

Assessment of the pozzolanic activity of ornamental stone waste after heat treatment and its effect on the mechanical properties of concretes

Análise da caracterização pozolânica do resíduo de rochas ornamentais tratado termicamente e seu efeito nas propriedades mecânicas de concretos



S. H. M. MITTRI^a
sergio-mittri@hotmail.com

M. K. DEGEN^a
maxdegen@hotmail.com

G. L. VIEIRA^a
geilma.vieira@gmail.com

J. S. VAZZOLER^a
janaina.vazzoler@gmail.com

L. H. C. H. RODRIGUES^a
laricarnielli@hotmail.com

Abstract

This paper aims at evaluating the pozzolanic properties of ornamental stone processing waste after heat treatment at 1200 °C (HTOSPW) and analyzing the influence on the mechanical strength of concrete produced with HTOSPW addition at the contents of 5% and 10% by mass of Portland cement. The HTOSPW shows promising results regarding the pozzolanic activity, revealing chemical and physical characteristics typical of pozzolanic materials in addition to being approved in the pozzolanicity tests performed. As for the concretes produced with HTOSPW addition, a significant increase in mechanical strength was observed, especially for concretes with a 10% addition.

Keywords: pozzolan, pozzolanic activity, ornamental stone waste, mechanical strength, heat treatment.

Resumo

O presente trabalho avalia as propriedades pozolânicas do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais tratado termicamente a 1200°C (RBROTT), além de analisar a influência desse material na resistência mecânica de concretos produzidos com 5% e 10% de adição em relação à massa de cimento. Quanto à atividade pozolânica, o RBROTT se mostrou promissor, tendo apresentado características químicas e físicas típicas de materiais pozolânicos, além de ser aprovado nos ensaios de pozzolanicidade realizados. Quanto aos concretos produzidos com adição do RBROTT, observou-se um aumento significativo da resistência mecânica, principalmente para os concretos com 10% de adição.

Palavras-chave: pozolana, atividade pozolânica, resíduo de rochas ornamentais, resistência mecânica, tratamento térmico.

^a Universidade Federal do Espírito Santo, Civil Engineering Department, Vitória, ES, Brazil

Received: 24 Aug 2016 • Accepted: 18 Apr 2018 • Available Online:

 This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License

1. Introdução

Em muitos casos a extração de matérias-primas e seu beneficiamento resultam em geração de resíduos, que geralmente são passivos ambientais. Diante dessa problemática, muitos estudos já comprovaram a utilidade de diversos resíduos, que deixaram de ser descartáveis e adquiriram valor econômico e aplicabilidade em vários setores da construção civil. Dentre esses resíduos, podem-se citar a cinza volante [1-5] e a sílica ativa [6-10], que são comumente empregadas em matrizes cimentícias. Esses materiais são aplicados como pozolanas, que reagem quimicamente com compostos alcalinos gerados no processo de hidratação do cimento, formando silicatos de cálcio hidratados. Por terem essa capacidade, quando aplicadas em proporções adequadas, as pozolanas são capazes de melhorar algumas propriedades da matriz cimentícia dos concretos e das argamassas. Um material que já vem sendo estudado por diversos autores, no que tange, por exemplo, a sua aplicação em matrizes cimentícias [11-14], cerâmicas [15-18] e betuminosas [19-21], é o resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais (RBRO). Em 2013 a produção mundial de rochas ornamentais apresentou uma estimativa de produção em torno de 123,5 Mt [22]. Por trás do processo de extração até a comercialização gera-se uma quantidade de resíduos que pode chegar a 40% do volume total do bloco extraído [17], e a quantidade de resíduos do corte e serragem no processo de beneficiamento da rocha pode facilmente alcançar entre 20 a 25% do volume total do bloco [17], chegando a 30% [23]. Como o RBRO é um material quimicamente inerte, quando aplicado a matrizes cimentícias desempenha efeito físico de preenchimento de poros, conhecido como efeito *filler*. Sua estrutura apresenta-se cristalina e inerte, não havendo possibilidade de reação química com outros compostos do cimento. Contudo, este material pode ter sua estrutura cristalina modificada após tratamento térmico em altas temperaturas, como é o caso de algumas pozolanas comumente conhecidas no mercado. Até o momento poucos estudos trataram o RBRO termicamente [24-26]. Com o intuito de melhorar as propriedades desse material, convertendo-o em uma possível pozolana, o presente trabalho aborda o uso do RBRO tratado a uma temperatura de 1200°C, produzindo o denominado resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais tratado termicamente (RBROTT), na expectativa de que o material comporte-se de forma amorfa e reaja com os compostos resultantes da hidratação do cimento Portland em uma reação conhecida como reação pozolânica.

2. Materiais e programa experimental

2.1 Produção e caracterização do RBROTT

O RBRO adquirido passou pelo processo de secagem em estufa a 100±5°C para retirada da umidade e logo em seguida foi submetido ao tratamento térmico, que consistiu em aquecer gradativamente o material em um recipiente de gesso (Figura 1) até a temperatura de 1200°C, permanecendo nesta temperatura por duas horas. Devido ao tratamento térmico, o resíduo coalesceu e se apresentou como um material sólido e de aparência vítrea, como pode ser visto na Figura 1. A temperatura de tratamento térmico foi definida a partir do trabalho de Uliana et al. [26], que aplicou diferentes temperaturas (1200°C, 1300°C, 1400°C e 1500°C) e avaliou a influência dessas



Figura 1

(a) Recipiente de gesso contendo RBRO antes do tratamento térmico, (b) RBRO após tratamento térmico, (c) Moinho de argolas, (d) Resíduo tratado termicamente após o processo de moagem

temperaturas na facilidade do processo de aplicação do tratamento térmico, na mineralogia do material final e na atividade pozolânica pelo método de Luxán [27] do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais tratado termicamente (RBROTT).

Com o intuito de atender ao critério de finura estabelecido pela NBR 12653 [28], o material passou por um processo de moagem em um moinho de argolas (Figura 1) por tempo suficiente para que o material retido na peneira 45µm fosse inferior a 20%. Após o processo de moagem o resíduo apresentou coloração cinza clara, podendo ser visto na Figura 1.

Com a finalização do processo de beneficiamento do resíduo procedeu-se a caracterização física, química, mineralógica e microestrutural. A caracterização física foi realizada seguindo os procedimentos da NBR 15894 [29] e da NBR 11579 [30] para avaliar a porcentagem de material retido nas peneiras 45µm e 75µm, que dão indicativo de finura do material. Também em relação à finura, realizou-se o ensaio para determinação da superfície específica via Blaine. Ainda em relação às características físicas, foi determinada a distribuição granulométrica do RBROTT utilizando granulômetro a laser.

A caracterização química do RBROTT foi realizada por meio do ensaio de fluorescência de raios X, enquanto a caracterização mineralógica e a microestrutural foram realizadas por difração de raios X e microscópio eletrônico de varredura (MEV), respectivamente.

A caracterização física, a química e a mineralógica são fundamentais para verificar se o RBROTT apresenta características básicas de um material pozolânico, que são materiais finos, com composição química silicosa ou sílico-aluminosa e que apresentam a maior parte de sua rede cristalina na forma vítrea (amorfa), e a pequena quantidade de matéria cristalina presente consiste em quartzo e C₃A [31]. No entanto, deve-se comprovar também sua atividade pozolânica através de ensaios que consistem basicamente em avaliar a capacidade do resíduo em reagir quimicamente com hidróxido de cálcio – Ca(OH)₂.

