 5
Óxidos totais (%)	95,04	
CaO+MgO (%)	72,80	≥ 95
H ₂ O combinada(%)	21,70	
CO ₂ (%)	1,70	≤ 7
CO ₃ residual	3,86	
(CaO + MgO) não hidratados (%)	10,59	
CaO disponível (%)	40,50	
Sedimentação 1h (%)	89,60	
Sedimentação 2h (%)	81,60	
Sedimentação 3h (%)	72,80	
Sedimentação média	81,33	
Densidade aparente (g/cm ³)	0,712	
Umidade (%)	0	
Material retida na peneira com abertura de malha de 600 μm (n° 30) ^a (%)	0	≤ 0,5
Material retida na peneira com abertura de malha de 75 μm (n° 200) ^a (%)	3,6	≤ 15

^a Peneiras com abertura de malha prescritas na ABNT NBR NM ISO 3310-1.

Fonte: Fabricante (2011).

3.2.3 Água

A água utilizada para realização dos ensaios proveio do Serviço Municipal de Água e Esgotos (SEMAE) de São Leopoldo/RS.

3.2.4 Areia

Para realização dos ensaios previstos pelas normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, utilizou-se Areia Normal Brasileira, produzida pelo IPT atendendo, assim, às prescrições da NBR 7214/2012.

3.2.5 Argilas calcinadas

3.2.5.1 Metacaulim

A Tabela 14 apresenta a caracterização química e física do metacaulim, informada pelo fabricante, confrontando os valores típicos apresentados com os respectivos limites definidos pelas normas NBR 15894/2010, NBR 12653/2014 e ASTM C618/2008. Por se tratar de um tipo de argila calcinada, o metacaulim enquadra-se como uma pozolana artificial e, portanto, de Classe N. Dos valores apresentados, percebe-se que o material utilizado atende aos requisitos apresentados pelas normas.

Tabela 14 – Caracterização química e física do metacaulim.

Requisitos químicos e físicos	Valores típicos	Limites da NBR 15894/2010	Limites da NBR 12653/2014 Classe N	Limites da ASTM C618/2008
SiO ₂ (%)	57	44 a 65	-	-
Al ₂ O ₃ (%)	34	32 a 46	-	-
Fe ₂ O ₃ (%)	2	-	-	-
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃ (%)	93	-	≥ 70	≥ 70
CaO + MgO (%)	< 0,1	< 1,5	-	-
SO ₃ (%)	< 0,1	< 1,0	≤ 4	≤ 4
Na ₂ O (%)	< 0,1	< 0,5	-	-
Eq. alcalino Na ₂ O (%)	< 1,5	< 1,5	≤ 1,5	-
TiO ₂ (%)	1,5	-	-	-
Teor de umidade (%)	0,5	< 2,0	≤ 3	≤ 3
Perda ao fogo (%)	3,0	< 4,0	≤ 10	≤ 10
Resíduo #325 (%)	6,0	< 10	-	-
Desempenho com cimento aos 7 dias (%)	115	> 105	-	-
Atividade pozolânica Chapelle (mg Ca(OH) ₂ /g)	880	> 750	-	-

Fonte: Fabricante (2014).

3.2.5.2 Cerâmica vermelha

As cerâmicas vermelhas utilizadas na pesquisa são provenientes do processo de fabricação de blocos cerâmicos de vedação de 6 furos, de indústria localizada na cidade de Gravataí, região metropolitana de Porto Alegre, no Estado do Rio Grande do Sul.

Ressalta-se que as cerâmicas foram produzidas no LMC da Unisinos, a fim de garantir homogeneidade nos processos de secagem e queima da cerâmica vermelha, além de

evitar a contaminação com outros tipos de materiais. Para produção das cerâmicas foram coletados, na indústria, blocos cerâmicos recém-extrudados. Já em laboratório, os blocos foram submetidos à secagem em estufa a 50°C durante 24 horas e, após a secagem, passaram pelo mesmo ciclo de queima, com rampa de 150°C/hora e patamar de 6 horas, em temperaturas distintas (700°C, 900°C e 1000°C). A definição dos patamares de queima foi tomada a partir de consultas bibliográficas e visitação a indústrias de cerâmica vermelha da região metropolitana de Porto Alegre e do Vale do Caí, Rio Grande do Sul.

Após a calcinação, os blocos cerâmicos foram cominuídos manualmente, com a utilização de martelo. Após esta etapa, os resíduos foram submetidos a processos de moagem. O primeiro deles, num moinho de rolos, com distância entre os rolos de, aproximadamente, 3,0 mm. A Figura 14 ilustra o moinho e a cerâmica após o processo de moagem descrito:

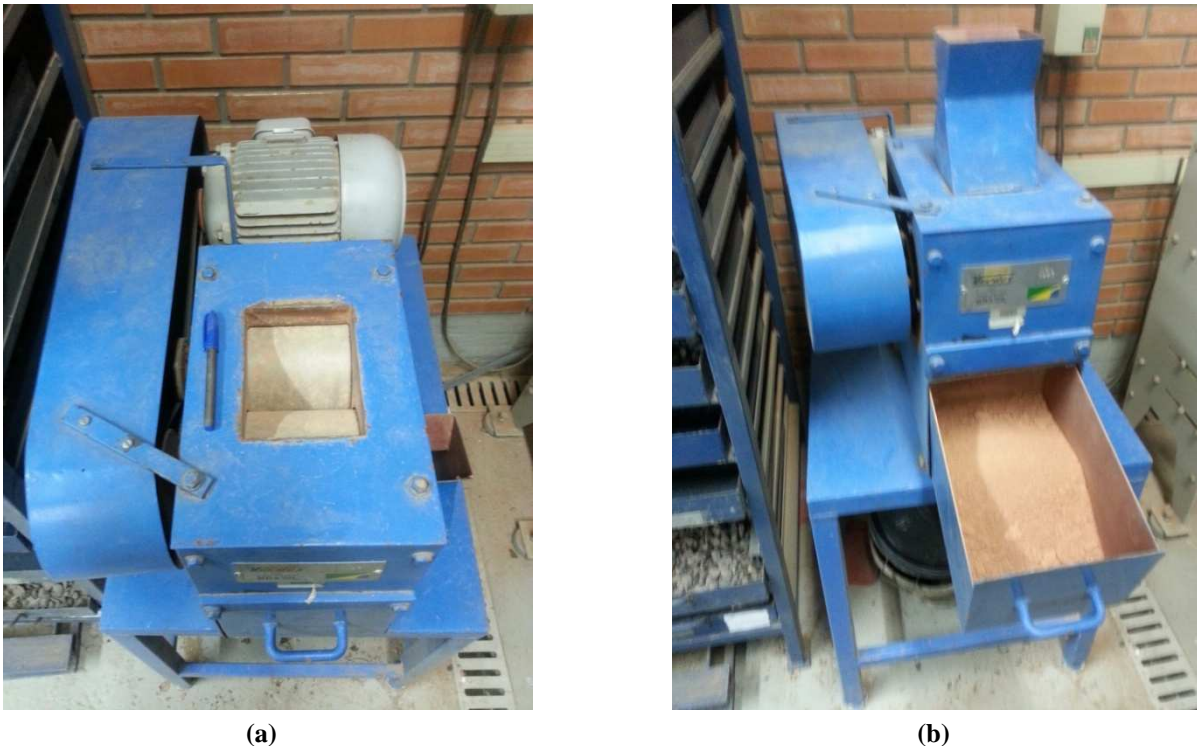


Figura 14 - Moinho de rolos (a) e detalhe da cerâmica moída (b).

Posteriormente ao processamento no moinho de rolos, as cerâmicas vermelhas foram submetidas a um segundo processo de moagem. Esta moagem foi realizada num moinho de bolas (Figura 15), durante o período de uma hora. Em cada moagem foram beneficiados 3,0 kg de cerâmica, utilizando-se 5,0 kg de bolas de porcelana. O tempo de moagem, bem como as massas de material processado e de bolas no moinho, foram definidos em estudo piloto que buscou definir um processo de moagem em que as cerâmicas, após o processo de peneiramento, apresentassem características físicas próximas às do metacaulim.



Figura 15 - Moinho de bolas (a) e detalhe das bolas de porcelana em meio à cerâmica moída (b).

A Figura 16 ilustra uma determinada massa de cerâmica calcinada a 700°C em três etapas: antes dos processos de moagem, após a moagem no moinho de rolos e após a moagem no moinho de bolas.

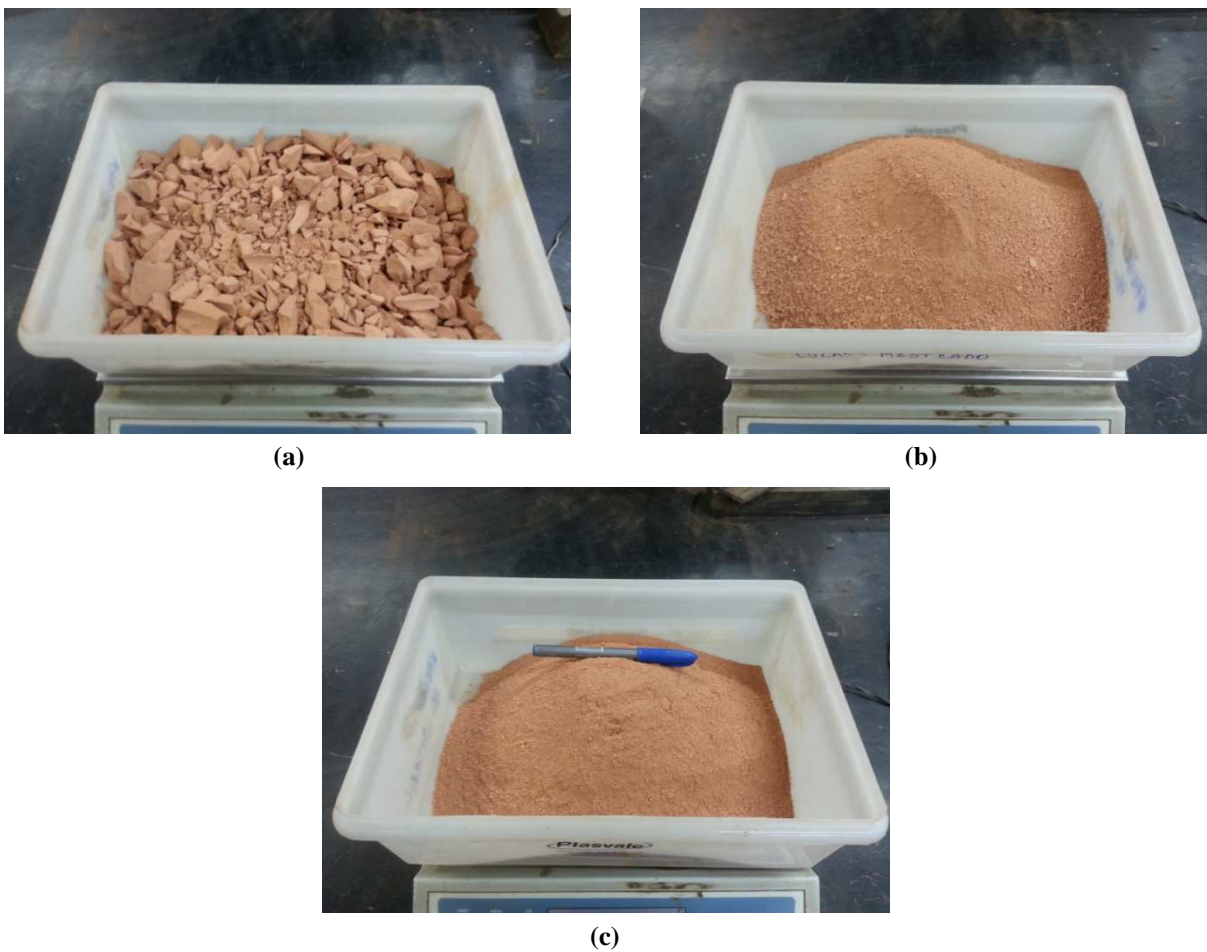


Figura 16 - Cerâmica calcinada a 700°C antes do processo de moagem (a), após a moagem no moinho de rolos (b) e após a moagem no moinho de bolas (c).

Finalizadas as etapas de moagem, as cerâmicas foram submetidas a um processo de peneiramento em peneira com abertura de malha de 45 μm e a ensaios de caracterização

mineralógica, química e física. A exemplo do metacaulim, as cerâmicas vermelhas, por serem materiais provenientes de calcinação, enquadram-se na NBR 12653/2014 como sendo pozolanas artificiais e, por extensão, de Classe N.

3.3 MÉTODOS PARA CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

3.3.1 Fluorescência de Raios-X

As fluorescências de Raios-X por dispersão de energia (ED-XRF) foram realizadas no LCVM da Unisinos, no equipamento EDX-720 SHIMADZU, utilizando-se padrão de sílica. O emprego deste padrão impossibilitou a identificação quantitativa dos compostos químicos presentes nas amostras.

3.3.2 Difração de Raios-X

Os ensaios de difração de Raios-X foram realizados no Instituto de Física da UFRGS utilizando-se o difratômetro Siemens D5000. Os picos cristalinos foram identificados utilizando o Software X'Pert HighScore, a partir dos resultados obtidos pelas fluorescências de Raios-X e pelo EDS.

3.3.3 Granulometria laser

Com relação à granulometria, sabe-se que, para aferição da curva granulométrica de materiais de dimensões em escalas micro e nano, é necessário fazer uso de técnicas refinadas como a granulometria a laser. Realizou-se, portanto, o ensaio de granulometria laser no LCVM da Unisinos, através do equipamento Microtac S3500. As amostras foram ensaiadas em via úmida, utilizando-se água como solvente. Foi atribuído ao equipamento um fluxo de ultrassom de 25%.

3.3.4 Superfície específica

As superfícies específicas foram determinadas pelo método de BET. Os ensaios foram realizados Lasid da UFRGS, em equipamento da marca Quantachrome, modelo NOVA 2200e.

3.3.5 Massa específica

As massas específicas dos aglomerantes (cimento e cal) e das argilas calcinadas (metacaulim e cerâmicas vermelhas) foram determinadas de acordo com a NBR NM 23/2001. Os ensaios foram realizados no LMC da Unisinos, utilizando-se xilol como reagente.

3.3.6 MEV/EDS

Os ensaios relativos à MEV e EDS foram realizados no IIT Fossil da Unisinos. Utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura, modelo EVO MA15. As imagens foram obtidas por feixe de elétrons secundários de 20 kV.

3.3.7 TG/DTG

As termogravimetrias foram realizadas no Lasid da UFRGS, em uma termobalança da marca NETZSCH, modelo STA 409 PC Luxx. As amostras foram ensaiadas em ambiente inerte (gás nitrogênio), submetidas a uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

3.3.8 Perda ao Fogo

Os percentuais de Perda ao Fogo das amostras de cimento e argilas calcinadas foram obtidos através das respectivas curvas de perda de massa, resultantes dos ensaios de termogravimetria. Este parâmetro foi calculado pela diferença de massa entre as temperaturas de 105°C e 1.000°C.

3.4 MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA

3.4.1 Análises termogravimétricas (TG/DTG)

Neste trabalho, utilizou-se como referência para determinação da perda de massa por termogravimetria a metodologia desenvolvida por DWECK *et al.* (2013) que avalia as perdas de massa percentuais de hidróxido de cálcio em pastas de cimento, calculado com base na massa de cimento inicial da amostra.

Para reproduzir este método foram elaboradas cinco pastas de cimento, com teor de substituição de cimento Portland por material pozolânico de 35%, em volume, analogamente às determinações das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012. A Tabela 15, abaixo, apresenta os valores absolutos e as relações entre as massas específicas destes materiais.

Tabela 15 – Massas específicas do cimento e das argilas calcinadas e suas relações.

	Cimento	Metacaulim	Cerâmica 700°C	Cerâmica 900°C	Cerâmica 1000°C
Massa específica (g/cm ³)	3,11	2,36	2,53	2,59	2,56
Relação δ_p/δ_c^*	1,0000	0,7595	0,8135	0,8328	0,8232

* δ_p/δ_c é a relação entre a massa específica do material pozolânico e a massa específica do cimento.

As pastas foram ensaiadas em duas idades: aos 7 e 28 dias. Portanto, foram moldadas dez pastas em moldes poliméricos cilíndricos de 4,0 cm de diâmetro por 8,0 cm de

altura, com relação água/aglomerante constante de 0,3. O processo de mistura baseou-se nas determinações da NBR NM 43/2003. A Tabela 16 mostra as composições, em massa, das pastas de cimento Portland produzidas.

Tabela 16 – Composição das pastas.

Pasta	Idade (dias)	Composição das pastas, em massa (g)			Relação a/a
		Cimento	Argila calcinada	Água	
P7-Ref. P28-Ref.	7 28	300	-	90	0,30
P7-Meta P28-Meta	7 28	195	79,68	90	0,33
P7-C700 P28-C700	7 28	195	85,42	90	0,32
P7-C900 P28-C900	7 28	195	87,44	90	0,32
P7-C1000 P28-C1000	7 28	195	86,43	90	0,32

A cura foi realizada em ambiente com temperatura controlada ($21 \pm 1^\circ\text{C}$). Após o período de 24 horas, as pastas foram embaladas em sacos plásticos até atingirem a idade prevista para os ensaios (7 e 28 dias). Posteriormente, foram acondicionadas em estufa a 105°C para interromper o processo de hidratação. Na data da realização dos ensaios de termogravimetria, as pastas sofreram processo de moagem manual e peneiramento, a fim de que se obtivessem partículas de tamanho máximo de $45 \mu\text{m}$. Depois do peneiramento, as amostras foram embaladas em sacos plásticos evitando, assim, a carbonatação das mesmas até o momento da realização dos ensaios.

3.4.2 Método Luxàn

Os ensaios do método de Luxàn foram realizados em triplicata, no Laboratório de Química da Unisinos. Para tanto, as argilas calcinadas foram secas em estufa a 105°C até a constância de massa. A seguir, pesaram-se três amostras de 5,0 mg de cada argila calcinada que permaneceram em um dessecador até a realização do ensaio.

Em um Becker de 600 ml adicionou-se 200 ml de solução supersaturada de hidróxido de cálcio P. A., que foi mantida à constância de temperatura ($40 \pm 1^\circ\text{C}$). Na sequência, introduziu-se um agitador magnético e um condutímetro à solução, medindo-se assim, a condutividade inicial da mesma. Posteriormente, adicionaram-se as 5,0 mg de argila calcinada à solução, mantendo a mistura em agitação constante. Passados 120 segundos, a condutividade final pôde ser medida.

O hidróxido de cálcio utilizado para realização dos ensaios é parte integrante de lote do mês de setembro de 2011, cujas especificações seguem na Tabela 17.

Tabela 17 – Especificações do hidróxido de cálcio.

Características	Valores
Teor de Ca(OH)_2	96,79%
Aperência	Pó fino branco
Cloreto (Cl)	0,03%
Metais pesados (como Pb)	30ppm
Carbonato (CO_3)	1,26%
Ferro (Fe)	0,05%
Insolúveis em ácido clorídrico diluído	0,015%
Magnésio e sais alcalinos	1,0%

Fonte: Fabricante (2011).

A Figura 17 ilustra a realização do ensaio proposto pelo método de Luxàn em amostra de cerâmica calcinada a 700°C .



Figura 17 - Ensaio do método de Luxàn: medição da condutividade da solução de hidróxido de cálcio antes (a) e depois da adição da cerâmica 700°C (b).

Para medição da condutividade das soluções foi utilizado condutivímetro de marca Digimed, modelo DM 31. Este equipamento informa a condutividade das soluções em mS/cm (miliSiemens por centímetro) a 25°C . Portanto, como as tomadas de condutividade ocorreram com a solução a 40°C , faz-se necessário converter os resultados obtidos, através da Equação 6 (APHA, 1995 *apud* Pinto, 2007).

$$\text{Cond. elétrica a } 40^\circ\text{C} = \text{Cond. elétrica a } 25^\circ\text{C} \times [1 + 0,019(40-25)] \quad \text{Equação 6}$$

3.4.3 NBR 12653/2012

A NBR 12653/2014 estabelece requisitos químicos e físicos para que um determinado material possa ser considerado pozolânico. Entre os requisitos físicos está a resistência à compressão de corpos-de-prova produzidos com a incorporação do material

pozolânico. As normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2014 definem os métodos de ensaio para determinação da atividade pozolânica.

Neste trabalho, porém, analisaram-se argamassas produzidas de acordo com as determinações das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012. Além disso, foram produzidas outras misturas com o mesmo consumo de água da argamassa referência. Desta condicionante originam-se os métodos denominados como NBR 5751/2012 modificada e NBR 5752/2012 modificada.

Outra questão importante diz respeito à amostragem definida neste trabalho. As normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012 prevêm a moldagem de três corpos-de-prova para cada tipo de argamassa. Porém, com vistas ao aumento da confiabilidade nos resultados obtidos, foram moldados oito corpos-de-prova para cada argamassa, produzidos em duas argamassadas com quatro corpos-de-prova cada. Esta medida foi aplicada aos métodos convencionais e modificados das referidas normas.

Com relação às idades de ensaio, a NBR 5751/2012 define que os corpos-de-prova sejam rompidos à compressão aos 7 dias. Contudo, foram ensaiados corpos-de-prova, para os métodos convencional e modificado desta norma, aos 7 e 28 dias.

Já, a NBR 5752/2012, fixa a idade de ensaio em 28 dias, porém, também para esta norma os ensaios foram estendidos a outras idades. Neste caso, produziram-se corpos-de-prova, para os métodos convencional e modificado, que foram submetidos à ruptura por compressão em três idades, aos 7, 28 e 63 dias.

Faz-se saber que, o capeamento dos corpos-de-prova, sugerido pelas normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, foi substituído pelo processo de retificação das superfícies dos mesmos. Esta medida foi tomada a fim de dinamizar o preparo dos corpos-de-prova para submissão do ensaio de resistência à compressão.

Todos os processos de preparo dos materiais, produção das argamassas, e moldagem e rompimento dos corpos-de-prova foram desenvolvidos no LMC da Unisinos.

A Tabela 18 apresenta a denominação das 41 argamassas produzidas neste trabalho, em função do tipo de argila calcinada incorporada e da idade de rompimento.

3.4.3.1 NBR 5751/2012

Os ensaios previstos pela NBR 5751/2012 objetivam-se na determinação da atividade pozolânica através de argamassas produzidas com cal, areia e material pozolânico.

A norma exige que o volume de material pozolânico deva ser igual ao dobro de hidróxido de cálcio presente na argamassa.

Tabela 18 – Denominação das argamassas com cal.

Tipo de argila calcinada	Idade (dias)	Método			
		NBR 5751	NBR 5751 mod.	NBR 5752	NBR 5752 mod.
Referência	7	-	-	Rcim7	-
	28	-	-	Rcim28	-
	63	-	-	Rcim63	-
Metacaulim	7	Mcal7	Mcal7 _{mod.}	Mcim7	Mcim7 _{mod.}
	28	Mcal28	Mcal28 _{mod.}	Mcim28	Mcim28 _{mod.}
	63	-	-	Mcim63	Mcim28 _{mod.}
Cerâmica 700°C	7	C700cal7	C700cal7 _{mod.}	C700cim7	C700cim7 _{mod.}
	28	C700cal28	C700cal28 _{mod.}	C700cim28	C700cim28 _{mod.}
	63	-	-	C700cim63	C700cim63 _{mod.}
Cerâmica 900°C	7	C900cal7	C900cal7 _{mod.}	C900cim7	C900cim7 _{mod.}
	28	C900cal28	C900cal28 _{mod.}	C900cim28	C900cim28 _{mod.}
	63	-	-	C900cim63	C900cim63 _{mod.}
Cerâmica 1000°C	7	C1000cal7	-	C1000cim7	C1000cim7 _{mod.}
	28	C1000cal28	-	C1000cim28	C1000cim28 _{mod.}
	63	-	-	C1000cim63	C1000cim63 _{mod.}

A Tabela 19 apresenta as massas específicas da cal e das argilas calcinadas e suas respectivas relações.

Tabela 19 – Massas específicas da cal e das argilas calcinadas e suas relações.

	Cal	Metacaulim	Cerâmica 700°C	Cerâmica 900°C	Cerâmica 1000°C
Massa específica (g/cm ³)	2,35	2,36	2,53	2,59	2,56
Relação $\delta_{\text{poz}}/\delta_{\text{cal}}$ *	1,0000	1,0042	1,0765	1,1021	1,0893

* $\delta_{\text{poz}}/\delta_{\text{cal}}$ é a relação entre a massa específica do material pozolânico e a massa específica da cal.

Outra condição definida pela norma diz respeito à consistência das argamassas. A NBR 5751/2012 estabelece que todas as argamassas devam apresentar índice de consistência de 225 ± 5 mm, obtido a partir do equipamento denominado mesa de consistência (NBR 7215/1997). A Figura 18 ilustra o ensaio de índice de consistência de uma argamassa produzida com cerâmica 700°C, que apresentou medidas radiais de 229, 226 e 228 mm atingindo, assim, o limite proposto pela norma.

A NBR 5751/2012 apresenta ainda, um quantitativo de materiais (cimento, material pozolânico e areia normal), em massa, necessários para moldagem de três corpos-de-prova. Porém, em função da moldagem de quatro corpos-de-prova por argamassada, considerou-se um aumento no consumo de materiais de 35%. Além disso, esta quantidade de materiais foi, novamente, superestimada em 15%, a fim de eliminar qualquer possibilidade de falta de argamassa, em função de uma possível diferença no empacotamento das mesmas com incorporação de argilas calcinadas.



Figura 18 - Argamassa com cerâmica 700°C após ensaio de índice de consistência.

A Tabela 20 apresenta as quantidades de cada material utilizado para moldagem dos corpos-de-prova bem como o respectivo consumo de água necessário para manter as argamassas dentro do padrão de consistência definido pela norma.

Tabela 20 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pela NBR 5751/2012.

Material (g)	Argamassa			
	Mcal	C700cal	C900cal	C1000cal
Cal	161,46	161,46	161,46	161,46
Material pozolânico	324,29	347,65	355,90	351,78
Areia normal	1453,14	1453,14	1453,14	1453,14
Água	429	363	303	295

A moldagem das argamassas foi realizada em sala climatizada com temperatura ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) e umidade ($60 \pm 10\%$) controladas e seguindo as determinações da NBR 7215/1997. A parte superior dos moldes foi vedada a fim de impedir a perda de umidade da argamassa para o ambiente.

A cura dos corpos-de-prova foi realizada conforme a norma 5751/2012, ou seja, durante as primeiras 24 ± 2 horas os corpos-de-prova permaneceram na sala climatizada. Após este período, foram mantidos em estufa a $55 \pm 2^\circ\text{C}$ até $4 \pm 0,5$ horas antes do ensaio de resistência à compressão. Para realização do ensaio, os corpos-de-prova foram resfriados até a temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

3.4.3.2 NBR 5751/2012 modificada

A modificação dos métodos das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012 proposta por este trabalho, diz respeito à padronização, não somente da consistência das argamassas, como também do respectivo consumo de água. Portanto, como a NBR 5751/2012

não prevê a produção de uma argamassa de referência (sem adição de argilas calcinadas), fixou-se o consumo de água da argamassa que apresentou menor demanda (C1000cal). Este consumo de água foi estendido às demais argamassas, ajustando-se as consistências das mesmas com a utilização de aditivo superplastificante.

Abaixo, a Tabela 21 apresenta o consumo de materiais necessários para moldagem de quatro corpos-de-prova através do método modificado da NBR 5751/2012.

Tabela 21 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pelo método modificado da NBR 5751/2012.

Material	Argamassa		
	Mcal _{mod.}	C700cal _{mod.}	C900cal _{mod.}
Cal	161,46	161,46	161,46
Material pozolânico	324,29	347,65	355,90
Areia normal	1453,14	1453,14	1453,14
Água	295	295	295
Aditivo	24,77	6,71	0,59

Ressalta-se que as etapas de preparação dos corpos-de-prova (mistura dos materiais, moldagem e cura) seguiram as mesmas determinações do método convencional da NBR 5751/2012.

A Tabela 22 e a Figura 19 apresentam as relações água/aglomerante, em massa e volume, para as argamassas produzidas pelos métodos convencional e modificado da NBR 5751/2012.

Tabela 22 – Relações água/aglomerante, em massa e volume, das argamassas.

