



**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

AMÉRICO BERTULINO DE OLIVEIRA

**EFEITO DA TEMPERATURA DE CALCINAÇÃO DE ARGILAS VERMELHAS
NA ATIVIDADE POZOLÂNICA DE CIMENTO PORTLAND**

JOÃO PESSOA-PB

Agosto/2019

AMÉRICO BERTULINO DE OLIVEIRA

**EFEITO DA TEMPERATURA DE CALCINAÇÃO DE ARGILAS VERMELHAS
NA ATIVIDADE POZOLÂNICA DE CIMENTO PORTLAND**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal da Paraíba, como requisito parcial para obtenção do título de mestre.

Orientador: Prof^o. Dr. Heber Sivini Ferreira

Co-orientador: Prof^o. Dr. Ulisses Targino Bezerra

JOÃO PESSOA-PB

Agosto/2019

Catalogação na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

O48e Oliveira, Americo Bertulino de.

Efeito da temperatura de calcinação de argilas
vermelhas na atividade pozolânica de cimento Portland /
Americo Bertulino de Oliveira. - João Pessoa, 2019.
115 f. : il.

Orientação: Heber Sivini Ferreira.

Coorientação: Ulisses Targino Bezerra.

Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Argila. 2. Calcinação. 3. Pozolana. 4. Argamassa. 5.
Resistência à compressão. I. Ferreira, Heber Sivini.
II. Título.

UFPB/BC

**EFEITO DA TEMPERATURA DE CALCINAÇÃO DE ARGILAS VERMELHAS NA
ATIVIDADE POZOLÂNICA DE CIMENTO PORTLAND**

De autoria de
AMÉRICO BERTULINO DE OLIVEIRA

Submetida à apreciação da banca examinadora do Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais – PPCEM, da Universidade Federal da Paraíba,
como requisito parcial para conclusão do mestrado acadêmico.

Avaliada e aprovada em 02 de agosto de 2019 pela banca examinadora composta
por:



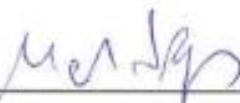
Prof.^o Dr. Heber Sivini Ferreira
UFPB/PPCEM, Presidente, Orientador



Prof.^o Dr. Ulisses Targino Bezerra
IFPB, Examinador Externo ao Programa, Co-orientador



Prof.^o Dr. Normando Perazzo Barbosa
UFPB/PPCEM, Examinador Interno



Prof.^o Dr. Marcos Alyssandro Soares dos Anjos
IFPB, Examinador Externo ao Programa

AGRADECIMENTOS

Antes de ingressar nesta jornada acadêmica, busquei diversos motivos pessoais e apoio dos que me cercam: amigos, professores e familiares, como forma motivacional, e os encontrei.

Portanto, antes de tudo, agradeço a Deus, por seu amor infinito e pelo milagre da existência humana e de sua força em oxigenar minhas veias de vida; e me dar DETERMINAÇÃO para poder enfrentar este desafio.

Agradeço a todos os renomados professores que tive na pós-graduação da UFPB, aos que não mediram esforços para ajudar-me nos experimentos práticos e na elucidação de dúvidas, a todos os integrantes do grupo de técnicos de laboratório e de colaboradores do Programa de Ciência e Engenharia de Materiais, também aos dos laboratórios LABEME da UFPB e de Materiais e Concreto do IFPB, pois sempre se fizeram presentes e dispostos a ajudar de forma muito prestativa.

Aos docentes da Unidade Acadêmica I do IFPB, nas pessoas dos Professores Doutores Marcos Alyssandro dos Anjos, Salustiano Miguel Sousa Alves, Ulisses Targino Bezerra (co-orientador) e Vamberto Monteiro da Silva, sou muito grato.

Agradeço, *em especial*, ao meu professor orientador Doutor Heber Sivini Ferreira que, com muita simpatia e profissionalismo, acolheu-me como orientando. Desde o processo seletivo, já me orientava quanto ao meu norte acadêmico, e isso foi determinante para o êxito aqui alcançado. Sou e serei eternamente grato por tudo que ele fez por mim, pela segurança e pela clareza como passa os ensinamentos e orientações no dia-a-dia. Isso, com certeza, é parte latente do meu crescimento acadêmico aqui adquirido.

Agora, de forma ***muito especial*** e ***emotiva***, agradeço aos familiares que me cercam, minha mãe Cleonice Bertulino, meu pai Orlando Oliveira, e meu filho Gabriel de Oliveira que, mesmo sem entenderem as responsabilidades do que é cursar um mestrado, compreenderam e respeitaram as diversas vezes em que não pude levá-los a determinados lugares, ou lhes fazer companhia, face às atividades acadêmicas que são inerentes ao mestrando. Mesmo assim, incentivaram-me a seguir em frente. Da mesma forma, cabem semelhantes considerações à minha companheira Andrielly Correia, por entender o quanto esse mestrado é importante para minha

formação e para meu crescimento acadêmico e profissional. A todos estes, dou-lhes um honroso agradecimento, de coração.

Este trabalho é de todos nós; DEUS e nossas forças me trouxeram até aqui!

RESUMO

A pozolana como material componente da produção de argamassas é assunto de base histórica, pois os gregos e romanos já a utilizavam como material em suas construções. Na atualidade, a exigência da engenharia e o interesse em mitigar alguns efeitos ambientais causados pela extração de recursos e seus impactos vêm motivando os centros de pesquisas a buscar novos materiais com menor impacto ao meio ambiente, e as pozolanas estão entre eles. A substituição de parte das massas de cimento por materiais pozolânicos já é muito usada, pois confere ao cimento certas qualidades e ameniza alguns efeitos ao meio ambiente. Dentro dessa dinâmica atual, este trabalho propôs a calcinação de argila *in natura* nas temperaturas distintas de 600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 1000°C em forno com rampa de aquecimento controlada a 45°C/min, para produzir argila calcinada e medir seus potenciais de pozolanicidade na argamassa de cimento Portland, bem como suas resistências à compressão aos 7, 28 e 90 dias de cura. Os materiais foram caracterizados por meio de DRX, FRX, TG e DTA; além de ensaios físicos de massa específica, granulometria a laser e índice de atividade pozolânica. Foi utilizada, para análise dos dados, a ferramenta estatística teste Tukey para achar a amostra com maior significância diante dos 288 corpos de prova moldados. O trabalho foi executado nos laboratórios da UFPB e do IFPB, onde se preparou a argila, destorroando-a, em seguida moendo-a em moinho de discos para melhorar sua superfície de contato com atmosfera do forno, após calcinação, foi moída em moinho de bolas a 8.500 ciclos com sua carga máxima; feita a medida da finura das massas por meio da granulometria a laser, moldados os corpos de provas com cimento CP-V, feita a cura nos prazos e a ruptura à compressão. Em cada data de ruptura fez-se o DRX do material. Os resultados nos mostraram que, à medida que a temperatura foi aumentada, também se aumentou a finura do material, e todo material passou 100% na peneira de 75 µm; nos difratogramas de raios X, os picos de hidróxido de cálcio (portlandita) quase que desapareceram aos 90 dias, implicando no seu consumo pelo efeito pozolânico e na presença do material amorfo. As resistências à compressão simples mostraram a evolução e um aumento significativo a partir dos 28 dias, bem como melhoras e avanços interessantes aos 90 dias, como a pozolana a 1000°C com 30% superando a referência com 0% e assemelhando-se, em módulo, a resultados de argamassas de alto desempenho.

Palavras-chave: argila; calcinação; pozolana; argamassa; resistência à compressão.

ABSTRACT

Pozzolans as a component material in the production of concrete and mortar is an issue of historical basis since Greeks and Romans have already used this material in their constructions. Nowadays, the demands of engineering and the interest in mitigating some environment effects caused by the extraction of resources and their impacts, the research centers have been engaged in searching new materials or materials with less impact to the environment, and pozzolans are among these materials. The replacement of part of cement for pozzolans is widely used because it gives to the cement some qualities and soothes some effects to the environment. From this current dynamic, this work proposed the calcination of clay in natura at different temperatures of 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C and 1000 °C. In an oven with controlled heating ramp at 45 °C/min to produce calcined clay and to measure its pozzolanicity potentials in Portland cement mortar as well as its compressive strength at 7, 28 and 90 days of ripening. Materials were characterized by TG, DTA, FRX and DRX; in addition to physical tests such as specific masses, laser granulometry, and the pozzolan activity index of each calcined pozzolan. It was used for data analysis, the Tukey test statistical tool to find the sample with the greatest significance in relation to the 288 molded bodies. The work was carried out at the laboratories of UFPB and IFPB, where the clay was prepared by destroying it, followed by grinding in a disk mill to improve its contact surface with oven atmosphere, after calcination was ground in a ball mill at 8,500 cycles at their maximum load; the fineness of the masses was measured by laser granulometry, the bodies were molded with CP-V cement, cured in time and rupture to compression. On each rupture date, the DRX of the material was made. At each rupture date the material was DRX. The results showed us that as the temperature increased the material fineness increased, and that all material passed 100% in the # 75 μm mesh sieve; In X-ray diffractograms the calcium hydroxide (portlandite) peaks almost disappeared at 90 days, implying their consumption due to the pozzolan effect and the presence of amorphous material. The simple compressive strengths showed evolution and a significant increase from 28 days, as well as interesting improvements and advances at 90 days, such as pozzolans at 1000 °C with 30% surpassing the reference with 0% and resembling, in module, to the results of high performance mortars.

Keywords: clay; pozzolan; calcination; mortar; compressive strength.

Epígrafe

“Saber não é sobrevoar os montes,
mas estruturar-se como as montanhas”.

Américo B. Oliveira (1990)

“Um trabalho te dá um propósito e um significado.
A vida é vazia sem ambos”.

Stephen Hawking

“Toda a nossa ciência, comparada com a realidade, é primitiva e
infantil – e, no entanto, é a coisa mais preciosa que temos”.

Albert Einstein

“Existem muitas hipóteses em ciência que estão erradas. Isso é
perfeitamente aceitável, elas são a abertura para achar as que
estão certas”.

Carl Sagan

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema das transformações sofridas pela matéria-prima até a formação do clínquer.	24
Figura 2. Morfologias típicas do monossulfato e etringita.....	27
Figura 3. Mecânica interna de um moinho de discos.	37
Figura 4. Moinho de discos da UFPB, Lab. Proc. Cerâmicos: (a) visão geral; (b) detalhe da câmara de moagem.	38
Figura 5. Fluxograma operacional da pesquisa.	45
Figura 6. Destorroamento da argila <i>in natura</i>	46
Figura 7. Textura da argila moída para calcinação.....	47
Figura 8. Disposição das telhas no forno.	48
Figura 9. Temperaturas aferidas: (a) no forno e (b) no termopar.	48
Figura 10. Amostra calcinada no forno a 800°C.	49
Figura 11. Moinho de bolas do Labeme da UFPB.	50
Figura 12. Carga de bolas de aço do moinho de bolas do Labeme da UFPB.	50
Figura 13. Análise térmica da argila.	59
Figura 14. Curvas da TG das argilas calcinadas nas 5 temperaturas.	60
Figura 15. Difractometria de raios X da argila <i>in natura</i>	61
Figura 16. Difractometria de raios X das argilas calcinadas.	62
Figura 17. Curvas granulométricas das 5 pozolanas.	64
Figura 18. Diâmetro equivalente a 10% do material passante em função da temperatura (redução total de 3,12%).	65
Figura 19. Diâmetro equivalente a 50% do material passante em função da temperatura. ..	66
Figura 20. Diâmetro equivalente a 90% do material passante em função da temperatura. ..	66
Figura 21. Diâmetro equivalente a 100% do material passante em função da temperatura. ..	67
Figura 22. Diâmetro médio <i>versus</i> temperatura.	67
Figura 23. Resultados aos 7 dias do IAP conforme NBR 5751 (2015).	70
Figura 24. Difractometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 600°C.	73
Figura 25. Difractometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 600°C.	73
Figura 26. Difractometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 600°C.	74
Figura 27. Difractometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 700°C.	74
Figura 28. Difractometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 700°C.	75
Figura 29. Difractometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 700°C.	75
Figura 30. Difractometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 800°C.	76
Figura 31. Difractometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 800°C.	76
Figura 32. Difractometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 800°C.	77
Figura 33. Difractometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 900°C.	77
Figura 34. Difractometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 900°C.	78
Figura 35. Difractometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 900°C.	78
Figura 36. Difractometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 1000°C.	79
Figura 37. Difractometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 1000°C.	79
Figura 38. Difractometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 1000°C.	80
Figura 39. Resistência à compressão, argila calcinada a 600°C.	81
Figura 40. Resistência à compressão, argila calcinada a 700°C.	82
Figura 41. Resistência à compressão, argila calcinada a 800°C.	84
Figura 42. Resistência à compressão, argila calcinada a 900°C.	85
Figura 43. Resistência à compressão, argila calcinada a 1000°C.	86

Figura 44. Resistência à compressão <i>versus</i> tempo de cura <i>versus</i> temperatura para 10% de argila.	88
Figura 45. Resistência à compressão <i>versus</i> tempo de cura <i>versus</i> temperatura para 20% de argila.	88
Figura 46. Resistência à compressão <i>versus</i> tempo de cura <i>versus</i> temperatura para 30% de argila.	89
Figura 47. Resistência à compressão <i>versus</i> porcentagem de argila <i>versus</i> temperatura para 7 dias de cura.....	89
Figura 48. Resistência à compressão <i>versus</i> porcentagem de argila <i>versus</i> temperatura para 28 dias de cura.	90
Figura 49. Resistência à compressão <i>versus</i> porcentagem de argila <i>versus</i> temperatura para 90 dias de cura.	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Compostos mais importantes do cimento Portland.....	23
Tabela 2. Fases presentes na pasta de cimento hidratado.....	25
Tabela 3. Exigências químicas para as pozolanas segundo a NBR 12653 (2015).....	32
Tabela 4. Exigências físicas para as pozolanas segundo a NBR 12653 (2015).	32
Tabela 5. Sumário das reações termais, da argila caulínica, da montmorilonita da muscovita nas três fases de temperaturas (baixa, média e alta).	34
Tabela 6. Faixa granulométrica da areia.	54
Tabela 7. Quantitativo de material para o IAP, conforme NBR 5751.....	54
Tabela 8. Quantitativo dos corpos de provas (mistura 1:4).	56
Tabela 9. Composição química da argila <i>in natura</i>	62
Tabela 10. Resistências do IAP aos 7 dias, todas temperaturas.	70
Tabela 11. Teste Tukey a 600°C aos 7 dias, variando as dosagens.....	81
Tabela 12. Teste Tukey a 600°C aos 28 dias, variando as dosagens.	81
Tabela 13. Teste Tukey a 600°C aos 90 dias, variando as dosagens.	81
Tabela 14. Teste Tukey a 700°C aos 7 dias, variando as dosagens.....	82
Tabela 15. Teste Tukey a 700°C aos 28 dias, variando as dosagens.	83
Tabela 16. Teste Tukey a 700°C aos 90 dias, variando as dosagens.	83
Tabela 17. Teste Tukey a 800°C aos 7 dias, variando as dosagens.....	84
Tabela 18. Teste Tukey a 800°C aos 28 dias, variando as dosagens.	84
Tabela 19. Teste Tukey a 800°C aos 90 dias, variando as dosagens.	84
Tabela 20. Teste Tukey a 900°C aos 7 dias, variando as dosagens.....	85
Tabela 21. Teste Tukey a 900°C aos 28 dias, variando as dosagens.	85
Tabela 22. Teste Tukey a 900°C aos 90 dias, variando as dosagens.	86
Tabela 23. Teste Tukey a 1000°C aos 7 dias, variando as dosagens.	87
Tabela 24. Teste Tukey a 1000°C aos 28 dias, variando as dosagens.	87
Tabela 25. Teste Tukey a 1000°C aos 90 dias, variando as dosagens.	87
Tabela 26. Teste Tukey para 10% aos 07 dias, variando a temperatura.....	90
Tabela 27. Teste Tukey para 20% aos 07 dias, variando a temperatura.....	90
Tabela 28. Teste Tukey para 30% aos 07 dias, variando a temperatura.....	90
Tabela 29. Teste Tukey para 10% aos 28 dias, variando a temperatura.....	91
Tabela 30. Teste Tukey para 20% aos 28 dias, variando a temperatura.....	91
Tabela 31. Teste Tukey para 30% aos 28 dias, variando a temperatura.....	91
Tabela 32. Teste Tukey para 10% aos 90 dias, variando a temperatura.....	92
Tabela 33. Teste Tukey para 20% aos 90 dias, variando a temperatura.....	92
Tabela 34. Teste Tukey para 30% aos 90 dias, variando a temperatura.....	92

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1.	17
Equação 2.	18
Equação 3.	24
Equação 4.	36

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ARI	alta resistência inicial
poz	pozolana
DRX	difração de raios X
FRX	fluorescência de raios X
DTA	análise térmica diferencial
TG	análise termogravimétrica
PF	perda ao fogo
RCS	resistência à compressão simples
C ₃ S	3CaO.SiO ₂ (silicato tricálcico)
C ₂ S	2CaO.SiO ₂ (silicato dicálcico)
C ₃ A	3CaO.Al ₂ O ₃ (aluminato tricálcico)
H	H ₂ O
C-S-H	silicato dicálcico hidratado
CH	hidróxido de cálcio (portlandita)
a/c	fator água/cimento
kV	quilovolt
CV	cavalo-vapor
pH	potencial de hidrogênio
A	albita
C	calcita
Q	quartzo
K	caulinita
P	portlandita

ϑ	peso específica aparente
ϱ	massa específica real
L_i	leitura inicial
L_f	leitura final
P_n	peso picnômetro (número)
CP	corpos de prova 5x10 cm
d_1	diâmetro do corpo de prova
IAP	índice de atividade pozolânica
NBR	Norma Brasileira Registrada
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
LABEME	Laboratório de Ensaaios Mecânicos e de Engenharia
UFPB	Universidade Federal da Paraíba
IFPB	Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia da Paraíba

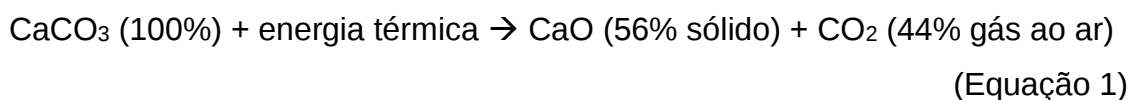
SUMÁRIO

RESUMO	6
LISTA DE FIGURAS	9
LISTA DE TABELAS	11
LISTA DE EQUAÇÕES	12
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS	13
SUMÁRIO	15
1. INTRODUÇÃO	17
2. JUSTIFICATIVA	19
3. OBJETIVOS	21
3.1. Geral	21
3.2. Específicos	21
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
4.1. Cimento	22
4.2. Argilas	27
4.3. Pozolana	31
4.4. Processos de calcinação	34
4.5. Moagem	35
4.6. Influência da cominuição na pozolanicidade	38
4.7. Argamassa de cimento	40
4.8. Delineamento do trabalho	41
5. METODOLOGIA E MATERIAIS	43
5.1. Dos materiais	43
5.2. Fluxograma da pesquisa experimental	44
5.3. Preparação da argila caulínica <i>in natura</i>	46
5.4. Destorroamento da argila	46
5.5. Cominuição da argila no moinho de discos	46
5.6. Calcinação da argila	47
5.7. Moagem da argila calcinada	49
5.8. Caracterização da argila calcinada	51
5.8.1. Amostra para o difratômetro (DRX)	51
5.8.2. Amostra para termogravimetria (TG) e análise termodiferencial (DTA)	52
5.8.3. Fluorescência de raios X (FRX)	52
5.9. Massas específicas	53
5.10. Índice de atividade pozolânica	54

5.11. Moldagens dos corpos de provas de cimento	55
5.12. Tratamento estatístico Tukey	56
6. ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	58
6.1. Caracterização microestrutural.....	58
6.1.1 Análise térmica da argila <i>in natura</i> e pozolanas.....	58
6.1.2. Difratomia de raios X (DRX) da argila <i>in natura</i>	60
6.1.3. Composição química por fluorescência de raios X (FRX) da argila <i>in natura</i>	61
6.1.4. Análise mineralógica por difração de raios X das argilas calcinadas	62
6.2. Granulometria a laser.....	63
6.3. Caracterização granulométrica da areia	68
6.4. Massas específicas	69
6.5. Índice de atividade pozolânica (IAP)	69
6.6. Análise mineralógica por difração de raios X das argamassas e dosagens.....	71
6.7. Resistência à compressão simples dos corpos de provas	80
6.8. Relações gerais: pozolanicidade, resistência à compressão, percentual de pozolana e temperatura de calcinação.....	87
6.9. Considerações gerais	94
7. CONCLUSÕES	96
8. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	98
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99
APÊNDICE	107

1. INTRODUÇÃO

A construção civil é considerada uma das principais atividades geradoras de emprego, renda e desenvolvimento social. No entanto, ela também é responsável por uma série de impactos ambientais, desde o alto consumo de recursos naturais e modificação da paisagem, até a geração de resíduos (PINTO, 2005). Com o desenvolvimento da consciência do setor da construção civil em relação aos problemas ambientais, há uma grande procura por materiais e por processos construtivos menos onerosos ao homem e ao meio ambiente (ROCHA e JOHN, 2003). Um exemplo comum mostrado nos trabalhos científicos é a emissão inevitável de CO₂ na fabricação de cimento Portland. Estima-se que a cada tonelada de clínquer fabricado, essa mesma quantidade de CO₂ é lançada no ar. Abaixo tem-se o esquema químico da descarbonatação no processo de fabricação de cimento Portland (Equação 1):



Objetivando mitigar os efeitos ao meio ambiente, as pesquisas científicas buscam incessantemente, meios e formas para mudar esse quadro de agressões, centrando forças em pesquisas e em estudos direcionados para elementos que visem, de uma forma ou de outra, a tratar essas agressões ao meio ambiente e a diminuir também o consumo de energia nos processos industriais, bem como a reduzir a quantidade de materiais que geram impactos ambientais.

O desenvolvimento das reações pozolânicas favorece o consumo dos compostos hidratados primários e induz a uma diminuição posterior nos teores de hidróxido de cálcio na solução dos poros das argamassas e/ou dos concretos, gerando uma pasta mais densa e homogênea. Com isso, aumentam-se as propriedades mecânicas das argamassas e/ou concretos.

Diante dessa ideia, faz-se necessária uma pesquisa de composição de argamassas com o uso de pozolanas oriundas da argila caulínica, aplicando-lhes temperaturas de calcinação diferentes, a fim de qualificar e de quantificar qual ou quais pozolanas apresentam melhor desempenho dessas misturas de argamassas com cimento Portland.

Abaixo segue uma representação esquemática da reação pozolânica na pasta de cimento Portland (Equação 2):

Hidróxido de cálcio (CaOH_2) + pozolanas (sílica, SiO_2) + água = C–S–H (Equação 2)

Pozolanas são materiais silicosos ou até sílico-aluminosos que, por si só, possuem pouca ou nenhuma propriedade cimentante, e, quando finamente divididas e na presença de umidade, reagem quimicamente com hidróxido de cálcio em temperaturas ambientes para formar compostos com propriedades cimentantes (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

2. JUSTIFICATIVA

A ativação térmica dos minerais argilosos entre 500°C e 900°C possibilita a obtenção da alumina e da sílica com estruturas parcialmente desordenadas, ou seja, amorfas que apresentam atividade pozolânica (BATTAGIN e BATTAGIN, 2010). A temperatura ideal de calcinação varia de acordo com a composição de cada argila (SOUZA e DAL MOLIN, 2002). As argilas cruas são abundantes e estão disponíveis ao redor do mundo, porém sua mineralogia e sua composição química são muito variadas e complexas, não sendo todas as argilas igualmente reativas quando combinadas com cimento Portland. Dentro dessa linha de pensamento, para cada faixa de temperatura de sinterização com uma mesma argila comum, obtêm-se pozolanas com diferentes estruturas sílico-aluminosas implicando, assim, em diferentes patamares do efeito pozolânico na pasta de cimento Portland.

No estado da Paraíba, existem cerca de 140 empresas de cerâmica vermelha descartando diariamente grande quantidade de resíduos oriundos de falhas do sistema produtivo. Essas empresas extraem argilas para confecção de produtos de cerâmica vermelha, cujas jazidas, em sua maioria estão disponíveis nas adjacências dessa planta industrial. As argilas extraídas, no Estado da Paraíba, em sua maior parte, são oriundas das várzeas dos rios e dos açudes; porém, o estado apresenta 17 bacias hidrográficas, com diferentes características e particularidades geológicas, o que traz uma grande complexidade e variabilidade composicional às argilas extraídas (MACEDO *et al.*, 2008).

Para tanto, é interessante a busca por outras tecnologias e materiais a fim de mitigar os efeitos negativos causados ao meio ambiente com o uso dos recursos naturais e da argila, como sendo um material de uso em ampla escala na indústria de transformação, com ênfase na confecção de cerâmica vermelha, mais precisamente, na fabricação de tijolos de oito furos, tijolos maciços, telhas canais e elementos decorativos, pois são estes os elementos cerâmicos de maior comercialização na Região Metropolitana de João Pessoa, na Paraíba. Como enfatiza Ferreira (2010), em seus estudos sobre argilas, que o conhecimento dos aspectos estruturais e cristaloquímicos, torna-se fundamental para o aprimoramento e para o desenvolvimento de uma possível aplicação industrial dessas massas argilosas, tornando-as economicamente importantes no cenário industrial da região.

Já há um entendimento de vários autores de que as características físicas, químicas e mecânicas dos materiais argilosos são consideradas etapas mais significativas do processamento para se obter produtos de boa qualidade (SOUZA e DAL MOLIN, 2002). Já Macedo *et al.* (2008) dizem que no Brasil não se observa essa tendência no setor de cerâmica vermelha, com algumas exceções de fábricas concentradas na Região Sudeste, basicamente no Estado de São Paulo, o que propicia produtos de má qualidade na grande maioria das olarias do país.

3. OBJETIVOS

3.1. Geral

Estudar o efeito da calcinação da argila vermelha em faixas distintas e específicas de temperaturas (600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 1000°C), utilizando substituição de cimento Portland em teores variados a fim de avaliar o efeito pozolânico, além da análise da pozolanicidade em cada temperatura, da caracterização por DRX, FRX, DTA e TG das massas em estudo, para avaliar o desempenho da pozolanicidade, verificando a resistência à compressão simples aos 7, 28 e 90 dias.

3.2. Específicos

Para atingir o objetivo geral, fazem-se necessárias as seguintes etapas específicas:

- (i) Preparar a argila caulínica *in natura* para os ensaios gerais; triturar e cominuir em moinhos; proceder a calcinação nas temperaturas de 600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 1000°C;
- (ii) Determinar a pozolanicidade das amostras pela NBR 5753 (2016);
- (iii) Caracterizar mineralogicamente as cinco “pozolanas” e a argila *in natura*;
- (iv) Determinar a resistência à compressão das cinco temperaturas e de uma referência (0%), com substituição de 10%, 20% e 30%; romper aos 7, 28 e 90 dias de cura; e
- (v) Analisar os resultados, usando sempre, as cinco temperaturas de calcinação das pozolanas, suas respectivas granulometrias, seus teores de substituição do cimento Portland com as resistências à compressão de cada dosagem nas suas respectivas datas de cura; e identificar a melhor pozolana, usando a ferramenta de tratamento estatístico Tukey nos resultados das amostras.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1. Cimento

A palavra cimento é originária do latim *caementu*, que, na antiga Roma, designava uma espécie de pedra natural de rochedos não esquadrejada (quebrada). Em meados de 1830, o inglês Joseph Aspdin patenteou o processo de fabricação de um produto ligante, que resultava da mistura calcinada em proporções certas e definidas de calcário e de argila, conhecido mundialmente até hoje como cimento. O resultado foi um pó que, por apresentar cor e características semelhantes a de uma pedra abundante na ilha de Portland, denominou-se de cimento Portland. A partir daí, seu uso e sua comercialização cresceram de forma gradativa em todo o mundo (SNIC, 2003) e na atualidade o concreto se tornou um dos materiais mais consumido pelo homem.

Cimento Portland é a denominação convencionada mundialmente para o material usualmente conhecido na construção civil como cimento. O cimento Portland é um pó fino com propriedades aglomerantes, aglutinantes ou ligantes, que endurece sob a ação da água. Depois de endurecido, mesmo que seja novamente submetido à ação da água, o cimento Portland não se decompõe mais (ABCP, 2002).

Segundo Martins *et al.* (2008), o cimento Portland é um aglomerante hidráulico resultante da mistura homogênea de clínquer Portland, de gesso e de adições normatizadas finamente moídas. Aglomerante, porque tem a propriedade de unir outros materiais; hidráulico, porque reage (hidrata) ao se misturar com água e depois de endurecido ganha características de rocha artificial, mantendo suas propriedades, principalmente se permanecer imerso em água por pelo menos uma semana. A indústria cimenteira também tem sua definição técnica sucinta sobre o que é cimento, explanando que é um produto de uma atividade industrial integrada, obtido a partir da lavra e do beneficiamento de calcário e da argila; sua industrialização ocorre mediante moagem, homogeneização e produção da farinha (mistura crua) e posterior processamento físico-químico em clínquer (cimento não pulverizado) e respectiva moagem (SNIC, 2003). Os materiais mais empregados na indústria do cimento são o calcário e a argila, mas também entram na composição a areia, a bauxita e o minério de ferro, que têm a funcionalidade de corrigir teores

químicos na sua composição. A areia é utilizada quando ocorre deficiência em SiO_2 , a mistura de óxidos de alumínio hidratados é utilizada quando ocorre deficiência em alumínio nas matérias primas, e o minério de ferro (geralmente hematita) é utilizado quando ocorre deficiência em ferro. Abaixo encontra-se um quadro dos principais compostos do cimento Portland (Tabela 1).