A primeira análise realizada para verificar a atividade pozolânica

Tabela 1

Classificação da atividade pozolânica segundo o método de Luxán

Classificação do material	Varição da condutividade - Δc (mS/cm)
Não pozolânico	Menor que 0,4
Pozolanidade variável	Entre 0,4 e 1,2
Boa pozzolanidade	Maior que 1,2

do RBROTT foi o ensaio pelo método de Luxán [27]. Inicialmente fez-se a medição de condutividade em uma solução com apenas hidróxido de cálcio. Realizada a primeira leitura, o material pozolânico foi adicionado à solução, que tende a reagir com os íons livres, diminuindo assim a condutividade elétrica da solução. Após o período de 120s foi realizada a segunda leitura de condutividade. A partir da variação de condutividade foi possível avaliar o grau de atividade pozolânica do material, que depende da capacidade deste em reagir com os íons livres. Segundo os autores [27], o material deve ser classificado de acordo com a Tabela 1, que é função da variação de condutividade obtida no ensaio.

Para efeito comparativo, realizou-se o ensaio pelo método de Luxán [27] em três materiais distintos: RBRO, RBROTT e metacaulim. Decidiu-se por realizar o ensaio no metacaulim, pois este é um material de pozzolanidade comprovada, servindo então como um parâmetro de comparação.

A NBR 12653 [28] estabelece requisitos mínimos de desempenho do material para que este seja classificado como uma pozzolana. Esses critérios são baseados no desempenho de argamassas com aplicação do material pozolânico. A primeira análise de desempenho é realizada de acordo com a NBR 5751 [32], que define os procedimentos para determinação do desempenho da pozzolana quando aplicada em argamassa de cal - $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Outra análise de desempenho é realizada segundo a NBR 5752 [33], que define os procedimentos para determinar o índice de desempenho da pozzolana quando aplicada em argamassa de cimento.

2.2 Dosagem e produção dos concretos

O cimento utilizado para produção dos concretos a serem analisados no presente estudo foi o CPV-ARI, sendo este o cimento disponível no mercado com menor quantidade de adições, que, se estivessem presentes, poderiam interferir nos resultados dos ensaios. As características químicas e as físicas desse cimento podem ser vistas na Tabela 2.

Tabela 3

Traços dos concretos

Relação a/c	Teor de adição (%)	Cimento	Resíduo	Areia	Brita	Consumo de cimento (kg/m ³)
0,4	0%	1	-	1,31	2,22	499,20
0,6			-	2,89	3,74	296,03
0,4	5%	1	0,05	1,31	2,22	488,27
0,6			0,05	2,89	3,74	294,09
0,4	10%	1	0,1	1,31	2,22	488,11
0,6			0,1	2,89	3,74	292,82

Tabela 2

Composição química e física do RBRO, RBROTT e do CPV-ARI

Composição química	RBRO*	RBROTT	CPV-ARI
SiO ₂	66,82	67,11	19,42
Al ₂ O ₃	13,50	23,42	4,87
K ₂ O	3,83	3,36	0,8
CaO	3,44	2,62	63,69
Fe ₂ O ₃	3,79	1,53	2,93
MgO	0,93	1,5	0,86
TiO ₂	0,16	0,18	-
SO ₃	0,06	0,05	3,02
P ₂ O ₅	-	0,05	-
MnO	-	0,03	-
Cr ₂ O ₃	-	0,01	-
CO ₂	-	-	2,49
Rb ₂ O	-	0,01	-
ZrO ₂	-	0,01	-
CuO	-	0,01	-
SrO	-	0,01	-
C	1,11	-	-
L.O.I.	3,50	0,1	0,78
Características físicas	RBRO	RBROTT	CPV-ARI
Massa específica (g/cm ³)	2,53	2,45	3,09
Superfície específica via Blaine (cm ² /g)	6179	6890	4751
Material retido na peneira 200	3,08	1,16	-
Material retido na peneira 325	7,00	9,57	-
Material retido na peneira 400	-	-	2,2

* From Uliana *et al.* [26]

Além do cimento, utilizou-se areia branca extraída de jazida e brita nº 1, obtida por processo de britagem de rochas graníticas. Os concretos foram dosados segundo o método IPT/EPUSP de Helene e Terzian [34]. A partir desse método foram confeccionados concretos com adição de 0%, 5% e 10% de RBROTT em relação à massa de cimento. Além do teor de adição, variou-se também a relação água/cimento, utilizando os valores de 0,4 e 0,6. Os traços utilizados podem ser vistos na Tabela 3.

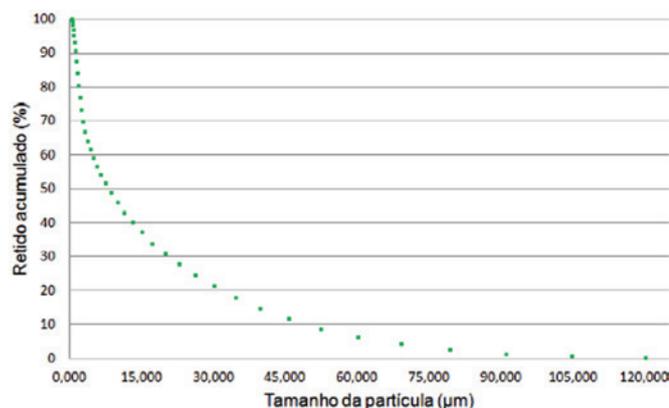


Figura 2
Composição granulométrica do RBROTT

A adição de um filler em proporção adequada por si só já seria capaz de aumentar a resistência mecânica do concreto produzido. Soares [35] e Dietrich [36] verificaram que concretos produzidos com adição de RBRO obtiveram aumento na resistência mecânica com teor de adição de 5%, mas ocorreu diminuição dessa resistência com teores de adição de 10% e 15%. Já Degen et al. [37] demonstrou que a substituição do cimento pelo RBRO sem tratamento térmico em teores de 5%, 10% e 15% em massa reduziu a resistência mecânica dos concretos analisados. Com base nesses trabalhos, optou-se por trabalhar com adição de 5% e 10% de RBROTT em relação à massa de cimento; o percentual de 10% de adição de RBRO sem tratamento reduziu a resistência mecânica dos concretos [35, 36], cabendo avaliar a influência desse mesmo percentual de adição com o resíduo após tratamento térmico.

No estado fresco os concretos foram analisados segundo o ensaio de abatimento pelo tronco de cone, estabelecido pela NBR NM 67 [38]. Após esse ensaio, foram moldados 15 corpos de prova cilíndricos com dimensões de 100mm x 200mm para cada um dos seis concretos produzidos. Os corpos de prova foram curados submersos em água saturada com cal, sendo então ensaiados nas idades de 28, 56 e 91 dias.

