

**Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e
Infraestrutura**

Gustavo Bridi Bellaver

**Influência da temperatura de calcinação da casca de aveia para
utilização como material cimentício suplementar**

Porto Alegre
2019

GUSTAVO BRIDI BELLAVER

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE CALCINAÇÃO DA
CASCA DE AVEIA PARA UTILIZAÇÃO COMO MATERIAL
CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e Infraestrutura da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia

Prof. Denise Carpena Coitinho Dal Molin
Dra. pela Universidade Federal do Rio
Grande do Sul
Orientadora

Prof. Ângela Borges Masuero
Dra. pela Universidade Federal do Rio
Grande do Sul
Orientadora

Porto Alegre
2019

GUSTAVO BRIDI BELLAVER

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE CALCINAÇÃO DA
CASCA DE AVEIA PARA UTILIZAÇÃO COMO MATERIAL
CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR**

Esta dissertação de mestrado foi julgada para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA CIVIL, área de pesquisa de Materiais e aprovada em sua forma final pelo Professor Orientador e pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e Infraestrutura da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Porto Alegre, 2019.

Prof. Denise Carpena Coitinho Dal Molin

Dra. Pela Universidade de São Paulo

Orientadora

Prof. Ângela Borges Masuero

Dra. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Orientadora

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Alexandre S. de Vargas (UFESM)

Doutor pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof. Dra. Gabriela M. Medero (Heriot-Watt University)

Doutora pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof. Dr. Daniel T. Pagnussat (UFRGS)

Doutor pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

AGRADECIMENTOS

Agradeço à CAPES pela bolsa de estudos fornecida durante os dois anos de mestrado, possibilitando dessa forma, minha dedicação exclusiva às atividades acadêmicas com o intuito de me aprimorar de forma mais acelerada e assertiva durante a elaboração desse trabalho.

Agradeço à professora orientadora Angela Borges Masuero pela orientação, por todas as oportunidades que me forneceu, pelos ensinamentos, todas as trocas de conhecimento, incentivos e dedicação com o programa de graduação e pós graduação da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Agradeço à professora orientadora Denise Dal Molin pela orientação, pelas diversas horas dedicadas ao meu trabalho, sempre com bom humor, com a palavra que era preciso escutar, sempre trazendo a solução dos nossos problemas. Além de uma orientadora exemplar, é um exemplo de profissional dedicada ao trabalho.

Agradeço aos demais professores que fizeram parte dessa etapa tão importante, transmitindo seus conhecimentos, ensinamentos e sempre estiveram à disposição para quaisquer dúvidas que pudessem surgir.

Agradeço à minha mãe, por todo apoio, carinho, compreensão e por acreditar em mim durante essa etapa da minha vida.

Agradeço ao meu pai, por toda confiança sempre depositada em mim, apoio incondicional e carinho que sempre teve comigo.

Agradeço à minha mulher por ser meu porto seguro, a força que precisava quando os momentos difíceis apareceram, por estar sempre ao meu lado, por ser minha conselheira e melhor amiga.

Agradeço ao professor Jardel Gonçalves e todos os colegas de pesquisa que fiz no período de intercâmbio na UFBA. Essa experiência foi essencial para o rumo deste trabalho, sem ele e o apoio do Jefferson e da Ana Rita, este trabalho não teria se tornado o que ele é.

Agradeço ao Airton e Ari, técnicos responsáveis pelo LAMTAC, por toda ajuda e ensinamentos durante realização das pesquisas, além das várias risadas juntos.

Agradeço ao LACER pela disponibilidade para realização dos ensaios de Fluorescência de Raio X, Difração de Raio X e Granulometria a Laser.

Agradeço ao Professor Ricardo Girardi por facilitar a realização dos ensaios de Termogravimetria.

Agradeço à Cooperativa Agropecuária & Industrial - COTRIJUI pelo fornecimento de cascas de aveia para a realização da pesquisa.

Agradeço a todos meus colegas de NORIE pelos momentos juntos, aprendizado, risadas e trocas de experiências que sempre fizeram o castelinho um lugar especial de se ir.

RESUMO

BELLAVER, G. B. **Influência da temperatura de calcinação da casca de aveia para utilização como material cimentício suplementar.** 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e Infraestrutura, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.

A indústria cimenteira contribui em 5% de todas as emissões globais de CO₂. Uma das estratégias utilizadas para diminuição do impacto ambiental é a incorporação de resíduos e subprodutos que possuam características cimentantes ou pozolânicas. O mundo gera cerca de 25,5 milhões de toneladas por ano de casca de aveia, que é o 7º cereal mais cultivado do mundo. As cinzas em geral são produtos que com certa frequência são utilizados no cimento pois apresentam alto teor de sílica. Além disso, é dada uma destinação nobre a este material que outrora seria descartado como resíduo. O presente trabalho visou verificar a viabilidade técnica da utilização da cinza de casca de aveia como adição ao cimento, calcinando as cascas em três temperaturas diferentes (500°C, 650°C e 800°C). Foi definida uma matriz experimental levando em consideração a diminuta disponibilidade de material para os ensaios devido ao baixo rendimento do processo de calcinação. Após a calcinação, parte das cinzas foram reservadas para análise de microscopia antes de passarem pelo processo de moagem e o restante foi moído em um moinho de bolas durante uma hora e depois foram peneiradas na peneira mesh 325 de malha 45µm. Após o preparo das cinzas, estas foram destinadas aos seguintes ensaios: Fluorescência de raio X, Difração de raio X, Termogravimetria, Chapelle Modificado, B.E:T., Granulometria à laser, Picnometria de Hélio, Microscopia Eletrônica de Varredura, Calorimetria, Reação álcali-agregado/álcali-sílica e Resistência à compressão de pastas de cimento. Após a realização dos ensaios foi possível verificar microestruturalmente um comportamento inferior para utilização como material cimentício suplementar das cinzas calcinadas à 800°C com relação às outras duas e uma leve performance melhor da cinza de 500°C com relação à cinza de 650°C. Contudo, os resultados de compressão das pastas de cimento não conseguiram demonstrar estatisticamente diferença entre as cinzas analisadas. As cinzas provocaram uma elevada alteração no comportamento em idades iniciais, alterando significativamente o tempo de início de pega das pastas de cimento. Com a adição de maior teor de cinza, maior tempo para início de pega e quanto menor a temperatura de calcinação (e maior teor de matéria orgânica presente na cinza), maior o tempo de indução da pasta. Em suma, os resultados apresentam um potencial das cinzas para utilização como material cimentício suplementar, mas mais pesquisas são necessárias para atestar a viabilidade técnica do material.

Palavras-chave: Material cimentício suplementar, cinzas, pozolana, microestrutura, pasta de cimento, resíduo, resíduo agrícola.

ABSTRACT

BELLAVER, G. B. **Influence of the calcination temperature of oat hulls for use as supplementary cementitious material** 2019. Dissertation (Master in Civil Engineering) – Post-Graduate Program in Civil Engineering: Construction and Infrastructure, School of Engineering, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.

The cement industry contributes 5% of all global CO₂ emissions. One of the strategies used to reduce the environmental impact is the incorporation of residues and by-products that have cementitious or pozzolanic characteristics. The world generates about 25.5 million tons per year of oat hulls, which is the 7th most cultivated cereal in the world. Ashes in general are products that are often used in cement because they have a high silica content. In addition, is given to this material a noble destination that would once have been discarded as waste. The present work aimed to verify the technical feasibility of using oat husk ash as an addition to cement, calcining the husks at three different temperatures (500°C, 650°C and 800°C). An experimental matrix was defined taking into account the limited availability of material for the tests due to the low yield of the calcination process. After calcination, part of the ashes were reserved for microscopy analysis before going through the grinding process and the rest were ground in a ball mill for one hour and then sieved through the 45 µm mesh 325 sieve. After preparing the ashes, they were used for the following tests: X-ray fluorescence, X-ray diffraction, Thermogravimetry, Modified Chapelle, B.E.T., Laser granulometry, Helium pycnometry, Scanning electron microscopy, Calorimetry, Alkali-aggregate / alkali-silica reaction and compressive strength of cement pastes. After performing the tests, it was possible to verify microstructurally a lower behavior for use as a supplementary cement material for ashes calcined at 800°C in comparison to the other two and a slightly better performance of ash of 500°C in relation to ash of 650°C. However, the results of compression of cement pastes failed to demonstrate statistically difference between the analyzed ash. The ashes caused a high change in behavior at early ages, significantly altering the time to start setting cement pastes. With the addition of a higher ash content, a longer time to start setting and the lower the calcination temperature (and a higher content of organic matter present in the ash), the longer the paste induction time. In summary, the results show a potential for the ashes to be used as supplementary cementitious material, but more research is needed to certify the technical viability of the material.

Keywords: Supplementary cementitious material, ash, pozzolan, microstructure, cement paste, residue, agricultural residue.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Difratoograma da cinza de casca de aveia de Giese et al. (2017).....	27
Figura 2 - Classificação de materiais cimentícios suplementares	31
Figura 3 - Programa experimental	35
Figura 4 - Casca de aveia.....	36
Figura 5 - Cascas de aveia ao sair do forno mufla.....	38
Figura 6 - Moinho de bolas utilizado para moagem.....	40
Figura 7 - Peneiramento das cinzas	40
Figura 8 - Mistura manual da pasta de cimento.....	41
Figura 9 - Mistura mecânica da pasta de cimento	41
Figura 10 - Amostras de pasta de cimento	41
Figura 11 - Materiais antes da homogeneização	42
Figura 12 - Pastas de hidróxido de cálcio e cinzas	42
Figura 13 - Barras de argamassa para ensaio de Reação Álcali-Agregado.....	51
Figura 14 - Desmolde de corpos de prova com problemas de cura.....	52
Figura 15 - Pino do corpo de prova com problemas de ancoragem	52
Figura 16 - Barras de argamassa do ensaio de reatividade álcali-agregado	52
Figura 17 - Aparato de medição dos corpos de prova	53
Figura 18 – Lançamento da pasta de cimento em moldes acrílicos	54
Figura 19 - Escovação do topo do corpo de prova	55
Figura 20 - Pasta de cimento para o acabamento superficial	55
Figura 21 - Rasamento do corpo de prova.....	55
Figura 22 - Corte do molde do corpo de prova.....	56
Figura 23- Difratoogramas das cinzas de casca de aveia calcinadas a diferentes temperaturas	59
Figura 24 - Difratoograma das pastas de cimento referência e pastas contendo CCA 500 nas idades de 7 e 28 dias	61
Figura 25 - Difratoograma das pastas de cimento referência e pastas contendo CCA 650 nas idades de 7 e 28 dias	63
Figura 26 - Difratoograma das pastas de cimento referência e pastas contendo CCA 800 nas idades de 7 e 28 dias	64
Figura 27 - Difratoograma das pastas de hidróxido de cálcio contendo as três cinzas analisadas nas idades de 7 e 28 dias.....	65

Figura 28 - Termogravimetria da cinza de casca de aveia calcinada à 500°C.....	67
Figura 29 - Termogravimetria da cinza de casca de aveia calcinada à 650°C.....	68
Figura 30 - Termogravimetria da cinza de casca de aveia calcinada à 800°C.....	69
Figura 31 - TG da pasta de cimento com adição de 5% de cinza de casca de aveia calcinada a 500°C.	70
Figura 32 - TG da pasta de cimento com adição de 10% de cinza de casca de aveia calcinada a 500°C	71
Figura 33 - TG da pasta de cimento com adição de 5% de cinza de casca de aveia calcinada a 650°C	71
Figura 34 - TG da pasta de cimento com adição de 10% de cinza de casca de aveia calcinada a 650°C	72
Figura 35 - TG da pasta de cimento com adição de 5% de cinza de casca de aveia calcinada a 800°C	72
Figura 36 - TG da pasta de cimento com adição de 10% de cinza de casca de aveia calcinada a 800°C	73
Figura 37 - TG da pasta de cimento referência	73
Figura 38 - DTG das pastas de cimento com adição de cinza de casca de aveia.	74
Figura 40 - Água combinada determinada a partir da perda de massa das pastas de cimento no intervalo 40°C a 500°C (% em massa).....	75
Figura 41 - Conteúdo de portlandita (CH) determinada a partir da perda de massa das pastas de cimento no intervalo de 400°C a 500°C (% em massa).	76
Figura 42 - Relação entre água combinada e Portlandita presente nas pastas de cimento	77
Figura 43 – Análise Termogravimétrica das pastas de hidróxido de cálcio a 56 dias de idade	78
Figura 44 - Água combinada determinada a partir da perda de massa das pastas de hidróxido de cálcio e cinza no intervalo 40°C a 500°C.....	79
Figura 45 - Conteúdo de portlandita (CH) determinada a partir da perda de massa das pastas de cimento no intervalo de 400°C a 500°C.	79
Figura 46 – Relação entre água combinada e Portlandita presente nas pastas de hidróxido de cálcio.....	80
Figura 47 - Consumo do Ca(OH) ₂ para diferentes materiais	82
Figura 48 – MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura da CCA500 com ampliação de 500x	86

Figura 49 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura da CCA500 com ampliação de 5000x	86
Figura 50 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura CCA650 com ampliação de 500x	86
Figura 51 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura CCA650 com ampliação de 5000x	86
Figura 52 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura da CCA800 com ampliação de 500x	87
Figura 53 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura da CCA800 com ampliação de 5000x	87
Figura 54 - MEV – Elétrons Secundários: Parte externa da casca calcinada a 650°C	87
Figura 55 - Mapeamento de elementos químicos presentes na cinza de casca de aveia calcinada a 500°C	89
Figura 56 - Padrões de elementos químicos presentes na cinza de 500°C	90
Figura 57 - Mapeamento de elementos químicos presentes na cinza de casca de aveia calcinada a 650°C	91
Figura 58 - Padrões de elementos químicos presentes na cinza de 650°C	92
Figura 59 - Casca de aveia calcinada a 800°C	93
Figura 60 - Mapeamento da casca de aveia calcinada a 800°C	93
Figura 61 - Padrões de elementos químicos presentes na cinza de 800°C	94
Figura 62 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza moída da CCA500 com ampliação de 1000x	95
Figura 63 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza moída da CCA650 com ampliação de 1000x	95
Figura 64 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza moída da CCA800 com ampliação de 1000x	95
Figura 65 - Fluxo de calor nas pastas de cimento – Curva de calorimetria isotérmica	97
Figura 66 - Calor total nas pastas de cimento – Curva de calorimetria isotérmica	100
Figura 67 - Expansão das barras ao longo do tempo	103
Figura 68 - Resistências médias à compressão axial e desvio padrão amostral das pastas de cimento	110

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição da casca de aveia (% em massa).....	21
Tabela 2 - Produção de aveia.....	22
Tabela 3 - Análise de umidade, teores de metais alcalinos e poder calorífico da casca de aveia	25
Tabela 4 – Composição química, na forma de óxidos, obtidas através de fluorescência de raio- X, da cinza de casca de aveia de Al-Naiema et al. (2015) e Giese et al. (2017)	28
Tabela 5 - Requisitos químicos de uma pozolana	33
Tabela 6 - Caracterização física do cimento utilizado.....	37
Tabela 7 - Caracterização química do cimento utilizado	37
Tabela 8 - Caracterização do hidróxido de cálcio utilizado	38
Tabela 9 - Diâmetros característicos das cinzas calcinadas em diferentes temperaturas e posteriormente moídas.....	40
Tabela 10 - Medidas de mitigação da R.A.A. segundo NBR 15577-1.....	49
Tabela 11 - Percentuais máximos de adições de acordo com a NBR 15577-1 para as cinzas .	50
Tabela 12 – Composição química, na forma de óxidos, das cinzas produzidas a diferentes temperaturas (% em massa).....	57
Tabela 13 - Consumo de Ca(OH) ₂ das temperaturas em estudo.....	81
Tabela 14 - Área superficial, volume e tamanho de poros da CCA500	83
Tabela 15 - Área superficial, volume e tamanho de poros da CCA650	83
Tabela 16 - Área superficial, volume e tamanho de poros da CCA800	84
Tabela 17 - Densidade das cinzas através do método de picnometria de hélio.....	85
Tabela 18 - Dados obtidos das curvas de calorimetria isométrica	101
Tabela 19 - Valores de expansão dos corpos de prova no ensaio acelerado	104
Tabela 20 - Análise de Variância da reação álcali-agregado.....	105
Tabela 21 - Dados de expansão de argamassas após exclusão.....	107
Tabela 22 - Resistência à compressão de CPs utilizando cinzas de casca de aveia	109
Tabela 23 - Tabela de dados utilizados na análise de variância	112
Tabela 24 - Análise de variância para os resultados de resistência à compressão	112
Tabela 25 - Resumo de resultados dos ensaios conduzidos	119

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Btu- British thermal unit

C-S-H – Silicato Cálcico Hidratado

CCA 500 – Cinza de casca de aveia calcinada à uma temperatura de 500°C em forno mufla durante 3 horas

CCA 650 – Cinza de casca de aveia calcinada à uma temperatura de 650°C em forno mufla durante 3 horas

CCA 800 – Cinza de casca de aveia calcinada à uma temperatura de 800°C em forno mufla durante 3 horas

CH – Hidróxido de Cálcio

CP – Corpo de Prova

DLS - *Dynamic Light Scattering*

DRX- Difração de raio X

FRX- Fluorescência de raio X

MEV- Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa – Mega Pascal

RAA – Reação Álcali Agregado

TG – Termogravimetria

UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	16
1.1 CONTEXTO E JUSTIFICATIVA	16
1.2 PRESSUPOSTOS.....	17
1.3 PROBLEMA DE PESQUISA	17
1.4 QUESTÃO DE PESQUISA	18
1.5 OBJETIVOS DA PESQUISA	18
1.6 DELIMITAÇÃO	18
1.7 LIMITAÇÃO.....	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 AVEIA E CASCA DE AVEIA	20
2.1.1 Produção de aveia.....	22
2.1.2 Pesquisas e usos da casca da aveia	23
2.2 MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES.....	28
2.2.1 Classificação dos materiais cimentícios suplementares	30
2.2.2 Efeitos químicos e físicos da incorporação de materiais cimentícios suplementares no cimento	32
2.2.2.1 Efeitos químicos da adição de materiais cimentícios suplementares	32
2.2.2.2 Efeitos físicos da adição de materiais cimentícios suplementares	33
3 METODOLOGIA.....	34
3.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	34
3.2 MATERIAIS	36
3.2.1 Casca de aveia	36
3.2.2 Cimento	36
3.2.3 Hidróxido de cálcio	37
3.3 PREPARAÇÃO DE MATERIAIS.....	38
3.3.1 Calcinação	38
3.3.2 Preparação das cinzas	39
3.3.3 Preparação de pastas de cimento	40
3.3.4 Preparação de pastas de hidróxido de cálcio	42
3.4 ENSAIOS REALIZADOS	43
3.4.1 Fluorescência de raio X.....	43

3.4.2 Difração de raio X (DRX)	43
3.4.3 Termogravimetria	44
3.4.4 Chapelle Modificado	45
3.4.5 Método B.E.T.	46
3.4.6 Picnometria de hélio	47
3.4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	47
3.4.8 Calorimetria	48
3.4.9 Reação Álcali-Agregado/Álcali-Sílica (R.A.A.)	48
3.4.10 Resistência à compressão axial de pastas de cimento	53
4 RESULTADOS	57
4.1 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X	57
4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	59
4.2.1 Difratoogramas das cinzas.....	59
4.2.2 Difratoograma das pastas de cimento.....	60
4.2.3 Difratoograma das pastas de hidróxido de cálcio.....	64
4.3 TERMOGRAVIMETRIA	67
4.3.1 Termogravimetria das cinzas de casca de aveia.....	67
4.3.2 Termogravimetria das pastas de cimento	69
4.3.3 Termogravimetria das pastas de hidróxido de cálcio	78
4.4 CONSUMO DE Ca(OH) ₂ - MÉTODO CHAPELLE MODIFICADO	81
4.5 B.E.T.....	83
4.6 PICNOMETRIA DE HÉLIO	84
4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	85
4.7.1 Microscopia das cinzas in natura.....	86
4.7.2 Mapeamento de elementos presentes	89
4.7.3 Microscopia das cinzas moídas	94
4.8 CALORIMETRIA	96
4.9 REAÇÃO ÁLCALI AGREGADO/ÁLCALI SÍLICA	103
4.9.1 Análise de Variância dos resultados da reação álcali-agregado.....	105
4.9.2 Análise amostral através dos parâmetros da NBR 15577-4	107
4.10 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE PASTAS DE CIMENTO	108
4.10.1 Análise de variância (ANOVA)	111
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	114

5.1 CONCLUSÕES GERAIS	114
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	121
REFERÊNCIAS	123
APÊNDICE A – FICHAS DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DO CIMENTO E HIDRÓXIDO DE CÁLCIO UTILIZADOS	129
APÊNDICE B – FICHAS DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DAS CINZAS UTILIZADAS	134
APÊNDICE C – TABELA DE CORPOS DE PROVA UTILIZADOS NO ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	141

1 INTRODUÇÃO

Este capítulo apresenta o contexto e a justificativa do tema proposto, pressupostos da pesquisa, o problema de pesquisa (lacuna do conhecimento), as questões de pesquisa, e os objetivos da pesquisa.

1.1 CONTEXTO E JUSTIFICATIVA

A indústria da cimenteira é grande responsável pela emissão de gases de efeito estufa no mundo. A produção do clínquer, matéria prima básica para a fabricação do cimento, necessita altas temperaturas (cerca de 1450°C) no seu processo produtivo para a formação das principais fases do cimento. Além desse gasto energético, há a liberação de gás carbônico das matérias primas. Todos esses gases emitidos, cotidianamente, geraram 5% das emissões globais de CO₂ (WBCSD, 2018).

Uma das estratégias utilizadas para diminuir esse impacto ambiental é a incorporação de materiais com características cimentantes ou pozolânicas, diminuindo, assim, a quantidade de clínquer utilizada na fabricação de cimentos. Essa é uma estratégia já utilizada em larga escala na indústria cimenteira brasileira, onde, por exemplo, em cimentos de alto forno, a quantidade de clínquer presente é de 25-65%, incorporando até 75% de escória granulada de alto-forno e até 10% de material carbonático. (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018c). Se ao adicionar ao cimento um resíduo, que potencialmente ocuparia local em aterro, o ganho é ainda maior do ponto de vista ambiental e muitas vezes econômico.

Cinzas são comumente utilizadas como adições ou substituições em concreto. A queima da matéria prima elimina a matéria orgânica deletéria ao concreto e o sub produto dessa queima, as cinzas, frequentemente, possuem características desejáveis para uma adição pozolânica no cimento. Diversas cinzas já foram estudadas com o intuito de utilizá-las no cimento, como é o caso da cinza volante (MARSH; DAY, 1988; WILLIAMS et al., 2002; RAJAMMA, 2009; BICER, 2018, entre outros), cinza de casca de arroz (JAMES; RAO, 1986; ZHANG; LASTRA; MALHORTA, 1996; REGO, 2004; CORDEIRO, 2009; ISAIA et al., 2010, entre outros) mundialmente difundida, cinza do bagaço de cana de açúcar (SOARES et al., 2016;

CORDEIRO; KURTIS, 2017 entre outros), dentre outras e que se provaram possíveis de incorporação ao concreto, mantendo as características do concreto formado com a incorporação do resíduo ou até mesmo melhorando-as. Contudo, ainda há resíduos, de grande geração mundial, possíveis de atender a elevada demanda de materiais da indústria da construção civil.

A aveia é uma gramínea, com produção mundial de cerca de 25,5 milhões de toneladas/ano (FAOSTATS, 2018) e dessa safra, que é anual, entre de 24% a 30% da massa do grão é a casca (WEBSTER, 1996, KULP, 2000). Já no Brasil, a produção de aveia corresponde a 637 mil toneladas (FAOSTATS,2018), sendo que a região sul do país corresponde a 69% do total produzido no país. Portanto, é possível concluir que há uma geração anual desse resíduo entre 6,12 milhões e 7,65 milhões de toneladas/ano e no Brasil, algo entre 152 mil e 191 mil toneladas anualmente.

Apesar da quantidade não muito elevada para os parâmetros de utilização de matérias primas da construção civil, é um material ainda não explorado para o setor, tendo em vista trabalhos semelhantes empregando outras cinzas e obtendo resultados positivos e a necessidade por uma indústria cimenteira mais verde, esse trabalho visou a caracterização deste resíduo, identificando o potencial de utilização das cinzas geradas da casca da aveia quando adicionadas ou substituídas ao cimento.

1.2 PRESSUPOSTOS

Os pressupostos que justificam o tema da pesquisa são:

- As cascas de aveia utilizadas na pesquisa são representativas para o contexto brasileiro, pois a espécie utilizada é a mais difundida no país;
- Os materiais utilizados para a fabricação das pastas de hidróxido de cálcio e de cimento na pesquisa são adequados e estão no prazo de validade.

1.3 PROBLEMA DE PESQUISA

Existe uma quantidade enorme de casca de aveia sendo gerada anualmente sem uma destinação nobre ao resíduo. Ao mesmo tempo, a indústria da construção civil se vê cada vez mais pressionada por uma solução mais verde para suas atividades. Portanto, o problema de pesquisa

é testar a viabilidade da utilização de cinzas de casca de aveia como adição ao cimento, diminuindo a quantidade de clínquer que precisaria ser empregado nas atividades do setor.

1.4 QUESTÃO DE PESQUISA

Com base no problema de pesquisa, foi definida a questão principal de pesquisa:

Qual a temperatura de calcinação mais adequada para a utilização das cinzas de casca de aveia como material cimentício suplementar como adição ao cimento Portland?

1.5 OBJETIVOS DA PESQUISA

Objetivo geral da pesquisa:

O objetivo da pesquisa é identificar qual a melhor temperatura para a calcinação de cascas de aveia com o intuito de viabilizar tecnicamente a sua utilização como adição ao cimento Portland.

Objetivos específicos do presente trabalho consiste em avaliar a influência da temperatura de calcinação:

- nas características físico-químicas das cinzas;
- a pozolanicidade das cinzas de casca de aveia;
- nas reações álcali-agregado/álcali-sílica decorrentes da adição de cinza de casca de aveia no concreto.

1.6 DELIMITAÇÃO

A delimitação da pesquisa é:

- utilização de três temperaturas de queima, baseadas em bibliografia, para a identificação da melhor opção para este material;
- utilização de um tempo de patamar fixo, definido pela literatura, de calcinação.

1.7 LIMITAÇÃO

A limitação da pesquisa é:

- Para o desenvolvimento da pesquisa obteve-se aproximadamente 200 gramas de cada uma das cinzas analisadas devido à dificuldade de calcinação e rendimento do processo. Portanto, os ensaios realizados devem considerar a quantidade de material disponível para a sua realização.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo serão abordados os temas referentes à casca de aveia, sua produção mundial e regional, composição da casca e estudos já realizados com o material nas diversas áreas do conhecimento. Também será feita uma revisão a respeito de materiais cimentícios suplementares, compreendendo sua atuação dentro do concreto e funções.

2.1 AVEIA E CASCA DE AVEIA

A aveia é o sétimo cereal mais importante economicamente cultivado mundialmente, ficando atrás do milho, do arroz, do trigo, da cevada, do sorgo e do milhete. É um cultivo melhor adaptado ao clima frio e úmido e solos mais ácidos que outros cereais. É cultivado no mundo todo, mas tem os maiores produtores localizados no hemisfério norte, sendo eles: Rússia, Canadá e Polônia (BOCZKOWSKA; PODYMA; LAPINSKI, 2016). No Brasil, o cultivo da aveia concentra-se na região Sul do país e há registros esporádicos de produção em outros estados como São Paulo, Goiás, Minas Gerais, Distrito Federal e Bahia. A aveia é uma das principais culturas utilizadas no Sul do Brasil quando se visa a diversificação na exploração agrícola, e sua área de cultivo cresce continuamente, em razão da necessidade de alternativas para rotação de culturas (FEDERIZZI; PACHECO; NAVA, 2015).

Ela é uma gramínea anual pertencente à família Poaceae, tribo Aveneae e gênero *Avena*. As principais espécies cultivadas no país são a aveia branca ou comum (*Avena sativa* L.), a aveia amarela (*Avena byzantina* C. Koch), espécies de duplo propósito com produção de forragem e grãos, e a aveia preta (*Avena strigosa* Schreb) empregada como pastagem, de forma isolada ou em consorciação com outras forrageiras, e como adubo verde (FLOSS, 1988). Boczkowska, Podyma e Lapinski (2016) citam em seu trabalho, além dessas espécies de aveia, a aveia etíope (*Avena abyssinica* Hochst) que é uma das espécies cultivadas na Europa.

A aveia possui grande quantidade de proteínas e óleos. Em comparação com o trigo, ela contém um terço a mais de proteína, quatro vezes mais gorduras e menos amido (WEBSTER; WOOD, 2011).

Possui ainda múltiplas formas de utilização, porém, seu uso majoritário é para alimentação de animais, seguido de alimentação humana e depois para a indústria, fabricação de cosméticos e farmacêuticos. (ZWER, 2016). Quando empregada em forma de ração, a maior demanda é para uso na alimentação de cavalos de corrida e, mais recentemente, para alimentação de gado de leite e terminação de gado de corte.

Na alimentação humana, cerca de 10% do total produzido, o cereal tem sido empregado para a produção de alimentos infantis, cereais matinais (quentes ou frios), granolas, barras de cereais, produtos forneados ou assados (pães, biscoito, bolos, entre outros), componentes adicionais para engrossar sopas, molhos e para aumentar o volume de produtos cárneos. Também destaca-se o seu uso como matéria prima industrial para a produção de cosmético e insumos para indústria química, antioxidante e estabilizante em gelados e outros produtos lácteos, uso da casca como matéria-prima para a fermentação de furfural. (DE MORI; FONTANELI; SANTOS, 2012; ANDERSSON; BÖRJESDOTTER, 2011). Até o momento da presente pesquisa não foram encontrados usos deste material na construção civil.

A casca de aveia foi caracterizada quanto ao seu teor de hemicelulose, celulose e lignina, além do percentual de cinzas e parede celular. Pandey et al. (2000) afirma que os materiais lignocelulósicos são compostos principalmente por celulose, hemicelulose e lignina. A Tabela 1 apresenta 11 tipos de aveia que tiveram sua composição da casca analisadas.

Tabela 1 - Composição da casca de aveia (% em massa)

Espécie	Quantidade em casca (%)	Parede celular (%)	Hemicelulose (%)	Celulose (%)	Lignina (%)	Cinza (%)
Aveia 1	27,3	89,0	35,4	33,7	9,7	4,8
Aveia 2	23,5	87,7	36,4	37,3	2,3	9,2
Aveia 3	30,6	87,3	35,7	33,5	7,9	6,6
Aveia 4	32,8	88,7	35,6	32,7	8,4	6,5
Aveia 5	29,1	88,8	35,2	34,7	7,8	6,4
Aveia 6	29,3	85,0	33,9	33,9	4,8	5,7
Aveia 7	26,1	89,5	35,5	34,2	9,0	7,1
Aveia 8	30,4	89,3	35,5	34,6	9,2	6,6
Aveia 9	35,4	83,1	31,0	32,7	8,6	8,4
Aveia 10	24,6	85,2	32,3	32,0	8,9	9,3
Aveia 11	23,9	88,1	34,0	34,7	9,8	7,6

fonte: adaptado de Welch, Hayward e Jones (1983)

2.1.1 Produção de aveia

A produção mundial de aveia, em 2017, foi aproximadamente 25,5 milhões de toneladas em uma área de aproximadamente 10,1 milhões de hectares. Na Europa, o cultivo gerou cerca de 14,8 milhões de toneladas, utilizando uma área de cerca de 5,9 milhões de hectares. Na América do sul, o total de grãos contabiliza aproximadamente 2,2 milhões de toneladas em uma área de 889 mil hectares plantados. Já no Brasil, 636 mil toneladas do grão foram cultivadas numa área de cerca de 379 mil hectares (FAOSTATS, 2018). Pode-se concluir que é um cultivo de elevada expressividade mundial, com grandes quantidades geradas em diversos locais. Os dados estão sumarizados na Tabela 2, juntamente com os valores referentes ao ano de 2016, onde pode-se ver um crescimento do cultivo do grão em todas as regiões, apesar do pequeno decréscimo em área total cultivada.

Tabela 2 - Produção de aveia

País/ região	Área (milhões de hectares)		Produção (milhões de toneladas métricas)	
	2016	2017	2016	2017
Mundial	9,433	10,195	22,992	25,494
União Européia	5,787	5,914	14,090	14,845
América do Sul	0,823	0,890	2,290	2,213
Brasil	0,335	0,379	0,879	0,637

fonte: adaptado de FAOSTATS, 2018

No Brasil, o cultivo de aveia se concentra nos estados do Rio Grande do Sul e Paraná, todavia a produção de aveia também está presente em Santa Catarina e no Mato Grosso do Sul. Segundo Federizzi, Pacheco e Nava (2015), em anos específicos e descontínuos também foram observados registros de cultivo em São Paulo, Goiás, Minas Gerais, Distrito Federal e Bahia. O cultivo de aveia pode ser atribuído à necessidade de diversificação das propriedades, aos preços favoráveis do mercado interno, às barreiras à importação, à disponibilidade de cultivares com potencial de rendimento superior, ao aumento do consumo humano de alimentos à base desse produto, ao desenvolvimento de bacias leiteiras (terminação de bovinos nas regiões tradicionais de produção de grãos em pastagem cultivada) e ao grande consumo pelos equinos, nos hipódromos e haras.