Tabela 1. Compostos mais importantes do cimento Portland.

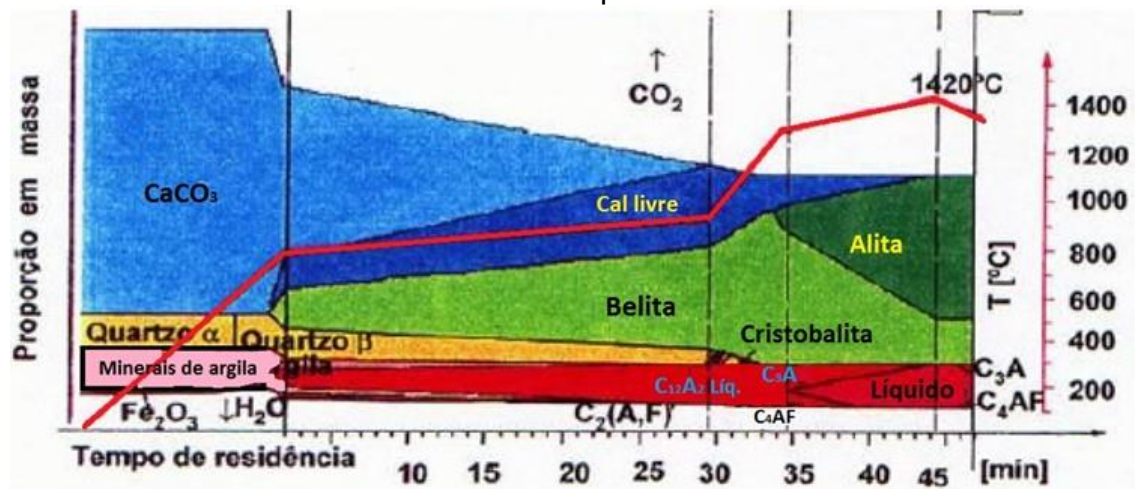
Nome do composto	Composição em óxidos	Abreviações
Silicato tricálcico	$3\text{CaO}.\text{SiO}_2$	C_3S
Silicato dicálcico	$2\text{CaO}.\text{SiO}_2$	C_2S
Aluminato tricálcico	$3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A
Ferroaluminato tetracálcico	$4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$	C_4AF

Fonte: Mehta e Monteiro (2014).

De acordo com Coutinho (2002 *apud* ANJOS, 2009), na produção do cimento Portland, a matéria-prima ao ser aquecida passa pelos processos de evaporação da água livre a 100°C , liberação da água adsorvida a 450°C , ativação dos silicatos por desidratação e alterações na rede cristalina a 700°C , decomposição do carbonato de cálcio com liberação de cal livre (entre 700°C e 900°C) e, finalmente, a clinquerização, que ocorre entre 900°C e 1.200°C com a formação do silicato dicálcico ($2\text{CaO}.\text{SiO}_2$), do aluminato tricálcico ($3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$) e do ferroaluminato tetracálcico ($4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$) que consiste na fusão do aluminato e da ferrita. Acima de 1200°C , inicia-se a fase líquida constituída pela combinação de parte dos óxidos de cálcio com os óxidos de alumínio e ferro, que promovem a formação do silicato tricálcico ($3\text{CaO}.\text{SiO}_2$), a partir do silicato dicálcico já formado.

Na sequência (Figura 1), encontra-se um esquema da transformação de fase sofrida pelos óxidos formadores dos compostos do clínquer, evidenciando as temperaturas para obtenção de cada um dos compostos cálcicos e suas respectivas proporções em massa aproximada para os cimentos comuns.

Figura 1. Esquema das transformações sofridas pela matéria-prima até a formação do clínquer.



Fonte: Coutinho (2002).

Com a adição de água no cimento Portland, obtém-se uma mistura denominada de pasta de cimento, cuja função é a aglutinação dos agregados, possibilitando a coesão e a plasticidade ao concreto fresco, que, com sua pega e cura adequada, conferem à massa resistência mecânica, impermeabilidade e durabilidade ao concreto endurecido.

Peruzzi (2002) diz que os constituintes fundamentais do cimento Portland são: a cal $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, a sílica (SiO_2), a alumina (Al_2O_3), o óxido de ferro (Fe_2O_3), uma certa quantidade de magnésia (MgO) e uma pequena porcentagem de anidrido sulfúrico (SO_3), que é adicionada após a calcinação para retardar o tempo de pega do produto. Abaixo uma forma simplificada na Equação 3 da hidratação do cimento:



Em que: C-S-H representa os hidratos de silicato de cálcio hidratado e CH o hidróxido de cálcio ou portlandita.

A seguir, na Tabela 2, as fases presentes em uma pasta de cimento hidratada, explicitado por Isaia e Cincotto (2011):

Tabela 2. Fases presentes na pasta de cimento hidratado.

Espécie química	Fórmula	Representação	Observações
Silicato de cálcio hidratado	$\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot y \text{H}_2\text{O}$	C-S-H	Forma-se com constituintes na estrutura (Al^{3+} , SO_4^{2-}). O importante é a relação C/S que varia com a composição do cimento e as condições de hidratação.
Gel hidratado	$x \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot y \text{H}_2\text{O}$		
Hidróxido de cálcio Portlandita	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	CH	É produto de hidratação dos silicatos; um pequeno teor pode provir da cal livre.
Hidróxido de Magnésio Brucita	$\text{Mg}(\text{OH})_2$	MH	Forma-se do MgO presente como periclásio nas idades iniciais. Transforma-se em seguida na hidrotalcita.
Aluminato tricálcico hidratado Hidrogranada	$\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$	C_3AH_6	Produto estável de hidratação do C_3A . O Al é em parte substituído pelo Fe na hidratação do C_4AF .
Aluminato tetracálcico Hidratado	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 19\text{H}_2\text{O}$	C_4AH_{19}	Produtos metaestáveis de hidratação do C_3A ; transforma-se no C_3AH_6 . O Fe^{3+} substitui o Al^{3+} na estrutura, quando formado do C_4AF .
Trissulfoaluminato de cálcio hidratado Etringita	$6\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SO}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_6\text{A} \cdot \text{SH}_{32}$ ou $\text{C}_6(\text{A},\text{F}) \cdot \text{S}_3\text{H}_{32}$	Produto de reação entre C_3A e a gipsita ou anidrita, formado nas primeiras idades. O Fe^{3+} substitui o Al^{3+} quando formado do C_4AF . Pode incorporar também Si^{4+} na estrutura.
Monossulfoaluminato de cálcio hidratado	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SO}_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_4\text{A} \cdot \text{SH}_{12}$ ou $\text{C}_4(\text{A},\text{F}) \cdot \text{S}_3\text{H}_{12}$	Forma-se a partir da etringita. O Fe^{3+} substitui o Al^{3+} quando formado do C_4AF .
Hidrotalcita	$[\text{Mg}_{0,75}\text{Al}_{0,25}(\text{OH})_2] \cdot (\text{CO}_3)_{0,125} \cdot (\text{H}_2\text{O})_{0,5}$	$[\text{Mg}_{0,75}\text{Al}_{0,25}(\text{OH})_2] \cdot \text{C}_{0,125}\text{H}_{0,5}$	Os íons Mg^{2+} são substituídos por Al^{3+} e Fe^{3+} e as cargas positivas são balanceadas por ânions, p. ex.: CO_3^{2-} . As moléculas de H_2O ocupam pontos interlamelares.

Obs.: S= SiO_2 ; C= CaO ; A= Al_2O_3 ; M= MgO ; S= SO_3

Fonte: Isaia e Cincotto (2011).

A hidratação do cimento Portland contempla um conjunto de reações simultâneas interdependentes de suas fases distintas, através das quais os grãos de cimento anidro são progressivamente dissolvidos, gerando uma estrutura que incorpora moléculas de água formando uma matriz cujas características são coesão e porosidade. A hidratação dos silicatos forma o C-S-H, o início da aglomeração é caracterizado pelo processo de formação de cristais de etringita, que são responsáveis pelo início de pega e pelo desenvolvimento da resistência inicial. A reação de hidratação é um processo exotérmico, ou seja, durante a reação com água, ocorre liberação de calor (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

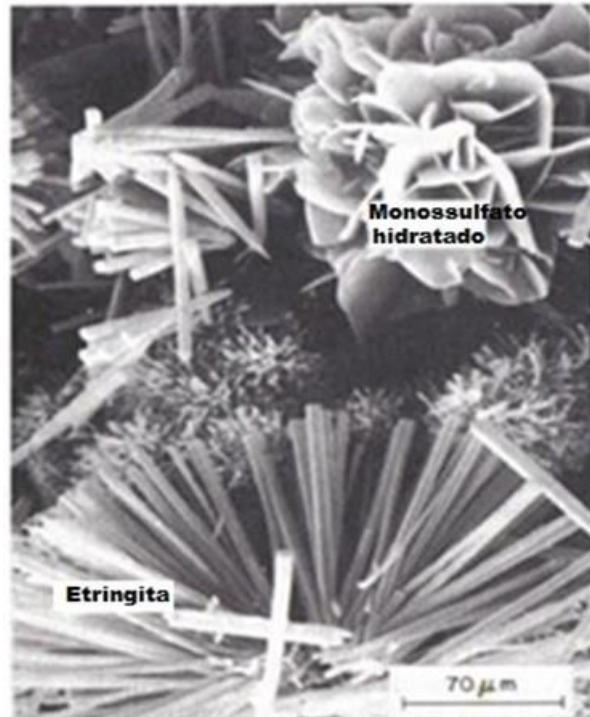
O hidróxido de cálcio é o composto que representa de 20% a 25% do volume de sólidos da pasta e é denominado de portlandita. Tem estrutura física formada de grandes cristais com morfologia característica de prismas hexagonais, sendo a resistência devido às forças de Van Der Waals, menor que no C-S-H pela menor superfície específica. Por ser solúvel, esse composto possui efeito nocivo em relação ao ataque de agentes agressivos, sendo um agente influenciador na durabilidade dos concretos. Possui estequiometria definida e morfologia variável de grandes prismas hexagonais a finos cristais. O tamanho dos cristais depende da quantidade de espaço disponível. A superfície específica é muito menor que a do C-S-H e não contribui muito para a resistência.

Os sulfoaluminatos de cálcio têm um percentual de 15% a 20% dos sólidos da pasta. Apresentam-se em cristais com formato de agulha, os quais eventualmente se transformam em monossulfato hidratado, cristais em placas hexagonais que tornam o concreto vulnerável ao ataque de sulfatos. A reação de C_3A com água ocorre muito rapidamente e libera muito calor. É adicionado gesso ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) ao cimento para controlar a hidratação do C_3A (KURTIS, 2012), e ainda, com o aumento do teor de alumina (C_4AF), há uma redução da temperatura de hidratação. O cimento não hidratado, mesmo após longo período de hidratação, apresenta alguns grãos maiores que permanecem parcialmente anidros, devido ao espaço limitado entre as partículas e os produtos hidratados. Ao se cristalizarem, nas proximidades das partículas em hidratação, formam uma espécie de película ao seu redor, impedindo o prosseguimento das reações.

Como forma ilustrativa, a Figura 2 seguinte mostra que os produtos de hidratação, provenientes de reações no estado sólido, formados dentro das partículas de cimento (produtos internos de hidratação), são mais compactos e

menos cristalinos que os cristais constituídos ao redor das partículas de cimento (produtos externos de hidratação). Desde que a resistência da pasta também derive das forças de Van Der Waals, quanto mais compactos e menos cristalinos forem os produtos de hidratação, mais elevada será sua resistência.

Figura 2. Morfologias típicas do monossulfato e etringita.



Fonte: Mehta e Monteiro (2008).

Concluindo essa lógica da hidratação, têm-se os silicatos de cálcio hidratados pouco cristalinos e uma segunda geração de cristais pequenos de etringita e de hidróxido de cálcio que começam a preencher os espaços criados na estrutura entre os cristais grandes de etringita e o hidróxido de cálcio formados anteriormente, o que ajuda a aumentar a densidade e, dessa forma, incrementar a resistência na zona de transição.

4.2. Argilas

Na crosta terrestre, os silicatos são os minerais mais abundantes. A classificação desses minerais em termos granulométricos pode ser considerada como: pedregulhos, areias, silte e argila (argilominerais). Os pedregulhos, a areia e o

silte são constituídos de minerais resistentes ao intemperismo (principalmente o quartzo), parcialmente intemperizados (feldspatos, micas e ferrosos) e fragmentos de rocha. Os ferrosos são a hematita, a magnetita, a limonita e a goetita (SANTOS e SANTOS, 1992). O termo argila é empregado em dois sentidos: granulometricamente e mineralogicamente. Granulometricamente é a fração mais fina dos sedimentos (diâmetro $< 2 \mu\text{m}$); e mineralogicamente é o grupo dos minerais que são silicatos hidratados de alumínio, nomeadamente filossilicatos. A palavra filossilicato deriva do grego *phylon*, que significa folha (WEAVER, 1989).

As argilas são formadas por substâncias orgânicas e inorgânicas, argilominerais, outros minerais não argilosos a exemplo dos hidróxidos de ferro e do alumínio, além de quartzo, mica, feldspatos, calcita, húmus e microrganismos. Essa fração é formada, principalmente, de argilominerais e adquire plasticidade em contato com a água. Mesmo assim, dois solos com a mesma granulometria e formas de partícula, bem como estruturas semelhantes, podem apresentar comportamento distinto, devido a diferença da composição mineralógica (WEAVER, 1989).

A argila é um material natural, terroso, de granulometria fina, que geralmente adquire, quando umedecido com água, certa plasticidade e rigidez depois de submetido a aquecimento adequado.

Santos e Santos (1992) dizem que os componentes argilominerais (a caulinita, a illita e a esmectita ou montmorilonita) são os principais minerais das argilas. Tais argilominerais, do ponto de vista químico, podem ser denominados silicatos de alumínio ou magnésio hidratados, podendo conter certos tipos de elementos como ferro, potássio, lítio e outros (todo argilomineral é uma argila, mas nem toda argila é um argilomineral). A seguir, encontram-se algumas classificações das argilas:

- (i) Argila vermelha: argila plástica com alto teor de ferro que resiste a temperaturas de até 1100°C , e funde em uma temperatura ainda maior;
- (ii) Argila natural: é uma argila que foi extraída e limpa, e que pode ser utilizada *in natura*, sem a necessidade de se adicionar outras substâncias;
- (iii) Argila para grés: argila de grão fino, plástica, sedimentária e refratária;
- (iv) Argila refratária: é a argila que adquire este nome em função de sua superior resistência ao calor;

- (v) Argila da China (*China clay*): argila primária, utilizada na fabricação de massas para porcelanas; e
- (vi) Argila de bola (*ball clay*): argila secundária muito plástica, de cor azulada ou negra, apresenta alto grau de contração tanto na secagem quanto na queima.

Entende-se por cerâmica vermelha todos os materiais com coloração avermelhada utilizados na construção civil (tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas). A cerâmica vermelha é um produto obtido de argilas e apresenta algumas características, como plasticidade, capacidade de absorver e ceder água, capacidade aglutinante, índice de trabalhabilidade, contração na secagem e queima. Ela é obtida por queima a altas temperaturas que lhe atribuem rigidez e resistência mediante a fusão de certos componentes da massa.

As argilas, de um modo geral, são utilizadas desde os primórdios, facilitando a vida da humanidade de forma muito enfática. Suas aplicações são notáveis e há uma diversidade de utilidades com seu uso, desde utensílios domésticos, adornos artísticos e, em uma escala bem considerada, à habitação da humanidade; desde o homem das cavernas até a atualidade. Com o uso das tecnologias, a argila tem se difundido como uma parcela significativa em produtos na vida do homem, segundo Gomes (1988), a argila é um dos materiais extraídos da terra que tem mais aplicabilidade e utilização como matéria prima, dista de 10.000 anos suas aplicações pela humanidade.

As argilas são objetos de estudo de várias áreas, como a da mineralogia, da agronomia, da química e da ciência dos materiais, por serem abundantemente uma matéria prima natural e abrangendo uma gama enorme de produtos. Elas são utilizadas como adsorventes em processos de clareamento na indústria têxtil e de alimentos, carreadora de medicamentos e de excipientes na indústria farmacêutica ou mesmo em processos de remediação de solos (BERGAYA; THENG; LAGALY, 2006; TEIXEIRA-NETO e TEIXEIRA-NETO, 2009). Compõe uma indústria de processos químicos, em que as matérias primas passam por uma sequência de processamentos, alterando, em cada etapa, suas características físicas e químicas, até a obtenção do produto final. Observadas as suas características ambientais, a indústria de cerâmica vermelha possui aspectos bastante positivos no que diz

respeito à abundância de matéria prima, à sua durabilidade, à possibilidade de reutilização ou de reciclagem ao final da vida útil e ao seu baixo conteúdo energético.

Exemplificando algumas dessas aplicações do seu uso, há um leque enumerável de produtos feitos de argila, desde o uso medicinal nas indústrias de cosméticos, automobilística, aeroespacial, petrolífera, de transformação, até o uso na construção civil etc. Para elucidar melhor, algumas aplicações da argila, segundo Pereira (2008) abaixo:

- (i) Cerâmica: no fabrico de cerâmica vermelha, branca, material refratário, devido a sua trabalhabilidade na forma plástica e por suas peças ficarem duras, térmica e mecanicamente resistentes;
- (ii) Papel: são utilizadas com cargas e coberturas, pois o papel precisa de argilas na sua composição para auxiliar nas propriedades de impressão, de reprodução, de correção de irregularidades da superfície, tirando deficiências, como agentes ligantes e enchimentos minerais;
- (iii) Na medicina: uso no fabrico de pomadas e cosméticos, como pastas e cremes para fins diversos, principalmente para usos dermatológicos;
- (iv) Metalúrgica: no uso de fundição de metais e pelotização de minérios de ferros; como aglomerantes de moldagens, proporcionando resistência mecânica nas moldagens de areia;
- (v) Borracha e plástico: utilizadas como cargas inertes, pois, quando incorporadas à borracha lhe confere propriedades mecânicas superiores às da borracha vulcanizada sem carga;
- (vi) Inseticidas: utilizadas como diluentes em sua composição;
- (vii) Óleos e derivados de petróleo: é utilizada como agente descorante de óleos, como catalisadores no craqueamento de petróleo na produção de gasolina; usada também no clareamento de óleos minerais, vegetais e animais, por ter um elevado poder de adsorção;
- (viii) Sondagem de petróleo: utilizado em fluidos para perfuração de petróleo como agentes tixotrópicos;

- (ix) Agricultura: como agente adsorvente de minerais livres no solo, pois são facilmente trocados por outros com maior carga de minerais para as plantas;
- (x) Arte: o uso de argila na arte é muito presente, pois tem maior plasticidade e ajuda a dar melhores formas e detalhes às peças de artes em argilas;
- (xi) Pigmentação: utilizado no fabrico de pigmentação de tintas;
- (xii) Química: extração de substâncias químicas para uso geral, como o sulfato de alumínio e outras substâncias; e
- (xiii) Indústria Cimenteira: como pozolanas calcinadas na composição dos cimentos.

4.3. Pozolana

Um material pozolânico é definido como um material silicioso ou sílico-aluminoso, sem valor cimentício direto, mas que, na presença de umidade, reage quimicamente com o hidróxido de cálcio (à temperatura ambiente), para formar compostos que possuem propriedades cimentantes (ASTM C618 *apud* SAID-MANSOUR, 2011).

Segundo a NBR 12653 (2015), materiais pozolânicos são materiais silicosos ou silicoaluminosos, que possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes. A NBR 12653 (2015) define as pozolanas naturais como materiais de origem vulcânica ou de origem sedimentar com teor de óxido de silício (SiO_2) maior que 65%, e as pozolanas artificiais como materiais resultantes de processos industriais ou provenientes de tratamento térmico, com atividade pozolânica, sendo esta atividade determinada pelo índice de atividade pozolânica com o cimento determinada de acordo com a NBR 5752 (2014), ou pela atividade pozolânica com a cal, de acordo com a NBR 5753 (2016).

A pozolana pode ser uma cinza resultante da combustão do carvão mineral utilizado em usinas termoelétricas. Também há possibilidade de se produzir pozolana artificial, queimando-se argilas ricas em silício a temperaturas próximas de 700°C. A adição de pozolana propicia ao cimento maior resistência a meios

agressivos, como esgotos, água do mar, solos sulfurosos e agregados reativos. Ela proporciona a diminuição do calor de hidratação, menor permeabilidade, segregação de agregados e proporciona maior trabalhabilidade e estabilidade de volume, tornando o cimento pozolânico adequado a aplicações que exigem baixo calor de hidratação, como concretagens de grandes volumes.

A norma brasileira NBR 12653 (2015) classifica os materiais pozolânicos em três grupos distintos, da seguinte forma:

- (i) Classe N: pozolanas naturais e artificiais, como certos materiais vulcânicos de caráter petrográfico ácido, terras diatomáceas e argilas calcinadas;
- (ii) Classe C: cinza volante proveniente de usinas termoeletricas; e
- (iii) Classe E: qualquer material que difere das classes anteriores.

Dentro dessa classificação, tem os parâmetros de exigências químicas e físicas apresentadas nas Tabelas 3 e 4 seguintes.

Tabela 3. Exigências químicas para as pozolanas segundo a NBR 12653 (2015).

Propriedades	Classes de material pozolânico		
	N	C	E
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	70,0	70,0	50,0
SO_3 (% máxima)	4,0	5,0	5,0
Teor de umidade (% máximo)	3,0	3,0	3,0
Perda ao fogo (% máximo)	10,0	6,0	6,0
Álcalis disponíveis em Na_2 (% máximo)	1,5	1,5	1,5

Tabela 4. Exigências físicas para as pozolanas segundo a NBR 12653 (2015).

Propriedades	Classes de mat. pozolânico		
	N	C	E
Material retido na peneira 45 μm , % máximo	34	34	34
Índice de atividade pozolânica:			
- com cimento aos 28 dias, em relação ao controle (% mín.)	90	90	90
- com a cal aos 7 dias, em relação ao controle (MPa)	6,0	6,0	6,0
Água requerida (% máximo)	115	110	110

Os materiais pozolânicos podem ser separados em naturais e artificiais, de acordo com o seu processo de formação. As pozolanas naturais são formadas independentemente da intervenção humana, sendo as mais comuns as cinzas vulcânicas, o tufo vulcânico, as zeólitas, a terra diatomácea e as argilas cruas. As pozolanas artificiais são materiais que sofreram algum processo de modificação, seja ele químico, térmico ou mecânico, e as mais comuns são: cinza volante, sílica ativa e argilas calcinadas (ZAMPIERI, 1989; GOBBO, 2009; LOPEZ, 2009). Entre os materiais pozolânicos artificiais, tem-se as argilas pozolânicas, as quais são produzidas utilizando uma argila natural e elevando-a a uma certa temperatura, até se tornar maior a sua amorficidade.

O desempenho dos materiais pozolânicos no cimento ou no concreto depende de alguns fatores, como a quantidade dos óxidos principais (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3), a taxa de amorficidade, o teor de fase vítrea e a granulometria (distribuição do tamanho de partículas e área específica) (SILVA, 2010; MITROVIC, JEVTIC e MILICIC, 2011).

O efeito pozolânico é a reação do hidróxido de cálcio com uma pozolana e água. Quando é adicionado ao cimento um material pozolânico, cujos óxidos SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 estão presentes em estado amorfo ou com sua estrutura cristalina fraca, em presença de água e à temperatura ambiente, estes óxidos reagem com o hidróxido de cálcio (produzido pela hidratação dos silicatos do cimento Portland), formando compostos que possuem propriedades aglomerantes.

De acordo com Mehta e Monteiro (2014), exceto para zeólitas, que desenvolvem suas propriedades cimentícias com a cal por mecanismo de troca de base, a reação pozolânica ocorre devido à reação entre a cal (básica) e os óxidos (ácidos) da pozolana, que são os maiores responsáveis pela melhora das características técnicas do concreto. A principal reação pozolânica envolve a formação de silicato de cálcio hidratado (C-S-H), similar ao produzido pela hidratação dos silicatos de cálcio do cimento Portland, como o C_3S .

O hidróxido de cálcio (CH), necessário à reação pozolânica, é gerado juntamente com o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), através das reações de hidratação do silicato tricálcico (C_3S), e silicato dicálcico (C_2S), presentes no cimento Portland. Segundo Neville (1997), Mehta e Monteiro (2014), o C-S-H não tem composição fixa e é responsável pela resistência do cimento, enquanto o CH influencia na durabilidade da pasta, principalmente quando sujeita a meios ácidos.

A reação pozolânica (Mehta e Monteiro, 2014) ocorre de forma lenta, assim como a taxa de desenvolvimento de resistência e o calor de hidratação associado a essa reação. Por outro lado, a hidratação do C_3S do cimento Portland é rápida e, portanto, a taxa de desenvolvimento da resistência e o calor de hidratação são altos.

De acordo com Massazza e Costa (1979), o clínquer e a pozolana apresentam processos de reação muito diferentes, cada um reagindo em distintos estágios da hidratação. A reação pozolânica tem início entre 7 e 15 dias após a mistura, quando a hidratação do cimento se apresenta já em estado avançado.

Em estudos térmicos das pozolanas, as reações e as modificações ocorrem nas mudanças de fases, modificações nas estruturas cristalinas e não-cristalinas, a Tabela 5 abaixo com seus sumários de cada reações e os devidos mecanismos formulares das reações modificadoras à medida que a temperatura é aumentada da argila caulinítica, da argila montmorilonita e da muscovita:

Tabela 5. Sumário das reações termiais, da argila caulinítica, da montmorilonita da muscovita nas três fases de temperaturas (baixa, média e alta).

Caulinítica	Temperatura baixa Estágio → 450-550°C	Temperatura média Metacaulim → 900°C	Fase tipo ⁽¹⁾	Temperatura alta 1000-1100°C	Mulita ⁽¹⁾
$Al_2Si_2O_5(OH)_4$	predesidroxilação	$Al_2Si_2O_7$	espinélio		$Al_6Si_2O_{13}$ Tipo 1:1
Montmorilonita Mulita ⁽¹⁾	Temperatura baixa → 150-250°C	Temperatura média → Montmorilonita → 700°C	Temperatura alta Montmorilonita 1000°C → 1150°C		
		Anidra Temperatura média → 750°C → Muscovita →	Desidroxilada → Temperatura alta 1050°C → Corundum	fase espinélio Tipo 2:1	
Muscovita	Temperatura baixa →			fase → 1250°C	
Tipo 2:1		Desidroxilada	Tipo espinélio		Al_2O_3 ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Com separação de sílicas e/ou outras fases.

⁽²⁾ Fórmula ideal: $M^{+}_{0,33n}H_2O.Mg_3(Si_{3,67}Al_{0,33})O_{10}(OH)_2$

Fonte: Adaptada de Brindley e Lemaitre (1987).

4.4. Processos de calcinação

A temperatura é fator determinante para se obter uma transformação de fases cristalinas e não-cristalinas de um argilomineral, para tanto se faz necessário a elevação da temperatura, como enfatizam Santos e Santos (1992), sendo esta usada de forma controlada em laboratórios a nível de pesquisa, bem como, com maior dificuldade nos fornos em escala industrial.

No processo de calcinação de argilas, com o objetivo de provocar uma ativação pozolânica, o mecanismo químico utilizado na atividade pozolânica, está diretamente ligado às alterações estruturais que ocorrem em função da variação de temperatura em determinada faixa escolhida. No processo de calcinação de uma argila caulinita, essa variação de temperatura está mencionada em uma faixa entre 500°C e 900°C, pois, Santos e Santos (1992) afirmam que, nessa faixa de temperatura, é onde ocorre a fase metacaulinita, com a alumina e a sílica encontradas em elevado grau de cristalinidade, o que favorece a vitrificação e melhora sua cominuição, tornando um material com maior superfície específica e, com isso, grande atividade química na reações de ativação pozolânica da massa pulverulenta.

Para endossar melhor essa ideia, os pesquisadores Yanguatin *et al.* (2019) demonstraram em seu trabalho que a calcinação de argilas afeta diretamente a atividade pozolânica já a 650°C. Em outro estudo, Jang *et al.* (2018) entendem que a calcinação de argilas de lodo de papel, usadas como pozolanas, tem sua atividade pozolânica excelente em temperatura de calcinação de 700°C, sendo melhores que alguns aditivos comerciais. Isso demonstra que as argilas adquirem maior pozolanicidade quando são calcinadas a temperaturas superiores a 650°C. Nessa mesma ideia da pozolanicidade, também em seus estudos, Alujas *et al.* (2015) detectaram que a maior reatividade pozolânica é atingida quando calcinada a 800°C, temperatura esta que melhor representa a interação entre a desordem estrutural da fração argila e sua superfície específica, diante da pozolanicidade em estudo.

4.5. Moagem

O objetivo da moagem é diminuir, o máximo possível, o tamanho das partículas das matérias primas envolvidas no processo e garantir a homogeneização da massa cerâmica dentro de uma distribuição granulométrica definida. A produção de pós, por meio de processos de moagem, tem a vantagem de não somente reduzir o tamanho de partícula, mas também conferir ao material uma maior reatividade química, maior área específica e amorfização devido aos intensos e repetidos esforços mecânicos sofridos pelas partículas (CORDEIRO, TOLEDO e FAIRBAIRN, 2009).