Argamassa	Relação a/agl		Argamassa	Relação a/agl	
	Massa	Volume		Massa	Volume
Mcal	0,88	2,08	Mcal _{mod.}	0,61	1,43
C700cal	0,71	1,76	C700cal _{mod.}	0,58	1,43
C900cal	0,59	1,47	C900cal _{mod.}	0,57	1,43
C1000cal	0,57	1,43			

3.4.3.3 NBR 5752/2012

A NBR 5752/2012 determina que deva ser preparada uma argamassa referência, denominada argamassa A, sem a incorporação de material pozolânico. As demais argamassas, chamadas de argamassa B, devem ser preparadas substituindo-se 35% de cimento por material pozolânico, em volume.

Á exemplo do previsto pela NBR 5751/2012, a NBR 5752/2012 também fixa a consistência das argamassas em 225 ± 5 mm e apresenta quantitativo de materiais (cimento, material pozolânico e areia normal), em massa, necessários para moldagem de três corpos-de-prova.

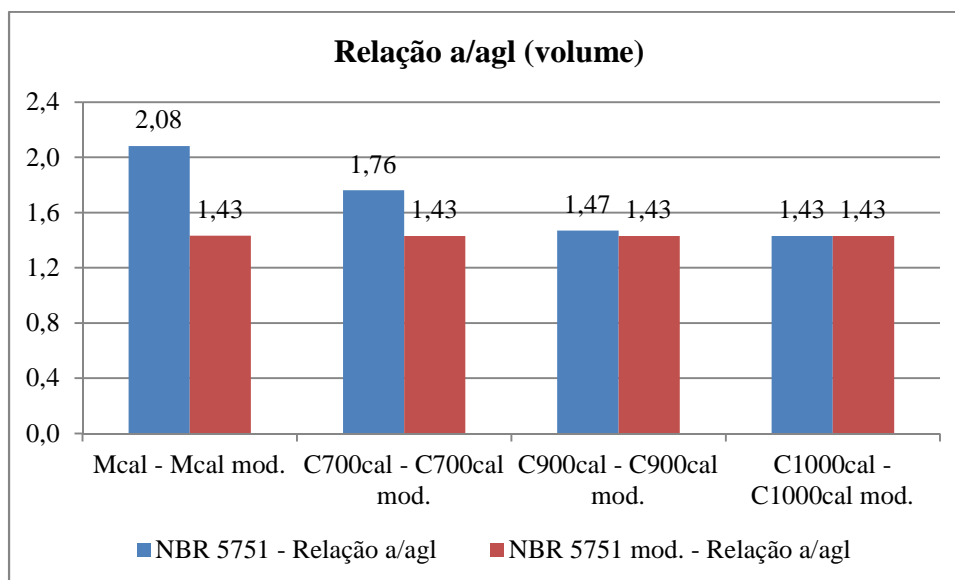


Figura 19 - Relação água/aglomerante, em volume, das argamassas.

Abaixo, a Tabela 23 apresenta as quantidades de cada material utilizado para moldagem de quatro corpos-de-prova, bem como o respectivo consumo de água necessário para manter as argamassas dentro do padrão de consistência definido pela norma. Além disso, esta tabela traz a relação percentual entre a quantidade de água requerida entre as argamassas B e a argamassa A.

Tabela 23 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pela NBR 5752/2012.

Material (g)	Argamassa				
	Referência	Mcim	C700cim	C900cim	C1000cim
Cimento	484,38	314,85	314,85	314,85	314,85
Material pozolânico	-	128,65	137,92	141,19	139,55
Areia normal	1453,14	1453,14	1453,14	1453,14	1453,14
Água	237	285	267	260	255
Água requerida (%)	-	120	113	110	108

Percebe-se que, o percentual de água requerida da argamassa Mcim ultrapassou o limite de 115%, para pozolanas de classe N, estabelecido pela NBR 12653/2012. Para as demais argamassas, o consumo de água não ultrapassou o limite dos 115% em relação ao consumo da argamassa A.

A moldagem das argamassas foi realizada em sala climatizada com temperatura ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) e umidade ($60 \pm 10\%$) controladas e seguindo as determinações da NBR 7215/1997.

A cura dos corpos-de-prova foi realizada seguindo os procedimentos definidos na NBR 5752/2012. Para tanto, logo após a moldagem, os corpos-de-prova foram colocados em câmara úmida à temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ onde permaneceram nas primeiras 24 ± 2 horas.

Após este período os corpos-de-prova foram desmoldados, embalados em sacos plásticos hermeticamente fechados e estanques, e mantidos em estufa à temperatura de $38 \pm 2^\circ\text{C}$, até a data do ensaio de resistência à compressão. Para realização do ensaio, os corpos-de-prova, ainda dentro dos recipientes plásticos, foram resfriados até a temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$. A Figura 20 ilustra o acondicionamento em estufa dos corpos-de-prova produzidos pelos métodos convencional e modificado da NBR 5752/2012.



Figura 20 - Acondicionamento dos corpos-de-prova na estufa.

3.4.3.4 NBR 5752/2012 modificada

A modificação da NBR 5752/2012 segue os mesmos propósitos e justificativas apresentadas para o método modificado da NBR 5751/2012.

A Tabela 24 apresenta o consumo de materiais necessários para moldagem deste método modificado da NBR 5752/2012.

Tabela 24 – Quantidade, em massa, utilizada para moldagem de quatro corpos-de-prova pelo método modificado da NBR 5752/2012.

Material (g)	Argamassa			
	Mcim _{mod.}	C700cim _{mod.}	C900cim _{mod.}	C1000cim _{mod.}
Cimento	484,38	314,85	314,85	314,85
Material pozolânico	-	128,65	137,92	141,19
Areia normal	1453,14	1453,14	1453,14	1453,14
Água	237	237	237	237
Aditivo	5,66	1,60	0,65	0,50

A Tabela 25 e a Figura 21 apresentam as relações água/aglomerante, em massa e volume, para as argamassas produzidas de acordo com os métodos convencional e modificado da NBR 5752/2012.

Tabela 25 – Relações água/aglomerante, em massa e volume, das argamassas.

Argamassa	Relação a/a		Argamassa	Relação a/a	
	Massa	Volume		Massa	Volume
Rcim	0,49	1,52	Rcim _{mod.}	0,49	1,52
Mcim	0,64	1,83	Mcim _{mod.}	0,53	1,52
C700cim	0,59	1,71	C700cim _{mod.}	0,52	1,52
C900cim	0,57	1,67	C900cim _{mod.}	0,52	1,52
C1000cim	0,56	1,64	C1000cim _{mod.}	0,52	1,52

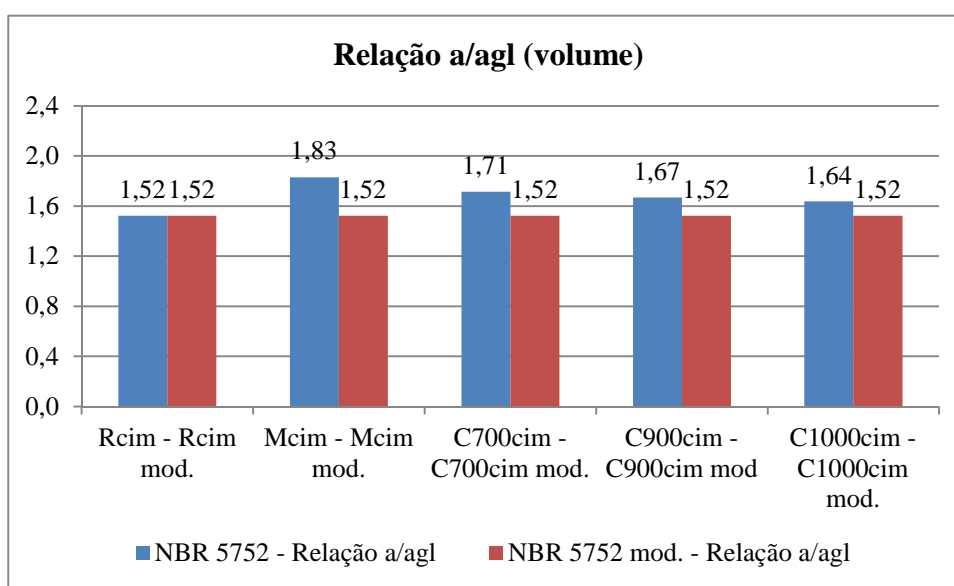


Figura 21 - Relação água/aglomerante, em volume, das argamassas.

4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

Nesta etapa serão apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir dos ensaios previstos no capítulo anterior. Num primeiro momento, serão apresentados os resultados relativos às características dos materiais que interferem no seu potencial pozolânico. Posteriormente, apresentar-se-ão os resultados dos ensaios de atividade pozolânica previstos no programa experimental.

4.1 RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

4.1.1 Aglomerantes

Além das informações obtidas pelos fabricantes com relação a características químicas e físicas do cimento e da cal utilizada, foram realizados ensaios a fim de complementar a caracterização.

A Tabela 26 apresenta os resultados dos ensaios de Fluorescência de Raios-X dos aglomerantes.

Tabela 26 – Fluorescência de Raios-X do cimento e da cal.

Método	Amostra	Elementos majoritários (>50%)	Menor quantidade (5% < x < 50%)	Elementos traço (< 5%)
EDX qualitativo	Cimento Portland CP II F-32	Ca	Si	Mg, Al, Fe, S, K, Sr, Ti, Mn, Cd, Zn
EDX qualitativo	Cal CH I	Ca	Mg	Si, Fe, Mn, Cu

Os resultados semi-quantitativos de composição química obtidos através ensaio de Fluorescência de Raios-X ratificam a tendência de composição química fornecida pelos respectivos fabricantes.

A Figura 22 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) por elétrons secundários do cimento utilizado. Já, a Figura 23, traz os espectros obtidos na análise termogravimétrica deste material.

A partir das imagens de MEV, verifica-se que os grãos de cimento apresentam forma angulosa, sem arestas definidas. Com relação à análise termogravimétrica, observa-se a presença de um pico de perda de massa a partir dos 600°C referente à perda de gás carbônico (CO₂) devido à decomposição do carbonato de cálcio (CaCO₃) (GONÇALVES, 2005). O carbonato de cálcio é característico do cimento tipo II, adicionado como filer calcário à mistura de clínquer e gipsita, no processo de moagem final da produção do cimento (NBR 11578, 1991).

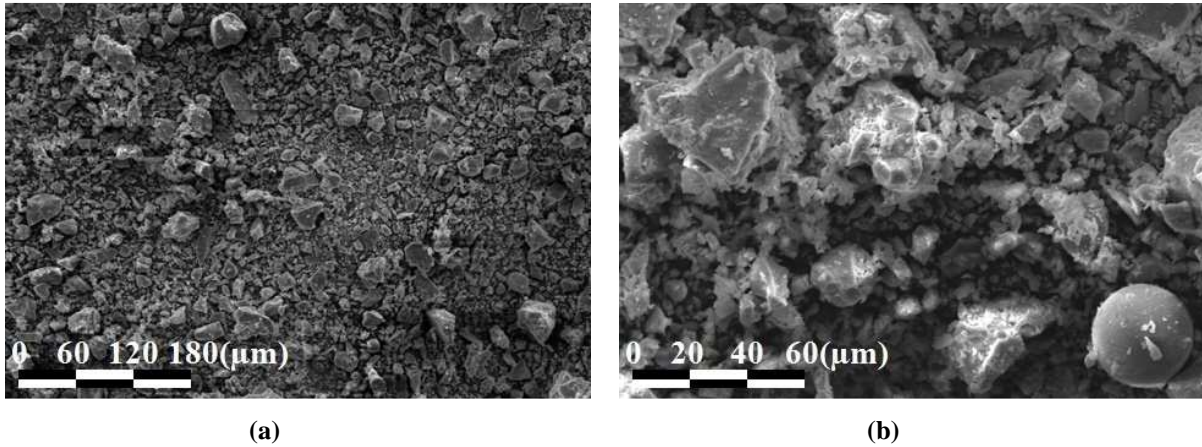


Figura 22 - MEV do cimento. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).

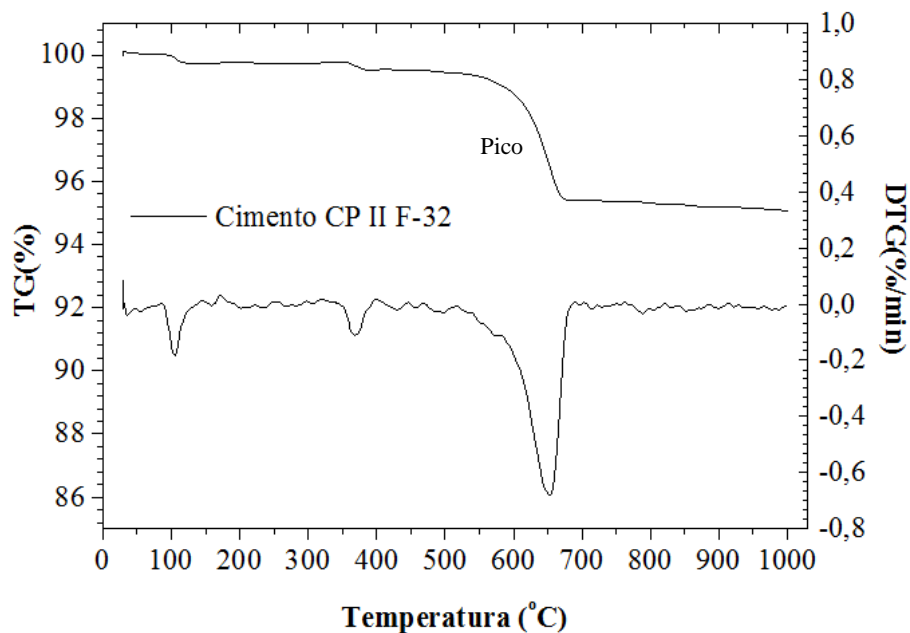


Figura 23 - Análise termogravimétrica do cimento CP II F-32.

A perda de massa total do cimento, caracterizada como perda ao fogo e calculada pela diferença de massa entre as temperaturas de 105°C e 1000°C, foi de 4,81%, próximo do valor informado pelo fabricante (4,75%), satisfazendo as determinações da NBR 11578/1991.

4.1.2 Argilas calcinadas

A seguir, são apresentadas as análises qualitativas dos principais elementos químicos que compõem as argilas calcinadas utilizadas neste trabalho. Através da Tabela 27 podem ser analisados os resultados do ensaio de Fluorescência de Raios-X, enquanto que, a Tabela 28 mostra os resultados do EDS.

Tabela 27 – Fluorescência de Raios-X das argilas calcinadas.

Método	Amostra	Elementos majoritários (>50%)	Menor quantidade (5% < x < 50%)	Elementos traço (< 5%)
EDX qualitativo	Metacaulim	Si	Al, Fe, Ti	K, S, Ba, Zr, Sr
EDX qualitativo	Cerâmica 700°C	Si	Fe, Al, K	S, Ti, Ba, Mn, Zr, Sr
EDX qualitativo	Cerâmica 900°C	Si	Fe, Al, K	S, Ti, Ba, Mn, Zr, Sr
EDX qualitativo	Cerâmica 1000°C	Si	Fe, Al, K	S, Ti, Mn, Zr, Sr

Tabela 28 – EDS das argilas calcinadas.

Método	Metacaulim	Cerâmica 700°C	Cerâmica 900°C	Cerâmica 1000°C
EDS qualitativo	Si, Al, Fe, Cu	Si, Al, Fe, K	Si, Al, Fe, K	Si, Al, Fe, K

Em ambos ensaios não foi possível determinar a representação quantitativa de cada componente químico nas argilas estudadas. Porém, pode-se perceber que há coerência entre resultados obtidos através dos dois métodos de qualificação dos materiais. Elementos como silício, alumínio e ferro são predominantes e comuns à todas as argilas amostradas.

Esta característica semi-qualitativa dos ensaios realizados impossibilitou a avaliação da influência da caracterização química na atividade pozolânica dos materiais ensaiados. Sendo assim, os resultados obtidos serviram apenas como embasamento para identificação dos picos cristalinos presentes nas argilas, determinados através do ensaio de difração de Raios-X.

As Figuras 24, 25, 26 e 27 apresentam a composição mineralógica dos picos cristalinos obtidos para as argilas calcinadas, e identificam o halo de amorfismo de cada material (ilustradas em vermelho).

Através dos espectros de difração de Raios-X percebe-se a predominância de picos cristalinos de quartzo em todas as argilas calcinadas analisadas. Além destes compostos, o metacaulim apresenta picos de caulinita, moscovita e anatase. As cerâmicas calcinadas a 700°C apresentam, além do quartzo, picos cristalinos de hematita, muscovita e microclina. A partir da temperatura de 900°C, surgem compostos de muscovita e, em temperaturas acima de 1.000°C formam-se picos de cristobalita, brookita e silimanita.

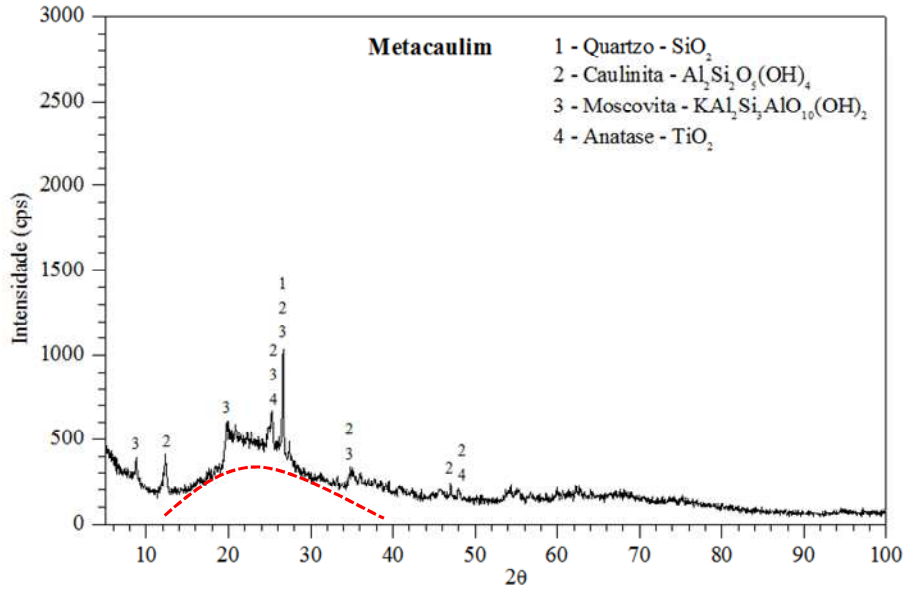


Figura 24 - Difração de Raios-X do metacaulim.

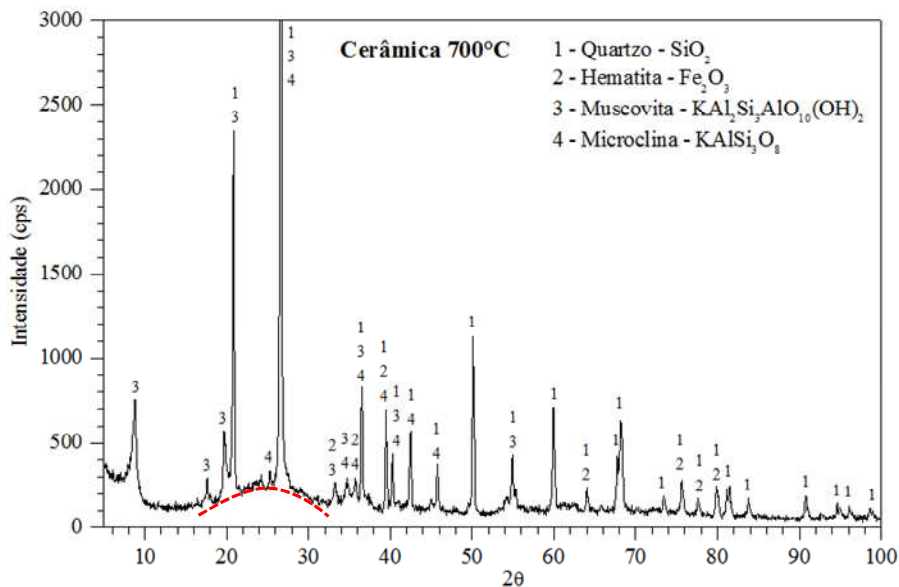


Figura 25 - Difração de Raios-X da Cerâmica 700°C.

Com relação ao grau de amorfismo dos materiais, os resultados das difrações de Raios-X mostram a menor formação de picos cristalinos para o metacaulim e, portanto, maior grau de amorfismo deste material se comparado às cerâmicas vermelhas. Esta afirmação ratifica-se pela formação de um halo de amorfismo maior para a amostra de metacaulim em relação às demais argilas calcinadas. As análises mostram, ainda, que a temperatura de calcinação é diretamente proporcional à formação de picos cristalinos e, portanto, inversamente favorável ao potencial pozolânico das argilas calcinadas.

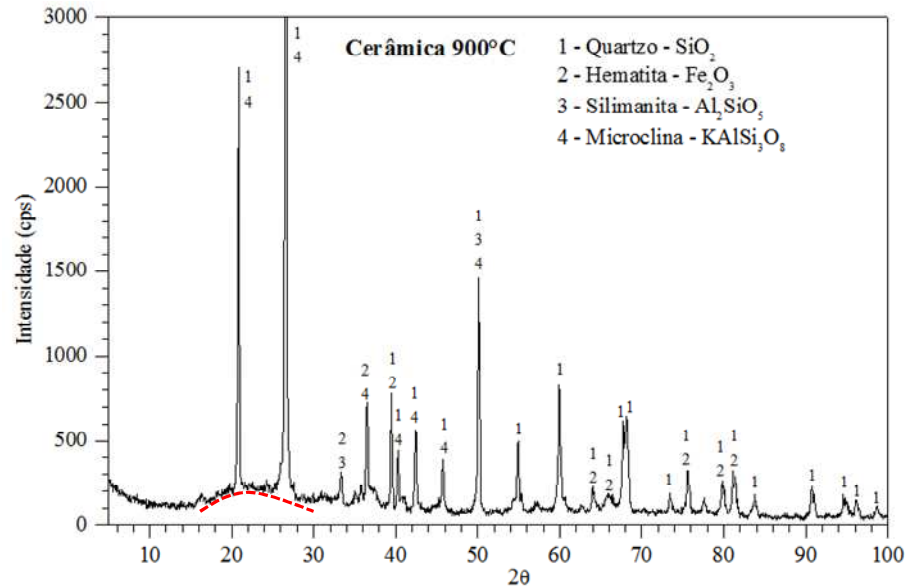


Figura 26 - Difração de Raios-X da Cerâmica 900°C.

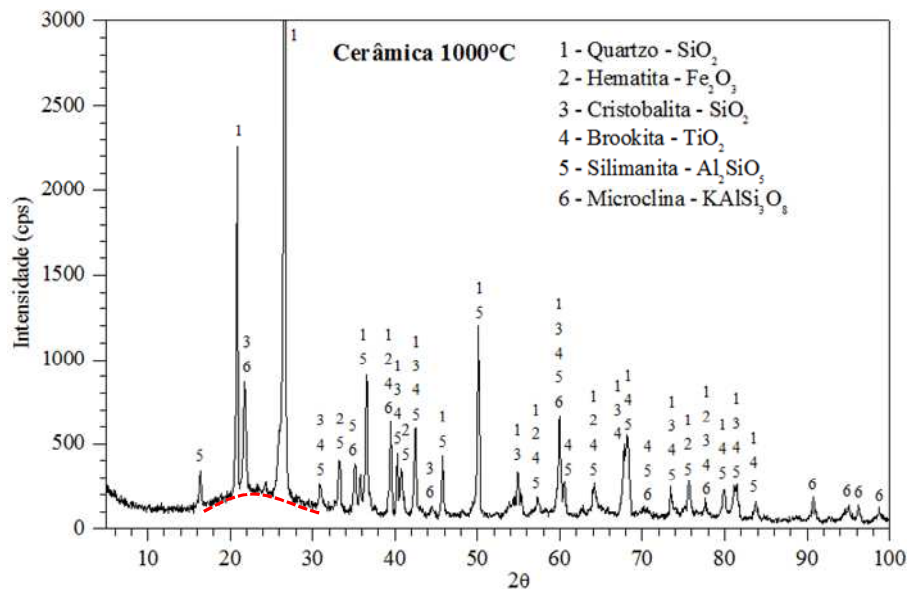


Figura 27 - Difração de Raios-X da Cerâmica 1.000°C.

No que tange à caracterização física das argilas calcinadas, a Figura 28 apresenta as respectivas curvas granulométricas dos materiais.

A NBR 12653/2012 determina que, para pozolanas de classe N, o material retido na peneira com abertura de malha de 45 μm não deve ultrapassar o limite de 34%. A partir das curvas granulométricas vê-se que as amostras de metacaulim e da cerâmica calcinada a 700°C cumpriram as recomendações da norma, com percentuais de partículas maiores do que 44 μm de 30,45% e 27,00%, respectivamente. Já, as cerâmicas calcinadas a 900°C e 1000°C apresentaram percentuais de partículas maiores do que 44 μm , de 41,61% e 41,18%, respectivamente.

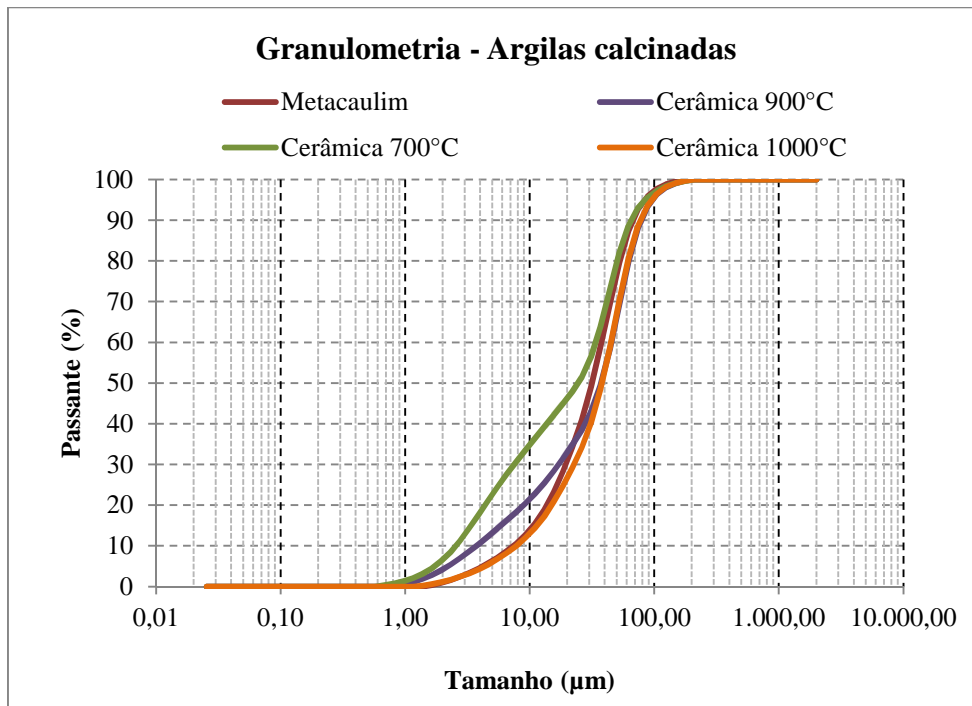


Figura 28 - Distribuição granulométrica das argilas calcinadas.

Sabe-se que o granulômetro laser toma como diâmetro das partículas a dimensão máxima das mesmas. Assim, ao analisarmos as curvas granulométricas notamos a existência de partículas com dimensões máximas superiores ao espaçamento da malha utilizada no peneiramento, delatando a existência de partículas de forma alongada.

Cabe ressaltar que, de acordo com as determinações da nova versão da NBR 12653, o percentual máximo de material retido na peneira com abertura de malha de 45 µm deve ser inferior a 20%.

A Tabela 29 apresenta o diâmetro médio das partículas, obtido a partir das análises granulométricas, bem como os resultados de superfície e massa específica.

Tabela 29 – Caracterização física das argilas calcinadas.

Amostra	Diâmetro médio (µm)	Superfície específica - BET (m ² /g)
Metacaulim	31,62	27.000
Cerâmica 700°C	24,53	16.891
Cerâmica 900°C	37,48	2.585
Cerâmica 1000°C	38,04	874

Com relação ao tamanho de partículas, destaque para a cerâmica 700°C que apresenta diâmetro médio inferior às partículas de metacaulim e das demais cerâmicas vermelhas.