Conforme a Estatística da Produção Agrícola, no ano de 2017, a região Sul, especialmente o Rio Grande do Sul, foi responsável por 69% da produção nacional (IBGE, 2017). Nesse estado,

a produção de aveia grão está concentrada nas microrregiões geográficas de Ijuí (23,3% da produção do estado no período 2006-2015), de Cruz Alta (19,6%), de Passo Fundo (13,5%) e de Vacaria (13,1%) (DE MORI; FONTANELI; SANTOS, 2012).

Levando-se em conta que desse total de aveia cultivada, para estimar a quantidade de resíduo gerada, segundo Webster (1996) de 25 a 30% da massa do grão é casca, já Kúlp (2008) afirma que a proporção seria de 24 a 27%. Aplicando a média de tais proporções nos dados já apresentados pode-se chegar a uma quantidade de resíduo no mundo de 7,01 milhões de toneladas/ano, mais especificamente no Brasil, aproximadamente 175 mil toneladas/ano de resíduo gerado.

2.1.2 Pesquisas e usos da casca da aveia

A casca de aveia é pesquisada em diversas áreas do conhecimento, com múltiplas finalidades, todas elas focadas na utilização desse resíduo agrícola, agregando valor à mesma.

Welch, Hayward e Jones (1983) apresentaram um dos primeiros estudos na casca de aveia. Nesta pesquisa são citados os usos para a casca até o momento. O maior uso era na alimentação animal, incorporando em rações compostas ou na forma do grão todo de aveia. No seu trabalho, os pesquisadores compararam diferentes tipos de casca de aveia e concluiu que há uma pequena diferença entre os tipos de casca com relação à qualidade para alimentação. Além deste, o material era empregado na produção de furfural, como auxílio na filtragem na produção de cervejas e como combustível.

O estudo de Varanda (2012), que explora o potencial da casca de aveia como elemento constituinte de painéis de partículas de *Eucalyptus grandis*; assim como o do Furlan, Duarte e Mauler (2012), que é avaliação das propriedades de compósitos de polipropileno reforçados com casca de aveia, avaliam o potencial da fibra da casca para ser empregada como reforço de polímeros e outros materiais. Neste sentido, o emprego destes materiais como reforço de polímeros tem crescido substancialmente, devido a alguns fatores importantes como baixo custo, baixa densidade, boa resistência térmica e mecânica, serem biodegradáveis e, principalmente, por serem provenientes de fontes renováveis (Furlan, 2012). Mais pesquisas com o intuito de investigar a utilização de fibras de celulose provenientes da casca de aveia e outros resíduos agrícolas foram desenvolvidas no mundo com aplicações bem sucedidas (PASCHOAL et al., 2015; VALDEBENITO et al., 2016; OLIVEIRA et al., 2017).

A casca de aveia também teve seu potencial avaliado e considerado adequado para a retirada de tintas perigosas de soluções aquosas (BANERJEE et al., 2016). Fabricou-se carvão ativado a partir dela (FAN et al., 2004) e com esse carvão ativado foi possível verificar que ele é uma solução de baixo custo adequada para a retirada de arsênio de fontes de água. O arsênio é um elemento comum presente na crosta terrestre, em fontes de água e em plantas. Este elemento quando entra no corpo humano, pode levar ao envenenamento por arsênio. (CHUANG et al., 2005).

A casca de aveia também tem suas propriedades estudadas pelo ramo medicinal. O estudo de Lee et al. (2015) demonstrou que o extrato obtido da casca de aveia possui efeitos anti-adipogênicos, podendo ser utilizado como estratégia para a redução do risco de obesidade.

Lawford, Rousseau e Tolan (2001) utilizaram a casca de aveia para a produção de etanol e mais recentemente Skiba et al. (2017) utilizaram esse mesmo resíduo para melhorias no processo de produção do etanol.

Um uso das cascas de aveia e outros resíduos agrícolas é a sua queima para gerar energia. A projeção do consumo de energia entre 2010 e 2040 é de um crescimento de 56%. Passando de 524 quadrilhões de Btu para 820 quadrilhões de Btu (U.S. EIA, 2013). Portanto, há uma necessidade crescente de energia e com a grande quantidade de resíduos agrícolas sendo gerados anualmente, a sua queima com intuito de gerar energia térmica é uma boa alternativa de destinação destes materiais.

A biomassa é originada de organismos vegetais ou seus derivados e está diretamente relacionada à geração de energia limpa, pois se configura como um biocombustível de fonte renovável que visa aumentar a eficiência energética e diminuir a produção de gás carbônico. Existem várias formas de conversão da biomassa em energia, sendo que as mais utilizadas são combustão direta, gaseificação e pirólise (FOLLETO et al., 2005).

A disponibilidade da casca de aveia, em especial no estado do Rio Grande do Sul, associada às suas características de baixa umidade e teor de cinzas, poder calorífico superior e teor de voláteis e carbono fixo adequados, são indicadores do seu potencial de aplicação como combustível para a produção de energia (GEHLEN et al. 2016). Na Tabela 3, adaptada do estudo de Gehlen et al. (2016), nota-se o potencial de uso da casca de aveia como combustível.

Tabela 3 - Análise de umidade, teores de metais alcalinos e poder calorífico da casca de aveia

Parâmetros	Casca de aveia
Umidade (g 100g ⁻¹)	9,083 ± 0,03
Cinzas (g 100g ⁻¹)	2,940 ± 0,03
Matéria volátil (g 100g ⁻¹)	85,13 ± 1,01
Carbono fixo (g 100g ⁻¹)	11,93 ± 1,08
Poder calorífico (MJ kg ⁻¹)	16,98 ± 0,02
Cálcio (mg 100g ⁻¹)	40,10 ± 4,4
Sódio (mg kg ⁻¹)	0,505 ± 0,12
Potássio (mg kg ⁻¹)	19,37 ± 1,46

fonte: adaptado de GEHLEN et al. 2016.

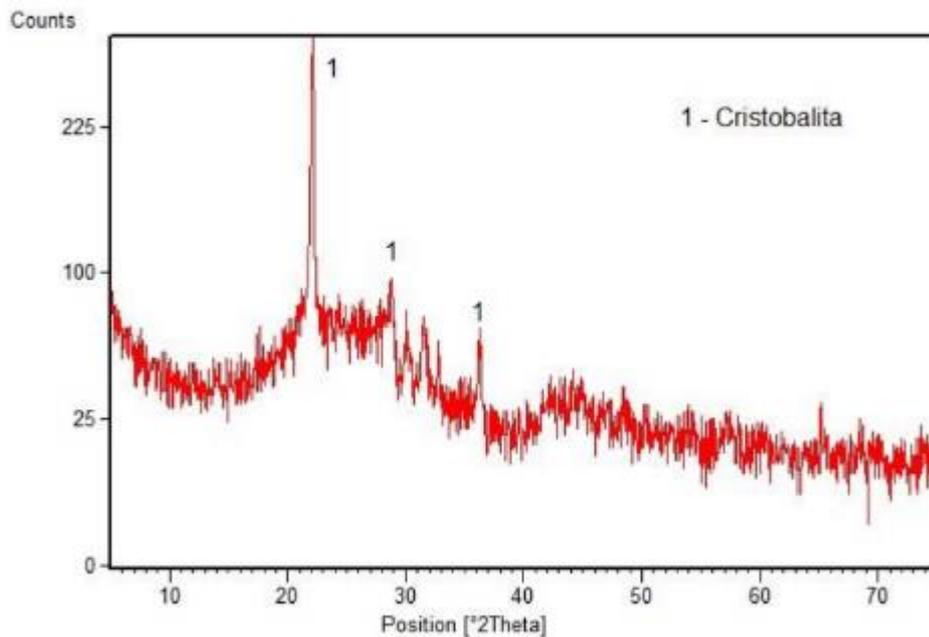
Porém Abedi e Dalai (2017) salientam a dificuldade de utilizar resíduos agrícolas como combustível na sua forma original devido à forma irregular do resíduo, baixa densidade e alto custo de transporte e portanto a densificação da biomassa e a realização de peletização dessa biomassa têm sido uma estratégia empregada para atenuar esses problemas. Essa densificação consiste em deixar o resíduo em um estado que possa ser transportado e armazenado com menores custos. Contudo, isso faz com que a queima do material se dê de forma mais desuniforme e a cinza restante tenha características não homogêneas.

Relativo aos impactos ambientais, além da sua redução por evitar a deposição inadequada dos resíduos orgânicos também há a vantagem do ciclo fechado de carbono, uma vez que o CO₂ produzido na queima desse combustível é absorvido no ciclo de crescimento da planta e no processo de fotossíntese das mesmas, mantendo constante a quantidade do gás na atmosfera. A redução da pegada de carbono dos deslocamentos também é constatada, pois a geração de energia é descentralizada, ocorre próxima da produção e do processamento do resíduo com equipamentos e tecnologias disponíveis no contexto brasileiro. De maneira geral, a biomassa assim empregada enquadra-se perfeitamente no conceito do desenvolvimento sustentável, pois permite a criação de empregos na região, dinamiza as atividades econômicas, reduz os custos relativos à distribuição e transmissão da energia gerada e, quando utilizada de forma sustentável, não agride o meio ambiente (FOLLETO et al., 2005).

O estudo desenvolvido por Al-Neima et al. (2015) mostrou que a utilização de 50% em massa de substituição ao carvão na queima reduziu significativamente a emissão de poluentes na atmosfera, dentre eles, emissão de metais na atmosfera, compostos orgânicos e uma redução de 40% de gás carbônico. A combustão direta da biomassa tem por subproduto a cinza impura. De acordo com dados do Prêmio Eco Brasil (2013), o processo de queima da casca de aveia gera 5% de cinza. Já o estudo de Gehlen et al. (2016) apresentou 2,94% como teor de cinza gerado na queima. Algo que impacta enormemente o potencial de aplicação como material cimentício suplementar, uma vez que o rendimento de calcinação é muito baixo. A presença de sílica amorfa em sua composição garante características pozolânicas, o que a torna um resíduo valorizado e seu aproveitamento reduz o impacto ambiental e estimula a conservação do meio ambiente. Por outro lado, Folleto et al. (2005) destacam que se a cinza de casca de arroz for descartada no meio ambiente, provocará poluição, pois se sabe que a cinza gerada na combustão apresenta uma certa quantidade de carbono residual, que é um grave poluente para o solo. Pode-se extrapolar para a cinza de casca de aveia o mesmo problema ambiental potencial, ainda com maior impacto, pois a quantidade de carbono residual desta cinza é maior que as cinzas de casca de arroz.

Giese et al. (2017) utilizaram a cinza da casca de aveia proveniente de uma empresa de Porto Alegre/RS que utiliza a casca de aveia como fonte de energia para os seus processos. Nesta empresa, a queima não é feita de maneira controlada, portanto, parâmetros da queima não são conhecidos. No estudo foram feitas as seguintes caracterizações do resíduo: granulometria a laser, difração de raio-X, fluorescência de raio-X e o índice de desempenho com cimento Portland segundo a ABNT NBR 12653:2014. O difratograma das cinzas provenientes da queima da biomassa apresentou (Figura 1) um halo amorfo entre 20° e 35° com fases cristalinas identificadas de cristobalita (SiO_2). Este halo amorfo indica potencial reativo do material, segundo Malhorta e Metha (1996). O índice de amorfismo está diretamente relacionado à temperatura de calcinação e ao tempo de moagem (CORDEIRO, 2009). Entretanto, com base na composição química, observa-se que essa cinza de aveia apresenta 58% de teor de CO_2 . Isso é um indicativo que este halo amorfo está principalmente relacionado ao carbono presente.

Figura 1 - Difratoograma da cinza de casca de aveia de Giese et al. (2017)



fonte: Giese et al. (2017)

A caracterização de óxidos presentes no resíduo estudado por Giese et al. (2017) está apresentada na Tabela 4. Nela pôde-se constatar a queima ineficiente do resíduo pelo alto teor de CO_2 presente na amostra, obtido através de um ensaio de perda ao fogo. Ainda, que o principal elemento presente na cinza é a sílica, elemento necessário para as reações pozolânicas no cimento. Al-Naiema et al. (2015) também fizeram a investigação da cinza gerada da queima da casca de aveia, porém em um leito fluidizado que leva a uma queima mais uniforme da casca. Estes autores não realizaram o ensaio de perda ao fogo da casca, portanto, este dado está suprimido da Tabela 4. Os resultados da análise química feita por FRX estão apresentados também na Tabela 4.

Os estudos realizados por Al-Neima et al. (2015) e Giese et al. (2017) apresentaram o óxido de silício como principal constituinte das cinzas. Além deste, teores elevados de potássio e fósforo também estão presentes na composição do resíduo. Outros óxidos importantes para utilização em cimentos, como é o caso do CaO , Al_2O_3 e Fe_2O_3 , aparecem em menores quantidades.

Observa-se que Giese et al. (2017) chegou a um teor de matéria orgânica de 58,754%, isso indica que a calcinação do material não foi adequada para obter-se um material de boa qualidade para utilização na construção civil. Al-Neima et al. (2015) não apresenta valores para este parâmetro.

Tabela 4 – Composição química, na forma de óxidos, obtidas através de fluorescência de raio-X, da cinza de casca de aveia de Al-Naiema et al. (2015) e Giese et al. (2017)

Óxidos	Al-Naiema et al. (2015)	Giese et al. (2017)
SiO ₂	64,44	25,084
P ₂ O ₅	6,67	7,143
K ₂ O	12,5	5,006
CaO	3,74	1,809
MgO	3,45	1,376
Al ₂ O ₃	0,48	0,255
Fe ₂ O ₃	0,46	0,244
SO ₃	2,75	0,213
MnO	0,21	0,100
ZnO	-	0,016
Na ₂ O	1,95	-
CO ₂	-	58,754

fonte: adaptado de Al-Naiema et al. (2015) e Giese et al. (2017)

2.2 MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES

Sabe-se que o setor da construção civil é caracterizado por grandes extrações de matérias primas e utilizações de recursos naturais. Dessa forma, é impactado pela crescente demanda por sustentabilidade, pois gera grandes quantidades de resíduos em toda a sua cadeia produtiva. Para uma tonelada de clínquer produzida, é também gerada uma tonelada de gás carbônico que é emitido para a atmosfera (NONAT, 2014). Parte dessa emissão está vinculada às altas temperaturas necessárias (cerca de 1450°C) para a produção, utilizando combustíveis para essa elevação de temperatura. Porém, a maior parte das emissões de CO₂ na atmosfera advindas do processo de fabricação do clínquer, aproximadamente 70%, é devida à descarbonatação do calcário utilizado, visto que a cada 1 tonelada de carbonato de cálcio, são gerados cerca de 440 quilos de gás carbônico. A equação química é apresentada na equação 1.



Então, diminuindo a produção de clínquer, pode-se diminuir os efeitos deletérios que a indústria da construção civil gera no meio ambiente. Portanto, os materiais cimentícios suplementares

têm um papel principal na redução da pegada de carbono do concreto, pois a energia gasta e o CO₂ emitido no processo de fabricação do clínquer são mais severos e tem um impacto ambiental maior que os materiais cimentícios suplementares (JUENGER et al., 2012).

Uma solução muito empregada é a substituição de clínquer por outros materiais na composição do cimento. Assim, diminuindo o chamado “fator clínquer”, que é o percentual de clínquer presente no cimento, pode-se ter uma solução mais adequada ambientalmente. Porém, a questão ambiental não é a única que motiva tais substituições. Fatores econômicos e técnicos também são importantes nessa decisão.

Os materiais cimentícios suplementares empregados na produção do cimento, inicialmente, eram naturais, como cinzas vulcânicas. Depois, outros materiais, tratados até então como resíduos, começaram a ser empregados na fabricação do cimento devido aos seus constituintes e propriedades. Estes materiais substituem o cimento e mantêm ou melhoram as características do concreto fabricado. Portanto, estes materiais já não eram mais tratados como resíduo, eles possuíam, agora, valor econômico e passaram a ser subprodutos. Metha e Monteiro (2014) afirma que esses materiais, que são adições minerais, são empregados no cimento em quantidade que variam de 20% a 70% em massa, devido a aspectos ambientais e socioeconômicos. Subprodutos de empresas têm se tornado fonte primária de adições minerais no concreto. Esses materiais vêm de diversas fontes, sendo as usinas de energia elétrica usando carvão como combustível e altos-fornos metalúrgicos são as principais fontes de subprodutos produzidos no país.

Dal Molin (2011) aponta que a utilização de materiais cimentícios suplementares, substituindo parte do clínquer ou do cimento, reduz o impacto ambientais de outras indústrias que depositariam os seus resíduos de forma inadequada, dando uma destinação nobre a estes, e também reduz a quantidade de matéria prima extraída, assim, preservando os recursos naturais. Além disso, pode economizar energia no processo, pois a fabricação do cimento requer muita energia e muitas vezes requer transporte de matérias primas por grandes distâncias.

Alguns dos principais materiais cimentícios suplementares são: a escória granulada de alto-forno, cinzas volantes, sílica ativa, cinza de casca de arroz, materiais naturais como vidros e tufos mecânicos, argilas calcinadas (METHA E MONTEIRO, 2014). Esses materiais já estão com seu uso normalizado e com percentuais de substituição controlados como é o caso da

escória granulada de alto-forno e outras pozolanas segundo a NBR 16697 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018).

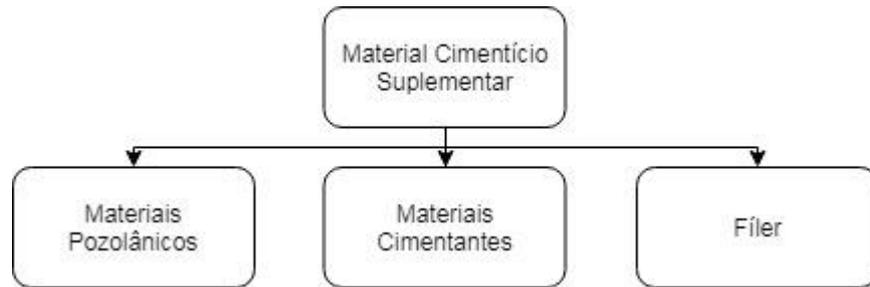
Pesquisas a respeito desses materiais têm sido desenvolvidas há décadas (JAMES; RAO, 1986; ZHANG; LASTRA; MALHORTA, 1996; PANDEY et al., 2000; RAJAMMA et al., 2009; ISAIA et al., 2010; OWAID; HAMID; TAHA, 2012; JUENGER et al., 2012; CHAUNSALI et al. 2018, entre outros) e a importância do uso desses materiais como substituição ou adição ao cimento tem sido comprovada, tanto técnica quanto financeiramente e ambientalmente. Dal Molin (2011) afirma que a incorporação de materiais cimentícios suplementares resulta na produção de materiais cimentícios com melhores características técnicas, porém, o desempenho destes compostos misturas cimentantes dependem de alguns parâmetros, como finura e forma de partículas, área superficial específica, relação água/aglomerante, composição química, mineralógica e proporção em relação ao clínquer de adição. Estes influenciam nas atividades químicas e físicas das reações de hidratação.

As adições dos materiais cimentícios suplementares no concreto, segundo Metha e Monteiro (2014), incluem melhor resistência à fissuração térmica devido ao baixo calor de hidratação; aumento da resistência final e redução da permeabilidade devido ao refinamento dos poros, fortalecimento da zona de transição na interface, e uma durabilidade muito maior no que diz respeito ao ataque por sulfato e à expansão pela reação álcali-agregado, dentre outros benefícios.

2.2.1 Classificação dos materiais cimentícios suplementares

Scrivener, Snellings e Lothembach (2016) definem materiais cimentícios suplementares como materiais adicionados a ligantes hidráulicos que quimicamente reagem e formam produtos de hidratação adicionais. Os materiais cimentícios suplementares podem ser classificados de acordo com a sua ação físico-química e separados em três grandes grupos apresentados na Figura 2.

Figura 2 - Classificação de materiais cimentícios suplementares



fonte: adaptado de Dal Molin (2011)

Materiais pozolânicos, segundo a NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014) são: “materiais silicosos ou silicoaluminosos que, sozinhos, possuem pouca ou nenhuma propriedade ligante mas que, quando finamente divididos e na presença da água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente, formando compostos com propriedades ligantes.”. Nonat (2014) fala que o primeiro material pozolânico utilizado foram as cinzas de vulcão pelos Romanos que, quando misturadas com cal, geravam um material cimentante.

As pozolanas podem ser divididas ainda em:

- i. pozolanas naturais: são materiais coletados na natureza com intenção primária de utilização como pozolanas. A NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014) define pozolanas naturais como materiais de origem vulcânica, geralmente de caráter petrográfico ácido (mais que 65% de SiO_2) ou de origem sedimentar, com atividade pozolânica. São exemplos as cinzas vulcânicas, argilas calcinadas e terras diatomáceas;
- ii. pozolanas artificiais: são materiais provindos de alguns processos industriais, sendo estes subprodutos do processo. A NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014) define pozolanas artificiais como materiais provenientes do tratamento térmico ou subprodutos industriais, com atividade pozolânica. Exemplos desses materiais são a sílica ativa (subproduto da produção de ferro silício), cinza volante (termoelétricas à carvão mineral), de biomassa como é o casco da cinza da casca de arroz e carvão vegetal.

Os materiais cimentantes, por sua vez, não necessitam da presença de hidróxido de cálcio para a sua reação. São materiais que em sua composição apresentam grande quantidade de óxido de cálcio, assim, podem reagir e produzir compostos como o C-S-H. Um exemplo desse material é a escória granulada de alto-forno (DAL MOLIN, 2011; METHA E MONTEIRO, 2014).

O fíler é um material fino, sem atividade química, ou seja, não participa das reações químicas de hidratação do cimento. Porém, ele tem seu efeito físico colaborando no empacotamento de grãos e também como pontos de nucleação para a hidratação do cimento. Estudos já demonstraram que parte do cimento pode ser substituída por fíler calcário sem perda nas propriedades finais do concreto (DAL MOLIN, 2011; NONAT, 2014).

2.2.2 Efeitos químicos e físicos da incorporação de materiais cimentícios suplementares no cimento

Como apontado anteriormente, os materiais cimentícios suplementares podem influenciar tanto na química das reações de hidratação do cimento, quanto fisicamente, através do empacotamento dos finos e do refinamento da estrutura de poros e dos produtos de hidratação. A seguir serão apontadas como ocorrem essas interações.

2.2.2.1 Efeitos químicos da adição de materiais cimentícios suplementares

Os efeitos químicos dos materiais cimentícios suplementares estão altamente ligados com a capacidade do mesmo reagir com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2). E essa capacidade de reagir com o hidróxido de cálcio é o que caracteriza um material pozolânico. Essa reação forma C-S-H, composto responsável principalmente pela resistência da pasta de cimento. Porém, essa reação, frequentemente, é mais lenta que a reação de hidratação do clínquer, pois só inicia após a formação de portlandita na hidratação do C_3S C_2S . Isso leva a uma formação do C-S-H que precipita nos vazios deixados na hidratação do cimento, densificando a matriz cimentícia, conferindo assim melhores resistências e melhor durabilidade pelo refinamento dos poros.

A NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014) apresenta uma série de requisitos químicos para um material ser considerado uma pozolana. Dentre eles estão o percentual de sílica, alumina e ferro, sulfatos, perda ao fogo, dentre outros apresentados na Tabela 5:

Tabela 5 - Requisitos químicos de uma pozolana

Propriedades	Classe de material pozolânico			Método de ensaio(*)
	N	C	E	
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	≥ 70	≥ 70	≥ 50	ABNT NBR NM 22
SO_3	≤ 4	≤ 5	≤ 5	ABNT NBR NM 16
Teor de umidade	≤ 3	≤ 3	≤ 3	ABNT NBR NM 24
Perda ao fogo	≤ 10	≤ 6	≤ 6	ABNT NBR NM 18
Álcalis disponíveis em Na_2O	$\leq 1,5$	$\leq 1,5$	$\leq 1,5$	ABNT NBR NM 25
(*) Os métodos de ensaios devem ser adaptados, substituindo-se o cimento Portland pelo material pozolânico.				

fonte: ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2015

Porém nessa classificação não é considerada a quantidade de óxido de cálcio. Fator que ajuda nas reações químicas, uma vez que ele possui propriedades cimentantes por si só. Assim, materiais que possuem esse elemento presente na sua constituição, apesar de trazerem um efeito positivo para a matriz cimentícia, não são considerados nessa classificação.

2.2.2.2 Efeitos físicos da adição de materiais cimentícios suplementares

Os efeitos físicos dos materiais cimentícios suplementares podem gerar, segundo Dal Molin (2011), três tipos de efeitos distintos na matriz cimentícia.

- i. efeito microfíler: aumento da densidade da matriz cimentícia pelo preenchimento dos vazios pelos materiais cimentícios suplementares de diâmetro médio menor que o do cimento;
- ii. refinamento da estrutura de poros e dos produtos de hidratação do cimento: as finas partículas do material inerte atuam como pontos extras de nucleação, favorecendo a precipitação dos hidratos sobre a superfície dos grãos do fíler. (HOPPE FILHO, 2008). Portanto o crescimento dos cristais se dá, não só a partir do grão de cimento, mas também das adições. Isso influencia a cinética de hidratação, acelerando as reações. Assim, as adições fazem com que se crie uma microestrutura de cristais menores, o que leva a uma resistência maior da matriz cimentícia;
- iii. alteração da microestrutura da zona de transição: segundo Dal Molin (2011), materiais cimentícios suplementares finamente divididos adicionados ao concreto alteram a espessura da zona de transição, pois, interfere na movimentação de água na mistura, reduzindo ou eliminando o acúmulo de água retida sob os agregados. Ainda, esse material pode preencher o vazio deixado pela água retida com os seus próprios produtos de hidratação próximos do agregado.

3 METODOLOGIA

Neste capítulo são apresentados o programa experimental e as variáveis propostos para a avaliação do comportamento das cinzas de casca de aveia provenientes de diferentes temperaturas de calcinação, bem como os demais materiais utilizados para o desenvolvimento da pesquisa.

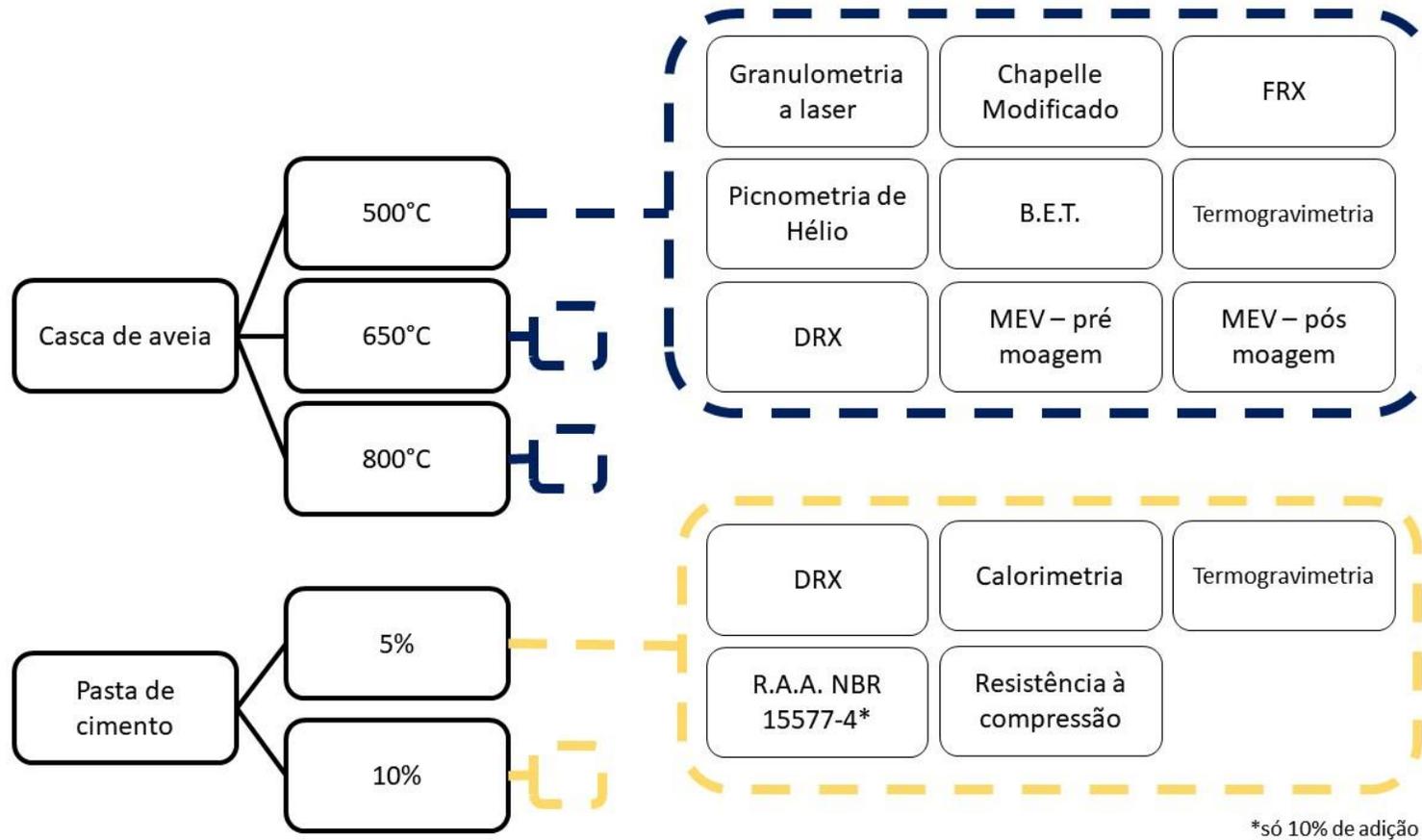
3.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Para a melhor compreensão do comportamento da cinza da casca de aveia como material cimentício suplementar, foi elaborado um programa experimental focado em compreender as características físico-químicas das cinzas, bem como a sua interação com o hidróxido de cálcio, avaliando sua reatividade e potencial pozolânico.

Como o material fornecido estava na sua forma *in natura*, ou seja, eram as cascas de aveia e não a cinza proveniente do processo de queima do material, foi necessário fazer a queima do mesmo. Para tanto, utilizou-se como base para definição de temperaturas de queima o estudo de Cordeiro (2009), onde foram analisadas cinco temperaturas de queima para a casca de arroz (500, 650, 800, 950 e 1100°C) e em seu estudo obteve que as três primeiras temperaturas, para a casca de arroz, obtinham os melhores resultados. Dal Molin (2011) afirma que as cascas de arroz calcinadas a temperaturas entre 500°C a 700°C apresentam um estado predominantemente amorfo e alta pozolanicidade. Portanto, o estudo desenvolvido com a casca de aveia, orientado pelos estudos na casca de arroz, contemplará três temperaturas de queima (500, 650 e 800°C), avaliando o comportamento das cinzas geradas através de uma queima controlada em forno mufla.

Os procedimentos experimentais apresentados foram desenvolvidos parte na Universidade Federal da Bahia (UFBA) e parte na Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Os ensaios foram estruturados priorizando ensaios microestruturais, visto que a quantidade de cinza de casca de aveia produzida a cada processo de calcinação era baixa e inviabilizou a realização de ensaios que demandam maior quantidade de material. A Figura 3 apresenta a matriz experimental estabelecida.

Figura 3 - Programa experimental



fonte: elaborado pelo autor

3.2 MATERIAIS

Os materiais utilizados no desenvolvimento de todas etapas experimentais do trabalho estão apresentados nesse tópico.

3.2.1 Casca de aveia

A casca de aveia utilizada nos ensaios foi proveniente de uma aveia branca (*Avena Sativa L.*). A amostra foi fornecida pela Cooperativa Agropecuária & Industrial – COTRIJUI, com sede em Ijuí, no Rio Grande do Sul. O material para a pesquisa estava armazenado em sacos de 10 kg. A Figura 4 apresenta o material utilizado na pesquisa.

Figura 4 - Casca de aveia



fonte: foto do autor

3.2.2 Cimento

O cimento utilizado foi o cimento CP V, pois, dentre os cimentos comercializados no país, é o mais “puro”, não contendo outros materiais além de clínquer, gipsita e fíler calcário, limitado a 10% pela NBR 16697 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018c). Essa pureza do cimento é importante para poder avaliar a influência da adição da cinza. Pois a presença de outros materiais pozolânicos presentes nos demais tipos de cimento fabricados no território nacional gera incertezas nos resultados. Uma vez que os efeitos esperados da cinza de casca de aveia e de pozolanas presentes em outros tipos de cimento se confundiriam. Dessa forma é possível determinar os efeitos provocados pela incorporação da cinza de casca de aveia na mistura.

A caracterização do cimento, apresentada na Tabela 6, conta com os dados de massa específica (NM 23,2000), finura Blaine, os diâmetros característicos D10, D50, D90 e diâmetro médio das partículas adquiridos através de granulometria a laser¹ e perda ao fogo realizada de acordo com a NM 18 (2012), Método 1, determinação direta. Na Tabela 7 estão os óxidos presentes obtidos através do ensaio de fluorescência de raio X realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER) da UFRGS.

Tabela 6 - Caracterização física do cimento utilizado

Massa específica	3,14	g/cm ³
Finura Blaine	4628	cm ² /g
D10	1,38	µm
D50	16,43	µm
D90	32,86	µm
Dméd	16,99	µm
Perda ao fogo	4,51	%

fonte: elaborado pelo autor.