Um alto grau de moagem pode influenciar na reatividade entre os vários componentes durante a queima devido à maior área de contato superficial entre as partículas, e com isso contribuir na melhoria da resistência mecânica do material queimado. Na moagem das matérias primas, devem ser distinguidas diferentes etapas de redução, todas em função do seu tamanho médio de partículas, e pode ser feito a partir de: britadores, cujo objetivo básico é a ruptura de material em tamanhos compreendidos entre 5 cm e 1 cm; trituradores ou desagregadores, para tamanhos próximos ao milímetro, e moinhos até a distribuição granulométrica desejada. A dureza das matérias primas a moer passa a ser fator determinante na seleção do equipamento. Um dos equipamentos mais utilizados no processo de moagem é o moinho de bolas.

O moinho de bolas consiste em recipientes cilíndricos com carcaça metálica e que contém alojados em seu interior bolas de material duro e de tamanhos variados. Essas bolas podem ser constituídas por materiais, como seixos (quartzo) com densidade de 2,6 g/cm³, porcelana com densidade de 2,4 g/cm³ ou ainda alumina com densidade de 3,6 g/cm³. O material e a distribuição dessas bolas estão associados ao tipo de material que será moído. Geralmente, são usados três diâmetros diferentes de esferas, e pode-se, ainda, adotar o uso de um tipo de material ou a mistura de dois tipos, seixos e alumina, por exemplo. A quantidade do meio de moagem também influencia na eficiência e na otimização dessa etapa do processo e pode ser calculada pela Equação 4 abaixo:

$$Q = (V_u \cdot d \cdot p \cdot 0,60)/100 \quad (\text{Equação 4})$$

Em que:

Q = quantidade do meio de moagem (kg);

V_u = volume útil do moinho (l);

D = densidade do meio de moagem (g/cm³);

P = percentual de ocupação aparente do meio de moagem;

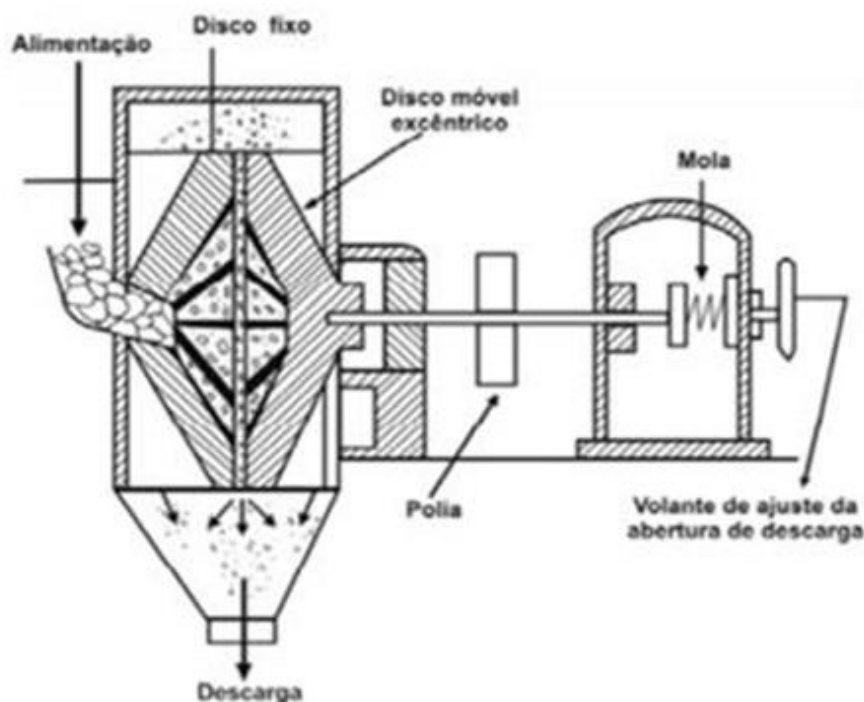
0,60 = fator que se considera para o volume ocupado por bolas, o restante são espaços vazios.

Os moinhos de bolas são dotados de movimento de rotação, fazendo com que as bolas se desloquem, produzindo a moagem por choque e atrito com o material a ser moído, porém este movimento precisa ser controlado pela velocidade

de rotação e deve ser de tal forma que o material não sofra moagem excessiva, nem deixe de moer. Uma boa condição é quando a aceleração centrífuga gira em torno de 60% da aceleração da gravidade, chamado de efeito cascata, em que as esferas rolam umas sobre as outras, atuando como máxima ação de moagem e tendo um desgaste mínimo das esferas. O valor ótimo da velocidade de moagem corresponde a valores próximos entre 50% a 70% da velocidade crítica.

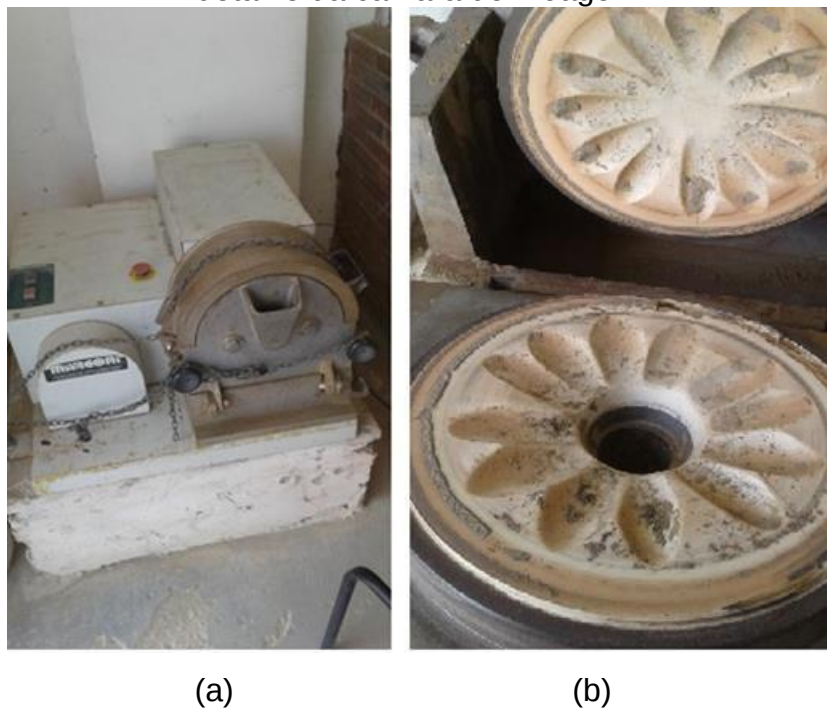
Outra alternativa disponível é o moinho de discos. Esse moinho tem dois discos com ressaltos internos, sendo um fixo e outro móvel dotado de movimento excêntrico, alimentado por amostras inseridas ao centro dos discos através da abertura central do disco fixo, e aí sofre o impacto e o atrito do disco móvel, que, com seu movimento excêntrico, vai fragmentando e forçando o material para a periferia, caindo em uma câmara coletora. A granulometria da descarga é dada pelo ajuste da abertura entre os discos na parte periférica. Esse tipo de moinho é empregado para pulverizar amostras, desde que a contaminação com ferro proveniente do desgaste dos discos não prejudique a sua utilização (FIGUEIRA, ALMEIDA e LUZ, 2004). A Figuras 3 e 4 fornecem uma noção da mecânica desse equipamento.

Figura 3. Mecânica interna de um moinho de discos.



Fonte: Notas de aulas Materiais cerâmicos (UFPB).

Figura 4. Moinho de discos da UFPB, Lab. Proc. Cerâmicos: (a) visão geral; (b) detalhe da câmara de moagem.



4.6. Influência da cominuição na pozolanicidade

A superfície específica dos materiais tem, em sua essência, um papel importante nas reações químicas e influencia diretamente na velocidade de reação dos reagentes e, no efeito pozolânico, não seria diferente, pois a finura da massa sólida da pozolana já tem como fator preponderante sua área de contato com o meio a se reagir, no caso o hidróxido de cálcio gerado pela hidratação do cimento Portland, a finura do produto aumenta de forma significativa com o tempo de cominuição até que os tamanhos das partículas atinjam tamanhos inferiores a um micrometro ($< 1 \mu\text{m}$), tornando as partículas um material colóide (GARCIA, LE BOLAY e FRANCES, 2003).

Uma moagem ultrafina permite à massa moída o aparecimento de cristais ultrafinos e uma elevada área específica, alta deformação, amorfização, gerando uma maior reatividade química (CABRAL, OGASAWARA e TAVARES, 2001). Comparando a cinza de bagaço de cana *in natura* com uma ultrafina, Cordeiro (2006) atestou o importante papel da moagem mecânica das partículas no sentido de conferir reatividade ao material. Para Flores (2010), o aumento da área específica das partículas, obtida por moagem, proporciona maior fixação da cal pelas pozolanas. A sílica em tamanhos nanométricos acelera o processo de hidratação e a

formação de silicatos hidratados de cálcio devido à elevada energia superficial em decorrência de sua área superficial.

Com isso, os minerais que possuem composição silicosa, quando cominuídos às frações na ordem dos micrometros e adicionados à pasta de cimento Portland, interagem com os produtos de hidratação do cimento de forma química e física e modificam sua microestrutura dando características bastante latentes. O efeito pozolânico em uma pasta de cimento ocorre, basicamente, na reação do hidróxido de cálcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, que é um produto gerado durante a hidratação do cimento na formação do C-S-H, que é o silicato de cálcio hidratado, formando uma reação, chamada de reação pozolânica.

Analisando o contexto por essa ótica científica, é de se crer que a cominuição em uma massa de pozolana, dentro de um limitado padrão energético de moagem, tem uma influência direta na reação química, uma vez que, quanto maior a superfície específica de uma reação, maior a área de contato com o meio reagente, e isso favorece diretamente a reação pozolânica (BORLINI *et al.*, 2006; MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Essa finura também tem um poder mecânico de significância notável nos efeitos físicos da massa, esta já hidratada e em processo de endurecimento, pois os vazios existentes no cimento hidratado absorvem de forma positiva a massa refinada de pozolana e demonstra muitas alterações físicas, tais como: aumento da densidade, diminuição dos vazios e, conseqüente, porosidade reduzida, fazendo com que a água livre tenha mais dificuldades para evaporar, melhorando a microestrutura envolvendo os agregados e a pasta de cimento que é a zona de transição. Pois de acordo com essa ótica científica, confirmada por Mehta e Monteiro (2008), entre outras vantagens da utilização de pozolanas em concretos com cimento Portland, proporciona o aumento da trabalhabilidade do material, o aumento da resistência à fissuração devido à redução da reação álcali-agregado, e uma maior impermeabilidade. Dessa forma, ao se tornar menos permeável, sua durabilidade tende a aumentar.

4.7. Argamassa de cimento

A argamassa de cimento Portland é a mistura homogênea de partes proporcionalmente predeterminadas de areia, cimento e água, com o objetivo de formar uma massa pastosa, de boa trabalhabilidade manual e com resistência mecânica com padrões normatizados. A capacidade de endurecer a curto prazo, ganhando resistência ao longo do tempo como forma de medir essa resistência é necessário a execução do ensaio de resistência do cimento à compressão. Também, pode-se afirmar que Argamassa é um material constituído pela mistura de aglomerantes, agregados miúdos e água, podendo também conter aditivos com a finalidade de melhorar suas propriedades, que, após tratamento de cura, endurece, trazendo propriedades e desempenhos específicos para cada tipo de argamassa.

As argamassas são utilizadas de forma muito ampla na indústria da construção civil, com diversas aplicações e utilidades, desde a confecção de pisos diversos, rebocos, chapiscos, assentamento de alvenaria, rejuntamento, assentamento de cerâmicas e porcelanatos, além de muitas outras finalidades. De um modo geral, as argamassas atendem as seguintes características:

- (i) Resistência mecânica;
- (ii) Impermeabilidade;
- (iii) Compacidade;
- (iv) Durabilidade;
- (v) Constância de volume; e
- (vi) Aderência.

As argamassas continuam sendo melhoradas e aprimoradas, tanto no desempenho como na aplicabilidade do dia-a-dia, o mundo acadêmico em suas pesquisas busca novas tecnologias para as argamassas e para os concretos. Entre esses estudos, tem-se o uso de pozolanas como forma de melhorar suas características. Como mostra o trabalho de Medeiros *et al.* (2015), a incorporação de adições minerais à composição do cimento propicia vantagens econômicas e ambientais e interfere também na microestrutura da matriz cimentícia hidratada, propiciando, na maioria das vezes, melhora na durabilidade das peças. Também Guedert (1989) concluiu que, quando se usa pozolana como adição nos cimentos

para argamassas e para os concretos, conferem-lhes características melhoradas, como:

(i) Menor calor de hidratação, pela compensação térmica das reações exotérmicas com as reações atérmicas das pozolanas;

(ii) Melhor resistência ao ataque por ácidos, pelo efeito da estabilização básica do hidróxido de cálcio e o aparecimento do C-S-H com uma relação menor entre o óxido de cálcio e o dióxido de silício de menor basicidade; e

(iii) Maior durabilidade, devido à diminuição dos poros da pasta hidratada, desfavorecendo o acesso dos agentes externos nocivos, como cloretos e sulfatos, e ainda, diminui a reação álcale-agregado.

Ainda, observando o arcabouço acadêmico sobre as argamassas, além dos citados acima, existem diversos trabalhos que versam sobre trabalhabilidade, sobre reologia das argamassas, a exemplo do que diz Soares (2013), no sentido de que a adição de pozolanas, na argamassa de cimento Portland com menor massa específica, aumenta por si só a quantidade de finos dentro da matriz cimentícia e influencia na melhora do aspecto reológico da mistura. Isso se deve ao fato de as pozolanas possuírem partículas menores, reduzindo, assim, o tamanho e o volume dos vazios. Outrossim, conclui Rocha (2005), citando vantagens do uso da pozolana nas argamassas e concretos, uma delas é o melhoramento da trabalhabilidade do concreto, propiciando compactação e bombeamento melhores.

4.8. Delineamento do trabalho

Delineando-se pela revisão bibliográfica acima, mais precisamente nos trabalhos citados neste tópico, é perceptível, em um primeiro momento, que há uma considerável preocupação no mundo acadêmico quanto ao estudo das pozolanas, porém encontrou-se na literatura uma quantidade menor de trabalhos que buscam a influência térmica direta na formatação de uma pozolana, busca-se, pois, também, com este trabalho, a ideia de trazer soluções ou mitigação de problemas que visem a contribuir com o meio acadêmico e o social com um potencial de inovação, pois seria de suma importância se chegar a um resultado inovador e economicamente

viável, que buscasse aprimoramentos tecnológicos e desenvolvimento através deste estudo para o estado da Paraíba.

Nesta abordagem teórica, pretendeu-se esclarecer a ideia científica do trabalho, buscando conceitos aceitos e publicados no mundo acadêmico como base para um trabalho costurado por definições sólidas e inovadoras, buscando sempre deixar evidentes os objetivos aos quais se pretende chegar e sua base fundamentadora para esse fim, afinando-o ao que já foi feito por outros autores e contribuindo com o meio científico com estudos que mostrem o uso de materiais menos danosos ao meio ambiente e ecologicamente viável para uso como materiais de construção.

5. METODOLOGIA E MATERIAIS

A metodologia desta pesquisa empregou técnicas baseadas em operações usuais da ciência dos materiais e foi norteadas pelo arcabouço de Normas Técnicas e procedimentos operacionais científicos de notória aplicação no meio.

Para tanto, foi necessário colher a argila no seu estado natural e fazer as devidas preparações das amostras e desenvolver os ensaios de caracterização físicas e químicas por meio de DRX, FRX, TG e DTA.

Após a preparação das amostras e dos ensaios operacionais, tais como: preparação da areia graduada, segundo a ABNT - NBR 7214 (2015), e preparação dos moldes padrão de 5 x 10 cm, confeccionou-se os corpos de prova com suas respectivas composições, substituindo parte do cimento Portland por pozolana.

Para auxiliar no cálculo estatísticos das médias dos resultados das resistências à compressão simples de argamassa, usamos uma ferramenta auxiliar chamada de teste Tukey nos resultados.

5.1. Dos materiais

Para confecção dos corpos de provas de argamassas de cimento Portland com adição de pozolana e com o uso da cal para IAP, fez-se necessário adquirir no comércio local os seguintes materiais: agregado miúdo, cimento Portland e cal. Suas características estão descritas a seguir:

- (i) A argila foi oriunda das margens do Rio Paraíba, no município de Santa Rita/PB, e foi preparada conforme procedimentos no subtópico 5.3;
- (ii) O agregado miúdo foi oriundo de jazida do leito do Rio Paraíba, no município de Cruz do Espírito Santo, material este colhido através de dragagem por sucção, proferindo, assim, uma característica de agregado miúdo “lavado” sem a presença de boa parte dos materiais finos e de impurezas orgânicas, passado na peneira número 4, com abertura de 4,8 mm para retirada de pedregulos e seco em estufa por 24 h a 105°C, tendo uma massa específica real de 2,61 g/cm³ feita pelo método da NBR 9776 (2009), e caracterizado como areia média, com

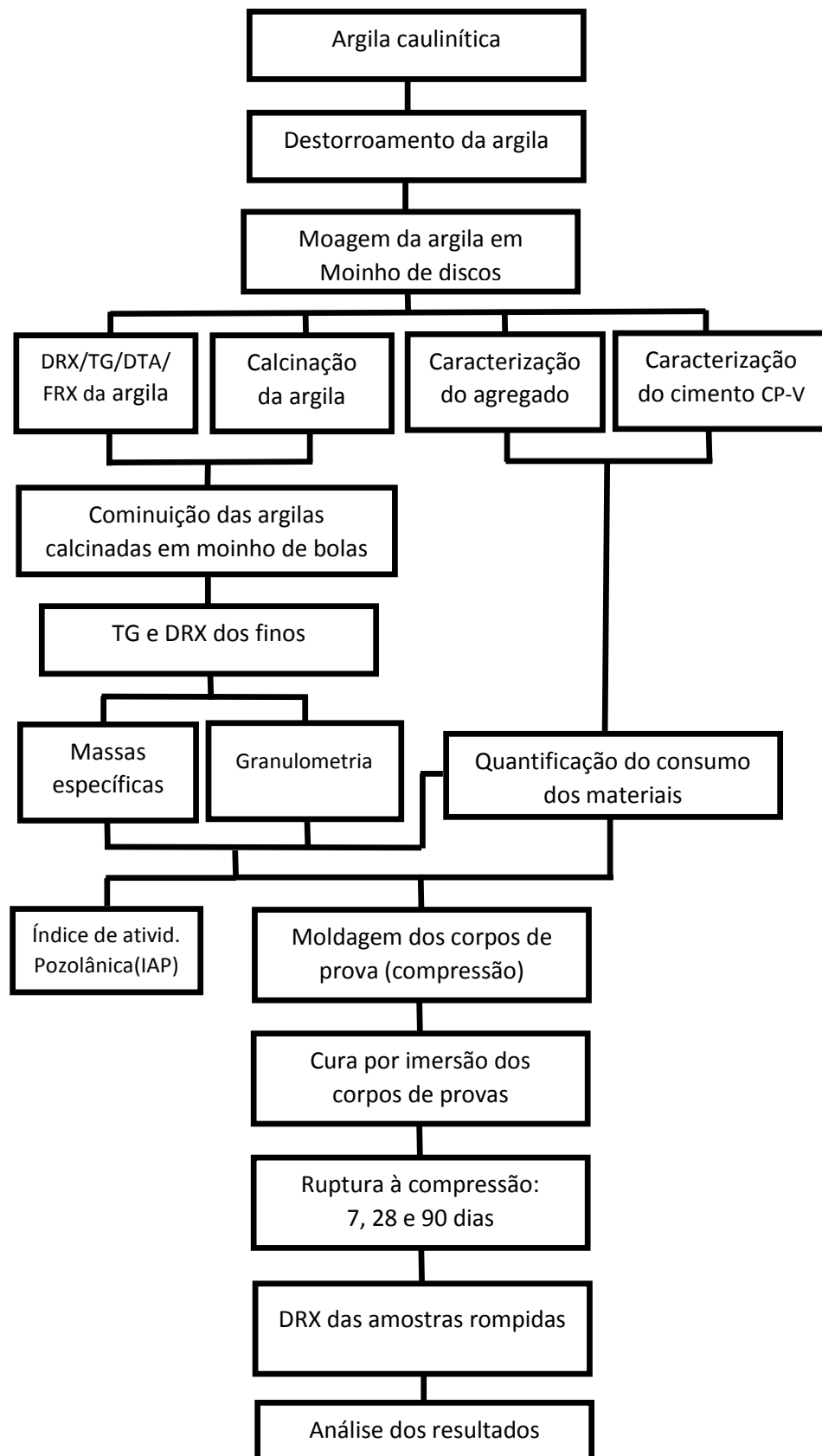
diâmetro médio de 2,4mm e módulo de finura de 3,31, determinados pela NBR NM 248 (2003);

- (iii) O cimento Portland utilizado foi o CP V – ARI MAX (Alta Resistência Inicial) Nacional, de fabricação da cimenteira Brennand Cimentos; com massa específica de 3,10 g/cm³, feita pelo método do frasco de Le Chatelier (NBR 16605, 2017); e
- (iv) A cal usada como hidróxido de cálcio para os ensaios de Índice de Atividade Pozolânica foi a da marca Carbomil Super Leve, fabricada pela empresa Carbomil Química SA, com massa específica foi de $\rho_{cal} = 2,21$ g/cm³, uma finura com retenção na peneira de 0,325 mm menor ou igual a 1,5% e a massa aparente de $\rho_{ca} = 0,60$ g/cm³;

5.2. Fluxograma da pesquisa experimental

Para nortear os rumos da pesquisa e os trabalhos a serem realizados foi adotado o fluxograma do processo operacional constante na Figura 5 seguinte.

Figura 5. Fluxograma operacional da pesquisa.



5.3. Preparação da argila caulinitica *in natura*

A amostra foi coletada em seu estado natural, conforme as normas NBR 9604 (2016) e a NBR 6457 (2016), e seca ao ar livre, a fim de melhorar a trabalhabilidade e a operacionalização no moinho de discos.

5.4. Destorroamento da argila

Para diminuir o tamanho dos torrões de argilas secos, procedeu-se o destorroamento (Figura 6), melhorando o seu manuseio em laboratório, deixando essa argila com um diâmetro médio de aproximadamente 10 mm para passagem na abertura do moinho de discos.

Figura 6. Destorroamento da argila *in natura*.



5.5. Cominuição da argila no moinho de discos

Essa cominuição foi feita com o objetivo de aumentar a superfície específica da argila crua, aumentando assim a área de contato com a atmosfera do forno em cada temperatura de queima especificada, para garantir maior homogeneidade de queima. Para tanto, foi necessária a utilização do moinho de discos do Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal da Paraíba.

Depois da moagem, obteve-se uma massa pulverulenta com uma granulometria interessante para queima (Figura 7).

Figura 7. Textura da argila moída para calcinação.



5.6. Calcinação da argila

A calcinação da argila foi feita em forno elétrico da marca Linn Elektro Term 380 Volts do Labeme (UFPB), com variação de temperatura de 25°C a 1500°C e com rampa de aquecimento programada na razão de 45°C/min. O controle de estabilidade da temperatura se deu através de um termopar acoplado a um multímetro de medição, a fim de garantir a real temperatura da amostra, já que a extremidade de medição ficava imersa na massa de argila em processo de calcinação.

A calcinação se deu sobre duas telhas cerâmica tipo canal, espalhando-se em torno de 1.250 g de argila moída em cada telha-recipientes de forma uniforme, e acomodou-se dentro do forno em um mesmo nível a fim de se garantir as mesmas condições de contato com a atmosfera do forno. Após o acionamento do forno, com as referidas temperaturas de queima e rampa de aquecimento, esperou-se a estabilização da temperatura desejada, corrigindo essa temperatura com o uso de termopar, sempre com o objetivo de verificar se a temperatura indicada no forno correspondia à temperatura do termopar. Foram constatadas medidas de temperaturas com diferenças, variando de 3°C a 10°C entre a atmosfera do forno e a medida pelo termopar do interior da amostra. Após a estabilização da temperatura pretendida, deixava-se a argila calcinando por um período de aproximadamente 2 horas (Figura 8 e Figura 9).

Figura 8. Disposição das telhas no forno.



Figura 9. Temperaturas aferidas: (a) no forno e (b) no termopar.



Depois de calcinação, a argila obteve uma coloração avermelhada devido à presença de ferro no material. A calcinação causou a saída da matéria orgânica presente na massa acinzentada crua, conforme Figura 10, que mostra uma amostra calcinada a 800°C.

Figura 10. Amostra calcinada no forno a 800°C.



5.7. Moagem da argila calcinada

Após a calcinação, a argila calcinada foi novamente cominuída, dessa vez, com o objetivo de obter uma finura maior, a fim de proporcionar uma maior superfície específica da amostra. Para tanto, foi utilizado um moinho de bolas de aço, o qual tem maior energia de cominuição e fratura das partículas. A moagem se deu com a carga máxima de bolas de 66,4 quilogramas, e adotou-se um total 8.500 ciclos. Esse número foi determinado a partir de moagens anteriores de 5.000, 6.500 e 8.500 ciclos e acompanhando-se a granulometria a laser para medir os grãos da amostra, a fim de atender os requisitos de finura que foi 100% da amostra passante na peneira de abertura 0,074 mm.

O moinho utilizado foi o Moinho de Bolas do laboratório LABEME da UFPB, conforme Figura 11, com as seguintes características: moinho de bolas tipo Sonnex, da marca Pavitest, potência de 1.125 W, 380 V e carga máxima de bolas em um total de 66,40 quilogramas.

Figura 11. Moinho de bolas do Labeme da UFPB.



A moagem se deu da seguinte forma; com a câmara de moagem e as esferas limpas e secas por 24 horas ao ar livre (Figura 12), a fim de garantir a ausência de humidade significativa para a moagem, inseriu-se uma quantidade de aproximadamente 2.500 quilogramas de argila calcinada na câmara, iniciou-se a moagem com o contador de ciclos em 8.500, momento em que o moinho parava, devido à conclusão do número de ciclos. Retirou-se a amostra do moinho, acondicionando-a em frascos fechados e devidamente identificados. E assim foi procedido para as outras 5 amostras de temperaturas diferentes.

Figura 12. Carga de bolas de aço do moinho de bolas do Labeme da UFPB.



5.8. Caracterização da argila calcinada

A argila *in natura*, todas as cinco argilas calcinadas e as argamassas após cada rompimento nas suas respectivas datas de tempo de cura, fez-se necessário colher amostras para os ensaios de difratometria de raios X, para análise microestrutural dos argilominerais presentes na argila natural (crua) e nas argilas calcinadas nas distintas faixas de temperaturas. Com isso, verificou-se a constatação das fases da hidratação do cimento nas datas de 07, 28 e 90 dias de cura, com a presença da fase vítrea e da região amorfa presente nas misturas. Para tanto, fez-se necessário a trituração das referidas amostras. Para tanto, fez-se necessário a trituração das referidas amostras, macerando-as em almofariz até a passagem de aproximadamente 2 g na malha # 200 (0,074 mm) para cada pastilha a ensaiar no difratômetro, usando as técnicas de moldagens das pastilhas do difratômetro. Da mesma forma se procedeu para a FRX, termogravimetria e DTA.

5.8.1. Amostra para o difratômetro (DRX)

A difratometria de raios X é uma técnica de caracterização dos materiais em sua microestrutura cristalina e da composição argilomineral, que tem como princípio básico a interação do vetor campo elétrico da radiação X com os elétrons da matéria que a radiação atravessa, resultando em espalhamento. Quando os raios X são espalhados pela rede cristalina, ocorre a interferência entre os raios espalhados (tanto construtiva como destrutiva), porque as distâncias entre os centros espalhadores são de mesma ordem de grandeza que o comprimento de onda da radiação. O resultado desse fenômeno é a difração que obedece a lei de Bragg. Segundo a lei de Bragg, as condições, para que haja interferências construtivas do feixe de raios X no ângulo θ , devem satisfazer a equação $n\lambda = 2d\sin\theta$, em que: n é um número inteiro, d é a distância interplanar e θ é o ângulo de incidência. Os corpos de prova foram moldados com cerca de 0,8 g para formação de pastilhas com aproximadamente 0,3 cm de altura e 0,7 cm de diâmetro.

Os ensaios de DRX foram realizados na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), em equipamento XRD-6000 da Shimadzu, e atenderam as seguintes condições: radiação $K\alpha$ do Cu, com comprimento de onda de 1,5418 Å, filtro monocromador, e ainda o processo foi feito usando corrente de 30 mA, tensão

de 40 kV, fendas 1,1 e 0,2 e ângulo variando entre 5° até 60°, no modo contínuo com passo de 0,02° e velocidade do goniômetro de 2°/min. As identificações foram feitas pelo programa X'pert HighScore Plus 3.0.

5.8.2. Amostra para termogravimetria (TG) e análise termodiferencial (DTA)

Para entender a decomposição mineralógica do material em função da temperatura e da perda de massa ao longo de uma rampa de aquecimento, fez-se necessário a técnica de termogravimetria, na qual a mudança da massa de uma substância é medida em função da temperatura enquanto esta é submetida a uma programação controlada. O aquecimento do material ocorre em velocidade constante, e o registro das variações de massa ocorre a partir de uma microbalança em função da temperatura. Assim como, para se ter ideia da temperatura inicial dos processos térmicos e qualitativamente, fez-se necessário caracterizá-los como endotérmico e exotérmico, reversível ou irreversível, transição de primeira ordem ou de segunda ordem.

O equipamento utilizado, para se obter as curvas termogravimétricas, foi o DTG-60H Shimadzu, utilizando razão de aquecimento de 12,5°C/min. A amostra foi aquecida até 1000°C, e a atmosfera de ar controlada com vazão de 50 ml/min; e o utilizado para se obter as curvas de DTA foi o RB3000 da BP Engenharia, usando uma razão de aquecimento de 12,5°C/min e atmosfera de ar com vazão de 50 ml/min.