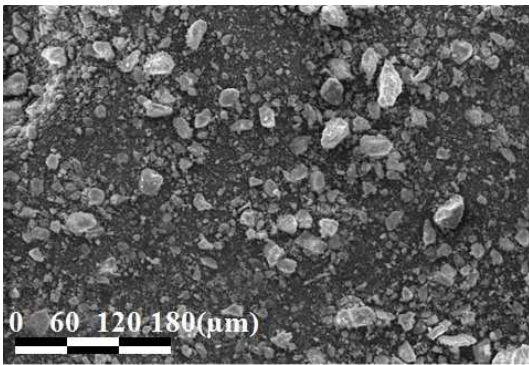
As análises de superfície específica revelam que o metacaulim apresenta resultados da ordem do dobro da cerâmica a 700°C. Se comparado às outras cerâmicas, as relações desta propriedade do metacaulim são ainda mais significativas: 10,4 vezes maior que a cerâmica 900°C e 30,9 vezes maior em relação à cerâmica 1000°C. Estes resultados dão indícios do potencial pozolânico da cerâmica 700°C e, principalmente, do metacaulim, já que a superfície específica tem relação direta com a pozolanicidade dos materiais.

A forma dos grãos das argilas calcinadas também foi avaliada, a partir de análises de microscopia eletrônica de varredura, apresentadas nas Figuras 29, 30, 31 e 32. Conforme Tristão (2005), diferenças de forma e textura das partículas interferem diretamente nas propriedades das argamassas no estado fresco. De acordo com o autor, quanto menor a rugosidade e maior o grau de arredondamento e esfericidade do grão, menor será a demanda de aglomerantes e de água de amassamento das argamassas.

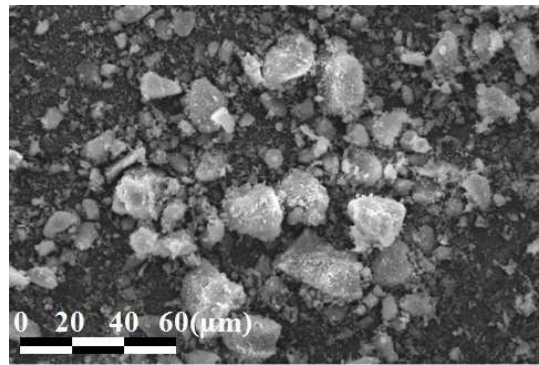
O grau de arredondamento e a esfericidade das partículas foram avaliados sob dois aspectos: visual e quantitativo. Na análise visual, os formatos dos grãos das argilas calcinadas foram comparados com padrões gráficos de grau de esfericidade e arredondamento previstos pela NBR 7389/2009 com base em Power (1953). A Figura 33 apresenta a denominação dos grãos de acordo com sua morfologia.

Através das imagens de MEV pode-se perceber diferenças na forma das partículas em função da composição dos materiais e da temperatura de calcinação das argilas. Conforme a classificação definida pela NBR 7389/2009, os grãos de metacaulim apresentam-se, predominantemente, formato subarredondado com alto grau de esfericidade. Entre as amostras de cerâmica vermelha, as imagens dos grãos da cerâmica 700°C apresenta-se subangulosas e, a exemplo dos grãos de metacaulim, com alto grau de esfericidade. Quando calcinadas acima de 900°C, os grãos de cerâmica vermelha assumem formato anguloso com baixo grau de esfericidade. Esta tendência de lamelaridade em função do aumento da temperatura de calcinação é corroborada pelas imagens obtidas através da cerâmica 1000°C.

Além da análise, as partículas das argilas calcinadas foram classificadas quantitativamente sob dois parâmetros: arredondamento e esfericidade. Para tanto, a partir das imagens de MEV, foram tomadas as áreas, os diâmetros máximos e os perímetros de 20 grãos de cada tipo de argila calcinada, escolhidos aleatoriamente, conforme apresentado no Apêndice A.

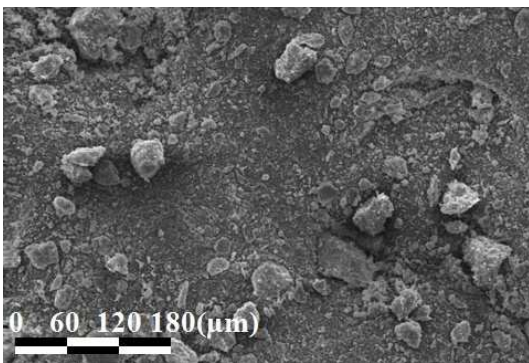


(a)

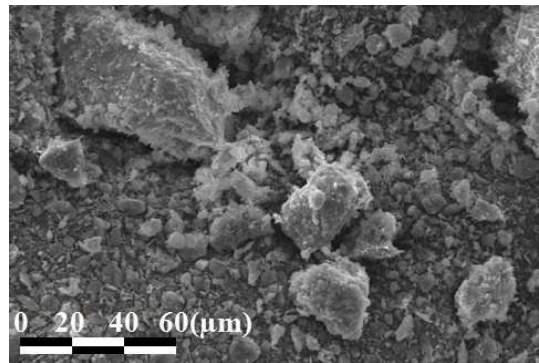


(b)

Figura 29 - MEV do metacaulim. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).

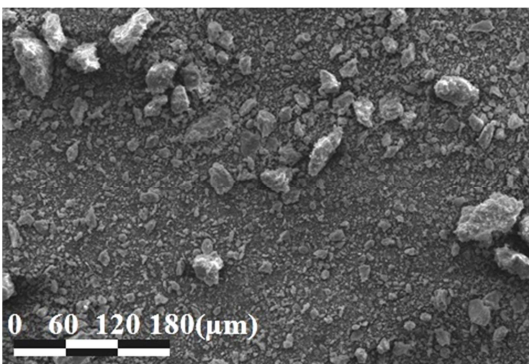


(a)

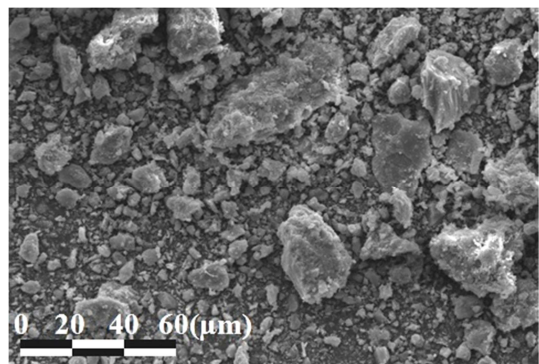


(b)

Figura 30 - MEV da cerâmica 700°C. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).

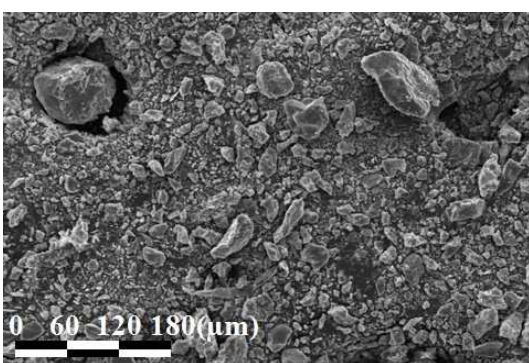


(a)

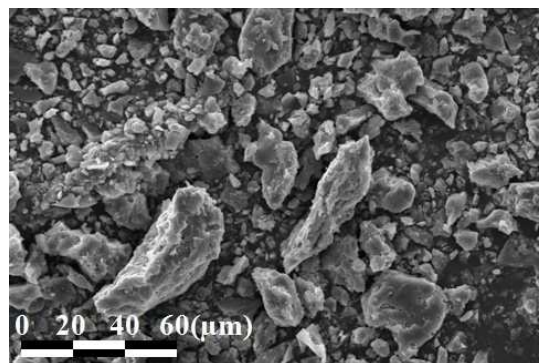


(b)

Figura 31 - MEV da cerâmica 900°C. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).



(a)



(b)

Figura 32 - MEV da cerâmica 1000°C. Aumento do equipamento de 500x (a) e de 1500x (b).



Figura 33 - Padrões gráficos para avaliação da forma dos grãos.

Fonte: Adaptado da NBR 7389/2009 baseada em Power (1953).

A primeira propriedade calculada, o arredondamento, relaciona a área de projeção da partícula com o diâmetro máximo da mesma, calculada conforme Arnold (2011), a partir da Equação 7:

$$Arred = \frac{4S}{\pi(d_{m\acute{a}x})^2} \quad \text{Equação 7}$$

Onde:

S = área da projeção da partícula;

$d_{m\acute{a}x}$ = diâmetro máximo da partícula.

A esfericidade foi calculada relacionando-se a área da projeção da partícula com o perímetro desta projeção (ARNOLD, 2011), conforme apresentado pela Equação 8:

$$Esf = \frac{4\pi S}{P^2} \quad \text{Equação 8}$$

Onde:

S = área da projeção da partícula;

P = perímetro da projeção da partícula.

A Figura 34 apresenta os resultados de arredondamento e esfericidade obtidos para as partículas das argilas calcinadas.

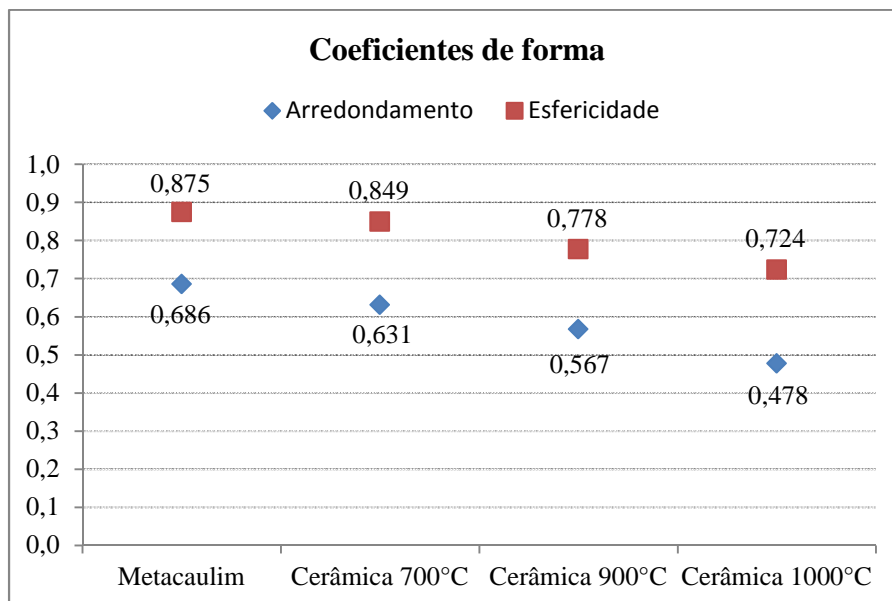


Figura 34 - Coeficientes de forma das argilas calcinadas.

Os resultados quantitativos mostram que, dentre todas as argilas calcinadas estudadas, os grãos de metacaulim apresentam valores maiores para os coeficientes de arredondamento e esfericidade, seguido da cerâmica calcinada a 700°C. As cerâmicas vermelhas calcinadas a 900°C e 1000°C assumem valores de coeficientes inferiores de arredondamento, reforçando a tendência de lamelaridade a partir do incremento da temperatura de calcinação.

Os resultados obtidos contrapõem o ponto de vista de Tristão (2005) no que se refere à relação entre os coeficientes de forma e a demanda de água de amassamento. Isto porque, na visão do autor, os coeficientes de forma são inversamente proporcionais à demanda de água. No entanto, Tristão (2005) relaciona, também, a rugosidade dos grãos com o consumo de água de amassamento. Esta propriedade pode justificar a maior demanda de água das argamassas com metacaulim e cerâmica 700°C, sobrepondo-se à influência da forma dos grãos.

Com relação à calcinação das argilas, foram realizadas análises termogravimétricas para confirmar a uniformidade no processo de queima. Os resultados destas análises serão utilizados, também, na determinação da atividade pozolânica de pastas de cimento com incorporação destes materiais. A Figura 35 apresenta os resultados obtidos.

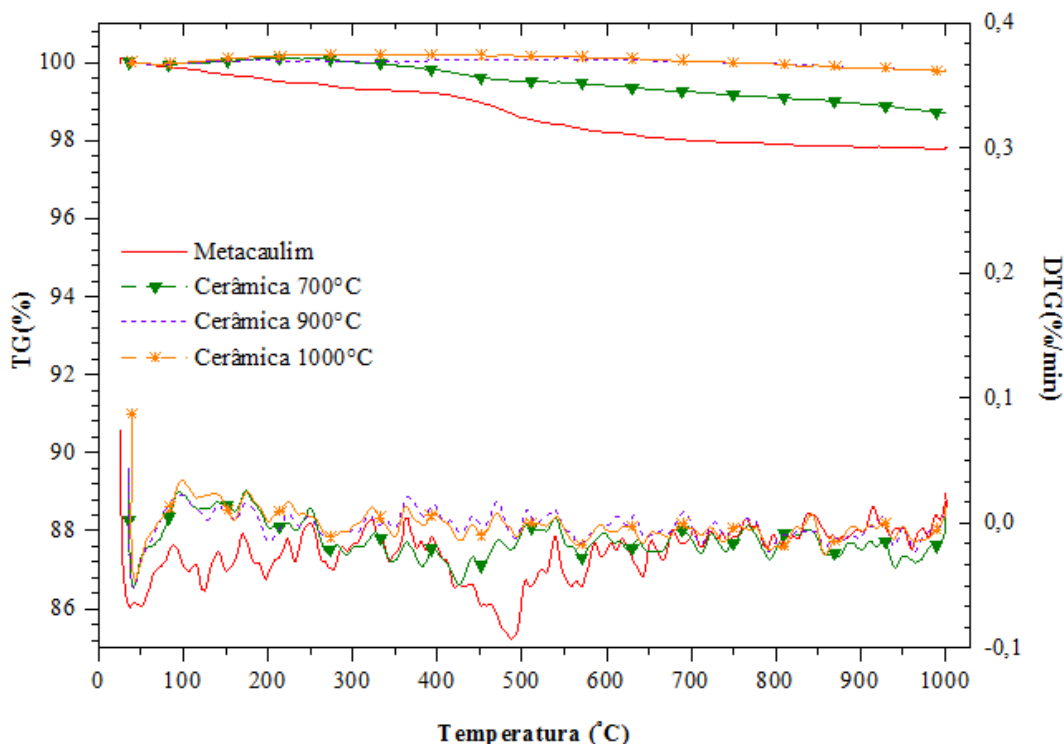


Figura 35 - Análise termogravimétrica das argilas calcinadas.

A partir das análises termogravimétricas verifica-se que nenhum dos materiais apresentou picos característicos de decomposição. Com relação à perda ao fogo, o metacaulim apresentou um percentual de 2,03%, enquanto que as cerâmicas vermelhas obtiveram percentuais menores: 1,27%, 0,21% e 0,22%, para as cerâmicas calcinadas a 700°C, 900°C e 1.000°C, respectivamente. Estes valores de perda de massa das cerâmicas vermelhas evidenciam a eficiência no processo de calcinação das argilas, realizado em laboratório.

4.2 RESULTADOS DE ATIVIDADE POZOLÂNICA

4.2.1 Análises termogravimétricas (TG/DTG)

As análises termogravimétricas foram realizadas em amostras de pasta de cimento com 7 e 28 dias de idade. As Figuras 36 e 37 apresentam as curvas de TG e DTG obtidas conforme a metodologia de cálculo de perda de massa prevista por DWECK *et al.* (2013).

Nestas curvas, observa-se que há formação de pequenos picos de perda de massa entre 35°C e 200°C, correspondentes à perda de massa da etringita e de outros produtos formados na hidratação do cimento. Os picos formados entre as temperaturas de 350°C e 450°C referem-se à decomposição do hidróxido de cálcio. Entre 550°C e 700°C têm-se os picos relativos à decomposição de carbonato de cálcio.

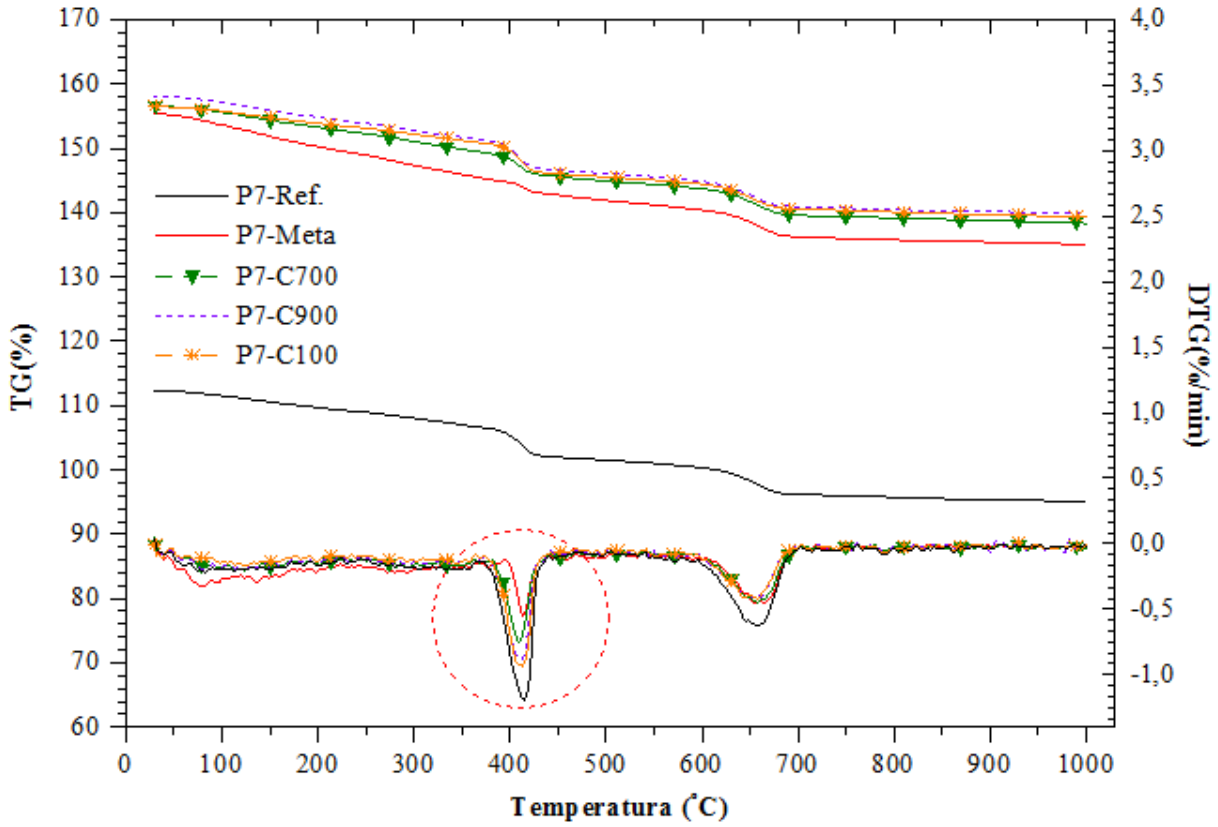


Figura 36 - Análise termogravimétrica das pastas de cimento aos 7 dias.

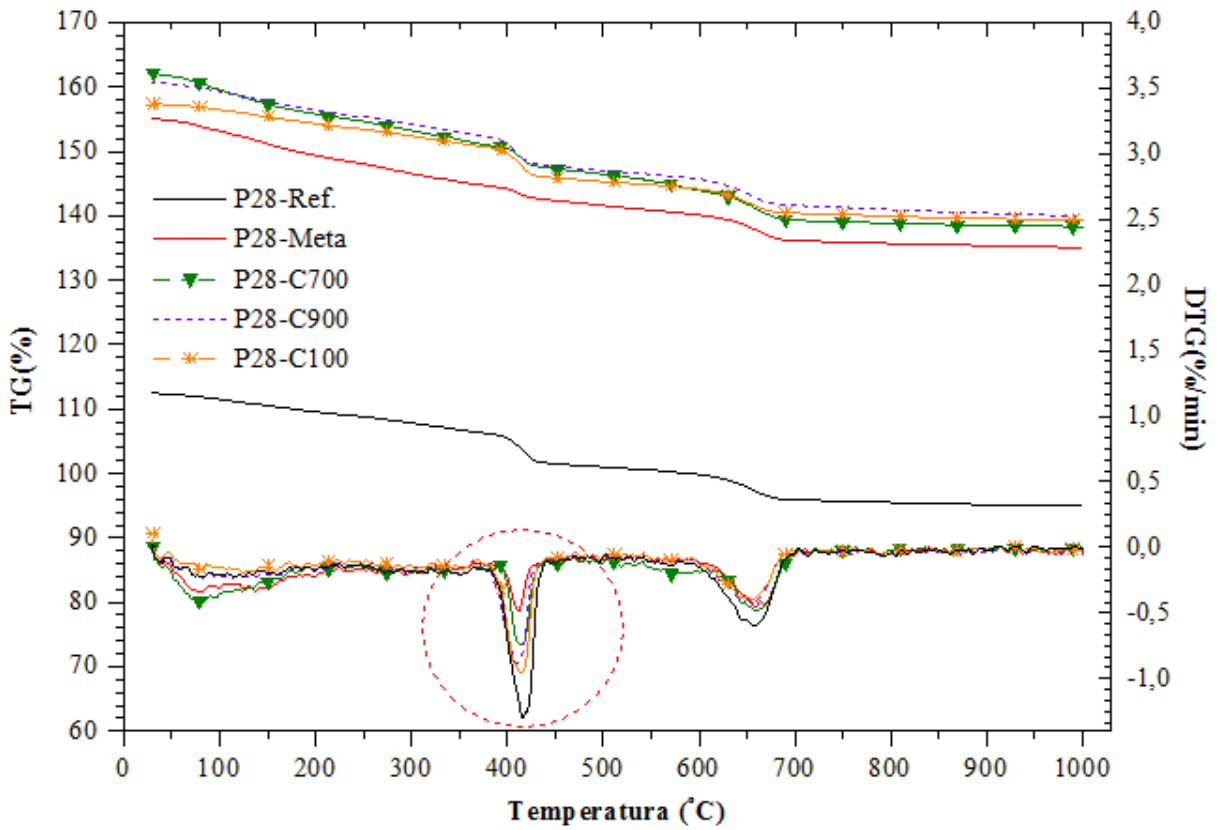


Figura 37 - Análise termogravimétrica das pastas de cimento aos 28 dias.

Ressalta-se que a pozolanicidade de um determinado material fica evidenciada á medida em que o percentual de perda de massa dada pela decomposição do hidróxido de cálcio diminui em relação à pasta de referência. Explica-se: quanto menor o percentual de perda de massa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, apontado pelas análises termogravimétricas, maior terá sido o consumo de hidróxido de cálcio pela reação pozolânica resultante da incorporação do material analisado à pasta de cimento.

A Figura 38 apresenta, em termos percentuais e para cada idade, a perda de massa referente à decomposição do hidróxido de cálcio.

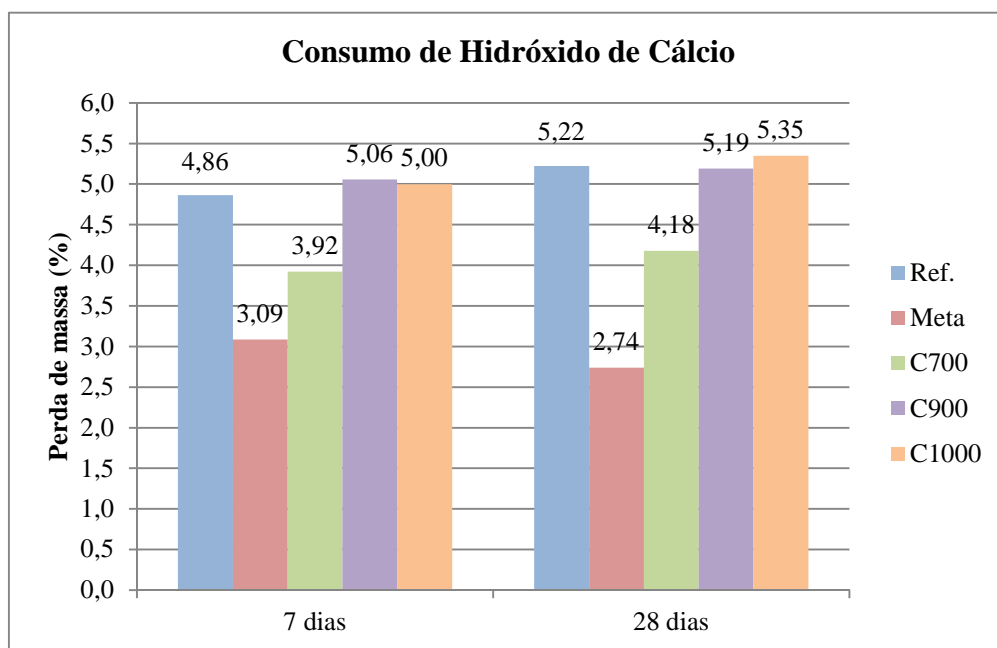


Figura 38 - Percentuais de perda de massa relativo à decomposição do hidróxido de cálcio das pastas de cimento, aos 7 e 28 dias.

Do exposto na Figura 38, observa-se que as pastas com metacaulim são as que apresentaram menor consumo de hidróxido de cálcio em relação às demais e, portanto, desenvolveram maior atividade pozolânica. Entre as pastas com cerâmica vermelha, destaque para as produzidas com cerâmica calcinada a 700°C , que apresentaram redução no consumo de hidróxido de cálcio em relação às pastas referência de 23,9% e 24,9%, respectivamente. As demais cerâmicas não promoveram alterações significativas nas pastas de cimento com relação ao consumo de hidróxido de cálcio, dada a proximidade dos resultados obtidos para as pastas com cerâmica 900°C e 1000°C com a perda de massa evidenciada nas pastas de referência.

Outra questão relevante que cabe discussão com relação aos resultados apresentados diz respeito ao aumento dos percentuais de consumo de hidróxido de cálcio de

todas as pastas, com exceção às produzidas com metacaulim, na comparação entre os resultados de 7 e 28 dias. Numa primeira análise, poder-se-ia concluir, equivocadamente, que houve diminuição da atividade pozolânica em função do tempo, contrapondo-se à teoria de que a pozolanidade aumenta em função do tempo. No entanto, Cunha (2012) explica que esta diminuição nos percentuais de perda de massa é ocasionada devido à sobreposição da taxa de produção de hidróxido de cálcio pela hidratação do cimento, em relação ao consumo de Ca(OH)_2 devido às reações pozolânicas.

Os resultados apresentados seguem a tendência de comportamento evidenciada por Farias Filho, Toledo Filho e Lima (2010) de que a incorporação de argila calcinada, em substituição ao cimento, reduz o teor de hidróxido de cálcio das misturas. Além disso, a afirmação dos autores de que, para o mesmo teor de substituição, o metacaulim se apresentou mais reativo do que o tijolo moído, também se aplica aos resultados deste trabalho.

Nas pesquisas realizadas por Gonçalves (2005), em que foram testados quatro teores (10%, 20%, 30% e 40%) de incorporação de resíduo cerâmico em pastas de cimento, o autor afirma que, para substituição de cimento por argila acima dos 20%, as pastas apresentaram valores muito próximos da referência.

4.2.2 Método de Luxàn

Segue a Tabela 30 e Figura 39 com os resultados das leituras de condutividade a 40°C para cada amostra ensaiada.

Tabela 30 – Resultados do método de Luxàn.