Tabela 7 - Caracterização química do cimento utilizado

Óxido	CaO	SO ₃	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	SiO ₂	SrO	TiO ₂	Na ₂ O	P ₂ O ₅	MnO
(%)	77,016	5,294	5,146	4,502	4,157	1,371	1,277	0,513	0,231	0,203	0,199	0,091

fonte: elaborado pelo autor.

3.2.3 Hidróxido de cálcio

Para a produção das pastas de cinza e hidróxido de cálcio, foi utilizado um hidróxido de cálcio P.A, com pureza igual a 95%. Os dados de massa específica, D10, D50, D90 e Dméd, também adquiridos por granulometria a laser² estão apresentados na Tabela 8.

¹ A ficha completa com a curva granulométrica encontra-se disponível no Apêndice A

² A ficha completa da caracterização da granulometria a laser encontra-se disponível no Apêndice A

Tabela 8 - Caracterização do hidróxido de cálcio utilizado

Massa específica	2,24	g/cm ³
D10	4,87	µm
D50	34,10	µm
D90	58,79	µm
Dméd	33,92	µm

fonte: elaborado pelo autor

3.3 PREPARAÇÃO DE MATERIAIS

Neste item serão apresentadas as preparações dos materiais utilizados durante a pesquisa.

3.3.1 Calcinação

Para poder utilizar as cascas de aveia como material cimentício suplementar, foi necessário uma calcinação prévia e consequente transformação da casca em cinza para ser incorporada como material cimentício suplementar. A calcinação foi realizada em um forno mufla com temperatura controlada da marca Sanchis, de potência 12,6 kW, com voltagem 220/3, aquecimento elétrico através de resistências e temperatura máxima de 1200°C. As temperaturas de calcinação foram 500, 650 e 800°C como apontado no item 3.1.

O processo de queima foi feito da seguinte maneira: pesava-se 270g de casca e então era espalhada por toda a área da mufla sobre uma placa de concreto refratário, fabricada para este propósito, evitando assim possíveis contaminações com outros materiais. A camada de casca era de aproximadamente dois centímetros de espessura. A determinação desta quantidade foi feita a partir de diversas calcinações prévias, com diferentes quantidades de materiais, até obter-se a maior quantidade de material calcinado por vez para otimizar o processo e de aparência homogênea (Figura 5).

Figura 5 - Cascas de aveia ao sair do forno mufla



fonte: foto do autor

O patamar de temperatura era mantido por três horas, seguindo o mesmo procedimento adotado por Cordeiro (2009). A taxa de aquecimento utilizada foi de 10°C por minuto, o máximo que o equipamento permitia para poder calcinar material duas vezes por dia. Depois de decorrido o tempo no patamar, o material era submetido a um resfriamento brusco. Masuero, Dal Molin e Vilela (2004) mostraram que um resfriamento rápido permite a obtenção de um material com um grau de amorficidade maior do que se fosse resfriado lentamente. Portanto, isso era feito abrindo a porta da mufla, fazendo com que a temperatura que o material estava submetido caísse à temperatura ambiente em poucos minutos. Retirava-se o material de dentro do equipamento assim que o manuseio era possível. Depois do processo de calcinação, o material era armazenado em caixas plásticas para a posterior utilização.

O processo de calcinação durou aproximadamente 3 meses, realizando duas calcinações por dia útil. Na abertura do laboratório, era recolhido o material do dia anterior que havia sido deixado na mufla, preparava-se o material que seria calcinado e iniciava a primeira calcinação do dia. Por volta das 12 horas, assim que o processo acabava, abria-se o equipamento e somente por volta das 13 horas, a temperatura do interior havia baixado para um patamar que era possível coletar as cinzas. Então, era preparado um novo lote, que terminaria seu processo de calcinação por volta das 19 horas, onde, novamente era aberta a mufla para resfriamento rápido do material.

3.3.2 Preparação das cinzas

Um dos pontos principais no que diz respeito a reatividade do material é o tamanho da partícula. Quanto mais finamente moído está o material, maior a sua superfície específica e portanto, maior a reatividade que esse material terá. Cordeiro e Kurtis (2017) afirmam que além do aumento da superfície específica do material submetido à moagem, a quebra das partículas pode expor uma quantidade maior de sílica amorfa, pois a cristalização da sílica durante a queima se dá da superfície para o interior das partículas. Portanto, nesta etapa, pretende-se que as três cinzas tenham características semelhantes no que diz respeito ao diâmetro de partículas. As cinzas foram moídas em moinho de bolas durante uma hora (Figura 6) e posteriormente foram submetidas a um peneiramento com peneiras de malha mesh 325 (Figura 7), referente a abertura de 45µm. Assim, pode-se ter maior certeza do tamanho de partículas e garante uma maior uniformidade das cinzas durante a realização de todo o estudo. Após a passagem do material na peneira, foi realizada uma granulometria a laser para identificar se os materiais estavam em faixas granulométricas semelhantes. Os Diâmetros D10, D50, D90 e D_{méd} estão apresentados na Tabela 9 e as curvas granulométricas completas dispostas no Apêndice B.

Figura 6 - Moinho de bolas utilizado para moagem



Figura 7 - Peneiramento das cinzas



fonte: fotos do autor

Tabela 9 - Diâmetros característicos das cinzas calcinadas em diferentes temperaturas e posteriormente moídas

	CCA500 (μm)	CCA650 (μm)	CCA800 (μm)
D10	2,11	1,87	2,66
D50	10,46	8,05	13,96
D90	30,1	21,25	33,76
Dméd	13,55	10	16,36

fonte: elaborado pelo autor

3.3.3 Preparação de pastas de cimento

A preparação das pastas de cimento foi feita utilizando o procedimento padrão praticado pelo NORIE/UFRGS na produção de pastas de cimento para ensaios de calorimetria. Para cada mistura são utilizados 100 gramas de materiais secos, com uma relação a/c de 0.40. Foram fabricadas pastas com adições de 5% e 10% (em relação à massa de cimento) de cinzas, além da pasta referência (sem adição de cinzas). Para manter a uniformidade dos ensaios, mesmo as amostras que não foram destinadas ao ensaio de calorimetria, foram preparadas da mesma maneira. O operador usou luvas térmicas para não transferir calor para a amostra durante todo o procedimento, que é descrito a seguir:

- i. misturar os materiais secos por 60 segundos dentro de uma embalagem plástica;
- ii. colocar os pós e líquidos em uma coqueteleira;

- iii. de 0 a 30 segundos misturar manualmente com barra roscada (Figura 8);
- iv. de 30 a 50 segundos colocar a coqueteleira no misturador mecânico com a tampa;
- v. de 50 a 120 segundos misturar mecanicamente no misturador com 10000 rpm (Figura 9).

Todas as amostras que foram utilizadas para os ensaios, foram feitas de uma só mistura de materiais para garantir a homogeneidade entre elas. Após a execução, a pasta foi fracionada em potes hermeticamente fechados utilizando uma espátula (Figura 10) e mantidos em temperatura constante de 25°C.

Figura 8 - Mistura manual da pasta de cimento



Figura 9 - Mistura mecânica da pasta de cimento



fonte: fotos do autor

Figura 10 - Amostras de pasta de cimento



fonte: foto do autor

3.3.4 Preparação de pastas de hidróxido de cálcio

A preparação das pastas de hidróxido de cálcio e cinza de casca de aveia foi feita da seguinte maneira: foi estabelecida uma relação C/S (CaO/SiO_2) de massa molar e esta foi mantida para todas as pastas. Odler (2006) aponta que as relações C/S mais encontradas das fases do C-S-H em pastas hidratadas a temperatura ambiente variam de 1,4 a 2,0, tendo o valor 1,7 como sendo provavelmente o mais correto. Portanto, as pastas de hidróxido de cálcio foram elaboradas com uma relação C/S de 1,7 e foram avaliadas através de DRX e Termogravimetria conforme o programa experimental, apresentado na Figura 3.

Para conseguir obter precisão nessa relação, foi feita uma análise de fluorescência de raio X, detalhada no item 4.1, assim foi possível saber o percentual de sílica presente na cinza de casca de aveia em cada uma das temperaturas. A quantidade de óxido de cálcio foi obtida através do hidróxido de cálcio que foi utilizado. Esse hidróxido de cálcio é P.A. com um percentual de 95% de pureza e esse dado foi considerado na pesagem de material para obter-se a quantidade certa de óxido de cálcio. Através de uma estequiometria, foi feita a proporção de materiais que deveriam ser misturados para obter a relação C/S correta.

Após o preparo dos materiais (Figura 11), os mesmos foram misturados a seco e homogeneizados para posterior mistura da água. A água adicionada à mistura foi numa relação água/sólidos de 0.835, a mínima possível para dar a trabalhabilidade necessária para mistura sem a incorporação aditivos. A mistura das pastas foi realizada de acordo com o procedimento descrito no item 3.3.3. Após a mistura realizada, as amostras foram acondicionadas em potes plásticos hermeticamente fechados (Figura 12) a fim de impedir o contato da amostra com o gás carbônico e conseqüente carbonatação durante o processo de hidratação do composto e deixadas à temperatura constante de 25°C.

Figura 11 - Materiais antes da homogeneização



Figura 12 - Pastas de hidróxido de cálcio e cinzas



fonte: fotos do autor

3.4 ENSAIOS REALIZADOS

Neste item são apresentados os ensaios que foram realizados no decorrer da pesquisa.

3.4.1 Fluorescência de raio X

Uma informação de extrema importância para a caracterização de um material é a sua composição química. Ainda mais quando se fala de um novo resíduo, do qual não se sabe a sua composição. Portanto, ensaios como a fluorescência de raio X podem auxiliar neste ponto. A resposta que fornece é a composição em óxidos dos elementos constituintes do material que está sendo avaliado.

O FRX, que é a fluorescência de raio X, ou WDS que é espectroscopia por comprimento de onda dispersivo, trabalha com o comprimento de onda do fóton. Este ensaio foi utilizado apenas para as cinzas, pois deseja-se conhecer os elementos que constituem as mesmas. O preparo das amostras consistiu na moagem do material, deixando-o em forma de pó, passando-o pela peneira de malha 45 μm . Este ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul com um espectrômetro sequencial de fluorescência de raios-X por comprimento de onda Shimadzu, XRF 1800.

3.4.2 Difração de raio X (DRX)

A difração de raios X é uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos. Ele tem como função básica a identificação de compostos e caracterização de parâmetros físicos de materiais diversos trabalhando como técnica paralela e complementar à fluorescência de raio X (FRX). A DRX consiste na incidência de radiação na amostra e na detecção dos fótons difratados. Compostos cristalinos possuem átomos organizados de forma ordenada, cada composto possui um posicionamento característico de átomos e portanto, apresenta um padrão difratométrico característico, permitindo assim a sua identificação através das posições angulares e intensidades relativas dos picos difratados. Caso essa amostra não apresente microestrutura cristalina, ou seja, os átomos não estão arranjos de forma ordenada, o resultado obtido através do ensaio não será em forma de picos, mas sim, um halo na linha base, não gerando picos característicos do material. Neste caso, o material é denominado material amorfo ou não-cristalino.

Portanto, foram feitas análises de DRX nas cinzas provenientes da calcinação da casca de aveia, bem como nas pastas de hidróxido de cálcio e cinza para as idades de 7, 28 e 56 dias e nas

pastas de cimento e cinza nas mesmas idades com o intuito de monitorar a formação de compostos de hidratação com o passar do tempo. Quando a pasta atingia a idade determinada, era feita a parada da hidratação da mesma para que pudesse ser realizado os ensaios posteriormente.

Para fazer a parada da hidratação, as amostras, de aproximadamente 4g, moldadas previamente com esse intuito, eram partidas no meio e mergulhadas em 100ml de álcool isopropílico por 1:30 hora. Após esse tempo, a amostra era colocada por 6 horas em estufa, numa temperatura de 40°C para retirar toda a umidade ainda restante. Posteriormente a este tempo, cada uma das amostras era acondicionada em um plástico vedado e este, deixado dentro de um dessecador. No dia da realização do ensaio, as amostras eram moídas e passadas na peneira mesh 325 (45µm) antes de serem colocadas no porta amostra.

As análises foram feitas com radiação $K\alpha$ de Cu com 40 kV de voltagem. A leitura feita dos 5 aos 75 graus com um passo de 2 graus por minuto. Após os ensaios, as amostras foram analisadas, com o auxílio do *software X'Pert High Score*, comparando os picos cristalinos obtidos nos difratograma com o banco de dados denominado *Power Diffraction File (PDF)*.

3.4.3 Termogravimetria

A análise termogravimétrica, também conhecida como TG ou TGA, é muito utilizada para avaliação de hidratação do cimento Portland. Também é bastante difundida para análise de materiais pozolânicos, avaliando sua reatividade no processo de hidratação (SCRIVENER; SNELLINGS; LOTHEMBACH, 2016).

No ensaio de termogravimetria, sumariamente, a amostra é aquecida a altas temperaturas enquanto é registrada a perda de massa da mesma. Com isso e com base na literatura, é possível identificar que tipos de compostos estão presentes na amostra. Para tanto, as amostras precisam estar na forma de pó, pois a quantidade utilizada no ensaio é da ordem de 10 miligramas e a inércia térmica da amostra diminui devido à maior superfície específica.

Neste ensaio, além das pastas de hidróxido de cálcio e cimento, procurando avaliar as reações produzidas com o tempo, identificar o consumo de hidróxido de cálcio e a formação de C-S-H, foram analisadas as cinzas separadamente, com o intuito de verificar a adequação do processo de calcinação e outras possíveis perdas de massa. Para mais fácil identificação das perdas de massas durante o ensaio, é comum apresentar a DTG, a curva derivada (de primeiro grau) da

perda de massa. Dessa forma, os picos e intervalos de perda de massa indicam as reações que estão acontecendo, se é uma única reação ou simultâneas.

O preparo das amostras para este ensaio se deu da seguinte maneira:

- i. as cinzas foram moídas com pistilo e almofariz para deixá-las em formato de pó;
- ii. as pastas de hidróxido de cálcio e de cimento, após preparadas como apresentado no item 3.3.4 e 3.3.3, depois de misturadas e adicionadas a água para as reações, foram mantidas em recipiente fechado, evitando contato com a atmosfera e em temperatura constante de 25°C.

Antes da realização dos ensaios foi feita a parada da hidratação das pastas de cimento e de hidróxido de cálcio conforme apresentado no item 3.4.1. O ensaio foi realizado em atmosfera inerte de nitrogênio, aquecido a uma taxa de 20°C/min em todos os ensaios, em cadinhos de alumina, com fluxo de nitrogênio de 50ml/min seguindo a recomendação proposta por Lothenbach; Durdzinski e De Weerd (2016) para análise de compostos cimentícios. Ainda, antes de iniciar o incremento de temperatura, todas as amostras foram colocadas em uma isoterma de 40°C para eliminar a água livre presente no sistema.

3.4.4 Chapelle Modificado

O ensaio foi realizado de acordo com a NBR 15895 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010). Este ensaio consiste em quantificar a quantidade de hidróxido de cálcio consumida pelo material cimentício suplementar. Portanto, inicia-se obtendo óxido de cálcio (CaO) através da calcinação do carbonato de cálcio (CaCO₃) em forno mufla. Pesa-se 2,000g de CaO e 1,000g de material cimentício suplementar previamente ao início dos ensaios.

Como o equipamento a ser utilizado possui espaços para três erlenmeyer, pode-se assim, de uma única vez, serem colocadas duas amostras e uma referência (branco), na qual é colocado apenas óxido de cálcio. Em um erlenmeyer plástico com 250 ml de água deionizada os materiais são adicionados e submetidos a banho-maria na temperatura de 90°C com agitação mecânica por 16 horas. As amostras são colocadas com intervalo de 40 minutos entre elas, para no dia seguinte, poder fazer a titulação com tempo suficiente.

A velocidade de movimento na escala do equipamento utilizada é de 9 (o equipamento não apresenta unidades para essa velocidade). Esta velocidade foi escolhida depois de testes prévios, pois era a maior velocidade possível de ser mantida sem derramar água para fora do

equipamento. A quantidade de água colocada no banho também é um fator importante a ser considerado, pois o ensaio tem a duração do banho de 16 horas e nesse período não pode faltar água antes do término do ensaio. Para garantir que o nível de água estivesse acima das amostras dentro dos frascos, ou seja, as amostras permanecessem submersas durante todo o ensaio, evitando erros, foi adicionado o máximo de água que permitisse, com o agito do equipamento, o não transbordo de água. Além disso, o equipamento é selado utilizando um saco plástico e fita para evitar perda de água por evaporação.

Ao término das 16 horas, retira-se a primeira amostra do banho e é feito o resfriamento desta com água corrente até temperatura ambiente. Após o resfriamento do frasco, é inserida uma solução de 60g de sacarose e 250ml de água deionizada no erlenmeyer, seguida de agitação manual por 15 minutos. Prosseguindo, realiza-se a filtração de 100ml da solução através de um filtro de papel. Nessa solução filtrada, são adicionadas algumas gotas de fenolftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) em solução alcoólica, como indicador de pH.

Por fim, faz-se a medida quantitativa do consumo de hidróxido de cálcio através da titulação com solução de HCl 0,1M (ácido clorídrico), pois os materiais pozolânicos reagem com o hidróxido de cálcio. Quanto mais desse hidróxido de cálcio presente na solução for consumido, mais baixo será o pH da solução. Para todas as amostras, com resíduo ou não (branco), os pontos de viragem do pH das soluções são anotados, ou seja, o volume de ácido necessário para tornar a solução incolor.

3.4.5 Método B.E.T.

O método B.E.T. é o método mais utilizado para determinação da extensão da área superficial específica, tamanho e distribuição de poros de materiais finamente divididos mediante a medição da área ocupada por uma determinada quantidade de moléculas de gás adsorvidas na superfície do material, sendo o nitrogênio o gás mais utilizado (SING et al., 2008). Apesar de apresentar uma área superficial maior que os resultados obtidos através da superfície de Blaine (ARVANITI et al., 2014, por não postular formato da partícula ou incluir equações semi-empíricas e considerar irregularidades e porosidades das partículas é o método mais confiável. (MANTELLATO; PALACIOS; FLATT, 2014, WANG; ISHIDA; GU, 2018)

Com isso em mente, as cinzas foram analisadas por esse método, no Laboratório de Catálise e Materiais (LABCAT) do Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia (UFBA), com um analisador de área superficial Micromeritics ASAP 2020, com o intuito principal de

identificar a área superficial das mesmas, pois, quanto maior a área superficial de um material, maior a sua reatividade e conseqüentemente, melhores resultados ele trará para a matriz cimentícia. Para a realização do método proposto por Brunauer, Emmett e Teller, as cinzas foram moídas com almofariz e pistilo. Esta amostra foi peneirada usando as peneiras mesh 85 e 150, correspondente às malhas de 0,180 mm e 0,106 mm. Utilizou-se as amostras retidas na peneira 150 e passantes na 85.

3.4.6 Picnometria de hélio

A técnica de picnometria de hélio permite a determinação do volume ocupado por uma amostra por uma quantidade determinada de material. Este método determina a densidade real e volume de um material usando hélio em uma câmara sob pressão e comparando-o com o referêcia. O hélio é usado por ser um gás inerte e de tamanho de partícula reduzida, assim, penetra facilmente pelos poros da amostra, determinando o volume do sólido de forma assertiva. Moura e Figueredo (2002) apontam que um ponto positivo do ensaio é que é medido somente o corpo do material, descontando a porosidade presente na amostra (exceto os poros fechados, não acessíveis ao gás), porém o volume de material a ser ensaiado deve ser pequeno, pois o porta amostra possui somente 10 cm³.

O ensaio de Picnometria de hélio foi realizado nas cinzas calcinadas a diferentes temperaturas e foi conduzido no Laboratório de Catálise e Materiais (LABCAT) do Instituto de Química da Universidade Federal da Bahia (UFBA). Para isso, as cinzas foram moídas com almofariz e pistilo. Estas amostras foram peneiradas usando as peneiras mesh 85 e 150, correspondente às malhas de 0,180 mm e 0,106 mm. Utilizou-se as amostras retidas na peneira 150 e passantes na 85. Após o preparo, as amostras foram colocadas no picnômetro *Micromeritics AccuPyc II* 1340 para a realização dos ensaios.

3.4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para observar a morfologia da amostra da ordem de micrômetros, se faz necessária a utilização de microscópios eletrônicos. O MEV é capaz de produzir imagens da superfície da amostra através de um bombardeamento de elétrons. O ensaio foi realizado no Laboratório de Processamento Mineral (LAPROM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Neste ensaio foram observadas amostras *in natura* identificando a microestrutura resultante do processo de calcinação das cascas de aveia. Também foi realizada a observação da amostra moída, visualizando as partículas resultantes do processo de moagem e sua forma. Pois sabe-se

que a forma da partícula influencia o comportamento de uma mistura. Partículas mais lamelares e pontudas geram um travamento da mesma e partículas mais arredondadas e de formato regular facilitam esse processo.

A preparação da amostra consiste na metalização desta com uma camada de ouro, pois, como citado anteriormente, o ensaio consiste em um bombardeamento de elétrons. Foram feitas análises no modo de elétrons secundários, visualizando a morfologia das amostras, além de um mapeamento dos elementos químicos presentes na amostra.

3.4.8 Calorimetria

Com o intuito de compreender melhor as reações iniciais de hidratação que a mistura da cinza, como material cimentício complementar pode ocasionar, foi realizada uma calorimetria isotérmica com uma pasta de cimento. As pastas foram fabricadas de acordo com o item 3.3.3. O equipamento utilizado foi o calorímetro modelo TAMAir da TA Instruments, a uma temperatura constante de $25^{\circ}\text{C}\pm 0,01^{\circ}\text{C}$ durante 72 horas. O ensaio foi realizado no Laboratório do Ambiente Construído (LAMTAC) da UFRGS.

Após a preparação de amostras, os seguintes passos são necessários para iniciar o ensaio:

- i. inserir a mistura na ampola com auxílio de uma espátula;
- ii. pesar e anotar a massa da amostra;
- iii. colocar a borracha e a tampa na ampola, selando-a;
- iv. colocar a ampola no calorímetro e iniciar o ensaio.

3.4.9 Reação Álcali-Agregado/Álcali-Sílica (R.A.A.)

A reação álcali agregado, segundo a NBR 15577-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a), é uma reação química entre alguns constituintes presentes em certos tipos de agregados e componentes alcalinos que estão dissolvidos na solução dos poros do concreto. Sua ocorrência está condicionada à presença simultânea de três fatores: agregado potencialmente reativo, umidade e álcalis. Ainda, a mesma norma, cita outro tipo de reação que pode ocorrer na presença de álcalis, a reação álcali sílica. Esta reação é um tipo de reação álcali-agregado em que participam a sílica reativa dos agregados e os álcalis, na presença do hidróxido de cálcio originado pela hidratação do cimento, formando um gel expansivo. A reação álcali sílica é uma das principais reações químicas que causam danos graduais e severos em estruturas

de concreto (ICHIKAWA, 2009), portanto é um assunto de extrema importância para ser tratado.

Devido aos estudos prévios demonstrando a presença de álcalis na cinza da casca de aveia (GEHLEN et al., 2016; GIESE et al., 2017), decidiu-se realizar os ensaios para identificar a reatividade que o material poderia ocasionar. A partir dos resultados de FRX obtidos das cinzas e nos critérios estabelecidos nas medidas de mitigação de riscos da NBR 15577-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a), foram adotados os valores que seriam avaliados como adição.

A NBR 15577-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a) apresenta os critérios relacionados como medidas de mitigação (Tabela 10) geralmente adequadas para o uso de agregados potencialmente reativos em concreto.

Tabela 10 - Medidas de mitigação da R.A.A. segundo NBR 15577-1

Intensidade de ação preventiva	Medidas de Mitigação
Mínima	1) Limitar o teor de álcalis do concreto a valores menores que 3,0 kg/m ³ de Na ₂ O equivalente (a, b) ou 2) Utilizar cimentos CP II-E, ou CP II-Z, conforme ABNT NBR 11578 ou CP III, conforme ABNT NBR 5735, ou CP IV conforme ABNT NBR 5736 (c) 3) Usar uma das medidas mitigatórias previstas na ação preventiva de intensidade moderada
Moderada	1) Limitar o teor de álcalis do concreto a valores menores que 2,4 kg/m ³ de na ₂ O equivalente (a, b) ou 2) Utilizar cimento CP III, com no mínimo 60% de escória conforme ABNT NBR 5735 (c) ou 3) Utilizar cimento CP IV, com no mínimo 30% de pozolana conforme ABNT NBR 5736 (c) ou 4) Usar uma das medidas mitigadoras previstas na ação preventima de intensidade forte
Forte	1) Utilizar materiais inibidores da reação de acordo com a Tabela 3, comprovando a mitigação da reatividade potencial pelo ensaio previsto em 7.2 ou 2) Substituir o agregado em estudo.
a) Aceita-se considerar o aporte de álcalis trazido ao concreto pelo cimento (álcalis totais determinados pelas ABNT NBR NM11-2, ABNT NBR NM 17 OU ABNT NBR 14656) na ausência de ensaios de todos os compnentes do concreto.	
b) Na ₂ O _{eq} = 6,658K ₂ O + Na ₂ O	
c) A norma 15577-1 foi publicada em 2008, porém em 2018 houve uma publicação de uma nova norma para cimentos Portland (ABNT NBR 16697), portanto, deve-se seguir esta normativa.	

fonte: adaptado de ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a

Considerando somente a questão da quantidade de Na₂O equivalente para medidas de mitigação mínima (sem levar em consideração a adição de outras pozolanas ao cimento) e para um consumo de 300 kg de cimento por metro cúbico, aproximadamente o que se pratica em concretos convencionais atualmente, pôde-se chegar às adições máximas de cinzas sem exceder esse limite de 3 kg/m³ de Na₂O equivalente para medidas de mitigação mínimas e 2,4 kg/m³ de Na₂O equivalente para medidas de mitigação moderada apresentadas na Tabela 11

Tabela 11 - Percentuais máximos de adições de acordo com a NBR 15577-1 para as cinzas

Adição máxima ação preventiva mínima		Adição máxima ação preventiva média	
Teor de adição CCA 500 (%)	9,50	Teor de adição CCA 500 (%)	7,60
Teor de adição CCA 650 (%)	9,87	Teor de adição CCA 650 (%)	7,90
Teor de adição CCA 800 (%)	10,71	Teor de adição CCA 800 (%)	8,57
Kg/m ³ de cimento	300	Kg/m ³ de cimento	300

fonte: elaborado pelo autor

Portanto, os percentuais que foram estudados foram de no máximo 10%, que é o máximo de adição recomendado pela norma, também é um valor frequentemente encontrado em pesquisas utilizando materiais cimentícios suplementares.

Entretanto, ao realizar a caracterização do cimento utilizado para o ensaio, no resultado de fluorescência de raio X, foi possível identificar que ele por si só já possuía um valor de álcali demasiadamente alto e impediria a realização das medidas mitigatórias previstas em norma. Utilizando a equação 2, disponível na NBR 15577-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a), é possível identificar que para um consumo de 300kg/m³ deste cimento, haverá 3,315 kg de Na₂O equivalente. Portanto, não será levada em consideração essa medida mitigatória no desenvolvimento da pesquisa devida à alta presença de álcalis no cimento e na adição que está sendo pesquisada.

$$\text{Na eq} = 0,628\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O} \quad (\text{equação 2})$$

Para avaliar a potencial reatividade que esse material cimentício suplementar implica no concreto endurecido, foi realizado, de acordo com a NBR 15577 – 4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b), o ensaio acelerado de reação álcali agregado. Para isso, utilizou-se um agregado que, conhecidamente, por estudos prévios, é reativo e focou-se na incorporação da cinza ao cimento. Devido à pouca disponibilidade de material para trabalho, decidiu-se realizar o estudo somente com o teor de 10% de adição.

Peneirou-se e pesou-se a areia na faixa granulométrica indicada. Fez-se a incorporação das cinzas ao cimento CP V e moldou-se três barras, de acordo com as recomendações da NBR 15577-4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b), de argamassa

para cada cinza que estava sendo testada (Figura 13) e em seguida levados à câmara úmida por 24 horas.

Figura 13 - Barras de argamassa para ensaio de Reação Álcali-Agregado



fonte: foto do autor

No dia seguinte, segundo a NBR 15577-4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b), deve-se efetuar a desmoldagem dos corpos de prova. Ao realizar tal etapa, todas as barras de argamassa moldadas com incorporação das cinzas obtidas através da calcinação a 500°C e 650°C se quebraram, pois a sua cura ainda não estava terminada. As argamassas se encontravam com baixíssima resistência, somente o ato de tentar levantá-las do molde já proporcionava quebra no corpo de prova (Figura 14). Em algumas, nem mesmo obteve-se resistência suficiente para fixar o parafuso que fica na ponta do corpo de prova, sendo este, removido com facilidade e sem resíduo de argamassa (Figura 15).

Figura 14 - Desmolde de corpos de prova com problemas de cura



Figura 15 - Pino do corpo de prova com problemas de ancoragem



fonte: fotos do autor

Entretanto, os corpos de provas moldados com a argamassa de referência, sem adição de cinzas, e as barras de argamassa incorporando a cinza obtida através da calcinação da casca de aveia a 800°C apresentaram resistência adequada em 24 horas e não apresentaram nenhum tipo de fissuração e comprometimento do corpo de prova. Dessa forma, o ensaio prosseguiu somente com os corpos de prova referência e de 800°C.

Identificou-se os corpos de prova e estes, foram colocados em um recipiente com água a 80°C por um dia. No dia seguinte, depois de tomadas a primeira medida de comprimento, as barras de argamassa foram transferidas para um recipiente a 80°C com uma solução de NaOH (Figura 16), onde permaneceram por mais 28 dias, totalizando 30 dias de idade da argamassa.

Figura 16 - Barras de argamassa do ensaio de reatividade álcali-agregado



fonte: foto do autor

Para a tomada das medidas de comprimento das barras, calibrava-se o aparelho com uma barra metálica padrão, deixada no mesmo ambiente de onde eram realizadas as medições e depois partia-se para a leitura das barras. Elas foram posicionadas dentro do banho térmico de modo a sempre estarem com a mesma face virada para cima. Dessa forma, quando eram retiradas do banho e colocadas no aparato para medição, apresentado na Figura 17, assegurava-se que sempre estariam na mesma posição e portanto, as medidas estavam sendo sempre tomadas da mesma forma.

Figura 17 - Aparato de medição dos corpos de prova



fonte: foto do autor

3.4.10 Resistência à compressão axial de pastas de cimento

A resistência à compressão é a principal característica estudada quando trata-se de propriedades mecânicas e comportamento estrutural de concretos. Contudo, devido a quantidade de material disponível, a avaliação da resistência à compressão foi realizada em pastas de cimento.

Para tanto, essa etapa foi desenhada inicialmente, baseada no ensaio proposto por Costa (2013) e Costa (2016), que por sua vez adaptou o ensaio proposto por Metha e Gjrv (1974). Entretanto, os testes prvios utilizando essa metodologia apresentaram valores com grande variabilidade e por consequncia, resultados inconclusivos. Ento, foi proposto um novo molde para os corpos de prova que acarretasse no menor nvel de trabalhos artesanais e menor influncia do operador na execuo dos corpos de prova e preparao para o rompimento. Com isso, utilizou-se potes de acrlico transparentes com dimetro de 20 mm e altura de 30 mm, apresentados na Figura 18.

Figura 18 – Lançamento da pasta de cimento em moldes acrílicos



fonte: foto do autor

A preparação da pasta de cimento foi feita de acordo com o item 3.3.3. A pasta foi colocada no molde acrílico com auxílio de uma espátula até o seu preenchimento por completo. Após o preenchimento, os moldes preenchidos com a pasta foram vibrados com auxílio de uma mesa vibratória até que fosse notado que não havia mais bolhas de ar escapando. Por consequência, o corpo de prova estaria sem vazios, ou com o mínimo possível na sua estrutura. Depois de moldados, os corpos de prova de pastas foram acondicionados em câmara úmida com umidade relativa $\geq 95\%$ a uma temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ até os 28 dias de idade.

Foram avaliados os percentuais de 5% e 10% de adição de cada uma das cinzas (500°C , 650°C e 800°C), além da pasta referência, sem adições. Esses percentuais foram escolhidos tendo em vista os percentuais normalmente empregados em adições ao concreto e os percentuais de álcalis presentes nas cinzas. Foram moldados cinco corpos de prova para cada percentual e cada cinza utilizada e três corpos de prova para o referência.

Para o acabamento superficial superior do corpo de prova, utilizou-se a técnica de capeamento com pasta de cimento. O processo de capeamento consiste nas seguintes etapas:

i. Preparação da pasta

A pasta utilizada para o capeamento dos corpos de prova foi feita duas horas antes da aplicação com a utilização de cimento CPV, relação a/c 0,40 e seguindo o mesmo procedimento do item 3.3.3. Esse tempo é necessário para minimizar problemas com a retração da pasta de cimento após a sua aplicação.

ii. Preparação do corpo de prova

Decorridas 6 horas da moldagem do corpo de prova, passou-se uma escova de aço no topo do corpo de prova para prepará-lo para receber o capeamento (Figura 19).