Os ensaios de TG e DTA foram realizados na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

5.8.3 Fluorescência de raios X (FRX)

Para entender a composição química da argila, fez-se necessário o ensaio de fluorescência de raios X (FRX) por energia dispersiva em um equipamento modelo EDX-720, com atmosfera a vácuo. Os espectros de fluorescência de raios X foram obtidos utilizando-se uma pastilha de amostra de 10 mm seca em estufa para realização do ensaio, com uma tensão de 50 kV e 54 mA, e a geração de raios X foi feita por um tubo com alvo de Rh. O ensaio foi realizado na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

5.9. Massas específicas

Para a determinação das massas específicas dos materiais empregados, foram usados os seguintes métodos:

- (i) Massa específica do agregado miúdo: foi feita pelo método do frasco de Chapmam, conforme NBR 9776 (2009), utilizando 3 amostras de 500 g vertidas no referido frasco em sua marca da leitura inicial de 200 ml e fazendo a leitura final, aplicando na fórmula $\varrho = (500 \text{ g}) / (L_f - L_i)$, e, então, realizando uma média dos resultados obtidos, onde ϱ é a massa específica; L_i é a leitura inicial (200ml) e L_f a leitura final;
- (ii) Massa específica do cimento Portland foi feita pelo método do frasco de Le Chatelier, para se conferir com a fornecida pelo fabricante nas informações técnicas e o ensaio pela norma NBR 16605 (2017), onde pesou-se 60 g de cimento e verteu-o no frasco com querosene, fazendo as devidas leituras e aplicando na fórmula $\varrho = (60 \text{ g}) / (L_f - L_0)$, também o resultado foi obtido a partir da média de 3 ensaios;
- (iii) Massa específica da cal hidratada: pelo método do frasco de Le Chatelier conforme descrito para o ensaio de cimento na NBR 16605 (2017); e
- (iv) Massa específica das pozolanas: foi feito pelo método do picnômetro com o uso de bomba de vácuo, conforme NBR 6458 (2016). Feitas as devidas pesagens sequenciais descrita na norma, aplicou-se os resultados de acordo com a fórmula $\gamma_p = (P_2 - P_1) / (P_4 - P_1) - (P_3 - P_2)$, onde γ_p é a massa específica real da pozolana, e a sequência P são os pesos conforme explicitado na norma.

Para o ensaio do Índice de Atividade Pozolânica, exige-se a areia padrão graduada conforme NBR 7214 (2015), e foram extraídas as frações da referida areia graduada desse mesmo agregado miúdo conforme Tabela 6 seguinte.

Tabela 6. Faixa granulométrica da areia.

Material retido entre as peneiras de abertura nominal:	Denominação
2,40 mm e 1,20 mm	Grossa
1,20 mm e 0,60 mm	Média grossa
0,60 mm e 0,30 mm	Média fina
0,30 mm e 0,15 mm	Fina

Fonte: NBR 7214 (2015).

5.10. Índice de atividade pozolânica

Para avaliar a qualidade dos materiais, possivelmente pozolânicos, é necessário o ensaio para determinar se há reação ou não entre o material em análise e a cal, formando o produto hidratado C-S-H. Esta reação é denominada de atividade pozolânica (MEHTA e MONTEIRO, 2014). O Índice de Atividade Pozolânica com uso da cal, conforme NBR 5751 (2015), classifica uma massa calcinada e moída como material pozolânico quando ela apresenta resistência à compressão igual ou superior a 6,0 MPa, usando os materiais normatizados e obedecendo o tempo de cura estabelecido no item 4.2 da referida norma. Fez-se o ensaio com o uso da cal na quantidade descrita na Tabela 7 abaixo, moldados os corpos de provas e feita uma cura à quente, em estufa, por 7 dias, a uma temperatura controlada de aproximadamente $55^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Tabela 7. Quantitativo de material para o IAP, conforme NBR 5751.

Material para o IAP – NBR 5751	Quantidade de material
Hidróxido de cálcio	104 g
Areia normal	234 g de cada uma das quatro frações
Material pozolânico	$M_{\text{poz}} = 2 \times (\delta_{\text{poz}} / \delta_{\text{cal}}) \times 104$, em gramas (g)

Fonte: NBR 5751 (2015).

Nota: δ_{poz} e δ_{cal} são, respectivamente, os valores das massas específicas do material pozolânico e da cal hidratada, determinados com a ABNT NBR NM 23.

5.11. Moldagens dos corpos de provas de cimento

Os corpos de provas foram confeccionados seguindo os critérios descritos na NBR NM (2012), como preparação da amostra, moldagem, adensamentos, capeamento e cura. O método compreende a determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. A argamassa é preparada por meio de um misturador mecânico e compactada manualmente em um molde por um procedimento normalizado.

Primeiramente, foi feita a caracterização física dos materiais envolvidos na confecção dos corpos de provas para resistência mecânica: as massas específicas das pozolanas, do cimento, do hidróxido de cálcio, do agregado miúdo; a granulometria a laser das pozolanas, a granulometria mecânica dos agregado miúdo, a fim de ter os dados desses materiais para compor as misturas e o consumo de material, bem como avaliar dentro das faixas de especificidades o uso dessas composições com as seguintes variáveis a se quantificar: temperaturas de 600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 1000°C, dosagens de substituição com 10%, 20% e 30% mais uma referência (0%) numa mistura proporcional de 1 parte de cimento para 4 partes de areia média, datas de curas para rompimento aos 7 dias, 28 dias e 90 dias; e uma quantidade de 6 amostras por cada composição e datas, perfazendo um total de 288 corpos de provas de argamassa (Tabela 8).

Tabela 8. Quantitativo dos corpos de provas (mistura 1:4).

Temperatura de calcinação 600°C				Temperatura de calcinação 700°C			
Cura	com 10%	com 20%	com 30%	Cura	com 10%	com 20%	com 30%
7 dias	6	6	6	7 dias	6	6	6
28 dias	6	6	6	28 dias	6	6	6
90 dias	6	6	6	90 dias	6	6	6
Total	18	18	18	Total	18	18	18
Temperatura de calcinação 800°C				Temperatura de calcinação 900°C			
Cura	com 10%	com 20%	com 30%	Cura	com 10%	com 20%	com 30%
7 dias	6	6	6	7 dias	6	6	6
28 dias	6	6	6	28 dias	6	6	6
90 dias	6	6	6	90 dias	6	6	6
Total	18	18	18	Total	18	18	18
Temperatura de calcinação 1000°C				Referência com 0% de adição			
Cura	com 10%	com 20%	com 30%	Cura	Referência		
7 dias	6	6	6	7 dias	6		
28 dias	6	6	6	28 dias	6		
90 dias	6	6	6	90 dias	6		
Total	18	18	18	Total	18		
Somatório (16x18) total			288	Unidades de corpos de prova			

Calculados os quantitativos dos materiais, procedeu-se a moldagem dos corpos de prova de argamassa de cimento Portland, usando molde cilíndrico de 5x10 cm, com soquete normal e números de golpes de 30 golpes em cada uma das 4 camadas uniformes. O rompimento à compressão simples foi feito no laboratório LABEME da Universidade Federal da Paraíba, na prensa manual hidráulica para ruptura de corpos de prova de concreto, modelo PCM 20 T de fabricação da L&R Equipamentos Tecnológicos.

5.12. Tratamento estatístico Tukey

Para melhor entender o comportamento do conjunto das amostras, bem como a correlação entre as médias representativas dessa pesquisa, utilizou-se a ferramenta de tratamento estatísticos teste Tukey, comparando as médias duas a duas. Conforme Costa Neto (1977), o teste Tukey faz as comparações múltiplas entre amostras de tamanhos iguais, pois utiliza valores críticos da amplitude *studentizada*, isto é, faz uma associação de semelhanças entre o módulo numérico de cada média.

Desse modo, o tratamento Tukey aplicado utilizou as 15 combinações de médias possíveis e suas variações, quanto às datas de cura, quanto às temperaturas de calcinação das argilas, e quanto aos seus percentuais de substituição, tudo em função da resistência à compressão simples. O tratamento Tukey também foi empregado para avaliar a resistência das pozolanas na determinação do índice de atividade pozolânica.

6. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Seguiu-se os objetivos específicos desta dissertação para que os resultados obtidos na parte experimental representem, o mais próximo possível, a realidade do estudo.

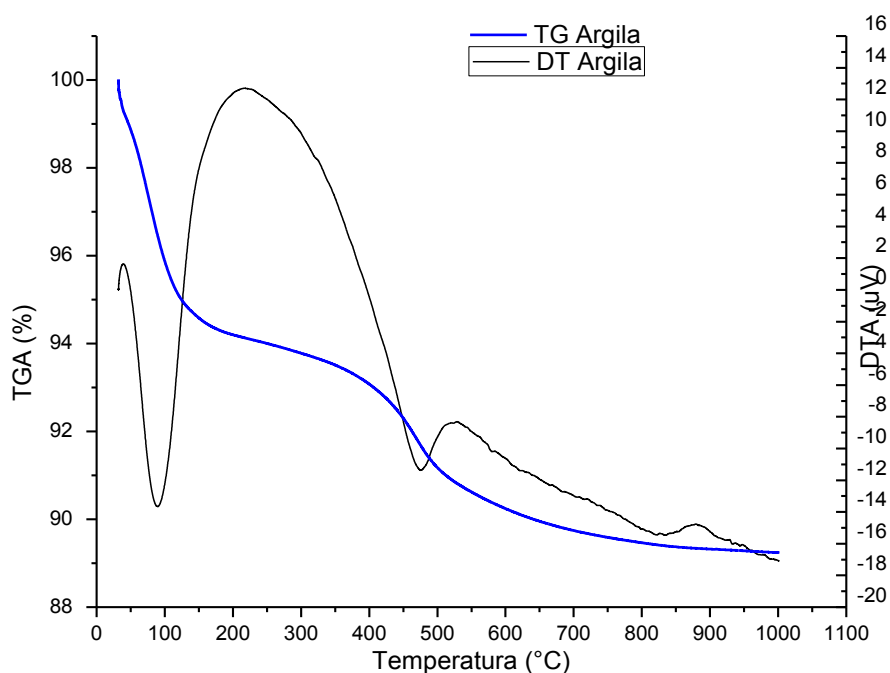
6.1. Caracterização microestrutural

Foram realizados ensaios de análise térmica e DRX da argila natural e das argilas calcinadas nas diferentes temperaturas, a fim de determinar o comportamento da argila natural na presença de temperaturas e verificar sua vitrificação, bem como a fluorescência de raios X (FRX) da argila natural.

6.1.1 Análise térmica da argila *in natura* e pozolanas

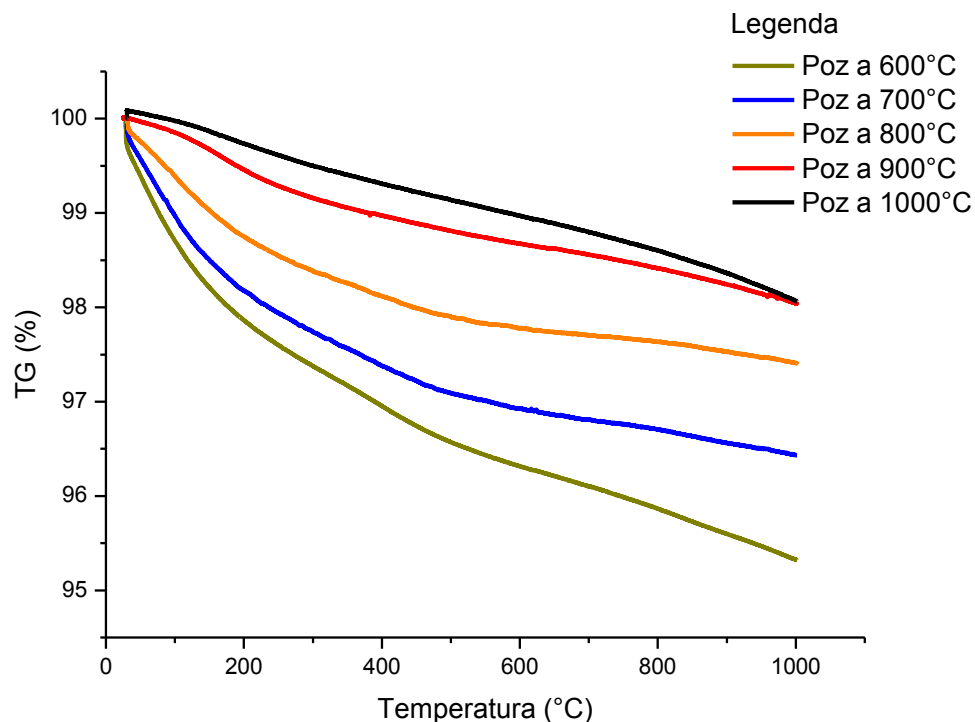
A variação de massa, em função da temperatura da amostra, permite tirar-se conclusões a respeito da composição da amostra, sobre a estabilidade térmica do material sobre a estabilidade dos compostos intermediários, bem como sobre os resíduos e impurezas presentes. Na termogravimetria dessa argila, houve uma perda de massa, ao final do aquecimento a uma temperatura de 1000°C, de aproximadamente 10,5%, em que se observa os pontos de mudanças mostrados na Figura 13 seguinte. De forma geral, as amostras apresentaram picos endotérmicos entre 50°C e 160°C, possivelmente relacionados à eliminação da água livre presente nas amostras; picos exotérmicos entre 160°C e 240°C associados provavelmente à matéria orgânica, e, entre os patamares de 400°C a 500°C, mais um pico endotérmico, em que ocorreu a desidroxilação da caulinita transformando-a em metacaulinita.

Figura 13. Análise térmica da argila.



Também foi realizada a análise termogravimétrica das 5 argilas calcinadas para verificar o que ocorreu após sua calcinação, conforme mostrado na Figura 14 seguinte. Percebe-se que as argilas calcinadas a 900°C e a 1000°C foram as que menos perderam massa, apenas 1,5% cada uma, isso se deve ao processo já sofrido da calcinação nas suas respectivas temperaturas. Já as outras argilas calcinadas nas temperaturas de 600°C, 700°C e 800°C perderam 4,5%, 3,5% e 2,3%, respectivamente. Isso se deve à continuidade de perdas de suas massas, em função de a temperatura da análise termogravimétrica subir até o patamar de 1000°C, e estas 3 últimas já tinham sido calcinadas até o limite de suas temperaturas de calcinação (600°C, 700°C e 800°C), portanto entende-se, devido a esse comportamento, que ficaram alguns resíduos e impurezas presentes nas amostras, bem como a continuidade do processo de calcinação.

Figura 14. Curvas da TG das argilas calcinadas nas 5 temperaturas.



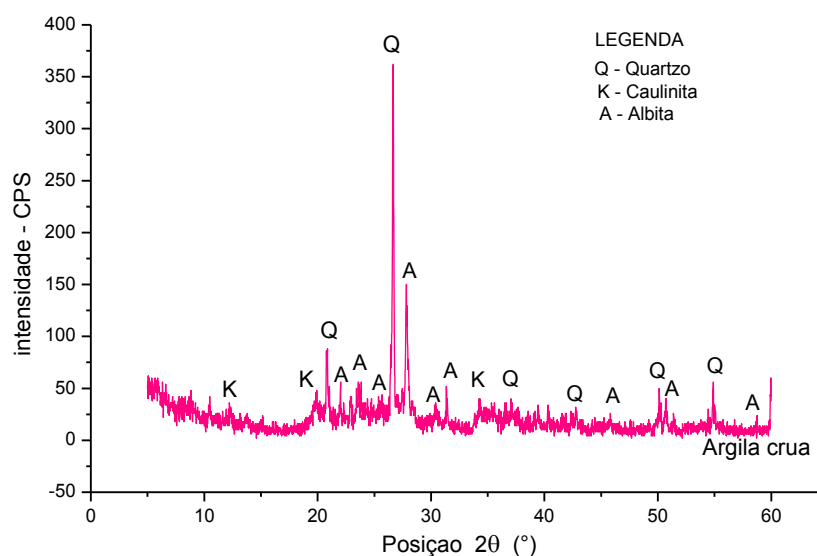
Percebe-se que as massas calcinadas no ensaio de TG tiveram uma relativa baixa perda de massa, uma vez que todo esse material já passou pelo forno de calcinação, e, em tese, já ocorreram as devidas perdas ao fogo. Conforme Cordeiro, (2009), a perda ao fogo de uma pozzolana diminui muito à medida que a sua temperatura de calcinação aumenta, o que ocorre nas maiores temperaturas de 900°C e de 1000°C, expressadas na curva acima, Figura 14. Seguindo esse mesmo raciocínio, Malhotra e Mehta (1996) afirmam que uma cinza pozzolânica deve apresentar perda ao fogo de no máximo 6%, em consonância na NBR 12653 (2015) que estabelece os critérios de classificação de pozzolanas. A maior perda foi 3,5% para a pozzolana calcinada na temperatura de 600°C, que favorece todas as pozzolanas a estarem acobertadas pela norma nesse quesito.

6.1.2. Difractometria de raios X (DRX) da argila *in natura*

Com a análise do difratômetro da argila *in natura* (Figura 15), ficou bastante evidente que essa argila é composta basicamente de três minerais com maiores intensidades de pico: quartzo (Q) nas posições 2θ igual a 21° e 2θ igual a 26°,

representando a característica maior de uma argila, que é a abundante presença de sílica; logo em seguida, na intensidade de picos, tem-se a albita (A) com seu maior pico na posição 2θ próximo de 28° , sendo o segundo elemento de maior intensidade. Aparece também, a caulinita (K) vista na difratometria em 2θ nas posições de 12° , 20° e 34° , em uma calcinação entre 500°C e 800°C de argila por 60 minutos.

Figura 15. Difratometria de raios X da argila *in natura*.



6.1.3. Composição química por fluorescência de raios X (FRX) da argila *in natura*

Os teores de óxidos obtidos por FRX estão dispostos na Tabela 9 em que apresenta a composição química das amostras analisadas. Observa-se uma composição típica de argila vermelha, com predominância de SiO_2 , Al_2O_3 e a presença de Fe_2O_3 (SANTOS e SANTOS, 1992) típica de argilas vermelhas. Nota-se que os 3 óxidos principais (silício, alumínio e ferro) dessa argila somam juntos 80,14% do total da massa analisada; é claro que a presença do silício e a do alumínio é bem maior que a dos demais óxidos, sendo o óxido de silício o maior deles com um percentual 2,42 vezes maior do que o óxido de alumínio. A presença de óxido de ferro na argila proporciona uma coloração avermelhada após a queima. Os seguintes óxidos ZrO_2 , SrO , Cr_2O_3 , Rb_2O , ZnO e Y_2O_3 foram os de menor

percentual na amostra. Somados juntos apresentou um pequeno valor de 0,16% e por isso foram classificados em outros óxidos.

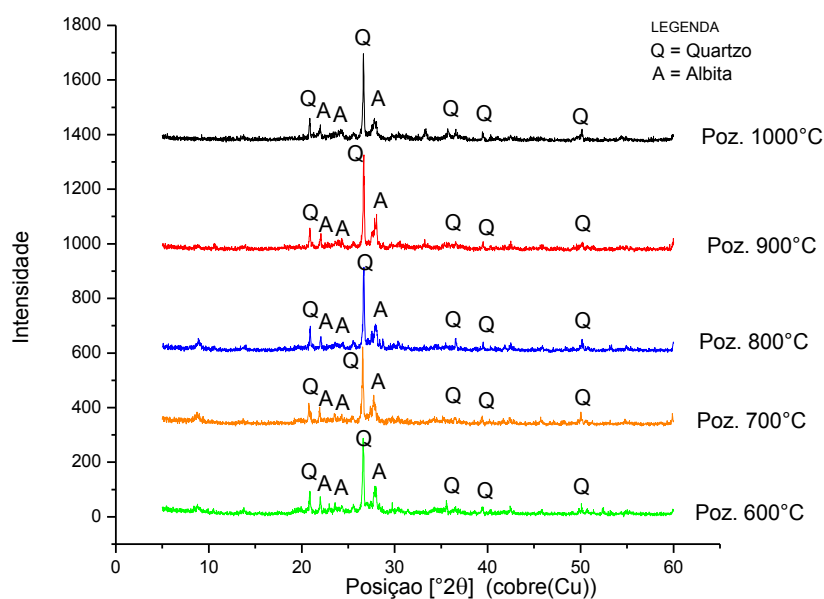
Tabela 9. Composição química da argila *in natura*.

Elementos químicos	Teor (%)
SiO ₂	49,98
Al ₂ O ₃	20,63
Fe ₂ O ₃	9,53
Na ₂ O	2,93
MgO	2,48
CaO	2,23
TiO ₂	1,25
MnO	0,14
SO ₃	0,12
Outros óxidos	0,16
PF	10,5

6.1.4. Análise mineralógica por difração de raios X das argilas calcinadas

Após a queima e a moagem da argila nas suas respectivas temperaturas, fez-se a análise mineralógica das massas calcinadas, mostrada no conjunto de difratogramas, na Figura 16 abaixo, que notadamente aparecem duas substâncias em todas as cinco análises, sendo o quartzo (Q) e a albita (A) os principais argilominerais das amostras.

Figura 16. Difratometria de raios X das argilas calcinadas.

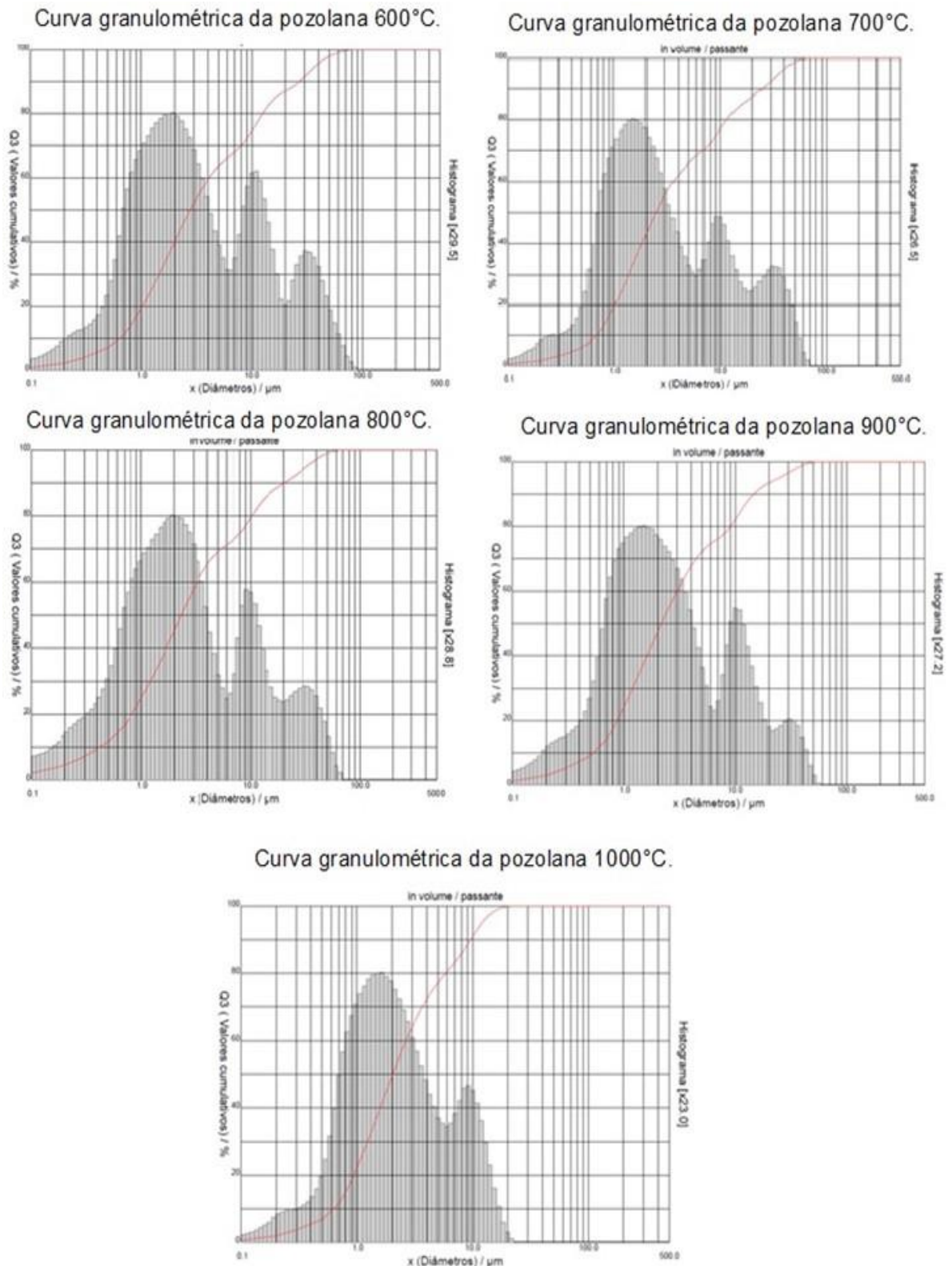


As argilas calcinadas em todas as temperaturas analisadas pelo DRX tiveram o comportamento cristalográfico muito similar, tendo como principal pico a sílica e secundariamente a albita, alinhando-se com outros trabalhos que dizem que o quartzo e a albita estão presentes nos seus difratogramas, conforme Rocha (2005) e Silveira et al. (2016), que também encontraram, nos seus difratogramas da caracterização de argilas entre os argilominerais, o quartzo e a albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$).

6.2. Granulometria a laser

Após a moagem da argila calcinada, fez-se a granulometria para determinação dos diversos tamanhos dos grãos e suas faixas de distribuição, para tanto, optou-se, na utilização da granulometria a laser, pelo método seco. O granulômetro usado foi o Silas 1090 Seco do Laboratório de Materiais Cerâmicos da UFPB. Obteve-se nessa análise que a granulometria foi 100% abaixo de 75 μm , apresentando uma importante característica para reatividade química de massas pulverulentas, que é uma finura com maior superfície específica. Cada faixa de temperatura de calcinação foi moída com uma mesma energia de moagem no moinho de bolas, mostrando-se com comportamento de distribuição granulométrica semelhante em sua curvatura, porém com os tamanhos dos grãos diminuindo à medida que a temperatura foi aumentada. Isso é notadamente representado nas curvas granulométricas dispostas a seguir (Figura 17).

Figura 17. Curvas granulométricas das 5 pozolanas.



A percepção do comportamento dos grãos em função da temperatura é evidenciada quando se compara os extremos de temperaturas de calcinação. A temperatura de 600°C tem o diâmetro médio apresentado de 8,48 μm , bem como os

parâmetros diametraais denominados de D10 (percentual 10% passante) menor ou igual a $0,64\ \mu\text{m}$, o D50 (50% passante) tem um diâmetro menor ou igual a $2,78\ \mu\text{m}$ e o D90 (90% passante) tem um diâmetro menor ou igual $26,86\ \mu\text{m}$. Quanto à pozolana calcinada a 1000°C , usando os mesmos parâmetros, tem-se os valores bem abaixo do módulo da temperatura de 600°C , a citar: D10 igual a $0,62\ \mu\text{m}$, D50 diminuiu de $2,78\ \mu\text{m}$ para $2,04\ \mu\text{m}$, o D90 caiu 64,33%, o diâmetro 100% passante reduziu em 63,33% o tamanho das partículas e o diâmetro médio teve uma descendência saindo de $8,48\ \mu\text{m}$ para $3,58\ \mu\text{m}$, tendo uma considerável queda de 57,78%.

Essa comparação numérica da influência da temperatura na calcinação da argila e sua ação direta no processo de moagem e em sua distribuição granulométrica é mostrada na sequência (Figura 18 a Figura 21).

Figura 18. Diâmetro equivalente a 10% do material passante em função da temperatura (redução total de 3,12%).