Amostra	1ª leitura - L1 (mS/cm)	2ª leitura - L2 (mS/cm)	Diferença (L1-L2) (mS/cm)	Média das diferenças	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
Metacaulim	85,3	82,2	3,1	2,83	0,17	6,06
	85,5	82,6	2,8			
	86,0	83,4	2,6			
Cerâmica 700°C	85,3	83,7	1,7	1,67	0,09	5,13
	85,6	83,8	1,8			
	85,5	83,9	1,5			
Cerâmica 900°C	85,5	84,3	1,2	1,29	0,09	6,67
	85,3	84,0	1,3			
	86,0	84,6	1,4			
Cerâmica 1000°C	85,3	83,7	1,7	1,46	0,14	9,80
	84,9	83,5	1,4			
	85,8	84,6	1,3			

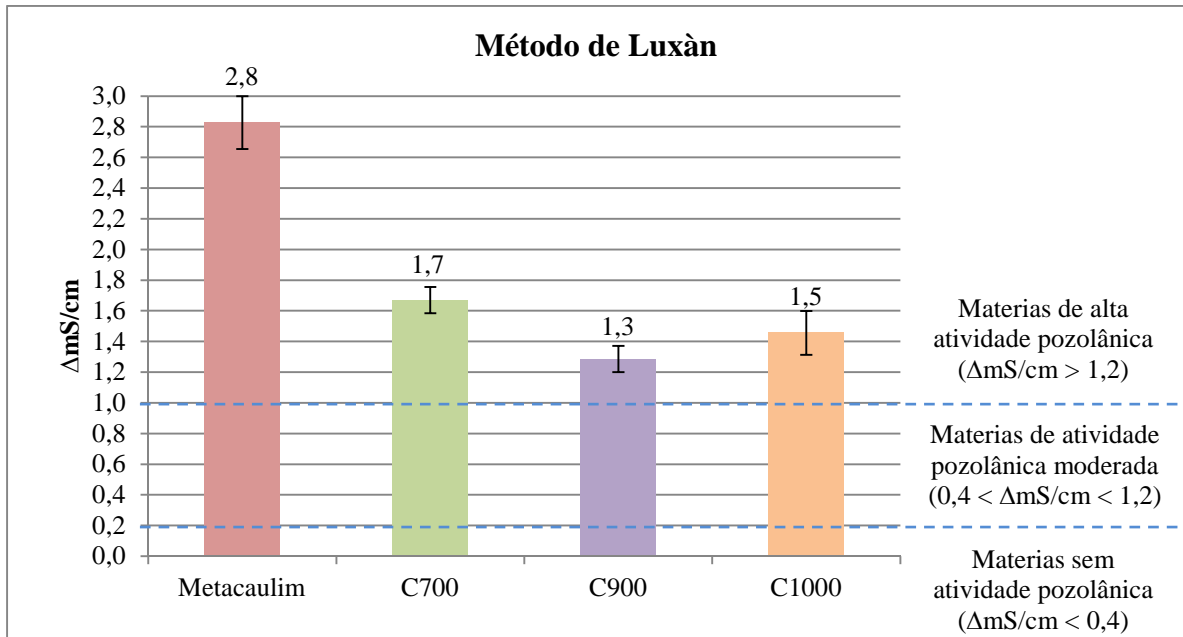


Figura 39 - Resultado do método de Luxàn.

Do exposto na Tabela 31 e na Figura 39, verifica-se que todos os materiais estudados enquadram-se como materiais de alta atividade pozolânica, conforme classificação prevista pelo método de Luxàn. Novamente, o metacaulim apresenta maior atividade pozolânica, seguido da cerâmica vermelha calcinada a 700°C.

A Tabela 31 apresenta a ANOVA dos resultados obtidos pelo método de Luxàn. Do exposto, percebe-se que, para um nível de confiança de 95%, há diferença significativa entre os resultados (valor de $P < 0,05$).

Tabela 31 – ANOVA dos resultados do método de Luxàn.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	3	4,363	1,454	42,280	4,066	$2,97 \times 10^{-5}$	Sim
Entre Grupos	8	0,275	0,034				
TOTAL	11	4,639					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

4.2.3 NBR 12653/2012

A seguir, serão apresentados os resultados dos métodos convencional e modificado das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012.

Para o cálculo das resistências à compressão apresentadas, foram realizadas as medições de altura e diâmetro dos corpos-de-prova. Nos casos em que a relação entre estas dimensões esteve abaixo do limite (1,95) estabelecido pela NBR 7215/1997, foi realizada a compensação prevista por esta mesma norma.

4.2.3.1 NBR 5751/2012 e NBR 5751/2012 modificada

De acordo com a NBR 7215/1997, o desvio padrão percentual para um conjunto de amostras deve ser igual ou inferior a 6%. Conforme apresentado no programa experimental, foram moldados oito corpos-de-prova para cada tipo de argamassa. Portanto, devido à maioria das argamassas produzidas com cal apresentarem coeficiente de variação superior a 6%, foram excluídos quatro resultados (dois de cada extremo) da média final de resistência das argamassas. As resistências à compressão de cada corpo-de-prova e a indicação dos resultados considerados nos cálculos da média, do desvio padrão e do coeficiente de variação são apresentadas no Apêndice B.

A Tabela 32 e Figura 40 apresentam a média dos resultados obtidos para cada argamassa e o respectivo desvio padrão. Observa-se, na Figura 40, a existência de apenas um resultado de resistência à compressão de argamassa com cerâmica calcinada a 1000°C, produzida pelo método convencional (C1000). Isto porque não foram produzidas argamassas com cerâmica calcinada a 1000°C pelo método modificado, tendo em vista que o consumo de água fixado para todas as argamassas produzidas por este método foi tomado a partir do consumo de água da argamassa C1000.

A partir destes resultados, percebe-se que todas as argamassas produzidas de acordo com o método convencional da NBR 5751/2012, apresentam resistência à compressão aos 7 dias menores do que o limite de 6 MPa, estabelecido pela NBR 5751/2012 para esta idade. Já, com relação às argamassas produzidas pelo método modificado, percebe-se que todos os resultados mantiveram-se acima de 6 MPa.

Tabela 32 – Resistência à compressão e desvio padrão das argamassas com cal.

Tipo de Argamassa	Resistência à compressão média (MPa)			
	Idade	Média	Desvio Padrão	Coeficiente de variação (%)
Mcal	7 dias	2,77	0,17	5,99
	28 dias	2,90	0,16	5,67
Mcal _{mod.}	7 dias	10,52	0,12	1,10
	28 dias	15,94	0,19	1,22
C700cal	7 dias	5,92	0,16	2,67
	28 dias	7,83	0,06	0,81
C700cal _{mod.}	7 dias	13,04	0,19	1,48
	28 dias	15,32	0,29	1,89
C900cal	7 dias	5,94	0,22	3,67
	28 dias	7,40	0,26	3,49
C900cal _{mod.}	7 dias	6,37	0,25	3,95
	28 dias	7,26	0,13	1,83
C1000cal	7 dias	4,39	0,25	5,65
	28 dias	7,81	0,29	3,66

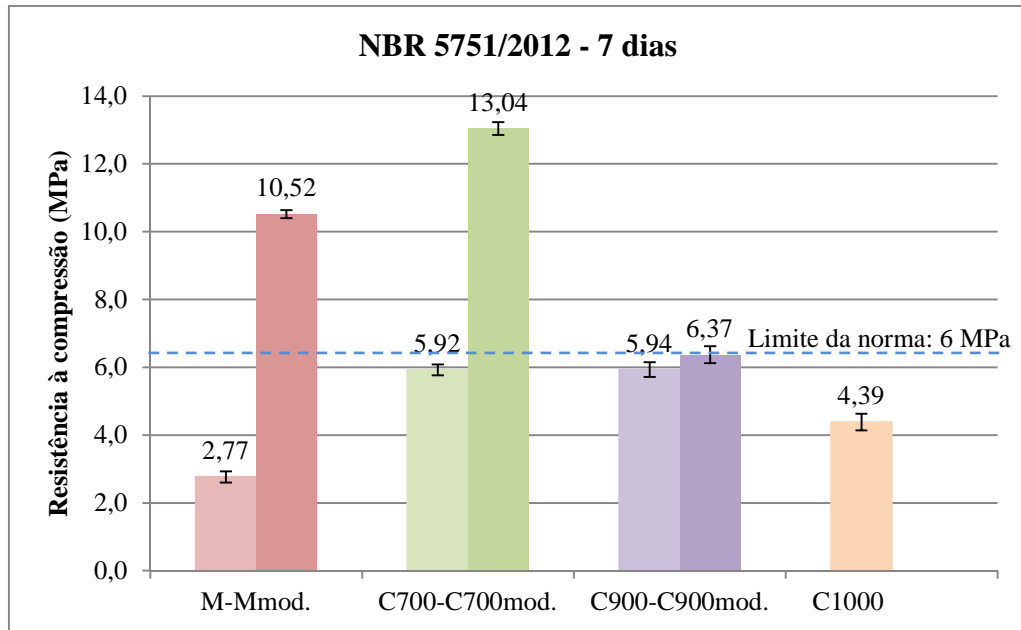


Figura 40 - Resistência à compressão das argamassas com cal aos 7 dias.

As análises de variância ilustradas nas Tabelas 33 e 34 mostram que há diferença significativa nos resultados obtidos para resistência à compressão de argamassas com cal, aos 7 dias.

Tabela 33 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012, aos 7 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	3	27,388	9,129	132,721	3,490	$1,82 \times 10^{-9}$	Sim
Entre Grupos	12	0,825	0,069				
TOTAL	15	28,214					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Tabela 34 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012 modificada, aos 7 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	2	90,776	45,388	561,267	4,256	$3,57 \times 10^{-10}$	Sim
Entre Grupos	9	0,728	0,081				
TOTAL	11	91,504					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

A Figura 41 apresenta as médias das resistências à compressão das argamassas aos 28 dias de idade. No gráfico, percebe-se o aumento de resistência de todas as argamassas em relação à resistência apresentada aos 7 dias.

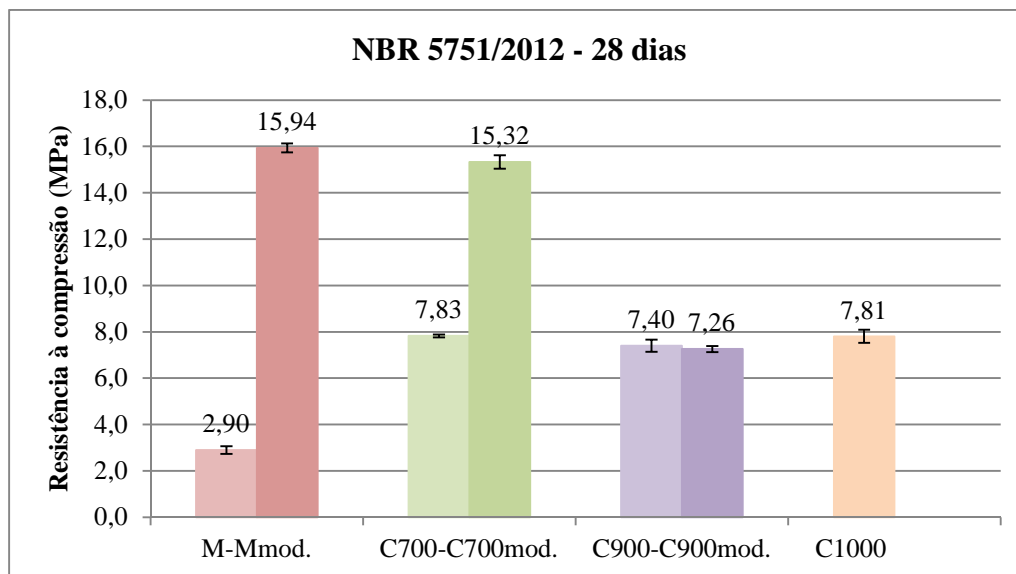


Figura 41 - Resistência à compressão das argamassas com cal aos 28 dias.

Pode-se observar que a diferença no desempenho das argamassas em função da modificação do método da NBR 5751/2012 é mais significativa para as argamassas Mcal e C700cal. Isto porque, a demanda de água destas duas argamassas é maior em relação às argamassas C900cal e C1000cal.

A partir das Tabelas 35 e 36, que apresentam as análises de variância para as argamassas com 28 dias, pode-se afirmar que a diferença entre os resultados obtidos é significativa.

Tabela 35 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012, aos 28 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	3	69,028	23,009	347,767	3,490	$6,31 \times 10^{-12}$	Sim
Entre Grupos	12	0,794	0,066				
TOTAL	15	69,822					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Tabela 36 – ANOVA dos resultados da NBR 5751/2012 modificada, aos 28 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	2	187,795	93,897	1146,717	4,256	$1,46 \times 10^{-11}$	Sim
Entre Grupos	9	0,737	0,082				
TOTAL	11	188,532					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

4.2.3.2 NBR 5752/2012 e NBR 5752/2012 modificada

Baseado nas mesmas justificativas apresentadas para a exclusão de quatro resultados obtidos pela NBR 5751/2012, no cálculo da média de resistência das argamassas da NBR 5752/2012 foram excluídos dois resultados (um de cada extremo). O Apêndice B

apresenta as resistências à compressão de cada corpo-de-prova e a indicação dos resultados considerados nos cálculos da média, do desvio padrão e do coeficiente de variação.

Segue a Tabela 37 com as médias de resistência à compressão das argamassas com o respectivo desvio padrão.

Tabela 37 – Resistência à compressão e desvio padrão das argamassas com cimento.

Tipo de Argamassa		Resistência à compressão média (MPa)			
		Idade	Média	Desvio Padrão	Coeficiente de variação (%)
Argamassas A (Referência)		7 dias	24,25	0,53	2,17
		28 dias	34,41	0,62	1,80
		63 dias	35,15	1,22	3,47
Argamassas B	Mcim	7 dias	25,19	0,95	3,61
		28 dias	27,24	0,46	1,70
		63 dias	31,11	1,00	3,21
	Mcim _{mod.}	7 dias	36,52	1,01	2,78
		28 dias	37,51	0,87	2,33
		63 dias	45,54	1,01	2,22
	C700cim	7 dias	27,44	0,33	1,19
		28 dias	29,73	0,80	2,70
		63 dias	34,34	0,49	1,42
	C700cim _{mod.}	7 dias	31,57	0,61	1,92
		28 dias	33,55	1,58	4,71
		63 dias	39,36	1,10	2,80
	C900cim	7 dias	20,29	0,26	1,29
		28 dias	29,06	0,96	3,30
		63 dias	31,12	1,28	4,11
	C900cim _{mod.}	7 dias	24,22	0,68	2,81
		28 dias	32,10	0,59	1,85
		63 dias	38,20	0,42	1,09
	C1000cim	7 dias	14,94	0,26	1,77
		28 dias	23,95	0,49	2,06
		63 dias	26,83	0,41	1,52
	C1000cim _{mod.}	7 dias	18,46	1,01	5,49
		28 dias	28,97	0,49	1,70
		63 dias	31,98	0,84	2,63

As Figuras 42, 43 e 44 ilustram os gráficos que relacionam, em termos percentuais, as médias de resistência à compressão das argamassas com cimento aos 7, 28 e 63 dias (argamassas B), com o respectivo valor de resistência à compressão da argamassa referência (argamassas A).

A partir do gráfico da Figura 42 percebe-se que o desempenho mecânico das argamassas Mcim, Mcim_{mod.}, C700cim e C700cim_{mod.} foi superior em relação à argamassa de controle. Com relação à significância entre as diferenças dos resultados expostos na Figura 42, as Tabelas 38 e 39 apresentam as análises de variância que ratificam o efeito significativo dos resultados.

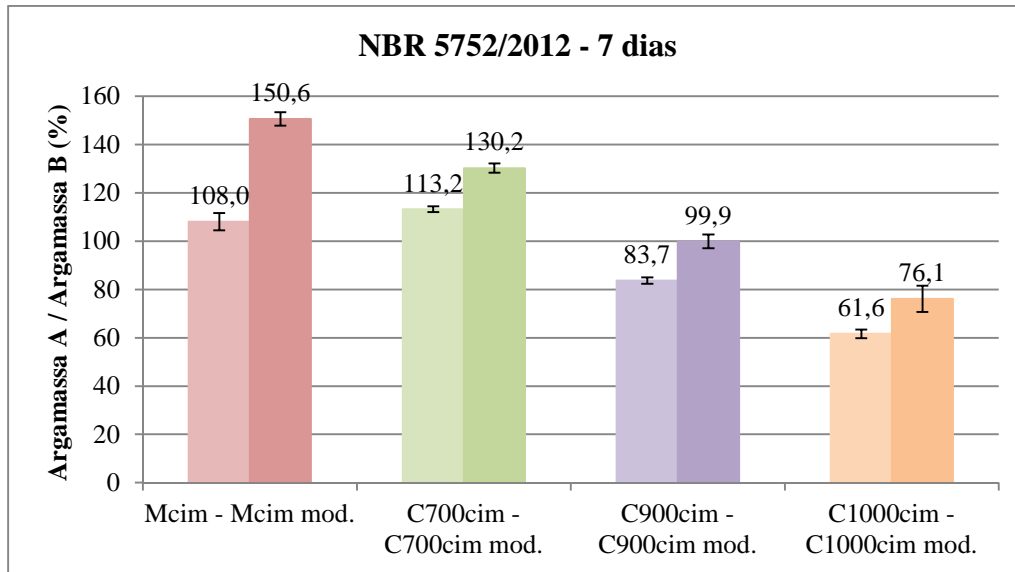


Figura 42 - Resistência à compressão das argamassas com cimento aos 7 dias.

Tabela 38 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012, aos 7 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	4	618,788	154,697	381,964	2,759	$5,12 \times 10^{-22}$	Sim
Entre Grupos	25	10,125	0,405				
TOTAL	29	628,914					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Tabela 39 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012 modificada, aos 7 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	3	1141,134	380,378	319,429	3,098	$4,68 \times 10^{-17}$	Sim
Entre Grupos	20	23,816	1,191				
TOTAL	23	1164,950					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Na Figura 43 são apresentados os resultados de média e desvio padrão da resistência mecânica de argamassas com cimento, aos 28 dias, em relação às argamassas de controle. Além disso, o gráfico mostra o limite, em termos percentuais, estabelecido pela NBR 5752/2012, para que o material seja considerado pozolânico.

Excetuando-se a argamassa C1000cim, todas as demais apresentaram resistência mecânica acima do limite estabelecido pela norma. Além disso, os resultados mostraram-se significativamente distintos, conforme mostram as Tabelas 40 e 41.

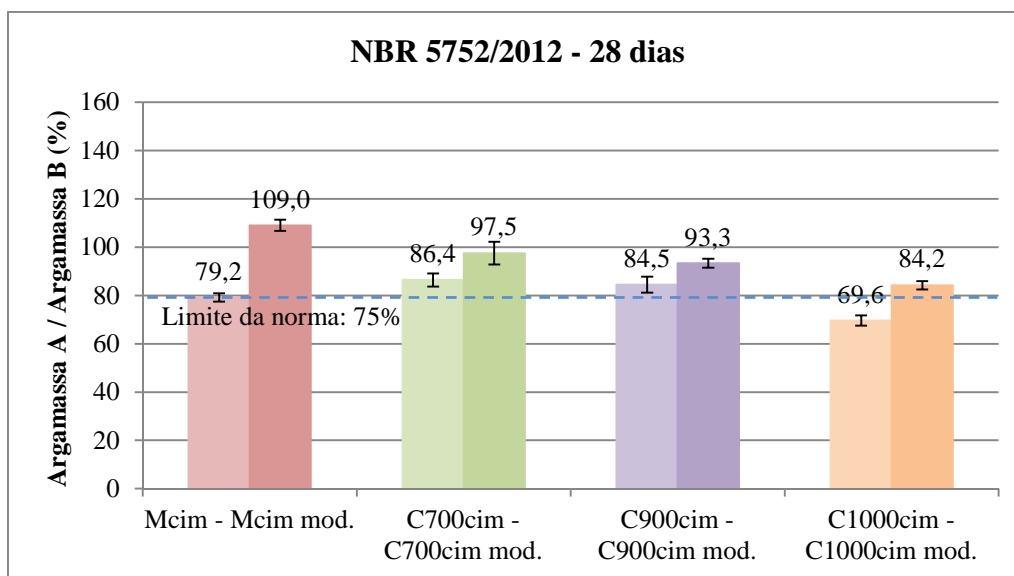


Figura 43 - Resistência à compressão das argamassas com cimento aos 28 dias.

Tabela 40 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012, aos 28 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	4	349,596	87,399	113,206	2,759	$1,24 \times 10^{-15}$	Sim
Entre Grupos	25	19,301	0,772				
TOTAL	29	368,897					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Tabela 41 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012 modificada, aos 28 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	3	225,773	75,258	68,217	3,098	$1,11 \times 10^{-10}$	Sim
Entre Grupos	20	22,064	1,103				
TOTAL	23	247,837					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Finalmente, a Figura 44 traz os resultados de resistência à compressão de argamassas produzidas pelos métodos convencional e modificado da NBR 5752/2012. Percebe-se que, aos 63 dias de idade, todas as argamassas do método convencional apresentaram médias de resistência à compressão abaixo da argamassa de referência. Já, no método modificado, todas as argamassas apresentaram resistência média acima da referência, exceto a argamassa C1000cim_{mod.}. Mais uma vez, a análise de variância mostra que as diferenças entre os resultados obtidos são significativas (Tabelas 42 e 43).

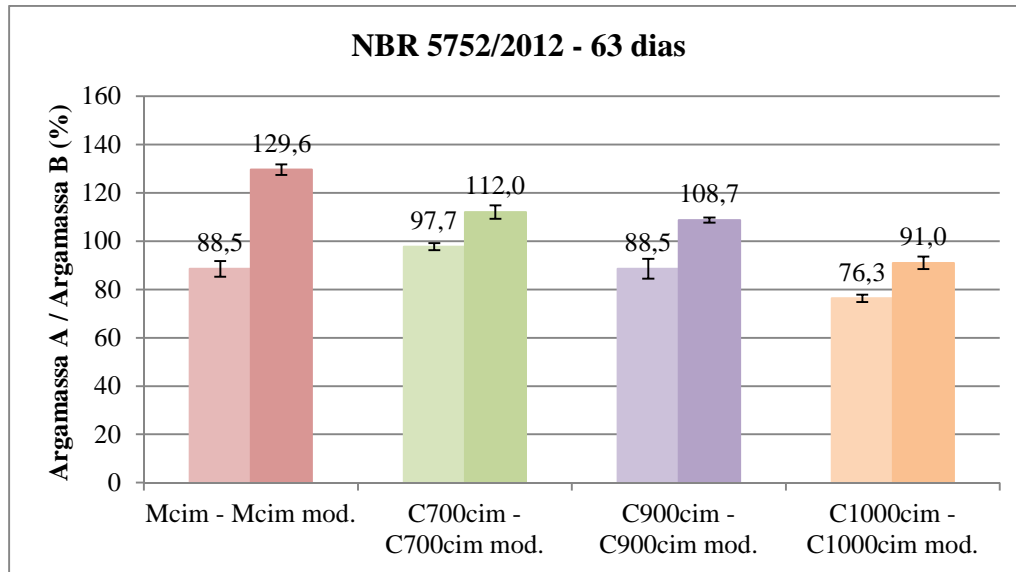


Figura 44 - Resistência à compressão das argamassas com cimento aos 63 dias.

Tabela 42 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012, aos 63 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	4	259,517	64,879	44,977	2,759	$4,55 \times 10^{-11}$	Sim
Entre Grupos	25	36,063	1,443				
TOTAL	29	295,579					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Tabela 43 – ANOVA dos resultados da NBR 5752/2012 modificada, aos 63 dias.

Amostra	GDL	SQ	MQ	F	F crítico	Valor de P	Efeito significativo
Dentro do Grupo	3	633,250	211,083	224,930	3,098	$1,43 \times 10^{-15}$	Sim
Entre Grupos	20	18,769	0,938				
TOTAL	23	652,019					

Onde: GDL = grau de liberdade; SQ = soma quadrada; MQ = média quadrada

Os resultados de resistência mecânica, aos 28 e 63 dias, das argamassas com cerâmica vermelha, principalmente com argila calcinada a 700°C, confirmam o comportamento sugerido por O'Farrell *et al.* (2006). Na pesquisa, os autores afirmam que argamassas produzidas com resíduos finos de blocos cerâmicos apresentaram menor resistência em relação à referência. Porém, aos 90 dias, as argamassas passaram a desenvolver resistência à compressão acima dos valores de controle.

Além disso, de um modo geral, os resultados obtidos através dos ensaios da NBR 5752/2012 podem auxiliar na compreensão dos resultados das análises termogravimétricas. Isto porque, em ambos ensaios, aos 7 dias, as relação entre a atividade pozolânica das argilas calcinadas e das pastas ou argamassas referência, apresentou valores maiores em comparação aos 28 dias. A partir desta idade, percebe-se o aumento da atividade pozolânica em função do

tempo, tendo em vista os resultados obtidos para 63 dias. Esta constatação evidencia o maior desenvolvimento de reações pozolânicas a médio e longo prazo.

4.3 RELAÇÃO ENTRE OS RESULTADOS DE CARACTERIZAÇÃO E DE ATIVIDADE POZOLÂNICA

Nesta etapa do trabalho serão apresentadas e discutidas as regressões lineares realizadas a partir dos resultados de caracterização dos materiais e de determinação da atividade pozolânica.

4.3.1 Diâmetro médio

As Figuras 45 e 46 apresentam gráficos que relacionam os resultados das análises termogravimétricas de pastas de cimento, aos 7 e 28 dias, com o diâmetro médio das partículas de argila calcinada incorporadas às pastas. Através dos valores de R^2 (R quadrado) apresentados nos gráficos pode-se afirmar que o consumo de Ca(OH)_2 nas pastas de cimento com incorporação de argilas calcinadas, não tem relação com o diâmetro médio destes materiais.

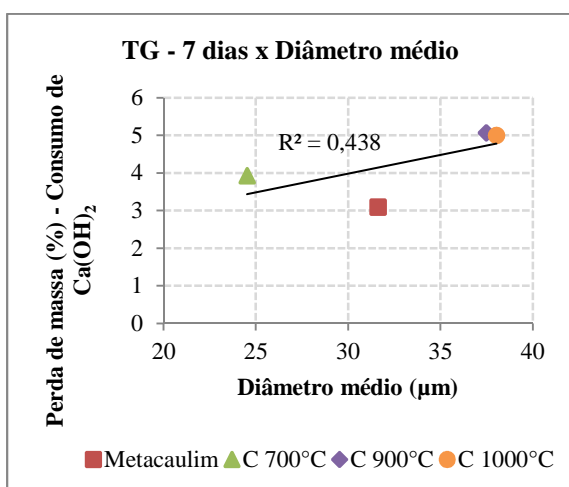


Figura 45 - Relação linear entre os resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e o diâmetro médio.

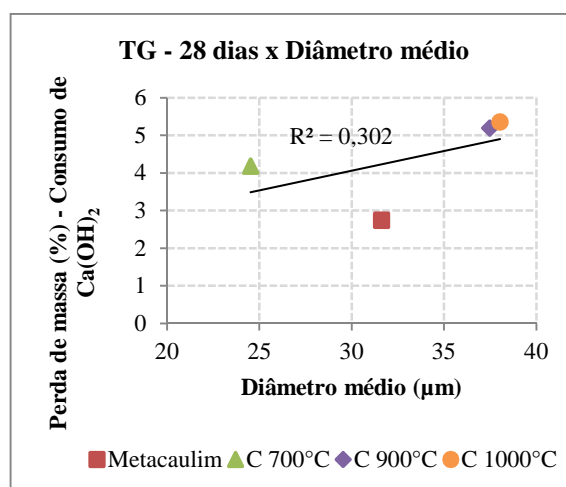


Figura 46 - Relação linear entre os resultados das análises termo gravimétricas aos 28 dias e o diâmetro médio.

Ao analisarmos o diâmetro médio e os resultados do método de Luxàn, vemos que a relação linear é ainda menor. A Figura 47 apresenta o gráfico Luxàn x Diâmetro médio, em que o valor de R^2 delata a fraca linearidade desta relação.

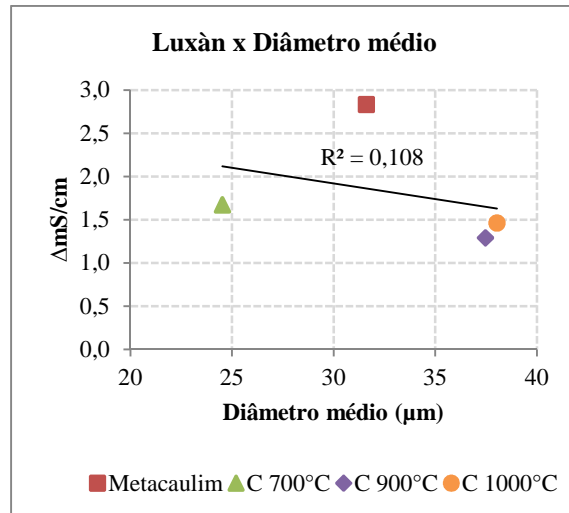


Figura 47 - Relação linear entre resultados do método de Luxàn e o diâmetro médio.