Figura 19 - Escovação do topo do corpo de prova



fonte: foto do autor

iii. Aplicação da pasta e rasamento

Depois de preparar a superfície do corpo de prova, foi aplicada uma camada de pasta em formato cônico (Figura 20) para evitar que houvessem problemas com falta de pasta no centro do corpo de prova. Com o auxílio de uma placa plana de vidro (com fina camada de óleo) trabalhou-se em movimentos circulares até que a face inferior desta esteja em contato com a borda superior do molde em todos os pontos (Figura 21). Esta placa foi mantida em cima dos corpos de prova até o desmolde dos mesmos.

Figura 20 - Pasta de cimento para o acabamento superficial



Figura 21 - Rasamento do corpo de prova



Dois dias depois da execução do corpo de prova e capeamento foi feita a desmoldagem dos mesmos. Para tanto, utilizou-se um ferro de solda para fazer um corte transversal no pote acrílico que continha o corpo de prova (Figura 22). Após a remoção do acrílico dos corpos de prova, estes foram levados à câmara úmida e mantidos lá até a idade de 28 dias.

Figura 22 - Corte do molde do corpo de prova



fonte: foto do autor

4 RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos dos ensaios estabelecidos no programa experimental do item 3.1.

4.1 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Na Tabela 12 são apresentadas as análises químicas, em forma de óxido, determinadas com o auxílio de fluorescência de raios X de três cinzas obtidas através da calcinação a diferentes temperaturas: 500°C, 650°C e 800°C. Além disso, também é apresentado o percentual de matéria orgânica das cinzas, realizado através do ensaio de perda ao fogo. Os valores apresentados na Tabela 12 estão expressados em percentual.

Tabela 12 – Composição química, na forma de óxidos, das cinzas produzidas a diferentes temperaturas (% em massa)

Elem.	CCA 500	CCA 650	CCA 800
SiO ₂	48,843	49,764	53,607
K ₂ O	16,005	15,392	16,274
P ₂ O ₅	8,829	15,349	14,194
CaO	5,028	4,976	5,576
SO ₃	3,323	2,809	2,097
Cl	1,716	0,184	-
MgO	0,916	1,150	1,121
Al ₂ O ₃	0,541	0,776	0,997
Fe ₂ O ₃	0,346	0,395	0,465
MnO	0,232	0,252	0,280
ZnO	0,062	0,074	0,085
CO ₂	14,160	8,800	5,304

fonte: elaborado pelo autor

Pode-se verificar na Tabela 12 que a predominância é de óxido de silício na amostra, girando em torno de 50%. Apesar de ser o constituinte com maior quantidade, o material não cumpre o critério da NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014), apresentado na Tabela 10 - Medidas de mitigação da R.A.A. segundo NBR 15577-1, que aponta como requisito mínimo para a caracterização do material como pozolana de classes N e C um percentual de 70% de SiO₂+Al₂O₃+Fe₂O₃. Porém, pode-se encaixar na classe E, que pede um

mínimo de 50% destes material. No que diz respeito ao teor de sulfatos, nenhuma das amostras apresentou uma quantidade maior que o máximo previsto pela NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014), que é 4% para pozolanas classe N e 5% para pozolanas classes C e E, apontando que o material, a princípio não provocaria efeitos prejudiciais com relação à expansão por sulfato.

Um ponto a ser ressaltado é a quantidade de álcalis presentes na amostra. Nakata et al. (1989) apontou que a presença de K_2O nas cinzas é originária dos fertilizantes utilizados na adubação do solo. Pode-se notar que a quantidade de óxido de potássio presente é da ordem de 15%. Transformando esse álcali em Na_2O equivalente, álcali utilizado nos requisitos mínimos da NBR 12653 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014), utilizando a equação 2 obtém-se os percentuais de 10,53%, 10,13% e 9,34%. Valores bem acima do máximo recomendado de 1,5%. Portanto, a partir deste ensaio, se viu a necessidade da realização de um ensaio de reação álcali agregado, verificando a viabilidade da utilização deste resíduo como material cimentício suplementar.

A quantidade de fósforo presente no resíduo também deve ser levada em consideração. O fósforo altera as propriedades de hidratação do cimento, retardando a pega e reduzindo propriedades mecânicas no estado endurecido (HOLANDA, 2015). Assim, a análise no calorímetro será conduzida para comparar as adições de cinzas ao cimento com um referência e a produção de corpos de prova de pasta para caracterização mecânica do produto de hidratação.

A presença de óxido de cálcio, mesmo em percentuais baixos (cerca de 5%), é um fator positivo, pois o cálcio contribui para propriedades cimentantes do material. Pode-se notar, dentre outros elementos químicos que aparecem em percentuais mais baixos, a presença de cloretos na cinza calcinada a $500^{\circ}C$, porém este percentual é relativamente baixo e com o aumento da temperatura de calcinação, diminui ou até mesmo desaparece.

O magnésio livre pode ocasionar expansões no concreto, o que ocorre somente quando o percentual de MgO é superior que 1,5% ou 2% da massa de clínquer, sendo que valores menores que estes, são absorvidos pelos silicatos cálcicos hidratados. Portanto, a quantidade de MgO presente nas cinzas estudadas não apresenta problemas. Óxido de ferro e alumina não aparecem em grandes quantidades, não contribuindo significativamente para melhorar as características pozolânicas deste material.

Em relação à quantidade de matéria orgânica ainda presente nas cinzas, pode-se ver que é coerente a diminuição da quantidade de CO₂ restante na amostra, com temperaturas maiores de calcinação. Esta perda ao fogo pode estar relacionada com o processo de calcinação, não sendo totalmente eficaz em remover a matéria orgânica devido ao tipo de forno ou tempo de queima, mas também, pode estar relacionada com a volatilização de outros compostos a temperaturas mais elevadas. A análise termogravimétrica apresentará dados melhores para esta análise.

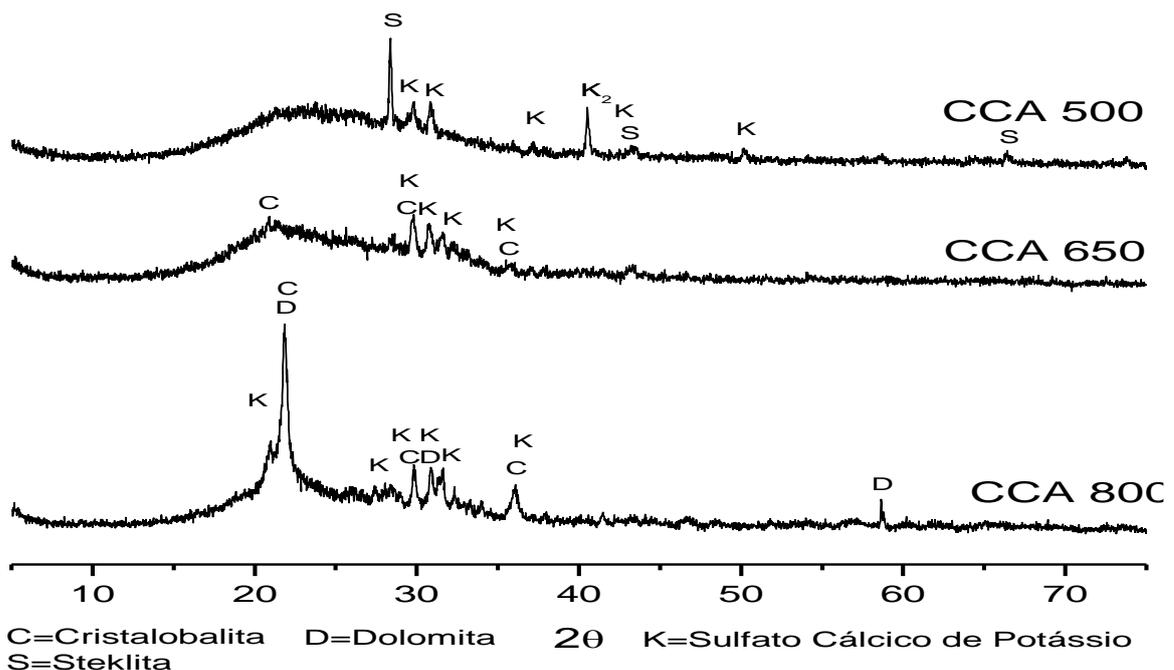
4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Nos itens a seguir serão discutidos os difratogramas obtidos através dos ensaios nas cascas de aveia calcinadas e nas pastas de cimento e de hidróxido de cálcio.

4.2.1 Difratogramas das cinzas

Os difratogramas das cinzas calcinadas e moídas apresentaram os perfis difratométricos demonstrados na Figura 23.

Figura 23- Difratogramas das cinzas de casca de aveia calcinadas a diferentes temperaturas



fonte: elaborado pelo autor

Na Figura 23 é possível verificar como a temperatura de calcinação influencia na amorficidade da amostra. A linha correspondendo a amostra calcinada a uma temperatura de 800°C, apresenta uma estrutura mais cristalina, pois apresenta mais picos e um halo amorfo menos pronunciado do que nas outras duas amostras. Pode-se, a partir deste ensaio, presumir que as cinzas calcinadas na temperatura de 800°C possuirão menor reatividade em relação as demais devido ao seu menor grau de amorficidade. No ângulo $2\theta=21.8^\circ$ tem-se, na maior temperatura, uma cristalização elevada da sílica presente na amostra na forma de cristlobalita (PDF 00-039-1425), o mesmo encontrado por Giese et al. (2017). Entretanto, Bie et al. (2015) em seu estudo de cinza de casca de arroz, aponta para esse pico principal a sílica cristalina em forma de Tridimita. Contudo, Nakata et al. (1989) apontou em seus estudos que a cristalização da sílica se dá em maior parte como cristlobalita e a tridimita é encontrada em pequenas quantidades. Nesta temperatura também há a formação de novas estruturas cristalinas como é o caso da dolomita (PDF 01-075-1759).

A amostra de 650 graus foi a que apresentou na análise, uma menor quantidade de fases cristalinas, apesar de apresentar um halo amorfo, ainda é possível identificar o pico correspondente a sílica cristalina na forma de cristlobalita. Também é possível encontrar o sulfato cálcico de potássio (PDF 00-020-0867).

A amostra calcinada a 500°C apresentou um pico bem pronunciado a $2\theta=28^\circ$, diferente das outras amostras. Este pico, corresponde a Steklita (Acharya et al., 2014; PDF 01-074-0082), porém, não apresentou pico cristalino correspondente à cristlobalita, pode-se concluir que a sílica presente está em forma amorfa.

Portanto, é possível concluir que a calcinação da casca de aveia à temperatura de 500°C provoca uma amorfização da sílica presente na amostra. Como a sílica amorfa é mais reativa que a sílica cristalina, pode-se concluir que o material calcinado a 500°C é mais reativo que a amostra calcinada a 650°C, e esta, mais reativa que a amostra calcinada a 800°C.

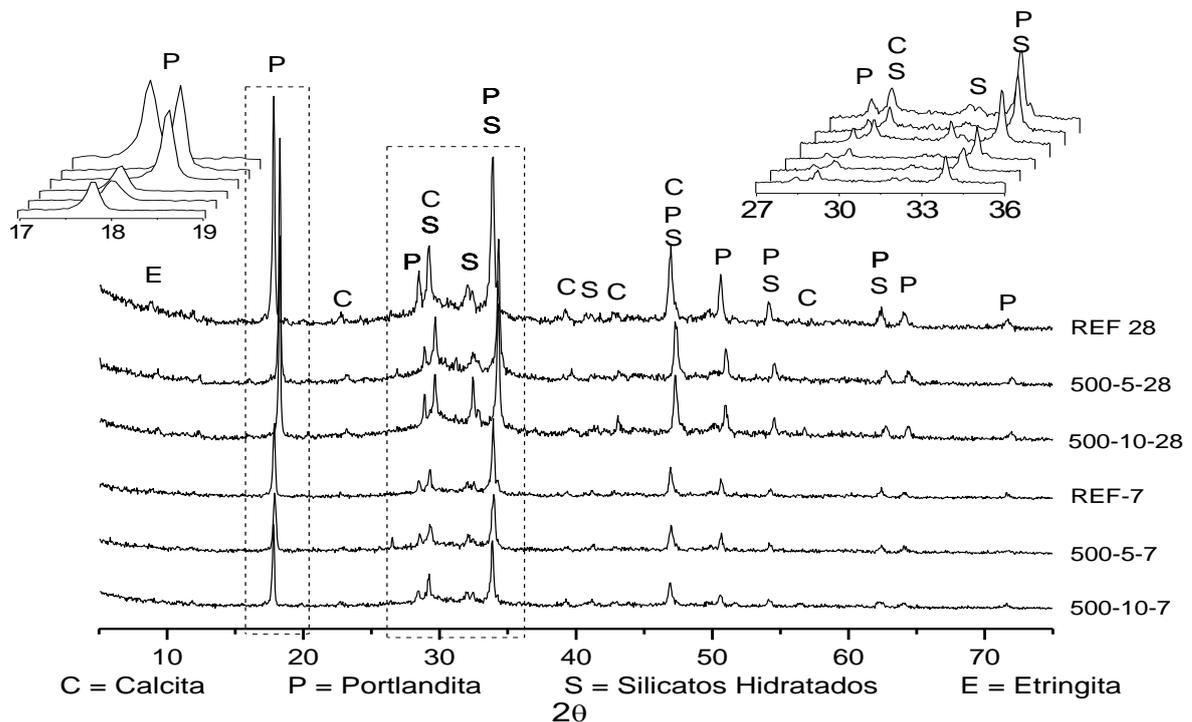
4.2.2 Difractograma das pastas de cimento

Nas Figura 24 a Figura 26 são apresentados os padrões difratométricos das pastas de cimento analisadas nas idades de 7 e 28 dias com adições de 5% e 10% das cinzas de casca de aveia nas três temperaturas testadas. Cabe salientar que o programa experimental continha, além dessas duas idades, uma análise de pastas em 56 dias. Contudo, devido à um problema no equipamento

no dia das análises, os resultados dessa idade foram comprometidos. Dessa forma, todos os difratogramas da idade de 56 dias foram suprimidos da análise.

As Figura 24 a Figura 26 apresentam a comparação, uma a uma, das pastas com adições de cinzas com a pasta referência.

Figura 24 - Difratograma das pastas de cimento referência e pastas contendo CCA 500 nas idades de 7 e 28 dias



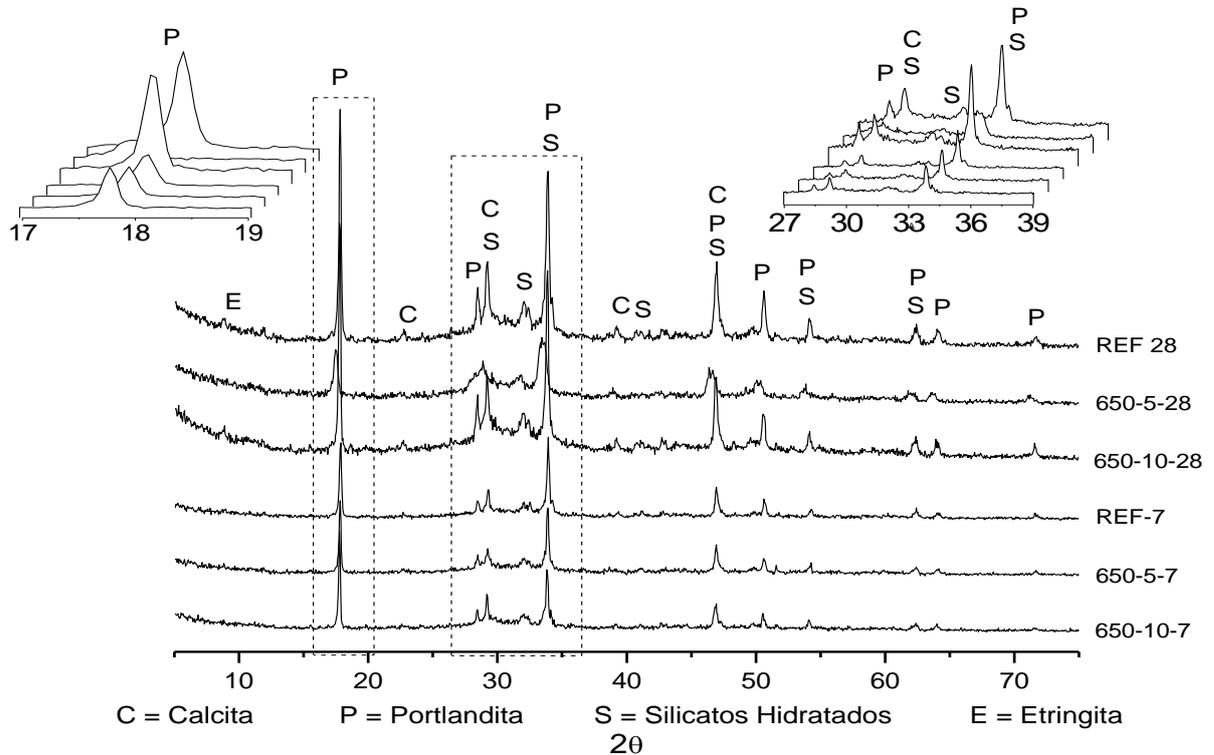
fonte: elaborado pelo autor

Analisando o difratograma apresentado na Figura 24, é possível identificar picos referentes à Portlandita (P - PDF 00-044-1481), crescentes com o avanço da idade, ou seja, o consumo de Portlandita foi menor que a geração dela no período dos 7 aos 28 dias, em todas amostras, para o referência é o esperado, contudo para as pastas contendo as cinzas, pode-se ver que as reações pozolânicas não consumiram todo esse material, apontando que as reações ainda não foram totalmente finalizados. Visto que as reações pozolânicas são, de fato, mais lentas, esse dado é coerente. Ainda, é possível verificar que os picos relativos à Portlandita nas pastas com adição de 10% são ligeiramente menores que os picos da pasta de 5%, conforme esperado. Analisando o pico principal da Portlandita a aproximadamente 18°, nota-se uma leve diferença entre a pasta com 5% e 10% de CCA 500, sendo a que tem maior quantidade da cinza, possuindo um menor pico de Portlandita, como esperado.

É possível verificar picos de Calcita (C - PDF 00-024-0027), apontando um contato indesejado da amostra com a atmosfera, levando à carbonatação do hidróxido de cálcio, transformando-o em carbonato de cálcio. Apesar das amostras terem sido guardadas em potes selados e dentro de um dessecador, durante a moagem do material, não foi possível obter um local com atmosfera inerte para realização desse processo de preparo. Dessa forma, durante essa etapa, onde aumenta-se enormemente a superfície específica do material, ele foi exposto à atmosfera gerando esse composto na pasta. Contudo houve uma diferença significativa entre os picos de 7 e 28 dias, porém, como há uma maior disponibilidade de hidróxido de cálcio para ser carbonatado, durante o processo de moagem, houve uma maior carbonatação da amostra. Outro ponto que pode explicar essa maior carbonatação da amostra é que a amostra de 28 possui já uma resistência maior que a amostra de 7 dias, portanto, é mais difícil a sua moagem até chegar na granulometria correta para o ensaio, tendo assim, maior tempo de exposição às condições contaminantes.

Nas idades superiores, ainda é possível identificar o pico principal da Etringita (E - PDF 01-072-0646), porém esse pico aparece em tamanho reduzido. Snellings (2016) aponta que a parada de hidratação com solventes acarreta em uma redução de 50% no pico de Etringita, enquanto a Portlandita é mais resistente a esse método de parada de hidratação. Com relação aos Silicatos Cálcicos (S - PDF 00-024-0027), todas as amostras na mesma idade apresentam similaridade nos resultados, não podendo diferenciar o referencial das duas outras amostras. O mesmo pode ser dito para o halo amorfo presente nas amostras de 28 dias. Essa amorficidade presente na amostra corresponde ao C-S-H formado na hidratação do cimento. Em todas elas existe esse halo, porém, com dimensões semelhantes. Em suma, a incorporação das cinzas em 5% e 10% de casca de aveia calcinada a 500°C não alterou o padrão difratométrico das pastas, tendo sua estrutura consideravelmente semelhante.

Figura 25 - Difratoograma das pastas de cimento referência e pastas contendo CCA 650 nas idades de 7 e 28 dias

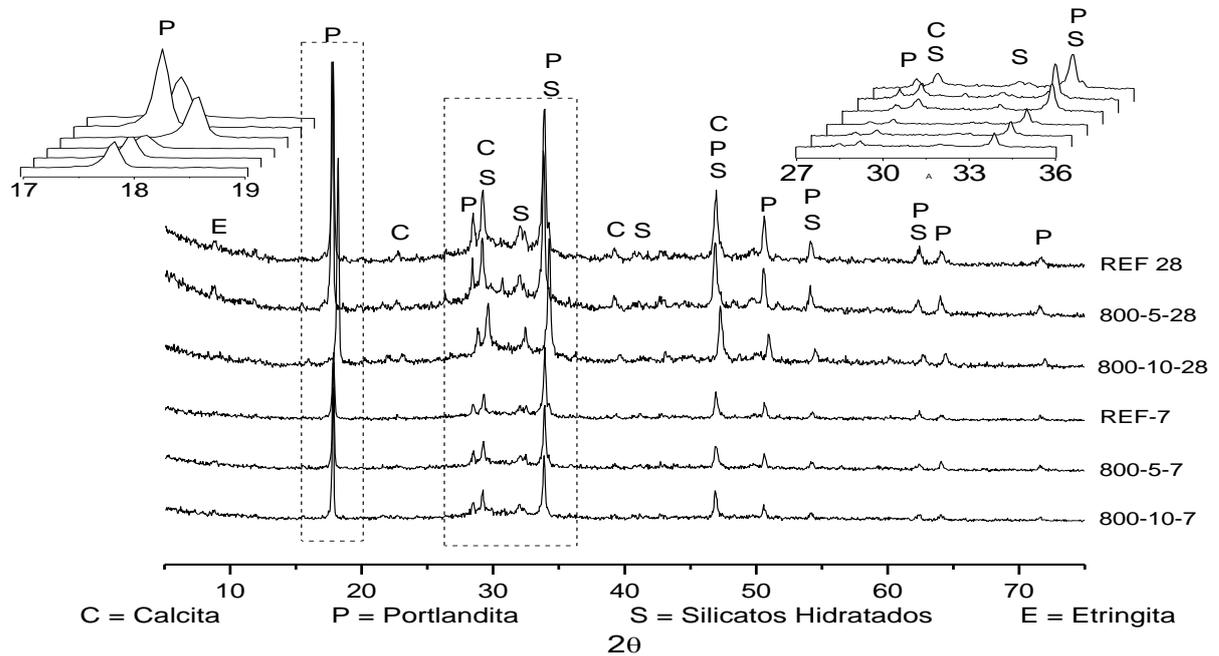


fonte: elaborado pelo autor

Nessa comparação da Figura 25, a primeira informação que chama atenção é o difratograma 650-5-28, pois os seus picos estão consideravelmente inferiores às demais. Comparando-o com o referência e o 650-10-28 da mesma idade, não há um comportamento lógico observado na questão de tamanho de picos observados, o que leva à um problema com os dados obtidos no ensaio. Contudo, ele está sendo mostrado para fins de comparação qualitativa de compostos presentes.

Comparando os difratogramas, é possível verificar que o comportamento observado na Figura 24, das pastas incorporando a CCA500 se repete para as pastas incorporando a CCA650. No que diz respeito aos picos de Portlandita, Calcita, Etringita e Silicatos Cálcitos, os padrões difratométricos entre pastas de mesma idade (excluindo a amostra com problema de dados) possuem elevada semelhança, nos levando a afirmar que a incorporação dessas cinzas não alterou significativamente o padrão difratométrico da amostra.

Figura 26 - Difratoograma das pastas de cimento referência e pastas contendo CCA 800 nas idades de 7 e 28 dias



fonte: elaborado pelo autor

Por fim, analisando a Figura 26, pode-se identificar os mesmos picos observados nas outras amostras. Contudo, a pasta contendo 5% de CCA800 apresentou o pico principal de Portlandita acima do pico da pasta referência. Como a adição de cinza não induz mais produção de Portlandita, pelo contrário, deveria consumir esse composto, podemos concluir que esse ensaio apresentou problemas na intensidade dos picos. Contudo, foi apresentado para fins qualitativos.

No que tange os picos do difratograma, não é possível identificar, assim como nas pastas com a CCA650, uma diferença significativa nos picos (excluindo a amostra com problemas de dados de intensidade do pico principal de Portlandita). Todos os demais picos, quando comparamos pastas de mesma idade, possuem grande semelhança, inclusive no halo amorfo presente na faixa do C-S-H.

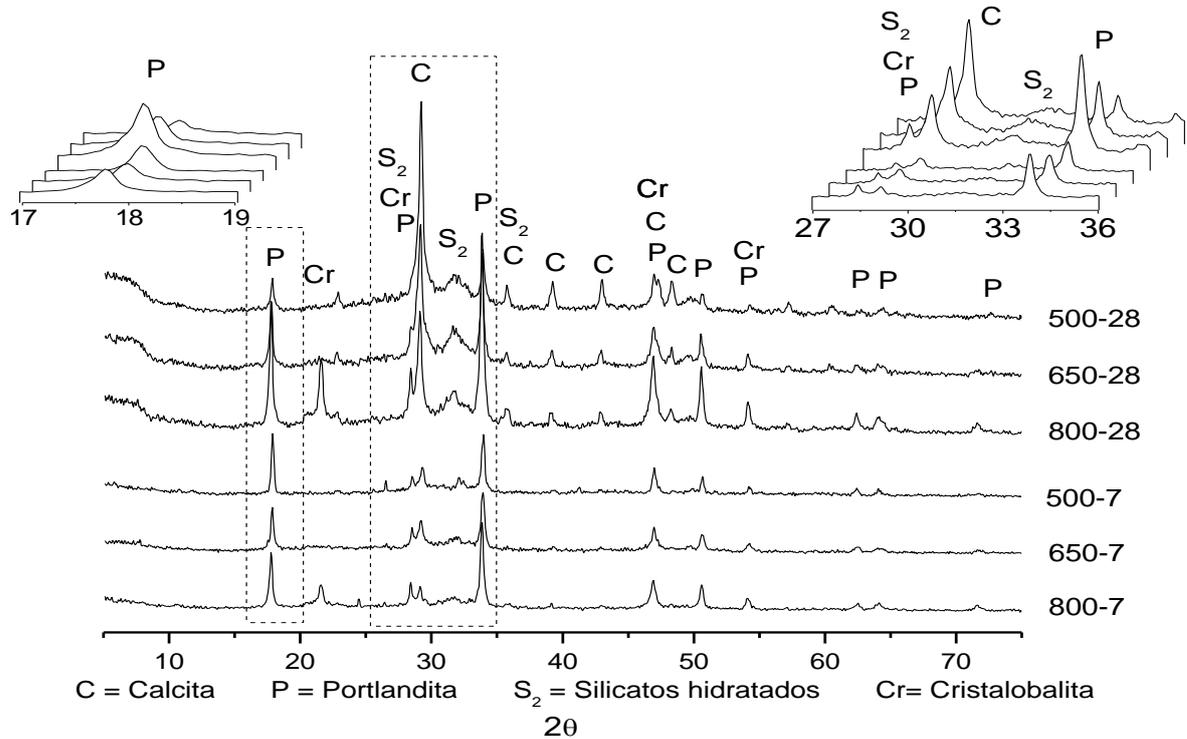
Por fim, comparando todas as cinzas, a partir do padrão difratométrico, é possível afirmar que a incorporação de até 10% de cinza de casca de aveia calcinada nas temperaturas estudadas não altera os produtos de hidratação formados.

4.2.3 Difratoograma das pastas de hidróxido de cálcio

Com o intuito de entender melhor a interação das cinzas com o hidróxido de cálcio, sem a interferência dos demais produtos de hidratação, foi realizada a análise da pasta de hidróxido

de cálcio com as cinzas, numa relação C/S =1.7. A Figura 27 apresenta a comparação do difratograma das pastas analisadas.

Figura 27 - Difratograma das pastas de hidróxido de cálcio contendo as três cinzas analisadas nas idades de 7 e 28 dias



fonte: elaborado pelo autor

Analisando os resultados, é possível verificar a presença de Calcita, indicando uma carbonatação do hidróxido de cálcio presente, transformando a Portlandita em Calcita. Com isso em mente, é possível verificar, nas idades de 28 dias, que a pasta contendo a CCA500 possui o menor pico de Portlandita e o maior pico de Calcita. A CCA650 é a que possui valores intermediários para os dois picos e a CCA800 possui maior pico de Portlandita e menor Pico de Calcita. É possível verificar uma maior carbonatação das amostras de 28 dias do que as amostras de 7 dias, apesar de terem sido mantidas em dessecador durante todo o período de hidratação. Contudo, a moagem desse material não se deu em atmosfera inerte e portanto, houve a contaminação dessas amostras nesse momento. Além disso, como foi o caso das pastas de cimento, as amostras de 28 dias apresentaram maior resistência ao amassamento, demorando mais tempo para seu processamento e exposição de elevada superfície específica à atmosfera, dessa forma, tendo maior quantidade de carbonatos presentes.

A maior diferença encontrada entre os difratogramas estão nas pastas contendo a CCA800. Nelas é possível identificar um pico diferente das demais pastas. Este pico está presente em aproximadamente $2\theta = 21.8^\circ$, correspondendo à Cristalobalita (Cr - PDF 00-039-1425), presente nas CCA800. Como esta cinza possuía diferentes características das demais cinzas, com picos bem mais definidos dos compostos, por causa da cristalização dos compostos que acontece por causa da elevada temperatura de calcinação, este pico ainda aparece no difratograma de 28 dias desta pasta. Dessa forma, verificando que há a presença de hidróxido de cálcio (Portlandita) e sílica na forma de Cristalobalita presentes na amostra ainda, pode-se concluir que as reações pozolânicas não cessaram ainda. Nas outras duas cinzas, não é possível identificar um pico de sílica presente, pois nas cinzas, este material encontrava-se na forma amorfa.

De outra forma, conforme já foi salientado anteriormente, os picos de Portlandita, tanto da CCA 500, quanto da CCA650, são menores que o da CCA800. Portanto, pode ter havido um consumo maior da Portlandita pelas duas outras cinzas do que a CCA800, o que também explicaria a diferença entre os picos. Confrontando esses resultados com os resultados apresentados no item 4.4, do método de Chapelle Modificado, podemos ver um maior consumo de Hidróxido de Cálcio das duas primeiras cinzas frente à terceira. Portanto, essa variação entre os picos também tem participação desse fator.

Na faixa dos 27° aos 36° é possível verificar um pequeno halo, correspondente à formação de produtos hidratados do cimento, como o C-S-H. Portanto, pôde-se verificar que houve, de fato, algumas reações pozolânicas acontecendo e estas são mais pronunciadas nas idades de 28 dias, como era de se esperar. Os Silicatos Hidratados encontrados nas pastas de hidróxido de cálcio (S_2 - Ca_2SiO_4 ; PDF 00-029-0369) diferem dos silicatos hidratados encontrados nas pastas de cimento (S - Ca_3SiO_5 ; PDF 00-042-0551), principalmente pois os silicatos formados na pasta de cimento provêm da hidratação do cimento e os da pasta de hidróxido de cálcio, são oriundos das reações pozolânicas.

Por fim, o ensaio apresentou uma diferença entre as CCA500 e CCA650 frente à CCA800. A última, apresentou um pico pronunciado de Cristalobalita e maiores picos de Portlandita indicando uma reação não tão desenvolvida quanto as demais, apesar da aparente igualdade nos tamanhos dos halos amorfos dos produtos de hidratação.

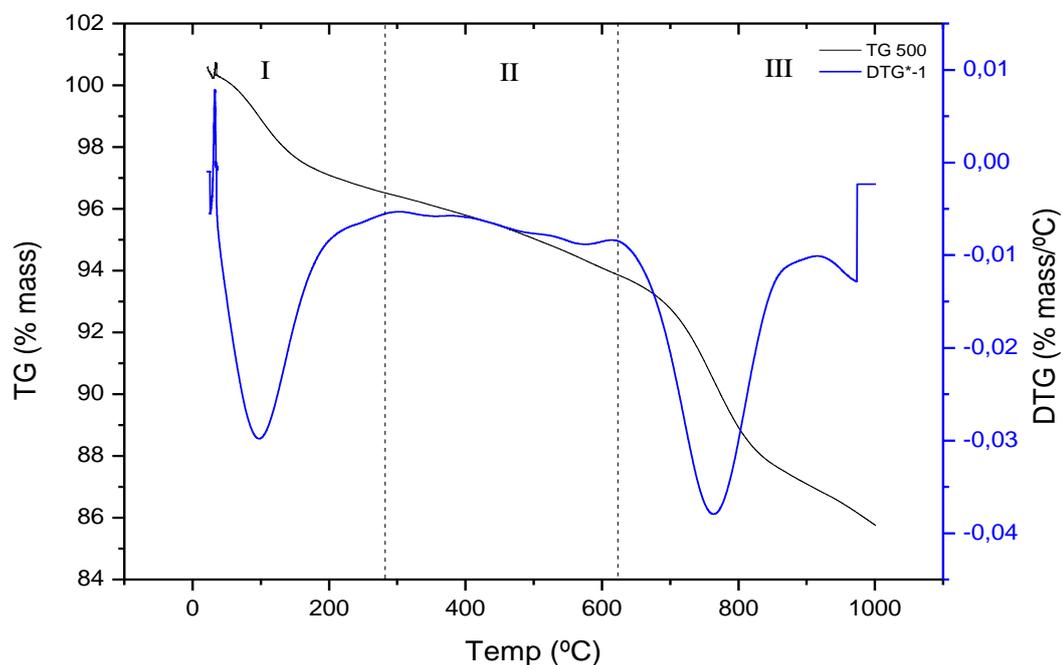
4.3 TERMOGRAVIMETRIA

Foram realizadas as análises térmicas das cinzas e das pastas de cimento e hidróxido de cálcio e serão expostas a seguir.