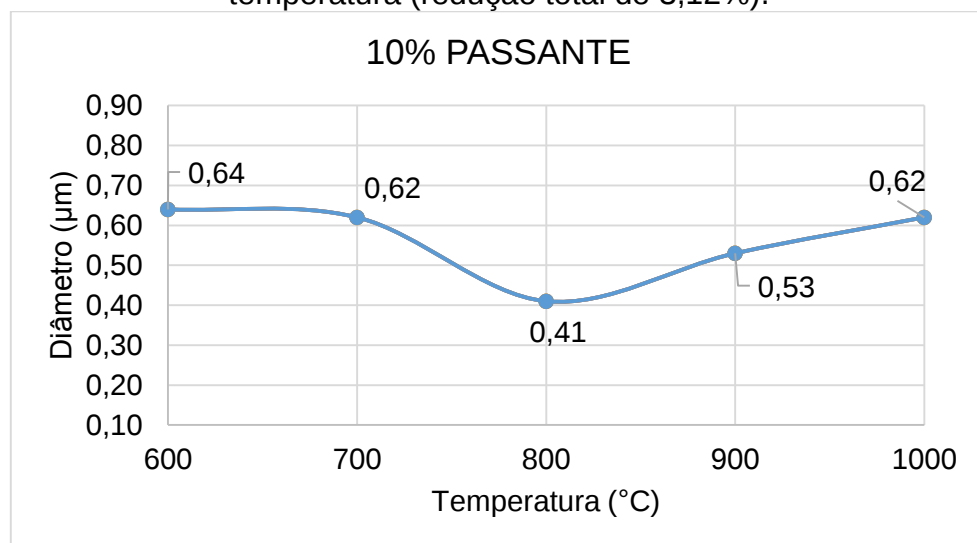
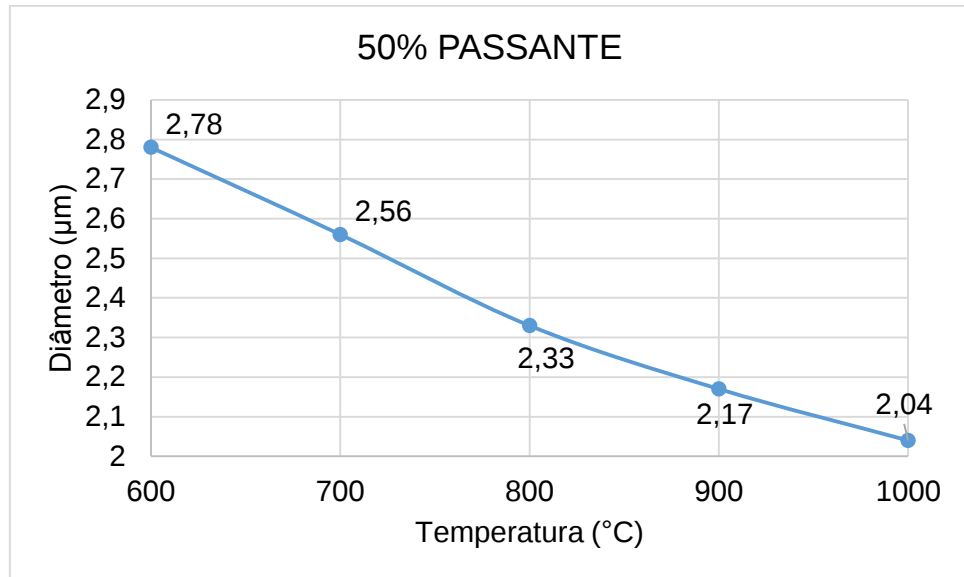
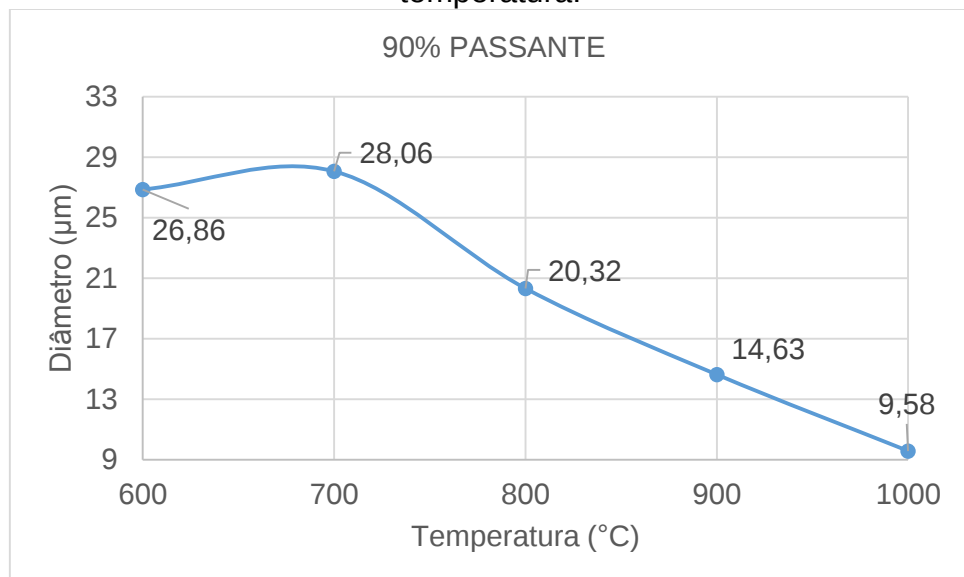


Figura 19. Diâmetro equivalente a 50% do material passante em função da temperatura.



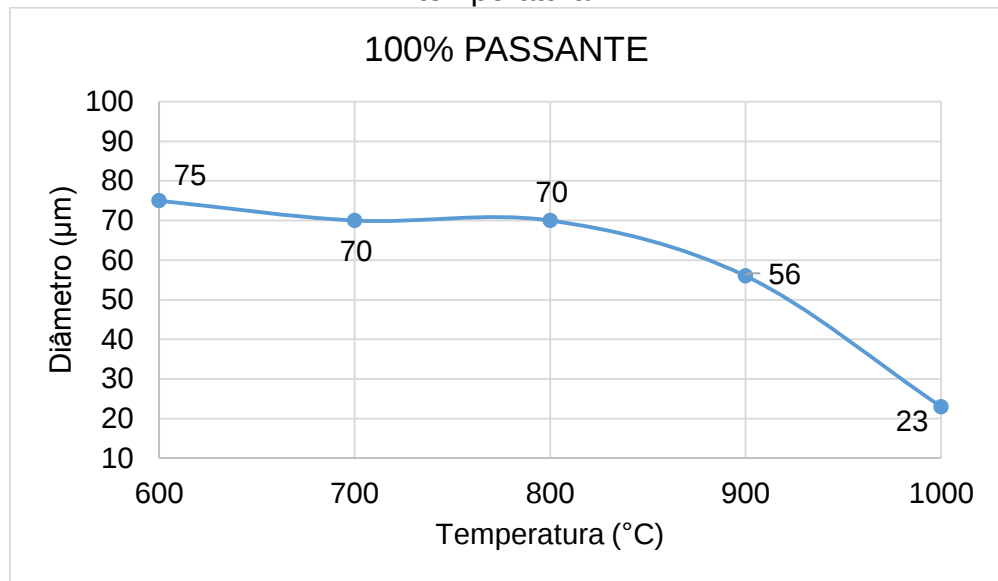
Nesse quesito comparativo de 50% do material passante, percebe-se na Figura 19 que a queda no tamanho dos grãos é de 26,43% nos extremos de temperaturas e há um comportamento linear no comportamento dos grãos à medida que a temperatura foi aumentando.

Figura 20. Diâmetro equivalente a 90% do material passante em função da temperatura.



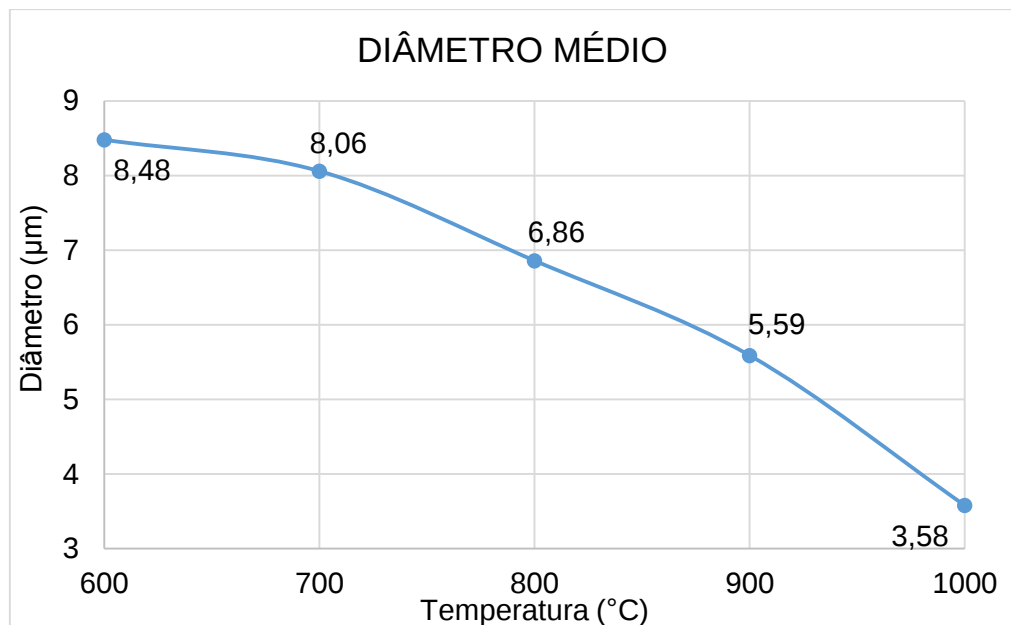
No D90 queda no diâmetro da amostra foi bem expressiva, teve uma redução nos diâmetros de 64,33%.

Figura 21. Diâmetro equivalente a 100% do material passante em função da temperatura.



Na Figura 21, tem-se que as pozolanas ficaram com sua granulometria abaixo de 75 µm e o D100 foi diminuindo à medida que a temperatura de calcinação foi aumentando com uma queda quase que linear de 69,33% dos 600°C até os 1000°C.

Figura 22. Diâmetro médio *versus* temperatura.



Após a exposição de cada gráfico com seus parâmetros granulométricos associados aos seus diâmetros representativos, nota-se que os diâmetros equivalentes a 50%, 90%, 100% passantes e o diâmetro médio evidenciam

comportamento de redução destes em função do aumento da temperatura; tendo como exceção o diâmetro equivalente a 10% do material passante, provavelmente isso se deu em relação à pouca representatividade da amostra nesse critério.

Essa queda em função da temperatura de calcinação pode ser explicada a partir da geração de compostos mais vitrificados ao se aumentar a temperatura com dureza mais elevada e, portanto, maior facilidade de quebra diante dos golpes durante a moagem. Resultados semelhantes foram obtidos por Yanguatin *et al.* (2019) e Cordeiro e Sales (2016), com a redução de diâmetros médios em função da temperatura de argilas calcinadas. A menor amorficidade das pozolanas, para temperaturas de queima menores provavelmente, permite que o material absorva melhor os impactos do moinho de bolas, resultando em diâmetros maiores. Ao contrário, as partículas mais vitrificadas das argilas queimadas em altas temperaturas mostram-se mais frágeis e, portanto, mais quebradiças, resultando em diâmetros menores. Aliás, esse efeito não é tão discreto, pois o diâmetro médio foi reduzido em 57,78%, valor bastante significativo.

Para corroborar com esses dados da análise granulométrica à laser no apêndice estão dispostos as curvas consolidadas e os relatórios granulométricos dos ensaios.

6.3. Caracterização granulométrica da areia

Após o ensaio de granulometria por peneiramento, obteve-se o módulo de finura de 3,31, diâmetro médio de 2,4mm, o que classifica esse agregado como areia média pela norma e qualifica esse material como um agregado apropriado para ensaios de resistência à compressão simples, no apêndice estão dispostos a tabela do ensaio e a curva granulométrica da areia.

6.4. Massas específicas

Os seguintes resultados foram obtidos para as composições das argamassas e do IAP:

- (i) Massa específica do agregado miúdo, foi de $\rho_{\text{areia}} = 2,61 \text{ g/cm}^3$;
- (ii) Massa específica do cimento Portland, foi de $\rho_{\text{cp}} = 3,10 \text{ g/cm}^3$;
- (iii) Massa específica da cal, foi de $\rho_{\text{cal}} = 2,21 \text{ g/cm}^3$; uma finura, com retenção na peneira de 0,325 mm menor ou igual a 1,5% e a massa aparente de $\rho_{\text{ca}} = 0,60 \text{ g/cm}^3$; e
- (iv) Massas das pozolânicas, foi uma média de $\gamma_{\text{poz}} = 2,65 \text{ gf/cm}^3$.

6.5. Índice de atividade pozolânica (IAP)

No ensaio do índice de atividade pozolânica das argilas calcinadas, obteve-se os resultados com valores superiores ao especificado na NBR 5751 (2015) que é de 6,0 MPa. A Tabela 10 e a Figura 23 apresentam os resultados obtidos nesse ensaio. Verifica-se, portanto, que houve reação pozolânica em todas as amostras de argilas calcinadas, em suas respectivas temperaturas, pois, para haver resistência à compressão em amostras de misturas de materiais em pó com a cal deu-se devido a formação de C-S-H, advinda da sílica e da alumina presentes na argila calcinada com o hidróxido de cálcio da cal.

Na Tabela 10 abaixo, tem-se os resultados médios das resistências à compressão do ensaio de IAP aos 7 dias e a análise estatística pelo teste Tukey aplicado nas médias, fazendo a comparação da significância modular entre elas e classificando resultados significativamente semelhantes, aferindo-lhes letras iguais para resultados significativamente semelhantes e letras diferentes para outros resultados dois a dois.

Figura 23. Resultados aos 7 dias do IAP conforme NBR 5751 (2015).

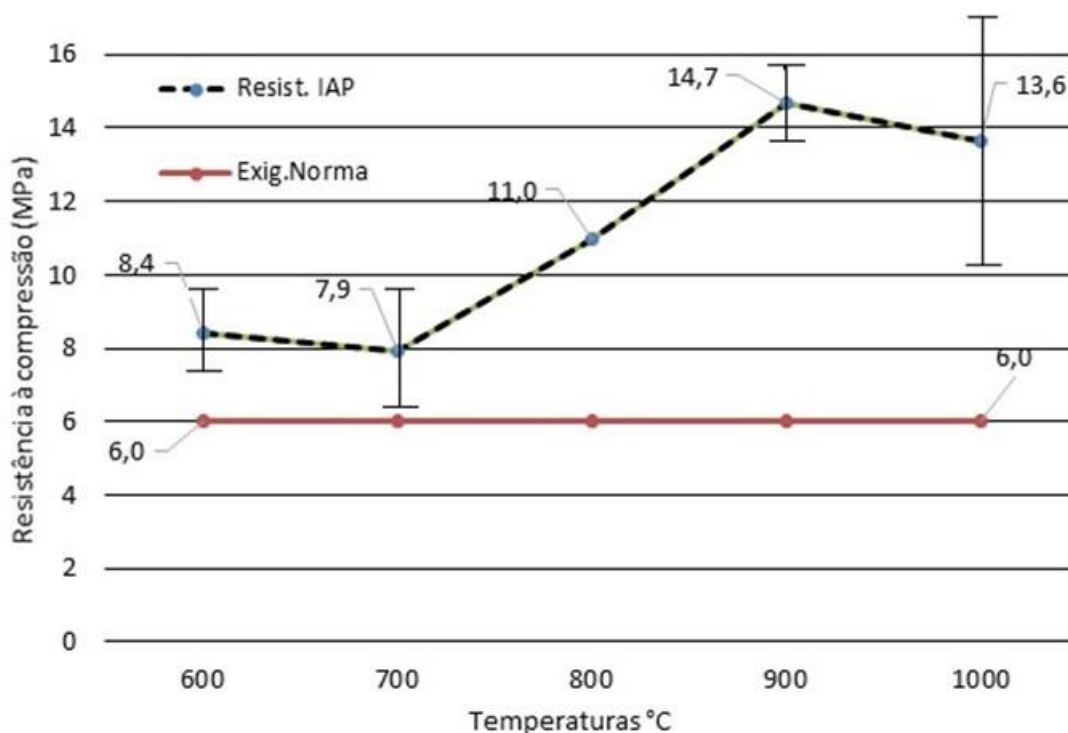


Tabela 10. Resistências do IAP aos 7 dias, todas temperaturas.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600°C	8,43	0,48	A
700°C	7,94	0,88	A
800°C	10,95	0,04	b
900°C	14,70	0,25	C
1000°C	13,64	1,71	C

Para a temperatura de 900°C, o IAP ficou 145% maior que exige a norma NBR 5751 (2015). Esses resultados indicam que todas as argilas calcinadas e moídas possuem pozolanicidade, mas aquela calcinada na temperatura de 900°C se mostra ainda mais pozolânica, destaca-se, então, o potencial das argilas calcinada analisadas neste trabalho.

De certa forma, obtém-se aqui um resultado que acrescenta um pequeno conceito nas ideias mais gerais estabelecidas: ao que parece, a superfície específica também pode contribuir com a obtenção do efeito pozolânico. Esse resultado é um prenúncio de que o índice de atividade pozolânica está diretamente ligado às características de cada pozolana em função de suas temperaturas de calcinação, em que, à medida que a temperatura sobe, essa argila em estudo ganhou

amorficidade e maior superfície específica, favorecendo, assim, a reatividade com o hidróxido de cálcio presente no meio cimentício. Para auxiliar esse ensaio estão dispostos no apêndice a leitura das resistências à compressão desse ensaio.

6.6. Análise mineralógica por difração de raios X das argamassas e dosagens

Feito o ensaio de DRX, obteve-se as difratometrias seguintes (Figura 24 a Figura 38), nas quais tem-se as datas-limite de cura para cada uma temperatura de calcinação.

Analisando os difratogramas com seus principais picos que melhor representam a microestrutura, tem-se as seguintes considerações:

- (i) Primeiramente, é de se notar em todas as 15 figuras, desde a temperatura a 600°C com o menor percentual de substituição, no caso 10%, passando pelas temperaturas intermediárias e seus respectivos percentuais, até a de 1000°C com seu maior percentual de substituição de 30%, onde essa fase amorfa é notadamente descrita nos gráficos em um intervalo médio das posições 2θ igual a 7° e 2θ igual a 17°;
- (ii) Os picos de quartzo, que estão dispostos na posição 2θ igual 28° de todas os difratogramas, de todas amostras e suas respectivas porcentagens de substituição, tenderam a ser consumido ao longo do tempo, sendo 90 dias a maior data de rompimento em cujas amostras ocorreu a maior diminuição do pico de quartzo;
- (iii) A literatura mostra que a portlandita (P) aumenta ao longo do tempo quando da hidratação dos materiais cimentícios sem pozolanas, na pasta de cimento Portland nas primeiras idade, ideia explicitada por Cordeiro (2006), mas, é notável que, com o uso das pozolanas em estudo, as portlanditas nos difratogramas diminuem com o passar do tempo, em especial aos 90 dias de cura, quase que anulando a intensidade de seu pico, fenômeno que se dá devido ao efeito da reatividade do material pozolânico em consumir a portlandita para formar materiais cimentícios;
- (iv) Os picos demonstram que, aos 90 dias, houve o aparecimento da calcita (C) em uma posição 2θ aproximadamente igual a 31°, isso é

fruto da carbonatação natural do material cimentício exposto ao meio ambiente, que naturalmente é rico em dióxido de carbono; e

- (v) Aparece também a tobermorita (T) nos picos de posição 2θ aproximadamente igual a 30° e 50° em todos os difratômetros, nas 3 datas e 3 porcentagens de substituição de cimento.

O DRX utilizado como forma de avaliar qualitativamente as fases cristalinas presentes auxilia também na verificação da amorficidade dos materiais, que está intimamente relacionada com a pozolanicidade das adições, conforme Lins (2017), assim como foi utilizado nas justificativas das ponderações acima. Como é sabido, na ativação térmica das argilas caulínicas, quanto maior sua amorficidade e sua superfície específica melhor será sua reatividade pozolânica no meio cimentício.

Legenda dos argilominerais presentes nos 15 difratogramas seguintes.

Q = Quartzo C = Calcita
P = Portlandita T = Tobermorita

Figura 24. Difratometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 600°C.

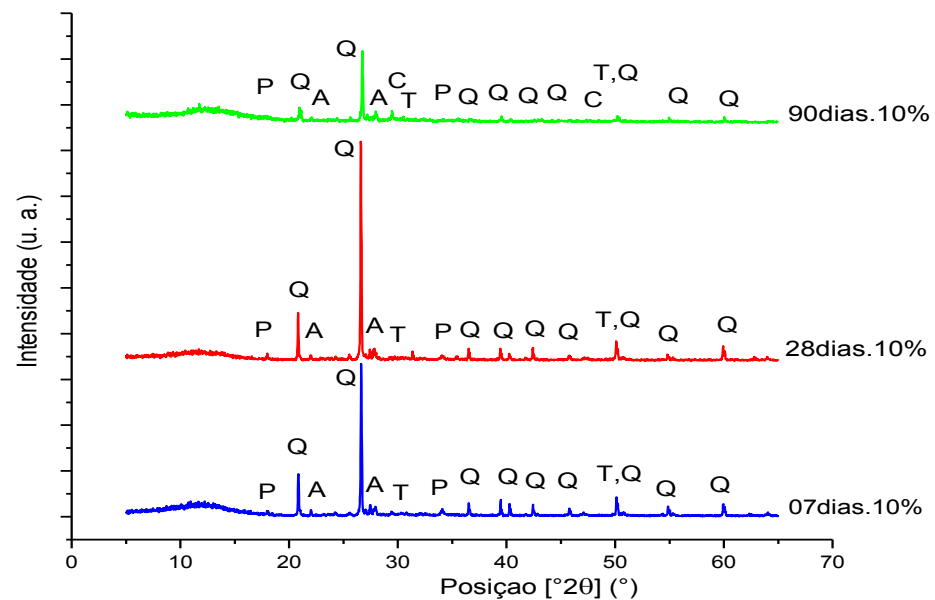


Figura 25. Difratometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 600°C

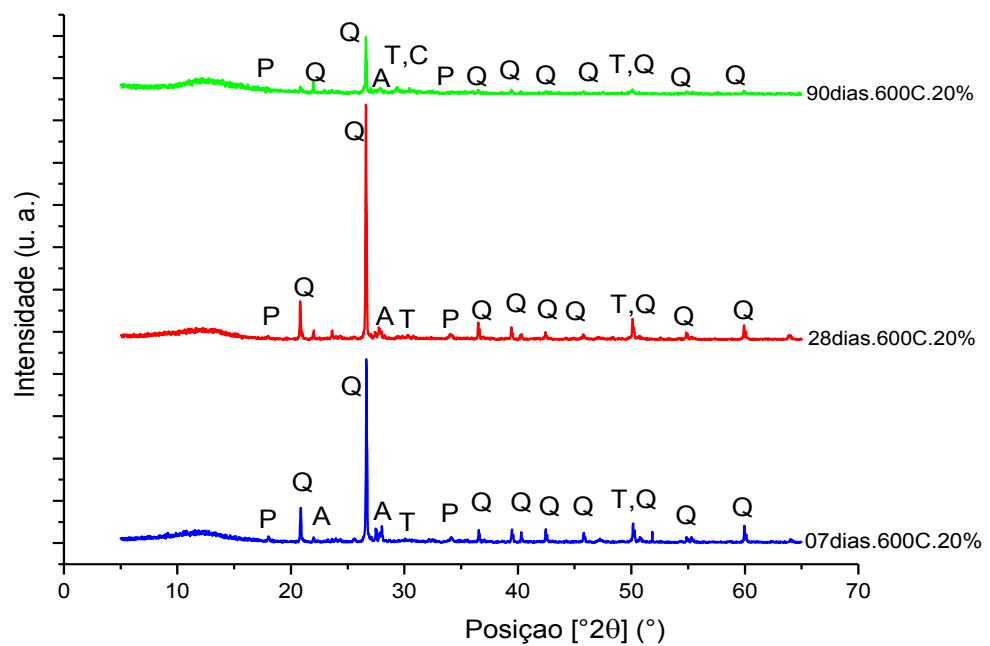


Figura 26. Difratometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 600°C.

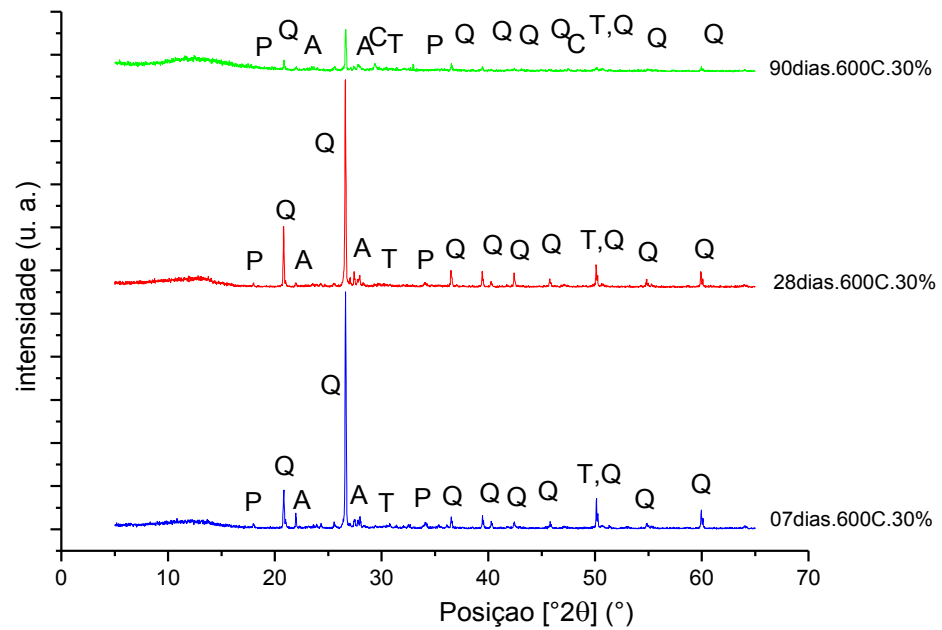


Figura 27. Difratometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 700°C.

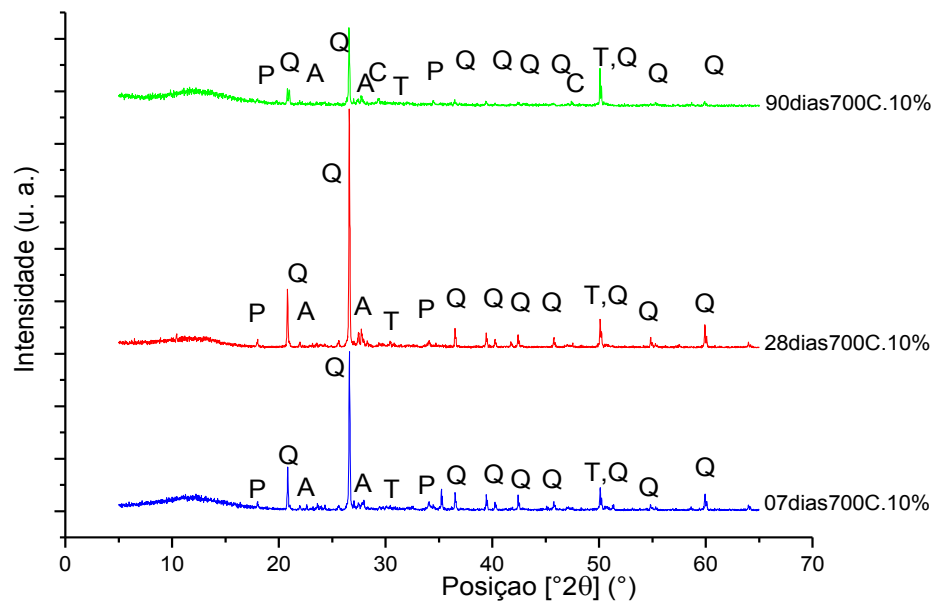


Figura 28. Difratometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 700°C.

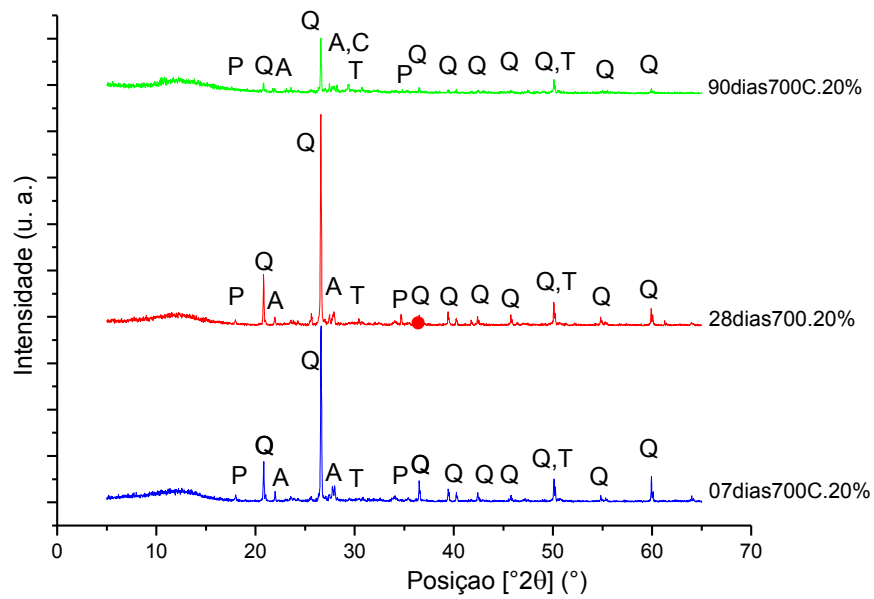


Figura 29. Difratometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 700°C.

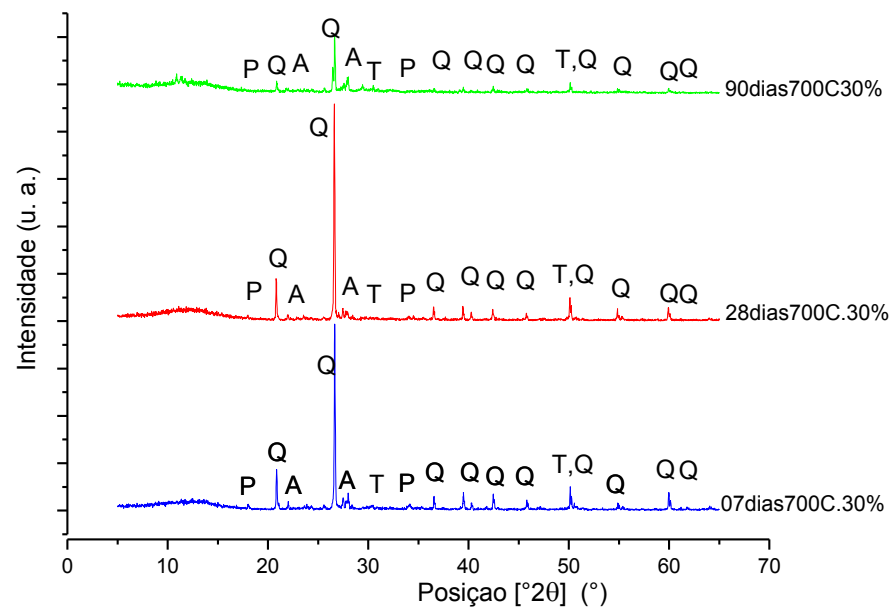


Figura 30. Difratometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 800°C.