As Figuras 48 e 49 apresentam a tendência de comportamento da relação entre os valores médios de resistência à compressão das argamassas produzidas de acordo com a NBR 5751/2012, aos 7 e 28 dias, e o diâmetro médio dos materiais incorporados à estas argamassas.

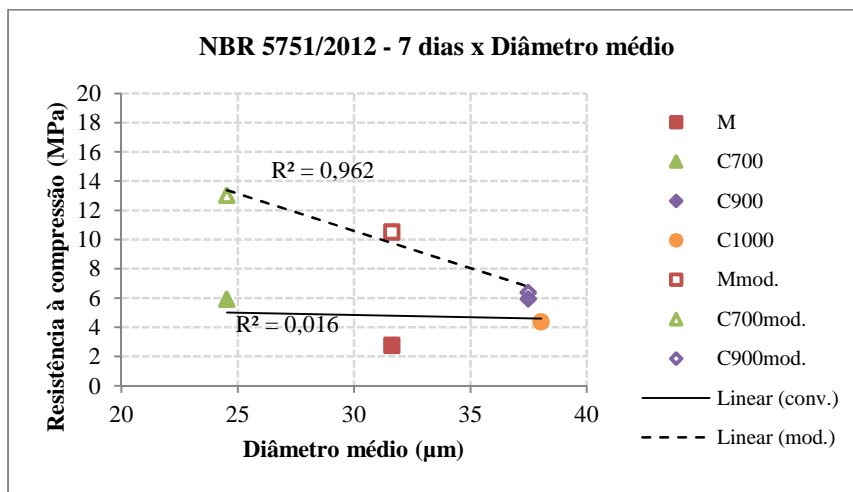


Figura 48 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e o diâmetro médio.

Vê-se que, para as argamassas produzidas pelo método convencional da norma, a relação com o diâmetro médio das partículas não é significativa. Já, entre as argamassas do método modificado, pode-se dizer que há relação linear com o diâmetro médio, principalmente aos 7 dias, e uma tendência de comportamento em que, quanto menor o diâmetro da partícula, maior a resistência à compressão da argamassa ensaiada.

Estes resultados justificam as críticas de alguns autores como Gava (1999), Cordeiro (2009) e Reig *et al.* (2013) que defendem a fixação da consistência das argamassas sem que haja alteração na relação água/aglomerante das mesmas. A partir dos resultados de

resistência à compressão para as argamassas do método convencional, percebe-se que, de fato, as divergências nas relações água/aglomerante atenuam as propriedades mecânicas das argamassas, criando um cenário de disparidade de condições para aferição das resistências mecânicas das mesmas. Assim, ao analisar os resultados do método modificado, onde a consistência das argamassas manteve-se constante padronizando-se a relação água/aglomerante, vê-se que os resultados apresentam uma tendência de comportamento linear, sugerindo melhor retratação da real condição das argamassas frente às propriedades mecânicas.

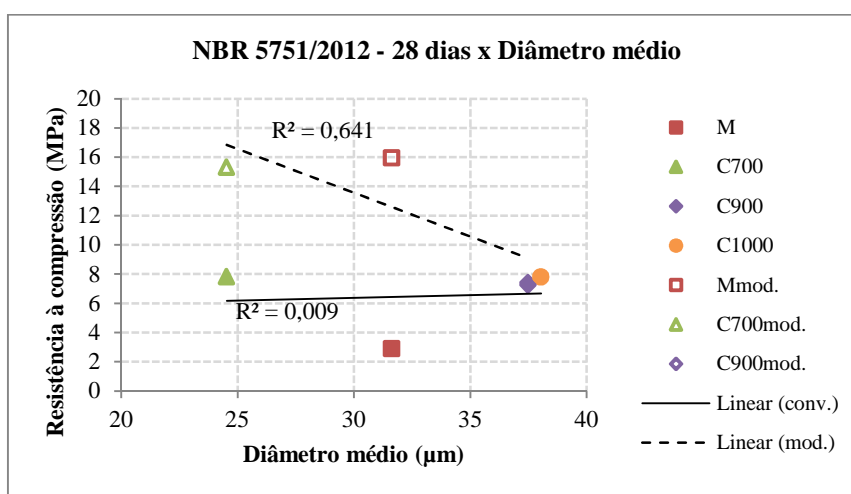


Figura 49 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e o diâmetro médio.

A seguir, as Figuras 50, 51 e 52 apresentam os resultados das argamassas segundo os métodos convencional e modificado da NBR 5752/2012, para as idades de 7, 28 e 63 dias, respectivamente.

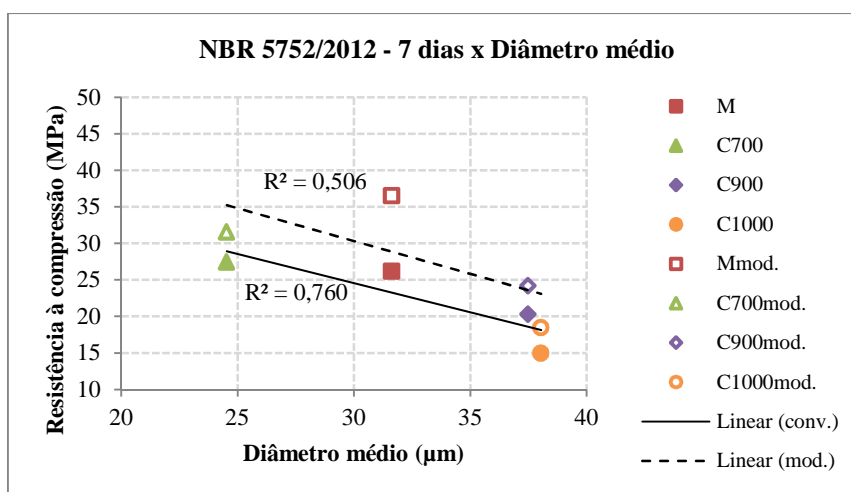


Figura 50 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e o diâmetro médio.

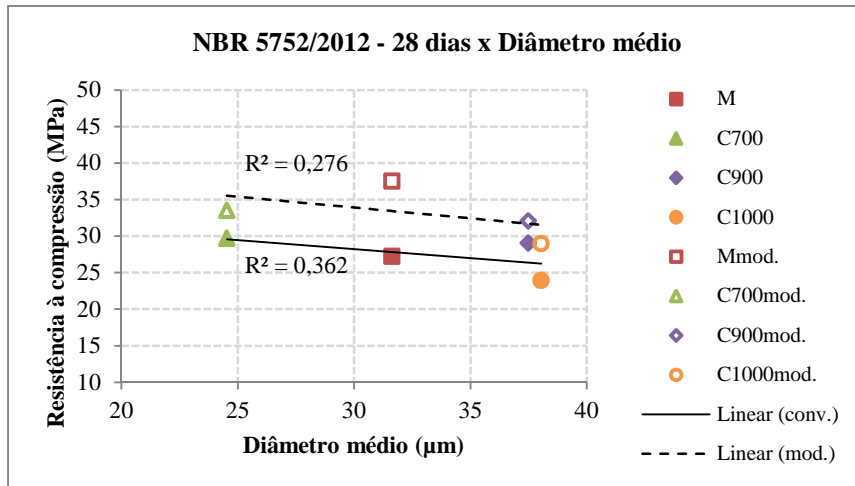


Figura 51 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e o diâmetro médio.

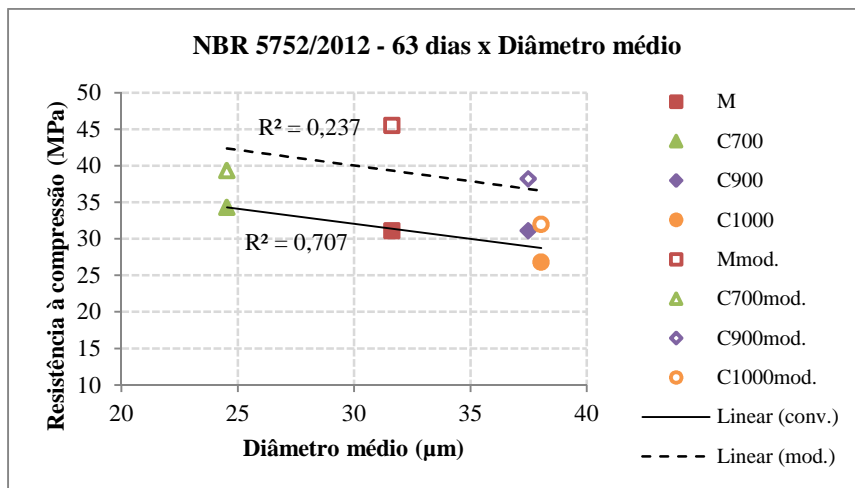


Figura 52 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 63 dias e o diâmetro médio.

Nestes casos, dados os valores assumidos para os coeficientes de relação linear das variáveis, pode-se dizer que, de um modo geral, os resultados não apresentam linearidade, porém, seguem a mesma tendência de comportamento das argamassas com cal, ou seja, quanto menor o diâmetro, maior a resistência.

Esta tendência ratifica as afirmações de autores como Tashima (2006), Vieira (2005), Jiménez *et al.* (2013) e Fontes, Faria e Silva (2012) que relacionaram o potencial pozolânico das argilas calcinadas, representado na forma de aumento da resistência mecânica, com a diminuição do tamanho de partícula. No entanto, o tamanho de partícula pode estar ligado a outras propriedades que não somente ao diâmetro médio, como a superfície específica.

4.3.2 Superfície específica

São apresentados, a seguir, os gráficos da relação entre os resultados das análises termogravimétricas, aos 7 e 28 dias, e a superfície específica dos materiais incorporados às pastas de cimento (Figuras 53 e 54).

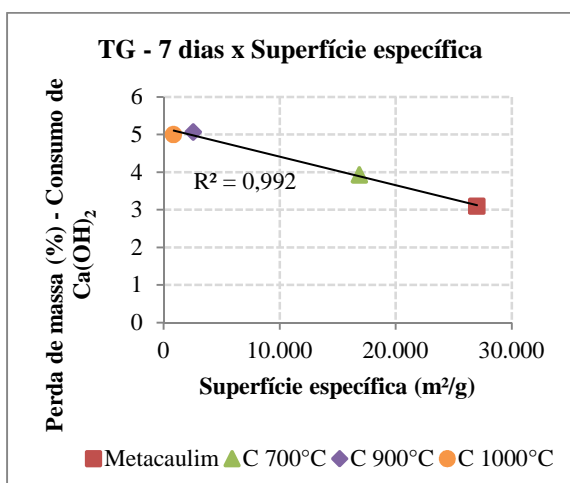


Figura 53 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e a superfície específica.

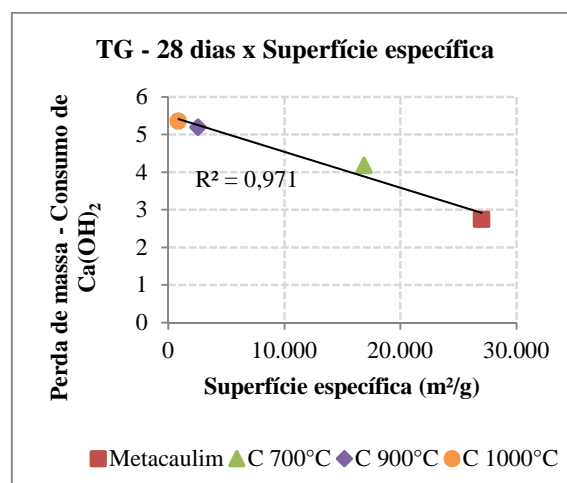


Figura 54 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 28 dias e a superfície específica.

Do exposto, percebe-se que há linearidade na relação entre as análises termogravimétricas e a superfície específica, e uma tendência de comportamento em que, quanto maior a superfície específica menor a perda de massa por consumo de Ca(OH)₂. Esta diminuição na perda massa de Ca(OH)₂ obtida nas análises termogravimétricas, comprova que houve maior consumo deste produto devido à reação pozolânica (CUNHA, 2012).

No que tange o estudo dos resultados do método de Luxàn conjuntamente com a superfície específica dos materiais, pode-se dizer, através da Figura 55, que há boa relação linear entre estas duas variáveis, e uma tendência crescente de comportamento, ou seja, quanto maior a superfície específica, maior também a variação na condutividade elétrica das soluções previstas no método de Luxàn.

Esta mesma tendência de comportamento é percebida nas relações entre a superfície específica e as argamassas do método modificado da NBR 5751/2012, como mostram as Figuras 56 e 57. Para as argamassas produzidas através do método convencional, percebe-se fraca linearidade na relação com a superfície específica e uma tendência de comportamento contrária à das argamassas convencionais. Deste comportamento ambíguo pode-se concluir que os resultados obtidos para as argamassas produzidas pelo método convencional expressam uma tendência inverídica da influência da superfície específica na

pozolanicidade das argamassas, corroborado pela tendência apresentada pelos resultados das análises termogravimétricas e do método de Luxàn.

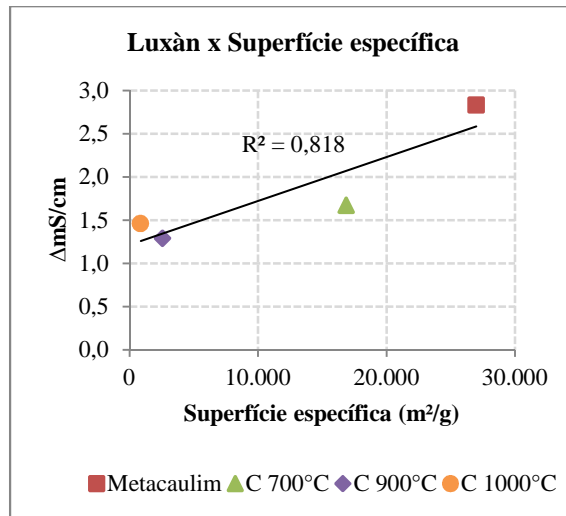


Figura 55 - Relação linear entre resultados do método de Luxàn e a superfície específica.

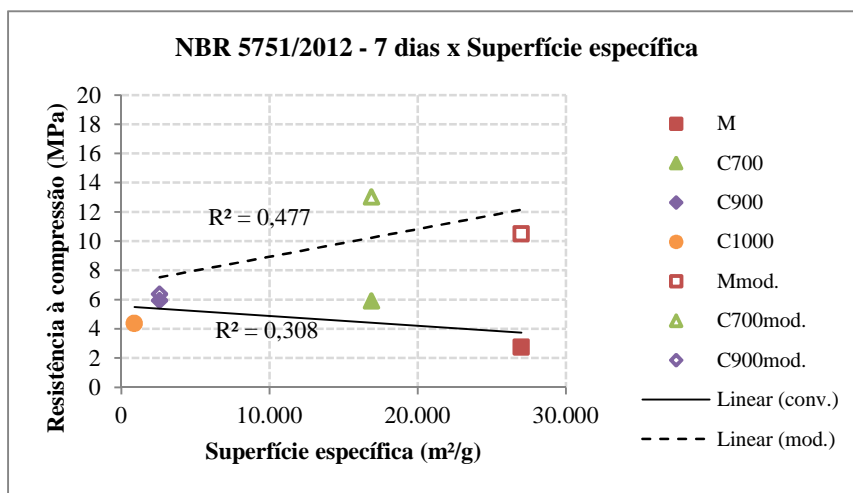


Figura 56 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e a superfície específica.

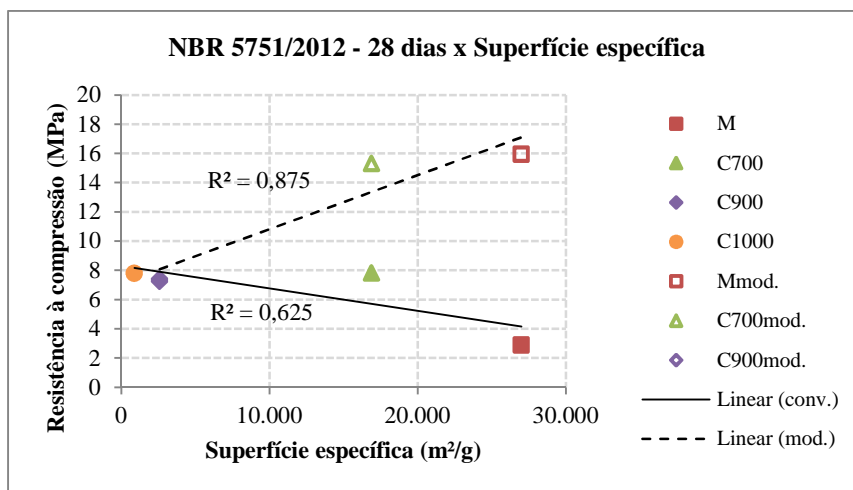


Figura 57 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e a superfície específica.

As Figuras 58, 59 e 60 apresentam os resultados da relação entre as argamassas da NBR 5752/2012 e a superfície específica das argilas calcinadas.

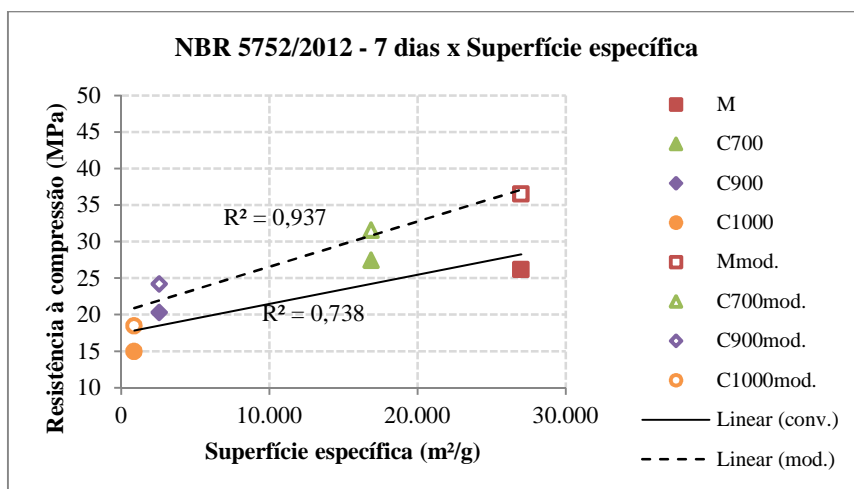


Figura 58 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e a superfície específica.

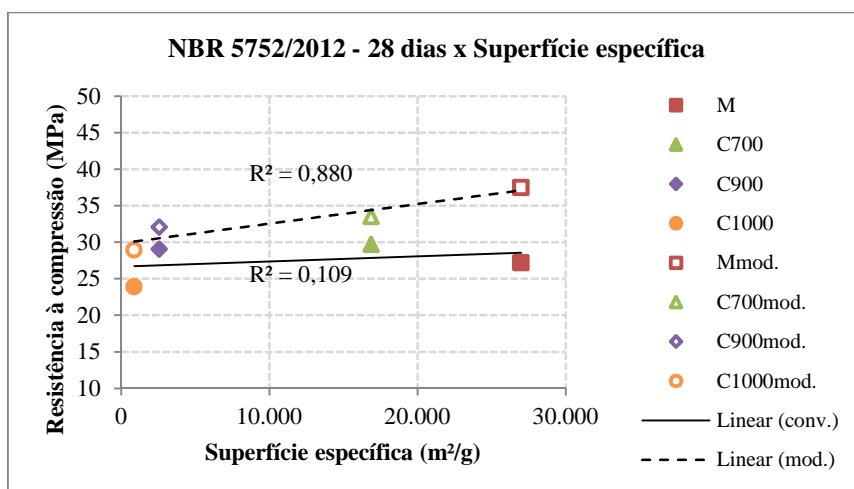


Figura 59 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e a superfície específica.

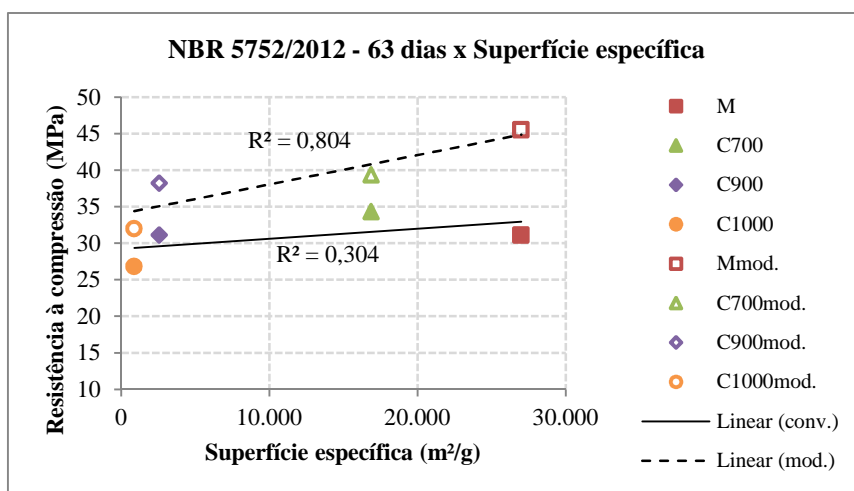


Figura 60 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 63 dias e a superfície específica.

Para as argamassas produzidas pelo método convencional da NBR 5752/2012, aos 7, 28 e 63 dias, pode-se afirmar que há fraca linearidade na relação com a superfície específica. Já, na relação entre superfície específica e as argamassas do método modificado, os coeficientes lineares apresentam valores acima de 0,8, podendo-se, afirmar, portanto, que trata-se de uma forte relação linear. Em todas as relações, a tendência de comportamento é crescente, ou seja, quanto maior a superfície específica, maior a resistência à compressão das argamassas.

A fraca relação linear entre a superfície específica e os resultados das argamassas do método convencional, a exemplo das relações apresentadas com estas mesmas argamassas e o diâmetro médio, evidenciam a interferência negativa da variabilidade na relação água/aglomerante característica das argamassas produzidas por este método.

De um modo geral, a partir dos resultados da relação entre a superfície específica e os métodos de determinação da atividade pozolânica, confirma-se a tendência do aumento do potencial pozolânico a partir do acréscimo da superfície específica, apresentada por Massazza (1993), Jiménez *et al.* (2013) e Vieira (2005).

4.3.3 Perda ao fogo

As Figuras 61 e 62 apresentam os gráficos de relação linear entre as análises termogravimétricas realizadas em pastas de cimento, aos 7 e 28 dias de idade, e o percentual de perda ao fogo das argilas calcinadas incorporadas às pastas. Analisando os gráficos, percebe-se que trata-se, de fato, de uma relação linear, na qual a tendência de comportamento prevê que, quanto maior a perda ao fogo, menor será a perda de massa de Ca(OH)_2 .

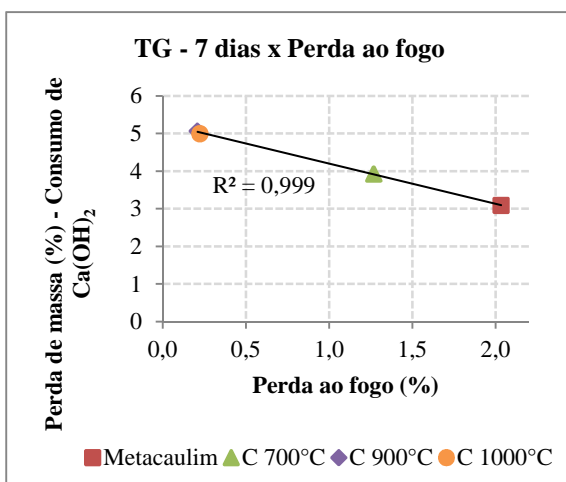


Figura 61 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e a perda ao fogo.

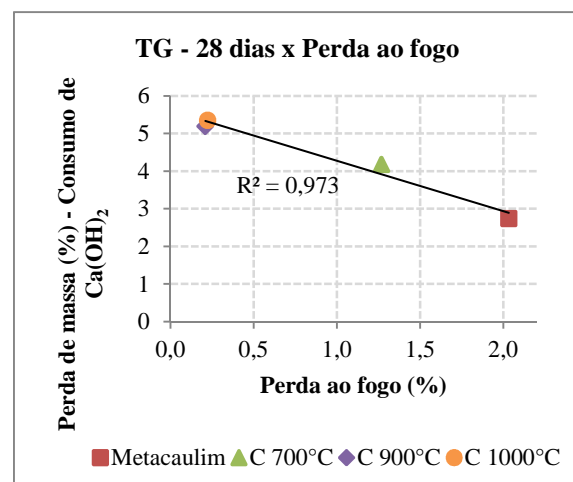


Figura 62 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 28 dias e a perda ao fogo.

Sobre a análise dos resultados de perda ao fogo em conjunto com o método de Luxàn observa-se, através do gráfico da Figura 63, que o coeficiente R^2 indica uma relação linear entre estas variáveis. Além disso, o gráfico mostra uma tendência linear crescente, ou seja, à medida em que cresce o percentual de perda ao fogo, aumenta, também, a variação na condutividade elétrica.

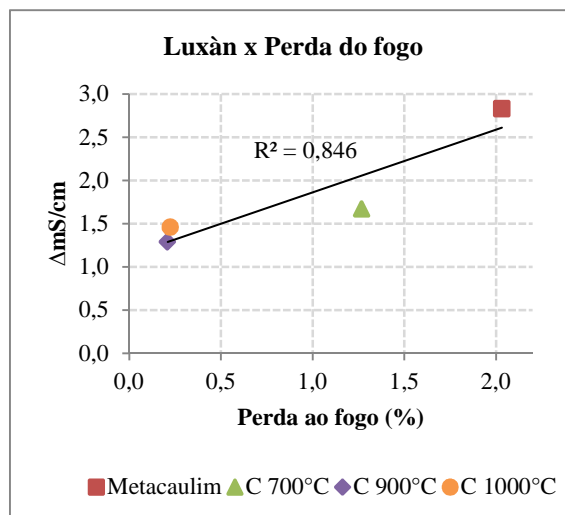


Figura 63 - Relação linear entre resultados do método de Luxàn e a perda ao fogo.

Na relação da perda ao fogo com as argamassas produzidas pelos métodos da NBR 5751/2012, percebe-se que os coeficientes lineares, apresentados nas Figuras 64 e 65, são baixos, exceto para o método modificado aos 28 dias. Com relação ao comportamento, observa-se que, mais uma vez, há divergência entre as argamassas do método modificado e convencional. No método convencional, o aumento do percentual de perda ao fogo sugere diminuição na resistência à compressão das argamassas. Contudo, para o método modificado, quanto maior a perda ao fogo, maior a resistência à compressão. Este comportamento pode ser explicado a partir das mesmas justificativas apresentadas nas análises das relações com o diâmetro médio e a superfície específica, ou seja, a variação na relação água/aglomerante afeta a resistência à compressão tal que a tendência de comportamento das argamassas produzidas pelo método convencional não retratem seu real desempenho mecânico.

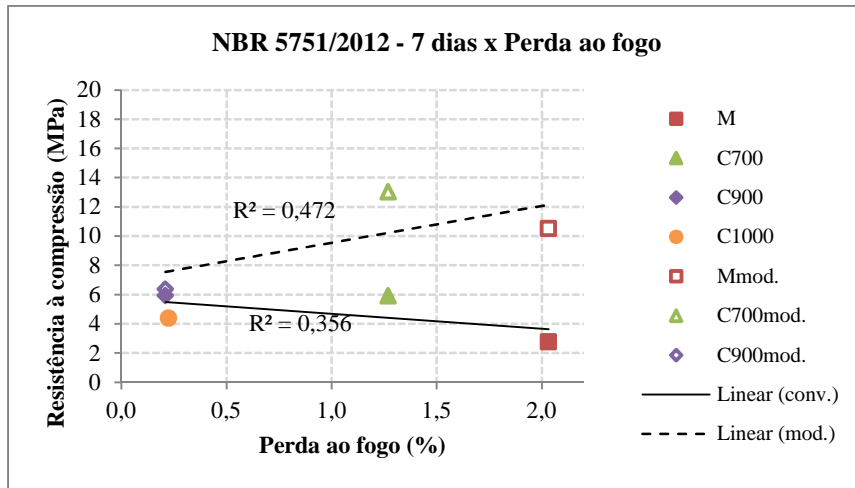


Figura 64 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e a perda ao fogo.