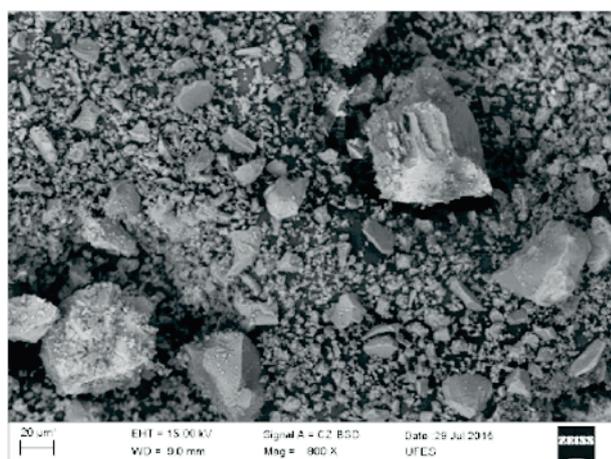


Figura 3
Micrografia do RBROTT com ampliação de 800 vezes

3. Resultados e discussões

3.1 Caracterização do RBROTT

Quanto à finura, o resíduo apresentou 9,57% de material retido na peneira 45µm e 1,16% de material retido na peneira 75µm. A NBR 12653 [28] estabelece como critério de finura para pozolanas o máximo de 20% de material retido na peneira 45 µm; logo, o RBROTT atendeu ao critério de finura. A superfície específica encontrada via Blaine foi de 6.890 cm²/g, sendo este valor superior ao encontrado para a cinza volante em vários estudos [39-41], porém inferior à finura da sílica ativa, que pode apresentar valores superiores a 10.000 cm²/g, [6, 42].

Para avaliar a distribuição granulométrica foi realizado ensaio por meio de um granulômetro a laser, do qual se obteve o gráfico apresentando na Figura 2. A partir desse ensaio foram obtidos também os valores de d(90) e d(50), que foram de 48,99µm e 8,17µm respectivamente. É possível comparar os valores obtidos nesse ensaio com os valores retidos nas peneiras. Como exposto anteriormente, o material retido nas peneiras de malha 45µm e 75µm foi de 9,57% e 1,16%, respectivamente. Na Figura 2 observa-se que o material retido nas aberturas 45µm e 75µm é de 11,83% e 3,12% respectivamente. Dessa forma, é possível concluir que os valores obtidos por meio das peneiras 45µm e 75µm estão muito próximos dos valores obtidos pelo granulômetro a laser.

Quanto ao formato dos grãos, na Figura 3 pode ser observada a imagem obtida via MEV, sendo possível verificar que o RBROTT apresenta grãos com dimensões variadas. Além disso, observa-se que os grãos de RBROTT não apresentam uma forma definida, sendo angulosos e com dimensões que, em geral, variam de 0,2µm a 70µm. O grau de amorficidade do RBROTT foi avaliado através do ensaio de difratograma de raios X, cujo resultado pode ser visto na Figura 4.

É possível verificar na Figura 4 a presença de halo amorfo entre os intervalos de 15° a 40°, mostrando haver uma mistura de fases, ou seja, há certo grau de amorfismo. Nessa figura também é possível observar a presença de picos que representam a fase cristalina do quartzo (SiO₂). Os cristais de quartzo não foram desfeitos no tratamento térmico a 1200°C devido ao fato de a temperatura de fusão desse composto ser superior a 1600°C [43]. Outros estudos também identificaram a presença cristalina de quartzo quando

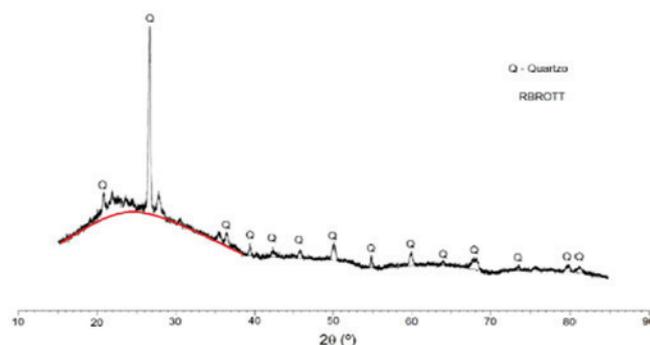


Figura 4
Difratograma de raios X do RBROTT

Tabela 4

Critérios químicos estabelecidos pela NBR 12653-15

Propriedades	Limites segundo a classe de material pozolânico			Resultado do RBROTT (%)
	N	C	E	
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	≥ 70	≥ 70	≥ 50	92
SO ₃	≤ 4	≤ 5	≤ 5	0,05
Teor de umidade	≤ 3	≤ 3	≤ 3	0,0
Perda ao fogo	≤ 10	≤ 6	≤ 6	0,1
Álcalis disponíveis em Na ₂ O _{eq} *	≤ 1,5	≤ 1,5	≤ 1,5	2,21

* Na₂O_{eq} = Na₂O + 0.658K₂O

analisaram por difração outras pozolanas, como, por exemplo, o metacaulim [44] e a cinza volante [45].

Quanto à composição química, os resultados obtidos por fluorescência de raios X podem ser vistos na Tabela 2. É possível observar que o RBROTT é um material sílico-aluminoso, o que é característico de materiais pozolânicos. Dentre a sílica ativa, a cinza volante e o metacaulim, que são pozolanas bastante estudadas, o RBROTT apresentou composição química mais próxima da composição do metacaulim [9, 46] e da cinza volante [47, 48] quando comparados os teores de sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃). Já a sílica ativa apresenta maior teor de sílica, chegando a valores próximos a 95% da composição química [8, 9].

Na Tabela 2 é possível observar a composição química do RBRO feita por Uliana et al. [26] e utilizado no presente estudo. Quando se compara o RBRO com o RBROTT, percebe-se que este apresenta um aumento significativo de alumina (Al₂O₃), decorrente do processo térmico sofrido, indicando um potencial pozolânico maior do RBROTT em relação ao resíduo sem tratamento térmico, visto que a alumina é altamente reativa [49].

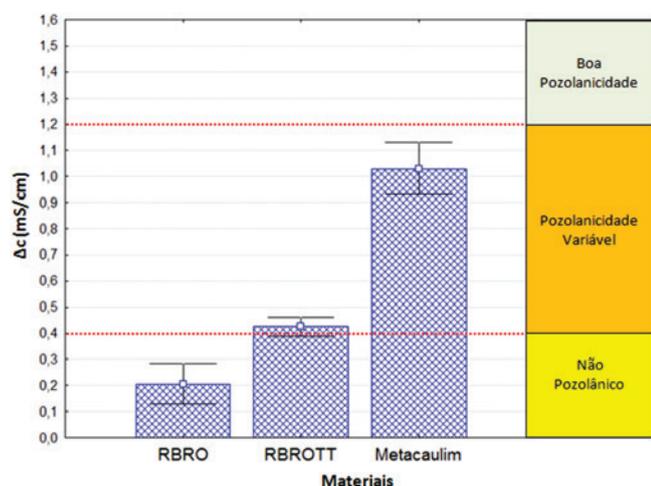
A NBR 12653 [28] estabelece como critérios químicos os limites apresentados na Tabela 4. Segundo essa norma, o RBROTT é considerado uma pozolana de classe N, sendo possível verificar nessa tabela que atendeu aos critérios químicos exigidos pela NBR 12653 [28], exceto o critério de álcalis disponíveis em Na₂O_{eq},

que foi 47% superior ao máximo requerido. O percentual de álcalis não tem relação direta com a atividade pozolânica que o material irá desempenhar. Ele está associado à reação álcali-sílica que poderá desenvolver ao entrar em contato com a sílica ativa presente nos agregados, sendo necessário realizar ensaios para comprovar a real influência do RBROTT em proporcionar a ocorrência de reações álcali-sílicas. É possível verificar em diversos outros trabalhos pozolanas com valores de Na₂O_{eq} superiores a 1,5%, como, por exemplo, trabalhos que utilizaram cinza volante [1-3].