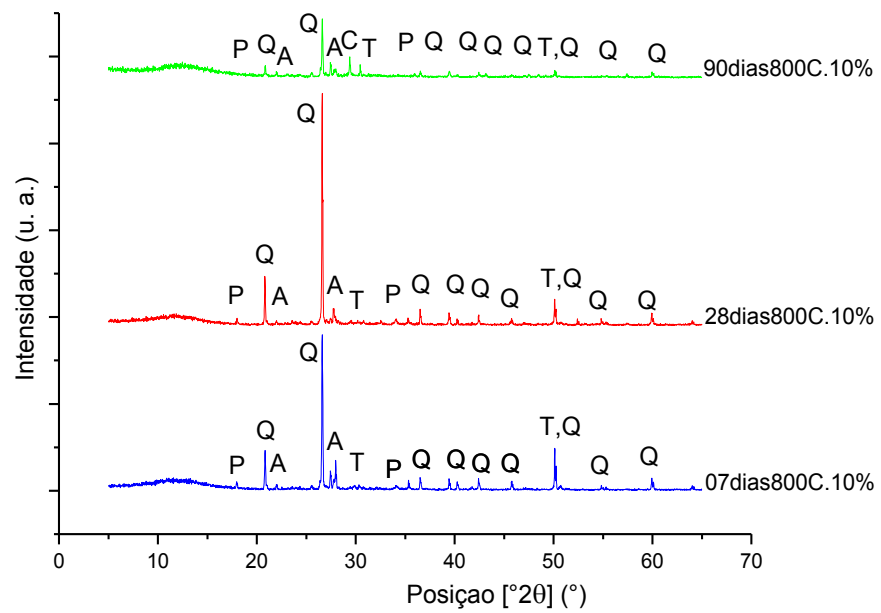


Figura 31. Difratometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 800°C.

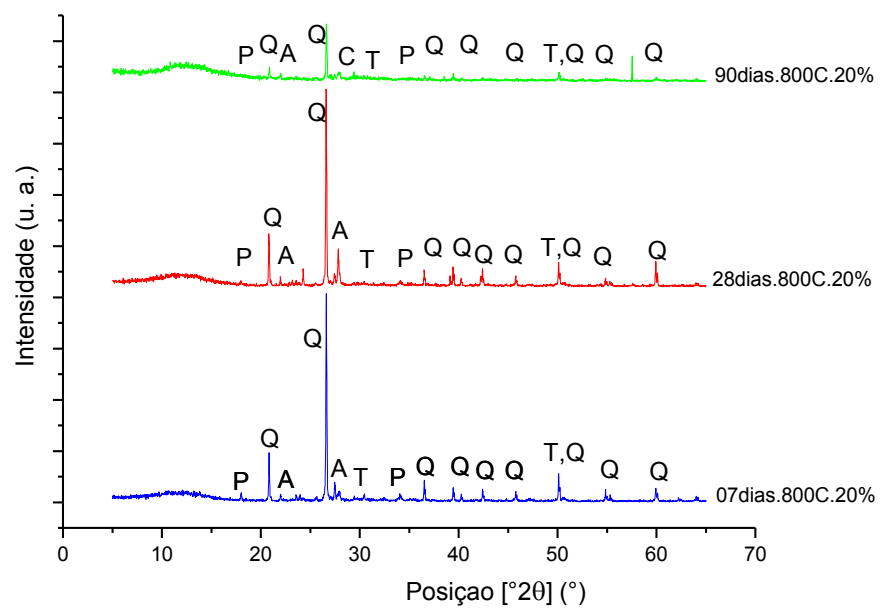


Figura 32. Difratometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 800°C.

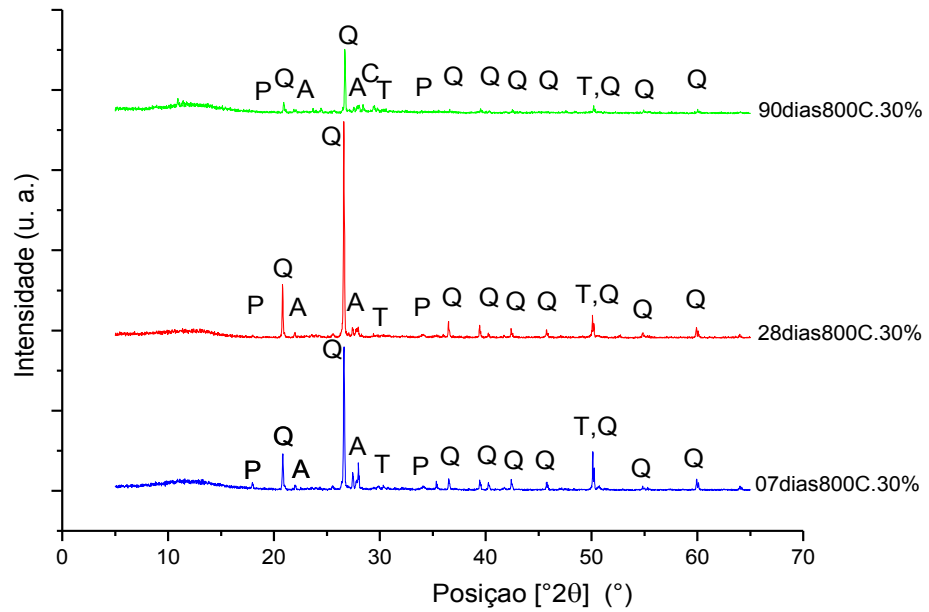


Figura 33. Difratometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 900°C.

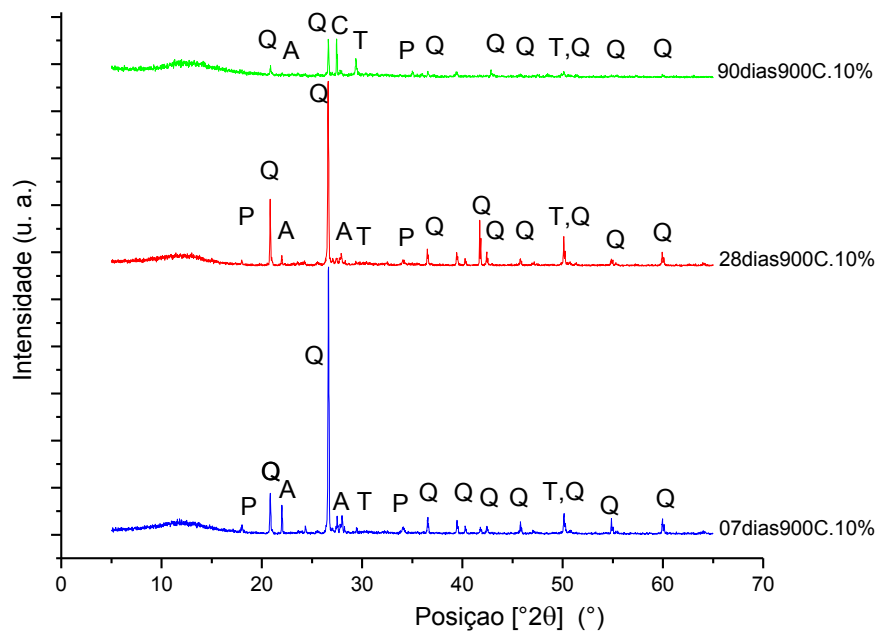


Figura 34. Difratometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 900°C.

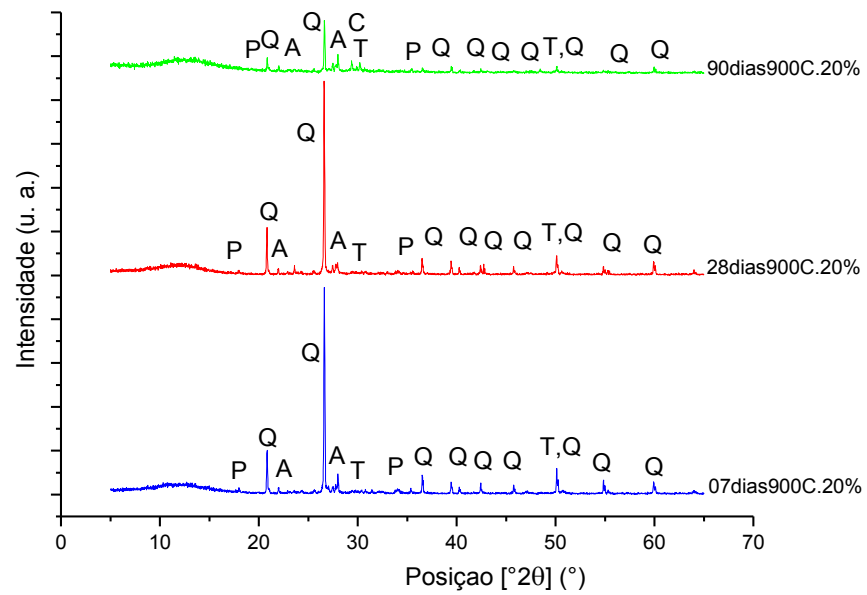


Figura 35. Difratometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 900°C.

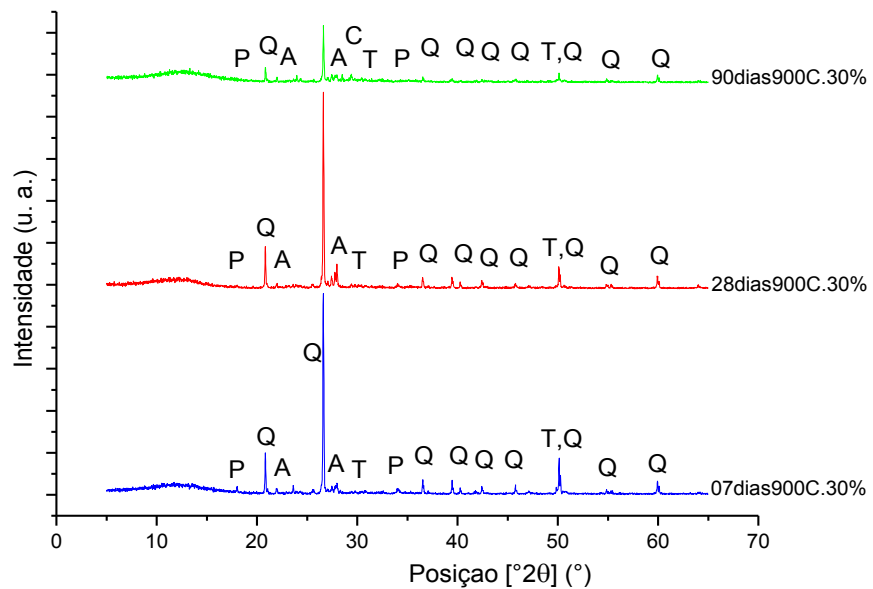


Figura 36. Difratometria de raios X da argamassa com 10% de pozolana a 1000°C.

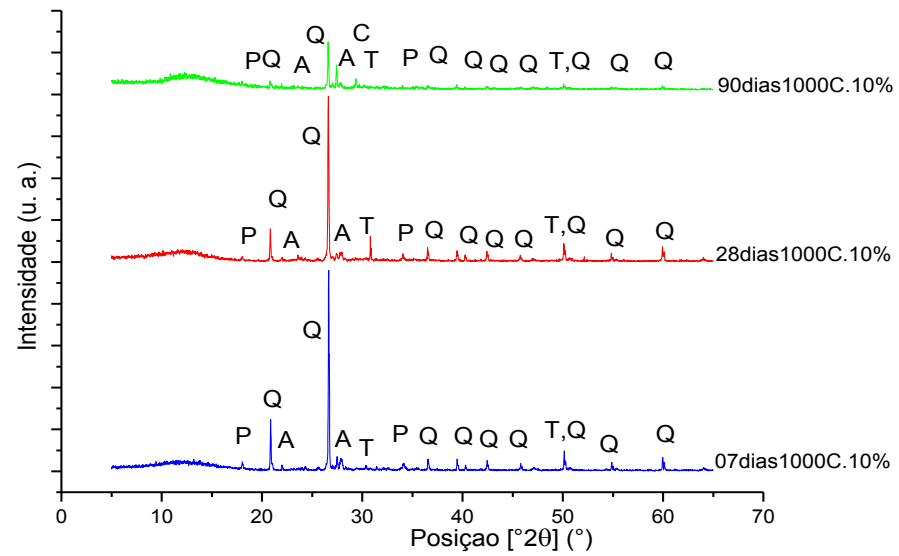


Figura 37. Difratometria de raios X da argamassa com 20% de pozolana a 1000°C.

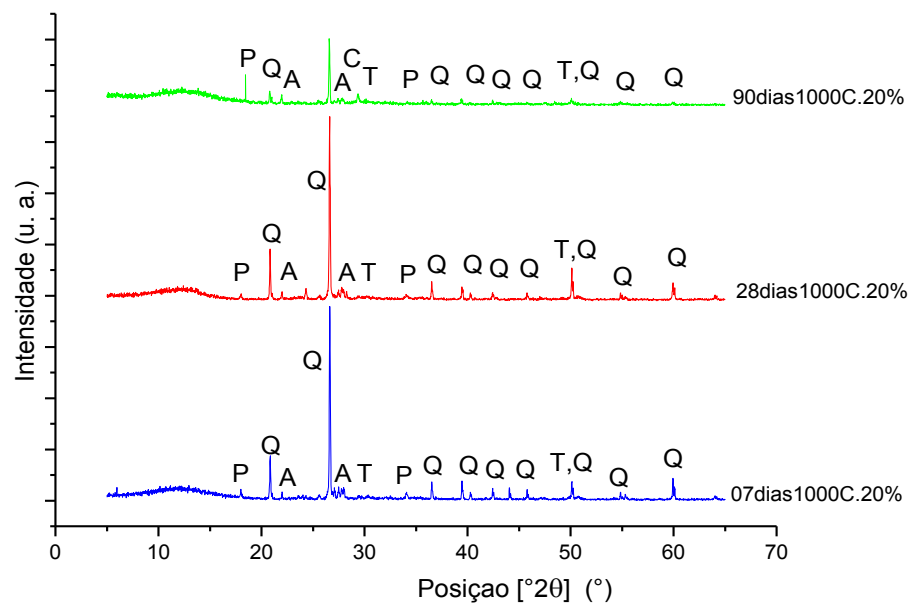
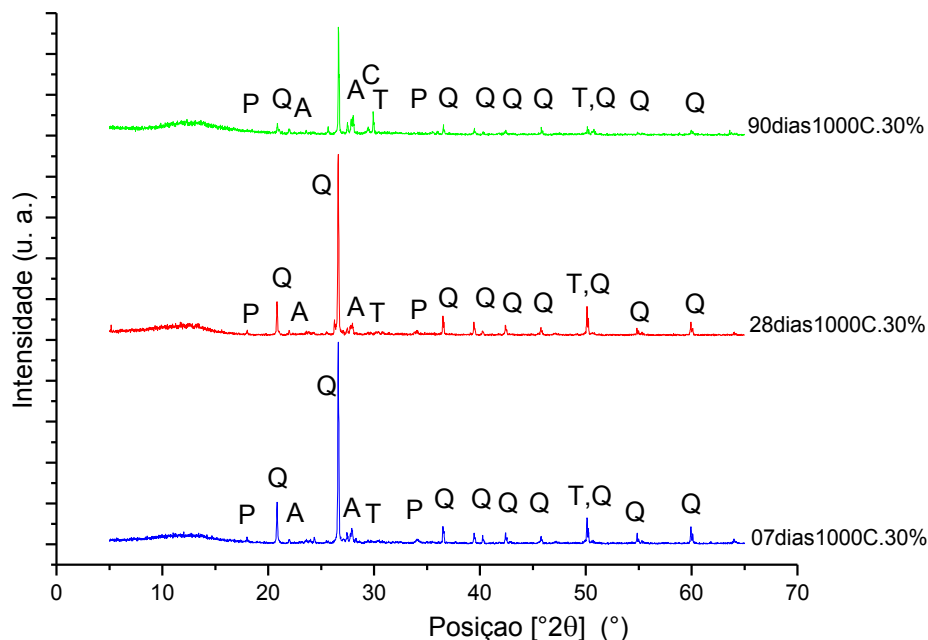


Figura 38. Difractometria de raios X da argamassa com 30% de pozolana a 1000°C.



6.7. Resistência à compressão simples dos corpos de provas

Utilizaram-se composições com percentuais de 0%, 10%, 20% e 30% da massa de cimento em substituição por pozolana calcinada em todas as temperaturas e moídas com a mesma energia de moagem numa razão de composição de cimento Portland para areia média de 1:4. Na sequência, encontram-se os resultados de resistência à compressão para as diversas condições ensaiadas (Figura 39 à Figura 45) que mostram a evolução da resistência à compressão ao longo do tempo de cura de 7, 28 e 90 dias dos corpos de prova.

No teste Tukey, a comparação entre os resultados dois a dois define se são significativamente semelhantes e os resultados semelhantes são representados por letras iguais e os demais resultados por letras diferentes. Esse teste mostra as seguintes interpretações dos resultados tratados no conjunto das médias de 600°C (Tabela 11 à Tabela 13): aos 7 e aos 28 dias de cura, é mais interessante a dosagem de 10%, uma vez que ambas são significativamente semelhantes com a referência (0%); e, aos 90 dias, o melhor percentual é o de 30%, que é significativamente semelhante em seus módulos com a referência nessa mesma

data, sendo a melhor escolha para a temperatura de 600°C, pois esse percentual ainda representa maior economicidade entre essas composições.

Figura 39. Resistência à compressão, argila calcinada a 600°C.

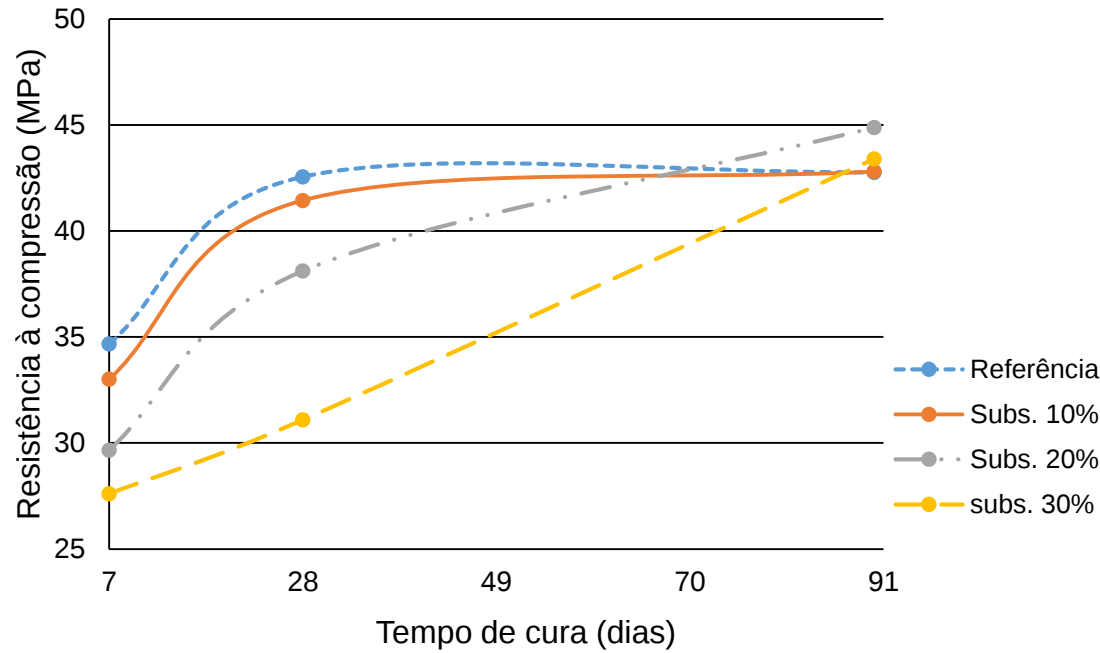


Tabela 11. Teste Tukey a 600°C aos 7 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.10%	33,65	1,94	a, c
600.20%	30,23	3,33	a, b
600.30%	28,15	2,44	b,
Refer.00%	35,34	2,60	c,

Tabela 12. Teste Tukey a 600°C aos 28 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.10%	42,24	3,30	a
600.20%	38,84	4,00	a
600.30%	31,69	1,85	b
Refer.00%	43,37	3,96	a

Tabela 13. Teste Tukey a 600°C aos 90 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.10%	43,63	2,66	a
600.20%	45,75	1,55	a
600.30%	44,24	3,07	a
Refer.00%	43,59	1,70	a

O teste da resistência à compressão simples com mistura de pozolana calcinada a 700°C (Figura 40) e a análise dos resultados pelo teste Tukey (Tabela 14 à Tabela 16) mostram que, estatisticamente, as misturas, com 7 dias de cura e nos percentuais de 10%, 20% e 30 %, são, em suas médias, semelhantes entre si. Nota-se que o significativamente semelhante, com a referência em seu módulo, é o percentual de 20%. Já, aos 28 dias de cura, a melhor composição com a ótica da resistência é com 10%, isso ocorre devido ao fato de a reação pozolânica ter velocidade lenta nos primeiros dias. Com 90 dias, a pozolana já reage em maior volume com a portlandita, favorecendo a de maior percentual em sua mistura, de 30%.

Figura 40. Resistência à compressão, argila calcinada a 700°C.

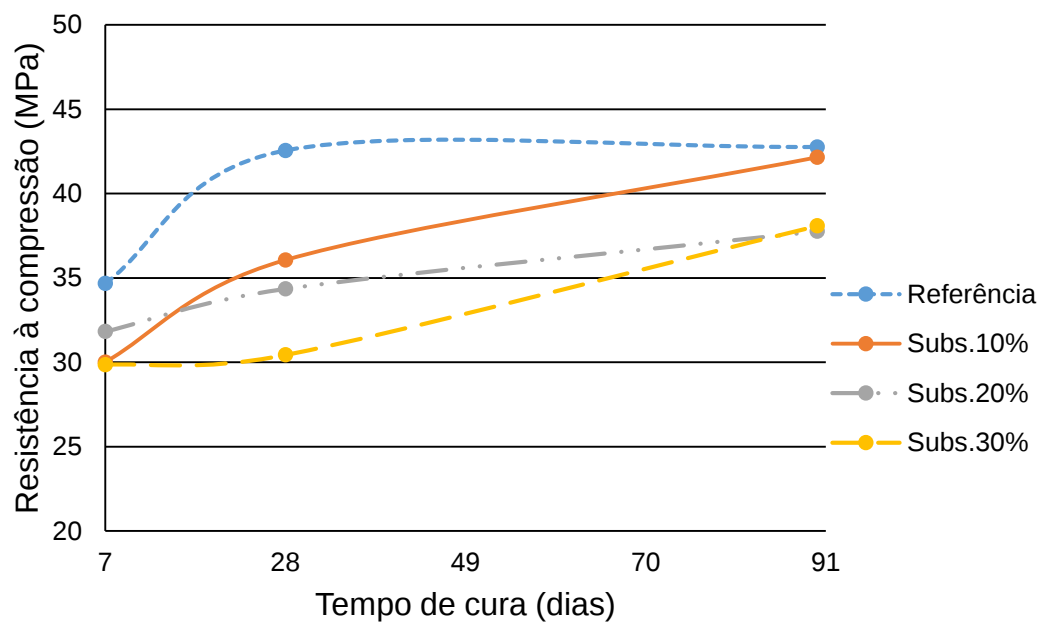


Tabela 14. Teste Tukey a 700°C aos 7 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
700.10%	30,59	4,01	a
700.20%	32,44	1,22	a, b
700.30%	30,43	2,21	a
Refer.00%	35,34	2,60	b,

Tabela 15. Teste Tukey a 700°C aos 28 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
700.10%	36,76	2,30	a, b
700.20%	35,01	4,67	a
700.30%	31,02	6,61	a
Refer.00%	43,37	3,96	b

Tabela 16. Teste Tukey a 700°C aos 90 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
700.10%	42,97	3,06	a, b
700.20%	38,49	3,36	a
700.30%	38,82	4,04	a, b
Refer.00%	43,59	1,70	b

A Figura 41 mostra a resistência à compressão simples e o teste Tukey (Tabela 17 à Tabela 19) mostra que os resultados tratados no conjunto das médias de 800°C explicitam que, tanto aos 7, quanto aos 28 e 90 dias de cura, todas as composições têm semelhanças com a referência. Isso corrobora a ideia de que, quanto maior a temperatura de calcinação de uma pozolana, maior é a superfície específica desta, o que favorece a reatividade. É de se convir que a escolha do percentual de mistura de 30% se dá pela ótica da economicidade, proporcionando, assim, um menor consumo de cimento Portland.

Figura 41. Resistência à compressão, argila calcinada a 800°C.

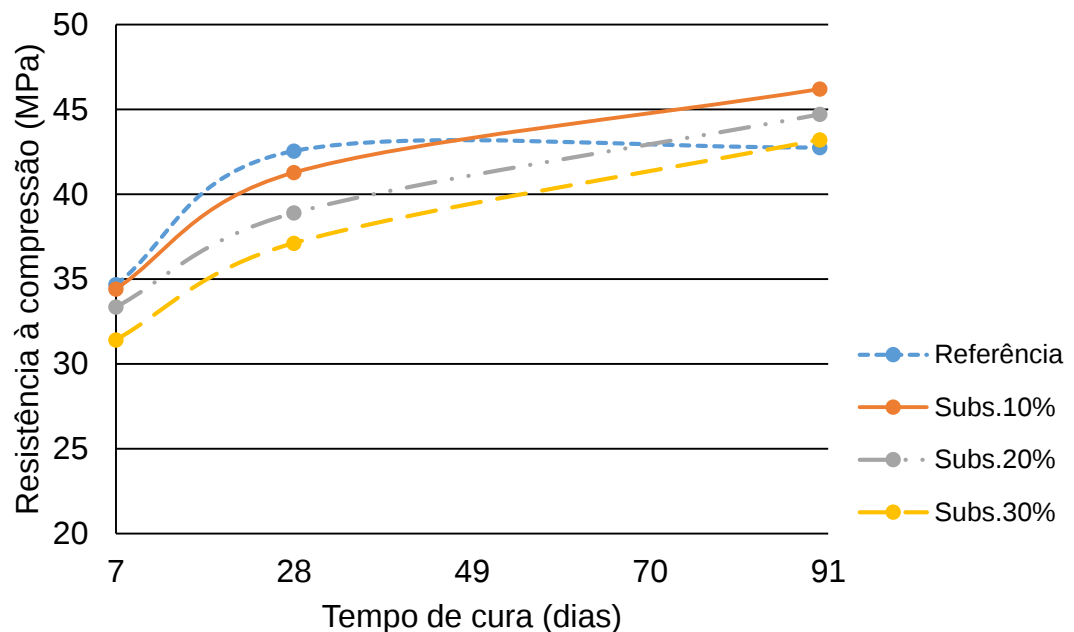


Tabela 17. Teste Tukey a 800°C aos 7 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
800.10%	35,09	4,20	a
800.20%	34,00	2,78	a
800.30%	32,03	2,09	a
Refer.00%	35,34	2,60	a

Tabela 18. Teste Tukey a 800°C aos 28 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
800.10%	42,08	1,96	a
800.20%	39,65	2,58	a
800.30%	38,66	1,97	a
Refer.00%	43,37	3,96	a

Tabela 19. Teste Tukey a 800°C aos 90 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
800.10%	47,09	2,89	a
800.20%	45,58	3,82	a
800.30%	44,05	2,15	a
Refer.00%	43,59	1,70	a

Os resultados das médias das resistências à compressão dos corpos de prova rompidos aos 7, 28 e 90 dias de idade das composições com o uso de

pozolana calcinada a 900°C nas suas respectivas substituições são mostrados graficamente na Figura 42 e no tratamento estatístico teste Tukey (Tabela 20 à Tabela 22). Nota-se que as misturas diferem da referência nas primeiras idades, mantendo-se abaixo desta até aos 28 dias, porém, aos 90 dias, o percentual de 20% ultrapassa o módulo da referência em 5,55%, e o teste Tukey o torna semelhante à referência, juntamente com a mistura com substituição de 30%, que, por questões de economicidade, foi a escolhida como a de melhor desempenho.

Figura 42. Resistência à compressão, argila calcinada a 900°C.