4.3.1 Termogravimetria das cinzas de casca de aveia

As TG e DTG das cinzas estão apresentadas nas Figura 28 a Figura 30 na sequência.

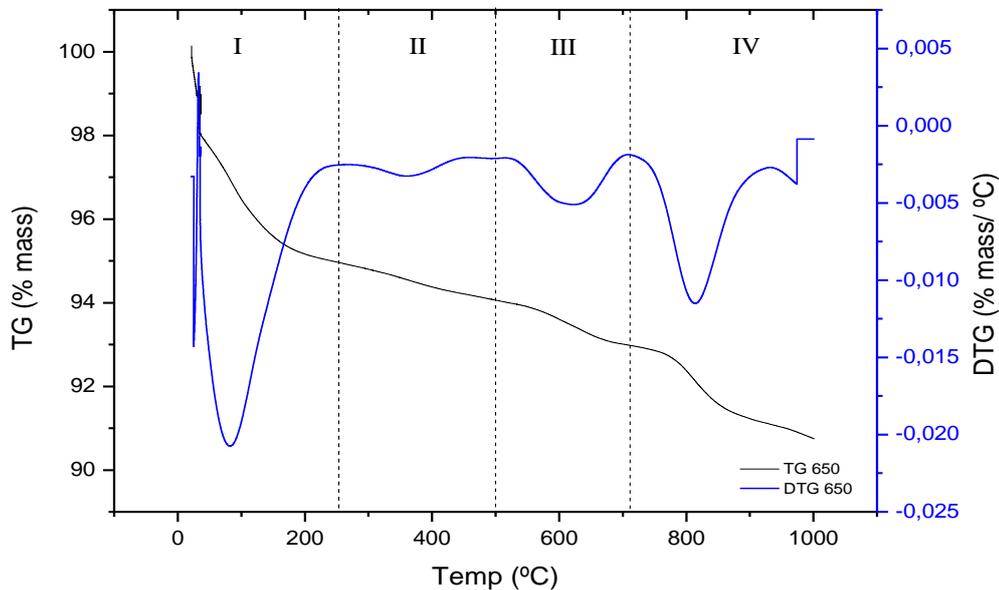
Figura 28 - Termogravimetria da cinza de casca de aveia calcinada à 500°C



fonte: elaborado pelo autor

Pode-se ver três etapas distintas na Figura 28 que é a TG realizada na cinza calcinada a 500°C. A primeira, até aproximadamente 280°C, apresentou uma perda de aproximadamente 3% em massa, demonstrando que o processo de calcinação que não foi totalmente eficaz. Depois uma etapa que compreende as temperaturas 280-610°C onde a DTG apresenta que não há uma grande variação de massa. Por último, a partir dos 610°C, uma queda de 8% do total da massa da amostra. Porém a amostra ainda não havia sido submetida a essas temperaturas, o que se mostra coerente. Comparando os resultados da TG com a perda ao fogo apresentada com o FRX, pode-se ver que a termogravimetria apresentou uma perda de massa de aproximadamente 14.3% enquanto o ensaio de perda ao fogo da cinza apresentou um percentual de CO₂ de 14.16%, demonstrando uma coerência entre os resultados obtidos.

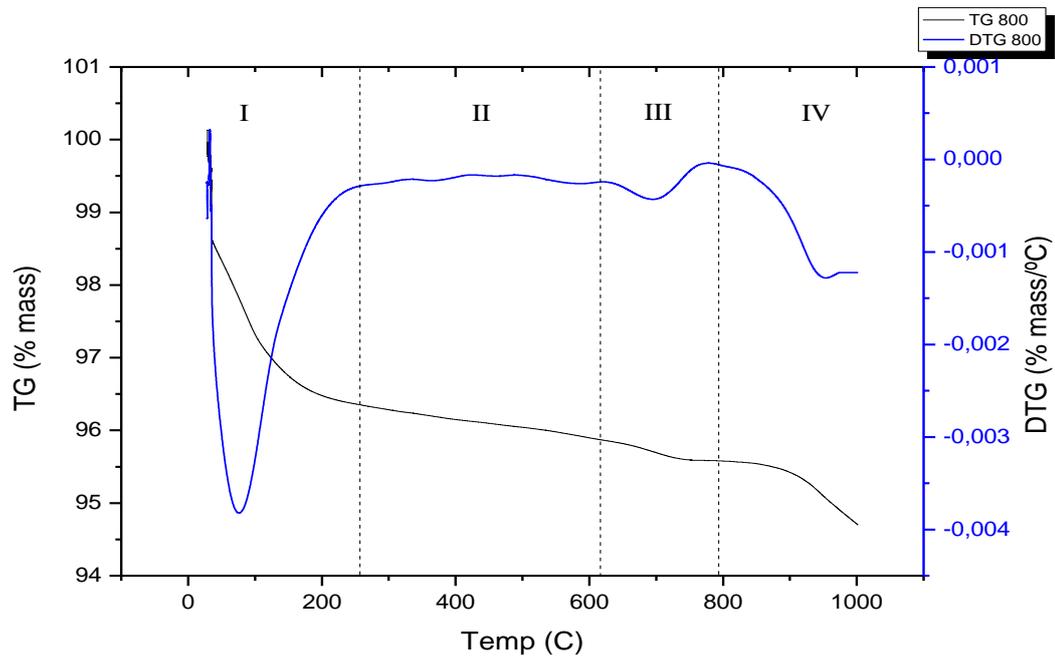
Figura 29 - Termogravimetria da cinza de casca de aveia calcinada à 650°C



fonte: elaborado pelo autor

Nesta análise termográfica, apresentada na Figura 29, obteve-se um padrão diferente do anterior, pois é possível identificar quatro etapas definidas. A primeira, semelhante à primeira etapa da cinza calcinada à 500°C, com uma perda de aproximadamente 5% de massa até aproximadamente 220°C. Posteriormente, no intervalo II, há uma pequena perda de massa na faixa dos 370°C, sugerindo falha de calcinação da cinza, com uma perda de massa de aproximadamente 1%. Já na etapa III, é chegada na temperatura de calcinação do material, contudo, ainda é possível identificar uma perda de massa de mais 1% nesse intervalo. Para temperaturas além dos 700°C há novamente uma perda de massa, porém, mais suave do que a perda do material calcinado à 500°C, correspondendo a aproximadamente 2% em massa do total. Colocando em perspectiva o ensaio de perda ao fogo, a quantidade de material carbonoso presente, apresentado na Tabela 12, correspondente a 8,8%, tem resultado semelhante ao obtido na TG, que é aproximadamente 9,1%.

Figura 30 - Termogravimetria da cinza de casca de aveia calcinada à 800°C



fonte: elaborado pelo autor

Por fim, a Figura 30, termogravimetria realizada na cinza de casca de aveia calcinada a 800°C apresentou o mesmo padrão de perda de massa até aproximadamente 220°C, confirmando que o processo de calcinação das cinzas poderia sofrer ajustes para melhorar a sua eficiência. Após, apresentou, na etapa II, um período sem grande variação de massa. Já na etapa III, uma pequena perda de massa, novamente associado ao processo de queima do material e a partir de 800°C, etapa IV, apresentou uma perda de aproximadamente 2% em massa. Comparando a quantidade de matéria orgânica apresentada na Tabela 12, correspondendo a 5,3%, e o ensaio de TG apresentado na Figura 30, com uma perda de aproximadamente 5,5%, pode-se verificar a coerência entre os resultados dos experimentos realizados.

4.3.2 Termogravimetria das pastas de cimento

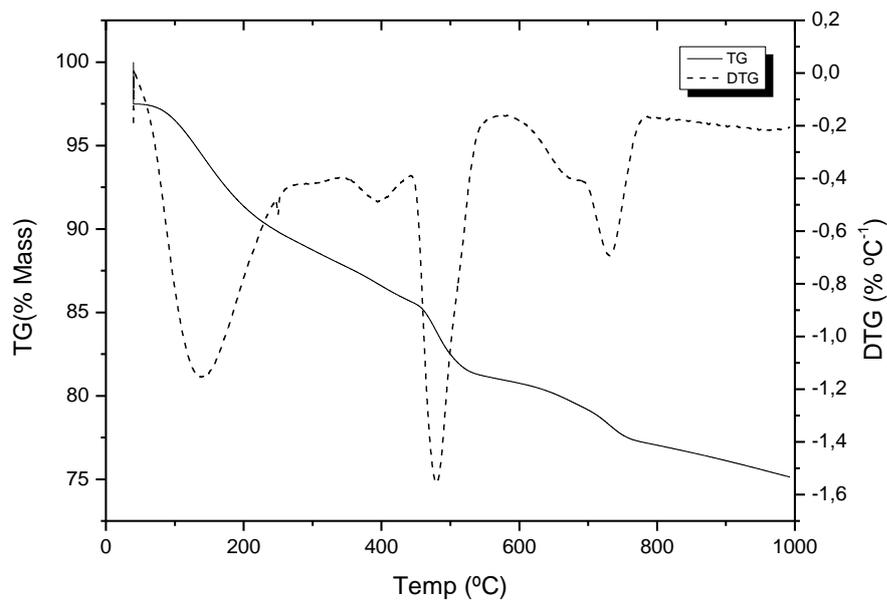
Devido aos resultados obtidos na difração de Raio X, apresentando uma pequena diferença nas pastas nas diferentes idades e na falta de disponibilidade de recursos para realizar a termogravimetria em todas as idades propostas, foi realizado o ensaio nas pastas com maior idade. Desta forma, como está se avaliando a utilização desse material como um material cimentício suplementar, estamos interessados em como as reações pozolânicas vão se desenvolver, e estas, são reações de mais longo prazo. Portanto os resultados apresentados neste item são referentes às pastas de 56 dias de idade. As Figura 31 a Figura 37 apresentam os

gráficos de termogravimetria de todas as pastas de cimento analisadas. Todos os ensaios tiveram os seguintes parâmetros:

- i. Taxa de aquecimento = 20°C/min;
- ii. Atmosfera de nitrogênio com fluxo de 50 ml/min;
- iii. Massa da amostra aproximadamente 10 mg;
- iv. Isotherma de 1 hora à 40°C antes do início do ensaio.

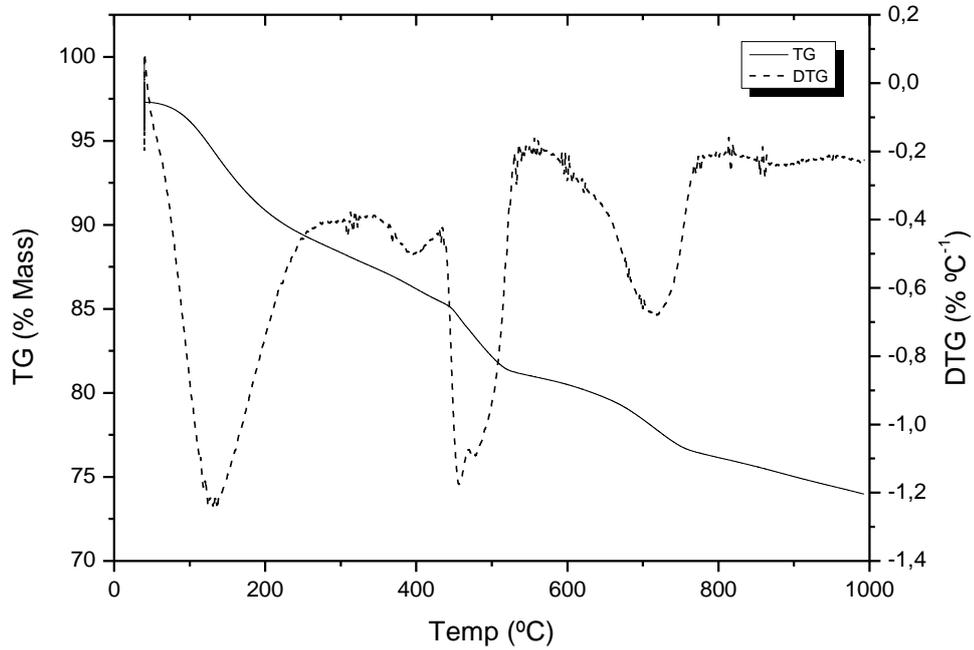
Além dos gráficos das termogravimetrias, a Figura 38 apresenta a comparação das DTGs obtidas em todos os ensaios para melhor compreender as diferenças entre as pastas.

Figura 31 - TG da pasta de cimento com adição de 5% de cinza de casca de aveia calcinada a 500°C.



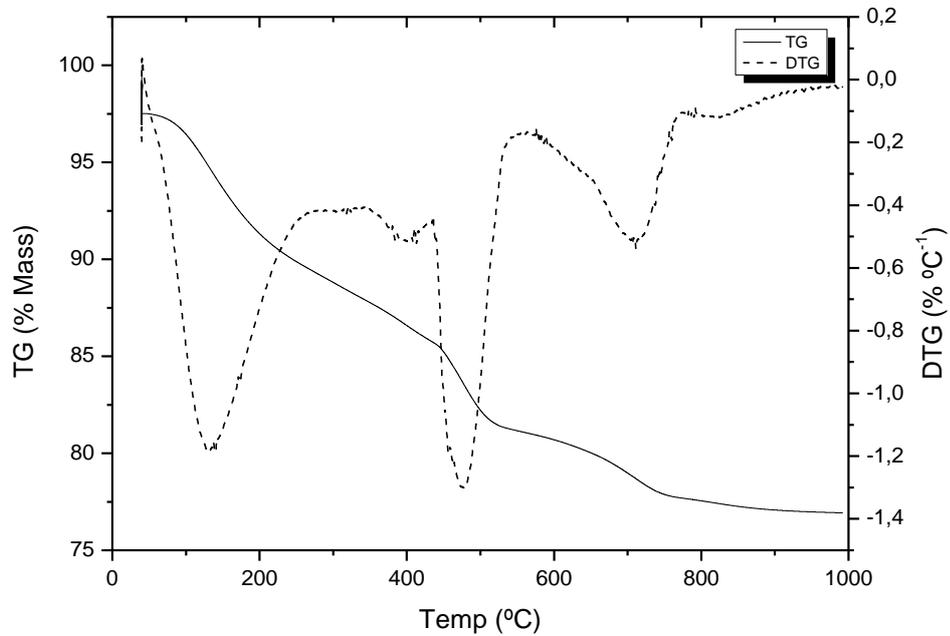
fonte: elaborado pelo autor

Figura 32 - TG da pasta de cimento com adição de 10% de cinza de casca de aveia calcinada a 500°C



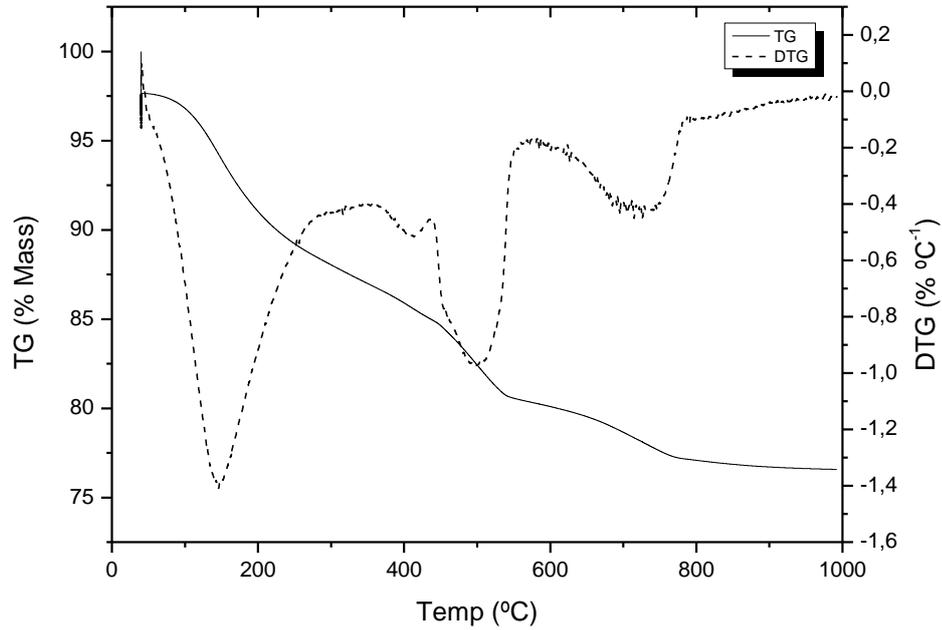
fonte: elaborado pelo autor

Figura 33 - TG da pasta de cimento com adição de 5% de cinza de casca de aveia calcinada a 650°C



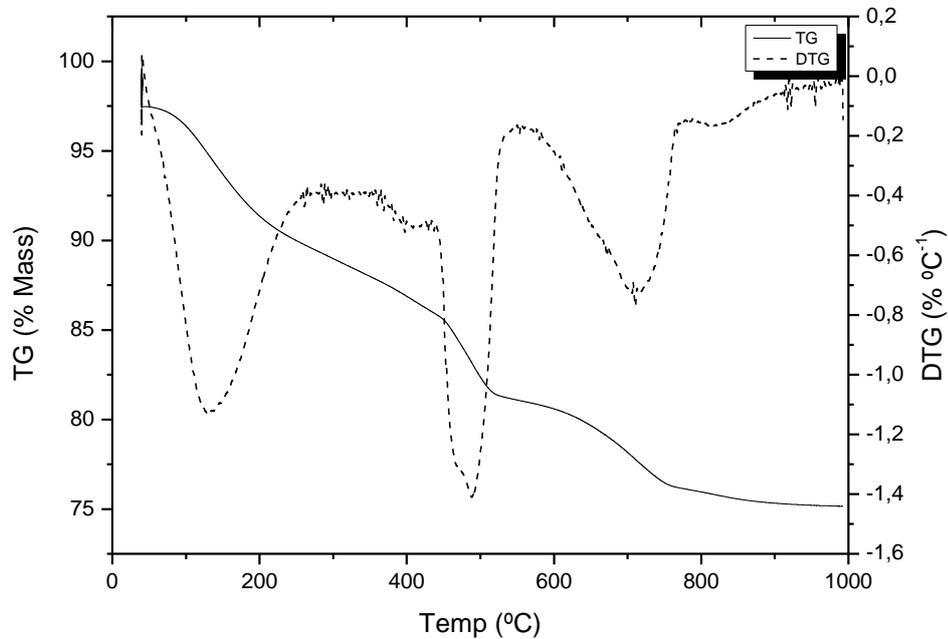
fonte: elaborado pelo autor

Figura 34 - TG da pasta de cimento com adição de 10% de cinza de casca de aveia calcinada a 650°C



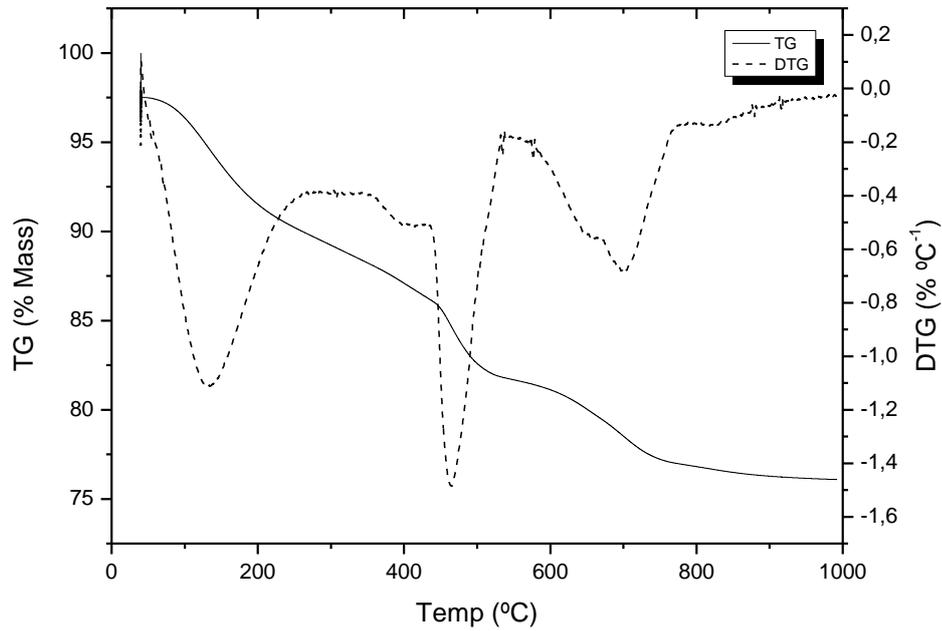
fonte: elaborado pelo autor

Figura 35 - TG da pasta de cimento com adição de 5% de cinza de casca de aveia calcinada a 800°C



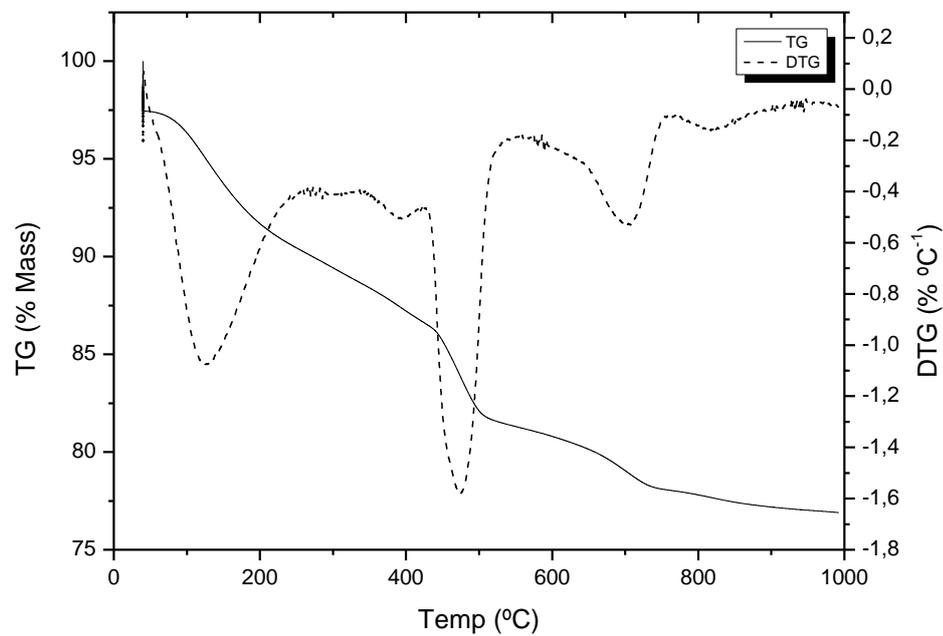
fonte: elaborado pelo autor

Figura 36 - TG da pasta de cimento com adição de 10% de cinza de casca de aveia calcinada a 800°C



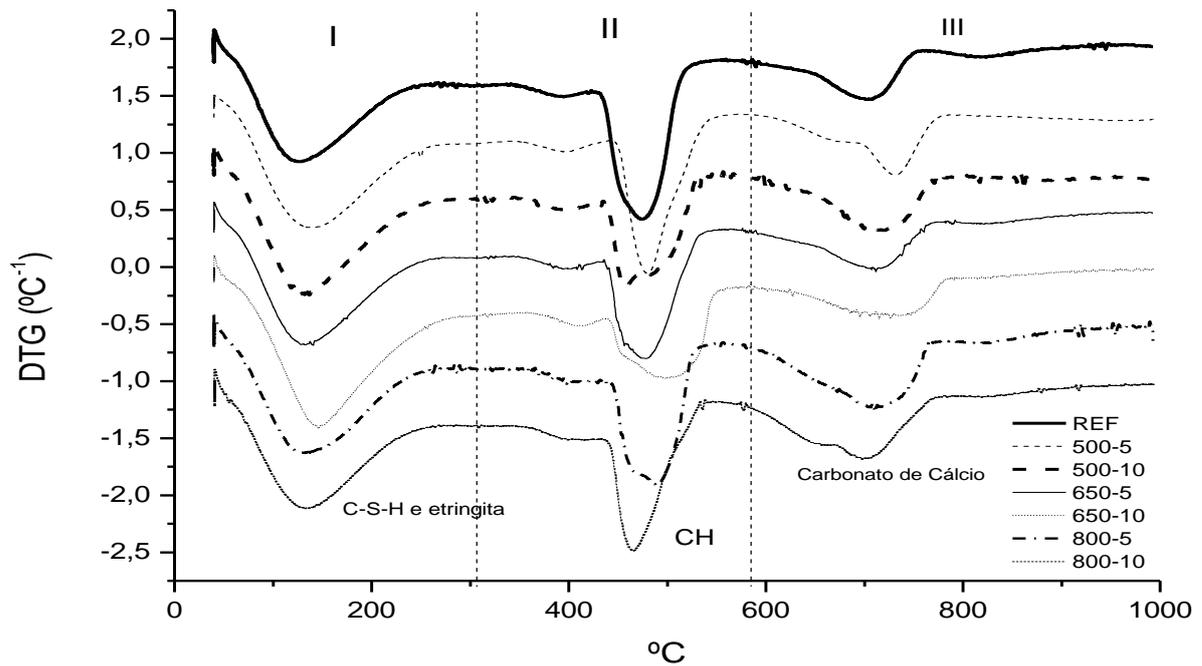
fonte: elaborado pelo autor

Figura 37 - TG da pasta de cimento referência



fonte: elaborado pelo autor

Figura 38 - DTG das pastas de cimento com adição de cinza de casca de aveia.



fonte: elaborado pelo autor

Para compreender melhor as Figuras 31 a 38, deve-se identificar e quantificar as parcelas de água combinada no sistema e conteúdo de Portlandita a fim de avaliar em qual cenário obteve-se maior formação de hidratos cálcicos hidratados.

Em sistemas cimentícios a perda de massa aproximadamente até 600°C é relacionada à perda de água e acima de 600°C majoritariamente devido à liberação de CO₂, relacionado aos carbonatos que não reagiram (ANTONI et al., 2012; LOTHEMBACH, DURDZINSKI, DE WEERDT, 2016)

Para identificar a quantidade de água combinada nos hidratos, deve-se, segundo Lothembach, Durdzinski e De Weerd (2016) pegar a massa da amostra após a troca de solvente e a massa após secagem à 500°C ou 550°C. Scholer et al. (2015) apresentam em seu trabalho a equação para identificar esse percentual de água combinada na amostra que está apresentada na equação 3 a seguir.

$$BW = \frac{m_{total} - m_{materiais\ secos}}{m_{materiais\ secos}} \times 100 \quad (\text{equação 3})$$

Os autores ainda apontam que a massa de materiais secos é a massa obtida após secagem à 500°C. Portanto, para fins de cálculo foi utilizada essa temperatura para identificar a água combinada.

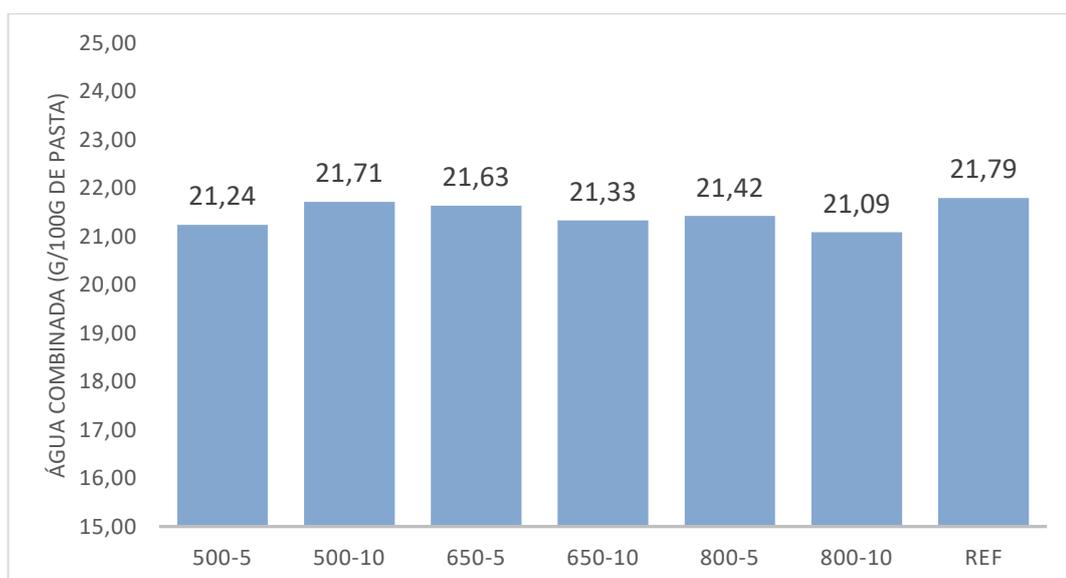
A Portlandita se decompõe geralmente entre 400°C e 500°C para CO₂ e H₂O. Essa perda de massa devida à evaporação de água pode ser usada para calcular a quantidade de portlandita na amostra, usando a massa molecular da portlandita e da água segundo a equação 4 (LOTHEMBACH, DURDZINSKI, DE WEERDT, 2016)

$$Ca(OH)_2 = (m_{500} - m_{400}) \times \frac{m_{Ca(OH)_2}}{m_{H_2O}} \quad (\text{equação 4})$$

Onde $m_{Ca(OH)_2} = 74 \text{ g/mol}$ e $m_{H_2O} = 18 \text{ g/mol}$

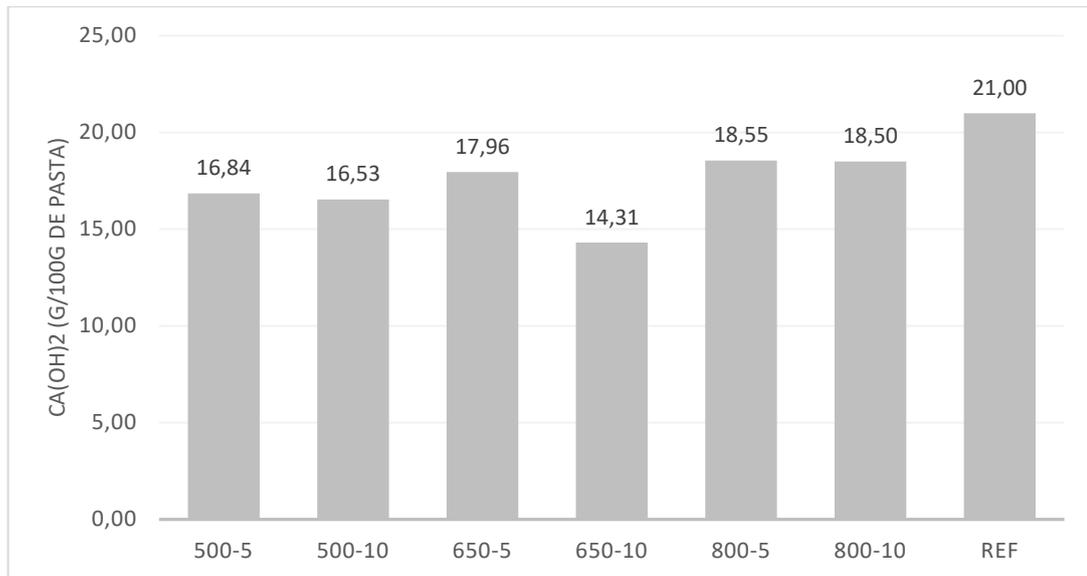
Para efeito de comparação das pastas avaliadas, foram utilizadas as equações 3 e 4 para obter parâmetros e identificar qual das cinzas e em qual percentual obteve maior reatividade na mistura cimentícia. A Figura 39 apresenta a água combinada em gramas por 100 gramas de pasta e a Figura 40 traz os resultados referentes à quantidade de Portlandita presente na amostra.

Figura 39 - Água combinada determinada a partir da perda de massa das pastas de cimento no intervalo 40°C a 500°C (% em massa)



fonte: elaborado pelo autor

Figura 40 - Conteúdo de portlandita (CH) determinada a partir da perda de massa das pastas de cimento no intervalo de 400°C a 500°C (% em massa).



fonte: elaborado pelo autor

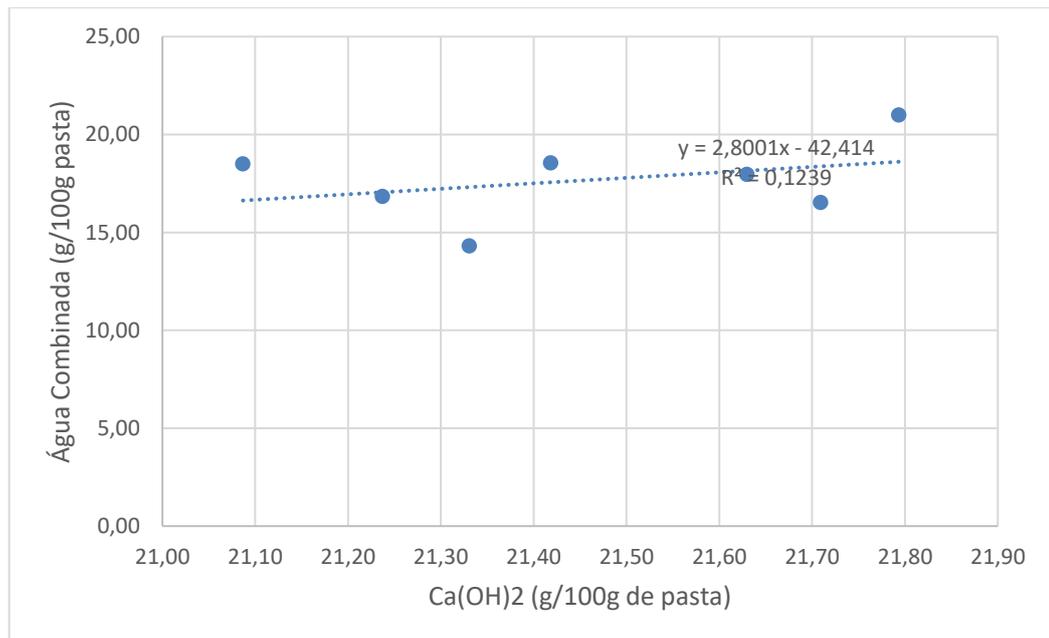
Analisando os resultados apresentados na Figura 39 é possível identificar que a pasta referência possui a maior quantidade de água combinada de todas as amostras estudadas. Sabendo que quanto mais água combinada se tem, mais produtos de hidratação foram formados, é possível afirmar, que de todas as pastas, esta foi a que teve mais produtos de hidratação na sua composição. Contudo, as outras pastas não obtiveram resultados expressivamente inferiores à pasta referência. O percentual de água combinada das outras pastas com relação à pasta referência variou de 96,78% (para pasta de 800°C com 10% de adição) à 99,63% (para pasta de 500°C com adição de 10%). Ou seja, não há uma diferença significativamente grande que indique que uma pasta formou mais compostos hidratados que a outra.