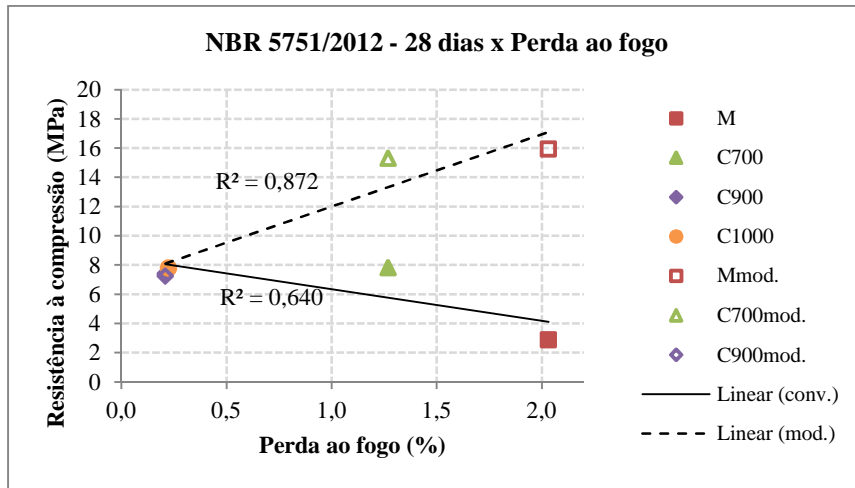


Figura 65 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e a perda ao fogo.

As Figuras 66, 67 e 68 apresentam gráficos com as relações entre a perda ao fogo e as argamassas produzidas com cimento, aos 7, 28 e 63 dias de idade.

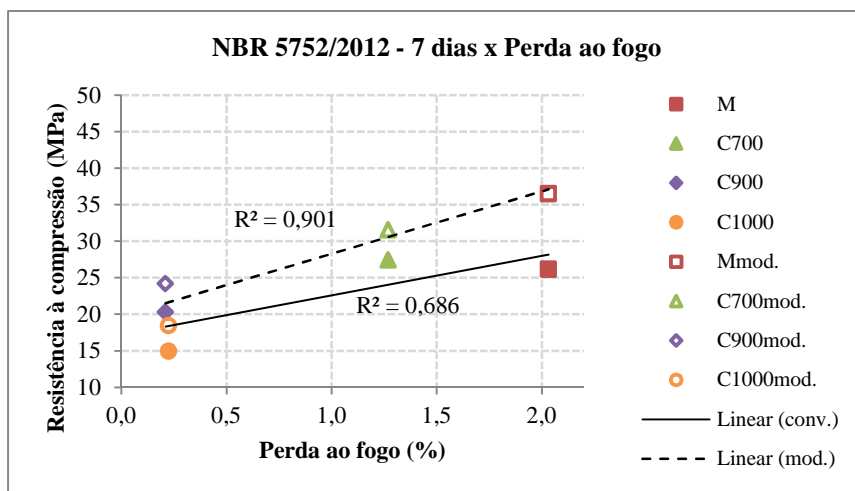


Figura 66 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e a perda ao fogo.

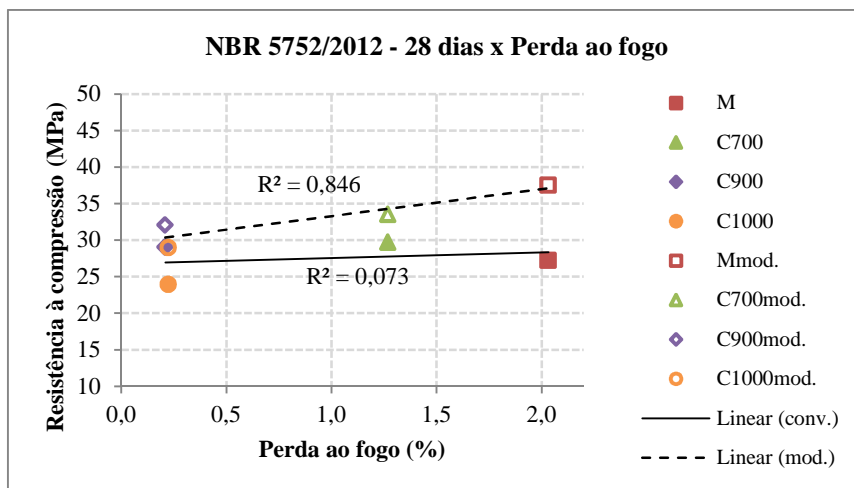


Figura 67 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e a perda ao fogo.

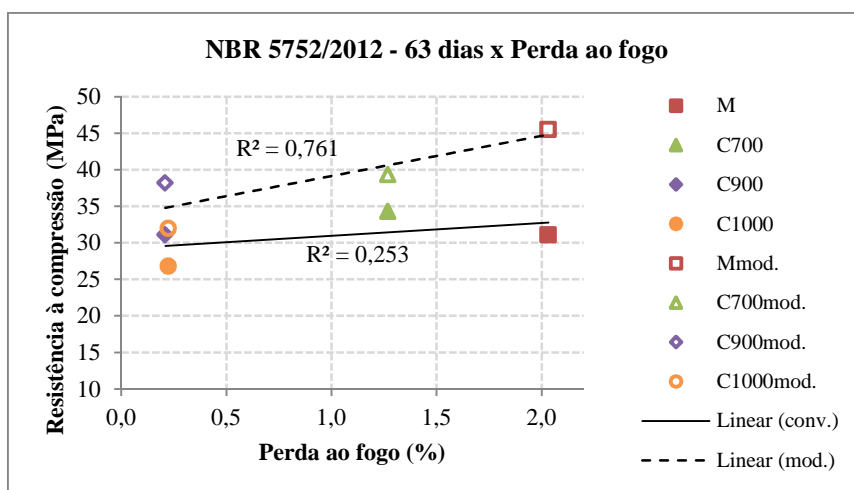


Figura 68 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 63 dias e a perda ao fogo.


Para as argamassas do método convencional da NBR 5752/2012, a relação entre os resultados de resistência à compressão e perda ao fogo apresenta baixa linearidade. Já, para as argamassas do método modificado, o coeficiente linear apresenta valores significativos na relação com a perda ao fogo. Sobre a tendência de comportamento, todas as relações indicaram crescimento da resistência à compressão com o aumento da perda ao fogo.

Em linhas gerais, pode-se dizer que a perda ao fogo apresenta relação significativa com a atividade pozzolânica e que o comportamento linear sugere maior pozzolanidade para materiais que apresentam maiores percentuais de perda ao fogo. No entanto, cabe ressaltar o caráter fortuito destas fortes relações lineares apresentadas, uma vez que, a perda ao fogo não é considerada uma propriedade que se caracteriza pela grande influência no potencial pozzolânico dos materiais (MASSAZZA, 1993). Ou seja, embora os resultados indiquem o relacionamento entre perda ao fogo e potencial pozzolânico dos materiais, existem outras

propriedades muito mais influentes no potencial pozolânico dos materiais, como a superfície específica.

A Tabela 44 apresenta uma compilação dos coeficientes de relação linear entre os resultados de caracterização e de atividade pozolânica dos materiais, utilizando-se uma escala cromática de preenchimento das células para evidenciar a linearidade das relações, conforme convenção que segue:

 < 0,7 - Sem linearidade

 $0,7 \leq$ < 0,8 - Fraca linearidade

 $\geq 0,8$ - Forte linearidade

Tabela 44 – Compilação dos coeficientes de relação linear (R^2): caracterização x atividade pozolânica.

Ensaio	TG		Luxàn	NBR 12653/2012									
				NBR 5751		NBR 5751 _{mod.}		NBR 5752			NBR 5752 _{mod.}		
Idade (dias)	7	28	-	7	28	7	28	7	28	63	7	28	63
Diâmetro médio	0,44	0,30	0,11	0,02	0,01	0,96	0,64	0,76	0,36	0,71	0,51	0,28	0,24
Superfície específica	0,99	0,97	0,82	0,31	0,63	0,48	0,88	0,74	0,11	0,30	0,94	0,88	0,80
Perda ao Fogo	0,99	0,97	0,85	0,36	0,64	0,47	0,87	0,69	0,07	0,25	0,90	0,85	0,76

Do exposto na Tabela 45 percebe-se que as análises térmicas e o método de Luxàn apresentaram boa relação linear com os resultados de superfície específica e perda ao fogo. Com relação às argamassas produzidas pelos métodos convencionais das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, pode-se dizer que as relações apresentadas entre os resultados dos ensaios de caracterização e de resistência à compressão são desprezíveis. Já, nos métodos modificados destas normas, percebe-se que as relações com a superfície específica e a perda ao fogo apresentam boa linearidade. No caso do método modificado da NBR 5752/2012, os coeficientes mantiveram-se na faixa arbitrada como sendo de forte linearidade, para as amostras ensaiadas aos 7 e aos 28 dias.

Outra questão relevante evidenciada na Tabela 45 diz respeito à idade de ensaio das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012. No caso das argamassas produzidas com cimento, pelo método modificado da NBR 5752/2012, os coeficientes de relação linear para a idade de ensaio definida pela norma (28 dias) apresentaram-se dentro da faixa arbitrada como sendo de "forte linearidade". No entanto, os coeficientes de relação das argamassas produzidas pelo método modificado da NBR 5751/2012 na idade de ensaio prevista por esta

norma (7 dias) delataram a inexistência de relação linear entre os resultados de caracterização e de resistência à compressão.

4.4 RELAÇÃO ENTRE OS MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA

Dos resultados obtidos para cada método de determinação da atividade pozolânica, foram elaborados gráficos a fim de analisar se há linearidade nas relações entre os métodos estudados.

4.4.1 Análises termogravimétricas x Método de Luxàn

Os gráficos das Figuras 69 e 70 relacionam os resultados de perda de massa apresentados nas análises termogravimétricas, aos 7 e 28 dias de idade, com a variação de condutividade elétrica observada no método de Luxàn.

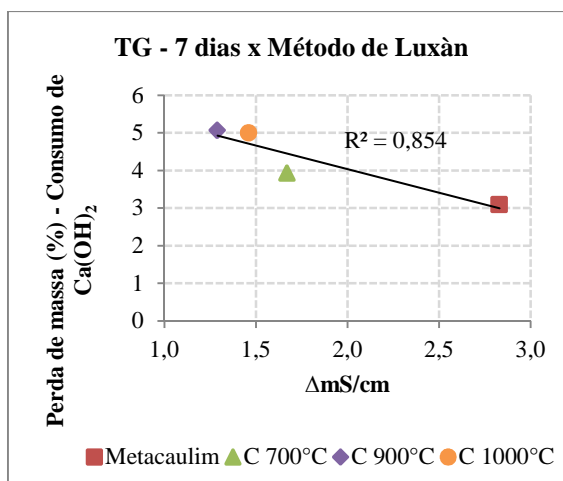


Figura 69 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 7 dias e do método de Luxàn.

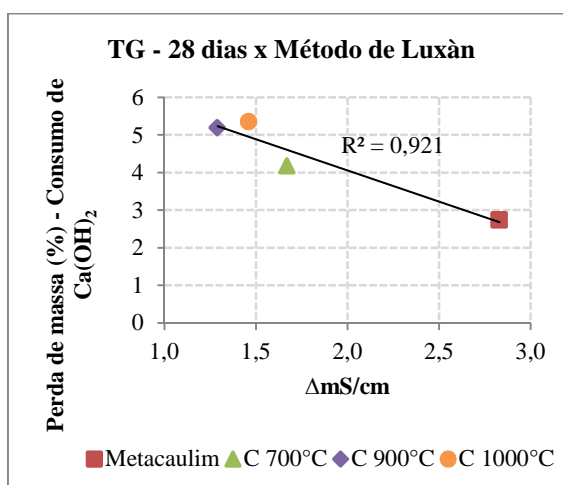


Figura 70 - Relação linear entre resultados das análises termogravimétricas aos 28 dias e do método de Luxàn.

Através das Figuras 69 e 70, observa-se que o coeficiente de linearidade indica que há relação entre os dois métodos de análise da atividade pozolânica, principalmente para as amostras de pastas de cimento com 28 dias. A tendência de comportamento sugere que, quanto menor a perda de massa por consumo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, maior a variação de condutividade elétrica das soluções de hidróxido de cálcio no ensaio do método de Luxàn.

4.4.2 NBR 5752/2012 e NBR 5752/2012 x Análises termogravimétricas

As Figuras 71 e 72 apresentam a relação entre os resultados obtidos pelos ensaios previstos na NBR 5751/2012 e análises termogravimétricas, aos 7 e 28 dias de idade.

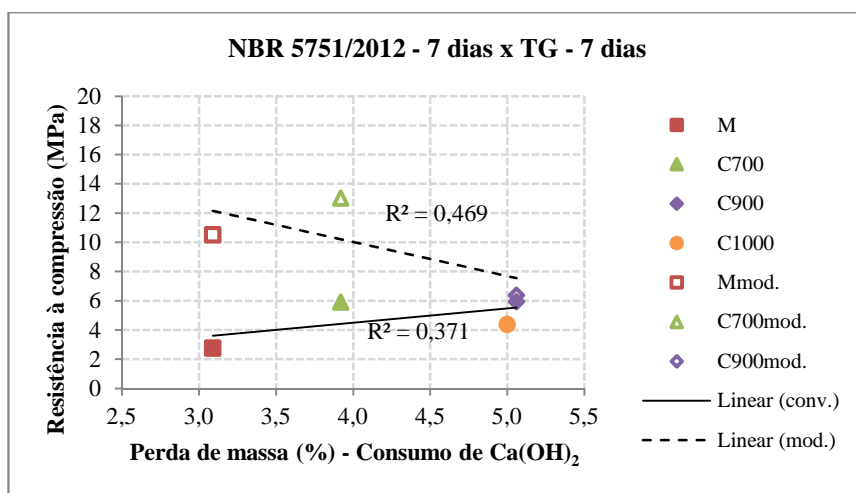


Figura 71 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 e das análises termogravimétricas aos 7 dias.

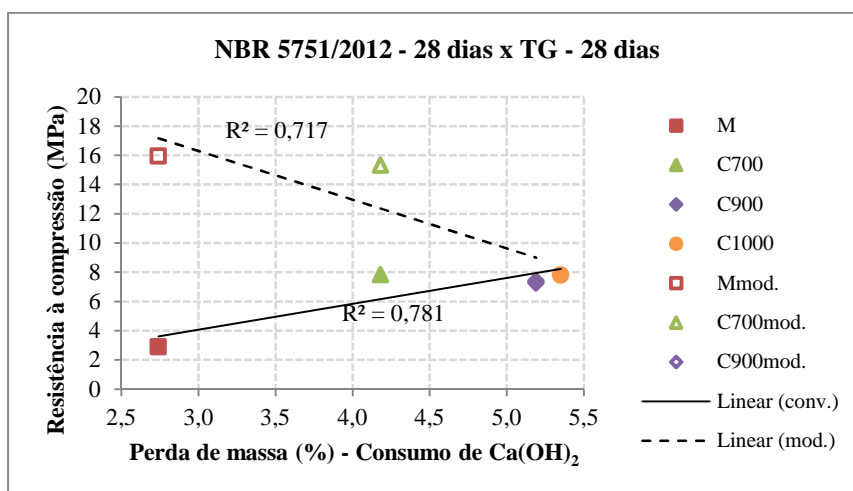


Figura 72 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 e das análises termogravimétricas aos 28 dias.

Os resultados evidenciam a fraca linearidade e a inexistência de uma mesma tendência na relação entre os dois métodos. Esta contraditoriedade no comportamento dos resultados entre os métodos convencional e modificado da NBR 5751/2012 pode ser

explicado, mais uma vez, pelas distorções provocadas pela falta de padronização das relações água/aglomerante das argamassas.

As Figuras 73 e 74 apresentam a relação entre a NBR 5752/2012 e as análises termogravimétricas, para amostras de argamassas e pastas com 7 e 28 dias de idade. A partir dos gráficos, vê-se que há uma tendência de comportamento que associa o aumento da perda de massa das pastas com a diminuição da resistência à compressão das argamassas. Com relação à linearidade, observa-se boa relação entre as análises termogravimétricas e as argamassas do método modificado. Já, as argamassas do método convencional, apesar de apresentarem a mesma tendência de comportamento, não apresentam valores significativos para os coeficientes de relação linear.

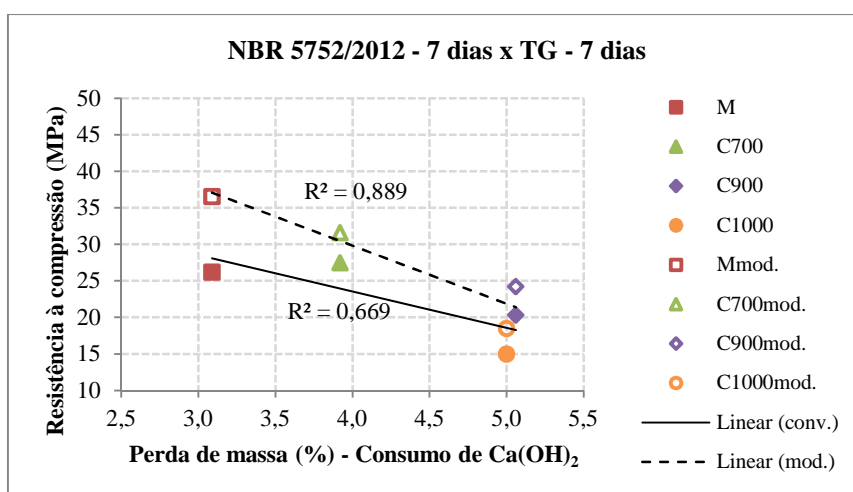


Figura 73 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 e das análises termogravimétricas aos 7 dias.

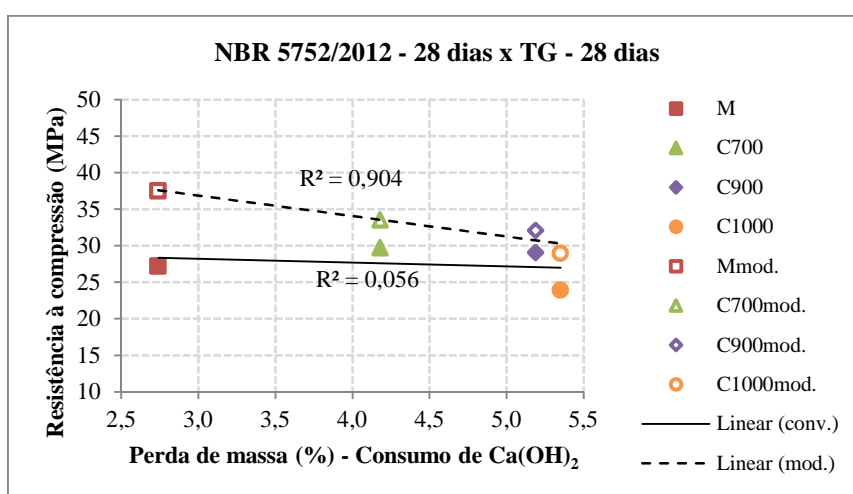


Figura 74 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 e das análises termogravimétricas aos 28 dias.

4.4.3 NBR 5752/2012 e NBR 5752/2012 x Método de Luxàn

As Figuras 75 e 76 apresentam os gráficos com a relação linear entre os resultados das normas NBR 5751/2012 e do método de Luxàn. Á exemplo do ocorrido na relação com os resultados das análises termogravimétricas, as tendências de comportamento apresentadas nos gráficos divergem entre as argamassas dos métodos convencional e modificado da NBR 5751/2012. Além disso, salvo a relação entre o método de Luxàn e as argamassas do método modificado, aos 28 dias, todas as demais apresentam coeficiente linear desprezível, ou seja, pode-se concluir que não há linearidade entre os métodos relacionados.

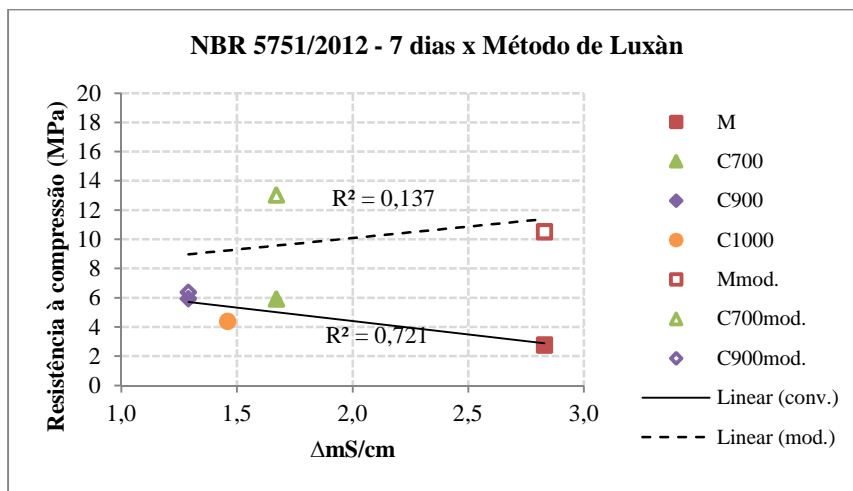


Figura 75 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 7 dias e do método de Luxàn.

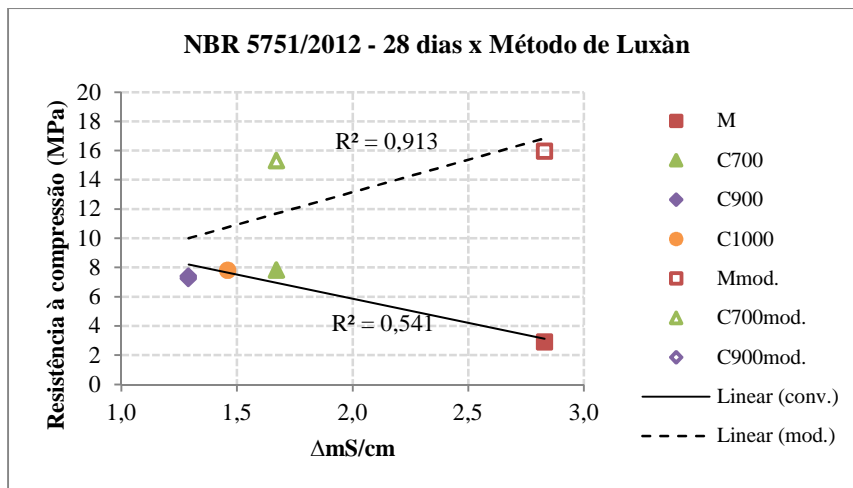


Figura 76 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 aos 28 dias e do método de Luxàn.

As relações entre os resultados segundo a NBR 5752/2012, para argamassas com 7 e 28 dias, e o método de Luxàn, podem ser observadas nas Figuras 77 e 78.

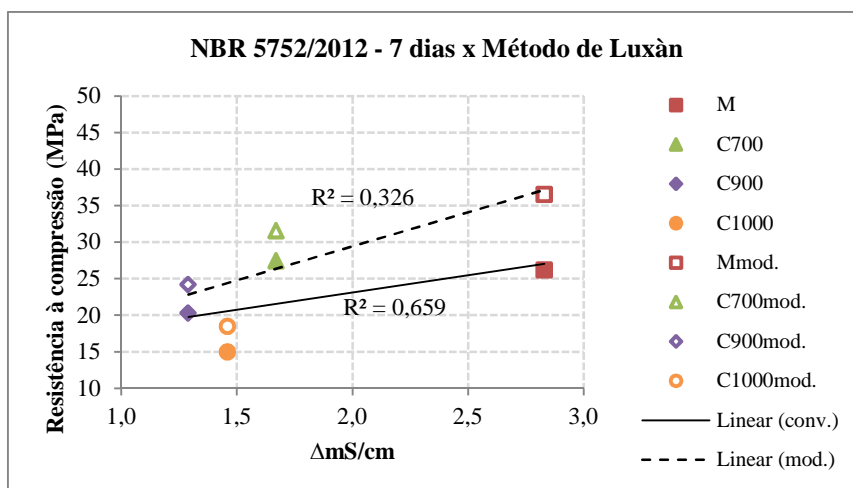


Figura 77 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 7 dias e do método de Luxàn.

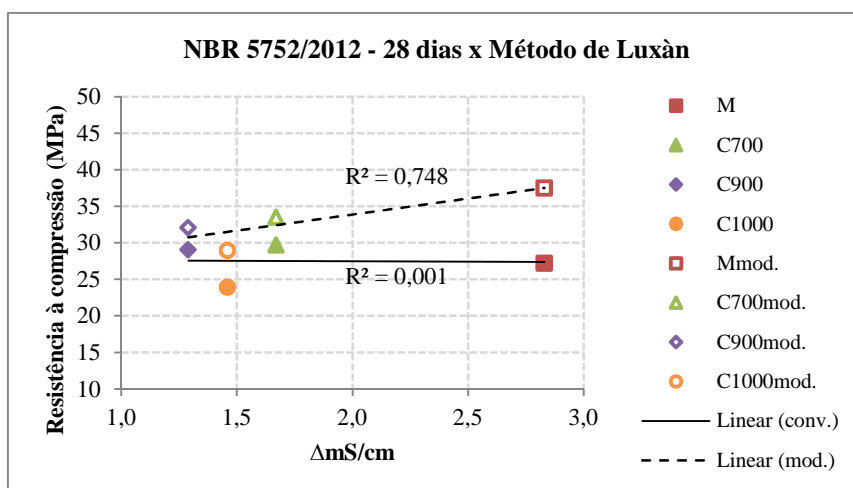


Figura 78 - Relação linear entre resultados da NBR 5752/2012 aos 28 dias e do método de Luxàn.

As relações apresentadas nos gráficos das Figuras 77 e 78 sugerem fraca linearidade entre os resultados da NBR 5752/2012 e o método de Luxàn. A tendência de comportamento, no entanto, manteve-se constante: quanto maior a resistência à compressão, maior a variação na condutividade elétrica, exceto para as argamassas do método convencional aos 28 dias.

A baixa relação entre os métodos é evidenciada por Calheiro (2011) que, em estudo realizado para determinar a atividade pozolânica de cinzas de casca de arroz, comparou os resultados obtidos através da NBR 5752/1992 com o método de Luxàn. Conforme a autora, o método da condutividade elétrica (Luxàn) indicou que 68% das amostras analisadas apresentaram atividade pozolânica moderada, contra 53% para o método da resistência à compressão de argamassas.

4.4.4 NBR 5751/2012 x NBR 5752/2012

Por fim, procurou-se estabelecer relações lineares entre os resultados obtidos segundo os métodos convencional e modificado das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012, para argamassas com 7 e 28 dias. No entanto, os coeficientes de relação linear resultaram em valores desprezíveis, impossibilitando que se estabeleça qualquer vínculo entre estas duas normas, através dos métodos convencional e modificado. Os gráficos destas relações são apresentados no Apêndice C.

Abaixo, a Tabela 45 apresenta os coeficientes de relação linear dos resultados de atividade pozolânica, seguindo os mesmos critérios de classificação utilizados na Tabela 44.

Tabela 45 – Compilação dos coeficientes de relação linear (R^2): atividade pozolânica x atividade pozolânica.

Ensaio	Idade (dias)	TG		Luxàn	Ensaio da NBR 12653/2012							
					NBR 5751		NBR 5751 _{mod.}		NBR 5752		NBR 5752 _{mod.}	
Idade (dias)		7	28	-	7	28	7	28	7	28	7	28
TG	7	-	-	0,85	0,37	-	0,47	-	0,67	-	0,89	-
	28	-	-	0,92	-	0,78	-	0,72	-	0,06	-	0,90
Luxàn	-	0,85	0,92	-	0,72	0,54	0,14	0,91	0,66	0,00	0,33	0,75

Percebe-se que há forte linearidade entre os resultados do método de Luxàn e das análises termogravimétricas, e entre esta última e o método modificado da NBR 5752/2012. Outra relação de forte linearidade é evidenciada entre o método de Luxàn e os resultados da modificação da NBR 5751/2012. À exemplo das relações obtidas entre os resultados de caracterização e de atividade pozolânica, destaca-se a baixa representatividade dos coeficientes de relação linear das argamassas produzidas pelos métodos convencionais das normas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012.

5 CONCLUSÃO

Neste capítulo que finaliza o trabalho serão apresentadas as considerações finais acerca dos objetivos propostos, com base na revisão bibliográfica e no programa experimental desenvolvido, bem como sugestões de trabalhos futuros.