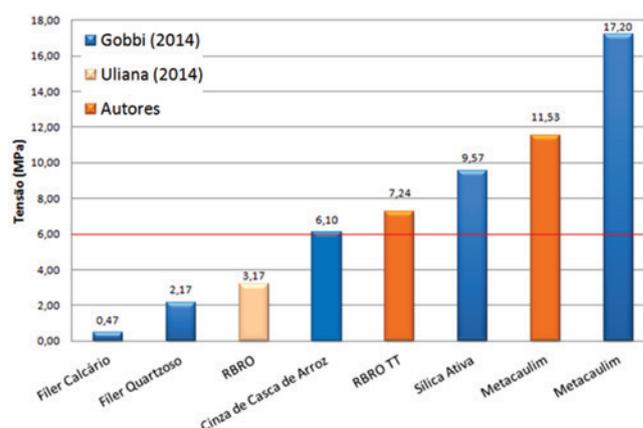
O RBROTT atendeu a todos os critérios físicos exigidos por norma, além de ser um material sílico-aluminoso e de apresentar banda amorfa no difratograma de raios X, que são características básicas de um material pozolânico. Porém, apresentar essas características não garante que o material possua atividade pozolânica. Quanto à atividade pozolânica, o resultado obtido pelo método de Luxán [27] está exposto na Figura 5.

Segundo esse ensaio, é possível afirmar que o tratamento térmico proporcionou aumento no índice de atividade pozolânica pelo método de Luxán [27], permitindo que o material (RBRO) deixasse de ser classificado como não pozolânico para ser um material de pozolanicidade variável. Vazzoler [50] também realizou o ensaio segundo esse método para o RBROTT, encontrando como valor médio 0,55 mS/cm, classificando o RBROTT como material de pozolanicidade variável, assim como no presente estudo.

Em relação ao metacaulim, devido ao fato de ser um material pozolânico já conhecido, esperava-se maior valor de variação de

**Figura 5**

Ensaio de atividade pozolânica pelo método de Luxán

**Figura 6**

Ensaio de atividade pozolânica em argamassa de cal

condutividade. Kieling [42] ensaiou a sílica ativa, que também é um material pozzolânico, pelo método de Luxán [27], encontrando valor de variação de condutividade elétrica de 0,89 mS/cm. Dessa forma, pode-se concluir que a classificação do material como atividade pozzolânica variável (0,4 a 1,2 mS/cm) é um resultado satisfatório, pois pozzolanas como a sílica ativa e o metacaulim apresentaram resultados compreendidos nesse intervalo, assim como o RBROTT.

Quanto ao desempenho do RBROTT em argamassa de cal, seguiram-se os procedimentos recomendados pela NBR 5751 [32], que estabelece o método de confecção de uma argamassa contendo areia normal, cal, pozzolana e água, cuja resistência mecânica mínima deve ser de 6 MPa para que o material seja considerado uma pozzolana. Na Figura 6 são apresentados os resultados obtidos, sendo que a resistência média à compressão gerou como resultado o valor de 7,24 MPa, que é 20,67% superior ao mínimo necessário (6 MPa) para considerar o material como sendo uma pozzolana. Dessa forma, segundo esse critério, o RBRO, após tratamento térmico, pode ser considerado um material pozzolânico. Gobbi [51] estudou a atividade pozzolânica com cal para diferentes adições minerais com o intuito de analisar a eficácia desse método, e Uliana et al. [26] avaliou a atividade pozzolânica com cal do RBRO sem tratamento térmico. Para efeito comparativo construiu-se o gráfico apresentado na Figura 6, que mostra os resultados obtidos por Gobbi [51] e Uliana et al. [26] juntamente com os resultados obtidos no presente trabalho.

Assim como ocorreu no ensaio de atividade pozzolânica pelo método de Luxán [27] (Figura 5), é possível observar na Figura 6 um aumento superior a 100% para o resultado obtido para o RBROTT quando comparado ao RBRO. Ao comparar as características físicas e químicas do RBRO com as do RBROTT apresentadas

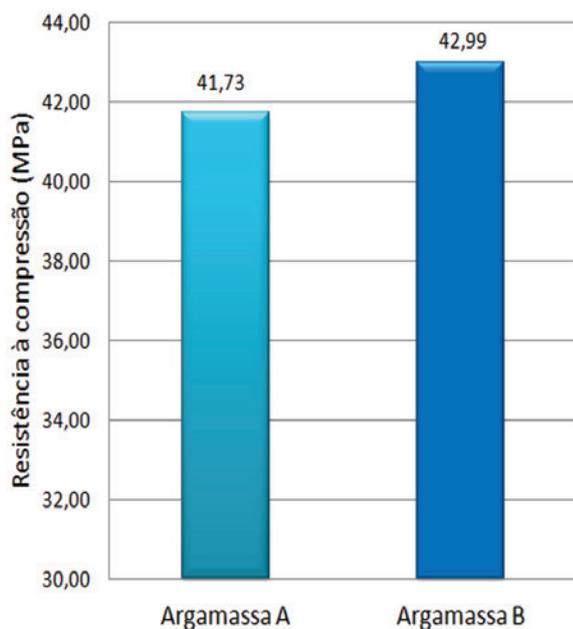


Figura 7
Ensaio de atividade pozzolânica em argamassa de cimento

na Tabela 2, é possível verificar que, mesmo após o tratamento térmico a 1200°C, as composições químicas se mantiveram próximas entre o RBRO e o RBROTT, e a finura do RBROTT, após o processo de moagem, também se manteve muito próxima à finura do RBRO, sendo obtidos valores, pelo método de Blaine, de 6179cm²/g para o RBRO e 6890cm²/g para o RBROTT. Percebe-se que a capacidade do RBROTT de reagir com o hidróxido de cálcio não depende unicamente da composição química e da finura desse material, mas também de sua estrutura mineralógica, que após o tratamento térmico apresentou halo amorfo, como pode ser observado na Figura 4, diferente do que ocorre com o RBRO sem tratamento térmico, que apresenta característica típica de compostos cristalinos (não amorfos) quimicamente estáveis e com baixa reatividade, o que confirma a ausência de sua atividade pozzolânica [35]. Conclui-se que o aumento da resistência da argamassa de cal com RBROTT, quando comparada à argamassa com RBRO, se deve à modificação da estrutura cristalina em decorrência do tratamento térmico, que tornou o RBROTT mais reativo quando comparado ao RBRO.

Na Figura 6 é possível verificar também que o RBROTT ficou enquadrado entre duas pozzolanas bastante estudadas e com potencial pozzolânico comprovado, que são a cinza da casca de arroz e a sílica ativa. Assim como ocorreu no ensaio pelo método de Luxán [27], o metacaulim apresentou o melhor resultado de atividade pozzolânica quando comparado ao RBRO e ao RBROTT.