Com relação à quantidade de Portlandita (CH) nas pastas, ao contrário da quantidade de água combinada, houve uma expressiva variação entre as pastas estudadas. A pasta que conteve a maior quantidade de Portlandita foi a pasta referência, como era de se esperar, pois o cimento utilizado era um cimento CPV, que em sua composição não leva, em teoria, nenhum material que seja capaz de realizar reações pozolânicas. A pasta em questão apresentou 21 gramas de hidróxido de cálcio para cada 100 gramas de pasta. Comparando as demais pastas com a referência, o percentual de Portlandita das demais pastas com a referência variou de 68,14% a 88,33%. Portanto, pode-se ver que a inclusão dessas cinzas na pasta ocasionou, de fato, consumo do hidróxido de cálcio proveniente das reações de hidratação do cimento.

Ainda analisando a Figura 40 é possível identificar que todas as pastas que tiveram maior quantidade de adição de cinzas, possuem menor quantidade de Portlandita na sua composição. Este resultado também era esperado, pois, as cinzas reagiriam com a Portlandita para formar os compostos hidratados. Porém comparando uma a uma, nota-se que o maior consumo de Portlandita se deu para a cinza de temperatura de calcinação de 650°C com uma adição de 10%, contando com somente 14,31 gramas de hidróxido de cálcio a cada 100 gramas de pasta presente na amostra. Portanto, pode-se dizer que ela foi a que mais reagiu de todas as cinzas testadas. Contudo, as cinzas calcinadas a 500°C, tanto com 5% quanto com 10% (16,84 e 16,53 g/100 g de pasta respectivamente), apresentaram um resultado superior à cinza calcinada a 650°C com 5% de adição (17,96 g/100g de pasta). Por fim, pode-se concluir que a cinza calcinada a 800°C apresentou menor reatividade, em ambos percentuais de adição estudados, de todas as cinzas testadas.

A partir dos dados obtidos dos ensaios de termogravimetria, tentou-se obter uma relação entre a quantidade de água combinada na amostra e a quantidade de Portlandita presente. Contudo, a partir dos dados levantados não foi possível obter uma equação que tivesse um R^2 satisfatório e que pudesse representar essa relação entre os dois parâmetros. Contudo, é apresentado na Figura 41 a equação que melhor se ajustou aos pontos obtidos, com um R^2 de somente 0,1239.

Figura 41 - Relação entre água combinada e Portlandita presente nas pastas de cimento

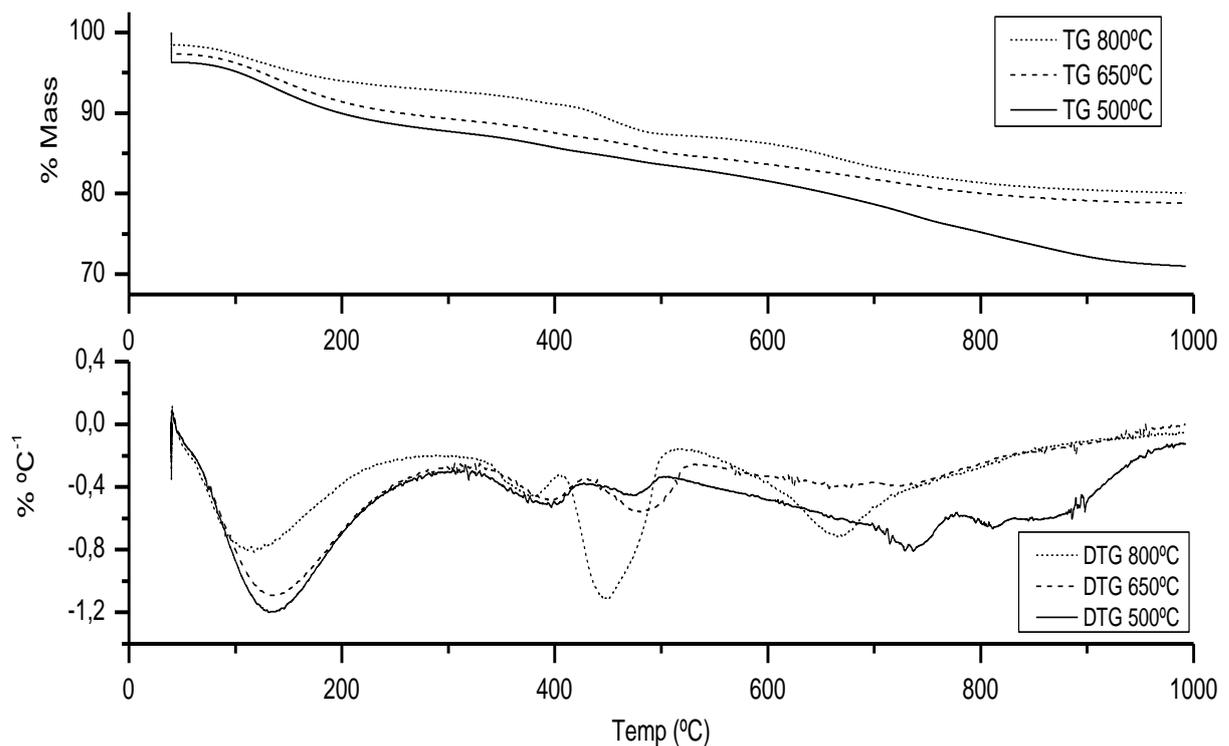


fonte: elaborado pelo autor

4.3.3 Termogravimetria das pastas de hidróxido de cálcio

Com o intuito de diminuir as interferências que outros compostos poderiam causar na análise das reações pozolânicas, foi realizado o estudo com as pastas de hidróxido de cálcio e CCA. Dessa forma, os resultados são mais puros no que diz respeito à reação da CCA com o hidróxido de cálcio. Isso foi desenvolvido com o objetivo de correlacionar essa reação com as possíveis reações pozolânicas estudadas nas pastas de cimento Portland com a CCA demonstradas nas análises térmicas apresentadas nas Figura 31 a Figura 38 (página 70 a 74). As condições de ensaio foram as mesmas que as realizadas com as pastas de cimento. A Figura 42 apresenta as TGs e DTGs das pastas analisadas.

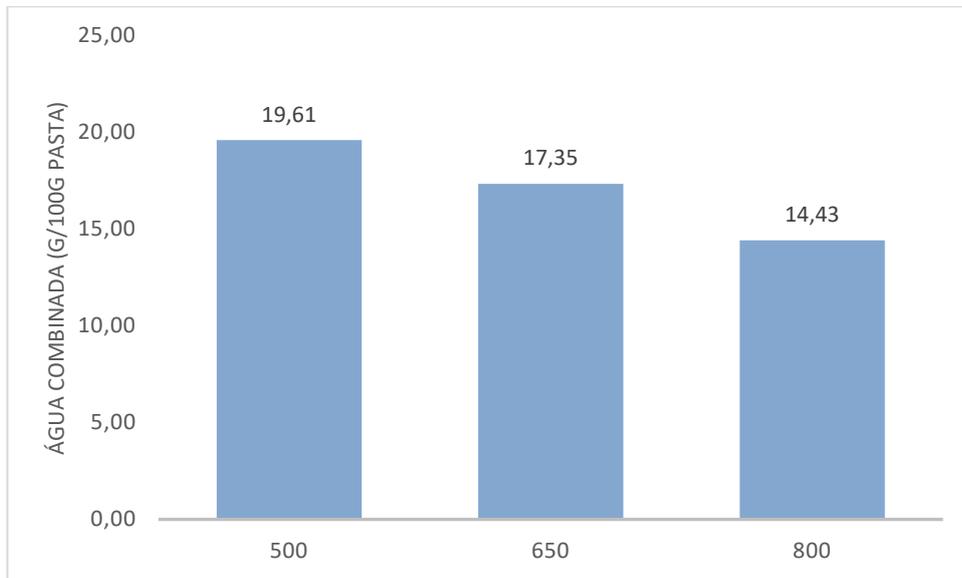
Figura 42 – Análise Termogravimétrica das pastas de hidróxido de cálcio a 56 dias de idade



fonte: elaborado pelo autor

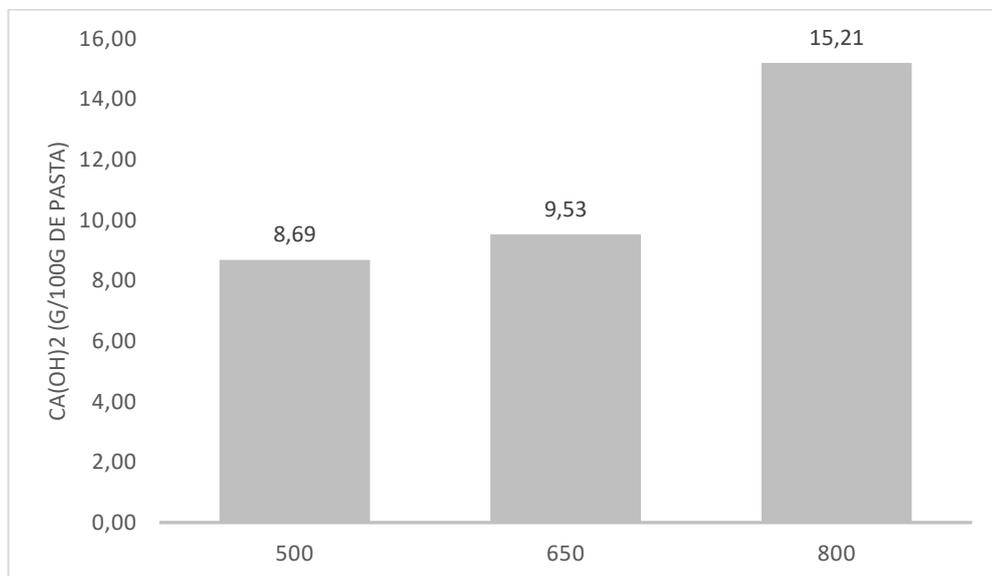
Analogamente às análises realizadas nas pastas de cimento, utilizou-se as equações 3 e 4 para quantificar parâmetros das reações entre a cinza e o hidróxido de cálcio.

Figura 43 - Água combinada determinada a partir da perda de massa das pastas de hidróxido de cálcio e cinza no intervalo 40°C a 500°C



fonte: elaborado pelo autor

Figura 44 - Conteúdo de portlandita (CH) determinada a partir da perda de massa das pastas de cimento no intervalo de 400°C a 500°C.



fonte: elaborado pelo autor

Analisando a Figura 43 é possível verificar que houve uma perda maior de massa nas temperaturas até 500°C, com uma quantidade de 19,61 g/100g de pasta de água combinada na amostra. Isso quer dizer que houve uma maior geração de compostos hidratados, que nessa faixa corresponde ao C-S-H. Comparando a pasta contendo a cinza calcinada a 500°C com as

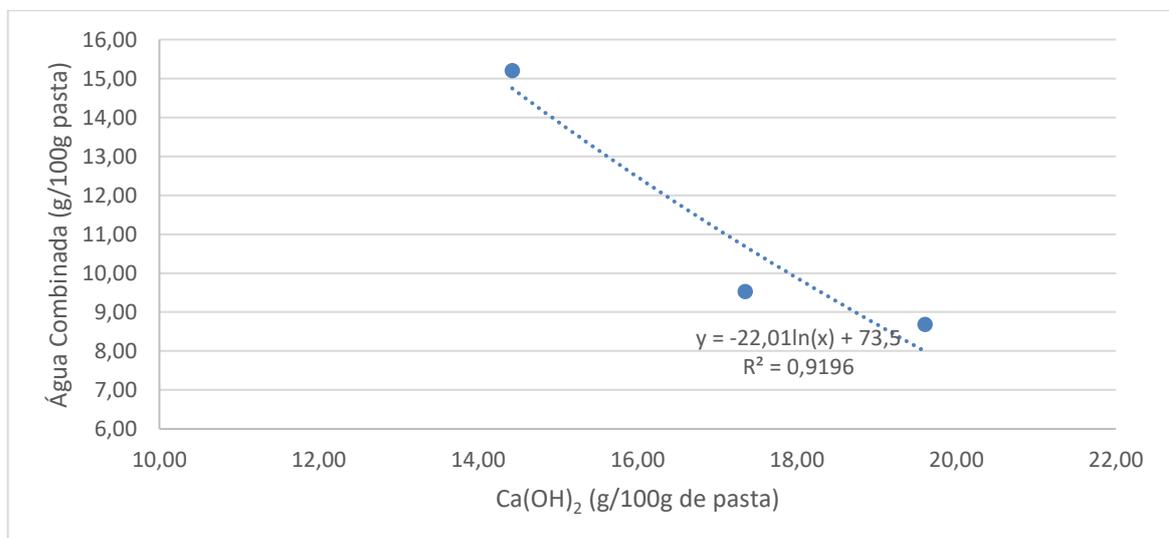
outras duas, a pasta contendo a cinza de 650°C obteve 88,48% da água combinada da primeira e a pasta contendo a cinza de 800°C, somente 73,58% da água combinada.

Ao examinar-se a Figura 44, o mesmo padrão é encontrado, onde a pasta com menor quantidade de CH disponível é a pasta contendo a cinza de 500°C, na sequência a cinza de 650°C e por último, a cinza de 800°C. Verificando percentualmente, considerando 100% o valor obtido na pasta de maior quantidade de Portlandita, a pasta com a cinza de 650°C tem em sua composição 62,66% da Portlandita disponível na pasta da cinza de 800°C. Já a pasta contendo a cinza de 500°C, esse valor é somente 57,13% da pasta de 800°C. Portanto, pode-se admitir que a ordem de mais reativa, para a menos reativa, segundo o ensaio com as pastas de hidróxido de cálcio é a cinza de 500°C, 650°C e por fim, a de 800°C.

Se compararmos os resultados obtidos nas termogravimetrias das pastas de cimento e de pastas de hidróxido de cálcio, os resultados apresentam pontos em comum. O primeiro deles é a menor reatividade da CCA800. Em ambos ensaios, ela obteve a menor água combinada (com exceção da pasta de cimento com CCA500 em 5% comparado com a pasta CCA800 em 5%, porém a diferença foi de apenas 0,15g/100g de pasta) e a maior quantidade de CH disponível na pasta.

Diferentemente do que foi encontrado nas pastas de cimento, na Figura 45 é apresentada uma relação entre a água combinada e a quantidade de Portlandita presente na amostra com uma correlação satisfatória. A melhor regressão encontrada foi uma logarítmica com $R^2 = 0,9196$.

Figura 45 – Relação entre água combinada e Portlandita presente nas pastas de hidróxido de cálcio



fonte: elaborado pelo autor

Comparando as outras duas cinzas, no ensaio com a pasta de cimento, o resultado aparece que com maior teor de adição, a pasta com a CCA650 teve maior consumo de CH. Já quando a adição foi no menor nível, a pasta com a CCA500 apareceu com maior consumo de CH. Contudo, a quantidade de água combinada não teve uma diferença grande que pudesse sustentar esse ponto. Já nas pastas de hidróxido de cálcio, houve uma clara definição de qual cinza apresenta melhores resultados. A CCA500 teve tanto uma quantidade de água combinada maior quanto uma quantidade de Portlandita menor, portanto, pode-se dizer que é mais reativa.

4.4 CONSUMO DE Ca(OH)_2 - MÉTODO CHAPELLE MODIFICADO

No ensaio de Chappelle Modificado obtém-se o consumo do hidróxido de cálcio por uma substância potencialmente pozolânica. Essa análise atribui ao material em estudo sua possível reatividade com o Ca(OH)_2 oriundo da hidratação do cimento, quando empregado em matrizes cimentícias. Dessa forma, a Tabela 13 apresenta o índice Chappelle Modificado (consumo de Ca(OH)_2):

Tabela 13 - Consumo de Ca(OH)_2 das temperaturas em estudo

Consumo/ Temperatura	500°C	650°C	800°C
Consumo de Ca(OH)_2 em mg/g	792,92	1086,62	691,15

fonte: elaborado pelo autor.

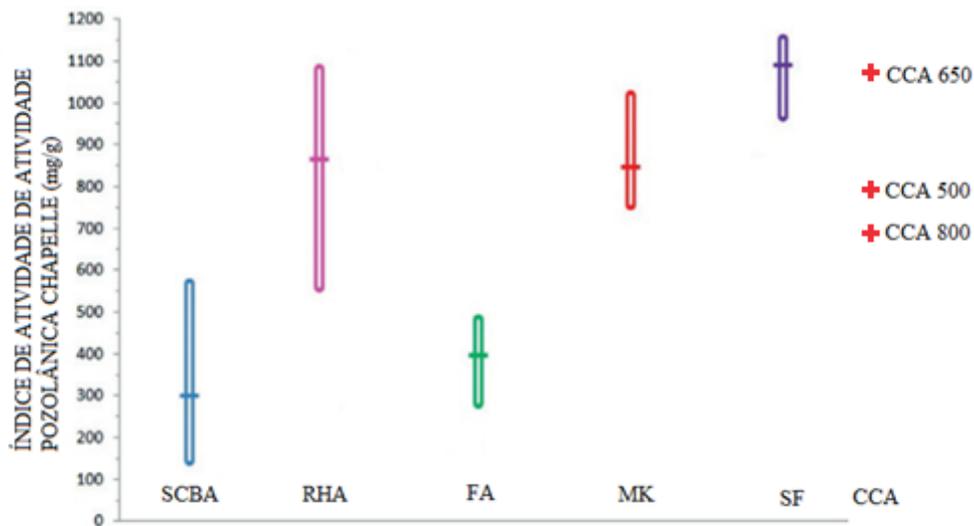
Conforme a Tabela 13 - Consumo de Ca(OH)_2 das temperaturas em estudo pode ser constatado que a amostra com melhor desempenho referente ao consumo do Ca(OH)_2 é a amostra calcinada a 650°C, seguido pela cinza de 500°C e por fim, a cinza de 800°C, pois quanto maior o consumo de hidróxido de cálcio, significa que ele tem capacidade de reagir mais com o Ca(OH)_2 e consequentemente ter mais reações com esse óxido.

Esse resultado de menor consumo de hidróxido de cálcio é encontrado na difração de raio x, no item 4.2.3, das pastas de hidróxido de cálcio e cinzas, onde o maior pico de Portlandita encontrado foi o da cinza calcinada à maior temperatura. Outro ponto importante é o diâmetro médio do grão, que influencia na cinética de reação pozolânicas. Como podemos visualizar na Tabela 9, a CCA650 apresenta menores diâmetros médios, portanto, melhores condições para tal comportamento, apesar de não apresentar menor superfície específica (como será

apresentado no item 4.5). A CCA800 apresenta os menores índices de reatividade, comparando-a com os resultados da Tabela 9 e Tabela 16 podemos ver que ela possui menor área específica e maior diâmetro médio de grão dentre as três cinzas

Para um material ser considerado pozolânico através deste método acelerado de ensaio, deve consumir um valor elevado de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Dessa forma, Quarcioni et al. (2015) analisaram o índice de atividade pozolânica, por métodos diretos e indiretos, entre eles Chapelle Modificado, dos materiais apresentados na Figura 46.

Figura 46 - Consumo do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ para diferentes materiais



SCBA= cinza do bagaço de cana de açúcar; RHA= cinza de casca de arroz; FA= cinza volante; MK= metacaulim; SF= sílica ativa; CCA= cinza de casca de aveia

fonte: Adaptado de Quarcioni et. al (2015)

Na Figura 46, o eixo das ordenadas refere-se ao consumo do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ para os seguintes materiais: cinza do bagaço da cana de açúcar (SCBA), cinza da casca de arroz (RHA), cinza volante (FA), metacaulim (MK) e sílica ativa (SF). Fazendo uma comparação entre os resultados obtidos do programa experimental das cinzas de casca de aveia e os resultados obtidos por Quarcioni et al. (2015), pode-se ver que a cinza da casca de aveia, dependendo da temperatura de calcinação, possui um comportamento próximo ao metacaulim, a cinza de casca de arroz e a sílica ativa no que diz respeito ao consumo de hidróxido de cálcio.

4.5 B.E.T.

Com a realização dos ensaios foram obtidos os resultados expostos nas Tabela 14 a Tabela 16. Através desses resultados é possível observar uma diminuição da área específica com o aumento da temperatura de calcinação da amostra. O mesmo comportamento de diminuição de superfície específica com o aumento de temperatura foi observado por Bie et al. (2015) e Fernandes et al. (2017).

Tabela 14 - Área superficial, volume e tamanho de poros da CCA500

500		
Área superficial		
Single point surface area at P/Po= 0,250617231	15,9116	m ² /g
BET surface Area	15,8134	m ² /g
Langmuir Surface Area	22,5358	m ² /g
Volume de poros		
Single point adsorption total pore volume of pore less than 89,4526 nm diameter at P/Po= 0,978048588	0,024221	cm ³ /g
Tamanho de poros		
Adsorption average pore width (4V/A by BET)	6,12673	nm

fonte: elaborado pelo autor.

Tabela 15 - Área superficial, volume e tamanho de poros da CCA650

650		
Área superficial		
Single point surface area at P/Po= 0,250569988	10,8784	m ² /g
BET surface Area	10,9167	m ² /g
Langmuir Surface Area	15,6347	m ² /g
Volume de poros		
Single point adsorption total pore volume of pore less than 125,0789 nm diameter at P/Po= 0,984419425	0,023856	cm ³ /g
Tamanho de poros		
Adsorption average pore width (4V/A by BET)	8,74124	nm

fonte: elaborado pelo autor.

Tabela 16 - Área superficial, volume e tamanho de poros da CCA800

800		
Área superficial		
Single point surface area at P/Po= 0,250418252	4,0337	m ² /g
BET surface Area	4,1042	m ² /g
Langmuir Surface Area	5,9932	m ² /g
Volume de poros		
Single point adsorption total pore volume of pore less than 96,0035 nm diameter at P/Po= 0,979582344	0,008719	cm ³ /g
Tamanho de poros		
Adsorption average pore width (4V/A by BET)	8,49746	nm

fonte: elaborado pelo autor.

Ao comparar a superfície específica obtida através do ensaio BET com os valores de diâmetro médio apresentados na granulometria das cinzas pode-se ver, numa primeira análise uma certa contradição entre os valores obtidos dos dois ensaios. Na granulometria, o diâmetro médio das cinzas, em ordem crescente de temperatura (500°C, 650°C e 800°C) é: 13,55 µm, 10,00 µm e 16,36µm. Assim, esperava-se que a maior área superficial fosse da cinza calcinada a 650°C. Contudo, como foi evidenciado no item 4.7.1 apresentado a seguir, com o aumento da temperatura de calcinação, começa a ocorrer a fusão da estrutura da amostra, isso faz com que a porosidade da amostra como um todo diminua, reduzindo a superfície específica desse material.

4.6 PICNOMETRIA DE HÉLIO

As densidades das cinzas foram avaliadas através da picnometria de hélio e os resultados estão apresentados na Tabela 17.

Tabela 17 - Densidade das cinzas através do método de picnometria de hélio

Amostra	densidade (g/cm³)	
CCA 500	2,2074	± 0,0030
CCA 650	2,3764	± 0,0038
CCA 800	2,3892	± 0,0025

fonte: elaborado pelo autor.

A partir dos resultados obtidos é possível diferenciar a amostra calcinada a 500°C das outras duas amostras como sendo a de menor densidade. As cinzas calcinadas a maiores temperaturas possuem uma densidade muito parecida entre si, com a amostra calcinada a 800°C obtendo um valor levemente superior dentre as duas. Ao comparar a CCA 650 com a CCA 800, a diferença, contando o erro da máquina é de somente 0,0065 g/cm³, o que nos leva a crer que são praticamente idênticas no que diz respeito à densidade do material.

Ainda pode-se relacionar a temperatura de calcinação com esses dois parâmetros: a cinza que possui maior área específica é a mesma que possui menor densidade (CCA 500). Enquanto a cinza que tem menor área específica é a que possui maior densidade (CCA 800). Assim como para os resultados obtidos no BET, a grande diferença física das cinzas é o início da fusão da estrutura que se dá a partir da temperatura de 500°C. Com essa fusão da estrutura, diminui-se os vazios presentes na estrutura e temos uma cinza com uma maior densidade. Os resultados de picnometria demonstram claramente essa diferença, alterando a densidade de aproximadamente 2,21 g/cm³ para 2,37 g/cm³ quando a temperatura de calcinação é alterada de 500°C para 650°C.

4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Foram realizados os ensaios de microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários nas cinzas com *in natura* e também no material moído que serão demonstradas no decorrer deste capítulo.

4.7.1 Microscopia das cinzas *in natura*

Nas Figura 47 à Figura 53 são demonstradas as imagens obtidas das cinzas não moídas.

Figura 47 – MEV – Elétrons Secundários: Cinza *in natura* da CCA500 com ampliação de 500x

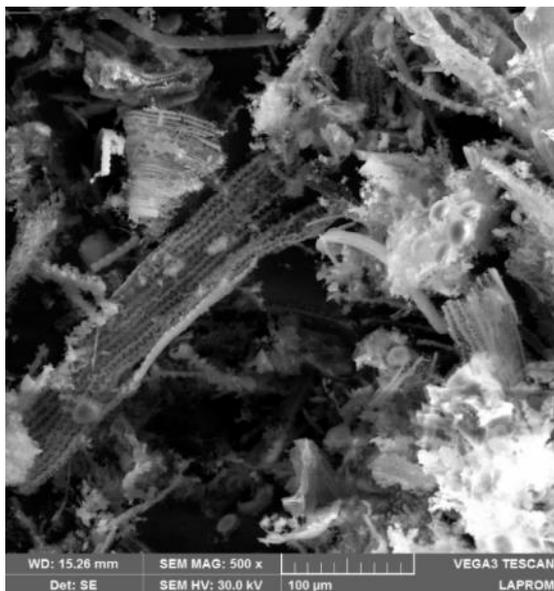


Figura 48 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza *in natura* da CCA500 com ampliação de 5000x

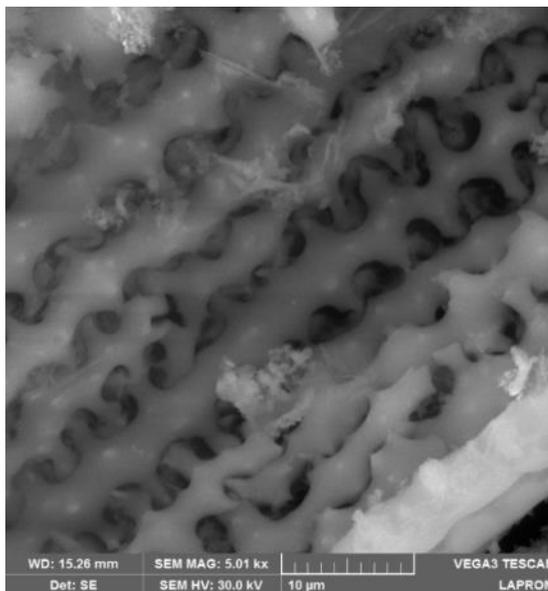


Figura 49 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza *in natura* CCA650 com ampliação de 500x

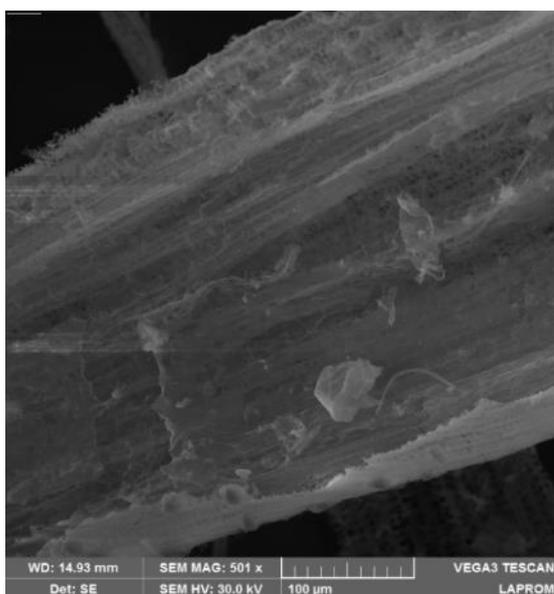
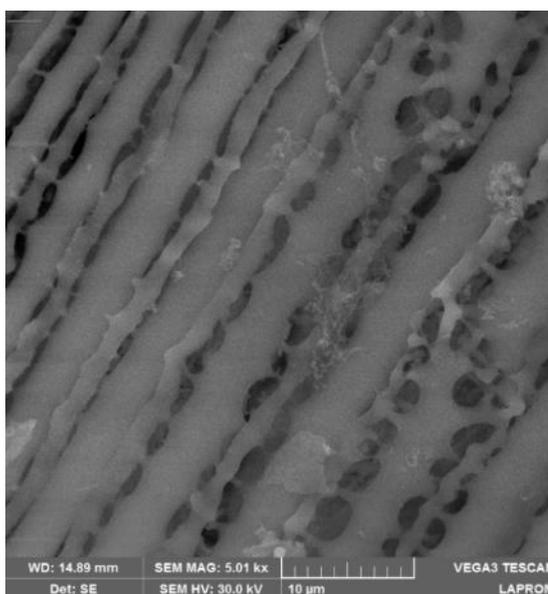


Figura 50 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza *in natura* CCA650 com ampliação de 5000x

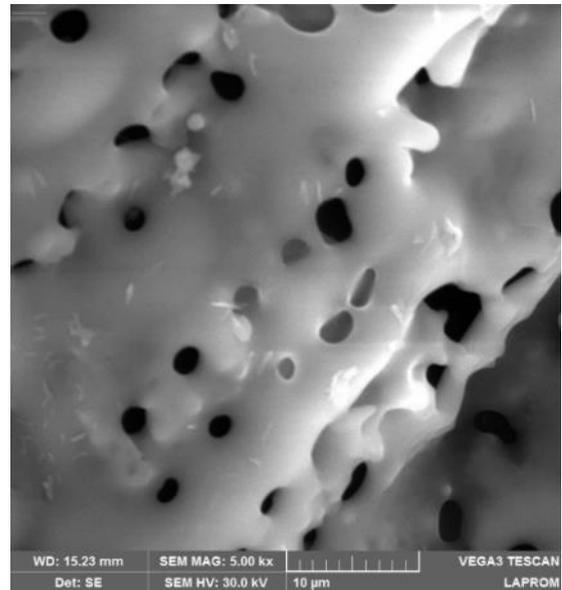


fonte: fotos do autor

Figura 51 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura da CCA800 com ampliação de 500x

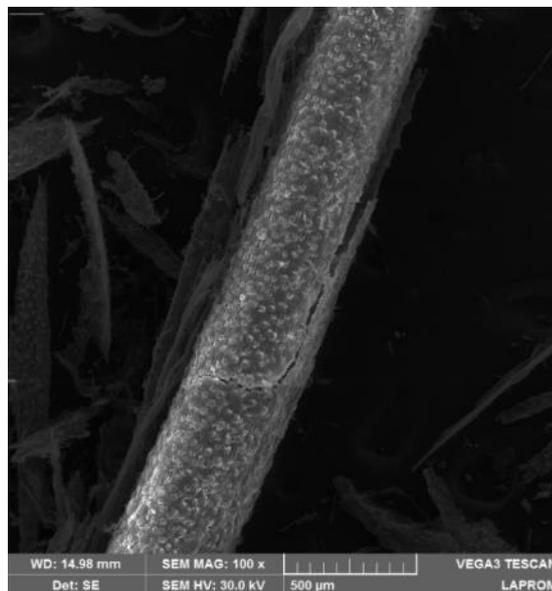


Figura 52 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza in natura da CCA800 com ampliação de 5000x



fonte: fotos do autor

Figura 53 - MEV – Elétrons Secundários: Parte externa da casca calcinada a 650°C



fonte: foto do autor

Na Figura 47 é possível ver a morfologia da casca de aveia recém calcinada a 500°C. Ela possui um formato alongado com uma série de vazios em toda a sua estrutura. Pode-se constatar a ocorrência de perda de material orgânico que compunha essa casca, presente nesses vazios, restando o material inorgânico, que não volatizou durante o processo de calcinação da amostra. Na Figura 48, pode-se verificar com uma aproximação de cinco mil vezes a microestrutura da casca em detalhes. Na Figura 49 é apresentada a cinza da casca de aveia calcinada a 650°C com uma aproximação de 500 vezes. Percebe-se menos vazios na amostra, ela se demonstra mais densificada que a amostra calcinada a temperatura inferior.