5.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Sobre o potencial pozolânico das cerâmicas vermelhas estudadas, tendo em vista as limitações definidas neste trabalho, seguem as conclusões finais:

- O metacaulim apresentou maior atividade pozolânica dentre as argilas calcinadas estudadas. A cerâmica calcinada a 700°C apresentou maior atividade pozolânica em relação às demais cerâmicas vermelhas em todas as análises realizadas;
- No método convencional da NBR 5752/2012, em comparação às referências, as argamassas com incorporação de cerâmica calcinada a 700°C apresentaram resistência superior aos 7 dias (13,2%) e inferior aos 28 (13,6%) e 63 dias (2,3%);
- Os resultados do método modificado da NBR 5752/2012 para as argamassas com cerâmica 700°C apresentaram resultados superiores em comparação às argamassas de controle, da ordem de 30,2% e 12,0% aos 7 e 63 dias, e inferiores em 2,5% para amostras de 28 dias;
- A partir dos resultados do método de Luxàn, todas as argilas calcinadas em estudo foram classificadas como materiais de alta atividade pozolânica.

Com relação à avaliação dos métodos de determinação da atividade pozolânica, os resultados obtidos através das análises estatísticas os métodos reproduzidos neste trabalho mostram que:

- Existe relação significativa entre os resultados apresentados pelo método de Luxàn e pelas análises termogravimétricas, principalmente, em pastas de cimento ensaiadas aos 28 dias de idade;
- Entre os resultados das análises termogravimétricas e das resistências à compressão de argamassas de cimento, produzidas de acordo com a NBR 5752/2012, há boa relação linear, principalmente, para amostras de 28 dias;

- Na comparação entre os resultados do método de Luxàn e da NBR 5752/2012, a relação linear assume valores razoáveis para as amostras do método modificado com 28 dias de idade;

Esta aproximação dos resultados obtidos através dos métodos modificados das normas NBR 5751/2012 e 5752/2012 com outros resultados de determinação da atividade pozolânica pode ser entendida como uma aproximação do real potencial pozolânico apresentado pelos materiais. Cabe ressaltar que o método modificado reproduzido neste trabalho assemelha-se, sobretudo com relação ao consumo de água das argamassas, com a recente atualização da NBR 5752. Esta condição ratifica a importância das alterações realizadas na NBR 5752/2014 e alerta para a necessidade de revisão da NBR 5751/2012.

5.2 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

A partir do desenvolvimento deste trabalho foram criadas outras possibilidades de estudos relacionados aos métodos de determinação da atividade pozolânica e à utilização do resíduo de cerâmica vermelha como adição pozolânica. Dentre questões mais relevantes para novos estudos, elencam-se as seguintes sugestões:

- Realizar estudos seguindo as novas metodologias definidas pelas normas NBR 5752/2014 e NBR 12653/2014;
- Determinar a atividade pozolânica das argilas calcinadas através de outras metodologias existentes (Chapelle modificado, Frattini, entre outros);
- Estudar a possibilidade de produção de cimentos álcali-ativados a partir do resíduo de cerâmica vermelha;
- Promover o estudo comparativo da Análise do Ciclo de Vida (ACV) de cimentos, argamassas e/ou concretos produzidos com adições de cerâmica vermelha e de metacaulim;
- Analisar a viabilidade de utilização do resíduo cerâmico como pigmento pozolânico.

REFERÊNCIAS

- ANDREJKOVIČOVÁ, S.; FERRAZ, E.; VELOSA, A. L.; SILVA, A. S.; ROCHA, F. Fine sepiolite addition to air lime-metakaolin mortars. **Clay minerals**, v. 46, p. 621-635, 2011.
- ALI, M. B.; SAIDUR, R.; HOSSAIN, M. S. A review on emission analysis in cement industries. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 15, p. 2252-2261, 2011.
- ALVES, S. M. S. **Desenvolvimento de compósitos resistentes através da substituição parcial do cimento por resíduo da indústria cerâmica**. 2002. 64f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, 2002.
- AMERICAN CONCRETE INSTITUTE, ACI Committee 116.R-00. **Cement and concrete terminology**. ACI Manual of concrete practice, part 1. Detroit: American Concrete Institute, 2002, 73 p.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C618**: Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete. USA, 2008.
- ANTIOHOS, S. K.; CHOULIARA, E.; TSIMAS, S. Re-use of spent catalyst from oil-cracking refineries as supplementary cementing material. **China particuology**, v. 4, n. 2, p. 73-76, 2006.
- ARNOLD, D. C. M. **Análise da influência da forma dos grãos nas propriedades das argamassas**. 2011. 145 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - Universidade do Vale do Rio dos Sinos (UNISINOS), São Leopoldo, 2011.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND – ABCP. Disponível em: <<http://www.abcp.org.br/conteudo/basico-sobre-cimento>>. Acesso em: 21 nov. 2013.
- _____. **Guia Básico de utilização do cimento Portland**. 7.ed. São Paulo, 2002. 28p. (BT-106)
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5732: Cimento Portland comum**. Rio de Janeiro, 1991.
- _____. **NBR 5733: Cimento Portland de alta resistência inicial**. Rio de Janeiro, 1991.
- _____. **NBR 5735: Cimento Portland de alto-forno**. Rio de Janeiro, 1991.
- _____. **NBR 5736: Cimento Portland pozolânico**. Rio de Janeiro, 1991.
- _____. **NBR 5751: Materiais pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica - Índice de atividade pozolânica com cal - Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2012.
- _____. **NBR 5752: Materiais pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica com cimento Portland – Índice de atividade pozolânica com cimento - Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2012.
- _____. **NBR 5752: Materiais pozolânicos – Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias**. Rio de Janeiro, 2014.
- _____. **NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação**. Rio de Janeiro, 2012.

- _____. **NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão.** Rio de Janeiro, 1997.
- _____. **NBR 7389-1: Agregados - Análise petrográfica de agregado para concreto. Parte 1: Agregado miúdo.** Rio de Janeiro, 2009.
- _____. **NBR 11578: Cimento Portland composto.** Rio de Janeiro, 1991.
- _____. **NBR 12653: Materiais pozolânicos – Requisitos.** Rio de Janeiro, 2012.
- _____. **NBR 12653: Materiais pozolânicos – Requisitos.** Rio de Janeiro, 2014.
- _____. **NBR 15894-1: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 1: Requisitos.** Rio de Janeiro, 2010.
- _____. **NBR 15894-2: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 2: Determinação do índice de desempenho com cimento aos sete dias.** Rio de Janeiro, 2010.
- _____. **NBR 15894-3: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 3: Determinação da finura por meio da peneira 45 µm.** Rio de Janeiro, 2010.
- _____. **NBR 15895: Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado - Método Chapelle modificado.** Rio de Janeiro, 2010.
- _____. **NBR NM 23: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica.** Rio de Janeiro, 2001.
- _____. **NBR NM 43: Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência normal.** Rio de Janeiro, 2003.
- ASSOCIATION FRANCAISE DE NORMALISATION. **NFP 18 513: Pozzolanic addition for concrete - Metakaolin - Definitions, Specifications and Conformity Criteria.** 2010.
- ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA CERÂMICA – ANICER. Disponível em: <<http://www.anicer.com.br>>. Acesso em: 18 nov. 2013.
- BAHIENSE, A. V.; MANHÃES, R. T.; ALEXANDRE, J.; XAVIER, G. C.; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. Utilização do planejamento experimental na incorporação do resíduo da indústria cerâmica em argamassas para obtenção da capacidade de retenção de água. **Cerâmica**, São Paulo, v. 54, p. 395-403, 2008.
- BARATA, M. S. **Concreto de alto desempenho no Estado do Pará: estudo de viabilidade técnica e econômica de produção de concretos de alto desempenho com os materiais disponíveis e Belém através do emprego de adições de sílica ativa e metacaulim.** 1998. 147 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 1998.
- BARBOSA, R. **Estudo da modificação de argilas bentoníticas para aplicação em nanocompósitos de polietileno.** 2009. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, 2009.
- BARROS, H. C. **Fabricação de tijolos prensados com agregados reciclados de telhas cerâmicas, cimento Portland e cinza de casca de arroz.** 2012. 120 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Edificações e Ambiental) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Edificações e Ambiental, Universidade Federal de Mato Grosso (UFMT), Cuiabá, 2012.

- BATTAGIN, A. F. Características das escórias e pozolanas adicionadas aos cimentos Portland brasileiros. In: CURSO DE APERFEIÇOAMENTO DE TECNOLOGIA DO CONCRETO, 1987, p. 1-55.
- BAUER, L. A. F. **Materiais de construção I**. 5.ed. Rio de Janeiro: LTC Livros Técnicos e Científicos, 1994. 435p.
- CABRAL, A. E. B.; SCHALCH, V.; DAL MOLIN, D. C. C.; RIBEIRO, J. L. D.; RAVINDRARAJAH, R. S. Desempenho de concretos com agregados reciclados de cerâmica vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v. 55, n. 335, p. 448-460, jul./set. 2009.
- CALHEIRO, D. **Influência do uso de aditivos na moagem de cinzas de casca de arroz para sua adequação como co-produto**. 2011. 99 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - Universidade do Vale do Rio dos Sinos (UNISINOS), São Leopoldo, 2011.
- CALMON, J. L. Resíduos industriais e agrícolas. In: ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. São Paulo, Instituto Brasileiro do Concreto (IBRACON), 2007. v. 2, p. 1591-1626.
- CÂMARA BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DA CONSTRUÇÃO – CBIC. Disponível em: <<http://www.cbic.org.br>> Acesso em: 06 nov. 2013.
- CELIK, K.; MERAL, C.; MANCIO, M.; MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. A comparative study of self-consolidating concretes incorporating high-volume natural pozzolan or high-volume fly ash. **Construction and building materials**, v. 67, p. 14-19, 2014.
- CEMENT SUSTAINABILITY INITIATIVE - CSI. Disponível em: <<http://www.wbcdcement.org>>. Acesso em: 13 ago. 2014.
- CHEAH, C. B.; RAMLI M. Mechanical strength, durability and drying shrinkage of structural mortar containing HCWA as partial replacement of cement. **Construction and building materials**, v. 30, p. 320-329, 2012.
- CHRISTÓFOLLI, J. L. **Estudo de argilas calcinadas para produção de cimento Portland pozolânico na região de Curitiba, Paraná - Brasil**. 2010. 135 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) - Curso de Pós-Graduação em Construção Civil, Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, 2010.
- CORDEIRO, G. C.; DÉSI, J. M. Potencial de argila caulínica de Campos dos Goytacazes, RJ, na produção de pozolana para concreto de alta resistência. **Cerâmica**, São Paulo, v. 56, p. 71-76, 2010.
- CORDEIRO, L. N. P. **Análise da variação do índice de amorfismo da cinza de casca de arroz sobre a atividade pozolânica**. 2009. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2009.
- CUNHA, A. C. **Caracterização e estudo de aplicação de rejeito catalítico de unidade de FCC como material pozolânico**. 2012. 110 f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) - Curso de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, 2012.
- DAL MOLIN, D. C. C. Adições minerais para concreto estrutural. In: ISAIA, G. C. **Concreto: ensino, pesquisa e realização**. São Paulo, Instituto Brasileiro do Concreto (IBRACON), 2005. v. 1, p. 345-378.

- DIAS, J. F. **Avaliação de resíduos da fabricação de telhas cerâmicas para seu emprego em camadas de pavimento de baixo custo**. 2004. 268f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Departamento de Engenharia de Construção Civil e Urbana, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (POLI-USP), São Paulo, 2004.
- DONATELLO, S.; TYRER, M.; CHEESEMAN, C. R. Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. **Cement & concrete composites**, v. 32, p. 121-127, 2010.
- DWECK, J.; CUNHA, A. L. C.; PINTO, C. A.; GONÇALVES, J. P. Thermogravimetry on calcined mass basis - hydrated cement phases and pozzolanic activity quantitative analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 97, p. 85-89, jul. 2009.
- DWECK, J.; FERREIRA DA SILVA, P. F.; BÜCHLER, P. M.; CARTLEDGE, F. K. Study by thermogravimetry of the evolution of ettringite phase during type II Portland cement hydration. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 69, p. 179-186, jul. 2002.
- DWECK, J.; MELCHERT, M. B. M.; VIANA, M. M.; CARTLEDGE, F. K.; BÜCHLER, P. M. Importance of quantitative thermogravimetry on initial cement mass basis to evaluate the hydration of cement pastes and mortars. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 113, p. 1481-1490, set. 2013.
- FARIAS FILHO, J.; TOLEDO FILHO, R. D.; LIMA, P. R. L. Efeito da argila calcinada sobre a durabilidade de argamassas reforçadas com fibras curtas de sisal. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 14, n. 10, p. 1109-1114, 2010.
- FERREIRA, A. B. H. **Dicionário Aurélio da língua portuguesa**. Curitiba: Positivo, 5. ed., 2010.
- FONSECA, A. P. **Estudo comparativo de concretos com agregado graúdo reciclado de telha cerâmica e agregado graúdo natural**. 2006. 223 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia, 2006.
- GARDOLINSKI, J. E.; MARTINS FILHO, H. P.; WYPYCH, F. Comportamento térmico da caulinita hidratada. **Química Nova**, v. 26, n. 1, p. 30-35, 2003.
- GAVA, G. P. **Estudo comparativo de diferentes metodologias para avaliação da atividade pozolânica**. 1999. 118 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1999.
- GONÇALVES, J. P. **Desenvolvimento e caracterização de concretos de baixo impacto ambiental contendo argila calcinada e areia artificial**. 2005. 292 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, 2005.
- GONÇALVES, J. P.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R. Estudo da hidratação de pastas de cimento Portland contendo resíduo cerâmico por meio de análise térmica. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 6, n. 4, p. 83-94, out./dez. 2006.
- GRIGOLETTI, G. C.; SATTLER, M. A. Estratégias ambientais para indústrias de cerâmica vermelha do Estado do Rio Grande do Sul. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 3, n. 3, p. 19-32, jul./set. 2003.
- JIMÉNEZ, J. R.; AYUSO, J.; LÓPEZ, M.; FERNÁNDEZ, J. M.; DE BRITO, J. Use of fine recycled aggregates from ceramic waste in masonry mortar manufacturing. **Construction and building materials**, v. 40, p. 679-640, 2013.

- KAZMIERCZAK, C. S. Produtos de cerâmica vermelha. In: ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. São Paulo, Instituto Brasileiro do Concreto (IBRACON), 2010. v. 1, cap. 18, p. 565-588.
- KIELING, A. G. **Influência da segregação no desempenho de cinzas de casca de arroz como pozolanas e material adsorvente**. 2009. 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos (UNISINOS), São Leopoldo, 2009.
- LAVAT, A. E.; TREZZA, M. A.; POGGI, M. Characterization of ceramic roof tile wastes as pozzolanic admixture. **Waste Management**, v. 29, p. 1666-1674, 2009.
- LIDUÁRIO, A. F. **Contribuição ao estudo das propriedades térmicas do concreto convencional na presença das adições minerais**. 2006. 191 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Curso de Mestrado em Engenharia Civil, Universidade Federal de Goiás (UFG), Goiânia, 2006.
- LUXÂN, M. P.; MADRUGA, F.; SAAVEDRA, J. Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement. **Cement and concrete research**, v. 19, p. 63-68, 1989.
- MADALENA, L. M. N. **Influência do teor em pozolana na reatividade e nas características mecânicas de argamassas**. 2013. 101 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2013.
- MALHOTRA, V. M.; MEHTA, P. K. **Pozzolanic and cementitious materials**. Advances in concrete technology. Gordon and Breach publishers, 1996.
- MASSAZZA, F. Pozzolanic cements. **Cement & concrete composites**, v. 15, p. 185-214, 1993.
- MASSAZZA, F. **Pozzolana and pozzolanic cements**. In: HEWLETT, P. C. **Lea's chemistry of cement and concrete**. London: Arnold Publishers, 1998. 4. ed.
- MATOS NETO, J. A. **Caracterização de estéril argiloso para utilização como pozolana**. 2013. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, 2013.
- MATTOS JÚNIOR, E. **Caracterização de concreto com agregado graúdo de argila calcinada**. Dissertação (Mestrado) - Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, 2007.
- MEHTA, P. K.; MALHOTRA, V. M. **High-performance, high-volume fly ash concrete for building sustainable and durable structures**. 3. ed., Ottawa, 2008.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: Pini, 2008.
- MEIRA, J. M. L. **Comunicações técnicas - Argilas: o que são, suas propriedades e classificações**. Lisboa: VISA Consultores, 2001.
- MURAT, M. Hydration reaction and hardening of calcined clays and related minerals: II. Influence of mineralogical properties of the raw-kaolinite on the reactivity of metakaolinite. **Cement and concrete research**, v. 13, p. 511-518, 1983.

- O'FARRELL, M.; SABIR, B. B.; WILD S. Strength and chemical resistance of mortars containing brick manufacturing clays subjected to different treatments. **Cement & concrete composites**, v. 28, p. 790-799, 2006.
- O'FARRELL, M.; WILD, S.; SABIR, B. B. Pore size distribution and compressive strength of waste clay brick mortar. **Cement & concrete composites**, v. 23, p. 81-91, 2001.
- PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Reusing ceramic wastes in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 832-838, 2010.
- PARROT, L. J.; GEIKER, M.; GUTTERIDGE, W. A.; KILLOH, D. Monitoring Portland cement hydration: comparison of methods. **Cement and concrete research**, v. 20, p. 919-926, 1990.
- PEREIRA-DE-OLIVEIRA, L. A.; CASTRO-GOMES, J. P.; SANTOS, P. M. S. The potential pozzolanic activity of glass and red-clay ceramic waste as cement mortars components. **Construction and Building Materials**, v. 31, p. 197-203, 2012.
- PINHEIRO, I. S. **Beneficiamento e caracterização de resíduos gerados na produção de blocos cerâmicos visando à aplicação como adição pozolânica**. 2008. 154 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) - Programa de Pós-Graduação em Construção Civil, Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, 2008.
- PINHEIRO, B. C. A.; HOLANDA, J. N. F. Efeito da temperatura de queima em algumas propriedades mecânicas de cerâmica vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v. 56, p. 237-243, 2010.
- PINTO, M. C. F. Manual - Medição *in loco*: Temperatura, pH, condutividade elétrica e oxigênio dissolvido. Brasília: Serviço Geológico do Brasil (CPRM), 2007.
- PONTES, J. M. P. N. **Reactividade de pozolanas para argamassas e betões**. 2011. 126 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2011.
- PONTES, J.; SILVA, A. S.; FARIA, P. Contributos para a melhoria da durabilidade e sustentabilidade de argamassas e betões - avaliação da reatividade de pozolanas artificiais. In: CONGRESSO CONSTRUÇÃO, 4., 2012, Coimbra.
- POUEY, M. T. F. **Beneficiamento da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico**. 2006. 239 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2006.
- PRADO U. S., BRESSIANI, J. C. The brazilian ceramic and refractory industry in the last decade. **International Ceramic Review (Interceram)**, v. 62, n. 1, p. 172-177, 2013.
- PUERTAS, F.; GARCÍA-DÍAZ, I.; BARBA, A.; GAZULLA, M. F.; GÓMEZ, M. P.; MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S. Ceramic wastes as alternative raw materials for Portland cement clinker production. **Cement & concrete composites**, v. 30, p. 798-805, 2008.
- PUREZA, J. C. C. **Utilização de resíduos industriais de baixa granulometria em massas cerâmicas de argila vermelha: aspectos tecnológicos e ambientais**. 2004. 133 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2004.

- REGO, J. H. S. **As cinzas de casca de arroz (CCAs) amorfa e cristalina como adição mineral a cimento - aspectos de microestrutura das pastas**. 2004. 274 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília (UnB), Brasília, 2004.
- REIG, L.; TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PAYÁ, J. Alkaline activation of ceramic waste materials. **Waste Biomass Valor**, v. 4, p. 729-736, 2013.
- RIBEIRO, A. P. **Avaliação do uso de resíduos sólidos inorgânicos da produção de celulose em materiais cerâmicos**. 2010. 142 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (POLI-USP), São Paulo, 2010.
- RIBEIRO, D. V.; LABRINCHA, J. A.; MORELLI, M. R. Effect of the addition of red mud on the corrosion parameters of reinforced concrete. **Cement and Concrete Research**, v.42, p. 124–133, 2012.
- RODRIGUES, C. S. **Efeito da adição de cinza de casca de arroz no comportamento de compósitos cimentícios reforçados por polpa de bambu**. 2004. 249 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-RJ), Rio de Janeiro, 2004.
- RODRIGUES, M. P. S. F. F. **Argamassas de revestimento para alvenarias antigas**. 2004. 495 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2004.
- SÁNCHEZ DE ROJAS, M. I.; MARÍN, F.; RIVERA, J.; FRÍAS, M. Morphology and properties in blended cements with ceramic wastes as a pozzolanic material. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, n. 12, p. 3701-3705, 2006.
- SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia de argilas**. São Paulo: Edgard Blücher, 1989. v. 1.
- SANTOS, R. A. **Avaliação do emprego de agregado artificial de argila calcinada em pavimentação**. 2008. Dissertação (Mestrado) - Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, 2008.
- SANTOS, S. **Produção e avaliação do uso de pozolana com baixo teor de carbono obtida da cinza de casca de arroz residual para concreto de alto desempenho**. 2006. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, 2006.
- SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DE CIMENTO – SNIC. Disponível em: <<http://www.snic.org.br>>. Acesso em: 06 ago. 2014.
- _____. **A indústria do cimento no cenário das mudanças climáticas**. Rio de Janeiro, 2008. 47p.
- _____. **Press kit 2012**. Rio de Janeiro, 2013. 22p.
- SILVA, A. A. **Contribuição ao estudo das bentonitas do município de Boa Vista Estado da Paraíba**. 2011. 282f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (POLI-USP), São Paulo, 2011.
- SILVA, J.; BRITO, J.; VEIGA, R. Incorporation of fine ceramics in mortars. **Construction and Building Materials**, v. 23, p. 556-564, 2009.

- SOUZA, M. A. **Obtenção de nanocompósitos de poliamida 6 / argila nacional com diferentes agentes compatibilizantes**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR), São Carlos, 2006.
- SWAMY, R. N. Fly ash and slag: standards and specifications - help or hindrances? **Materials and Structures**, v. 26, p. 600-613. 1993.
- TASHIMA, M. M. **Cinza de casca de arroz altamente reativa: método de produção, caracterização físico-química e comportamento em matrizes de cimento Portland**. 2006. 81 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Ilha Solteira, 2006.
- TIBONI, R. **A utilização da cinza da casca de arroz de termoeletrica como componente do aglomerante de compósitos à base de cimento Portland**. 2007. 176 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo (USP), São Carlos, 2007.
- TIRONI, A.; TREZZA, M. A.; SCIAN, A. N.; IRASSAR, E. F. Thermal analysis to assess pozzolanic activity of calcined kaolinitic clays. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 117, p. 547-556. 2014.
- TRISTÃO, F. A. **Influência dos parâmetros texturais das areias nas propriedades das argamassas mistas de revestimento**. 2005. 286 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.
- TYDLITÁT, V.; ZÁKOUTSKÝ, J. VOLFOVÁ, P.; ČERNÝ, R. Hydration heat development in blended cements containing fine-ground ceramics. **Thermochimica Acta**, v. 543, p. 125-129, 2012.
- VEJMELKOVÁ, E.; KEPPERT, M.; ROVNANÍKOVÁ, P.; ONDRÁČEK, M.; KERŠNER, C.; ČERNÝ, R. Properties of high performance concrete containing fine-ground ceramics as supplementary cementitious material. **Cement & concrete composites**, v. 34, p. 55-61, 2012.
- VELOSA, A. L. P. L. **Argamassas de cal com pozolanas para revestimentos de paredes antigas**. 2006. 467 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Seccção Autónoma de Engenharia Civil, Universidade de Aveiro, Aveiro, 2006.
- VIEIRA, Andressa de Araújo Porto. **Estudo do aproveitamento de resíduos de cerâmica vermelha como substituição pozolânica em argamassas e concretos**. 2005. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Urbana) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Urbana, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, 2005.
- WADA, P. H. **Estudo da incorporação de resíduo de cerâmica vermelha na composição de concreto para uso em estacas moldadas in loco**. 2010. 108f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista (UNESP), Ilha Solteira, 2010.
- WEBER, S. L. **Metodologia para obtenção de sílica de elevada reatividade para uso em concreto de alto desempenho a partir do processamento de cinza de casca de arroz**. 2001. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, 2001.
- WIKIPÉDIA. Disponível em: <<http://www.wikipedia.org>>. Acesso em: 27 set. 2013.
- ZAMPIERI, V. A. **Cimento Portland aditivado com pozolanas de argilas calcinadas: fabricação, hidratação e desempenho mecânico**. 1993. 233 f. Tese (Doutorado em

Geociências) - Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, 1993.

ZAMPIERI, V. A. **Mineralogia e mecanismos de ativação e reação das pozolanas de argilas calcinadas**. 1989. 191 f. Dissertação (Mestrado em Mineralogia e Petrografia) - Programa de Pós-Graduação em Mineralogia e Petrografia, Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, 1989.

ZHANG, N.; LIU, X.; SUN, H.; LI, L. Pozzolanic behaviour of compound-activated red mud-coal gangue mixture. **Cement and concrete research**, v. 41, p. 270-278, 2011.

APÊNDICE A

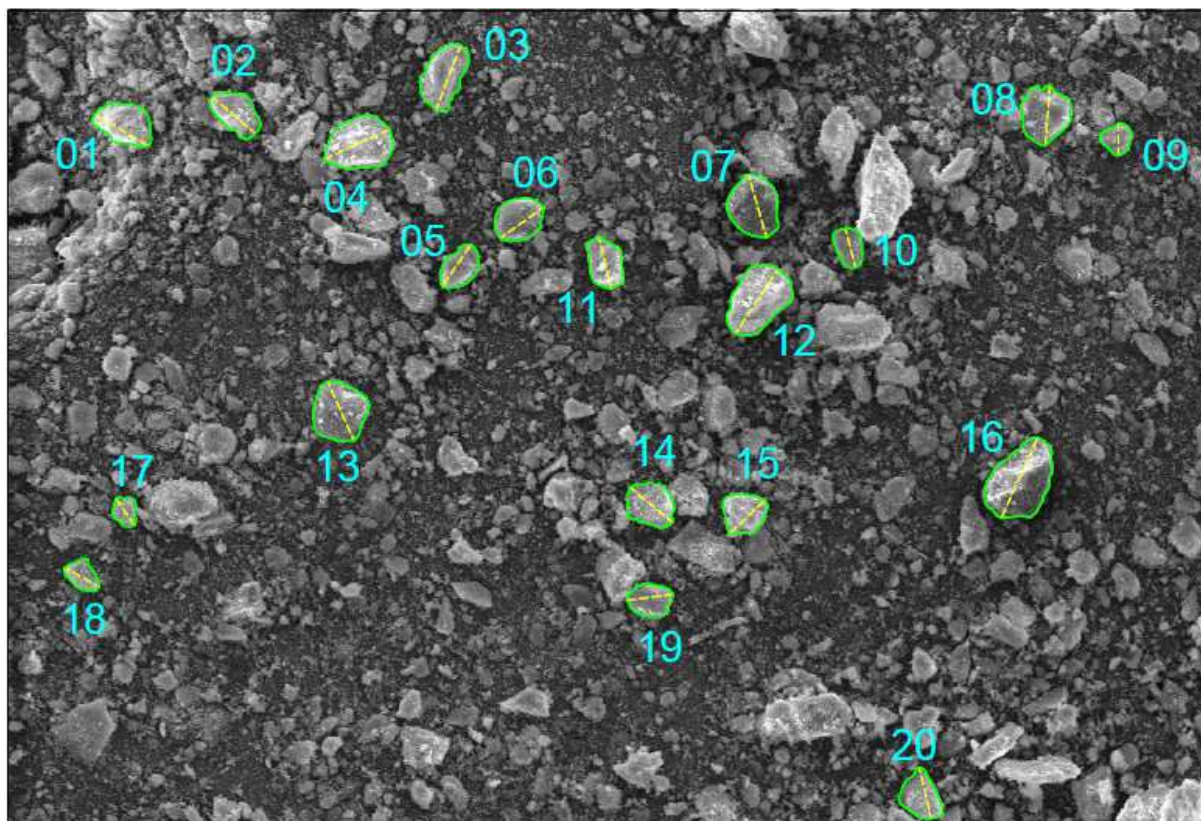


Figura A1 - Projeção das partículas de metacaulim.