Quanto ao critério de desempenho em argamassa de cimento, para ser considerado um material pozzolânico, a NBR 12653 [28] recomenda que a argamassa B (produzida com substituição do cimento pelo RBROTT em 25% em massa) atinja pelo menos 90% da resistência obtida na argamassa A (argamassa de referência). Mesmo havendo a substituição de 25% do cimento por RBROTT, o índice de desempenho obtido foi de 103%, ou seja, o resultado foi 13% superior ao mínimo necessário para que o RBROTT

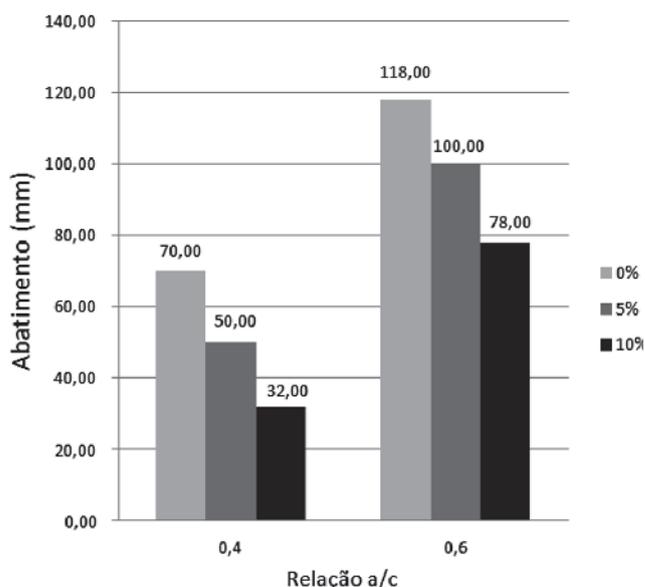


Figura 8
Resultados dos ensaios de abatimento

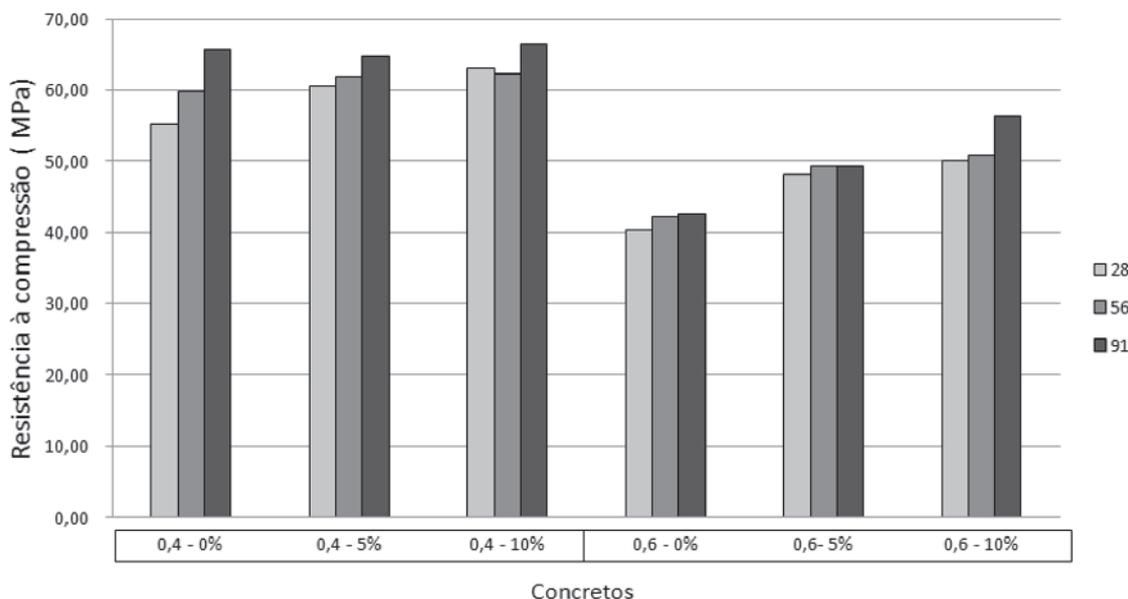


Figura 9
Resultados dos ensaios de resistência à compressão

Tabela 5
Análise de variâncias dos resultados de resistência à compressão

Fatores	SQ	GL	MQ	Fcal	p-valor	Resultado
a/c	4374,8	1	4374,8	1860,8	0,000000	Significativo
idade	311,9	2	156,0	66,3	0,000000	Significativo
% adição	749,6	2	374,8	159,4	0,000000	Significativo
a/c - idade	31,3	2	15,7	6,7	0,002316	Significativo
a/c - % adição	178,1	2	89,1	37,9	0,000000	Significativo
idade - % adição	55,4	4	13,9	5,9	0,000405	Significativo
a/c - idade - % adição	78,7	4	19,7	8,4	0,000016	Significativo

possa ser considerado uma pozolana (90%). Na Figura 7 podem ser vistos os resultados obtidos para as argamassas A e B.

3.2 Resultados dos ensaios nos concretos

Em relação ao concreto no estado fresco, é possível observar na Figura 8 que a adição do RBROTT ocasionou redução do abatimento. Esse comportamento se deve ao fato de o RBROTT adicionado ser um material muito fino, o que exigiria aumento do consumo de água ou uso de aditivo para ser obtido o mesmo abatimento do concreto referência. Neville e Brooks [52] afirmam que partículas mais finas requerem mais água para a molhagem de suas grandes superfícies específicas. Mehta e Monteiro [31] afirmam que, para uma determinada consistência do concreto, o uso de materiais com alta área superficial específica (materiais finos), como a cinza de casca de arroz e a sílica ativa, aumenta a demanda de água na mistura.

Na Figura 8 observa-se que o concreto com relação a/c 0,4 foi o mais afetado pela adição, havendo uma redução de 28,57% do abatimento para o concreto com 5% de adição e 54,29% para o

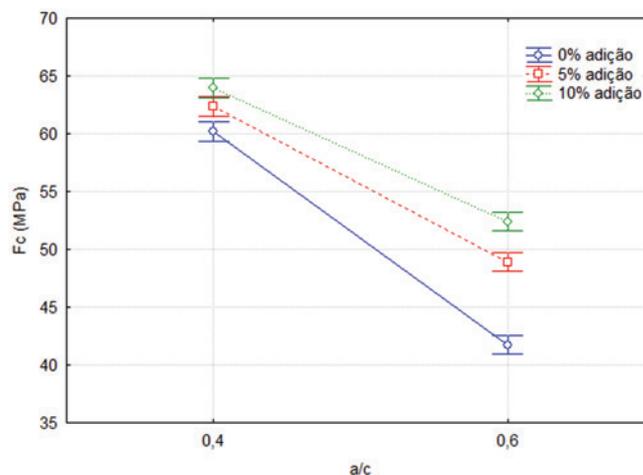


Figura 10
Influência da interação entre a relação a/c e teor de adição sobre a resistência mecânica

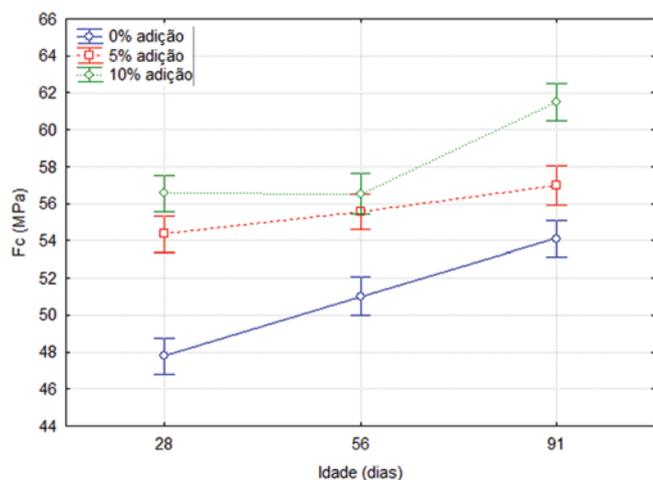


Figura 11
Influência da interação entre a idade e teor de adição sobre a resistência mecânica

concreto com 10%, enquanto o abatimento do concreto com relação a/c 0,6 foi reduzido em 15,25% e 38,90% para as adições de 5% e 10% respectivamente. Esse comportamento era esperado, pois o concreto com relação a/c 0,4 recebeu maior quantidade de adição (em massa), devido ao fato de a adição ter sido em relação à massa de cimento. Na Tabela 3 verifica-se que os concretos com relação a/c 0,4 apresentaram um consumo de cimento cerca de 70% maior do que os concretos com relação a/c 0,6; logo, receberam maior quantidade de adição.