A Figura 50, demonstrando a mesma amostra, mas numa magnitude de ampliação de cinco mil vezes, apresenta com mais detalhes que essa temperatura mais elevada inicia já um processo de fusão da amostra. Comparando essa amostra calcinada a 650°C com a de 500°C, vê-se que a estrutura da cinza da casca de 500°C já não está presente na mesma forma. Colocando em comparação as Figura 48 e Figura 50 já apresentadas com a Figura 52 que é a cinza da casca de aveia calcinada a 800°C, pode-se ver que o padrão continua. A amostra calcinada a 800°C apresenta uma deformação maior da estrutura, pode-se verificar que houve de fato uma fusão da estrutura da amostra e posterior solidificação, perdendo-se totalmente aquele formato apresentado na Figura 48 (calcinação à 500°C).

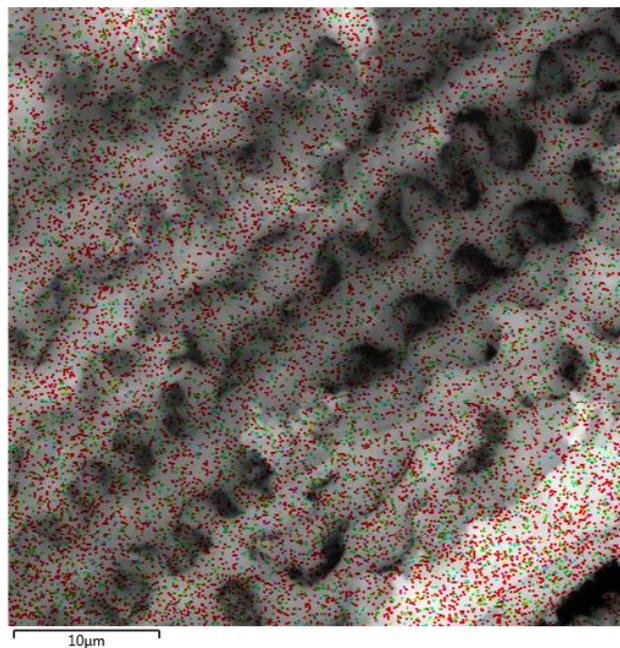
Pode-se correlacionar esses resultados obtidos através da microscopia com resultados de densidade e superfície específica das cinzas, uma vez que o aumento da temperatura de calcinação proporcionou o aumento da densidade das cinzas e diminuição da superfície específica. As imagens de microscopia demonstram o motivo desse comportamento, que é a visível fusão da estrutura da cinza de casca de aveia.

A Figura 51 apresenta a estrutura da cinza da casca de aveia calcinada a 800°C com uma ampliação de 500x. Por fim, a Figura 53, demonstra a outra face da casca de aveia calcinada. Essa face, não apresentou diferenciação significativa entre as três temperaturas e portanto está apresentada somente a cinza calcinada a 650°C.

4.7.2 Mapeamento de elementos presentes

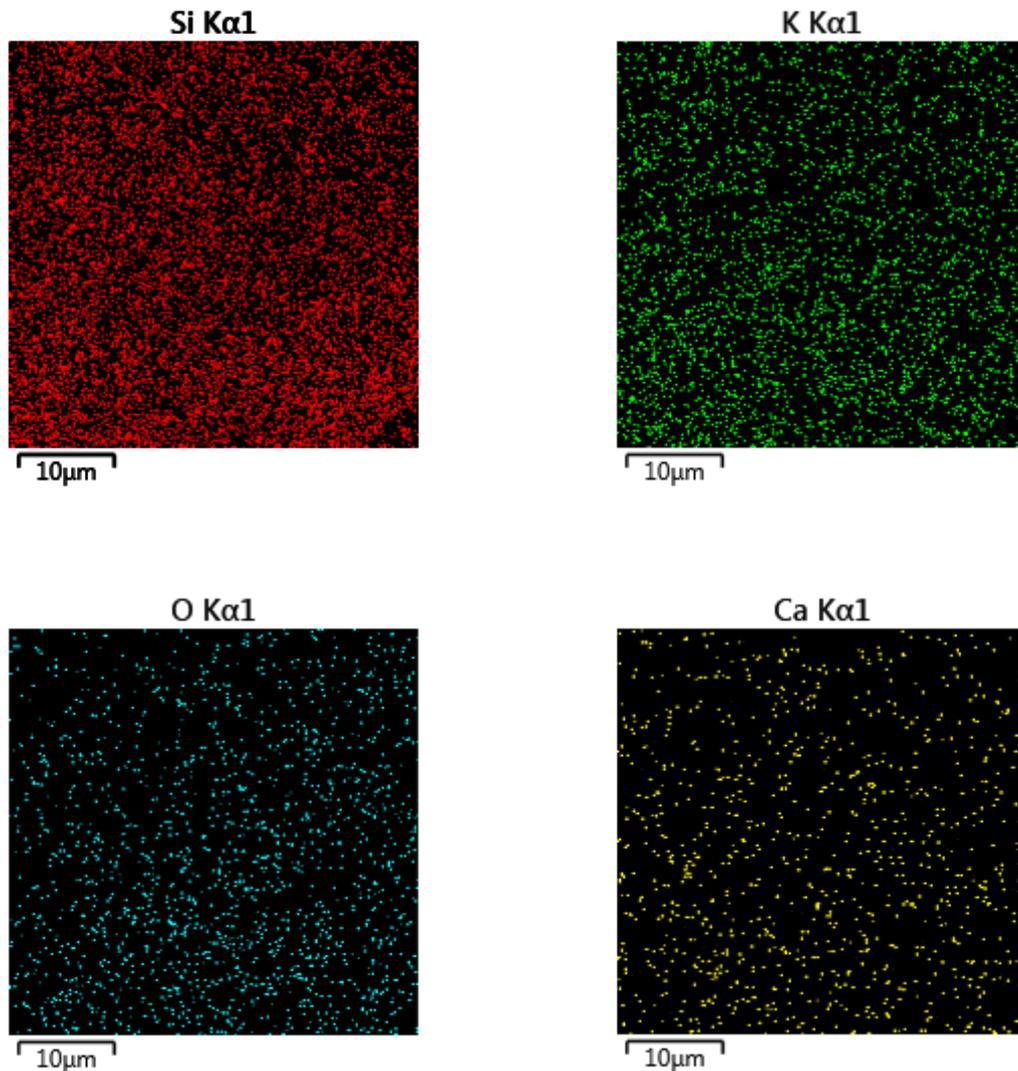
Foi realizado um mapeamento dos elementos químicos presentes nas cinzas através de um EDS acoplado ao MEV. Na Figura 54, que é a mesma imagem apresentada na Figura 48 é apresentado o mapeamento de elementos químicos na amostra. Cada cor dos pontos representa um elemento químico diferente presente na composição do material. Na Figura 55 é destacado em diferentes imagens os elementos presentes na cinza. Eles estão apresentados na ordem de quem tem maior concentração para a menor concentração.

Figura 54 - Mapeamento de elementos químicos presentes na cinza de casca de aveia calcinada a 500°C



fonte: foto do autor

Figura 55 - Padrões de elementos químicos presentes na cinza de 500°C



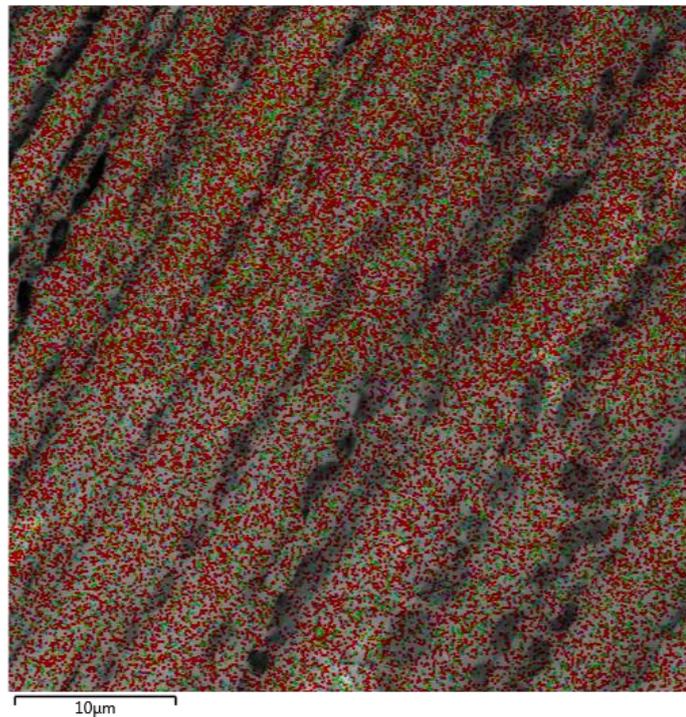
fonte: fotos do autor

É possível verificar que a maior concentração é de silício na amostra, o elemento químico mais importante para a atividade pozolânica de materiais. Pode-se verificar que não há uma concentração desse elemento em nenhuma parte da amostra, demonstrando que esse elemento está disposto e difuso por toda a amostra. O segundo elemento com maior relevância nessa imagem é o potássio, álcali responsável por reações adversas no concreto endurecido. Pode-se identificar que ele, por sua vez também não apresenta nenhum local de concentração e encontra-se difuso pela amostra. O terceiro elemento é o oxigênio, que compõe os óxidos da amostra. Por fim, o quarto elemento predominante é o cálcio. Este, também traz benefícios para o uso em conjunto com o cimento, pois, como já foi dissertado no item 2.2, o cálcio é o que traz as

propriedades cimentantes ao material. Ele também não apresenta nenhum local de concentração na amostra.

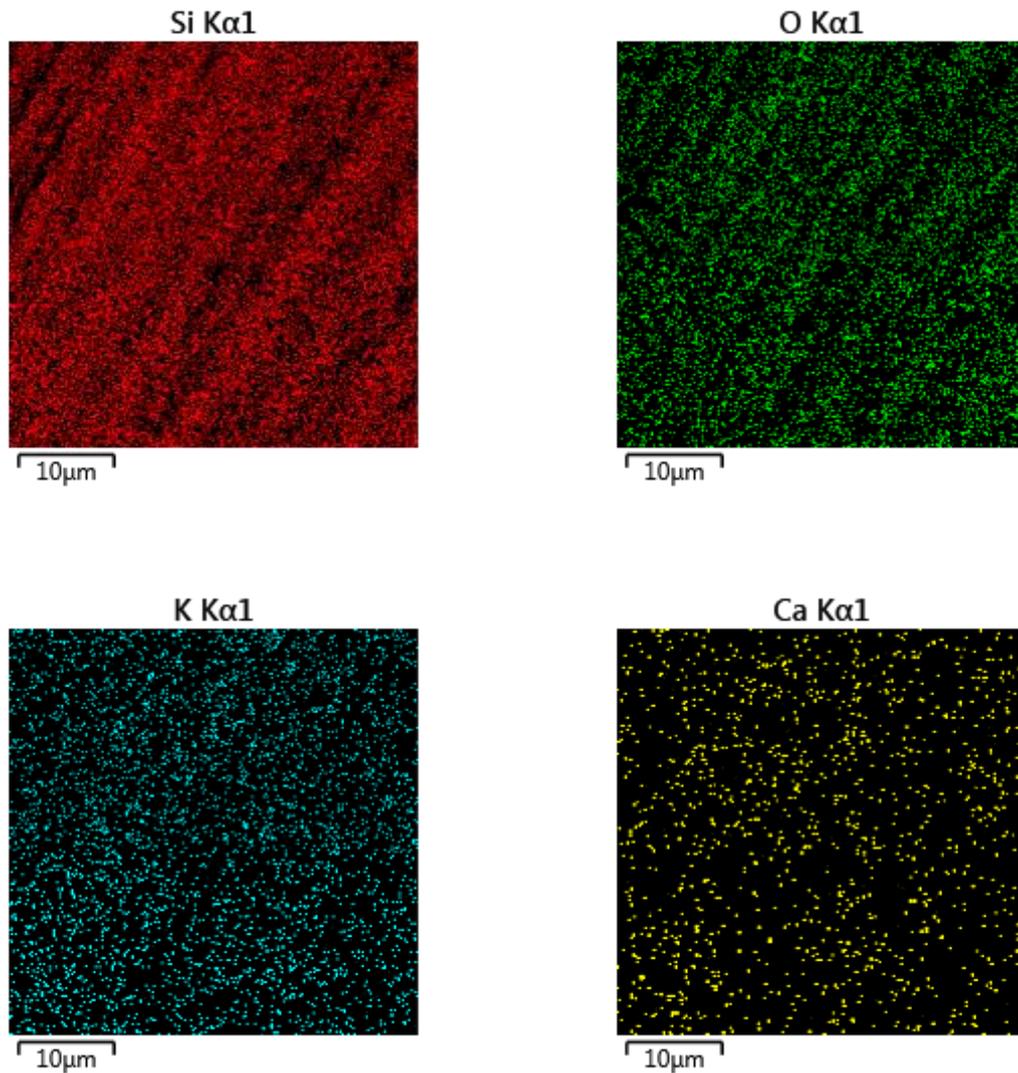
Na Figura 56 é apresentado o mapeamento realizado na amostra calcinada a 650°C. A imagem é a mesma que a Figura 50. Nesta figura, novamente cada cor de ponto representa um elemento químico diferente presente na composição da estrutura do material. Na Figura 57, os elementos são apresentados separadamente para melhor apreciação.

Figura 56 - Mapeamento de elementos químicos presentes na cinza de casca de aveia calcinada a 650°C



fonte: foto do autor

Figura 57 - Padrões de elementos químicos presentes na cinza de 650°C



fonte: fotos do autor

É possível, na primeira imagem, verificar o contorno da estrutura por causa da densidade de pontos, contudo, dentro da sua forma, não é possível verificar aglomerações de pontos indicando uma concentração maior desse elemento químico em nenhum lugar da amostra. Nesta amostra, o segundo mais representativo é o oxigênio que forma os óxidos. Na sequência, o potássio encontra-se presente novamente, com bastante pontos distribuídos pela amostra, porém, sem nenhuma aglomeração observável e por fim, o cálcio foi o quarto elemento com maior incidência na amostra, demonstrando que também possui alguma propriedade cimentante.

Por fim, para a cinza da temperatura mais elevada, pegou-se uma imagem da outra face da casca de aveia calcinada para comparar e verificar se encontrar-se-ia algum padrão diferente do que nas demais. Portanto, na Figura 58 é demonstrada a imagem da casca calcinada a 800°C e na Figura 59 é apresentado o mapeamento feito nesta amostra. Novamente, cada cor representa um elemento químico diferente que serão detalhados na Figura 60.

Figura 58 - Casca de aveia calcinada a 800°C

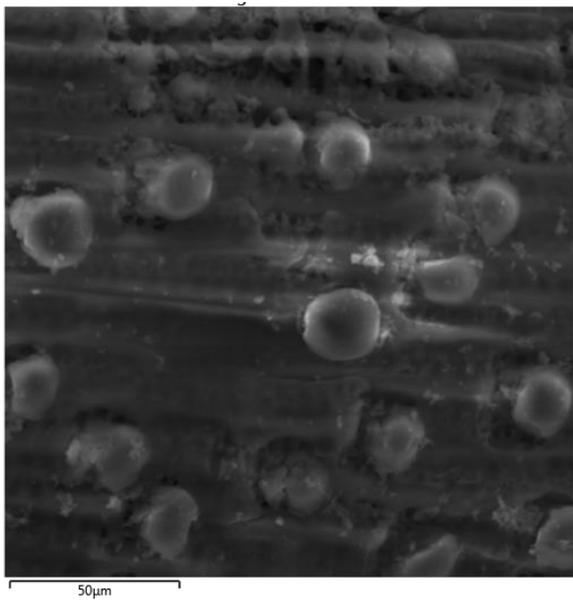
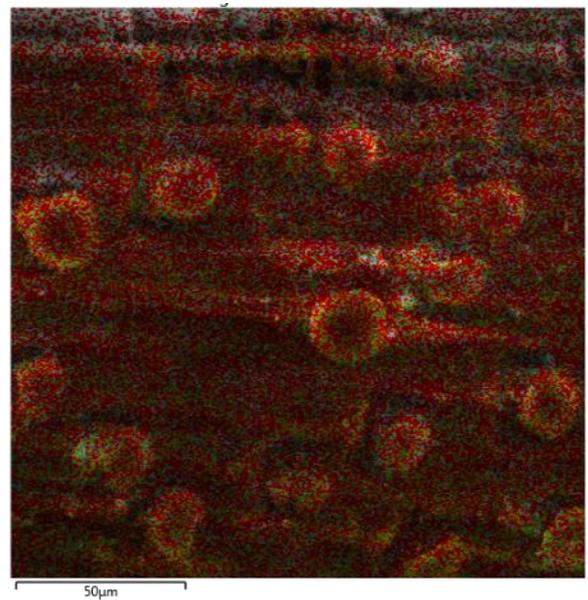
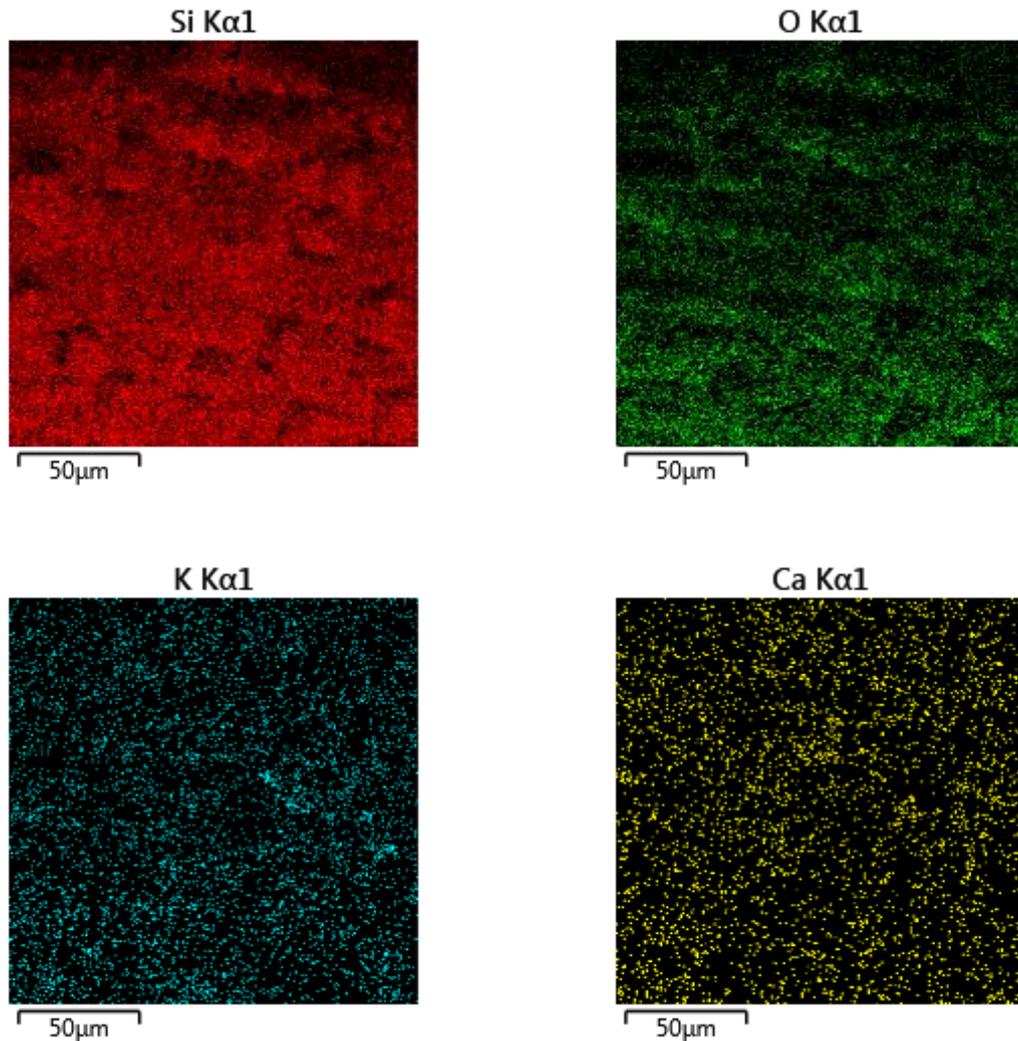


Figura 59 - Mapeamento da casca de aveia calcinada a 800°C



fonte: foto do autor

Figura 60 - Padrões de elementos químicos presentes na cinza de 800°C



Seguindo o padrão das outras temperaturas, mesmo do outro lado da casca, não é possível identificar acúmulos de algum elemento em partes específicas da amostra. Essa amostra, bem como as demais, também apresentou como principais elementos silício, oxigênio, potássio e cálcio.

4.7.3 Microscopia das cinzas moídas

Nas Figura 61 a Figura 63 serão apresentadas as imagens coletadas nas cinzas pós processo de moagem.

Figura 61 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza moída da CCA500 com ampliação de 1000x

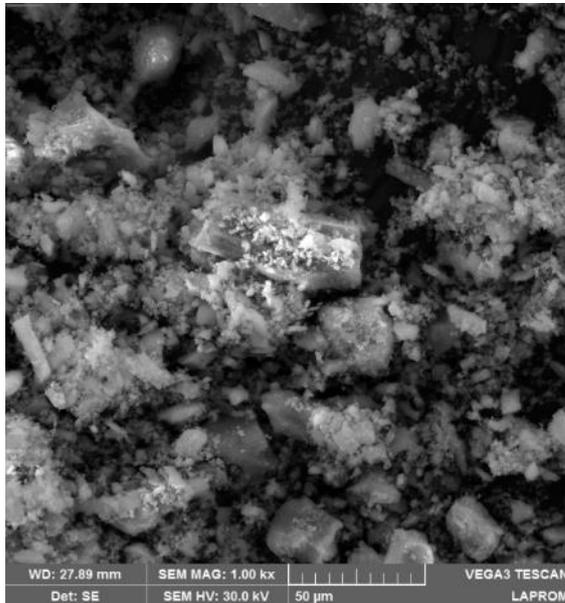
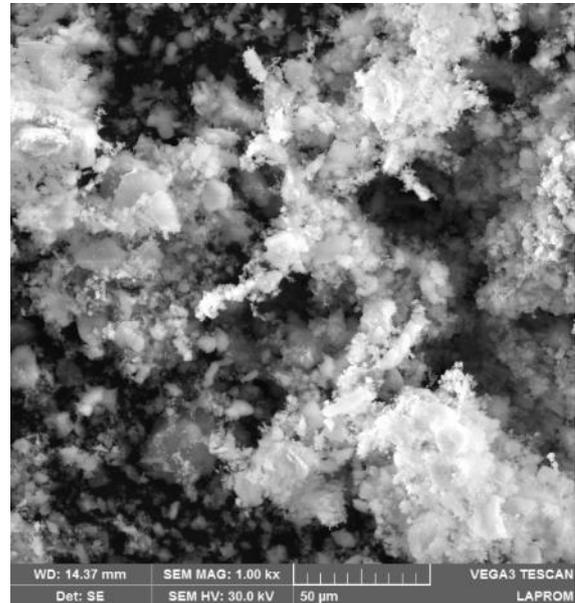
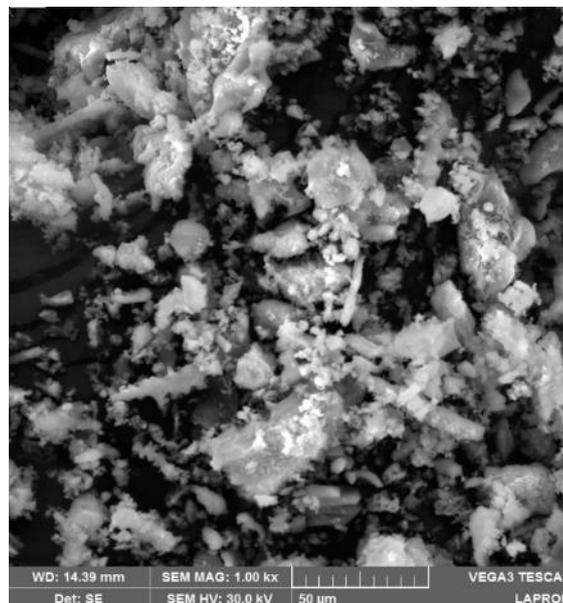


Figura 62 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza moída da CCA650 com ampliação de 1000x



fonte: fotos do autor

Figura 63 - MEV – Elétrons Secundários: Cinza moída da CCA800 com ampliação de 1000x



fonte: foto do autor

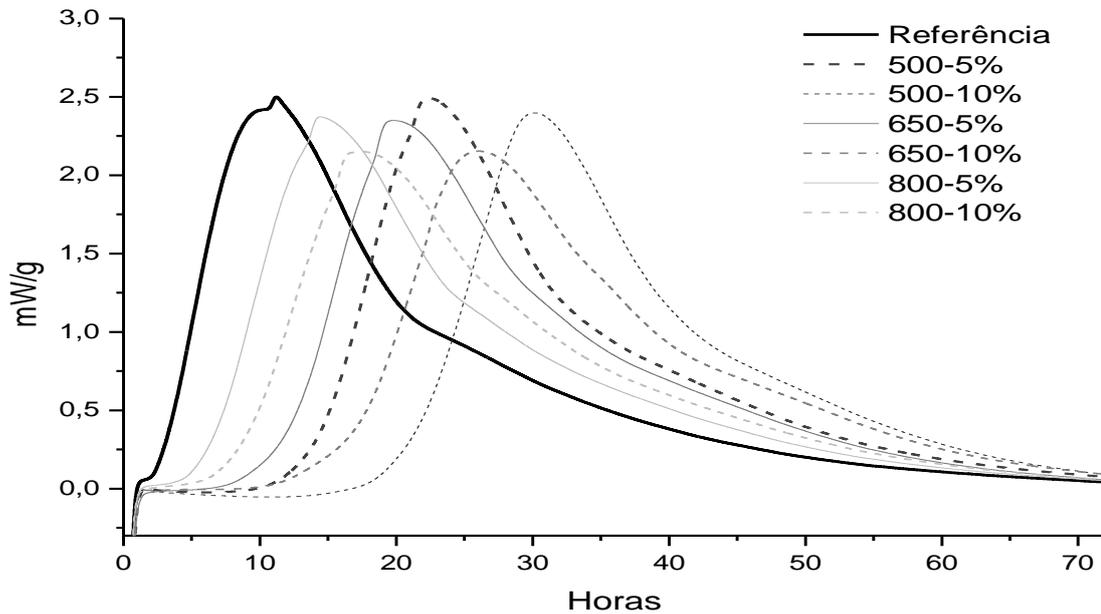
A partir da análise das Figura 61 à Figura 63 é possível constatar que o formato das partículas é semelhante em todas temperaturas, sendo de forma angulosa e alongada na sua maioria. Partículas nesse formato, quando adicionadas à mistura de cimento tendem a deixar a mistura menos trabalhável. O que acarreta, na dosagem de concreto, em um maior consumo de aditivo plastificante ou maior quantidade de água para manter a mesma trabalhabilidade da mistura.

A distribuição dos grãos não é uniforme, apresentando uma variedade de tamanhos. Essa variabilidade auxilia na densificação da matriz cimentícia, preenchendo os vazios e melhorando características mecânicas e de durabilidade.

4.8 CALORIMETRIA

A calorimetria, mostrando o fluxo de calor das pastas (em mW/g) de cimento durante as primeiras 72 horas está apresentada na Figura 64. A curva está normalizada de acordo com a massa de cimento inserida na ampola para o ensaio. Cabe ressaltar que os materiais não estavam a 25°C (temperatura do ensaio isotérmico), portanto, o primeiro o gráfico não apresenta a primeira curva voltada para cima, correspondente ao pico de dissolução. A curva do fluxo de calor nos primeiros momentos é negativa, pois o equipamento está esquentando a amostra para deixá-la à temperatura de ensaio. Contudo, para o segundo pico, que é o mais importante para o estudo, não apresenta distorções, pois a amostra já estava ambientada antes dessa segunda fase da hidratação das pastas.

Figura 64 - Fluxo de calor nas pastas de cimento – Curva de calorimetria isotérmica



fonte: elaborado pelo autor

Na Figura 64 é possível identificar as diferenças das cinéticas de hidratação das pastas. Os fluxos de calor apresentam diferentes curvas dependendo da quantidade de cinza adicionada e temperatura de calcinação dessa cinza. O cimento sem a adição de materiais cimentícios suplementares apresentou o maior pico e o pico mais cedo de todas as misturas. Com relação ao deslocamento da curva no tempo e por consequência, o deslocamento do pico máximo do fluxo de calor, na seguinte ordem: Pasta referência, CCA 800 com 5% de adição, CCA 800 com 10% de adição, CCA650 com 5% de adição, CCA 500 com 5% de adição, CCA 650 com 10% de adição e por último, CCA 500 com 10% de adição.

Diversos estudos envolvendo a adição de materiais cimentícios suplementares em pastas de cimento já foram conduzidos (OGAWA, UCHIWAKA, TAKEMOTO, 1980; FAJUN, GRUTZECK, ROY, 1984; LANGAN, WENG, WARD, 2002; DESCHNER et al., 2012; LIU, FLOREA E BROUWERS, 2018). e eles apontam alguns pontos principais. O primeiro é a questão das partículas adicionadas formarem um efeito de nucleação das partículas e com isso acelerar o tempo de pega e aumentar o fluxo de calor. Como é possível verificar na Figura 64, o que acontece é exatamente o oposto. Portanto, pode-se concluir que a adição de cinzas moídas de casca de aveia não provoca semelhante comportamento no processo de hidratação. A adição de materiais cimentícios suplementares não provocam efeitos significativos nos primeiros dois dias, sendo a sua contribuição para a hidratação marginal. (DESCHNER et al., 2012). Sendo

que as pozolanas tem sua hidratação, aos 28 dias em cerca de 10 a 20%. (OGAWA, UCHIWAKA, TAKEMOTO, 1980).

No que se refere ao retardamento de pega, ou aumento do período de indução da pasta, também já foi observado por outros autores (OGAWA, UCHIWAKA, TAKEMOTO, 1980; FAJUN, GRUTZECK, ROY, 1984; LANGAN, WENG, WARD, 2002; DESCHNER et al., 2012). O retardo depende do tipo de cimento e é aumentado conforme se adiciona mais materiais cimentícios suplementares na mistura. Essa adição de materiais cimentícios faz com que se diminua a quantidade de cimento que há presente na amostra e faz com que a relação água/cimento seja alterada, podendo ocasionar alterações do comportamento da pasta. Contudo, Deschner et al. (2012) apontou em seu trabalho que esse fator sozinho não é capaz de alterar os resultados como foi o caso da cinza de casca de aveia.

Ogawa, Uchiwaka, Takemoto (1980) evidenciaram em seu estudo que as pozolanas (que são materiais cimentícios suplementares) adsorvem grandes quantidades de íons Ca^{2+} em sua superfície. Essa baixa quantidade de íons Ca^{2+} livres na fase líquida faz com que a formação de hidratos seja pequena e a dissolução da Alita (C_3S) seja acelerada. Portanto, quanto mais pozolanas se inserem no sistema, mais íons serão capturados e por consequência a formação de hidratos será diminuída.

Fajun, Grutzeck, Roy, (1984) apontam em seu trabalho sobre cinzas volantes (também considerada uma pozolana) que a superfície delas age como uma captadora de cálcio, diminuindo a quantidade de cálcio disponível livremente. Com essa diminuição, a formação de camadas ricas em Cálcio na superfície do clínquer é diminuída e enquanto essa camada rica em cálcio não é formada, a mistura permanece no seu período de indução. Os autores ainda citam que os álcalis possuem um fator importante nos estados iniciais e tardios do sistema cimento-pozolana e demonstraram em seus experimentos que uma quantidade alta de álcalis diminuiu o pico máximo de fluxo de calor e aumentou o tempo de indução.

Ogawa, Uchiwaka, Takemoto (1980) explicam o processo de hidratação em idades iniciais, compreendendo que a presença de álcalis interfere na velocidade das reações e na quantidade total de calor gerado. Sabendo desse processo de hidratação, pode-se compreender melhor o funcionamento da cinética de hidratação de cimento Portland com adição de cinza de casca de aveia. Com maior quantidade de íons álcalis na superfície, estes fazem com que a espessura da camada amorfa formada na superfície dos grãos seja maior, dessa forma, a camada fica mais

resistente à ruptura. Sendo mais difícil a ruptura, maior será o tempo necessário para que isso aconteça, retardando as reações de hidratação da mesma.

Portanto, os íons álcalis presentes nas cinzas de casca de aveia dificultam as reações de hidratações e por consequência diminuem o fluxo de calor das seguintes maneiras: a primeira é que estamos colocando um material menos reativo na mistura. Além disso, as pozolanas servem como um chamariz de íons cálcio, fazendo com que estes estejam em menor disponibilidade para a formação de compostos ricos em cálcio na superfície do clínquer, aumentando o tempo de indução. Cria-se um filme mais espesso ao redor das pozolanas por conta dos álcalis presentes na mistura, adsorvendo mais íons cálcio nesta camada, aumentando tempo de indução. A camada mais espessa faz com o que se necessite maiores diferenças de concentração de íons dos dois lados para gerar uma ruptura no filme criado. Por fim, quanto maior a quantidade de potássio presente nas pozolanas, maior dificuldade e por consequência, mais tempo demorará as reações de hidratação do cimento.