Tabela A1 – Coeficiente de forma das partículas de metacaulim.

Amostra (grão)	Área (μm^2)	Diâmetro _{máx} (μm)	Perímetro (μm)	Coef. de arredondamento	Coef. de esfericidade
1	465,10	31,29	84,07	0,605	0,827
2	380,26	27,94	75,82	0,620	0,831
3	533,14	34,56	92,36	0,568	0,785
4	693,58	35,58	96,98	0,698	0,927
5	293,68	25,26	65,06	0,586	0,872
6	408,09	26,20	73,49	0,757	0,950
7	607,58	32,91	90,93	0,714	0,923
8	537,20	30,09	89,23	0,755	0,848
9	174,74	16,14	49,53	0,854	0,895
10	220,41	20,13	55,86	0,693	0,888
11	349,44	26,56	71,94	0,631	0,848
12	778,52	38,51	106,09	0,668	0,869
13	644,75	32,12	93,15	0,796	0,934
14	419,48	27,53	77,47	0,705	0,878
15	353,69	24,10	69,89	0,775	0,910
16	956,64	43,96	118,40	0,630	0,858
17	136,82	15,98	44,61	0,682	0,864
18	180,67	19,37	52,26	0,613	0,831
19	283,99	22,85	62,29	0,693	0,920
20	356,28	26,01	73,34	0,671	0,832
Média	438,70	27,85	77,14	0,686	0,875

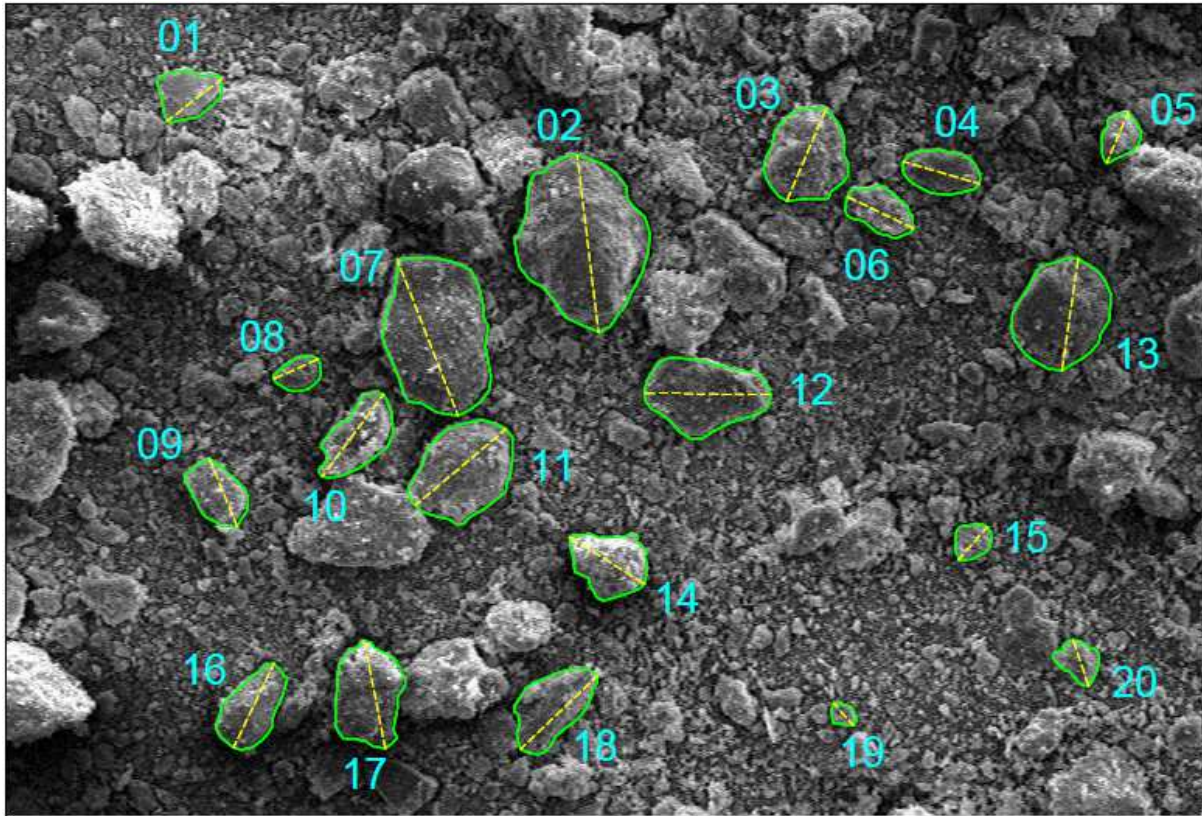


Figura A2 - Projeção das partículas de cerâmica 700°C.

Tabela A2 – Coeficiente de forma das partículas de cerâmica 700°C.

Amostra (grão)	Área (μm^2)	Diâmetro _{máx} (μm)	Perímetro (μm)	Coef. de arredondamento	Coef. de esfericidade
1	617,88	34,26	95,67	0,670	0,848
2	4126,12	88,94	241,29	0,664	0,891
3	1516,65	49,64	142,84	0,784	0,934
4	670,80	39,67	98,95	0,543	0,861
5	349,19	27,16	71,16	0,603	0,867
6	596,49	36,60	95,65	0,567	0,819
7	3340,44	83,27	221,79	0,613	0,853
8	297,15	24,37	64,48	0,637	0,898
9	687,73	36,72	99,82	0,649	0,867
10	946,42	51,25	127,61	0,459	0,730
11	1917,18	59,23	162,84	0,696	0,909
12	1754,71	63,24	163,44	0,559	0,825
13	2031,67	56,64	163,90	0,806	0,950
14	962,56	44,06	122,71	0,631	0,803
15	266,00	21,84	60,47	0,710	0,914
16	917,05	46,46	119,57	0,541	0,806
17	1402,43	54,62	147,13	0,599	0,814
18	1109,13	53,02	134,04	0,502	0,776
19	110,73	14,68	40,33	0,654	0,855
20	334,23	24,17	74,23	0,728	0,762
Média	1197,73	45,49	122,40	0,631	0,849

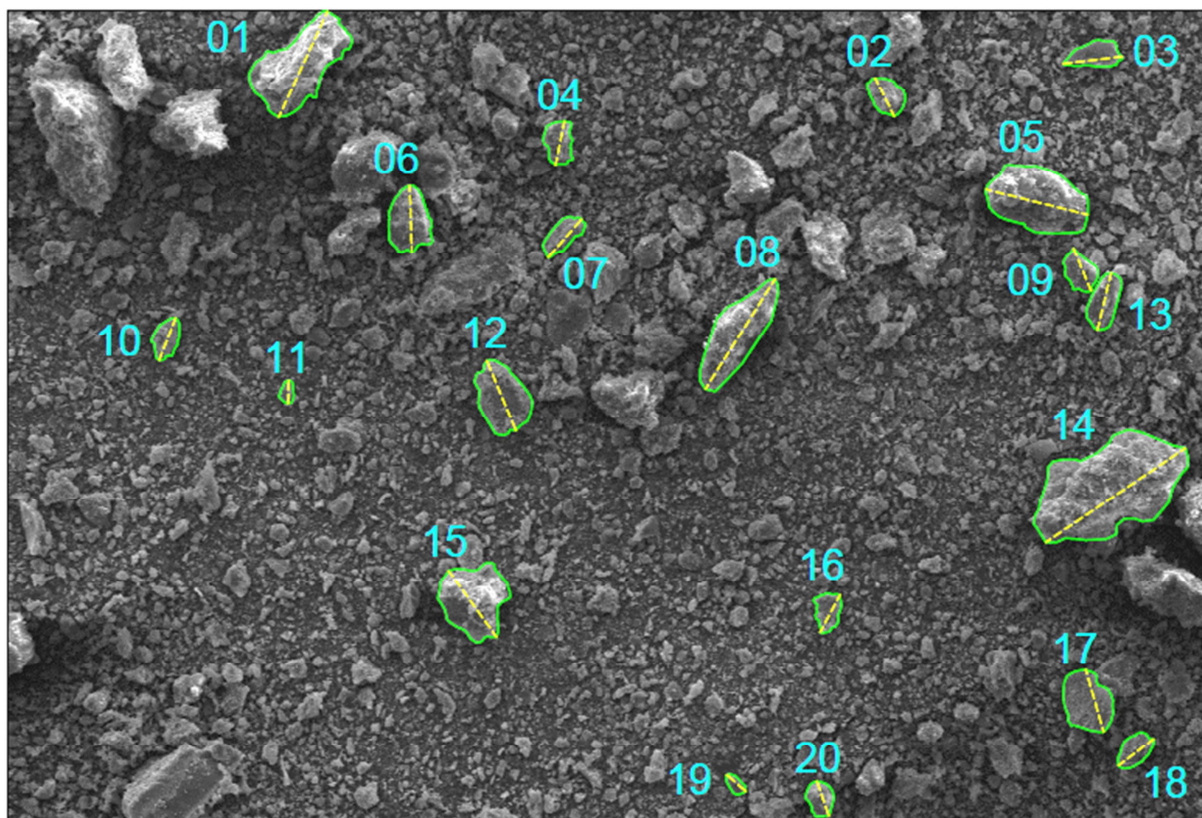


Figura A3 - Projeção das partículas de cerâmica 900°C.

Tabela A3 – Coeficiente de forma das partículas de cerâmica 900°C.

Amostra (grão)	Área (μm^2)	Diâmetro _{máx} (μm)	Perímetro (μm)	Coef. de arredondamento	Coef. de esfericidade
1	1357,93	57,80	162,44	0,518	0,647
2	254,36	21,28	59,75	0,715	0,895
3	269,08	29,71	71,33	0,388	0,665
4	244,66	22,11	64,02	0,637	0,750
5	1300,13	52,27	139,26	0,606	0,842
6	537,65	33,42	92,71	0,613	0,786
7	232,24	25,39	63,77	0,459	0,718
8	1054,42	64,95	144,69	0,318	0,633
9	237,17	23,13	61,59	0,564	0,786
10	203,91	22,60	57,42	0,508	0,777
11	60,64	11,32	30,20	0,603	0,836
12	713,69	37,72	104,35	0,639	0,824
13	326,09	29,08	71,75	0,491	0,796
14	2801,08	84,22	220,19	0,503	0,726
15	953,64	41,00	124,60	0,722	0,772
16	195,47	20,93	59,29	0,568	0,699
17	588,56	31,99	92,59	0,732	0,863
18	213,67	22,16	56,66	0,554	0,836
19	63,42	12,62	31,12	0,507	0,823
20	182,75	18,24	51,10	0,699	0,879
Média	589,53	33,10	87,94	0,567	0,778

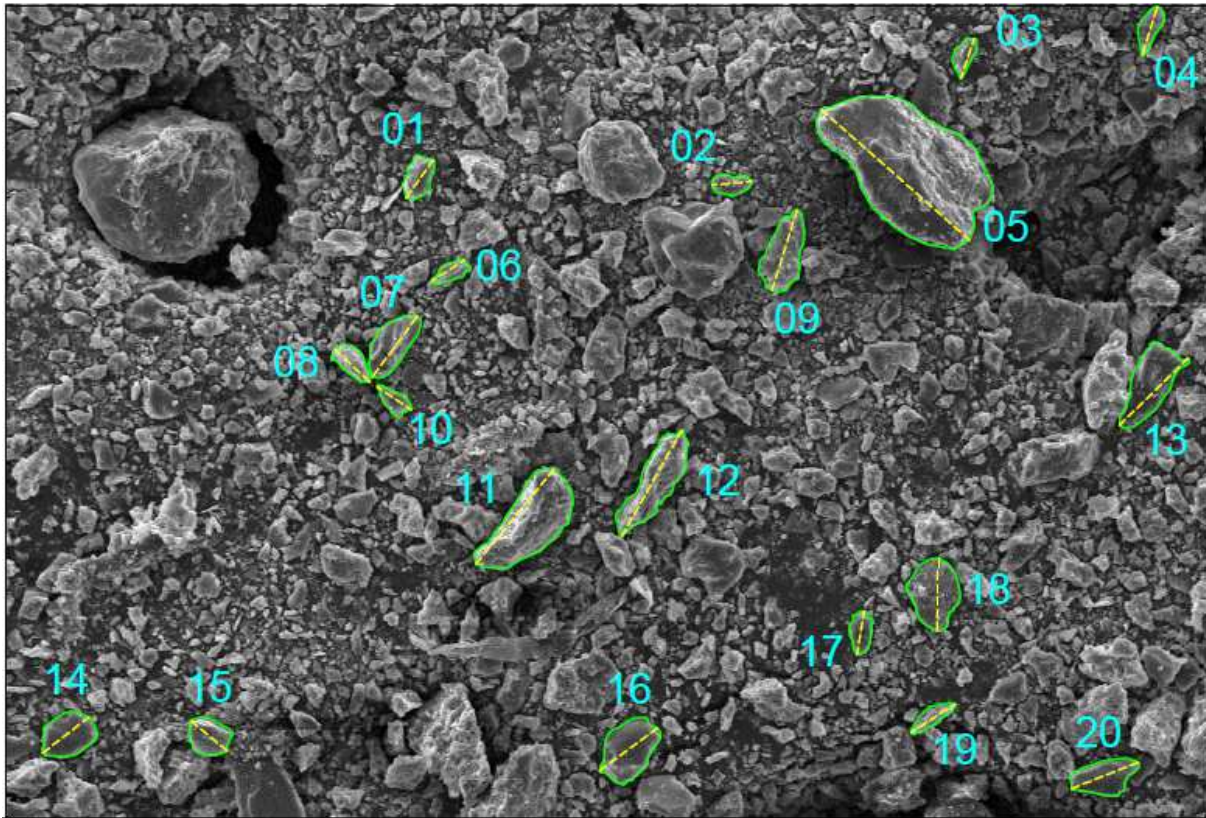


Figura A4 - Projeção das partículas de cerâmica 1000°C.

Tabela A4 – Coeficiente de forma das partículas de cerâmica 1000°C.

Amostra (grão)	Área (μm^2)	Diâmetro _{máx} (μm)	Perímetro (μm)	Coef. de arredondamento	Coef. de esfericidade
1	239,47	23,33	62,02	0,560	0,782
2	158,09	19,87	50,35	0,510	0,784
3	142,47	20,87	51,29	0,416	0,681
4	181,90	25,25	58,56	0,363	0,667
5	4078,32	98,76	254,93	0,532	0,789
6	132,49	19,86	50,61	0,428	0,650
7	487,88	37,64	89,30	0,438	0,769
8	210,33	24,08	60,37	0,462	0,725
9	590,48	41,70	103,78	0,432	0,689
10	140,91	20,50	52,35	0,427	0,646
11	1298,13	61,40	152,62	0,438	0,700
12	794,18	60,72	140,23	0,274	0,508
13	704,59	48,06	121,88	0,388	0,596
14	469,73	29,38	80,90	0,693	0,902
15	310,61	23,65	66,70	0,707	0,877
16	646,63	35,95	99,99	0,637	0,813
17	182,98	21,80	55,69	0,490	0,741
18	663,89	36,40	97,96	0,638	0,869
19	155,53	26,16	58,34	0,289	0,574
20	436,97	36,03	87,65	0,429	0,715
Média	601,28	35,57	89,78	0,478	0,724

APÊNDICE B

Tabela B1 – Resultados de resistência à compressão das argamassas com cal.

Tipo de adição	Argamassa	Amostra (corpo-de-prova)	Resistência à compressão (MPa)	
			7 dias	28 dias
Metacaulim	Mcal	1	2,37	3,94
		2	3,00*	2,68*
		3	2,87*	2,78*
		4	2,64*	2,96*
		5	3,30	2,54
		6	3,40	3,25
		7	2,57*	3,16*
		8	2,44	2,50
		Média	2,77	2,90
		Desvio Padrão	0,17	0,16
	Coefficiente de variação	5,99%	5,67%	
	Mcal _{mod.}	1	9,39	16,29
		2	10,51*	16,13*
		3	12,01	16,14*
		4	12,33	15,70
		5	9,73	15,72*
		6	10,29*	16,16
		7	10,73*	15,78*
		8	10,54*	13,61
		Média	10,52	15,94
Desvio Padrão		0,12	0,19	
Coefficiente de variação	1,10%	1,22%		
Cerâmica 700°C	C700°cal	1	6,01*	8,24
		2	6,37	7,92
		3	5,71	7,89*
		4	5,73*	7,59
		5	6,16*	7,88*
		6	6,35	7,70*
		7	5,71	7,84*
		8	5,80*	7,31
		Média	5,92	7,83
		Desvio Padrão	0,16	0,06
	Coefficiente de variação	2,67%	0,81%	
	C700°cal _{mod.}	1	14,01	14,10
		2	13,59	15,40*
		3	13,10*	14,74*
		4	12,67*	14,24
		5	12,14	15,90
		6	13,37*	15,50*
		7	13,03*	15,73
		8	11,79	15,65*
		Média	13,04	15,32
Desvio Padrão		0,19	0,29	
Coefficiente de variação	1,48%	1,89%		
Cerâmica 900°C	C900°cal	1	5,95*	5,90
		2	5,15	7,71
		3	5,35	7,12*
		4	5,50*	6,92
		5	6,63	7,62*

		6	6,32*	7,70*		
		7	7,10	8,01		
		8	5,97*	7,16*		
		Média	5,94	7,40		
		Desvio Padrão	0,22	0,26		
		Coefficiente de variação	3,67%	3,49%		
	C900° cal _{mod.}	1	7,46	7,39*		
		2	5,67	7,72		
		3	6,21*	6,73		
		4	5,56	7,26*		
		5	7,02	6,99*		
		6	6,34*	6,95		
		7	6,88*	8,14		
		8	6,05*	7,39*		
		Média	6,37	7,26		
		Desvio Padrão	0,25	0,13		
		Coefficiente de variação	3,95%	1,83%		
		Cerâmica 1000°C	C1000° cal	1	4,09*	7,51*
				2	3,96	7,50
3	4,18*			7,53*		
4	3,99			7,19		
5	4,94			8,28		
6	4,60*			7,95*		
7	4,67*			8,23*		
8	4,69			8,28		
Média	4,39			7,81		
Desvio Padrão	0,25			0,29		
Coefficiente de variação	5,65%			3,66%		
* Resultados de resistência à compressão utilizados nos cálculos da média, do desvio padrão e do coeficiente de variação.						

Tabela B2 – Resultados de resistência à compressão das argamassas com cimento.

Tipo de adição	Argamassa	Amostra (corpo-de-prova)	Resistência à compressão (MPa)		
			7 dias	28 dias	63 dias
Referência	Rcim	1	23,91*	34,37*	33,94*
		2	23,31*	36,83	35,18*
		3	26,65	33,07*	33,22
		4	24,95*	34,60*	33,31*
		5	23,96*	35,19*	38,39
		6	24,94*	33,93*	36,96*
		7	22,77	35,29*	36,95*
		8	24,45*	33,06	34,53*
		Média	24,25	34,41	35,15
		Desvio Padrão	0,53	0,62	1,22
		Coefficiente de variação	2,17%	1,80%	3,47%
Metacaulim	Mcim	1	22,21	29,24	33,44
		2	25,24*	26,80*	31,90*
		3	26,50*	27,06*	31,04*
		4	25,04*	28,05*	33,31*
		5	27,15*	26,47*	29,55*
		6	27,79	27,74*	30,70*
		7	27,77*	24,09	30,14*
		8	25,47*	27,33*	29,50
		Média	26,19	27,24	31,11
		Desvio Padrão	0,95	0,46	1,00

	M _{cim} _{mod.}	Coefficiente de variação	3,61%	1,70%	3,21%
		1	34,89*	33,90	48,29
		2	36,49*	36,61*	45,73*
		3	40,13	39,22*	44,90*
		4	37,79*	36,91*	43,86*
		5	35,12*	38,06*	45,79*
		6	36,52*	39,80	42,59
		7	38,28*	37,86*	48,12*
		8	31,59	36,38*	44,82*
		Média	36,52	37,51	45,54
		Desvio Padrão	1,01	0,87	1,01
	C700°cim	Coefficiente de variação	2,78%	2,33%	2,22%
		1	27,06*	29,51*	33,94*
		2	27,88*	26,26	34,37*
		3	28,46	31,03*	33,33*
		4	27,57*	28,06*	34,97*
		5	27,21*	30,83*	36,86
		6	27,00	31,30	35,13*
		7	27,86*	29,54*	33,06
		8	27,08*	29,38*	34,28*
		Média	27,44	29,73	34,34
		Desvio Padrão	0,33	0,80	0,49
	C700°cim _{mod.}	Coefficiente de variação	1,19%	2,70%	1,42%
		1	30,83*	31,97*	38,60
		2	32,65	33,43*	38,88*
		3	30,67*	30,87	39,02*
		4	32,28*	31,78*	40,41*
		5	31,44*	34,30*	39,33*
		6	30,24	35,56	42,34
		7	31,61*	33,91*	39,41*
		8	32,58*	35,89*	39,09*
		Média	31,57	33,55	39,36
		Desvio Padrão	0,61	1,58	1,10
	C900°cim	Coefficiente de variação	1,92%	4,71%	2,80%
		1	20,67*	27,69*	28,71*
		2	19,81*	30,03*	28,57
		3	18,34	27,07	32,25*
		4	20,59*	28,78*	32,26*
		5	20,41*	29,87*	33,72
		6	20,05*	27,84*	32,22*
		7	20,24*	30,17*	31,58*
		8	20,68	30,65	29,68*
		Média	20,29	29,06	31,12
		Desvio Padrão	0,26	0,96	1,28
	C900°cim _{mod.}	Coefficiente de variação	1,29%	3,30%	4,11%
		1	26,29	32,38*	40,01
		2	23,99*	32,61*	36,78
		3	25,05*	33,10*	39,15*
		4	25,44*	31,38*	37,87*
		5	23,69*	31,48*	37,96*
		6	22,75	28,84	38,49*
		7	23,74*	31,68*	37,68*
		8	23,41*	33,51	38,02*
		Média	24,22	32,10	38,20
		Desvio Padrão	0,68	0,59	0,42
Cerâmica 700°C	C700°cim	Coefficiente de variação	2,78%	2,33%	2,22%
		1	27,06*	29,51*	33,94*
		2	27,88*	26,26	34,37*
		3	28,46	31,03*	33,33*
		4	27,57*	28,06*	34,97*
		5	27,21*	30,83*	36,86
		6	27,00	31,30	35,13*
		7	27,86*	29,54*	33,06
		8	27,08*	29,38*	34,28*
		Média	27,44	29,73	34,34
		Desvio Padrão	0,33	0,80	0,49
Cerâmica 900°C	C900°cim	Coefficiente de variação	1,92%	4,71%	2,80%
		1	20,67*	27,69*	28,71*
		2	19,81*	30,03*	28,57
		3	18,34	27,07	32,25*
		4	20,59*	28,78*	32,26*
		5	20,41*	29,87*	33,72
		6	20,05*	27,84*	32,22*
		7	20,24*	30,17*	31,58*
		8	20,68	30,65	29,68*
		Média	20,29	29,06	31,12
		Desvio Padrão	0,26	0,96	1,28
Cerâmica 700°C	C700°cim _{mod.}	Coefficiente de variação	1,19%	2,70%	1,42%
		1	30,83*	31,97*	38,60
		2	32,65	33,43*	38,88*
		3	30,67*	30,87	39,02*
		4	32,28*	31,78*	40,41*
		5	31,44*	34,30*	39,33*
		6	30,24	35,56	42,34
		7	31,61*	33,91*	39,41*
		8	32,58*	35,89*	39,09*
		Média	31,57	33,55	39,36
		Desvio Padrão	0,61	1,58	1,10
Cerâmica 900°C	C900°cim _{mod.}	Coefficiente de variação	1,29%	3,30%	4,11%
		1	26,29	32,38*	40,01
		2	23,99*	32,61*	36,78
		3	25,05*	33,10*	39,15*
		4	25,44*	31,38*	37,87*
		5	23,69*	31,48*	37,96*
		6	22,75	28,84	38,49*
		7	23,74*	31,68*	37,68*
		8	23,41*	33,51	38,02*
		Média	24,22	32,10	38,20
		Desvio Padrão	0,68	0,59	0,42

Cerâmica 1000°C	C1000°Cim	Coefficiente de variação	2,81%	1,85%	1,09%
		1	14,87*	23,54*	26,93*
		2	15,28	22,88*	26,36*
		3	15,15*	24,12*	27,55*
		4	15,25*	22,78	26,18
		5	14,30	24,40*	27,68
		6	14,54*	24,54*	27,24*
		7	15,22*	24,23*	26,38*
		8	14,62*	25,66	26,51*
		Média	14,94	23,95	26,83
		Desvio Padrão	0,26	0,49	0,41
	Coefficiente de variação	1,77%	2,06%	1,52%	
	C1000°Cim _{mod.}	1	20,36*	29,54*	30,94*
		2	20,81	28,13*	31,56*
		3	17,84*	28,52*	32,72*
		4	19,56*	27,62	33,08*
		5	17,37*	29,85*	30,92*
		6	18,49*	30,26	30,77
		7	16,83	29,00*	33,10
		8	17,12*	28,78*	32,66*
		Média	18,46	28,97	31,98
		Desvio Padrão	1,01	0,49	0,84
		Coefficiente de variação	5,49%	1,70%	2,63%

* Resultados de resistência à compressão utilizados nos cálculos da média, do desvio padrão e do coeficiente de variação.

APÊNDICE C

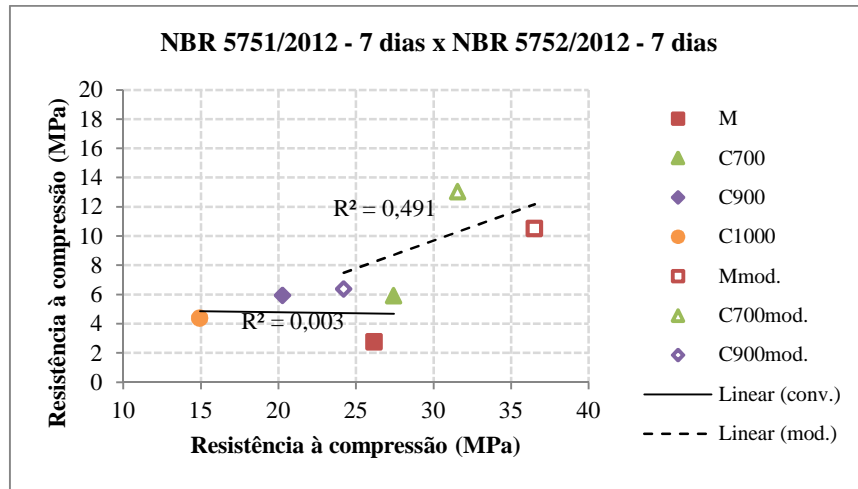


Figura C1 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 e da NBR 5752/2012 aos 7 dias.

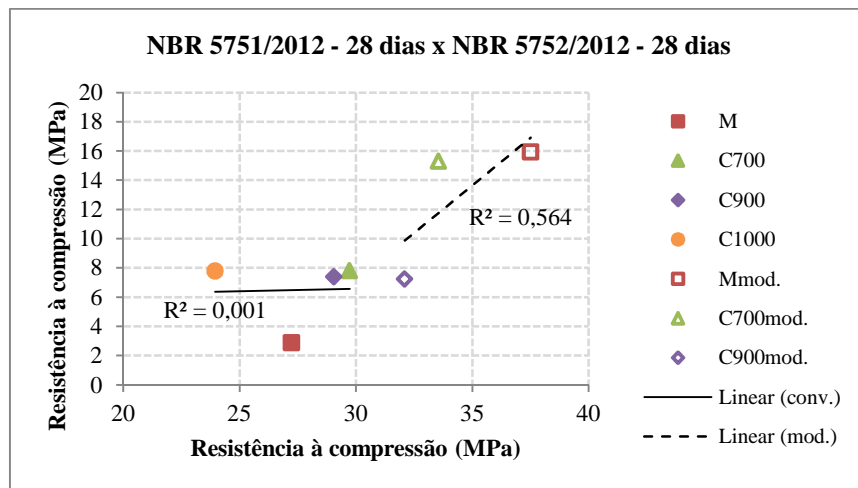


Figura C2 - Relação linear entre resultados da NBR 5751/2012 e da NBR 5752/2012 aos 28 dias.