Quanto aos ensaios de resistência à compressão, na Figura 9 é possível analisar os resultados médios dos concretos ensaiados. Na Figura 9 é possível observar que todas as variáveis (adição, relação a/c e idade) aparentemente tiveram influência sobre a resistência mecânica dos concretos. Para avaliar a real influência dessas variáveis sobre o comportamento mecânico dos concretos foram submetidos os resultados à Análise de Variância (Anova), cujos resultados podem ser vistos na Tabela 5. A partir da análise

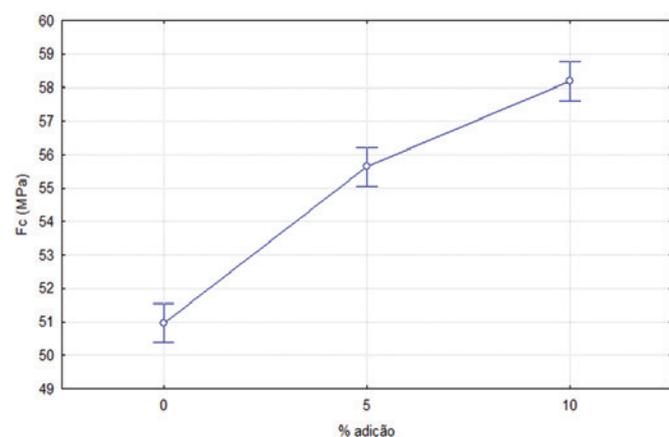


Figura 12
Influência do percentual de adição sobre a resistência à compressão dos concretos

de variância foi possível concluir que todas as variáveis tiveram influência sobre o comportamento mecânico dos concretos, assim como a interação entre essas variáveis.

Para o presente estudo, a análise mais importante é a da influência da adição sobre o comportamento mecânico dos concretos. Na Figura 10 é possível observar a influência da interação entre a relação a/c e o teor de adição sobre a resistência mecânica.

É possível concluir, a partir da Figura 10, que em ambas as relações a/c estudadas (0,4 e 0,6) a adição proporcionou aumento da resistência mecânica dos concretos. Mesmo tendo proporcionado melhoria para ambas as relações a/c, verifica-se que os concretos com relação a/c 0,6 tiveram maior aumento de resistência devido à adição, apresentando melhoria de 17,19 % e 25,59% para as adições de 5% e 10% respectivamente, enquanto os concretos com relação a/c 0,4 apresentaram melhoria de 3,58% e 6,27%. Um dos efeitos da atividade pozzolânica é o refinamento dos poros dos concretos através da reação da pozzolana com compostos alcalinos da pasta. Provavelmente os concretos com relação a/c 0,6 apresentaram um aumento maior de resistência devido ao fato de serem concretos mais porosos quando comparados aos concretos com relação a/c 0,4, que já possuem os poros com um nível superior de refinamento.

A influência da interação entre o teor de adição e a idade sobre a resistência à compressão dos concretos pode ser vista na Figura 11. Verifica-se que já na idade de 28 dias os concretos com 5% e 10% de adição apresentaram resistência mecânica superior ao concreto referência, sendo esse aumento de 13,79% e 18,36% respectivamente. Segundo Mehta e Monteiro [31], cimentos contendo pozzolanas ganham resistência mecânica um pouco mais lentamente, se comparados ao cimento de clínquer e gipsita apenas, mostrando um ganho devido à pozzolana somente após a idade de 7 dias. Logo, para a idade de 28 dias já era esperado um efeito significativo da adição sobre a resistência mecânica dos concretos. Esse aumento de resistência já aos 28 dias se deve possivelmente ao fato de que nessa idade o C_3S (alita) já desenvolveu a maior parte de suas reações de hidratação, sendo este composto o principal responsável pelo ganho de resistência mecânica do concreto nas quatro primeiras semanas e também formação de $Ca(OH)_2$ [52]. Com isso, além de contribuir para o aumento da resistência ao formar silicatos de cálcio hidratados (C-S-H), também contribuiu com a formação de $Ca(OH)_2$ suficiente para reagir com a pozzolana (RBROTT), formando mais silicatos de cálcio hidratado (C-S-H), contribuindo, assim, para o aumento da resistência.

Para a idade de 56 dias, o teor de adição de 5% proporcionou um aumento na resistência mecânica do concreto de 8,9%, enquanto o percentual de 10% de adição proporcionou 10,83% de aumento quando comparados ao concreto sem adição nessa mesma idade. Aos 56 dias era esperado um maior aumento da resistência à compressão do concreto, tanto para o concreto com 5% como para o concreto com 10% de adição, que se mantiveram com valores de resistência próximos aos valores apresentados aos 28 dias. É possível que nesse intervalo (28-56 dias) já tenha se encerrado a maior parte do processo de hidratação do C_3S , não ocorrendo mais a formação de $Ca(OH)_2$ para reagir com o RBROTT remanescente no concreto, o que explicaria a manutenção da resistência dos 28 aos 56 dias de idade.

Já para a idade de 91 dias, verifica-se que o teor de adição de 5% proporcionou um aumento de 5,30% da resistência mecânica,

enquanto o teor de 10% proporcionou 13,64% de aumento quando comparados ao concreto sem adição, também nessa idade. Percebe-se, pela Figura 11, que o ganho de resistência do concreto com 10% de adição entre o intervalo de 56 e 91 dias foi superior ao ganho de resistência entre 28 e 56 dias. Esse comportamento se deve possivelmente ao fato de que nessa idade o C_2S (belita) – principal composto do cimento responsável pelo ganho de resistência do concreto a partir da quarta semana [52] – tenha disponibilizado uma nova quantidade de $Ca(OH)_2$, sendo capaz de se combinar com o RBROTT remanescente e formar mais C-S-H. Esse comportamento foi mais evidente no concreto com 10%, por possuir maior quantidade de RBROTT, enquanto o percentual de 5% de adição já deve ter se consumido nas reações com o C_3S nas quatro primeiras semanas.

Por último, pode-se analisar na Figura 12 a influência isolada do teor de adição na resistência à compressão dos concretos. Essa figura apresenta uma análise global, ou seja, cada um dos pontos desse gráfico representa uma média dos resultados dos concretos em todas as idades e para todas as relações a/c. É possível observar que o percentual de adição de 5% proporcionou um aumento da resistência mecânica de 9,15%, enquanto o percentual de adição de 10% proporcionou um aumento de 14,18%. Com isso, conclui-se que tanto a adição de 5% como a de 10% foram benéficas para os concretos, proporcionando um aumento significativo na resistência mecânica, provavelmente devido à atividade pozolânica do RBROTT, que, ao reagir com os produtos da hidratação do cimento – principalmente o $Ca(OH)_2$ –, foi capaz de formar silicatos de cálcio hidratados (C-S-H), proporcionando um refinamento dos poros, melhorando as propriedades mecânicas dos concretos.