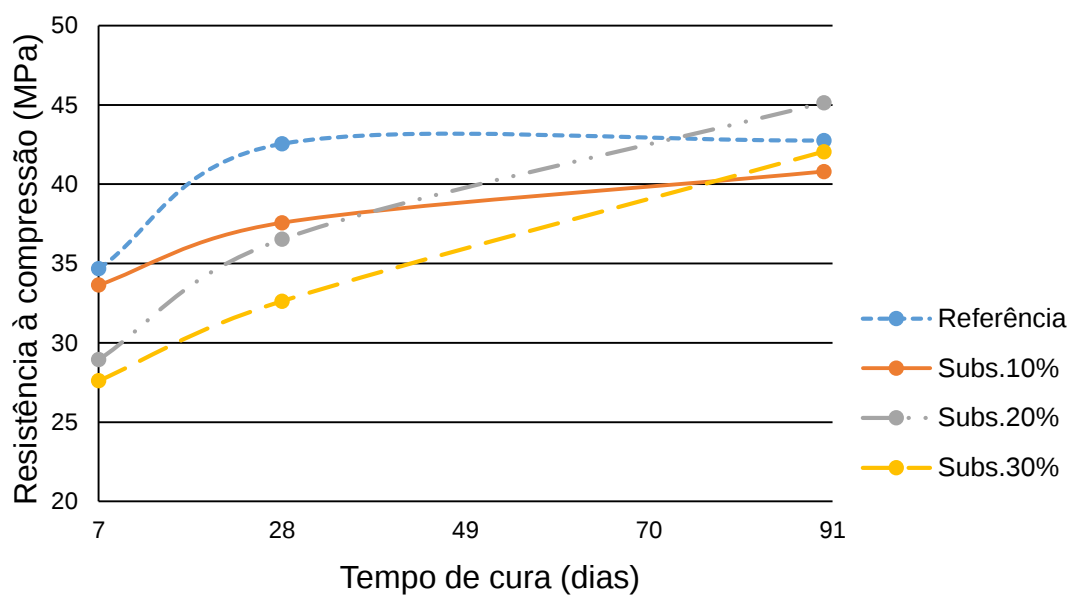


Tabela 20. Teste Tukey a 900°C aos 7 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
900.10%	34,29	2,87	a, c
900.20%	29,50	4,77	a, b
900.30%	28,14	1,95	b
Refer.00%	35,34	2,60	c,

Tabela 21. Teste Tukey a 900°C aos 28 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
900.10%	36,99	0,57	a
900.20%	37,23	1,43	a
900.30%	33,27	2,93	b
Refer.00%	43,37	3,96	c

Tabela 22. Teste Tukey a 900°C aos 90 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
900.10%	40,83	2,34	a
900.20%	46,01	4,97	b
900.30%	42,86	2,30	b
Refer.00%	43,59	1,70	b

Sem sombra de dúvidas, um dos resultados a despertar maior interesse é a resistência à compressão da argamassa com composição de substituição de 30% de argila calcinada a 1000°C (Figura 43) aos 28 e 90 dias de cura. Esses resultados corroboram a ideia de que, com o aumento da temperatura de calcinação, aumenta também a superfície específica da pozolana e um consequente aumento da reatividade pozolânica na massa cimentícia, com um módulo maior que a referência (0%) em 11,36% para 28 dias e com o expressivo valor de 59,53 MPa aos 90, tendo um aumento a mais que o resultante da mistura só com cimento Portland de 36,57%. Analisando os dados pelo teste Tukey (Tabela 23 à Tabela 25), nota-se que a referência é significativamente semelhante para as datas de 7 e 90 dias com 20% e com 10% aos 28 dias, esses valores são diferenciados da composição aos 28 e 90 dias com 30% a menor.

Figura 43. Resistência à compressão, argila calcinada a 1000°C.

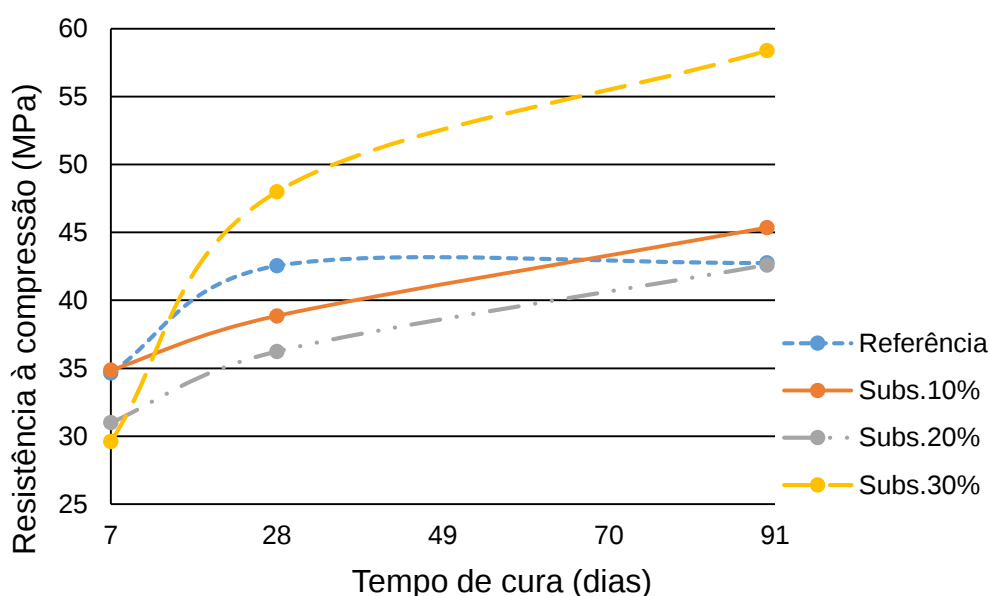


Tabela 23. Teste Tukey a 1000°C aos 7 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
1000.10%	35,54	2,94	a,
1000.20%	31,60	2,23	a, b
1000.30%	30,19	2,28	b
Refer.00%	35,34	2,60	a

Tabela 24. Teste Tukey a 1000°C aos 28 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
1000.10%	39,62	2,30	a, c
1000.20%	36,94	2,15	a
1000.30%	48,93	4,55	b
Refer.00%	43,37	3,96	c

Tabela 25. Teste Tukey a 1000°C aos 90 dias, variando as dosagens.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
1000.10%	46,24	4,62	a, c
1000.20%	43,43	6,04	a, c
1000.30%	59,53	5,46	b
Refer.00%	43,59	1,70	c

6.8. Relações gerais: pozolanicidade, resistência à compressão, percentual de pozolana e temperatura de calcinação

Uma visão geral do cruzamento dos resultados obtidos é mostrada na sequência da Figura 44 à Figura 49. Essas ilustrações gráficas mostram o comportamento do conjunto das resistências, comparando todas as pozolanas em suas temperaturas de calcinação com o percentual de substituição ao longo do tempo de cura. Já o teste Tukey expressa que, para 7 dias com 10%, todos os resultados são semelhantes, e, com 20% de substituição, apenas a composição calcinada a 900°C difere da referência (0%).

A partir dos resultados de resistência à compressão, é possível comprovar também o aumento de resistência ainda para idades maiores que 90 dias. A essa idade, os concretos permanecem apresentando ganhos significativos de resistência (ANJOS, 2009), em especial a composição com 30% de pozolana calcinada a 1000°C, que teve uma aumento de resistência em relação à referência de 36,57% e esta apresenta uma maior economicidade de cimento Portland.

Figura 44. Resistência à compressão *versus* tempo de cura *versus* temperatura para 10% de argila.

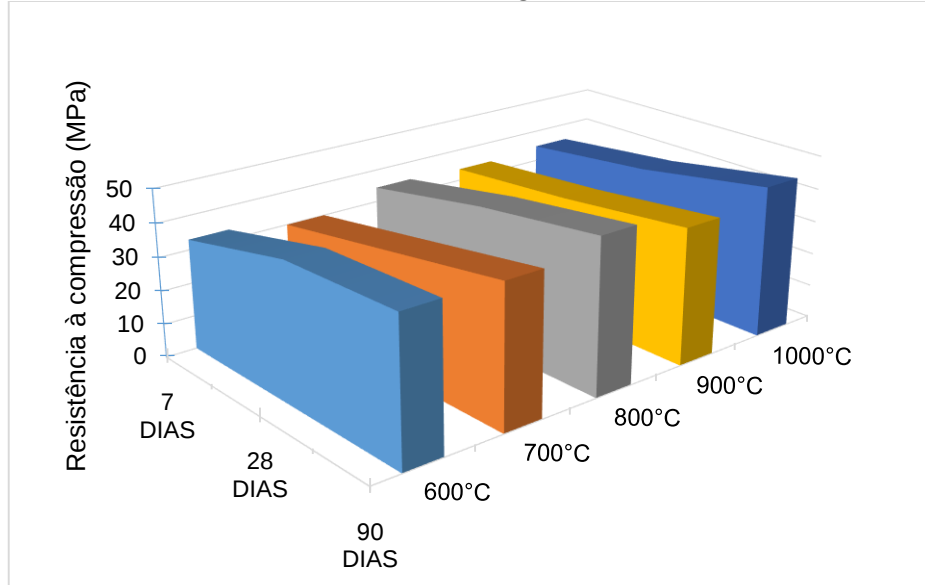


Figura 45. Resistência à compressão *versus* tempo de cura *versus* temperatura para 20% de argila.

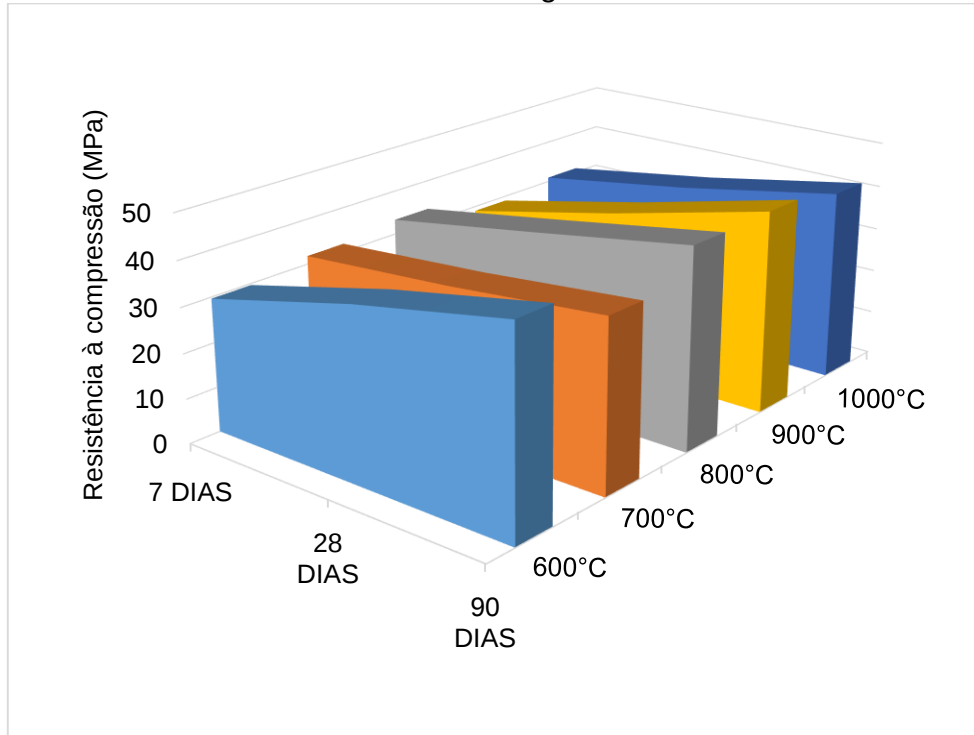


Figura 46. Resistência à compressão *versus* tempo de cura *versus* temperatura para 30% de argila.

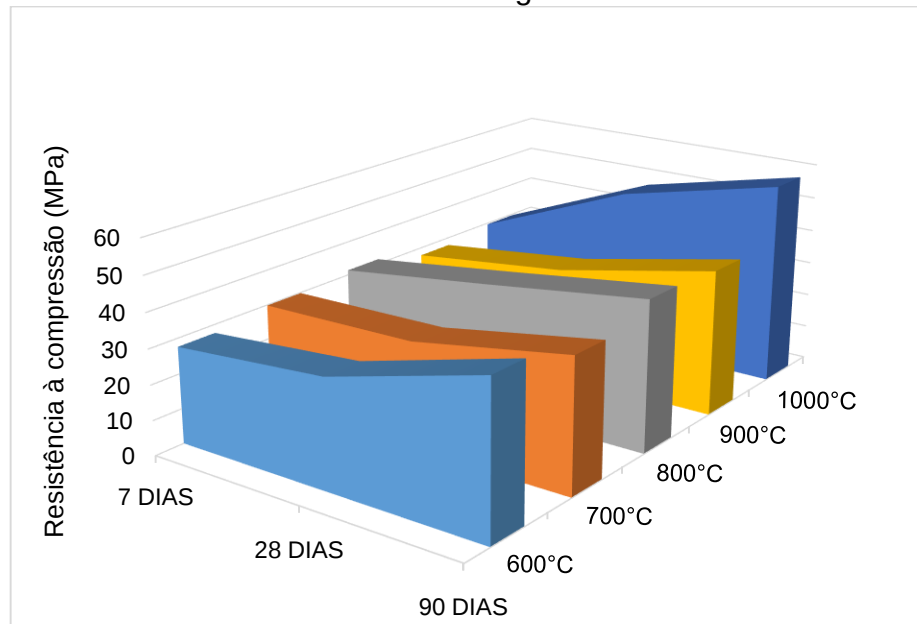


Figura 47. Resistência à compressão *versus* porcentagem de argila *versus* temperatura para 7 dias de cura.

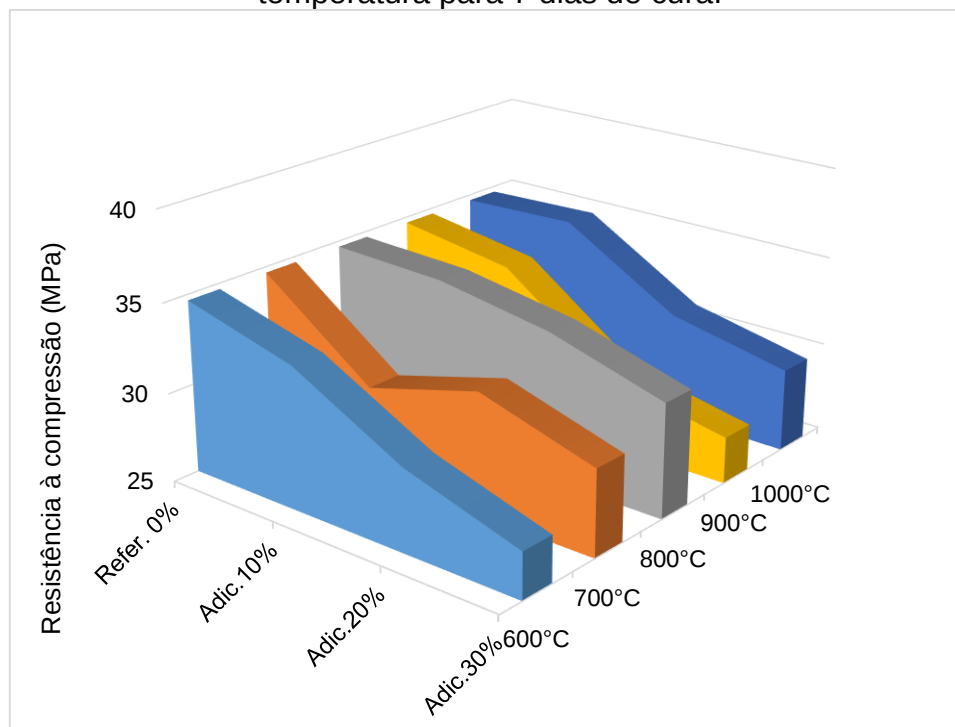


Tabela 26. Teste Tukey para 10% aos 07 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.10%	33,65	1,94	a
700.10%	30,59	4,01	a
800.10%	35,09	4,20	a
900.10%	34,29	2,87	a
1000.10%	35,54	2,94	a
Refer.00%	35,34	2,60	a

Tabela 27. Teste Tukey para 20% aos 07 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.20%	30,23	3,33	a, b
700.20%	32,44	1,22	a, b
800.20%	34,00	2,78	a, b
900.20%	29,50	4,77	a
1000.20%	31,60	2,23	a, b
Refer.00%	35,34	2,60	b

Tabela 28. Teste Tukey para 30% aos 07 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.30%	28,15	2,44	a
700.30%	30,43	2,21	a
800.30%	32,03	2,09	a, b
900.30%	28,14	1,95	a
1000.30%	30,19	2,28	a
Refer.00%	35,34	2,60	b

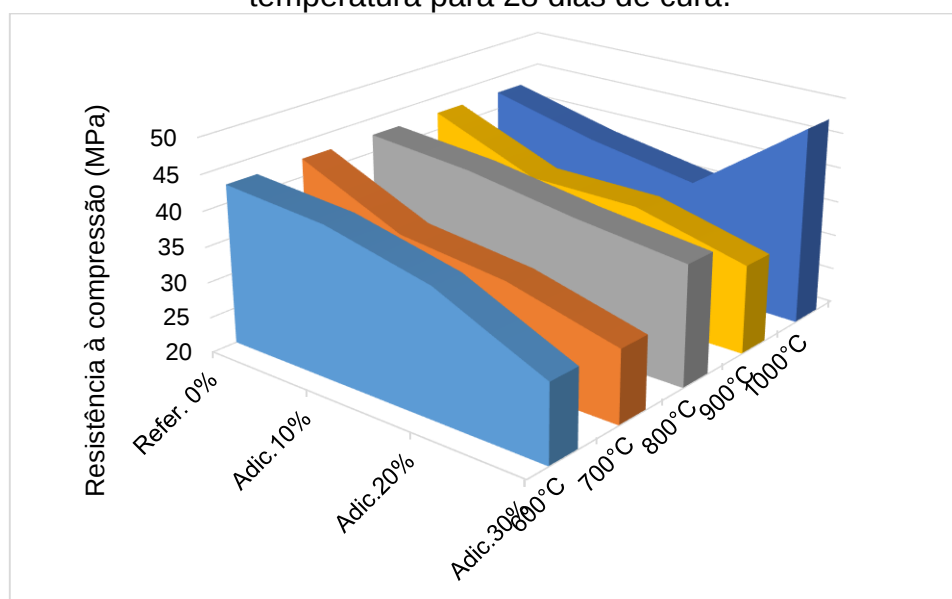
Figura 48. Resistência à compressão *versus* porcentagem de argila *versus* temperatura para 28 dias de cura.

Tabela 29. Teste Tukey para 10% aos 28 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.10%	42,24	3,30	a, d, f
700.10%	36,76	2,30	b, d
800.10%	42,08	1,96	a, d, f
900.10%	21,99	0,57	c
1000.10%	39,62	2,30	d, f
Refer.00%	43,37	3,96	f

Tabela 30. Teste Tukey para 20% aos 28 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.20%	38,84	4,00	a, b
700.20%	35,01	4,67	a
800.20%	39,65	2,58	a, b
900.20%	37,23	1,43	a
1000.20%	36,94	2,15	a
Refer.00%	43,37	3,96	b

Tabela 31. Teste Tukey para 30% aos 28 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.30%	31,69	1,85	a
700.30%	31,02	6,61	a
800.30%	28,66	1,97	a
900.30%	33,27	2,93	a
1000.30%	48,93	4,55	b
Refer.00%	43,37	3,96	b

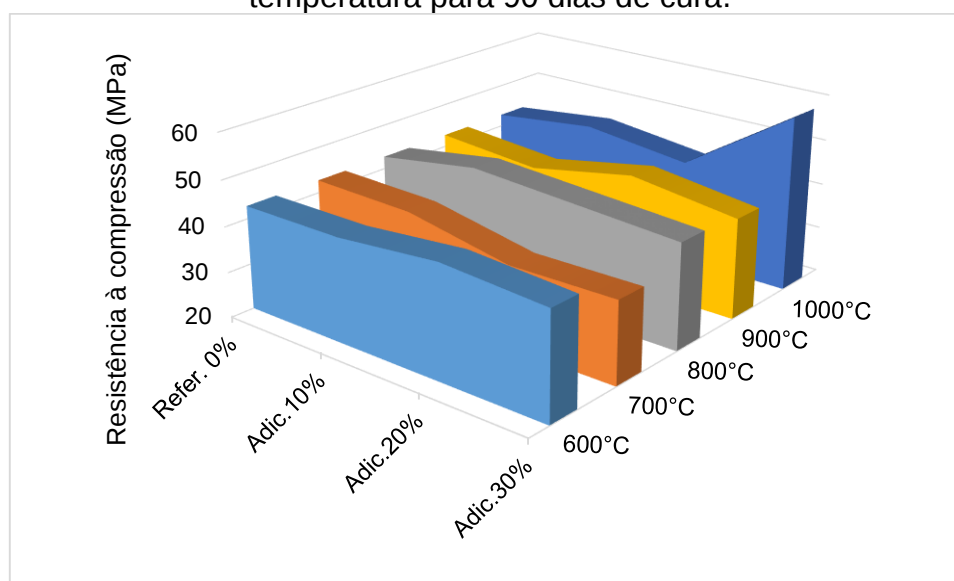
Figura 49. Resistência à compressão *versus* porcentagem de argila *versus* temperatura para 90 dias de cura.

Tabela 32. Teste Tukey para 10% aos 90 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.10%	43,63	2,66	a
700.10%	42,97	3,06	a
800.10%	47,09	2,89	a
900.10%	40,83	2,34	b
1000.10%	46,24	4,62	a
Refer.00%	43,59	1,70	a

Tabela 33. Teste Tukey para 20% aos 90 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.20%	45,75	1,55	a, c, d
700.20%	38,49	3,36	b, c, d
800.20%	45,58	3,82	a, c, d
900.20%	46,01	4,97	a, c, d
1000.20%	43,43	6,04	c, d
Refer.00%	43,59	1,70	d

Tabela 34. Teste Tukey para 30% aos 90 dias, variando a temperatura.

Amostras	Resistência média (MPa)	Desvio padrão	Significado
600.30%	44,24	3,07	a, c
700.30%	38,82	4,04	a, c
800.30%	44,05	2,15	a, c
900.30%	42,86	2,30	a, c
1000.30%	59,53	5,46	b
Refer.00%	43,59	1,70	c

As tendências observadas seguem o padrão de aumento de resistência à compressão com o aumento da idade, o que é um fenômeno totalmente conhecido da literatura especializada, como deixa bem claro Neville e Brooks (2013), quando afirmam que, na presença de água, silicatos e aluminatos formam produtos de hidratação. Nesse estudo, ficou mais evidente o surgimento desses componentes a partir de 28 dias de acordo com os ensaios de resistência à compressão e notadamente intensificando-se aos 90 dias, que, com o transcorrer do tempo, estes dão origem a uma estrutura mais resistente (NEVILLE, 1997).

Nota-se que os resultados com a pozolana calcinada 1000°C são os que mais se mostraram reativos, daí a importância de tecer as seguintes considerações:

- (i) É de se notar as composições com pozolanas calcinadas a maiores temperaturas, pois têm maior reatividade na reação com o hidróxido de

cálcio, isso se deve à maior superfície específica do material, frente à vitrificação causada pelo maior patamar de calor na calcinação;

- (ii) Em suas conclusões a respeito da pozolanicidade de um material, Leite e Dal Molin (2002) e Prudêncio Junior, Santos e Dafico (2003) explanam que a estrutura e a composição química são fatores determinantes, sendo de fundamental importância a sua amorficidade para que ocorra a reação com a portlandita formada na hidratação do cimento Portland; e
- (iii) É sabido que, aos 28 dias, as reações não ocorreram em sua totalidade, mas continuam a ocorrer, ao longo do tempo, em menor intensidade, porém esse módulo da resistência continuou a aumentar, favorecendo o critério de resistência à compressão, passando modularmente da resistência de referência em 36,6% e com uma economia considerável de 30% de cimento Portland para a composição com pozolana calcinada a 1000°C.

Esses resultados mostram de forma bem clara que os materiais cimentícios com pozolana ricos em sílicas reativas apresentam reação lenta, o que proporciona melhoria na microestrutura do produto final e, conseqüentemente, aumento de propriedades mecânicas, entre as quais a diminuição de sua porosidade, isso após uma idade considerável, próximo dos 90 dias. Como afirma, em seus estudos, Guenot-Delahaie (1996) e Taylor (1997), a hidratação do cimento Portland evolui com o tempo, tendo, aos 28 dias de cura, cerca de 70-80% de grau de hidratação, praticamente se completando aos 365 dias. Segundo Lea (1974), o desenvolvimento da atividade pozolânica está associado à temperatura de queima na qual a estrutura cristalina da argila perde água, resultando em um produto de estrutura amorfa e de elevada reatividade química.

6.9. Considerações gerais

Usou-se uma argila *in natura*, extraída do rio Paraíba, situado no município de Santa Rita-PB, destorroada e moída com a intenção de aumentar a superfície específica e melhorar a queima na atmosfera do forno. Após a moagem, foi feita a caracterização dessa massa crua por DRX, FRX, TG e DTA, a partir do que observou-se, nos picos endotérmicos, a perda da água livre entre 50°C e 160°C, e, a 240°C, a perda da matéria orgânica; e, no patamar de 400°C a 500°C, a desidroxilação; uma perda de massa total na TG de aproximadamente 10,5% no limite de 1000°C.; Usando essa mesma argila *in natura* fez-se a calcinação nas temperaturas de 600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 1000°C em forno elétrico com uma rampa de aquecimento de aproximadamente 45°C/min e esperada a estabilidade térmica entre a atmosfera do forno e interior das amostras.

Após a calcinação nas 5 temperaturas escolhidas, foi adotada uma mesma energia de moagem com a carga máxima (66,4 kg) das bolas e 8.500 ciclos para cada temperatura, e foi feita a granulometria a laser para medir a finura do material calcinado e moído, uma vez que a superfície específica das pozolanas é fator preponderante na reatividade junto aos compostos cimentícios. Esse ensaio de granulometria mostrou o nítido fenômeno do aumento da superfície específica à medida que a temperatura foi aumentada, fato que favorece o efeito pozolânico das massas calcinadas, fato este notadamente mostrado na leitura de todos os gráficos apresentados dos ensaios de granulometria a laser, que todas as temperaturas, de forma crescente, provocaram o aumento da finura das massas à medida que foram subindo, e que 100% do material foi passante na malha # 200 (75 µm) para todas as argilas calcinadas. Vale destacar ainda que os diâmetros médios se comportaram de forma quase linear na curva em declínio (Figura 22), com isso obteve-se a seguir o conjunto dos diâmetros médios e suas temperaturas: 600°C igual a 8,48 µm; 700°C igual a 8,06 µm; 800°C em uma queda maior com 6,86 µm; 900°C com 5,59 µm e a de menor diâmetro e de maior superfície específica, que foi a pozolana calcinada a 1000°C com 3,58 µm de diâmetro médio, resultados estes provocados pela estrutura modificada na calcinação, em que a vitrificação dos grânulos ficam mais fáceis de serem partidos e cominuídos com uma mesma energia de moagem.

De posse das argilas calcinadas, foi feita a caracterização por análise de DRX e TG, em que se verificou os picos entre 2θ igual a 7° e 2θ igual 17° a região de

amorficidade do material, e o pico de maior intensidade em 2θ igual a 30° representando a sílica presente na amostra, entre outros materiais como calcita, o consumo quase que total de portlandita. Ainda no processo de caracterização foi feita a TG, em que se percebeu que houve uma pequena perda de massa, pois as argilas já tinham perdido uma significativa quantidade quando da sua calcinação, notando-se que essa perda de massa foi muito menor, onde a maior perda ocorreu com a de 600°C que perdeu 4,5% e as de 900°C e 1000°C perderam apenas 1,5% cada.

Para atender o ensaio de índice de atividade pozolânica com o uso da cal (IAP), mostrou-se que os resultados foram satisfatórios acima da exigência da norma, que exige 6 MPa aos 7 dias de cura, e alcançou-se valores superiores a este, comprovando a reatividade pozolânica no hidróxido de cálcio e gerando produtos cimentícios, nesse ensaio se alcançou a cifra numérica de 145% do valor exigido na norma para a temperatura de 900°C .

Para corroborar a pozolanicidade do material do ensaio de IAP fez-se o ensaio de resistência à compressão simples, usando 3 dosagens de substituição da massa de cimento para cada temperatura de calcinação de 10%, 20%, 30% e uma referência com 0% de cimento na mistura de 1:4, com 0,55 de fator água/cimento, com 3 datas de cura aos 7, 28 e 90 dias; foram moldados um total de 288 corpos de prova com uma amostragem de 6 unidades para cada temperatura x dosagem x data de cura.

Após a cura e os rompimentos de todas as combinações de temperaturas e percentagens de substituição, chegou-se a uma série de combinações de resultados, detalhando graficamente o comportamento das resistências mecânicas à compressão simples em função dos percentuais e suas temperaturas. A fim de simplificar o entendimento do elevado número de RCS, aplicou-se o tratamento estatístico teste Tukey nas médias, comparando-as duas a duas entre elas e, com isso escolher a que tem maior significância numérica para representar a amostra. O referido teste destacou que, entre as pozolanas calcinadas acima dos 800°C e com 90 dias de cura, a que teve maior significância diferente foi a de 1000°C com o percentual de 30% em substituição de cimento Portland, com consequente economia e o módulo da RCS da argamassa para 90 dias, nesta temperatura, chega a superar em 36,6% a resistência da argamassa referência.

7. CONCLUSÕES

Ficou comprovado, na granulometria, que as massas pozolânicas tiveram suas finuras aumentadas à medida que a temperatura foi elevada, desde dos 600°C até os 1000°C, de forma quase que linear, resultados estes provocados pela estrutura modificada na calcinação, a transformação em metacaulinita, nessa fase a vitrificação dos grânulos facilita de serem partidos e cominuídos com uma mesma energia de moagem.

Face ao resultado satisfatório do índice de atividade pozolânica com o uso da cal, todas a pozolanas atenderam e superaram os 6,0 MPa da norma, em especial as calcinadas a 800°C, a 900°C e a 1000°C, cujos valores ultrapassaram os 11 MPa, chegando próximo a 14 MPa, sendo possível classificar e utilizar todas como material pozolânico.

Foi possível afirmar nos difratogramas das pozolanas, a presença dos picos de caulinita e o bem-acentuado pico de quartzo. Com isso, foi comprovado que essas massas de argila calcinada, em diferentes temperaturas, têm potencial pozolânico diante da sílica amorfa.

Os resultados dos ensaios à compressão simples só corroboraram a real atividade pozolânica nas composições utilizadas, pois as resistências iniciais para as pozolanas com 7 dias de cura, em quase todas composições, tinham seus valores médios abaixo da composição-referência com 0% de substituição ou estatisticamente similar pelo teste Tukey. Aos 28 e 90 dias de cura, o melhor resultado foi o de 30% de substituição da pozolana calcinada a 1000°C, que ultrapassou a própria referência em 36,6%, chegando ao valor de 59,53 MPa assemelhando-se a argamassas de alto-desempenho aos 90 dias.