4. Conclusões

- O RBROTT foi caracterizado como um material fino, sílico-aluminoso e com presença de fase amorfa em sua estrutura atômica, o que é comum aos materiais pozolânicos. O RBROTT apresentou-se como material pozolânico para o ensaio de Luxán [27] e também atendeu a todos os critérios físicos exigidos pela NBR 12653 [28]. Quanto aos critérios químicos exigidos pela NBR 12653 [28], o único que não foi atendido foi o limite máximo de Na_2O_{eq} , que não tem relação direta com a atividade pozolânica do material, estando ligado a possível reação álcali-silica que a pozolana pode desenvolver, sendo que algumas pozolanas comerciais também não atendem a esse critério, como por exemplo a cinza volante [1-3]. Pode-se concluir então que o RBROTT é um material pozolânico, sendo necessário que novos estudos avaliem a reação álcali-silica que esse material possa vir a desenvolver.
- Quanto aos concretos produzidos com adição do RBROTT, para o estado fresco observou-se redução na fluidez dos concretos com o aumento do percentual de adição, que é um comportamento esperado para concretos que recebem adição de materiais finos. Para os concretos no estado endurecido, foi possível verificar um aumento significativo na resistência mecânica devido ao aumento do percentual de adição, ou seja, tanto o teor de 5% como 10% foram benéficos para a resistência à compressão dos concretos analisados. Como o teor máximo de 10% proporcionou aumento da resistência quando

comparado aos demais, é possível que maiores teores de adição também proporcionem aumento na resistência mecânica, cabendo a pesquisas futuras avaliarem tal influência em maiores percentuais de adição ou até mesmo a substituição parcial do cimento pelo RBROTT.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem à empresa Concrevit a doação da areia e à empresa Lafarge/Holcim a doação do cimento CPV-ARI. Em especial, gostaríamos de agradecer ao técnico Raimundo, da Lafarge/Holcim, pela disposição em realizar o ensaio de finura Blaine no RBROTT. Gostaríamos de agradecer também aos responsáveis pelo laboratório de materiais cerâmicos do IFES – Campus Vitória –, que realizaram o ensaio de granulometria a laser no RBROTT. Não seria possível o desenvolvimento dessa pesquisa sem o amparo financeiro da CAPES. Então, gostaríamos de deixar também nossos agradecimentos a esse órgão.

6. Referências

- [1] VEGAS, I.; GAITERO, J. J.; URRETA, J.; GARCÍA, R.; FRÍAS, M. Aging and durability of ternary cements containing fly ash and activated paper sludge. *Construction and Building Materials* 52 (2014) 253-260.
- [2] RIVERA, F.; MARTÍNEZ, P.; CASTRO, J.; LÓPEZ, M. Massive volume fly-ash concrete: A more sustainable material with fly ash replacing cement and aggregates. *Cement and Concrete Composites* 63 (2015) 104-112.
- [3] CELIK, K.; MERAL, C.; GURSEL, A. P.; MEHTA, P. K.; HORVATH, A.; MONTEIRO, P. J. M. Mechanical properties, durability, and life-cycle assessment of self-consolidating concrete mixtures made with blended portland cements containing fly ash and limestone powder. *Cement & Concrete Composites* 56 (2015) 59-72.
- [4] SHAIKH, F. U. A.; SUPIT, S. W. M. Compressive strength and durability properties of high volume fly ash (HVFA) concretes containing ultrafine fly ash (UFFA). *Construction and Building Materials* 82 (2015) 192-205.
- [5] WANG, X. -Y.; PARK, K. -B. Analysis of compressive strength development of concrete containing high volume fly ash. *Construction and Building Materials* 98 (2015) 810-819.
- [6] JALAL, M.; POULADKHAN, A.; HARANDI, O. F.; JAFARI, D. Comparative study on effects of Class F fly ash, nano silica and sílica fume on properties of high performance self compacting concrete. *Construction and Building Materials* 94 (2015) 90-104.
- [7] ZHANG, Z.; ZHANG, B.; YAN, P. Comparative study of effect of raw and densified silica fume in the paste, mortar and concrete. *Construction and Building Materials* 105 (2016) 82-93.
- [8] HOFFMANN, A. T. *Influência da adição de sílica ativa, relação água/aglomerante, temperatura e tempo de cura no coeficiente de difusão de cloretos em concretos*. Dissertation (Master's Degree). Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Porto Alegre (2001).
- [9] DUAN, P.; SHUI, Z.; CHEN, W.; SHEN, C. Effects of metakaolin, silica fume and slag on pore structure, interfa-