Conclui-se, com este trabalho, que é viável a calcinação de argila, pela ótica de ganho de resistência e de pozolanicidade, e a substituição de parte do cimento Portland em composições de argamassas, além de ocasionar vantagens ao material, como economia de cimento, melhora da resistência; ainda contribuiu para diminuição dos problemas ambientais associados à gestão de resíduos e à emissão de CO₂ para a atmosfera na fabricação do cimento Portland, já que a argila é material abundante na crosta terrestre e de custo relativo baixo; e também por ter um consumo energético relativo baixo para seu fabrico. Por outro lado, os resultados

mostraram que a reação pozolânica é mais lenta para as resistências iniciais do cimento. A aplicação de materiais cimentícios com adição pozolânica em suas composições é indicada para obras com grandes estruturas maciças, como barragens e instalações portuárias (SANTOS e SANTOS, 1992), além de meios agressivos por sulfatos.

8. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

O presente trabalho trouxe resultados interessantes no tocante à verificação de uma argila vermelha ter ou não potencial pozolânico, e ficou comprovado nos experimentos que tem, porém faltam respostas complementares a serem supridas em futuros trabalhos, a citar:

- (i) Estudar a trabalhabilidade de uma argamassa com o uso dessa pozolana;
- (ii) Pesquisar as aplicabilidades junto à engenharia civil das argamassas em função de suas resistências à compressão;
- (iii) Testar a durabilidade de argamassas com essas pozolanas;
- (iv) Estudar o calor de hidratação de massas cimentícias com o uso dessas argilas calcinadas; e
- (v) Calcular o consumo energético das fases de cominuição e calcinação dessa argila.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALUJAS, A. FERNANDEZ; QUINTANA, R.; SCRIVENER, K. L.; MARTIRENA, F. **Pozzolanic reactivity of low grade kaolinitic clays: influence of calcination temperature and impact of calcination products on OPC hydration**, v. 108, p. 94-101, 2015.

ANJOS, M. A. S. **Adição do resíduo de biomassa da cana-de-açúcar em pastas para cimentação de poços petrolíferos produtores de óleos pesados**. 2009. **Tese** (Doutorado) – Faculdade de Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009.

Associação Brasileira de cimento Portland. Uma breve história do cimento Portland. Disponível em www.abcp.org.br. Acessado em fevereiro/2019.

Associação Brasileira de Cimento Portland. Guia básico de utilização do cimento Portland. 7 ed. São Paulo: ABCP, 2002.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR NM 43. Cimento Portland - Determinação da Resistência à Compressão. Rio de Janeiro, Brasil, 2012.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 16605. **Cimento Portland e outros materiais em pó** - Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, Brasil, 2017.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 6458. **Grãos que passam na peneira 4,8 mm** - Determinação da massa específica do solo por meio do picnômetro. Rio de Janeiro, Brasil, 2016.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 9776. **Agregado miúdo** - Determinação da massa específica por meio do frasco de Chapmam. Rio de Janeiro, Brasil, 2009.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR NM 248. **Agregados** - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, Brasil, 2003.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 7214. Areia normal para ensaio de cimento. Rio de Janeiro, Brasil, 2015.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 5751. **Materiais pozolânicos** – Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias - Método de ensaio. Rio de Janeiro, Brasil, 2015.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 6457. **Amostras de solo** - Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização - Método de ensaio. Rio de Janeiro, Brasil, 2016.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 9604. **Abertura de poço e trincheira de inspeção em solo, com retirada de amostras deformadas e indeformadas** - Método de ensaio. Rio de Janeiro, Brasil, 2016.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 12653. **Materiais pozolânicos** - Requisitos. Rio de Janeiro, Brasil, 2015.

BATTAGIN, A. F.; BATTAGIN, I. L. S. O cimento Portland no Brasil. In: ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. 2 ed. São Paulo: Ibracon, c. 24, p. 761-790, 2010.

BERGAYA, F.; THENG, B. C. G.; LAGALY, G. Handbook of clay science. In **General introduction: clay, clays minerals and clay science**. Amsterdam: Elsevier, 2006.

BORLINI, M. C.; MENDONÇA, J. L. C. C.; PINATTI, D. G.; CONTE, R. A.; VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. **Cerâmica com cinza de bagaço de cana de açúcar: avaliação da influência da cinza e da sua granulometria nas propriedades físicas e mecânicas**. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMAT, 17, Foz do Iguaçu. Anais do 17 CBECIMAT, p. 2033-2041, 2006.

BRINDLEY, G. W.; LEMAITRE, J. **Thermal, oxidation and reduction reactions of clay minerals**. Chemistry of clays and clays minerals, Longman Scientific e Technical, England, 1987.

CABRAL, A. J. O.; OGASAWARA, T.; TAVARES, L. M. Preparação de óxido de ferro sub-micrométrico para aplicação em cerâmicas magnéticas por moagem de alta energia. **Revista Matéria**. v. 6, n. 1, p. 1-7. Rio de Janeiro, 2001.

CORDEIRO, G.; C. **Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz como aditivos minerais em concreto**, 2006. Tese. 2006 – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

CORDEIRO, G. C.; TAVARES, L.; FAIRBAIRN, E. **Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete**. Cement and Concrete Research. v. 39, p.110-115, 2009.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO, R. D. F.; FAIRBAIRN, E. M. R. **Caracterização de cinza do bagaço de cana-de-açúcar para emprego como pozolana em materiais cimentícios**. v. 32, p. 82-86, 2009.

CORDEIRO G. C.; SALES, C. P. **Influence of calcining temperature on the pozzolanic characteristics of elephant grass ash**. Cement and Concrete Composites. v. 73, p. 98-104, 2016.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO, R. D. F.; FAIRBAIRN, E. M. R.; TAVARES, M. M.; OLIVEIRA, C. H. **Influence of mechanical grinding on the pozzolanic activity of residual sugarcane bagasse**. v. b, p. 8-11, 2004.

COSTA NETO, P. L. O. **Estatística**. São Paulo: Edgard Blücher, 1977. p. 264, 1977.

COUTINHO, J. S. **Materiais de construção 2**. Parte 1 - Ligantes e caldas. Porto: Faculdade de Engenharia Universidade do Porto, 2002.

FERREIRA, M. M. **Caracterização de argilas cauliníticas do Quadrilátero Ferrífero visando seu potencial de aplicação na indústria de cerâmica**. 2010. Dissertação, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2010.

FIGUEIRA, H. V. O.; ALMEIDA, S. L. M.; LUZ, A. B. Cominuição. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; ALMEIDA, S. L. M. **Tratamento de minérios**. 4 ed. Rio de Janeiro: Cefem – Cnpq – Mct. C. 4, p. 113-19, 2004.

FLORES, Y. C. **Produção de aditivos minerais finos a nanométricos por moagem de alta energia e avaliação de sua atividade pozolânica**, 2010 Dissertação, Faculdade de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

GARCIA, F.; LE BOLAY, N.; FRANCES, C. Rheological behavior and related granulometric properties of dense aggregated suspensions during an ultrafine comminution process. **Powder Technology**, v. 130, p. 407-414, 2003.

GOBBO, L. A. **Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de cimento Portland**, 2009 Tese, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

GOMES, C. F.; **Argilas: o que são e para que servem**. 1 ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbekeian, 1988, 457 p.

GUEDERT, L. O. **Estudo da viabilidade técnica e econômica do aproveitamento da cinza da casca de arroz como material pozolânico**, 1989 Dissertação (Mestrado), Faculdade de Engenharia de Produção e Sistemas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1989.

GUENOT-DELAHAIE, I. **Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton**, 1996. These, l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussees, Paris, 1996.

ISAIA, G. C.; CINCOTTO, M. A., **Concreto: ciência e tecnologia**. 1 ed. São Paulo, IBRACON, v. 1, 2011.

JANG H.; LIM Y.; KANG J.; SO H. Influence of calcination and cooling conditions on pozzolanic reactivity of paper mill sludge. **Construction and Building Materials**, v. 166, p. 257-270, 2018.

KURTIS, K. Portland cement hydration. **School of Civil Engineering. Georgia Institute of Technology. Atlanta, Georgia**. Disponível em: <http://people.ce.gatech.edu/~kk92/hyd07.pdf>. Acesso em: ago. 2012.

LEA, F. M. **The chemistry of cement and concrete**. 4 ed. London: Edward Arnold, 1974.

LEITE, M. B.; DAL MOLIN. Avaliação da atividade pozolânica do material cerâmico presente no agregado reciclado de resíduo de C e D. **Sitientibus**, 111-130, jan/jun, 2002.

LINS, D. N. **Análise da resistência à compressão do cimento e a influência das adições minerais em seu desempenho**, 2017. Dissertação. Universidade de Brasília, Brasília, 2017.

LOPEZ, R. F. **Calcined clayey soils as a potential replacement for cement in developing countries**. Tese. Escola Politécnica Federal de Laussane, Laussane, 2009.

MACEDO, R. S.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha. **Cerâmica**. UFCG, v. 54, n. 332, p. 411-417, 2008.

MALHOTRA, V. M.; MEHTA, P. K. **Pozzolan and cementitious materials**, 1 ed., Gordon and Breach Publishers: Amsterdam, 1996.

MARTINS, A. **Apostila de treinamento de mão de obra para construção civil: Cimento.** Companhia de Cimento Itambé. Curitiba, 2008.

MASSAZZA, F.; COSTA, U. **Aspects of the pozzolanic activity and properties of pozzolanic cements.** II Cemento, Jan.- March 1979.

MEDEIROS, M. H. F.; HOPPE FILHO, J.; GOBBI, A.; PEREIRA, E. **Pozolanas de elevada reatividade:** uma avaliação crítica do ensaio de Índice de Atividade Pozolânica (IAP) com cal usando difração de raios X. Ambiente Construído, Porto Alegre, v. 15, n. 3, p. 19-29, jul./set., 2015.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto:** estrutura, propriedades e materiais. 1 ed. São Paulo: Pini, 2008.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto:** microestrutura, propriedades e materiais. 2 ed. Nicole Pagan Hasparyk (tradutor). São Paulo: Ibracon, 2014.

MITROVIC, A.; JEVTIC, D.; MILICIC, L. Metakaolin reactive pozzolan from serbianclays. **13th International Congresson the Chemistry of Cement** – Madri, n. 360, 2011.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto.** 2 ed. São Paulo: Pini, 1997.

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. **Tecnologia do concreto.** 2 ed. Porto Alegre: Bookman, 2013.

PEREIRA, K. L. O. **Estudo, em escala de laboratório de argilas do tipo bofe na obtenção de argilas organofílicas e ativadas,** 2008 Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Faculdade de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, São Paulo, 2008.

PERUZZI, A. P. **Comportamento das fibras de vidro convencionais em matriz de cimento Portland modificada com látex e adição de sílica ativa**, 2002. Dissertação, Faculdade de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.

PINTO, T. P. **Gestão ambiental de resíduos da construção civil**: experiência da SindusCon-SP. São Paulo: Obra limpa, I&T, SindusCon-SP, 2005.

PRUDÊNCIO JUNIOR, L. R.; SANTOS, S.; DAFICO, D. A. **Cinza da casca de arroz**. In: Coletânea Habitare, vol. 4. 2003.

ROCHA, G. G. N. **Caracterização microestrutural do metacaulim de alta reatividade**, 2005. Dissertação. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

SAID-MANSOUR, M. **Influence of calcined kaolin on mortar properties**. Construction and Building Materials, May 2011.

SANTOS, P. S.; SANTOS, H. S., **Ciência e tecnologia de argilas**. 2 ed. São Paulo: Edgar Blücher, 1992, v. 1, 2 e 3.

SILVA, M. G. Cimentos Portland com adições minerais. In: ISAIA, G. C. **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. 2 ed. São Paulo: Ibracon, c., 25, p. 791-823, 2010.

SILVEIRA, G. C. L.; ACCHAR, W.; GOMES, U. U.; LABRINCHA, J. L.; MIRANDA, C. M. P.; SILVEIRA, R. V. **Avaliação do mineral caulinita presente em argilas portuguesa para uso em grês porcelanato**. 22º CB e CiMat., Natal, 2016.

SNIC – Sindicato Nacional da Indústria do Cimento, 2003, Disponível em: [www.http://snic.org.br/cimento.php](http://snic.org.br/cimento.php). Acesso em: fev. 2019.

SOARES, F. P. P. **Influência da formação de pozolanas com adição de metacaulim em concreto de alto resistência**, 2013. Dissertação. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2013.

SOUZA, P. S. L.; DAL MOLIN, D. C. C. Estudo da viabilidade do uso de argilas calcinadas, como metacaulim de alta reatividade (MCAR), **Engenharia Civil**, n. 15, p. 45-54, 2002.

SOUZA, P. S. L.; DAL MOLIN, D. C. C. Viability of using calcined clays, from industrial by-products, as pozzolans of high reactivity. **Cement and Concrete Research**, v. 35, p. 1993-1998, 2005.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2 ed. London: Thomas Telford, 1997.

TEIXEIRA-NETO, E; TEIXEIRA-NETO, A. A. Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado. **Química Nova**. v. 32. n. 3, p. 809-817, 2009.

WEAVER, C. E. **Clays, muds, and shales. Developments in sedimentology**: 44. School of Geophysical Sciences, Georgia Institute of Technology, Atlanta, USA. Elsevier. 1989.

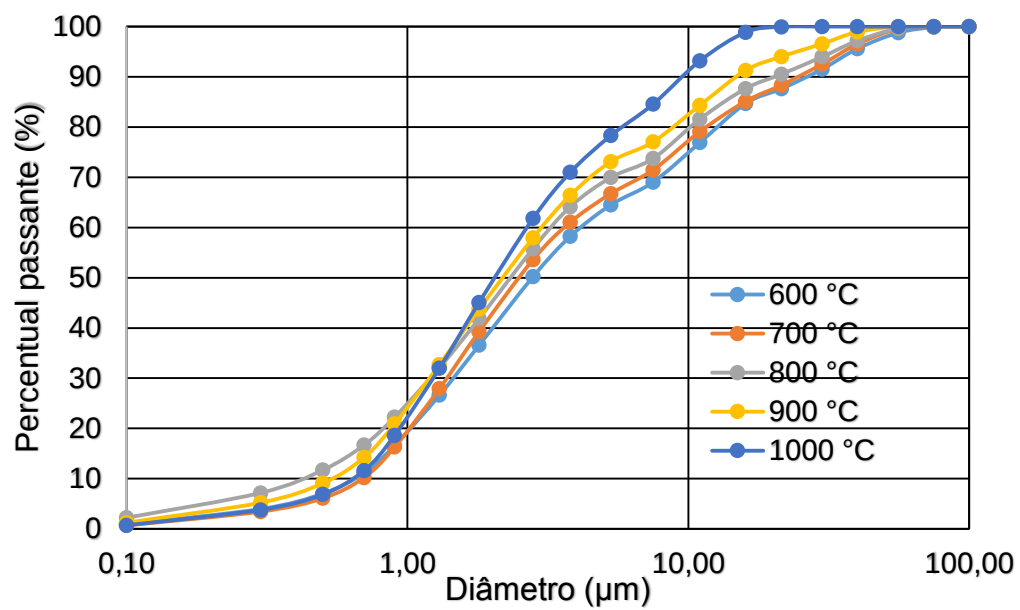
YANGUATIN, H.; RAMÍREZ, J. H.; TIRONI, A.; TOBÓM, J. I. Effect of thermal treatment on pozzolanic activity of excavated waste clays. **Construction and Building Materials**, v. 211, p. 814-823, 2019.

ZAMPIERI, A. Z. **Mineralogia e mecanismos de ativação e reação das pozolanas de argilas calcinadas**, 1989. Tese. Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1989.

APÊNDICE

CURVAS GRANULOMÉTRICAS

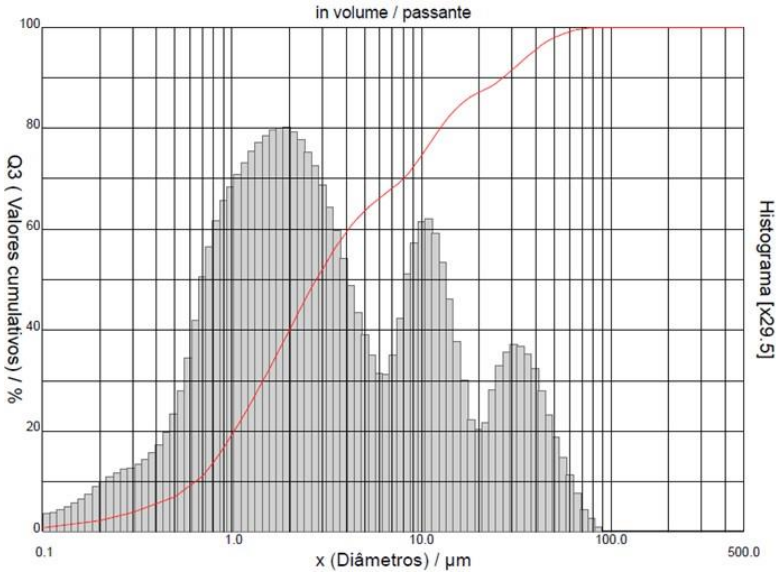
A seguir são apresentadas as distribuições granulométricas das argilas calcinadas nas distintas faixas de temperaturas utilizadas nas misturas.



Curva granulométrica da pozolana 600°C

Ref da amostra	: 0280318	Pressão/Distribuição	: 2500 mb / [55][55]
Sample Name	: MASSA CERÂMICA	Obscuration	: 8 %
Sample type	: PÓ	Diâmetro a 10%	: 0.64 µm
Comentários	: POZOLANA 600 1	Diâmetro a 50%	: 2.78 µm
-----		Diâmetro a 90%	: 26.86 µm
-----		Diâmetro médio	: 8.48 µm
Operador	: MEYSON	Fraunhofer	
Empresa	: UFPB	Densidade/Fator	-----
Localização	: João Pessoa - PB	Superfície específica	-----
Data : 02/04/2018	Hora : 10:15:26		
Índice med.	: 1554	Medida./Limp.	: 15s/5s/0
Database name	: CilasDB1	SOP name	: quasi

Valores cumulativos particulares							in volume / passante
x	80.00	100.0	150.0	180.0	200.0	325.0	400.0
Q3	99.93	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

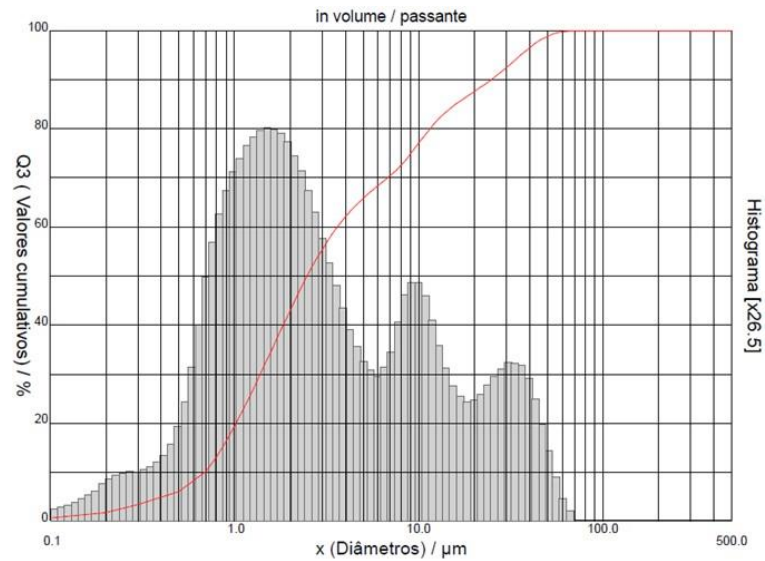


Análise granulométrica da pozolana calcinada a 700°C

Ref da amostra	: 0300318	Pressão/Distribuição	: 2500 mb / [55][55]
Sample Name	: MASSA CERÂMICA	Obscuration	: 9 %
Sample type	: PÓ	Diâmetro a 10%	: 0.69 µm
Comentários	: POZOLANA 700 1	Diâmetro a 50%	: 2.48 µm
-----		Diâmetro a 90%	: 24.76 µm
-----		Diâmetro médio	: 7.74 µm
Operador	: MEYSON	Fraunhofer	
Empresa	: UFPB	Densidade/Fator	-----
Localização	: João Pessoa - PB	Superfície específica	-----
Data : 02/04/2018	Hora : 13:38:04		
Índice med.	: 1556	Medida./Limp.	: 15s/5s/0
Database name	: CilasDB1	SOP name	: quasi

Valores cumulativos particulares							in volume / passante
x	80.00	100.0	150.0	180.0	200.0	325.0	400.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

Curva granulométrica da pozolana 700°C

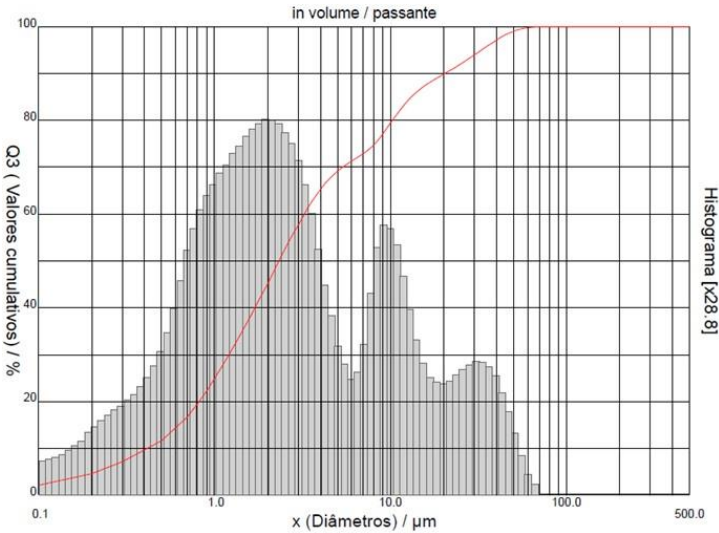


Análise granulométrica das pozolanas calcinadas a 800°C

Ref da amostra	: 0320318	Pressão/Distribuição	: 2500 mb / [55][55]
Sample Name	: MASSA CERÂMICA	Obscuration	: 10 %
Sample type	: PÓ	Diâmetro a 10%	: 0.41 μm
Comentários	: POZOLANA 800 1	Diâmetro a 50%	: 2.33 μm
-----		Diâmetro a 90%	: 20.32 μm
-----		Diâmetro médio	: 6.86 μm
Operador	: MEYSON	Fraunhofer	
Empresa	: UFPB	Densidade/Fator	-----
Localização	: João Pessoa - PB	Superfície específica	-----
Data : 02/04/2018	Hora : 13:43:58	Medida./Limp.	: 15s/5s/0
Índice med.	: 1558	SOP name	: quasi
Database name	: CilasDB1		

Valores cumulativos particulares				in volume / passante			
x	80.00	100.0	150.0	180.0	200.0	325.0	400.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

Curva granulométrica da pozolana 800°C

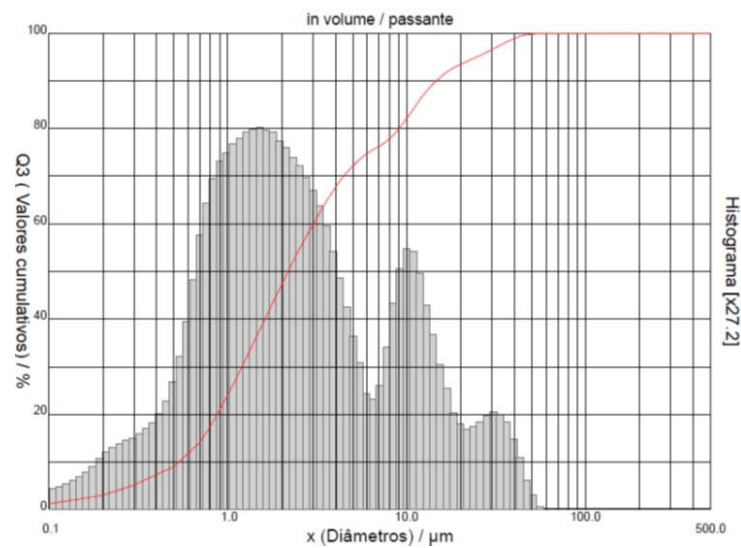


Análise granulométrica das pozolanas calcinadas a 900°C

Ref da amostra	: 0340318	Pressão/Distribuição	: 2500 mb / [55][55]
Sample Name	: MASSA CERÂMICA	Obscuration	: 13 %
Sample type	: PÓ	Diâmetro a 10%	: 0.53 μm
Comentários	: POZOLANA 900 1	Diâmetro a 50%	: 2.17 μm
-----		Diâmetro a 90%	: 14.63 μm
-----		Diâmetro médio	: 5.59 μm
Operador	: MEYSON	Fraunhofer	
Empresa	: UFPB	Densidade/Fator	-----
Localização	: João Pessoa - PB	Superfície específica	-----
Data : 02/04/2018	Hora : 13:51:34		
Índice med.	: 1560	Medida./Limp.	: 15s/5s/0
Database name	: CilasDB1	SOP name	: quasi

Valores cumulativos particulares							in volume / passante
x	80.00	100.0	150.0	180.0	200.0	325.0	400.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

Curva granulométrica da pozolana 900°C

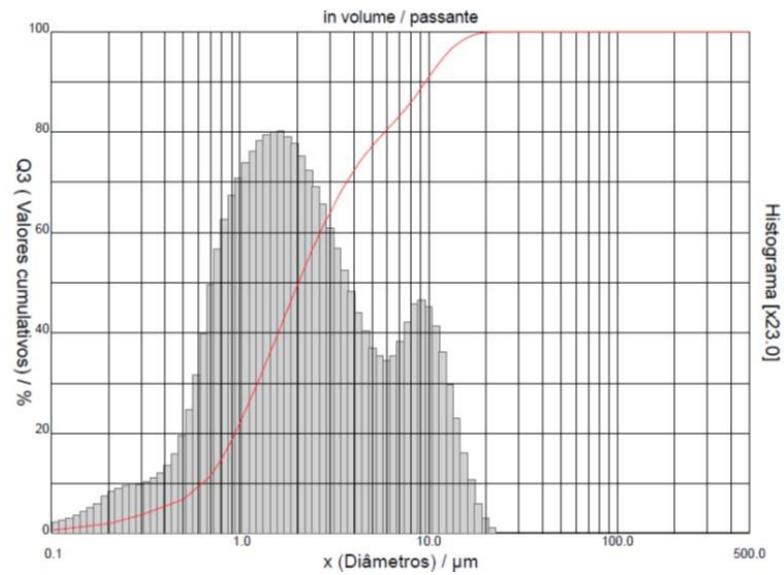


Análise granulométrica das pozolanas calcinadas a 1000°C

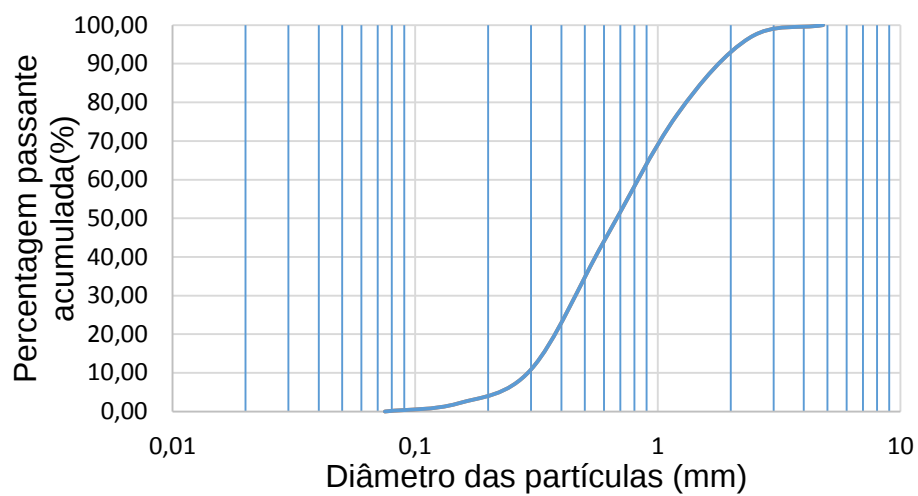
Ref da amostra	: 0360318	Pressão/Distribuição	: 2500 mb / [55][55]
Sample Name	: MASSA CERÂMICA	Obscuration	: 8 %
Sample type	: PÓ	Diâmetro a 10%	: 0.62 µm
Comentários	: POZOLANA 1000 1	Diâmetro a 50%	: 2.04 µm
-----		Diâmetro a 90%	: 9.58 µm
-----		Diâmetro médio	: 3.58 µm
Operador	: MEYSON	Fraunhofer	
Empresa	: UFPB	Densidade/Fator	-----
Localização	: João Pessoa - PB	Superfície específica	-----
Data : 02/04/2018	Hora : 14:01:02		
Índice med.	: 1562	Medida./Limp.	: 15s/5s/0
Database name	: CilasDB1	SOP name	: quasi

Valores cumulativos particulares							in volume / passante
x	80.00	100.0	150.0	180.0	200.0	325.0	400.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

Curva granulométrica da pozolana 1000°C



Curva granulométrica da areia conforme NBR 7217.



ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA

Valores de leituras e resistências à compressão do IAP (cal), aos 7 dias

Amostra	Leitura do manômetro			Resistência à compressão (kgf/cm ²)			Média (MPa)
	CP01	CP02	CP03	CP01	CP02	CP03	
600°C	1517	1670	1686	77,26	85,05	85,87	8,43
700°C	1507	1374	1710	76,75	69,98	87,09	7,94
800°C	2106	2119	2105	107,26	107,92	107,21	10,95
900°C	2875	2837	2780	146,42	144,49	141,58	14,70
1000°C	2876	2755	2253	146,47	140,31	114,74	13,64