- cial transition zone and compressive strength of concrete. *Construction and Building Materials* 44 (2013) 1-6.
- [10] DONATELLO, S.; TYRER, M.; CHEESEMAN, C. R. Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. *Cement and Concrete Composites* 32 (2010) 121-127.
- [11] MASHALY, A. O.; EL-KALIOUBY, B. A.; SHALABY, B. N.; EL-GOHARY, A. M.; RASHWAN, M. A. Effects of marble sludge incorporation on the properties of cement composites and concrete paving blocks. *Journal of Cleaner Production* 112 (2016) 731-741.
- [12] RAMOS, T.; MATOS, A. M.; SCHMIDT, B.; RIO, J.; SOUSA-COUTINHO, J. Granitic quarry sludge waste in mortar: Effect on strength and durability. *Construction and Building Materials* 47 (2013) 101-109.
- [13] SADEK, D. M.; EL-ATTAR, M. M.; ALI, H. A. Reusing of marble and granite powders in self-compacting concrete for sustainable development. *Journal of Cleaner Production* 121 (2016) 19-32.
- [14] CORINALDESI, V.; MORICONI, G.; NAIK, T. R. Characterization of marble powder for its use in mortar and concrete. *Construction and Building Materials* 24 (2010) 113-117.
- [15] ACCHAR, W.; VIEIRA, F. A.; HOTZA, D. Effect of marble and granite sludge in clay materials. *Materials Science and Engineering A* 419 (2006) 306-309.
- [16] MENEZES, R. R.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G. A.; LIRA, H. L.; FERREIRA, H. C. Use of granite sawing wastes in the production of ceramic bricks and tiles. *Journal of the European Ceramic Society* 25 (2005) 1149-1158.
- [17] SABOYA Jr., F.; XAVIER, G. C.; ALEXANDRE, J. The use of the powder marble by-product to enhance the properties of brick ceramic. *Construction and Building Materials* 21 (2007) 1950-1960.
- [18] P. TORRES, P.; FERNANDES, H. R.; AGATHOPOULOS, S.; TULYAGANOV, D. U.; FERREIRA, J. M. F. Incorporation of granite cutting sludge in industrial porcelain tile formulations. *Journal of the European Ceramic Society* 24 (2004) 3177-3185.
- [19] AKBULUT, H.; GÜRER, C.; ÇETIN, S.; ELMACI, A. Investigation of using granite sludge as filler in bituminous hot mixtures. *Construction and Building Materials* 36 (2012) 430-436.
- [20] AKBULUT, H.; GÜRER, C. *Use of aggregates produced from marble quarry waste in asphalt pavements. Building and Environment* 42 (2007) 1921-1930.
- [21] KARASAHIN, M.; TERZI, S. Evaluation of marble waste dust in the mixture of asphaltic concrete. *Construction and Building Materials* 21 (2007) 616-620.
- [22] DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL – DNPM. *Sumário Mineral* 2014. Brasília, DF: 2014. Available at: <<http://www.dnpm.gov.br/dnpm/sumarios/rochas-ornamentais-de-revestimento-sumario-mineral-2014/view>> Accessed on: 7 jul. 2016.
- [23] BACARJI, E. D.; TOLEDO FILHO, R.; KOENDERS, E. A. B.; FIGUEIREDO, E. P.; LOPES, J. L. M. P. Sustainability perspective of marble and granite residues as concrete fillers. *Construction and Building Materials* 45 (2013) 1-10.
- [24] AL-AKHRAS, N. M.; ABABNEH, A.; ALARAJI W, A. Using burnt stone slurry in mortar mixes. *Construction and Building Materials*. 2010.
- [25] MÁRMOL, I.; BALLESTER, P.; CERRO, S.; MONRÓS, G.; MORALES, J.; SÁNCHEZ, L. Use of granite sludge wastes for the production of coloured cement-based mortars. *Cement and Concrete Composites*. (2010).
- [26] ULIANA, J. G.; CALMON, J. L.; VIEIRA, G. L.; TEIXEIRA, J. E. S. L.; NUNES, E. Heat treatment of processing sludge of ornamental rocks: application as pozzolan in cement matrices. *Ibracon Structures and materials journal*. v. 8 n. 2 (2015) 100-123.
- [27] LUXÁN, M. P.; MADRUGA, F.; SAAVEDRA, J. Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement. *Cement and Concrete Research*. (1989).
- [28] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12653 – *Materiais Pozolânicos - Especificação*. Rio de Janeiro, 2015.
- [29] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15894-3: *Metacaulim para uso com Cimento Portland em concreto, argamassa e pasta: determinação da Finura por Meio da Peneira 45µm*. Rio de Janeiro, 2010.
- [30] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11579 - *Cimento Portland: determinação do índice de finura por meio da peneira 75 µm (nº 200)*. Rio de Janeiro, 2013.
- [31] MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*. 3 ed. São Paulo: PINI, 2008.
- [32] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5751 – *Materiais pozolânicos: determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias*. Rio de Janeiro, 2015.
- [33] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5752 - *Materiais pozolânicos: determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias*. Rio de Janeiro, 2014.
- [34] HELENE, P.; TERZIAN, P. *Manual de dosagem e controle do concreto*. Pini; Brasília: SENAI, 1992.
- [35] SOARES, R. B. *Contribuição ao estudo da durabilidade de concretos produzidos com a incorporação de resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais*. 2014. 163 f. Dissertation (Master in Civil Engineering) – Graduate Program of Civil Engineering, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2014.
- [36] DIETRICH, Y. P. *Durabilidade de concretos produzidos com adição de resíduos provenientes de rochas ornamentais frente à ação de ions cloreto*. 2015. 181f. Dissertation (Master in Civil Engineering) – Graduate Program of Civil Engineering, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2015.
- [37] DEGEN, M. K.; VIEIRA, G. L.; CALMON, J.; L. ULIANA, J. G.; BASTOS, R. S. Concretos produzidos com resíduos provenientes do beneficiamento de rochas ornamentais como substituto parcial de cimento. Congresso Brasileiro do Concreto, 55. 2013, Gramado. *Proceedings*. Gramado: IBRACON, 2013.
- [38] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 67: *Concreto: determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone*. Rio de Janeiro, 1998.

- [39] SIRIRUANG, C.; TOOCHINDA, P.; JULNIPITAWONG, P.; TANGTERMSIRIKUL, S. CO₂ capture using fly ash from coal fired power plant and applications of CO₂-captured fly ash as a mineral admixture for concrete. *Journal of Environmental Management* 170 (2016) 70-78.
- [40] YOSHITAKE, I.; UENO, S.; USHIO, Y.; ARANO, H.; FUKUMOTO, S. Abrasion and skid resistance of recyclable fly ash concrete pavement made with limestone aggregate. *Construction and Building Materials* 112 (2016) 440-446.
- [41] AHN, Y. B.; JANG, J. G.; LEE, H. K. Mechanical properties of lightweight concrete made with coal ashes after exposure to elevated temperatures. *Cement and Concrete Composites* 72 (2016) 27-38.
- [42] KIELING, A. G. *Influência da segregação no desempenho de cinzas de casca de arroz como pozolana e material adsorvente*. Dissertation (Master's Degree). Universidade do Vale do Rio dos Sinos. São Leopoldo. 2009.
- [43] INTERNATIONAL LABOR ORGANIZATION. *International chemical safety card on crystalline silica*, 2010. Available at: <http://www.ilo.org/dyn/icsc/showcard.display?p_card_id=0808>. Accessed on: 18 sep. 2015.
- [44] MELO, C. R.; RIELLA, H. G. Síntese de zeólita tipo NaA a partir de caulim para obtenção de zeólita 5A através de troca iônica. *Cerâmica* 56 (2010) 340-346.
- [45] VARGAS, A. S.; DAL MOLIN, D. C. C.; VILELA, A. C. F.; JALLALI, S.; GOMES, J. C. Cinzas volantes álcali-ativadas com solução combinada de NaOH e Ca(OH)₂. *Revista Matéria*, v. 12, n. 3, pp. 462-469, 2007.
- [46] ISMAIL, M. K.; HASSAN, A. A. A. Use of metakaolin on enhancing the mechanical properties of self-consolidating concrete containing high percentages of crumb rubber. *Journal of Cleaner Production* 125 (2016) 282-295.
- [47] SHAIKH, F. U. A.; SUPIT, S. W. M. Mechanical and durability properties of high volume fly ash (HVFA) concrete containing calcium carbonate (CaCO₃) nanoparticles. *Construction and Building Materials* 70 (2014) 309-321.
- [48] APONTE, D. F.; BARRA, M.; VÁZQUEZ, E. Durability and cementing efficiency of fly ash in concretes. *Construction and Building Materials* 30 (2012) 537-546.
- [49] PAIVA, H.; SILVA, A. S.; VELOSA, A.; CACHIM, P.; FERREIRA, V.M. Microstructure and hardened state properties on pozzolan-containing concrete. *Construction and Building Materials* 140 (2017) 374-384.
- [50] VAZZOLER, J. S. *Investigação de potencialidade pozolânica do resíduo de beneficiamento de rochas ornamentais após tratamento térmico para produção de pasta cimentícia*. Vitória, 2015. Dissertation (Master in Civil Engineering) – Graduate Program of Civil Engineering, Universidade Federal do Espírito Santo, 2015.
- [51] GOBBI, A. *Atividade pozolânica de adições minerais pelas NBR 5751/2012 e NBR 5752/2012: uma análise crítica a partir de métodos complementares*. Dissertation (Master's Degree) Universidade Federal do Paraná. Paraná. 2014.
- [52] NEVILLE, A.; M. BROOKS J. J. *Tecnologia do concreto*. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013. 448p.