Contudo, apesar de demonstrar o efeito deletério no que diz respeito a tempo de pega que a incorporação de álcalis introduz na mistura, tudo isso ainda não explica a diferença entre os tempos de início de pega e pico máximo de calor das diferentes cinzas. Liu, Florea e Brouwers (2018) encontraram semelhante resultado de aumento de tempo de indução da pasta de cimento, aumentando conforme a quantidade de matéria orgânica presente no seu estudo utilizando pó de vidro contaminado com matéria orgânica nas pastas.

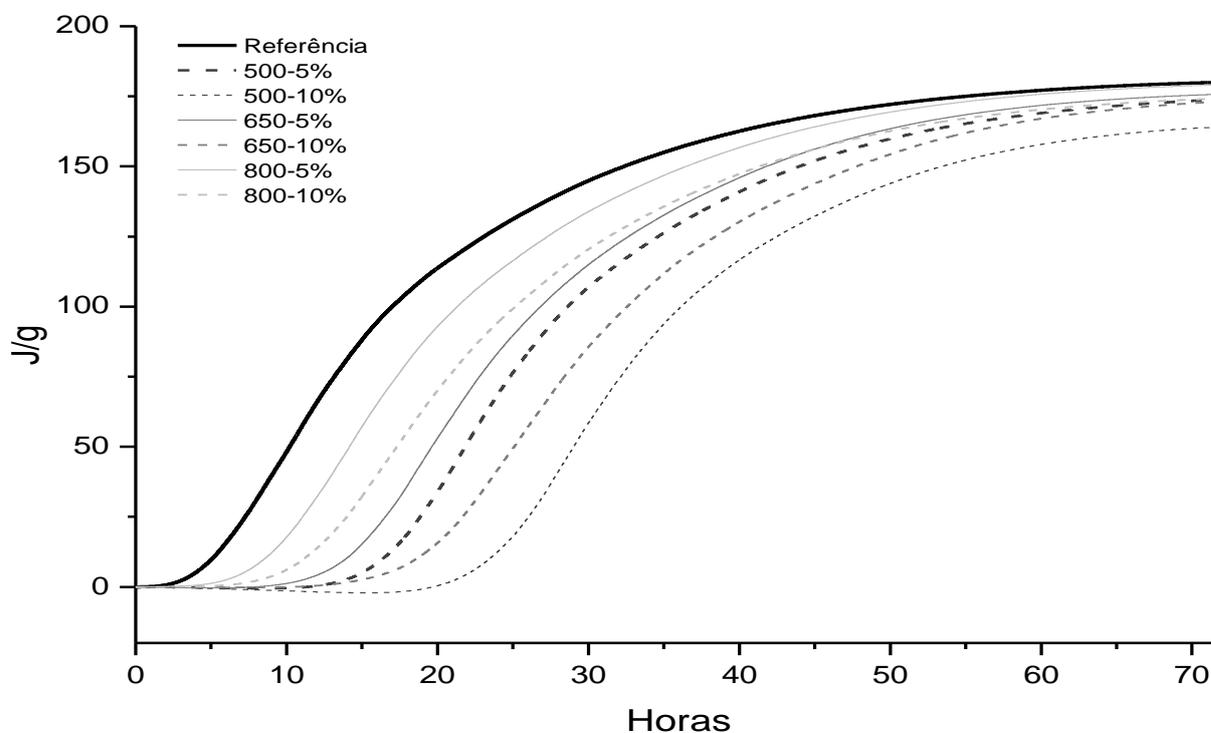
Observando a quantidade de matéria orgânica presente nas cinzas CCA500, CCA650 e CCA800 incorporadas ao cimento (Tabela 12), que são respectivamente 14,160%, 8,800% e 5,304% nota-se semelhante comportamento. Quanto maior a quantidade de matéria orgânica presente na cinza e maior o percentual de adição, maior o tempo de indução que a pasta de cimento apresenta. Isso deve-se aos açúcares presentes na matéria orgânica remanescente do processo de calcinação. Esses açúcares ou sacarídeos são os grandes responsáveis pelo retardo do início de pega, aumentando o tempo de indução da pasta de cimento e cada tipo de sacarídeo, apresenta uma interferência diferente no tempo de indução do cimento (THOMAS, BIRCHALL, 1983; WEI, ZHOU, TOMITA, 2000; JUENGER, JENNINGS, 2001; KOCHOVA *et al.*, 2017.).

Thomas e Birchall (1983) apontam que o que faz os açúcares bons retardadores de pega são dois pontos: a estabilidade alcalina que eles têm e a capacidade de retenção de cálcio. Os

açúcares hidrolisam em meio alcalino forte e esse produto de hidrólise tende a ser mais eficiente em retardar a pega do que o açúcar por si só. Portanto, essa combinação de matéria orgânica e álcalis nas cinzas acarretou no aumento expressivo do tempo de pega das pastas analisadas neste trabalho.

Com relação à amplitude do pico máximo de fluxo de calor, é possível notar que a adição dos materiais cimentícios suplementares diminuem esse valor de fluxo máximo, em todas as temperaturas de calcinação, ou seja, as amostras contendo maior quantidade de cinzas possuíram um menor pico comparada à amostra com menor quantidade de cinza. As amostras de 650°C e 800°C apresentaram valores praticamente semelhantes de fluxo de calor máximo, tanto para adição de 5% quando para a adição em 10%. Já as cinzas de 500°C, apresentaram valores levemente superiores às outras duas. A adição em 5% das cinzas não modificou a amplitude do pico de fluxo máximo com relação à pasta de referência. Já quando esse material cimentício suplementar foi incorporado à pasta em maior quantidade, (10%), o valor de fluxo máximo diminuiu. Na Figura 65 está apresentado o calor total nas pastas de cimento.

Figura 65 - Calor total nas pastas de cimento – Curva de calorimetria isotérmica



fonte: elaborado pelo autor

A Figura 65 demonstra a evolução do calor total transmitido pelas pastas de cimento. Como para o ensaio os materiais não estavam climatizados, o início da curva, onde ocorreu a climatização da pasta à temperatura de ensaio, foi descontado do calor total (valores negativos de calor) para a elaboração do gráfico.

É possível verificar que a pasta referência emitiu a maior quantidade de calor de todas as amostras, o que era de se esperar, pois não incorpora em sua composição nenhum material cimentício suplementar. Na sequência, as três pastas com incorporação de 5% de cinzas (na ordem: 800°C, 650°C e 500°C) e depois as três pastas com 10% de adição de material cimentício suplementar (800°C, 650°C e 500°C). O que vem ao encontro de estudos semelhantes apontando que a maior incorporação de materiais cimentícios suplementares leva a uma diminuição do calor total (FAJUN, GRUTZECK, ROY, 1984). Além da incorporação de material cimentício suplementar, essa diminuição do calor total pode ser explicada pela quantidade de matéria orgânica adicionada na mistura também. Liu, Florea e Brouwers (2018) apontaram uma menor quantidade de calor total gerado pela amostra quanto maior a quantidade de matéria orgânica presente.

A Tabela 18 apresenta dados importantes obtidos através das curvas de calorimetria: Início da pega (segundo metodologia da ASTM C1679/17 que considera que o início da pega se dá quando é obtido a metade do valor máximo do fluxo de calor do pico principal da hidratação ou “pico A”), Tempo do valor máximo do fluxo de calor (pico A) e o Calor total após 72 horas por grama de pasta.

Tabela 18 - Dados obtidos das curvas de calorimetria isométrica

Amostra	Início de pega - C1679/17 (ASTM, 2017) (Horas)	Variação do início da pega (%)	Tempo do valor máximo pico de A (Horas)	Variação do tempo do pico de A (%)	Calor Total após 72 horas (J/g)	Variação do Calor total (%)
Ref	05:27	-	11:07		180,03	
500-5%	17:35	222,63	22:02	98,20	173,82	-3,45
500-10%	24:57	357,80	29:51	168,52	163,92	-8,95
650-5%	14:57	174,31	19:27	74,96	175,67	-2,42
650-10%	20:21	273,39	25:26	128,79	172,95	-3,93
800-5%	09:32	74,92	14:12	27,74	179,05	-0,54
800-10%	12:07	122,32	16:44	50,52	174,09	-3,30

fonte: elaborado pelo autor

Conforme observado na Figura 65 e evidenciado pelos dados obtidos através da curva de calorimetria isométrica, a adição das cinzas tem um impacto grande no tempo de início de pega das pastas. De forma geral, com o aumento da incorporação de cinza na pasta de cimento, obtém-se tempos de pegas maiores. A pasta referência tem o início de pega em 5 horas e 27 minutos. Dos resultados obtidos, a maior variação encontrada foi de 357,8%, passando para 24 horas e 57 minutos no caso mais extremo analisado (CCA 500 com 10% de adição) e a pasta que teve a menor variação, alterou o tempo de início de pega em 74,92%, com o início da pega em 9 horas e 32 minutos (CCA 800 com 5% de adição).

Observa-se que a cinza que mais atrasa o início da pega é a CCA500, postergando em mais de 12 horas com a adição de 5% de cinza e 19 horas e 30 minutos com adição de 10%. A CCA 650 com adição de 5% postergou o início da pega em 9 horas e 30 minutos, enquanto a pasta com esta cinza num teor de 10% adiou em 14 horas e 54 minutos. Essa cinza teve um resultado intermediário entre as três temperaturas avaliadas. Por fim, a CCA 800 delongou o período de dormência da mistura em 4 horas e 5 minutos com 5% de adição e em 6 horas e 40 minutos com o dobro dessa quantidade de cinzas. A ordem de início de pega, do primeiro para o último, ficou: Ref, CCA 800-5, CCA 800-10, CCA-650-5, CCA 500-5, CCA 650-10, CCA 500-10.

Dois resultados tiveram o seu início de pega após 20 horas, as pastas com adição de 10% de CCA 500 e CCA 650. Isso vem ao encontro dos resultados obtidos durante a preparação dos corpos de prova do ensaio de RAA. Onde as duas argamassas contendo esse percentual de adição de cinza não obtiveram a resistência suficiente para serem desmoldadas em 24 horas (período que a norma pede para que seja feita a desmoldagem dos corpos de prova). Já a pasta com a incorporação de CCA 800 teve seu início de pega em 17 horas e 35, o que garantiu que para o ensaio de RAA adquirisse resistência suficiente para desmoldagem dos corpos de prova sem ruptura dos mesmos.

Os tempos de todas as amostras para atingir os picos de A também sofreram grande variação de até 168% com relação à pasta referência (CCA 500 com 10% de adição) saindo de 11 horas e 7 minutos para 29 horas e 51 minutos. A ordem dos tempos para os picos de A seguem o mesmo padrão dos tempos de pega apresentados acima.

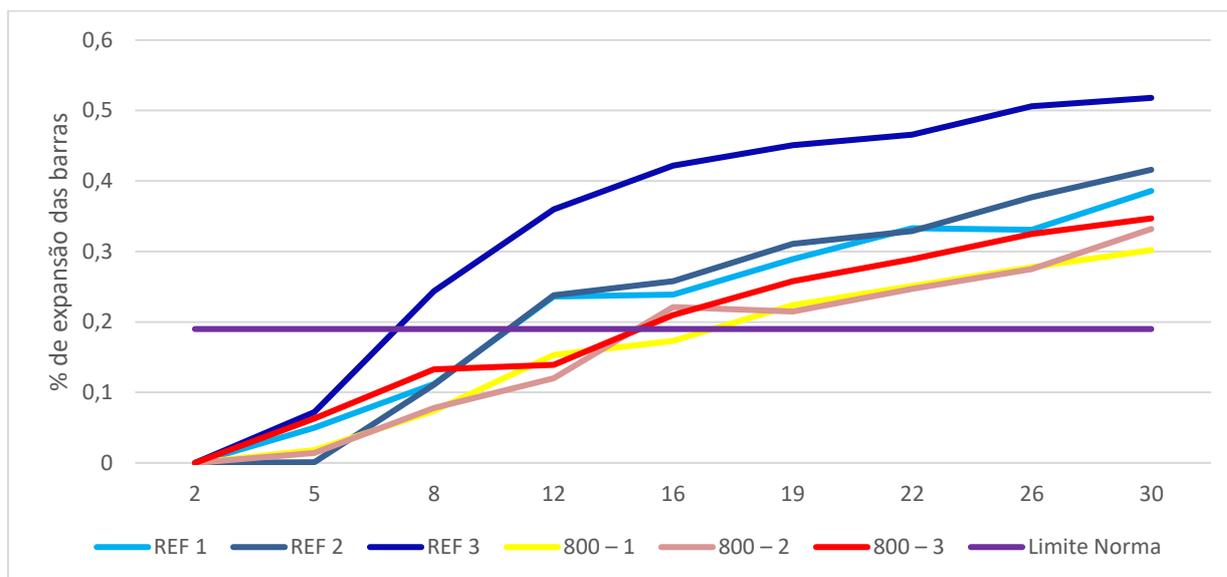
O calor total das amostras não apresentou tamanha variação quanto os tempos de pega. Variando da pasta referência, que teve um calor total de 180 J/g, entre -0,54% à -8,95%. As pastas com maior percentual de adição tiveram maiores reduções do calor total emitido (CCA

500-10= -8,95%; CCA 650-10=-3,93% e CCA 800-10=-3,30%). Já as pastas com o percentual menor (5%) tiveram os valores alterados em -3,45% para a CCA 500, -2,42% para CCA 650 e -0,54% para CCA 800.

4.9 REAÇÃO ÁLCALI AGREGADO/ÁLCALI SÍLICA

Das três barras de cada uma das duas amostragens feitas, foram tomadas um total de nove medidas, contando com a medida inicial, seguindo a metodologia proposta pela NBR 15577-4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b). As idades das leituras, em dias, dos corpos de prova foram as seguintes: 2, 5, 8, 12, 16, 19, 22, 26 e 30. A Figura 66 apresenta no eixo horizontal a idade dos corpos de prova em dias e no eixo vertical o percentual de expansão dos corpos de prova.

Figura 66 - Expansão das barras ao longo do tempo



fonte: elaborado pelo autor

Ao analisar-se a Figura 66, observa-se nitidamente que um dos corpos de prova da argamassa referência apresentou um comportamento diferenciado com relação à todos os outros, tendo um valor final de expansão de 0,518%. Os corpos de prova irmãos deste, apresentaram resultados diferentes deste primeiro, tendo como resultados finais 0,386% e 0,416%. Com relação aos corpos de prova incorporando a cinza de casca de aveia calcinada a 800°C, apresentados na Figura 66 com as cores vermelha, amarela e laranja, pode-se verificar que tiveram

comportamentos semelhantes, tendo uma expansão, aos 30 dias de ensaio acelerado de 0,302%, 0,332% e 0,347% respectivamente. Na Tabela 19 é apresentado em detalhes os valores obtidos de expansão para cada barra em cada idade.

Tabela 19 - Valores de expansão dos corpos de prova no ensaio acelerado

Dias	REF 1 (%)	REF 2 (%)	REF 3 (%)	800 – 1 (%)	800 – 2 (%)	800 – 3 (%)	Média REF (%)	Média 800 (%)
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,050	0,001	0,072	0,018	0,014	0,063	0,041	0,032
8	0,112	0,111	0,244	0,074	0,078	0,133	0,156	0,095
12	0,236	0,238	0,360	0,153	0,120	0,139	0,278	0,137
16	0,239	0,258	0,422	0,173	0,221	0,210	0,306	0,201
19	0,289	0,311	0,451	0,224	0,215	0,258	0,350	0,232
22	0,333	0,329	0,466	0,251	0,247	0,289	0,376	0,262
26	0,331	0,377	0,506	0,278	0,275	0,325	0,405	0,292
30	0,386	0,416	0,518	0,302	0,332	0,347	0,440	0,327

fonte: elaborado pelo autor

A partir dos resultados obtidos no ensaio da reação álcali-agregado é possível verificar que a média dos três valores dos corpos de prova referência apresentou um valor de expansão superior aos 30 dias de idade à média dos corpos de prova com adição do material cimentício suplementar nessa mesma idade. O primeiro apresentou uma expansão de 0,440% e o segundo, 0,327%.

Nota-se que em todas as tomadas de resultados esta mesma tendência aparece. O que é contra intuitivo em um primeiro momento, pois, a adição de cinzas de casca de aveia acarreta em um aumento na quantidade de álcalis presentes na mistura. Essa diferença demonstrando uma expansão maior para os corpos de prova sem a adição das cinzas pode ser notada desde os primeiros dias de ensaio, quando aos 5 dias a média do referência estava em 0,041% e a média dos corpos de prova com a adição, somente 0,032%. Aos 16 dias, essa média dos corpos de prova utilizando somente o cimento para sua convecção estava em 0,306%, enquanto para os corpos de prova contendo a cinza apresentaram uma expansão de 0,201%. Para identificar se essa diferença apresentada nos resultados obtidos é significativa ou se é somente ruído experimental, foi realizada uma análise de variância dos resultados a fim de testá-los estatisticamente.

4.9.1 Análise de Variância dos resultados da reação álcali-agregado

Para a análise de variância realizada nos resultados, utilizou-se uma anova de fator duplo com repetição. A Tabela 20 apresenta os resultados obtidos através desta metodologia.

Tabela 20 - Análise de Variância da reação álcali-agregado

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Idades	9,03E-05	8	1,13E-05	37,46806	3,39E-15	2,208518
Amostras	9,94E-06	1	9,94E-06	32,9719	1,54E-06	4,113165
Interações	3,08E-06	8	3,85E-07	1,278513	0,285156	2,208518
Erro	1,08E-05	36	3,01E-07			
Total	0,000114	53				

fonte: elaborada pelo autor

Através da análise estatística podemos verificar que de fato as amostras contendo a cinza de casca de aveia são estatisticamente diferentes das amostras referência. Desta forma, pode-se afirmar que a incorporação da cinza de casca de aveia calcinada a 800°C ocasionou uma diminuição da expansão da argamassa contendo agregado reativo apesar da incorporação de álcalis na amostra.

A reação álcali-sílica se dá entre os íons OH^- na solução presente nos poros e a sílica reativa do agregado. A sílica não é atacada diretamente pelos álcalis. Estes contribuem inicialmente para a alta concentração de íons hidroxila na solução e depois na formação do gel expansivo da reação álcali-sílica. Inicialmente as reações são reações ácido-base entre os íons hidroxila e grupos (Si-OH) e depois grupos (Si-O-Si) e os cátions Na^+ e K^+ são difundidos na estrutura. Apesar dos álcalis representarem uma parte pequena da composição do cimento Portland, eles dominam a solução presente nos poros depois do primeiro dia de hidratação à temperaturas normais. Se não houvesse cálcio presente na mistura, os álcalis e sílica permaneceriam na solução. Contudo, há muito cálcio presente na solução em forma de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) e um gel contendo mínimas quantidades de CaO é formado juntamente com a sílica e os álcalis presentes. Esse gel incha e causa uma expansão volumétrica no concreto, o que pode, em última estância gerar fissuração no concreto endurecido (THOMAS; 2011).

Estudos realizados mostram que a reação pozolânica ajuda a mitigar os efeitos deletérios da reação álcali-sílica. Apesar de todos os materiais cimentícios suplementares conterem um certo nível de álcalis, e alguns, como é o caso da cinza de casca de aveia, conterem bem mais álcalis que o cimento Portland, eles atuam no principal mecanismo no qual ocorre a reação álcali-agregado. Reduzindo os álcalis que estão disponíveis para a solução dos poros do concreto. (THOMAS; 2011)

A habilidade dos materiais cimentícios suplementares reduzirem a alcalinidade da solução presente nos poros está correlacionada ao seu efeito na composição e capacidade de absorver álcalis dos hidratos (principalmente C-S-H).

Uma maior pozolanicidade pode acarretar em mitigação dos efeitos da reação álcali-agregado. O efeito pozolânico de materiais cimentícios suplementares refinam os poros da matriz cimentícia, reduzindo a possibilidade de difusão dos íons álcalis no concreto. Essa reação pozolânica produz um C-S-H com uma razão C/S baixa que tem uma carga negativa. Esse C-S-H carregado negativamente captura cátions, especialmente os íons álcalis (LE, SIEWERT E LUDWIG, 2015).

Glasser e Marr³ (1985, apud THOMAS, 2011) também apresentam a carga da superfície do C-S-H como fator importante para absorção de íons alcalinos. Os autores falam que em uma razão alta de Ca/Si, o C-S-H tende a repelir os cátions. Conforme a proporção entre cálcio e silício diminui, a carga do C-S-H começa a ficar negativa e ganha capacidade de absorver cátions, especialmente álcalis.

Gudmundsson e Olafsson (1999) apontaram em seu trabalho com observações de 20 anos, utilizando sílica ativa, que a utilização deste material, que causa reações pozolânicas durante a hidratação, mitigou os efeitos da reação álcali-sílica. Nagrockienė e Rutkauskas (2019), em seu trabalho, apontaram que a utilização de cinza volante no concreto melhorou a resistência à reação álcali-sílica. Portanto, podemos dizer que o efeito pozolânico que a incorporação da

³ F.P. Glasser, J. Marr, The alkali binding potential of OPC and blended cements, *Cemento* 82 (1985) 85–94.

cinza de casca de aveia em 10% da massa do cimento mitigou o comportamento expansivo que a reação álcali-sílica tem.

Além da diferença entre os corpos de prova referência e os que continham a cinza, a análise estatística também apurou que existe diferença significativa entre as expansões dos corpos de prova no tempo. O que é de se esperar, pois a reação que está sendo estudada é uma reação de expansão com o tempo. Este comportamento progressivo pode ser observado na Figura 66.

4.9.2 Análise amostral através dos parâmetros da NBR 15577-4

A NBR 15577-4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b) apresenta na seção de resultados um desvio relativo máximo, para resultados de expansão acima de 0,1% aos 30 dias, de no máximo 20% da média dos três ensaios. Caso esse desvio for superior a 20%, deve-se eliminar esse dado e recalcular a média. Na Tabela 21 é apresentado os valores restantes após a exclusão dos resultados que extrapolam o limite da norma.

Tabela 21 - Dados de expansão de argamassas após exclusão

Dias	REF 1 (%)	REF 2 (%)	REF 3 (%)	800 1 (%)	800 2 (%)	800 3 (%)	Média REF (%)	Média 800 (%)
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,050		0,072	0,018	0,014		0,061	0,016
8	0,112	0,111		0,074	0,078		0,112	0,076
12	0,236	0,238		0,153	0,120	0,139	0,237	0,137
16	0,239	0,258		0,173	0,221	0,210	0,248	0,201
19	0,289	0,311		0,224	0,215	0,258	0,300	0,232
22	0,333	0,329		0,251	0,247	0,289	0,331	0,262
26	0,331	0,377		0,278	0,275	0,325	0,354	0,292
30	0,386	0,416	0,518	0,302	0,332	0,347	0,440	0,327

fonte: elaborado pelo autor

Como era de se esperar, grande parte dos resultados obtidos na argamassa de referência 3 foram excluídos pois se encontravam demasiadamente em desacordo com os demais resultados obtidos através da mesma argamassa. Entretanto, o resultado de expansão aos 30 dias, apesar de apresentar grande discrepância com os outros dois, não fugiu do limite estabelecido pela norma. Portanto, o valor de expansão aos 30 dias permaneceu igual ao anterior, (0,440%) sem esse critério de exclusão. Já a expansão aos 16 dias apresentou uma diferença, passando de

0,306% para 0,248%. Portanto, segundo a NBR 15577-4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b) os percentuais de expansão são os apresentados na Tabela 21.

Comparando os resultados de 30 dias com o limite da NBR 15577-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a), todos os exemplares (referência e CPs com adição de CCA800) apresentaram valores de expansão superiores ao limite postulado pela norma, que é de 0,19%. Portanto, apesar de ajudar na mitigação da Reação álcali-silica, a adição da CCA800 em 10% em massa não trouxe a expansão do CP a um nível aceitável pela NBR 15577-1 e deverá ainda passar por outras medidas mitigatórias para sua utilização.

Por fim, a norma pede a apresentação do teor de álcalis em Na_2O equivalente presente nas barras. As primeiras barras, constituídas da argamassa de referência é de 1,105%, já nas barras utilizando a cinza calcinada a 800°C o teor de Na_2O equivalente é igual 1,929%.

4.10 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE PASTAS DE CIMENTO

A resistência à compressão dos corpos de prova de pasta de cimento obtidos no ensaio executado a 28 dias, utilizando como material cimentício suplementar as cinzas de casca de aveia está apresentada na Tabela 22. Na nomenclatura da amostra, o primeiro dado que aparece é se ele é uma referência ou a temperatura de calcinação do material cimentício suplementar. Depois, se for referência, aparece a ordem de ruptura de cada um dos corpos de prova, se for uma amostra com adição, aparecerá o percentual incorporado na mistura dessa adição, seja ele 5 ou 10% e por fim, aparecerá a ordem de ruptura dos corpos de prova dessa amostragem.

Na coluna seguinte, é demonstrada a tensão de ruptura à compressão em MPa do corpo de prova. Para chegar no resultado obtido na tabela em MPa, foram tomadas três medidas de diâmetro dos corpos de prova e duas medidas de comprimento. Com isso, foi feita uma relação de altura/diâmetro e aplicado um fator de correção de acordo com a NBR 5739 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018d). Apesar das amostras não serem especificamente de concreto e sim pastas de cimento, o comportamento da carga de ruptura do corpo de prova da pasta de cimento também é influenciado pela forma do prisma, portanto, optou-se por utilizar esse mesmo fator de correção. A tabela com as medidas dos corpos de prova, cargas em kN e fatores de correção estão dispostas no Apêndice C.

A terceira coluna da Tabela 22 identifica o valor da coluna seguinte. Nessa coluna estão sempre em ordem: Média e Desvio Padrão, apresentados em MPa e coeficiente de variação, em percentual, de cada um dos grupos amostrais. Para melhor identificação, a tabela conta com cores diferentes para cada um dos grupos.

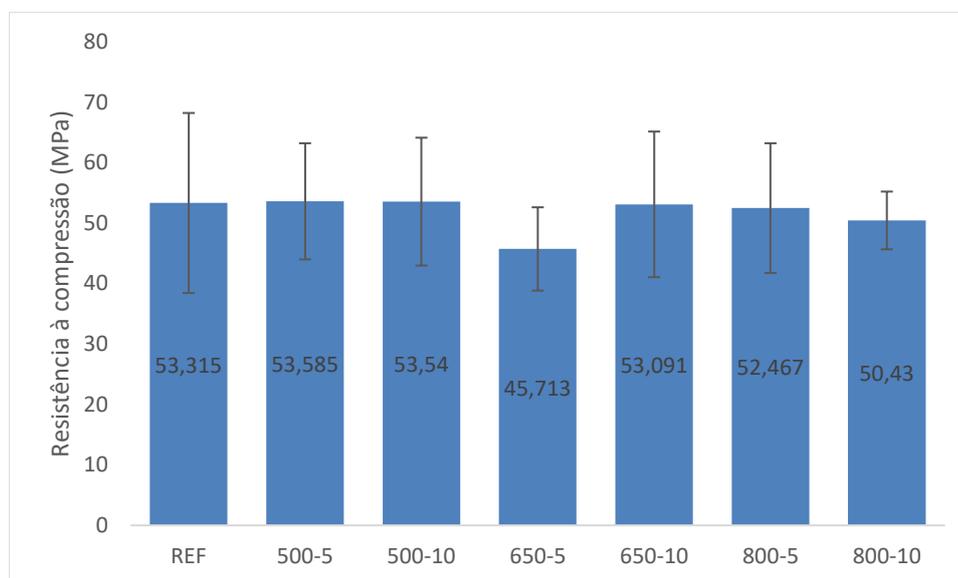
Tabela 22 - Resistência à compressão de CPs utilizando cinzas de casca de aveia

Corpo de Prova	Tensão de ruptura (MPa)		
Ref 1	65,508	Média	53,315
Ref 2	36,724	Sd	14,888
Ref 3	57,712	Cv	27,9%
500-5-1	67,104		
500-5-2	56,764	Média	53,585
500-5-3	53,182	Sd	9,610
500-5-4	50,112	Cv	17,9%
500-5-5	40,766		
500-10-1	57,10		
500-10-2	46,45	Média	53,540
500-10-3	66,67	Sd	10,576
500-10-4	57,84	Cv	19,8%
500-10-5	39,63		
650-5-1	47,770		
650-5-2	47,193	Média	45,713
650-5-3	55,452	Sd	6,892
650-5-4	39,628	Cv	15,1%
650-5-5	38,523		
650-10-1	49,970		
650-10-2	42,718	Média	53,091
650-10-3	52,445	Sd	12,042
650-10-4	46,701	Cv	22,7%
650-10-5	73,621		
800-5-1	45,499		
800-5-2	45,372	Média	52,467
800-5-3	51,349	Sd	10,732
800-5-4	71,133	Cv	20,5%
800-5-5	48,983		
800-10-1	48,1937		
800-10-2	56,8103	Média	50,430
800-10-3	47,3235	Sd	4,777
800-10-4	45,7057	Cv	9,5%
800-10-5	54,1181		

fonte: elaborado pelo autor

Além da tabela, é apresentado na Figura 67 graficamente os resultados de médias e desvio padrão das amostras.

Figura 67 - Resistências médias à compressão axial e desvio padrão amostral das pastas de cimento



fonte: elaborado pelo autor

A análise estatística da amostra de tensão de ruptura à compressão de pastas de cimento será apresentada mais a diante. Contudo, é interessante já ressaltar alguns dados que estão presentes na Tabela 22. Com relação as médias, todas encontram-se em torno de 50 a 53 MPa, exceto pela amostra com adição de 5% de cinzas calcinadas a 650°C, que apresenta um resultado de aproximadamente 45MPa, aproximadamente 8 MPa a menos que a amostra referência, ou 14,26% inferior ao resultado do controle.

As cinzas de 500°C apresentaram praticamente o mesmo valor tanto na adição de 5%, quanto na adição de 10% nas pastas de cimento. Resistência essa que está aproximadamente igual aos valores obtidos para os corpos de prova referência. Porém, o que mais chama atenção nesse primeiro conjunto de dados é a diminuição do desvio padrão e coeficiente de variação dos resultados. Os corpos de prova referência tiveram um desvio padrão igual a 14,888 MPa e coeficiente de variação de 27,9%. Já os resultados obtidos com adição desta cinza, baixou os valores para o desvio padrão para 9,610 MPa e 10,576MPa e o coeficiente de variação para 17,9% e 19,8% para as cinzas com adição de 5% e 10% respectivamente.

Observando as cinzas que foram obtidas através da calcinação a 650°C temos um comportamento semelhante no que diz respeito a diminuição da variabilidade amostral. Os corpos de prova que tiveram adição de 5% dessa cinza tiveram um desvio padrão igual a 6,892 MPa e um coeficiente de variação de 15,1%. Quando a adição foi maior, igual a 10% da massa de cimento, esse desvio padrão aumentou, seguindo o mesmo comportamento da cinza de 500°C, para 12,042 MPa e o coeficiente de variação subiu para 22,7%.

Entretanto nas cinzas de 800°C esse comportamento de aumentar o desvio padrão e coeficiente de variação conforme aumenta o percentual de adição não se mantém. Nestas cinzas, com adição de 5% o desvio padrão apresentou um valor igual a 10,732 MPa e um coeficiente de variação de 20,5%. Já os corpos de prova incorporando maior teor de adições, apresentaram o menor valor de desvio padrão e coeficiente de variação de todas as amostras, com valores de 4,777 MPa e 9,5%.

4.10.1 Análise de variância (ANOVA)

Conforme foi apresentado no item 3.4.10, foram moldados cinco corpos de prova para cada temperatura de calcinação da amostra e percentual de adição. Para os corpos de prova do referência, sem adição de cinzas, foram moldados somente três, pois durante o preparo dos corpos de prova, foi contaminada parte da pasta e esta precisou ser descartada. Portanto, foram adicionados dois novos resultados estatisticamente dependentes, cujos valores são iguais à média dos outros três valores obtidos experimentalmente com o intuito de deixar todas as amostras com números iguais de resultados. Além disso, foi replicada na Tabela 23, para as três colunas, os valores respectivos aos corpos de prova referência, dessa forma, poder-se-á realizar a análise estatística de forma mais adequada.

Tabela 23 - Tabela de dados utilizados na análise de variância

	500	650	800
0%	65,508	65,508	65,508
	36,724	36,724	36,724
	57,712	57,712	57,712
	53,315	53,315	53,315
	53,315	53,315	53,315
5%	67,104	47,770	45,499
	56,764	47,193	45,372
	53,182	55,452	51,349
	50,112	39,628	71,133
	40,766	38,523	48,983
10%	57,105	49,970	48,194
	46,453	42,718	56,810
	66,669	52,445	47,323
	57,844	46,701	45,706
	39,627	73,621	54,118

fonte: Elaborado pelo autor

Nas colunas da Tabela 23 estão as temperaturas de calcinação e dispostas nas linhas, os percentuais de adição da cinza com relação à massa de cimento na mistura. A primeira linha, que apresenta o valor de 0% é referente aos corpos de prova referência, que não tiveram nenhuma adição na sua mistura. Depois, nas linhas seguintes estão os corpos de prova referentes aos percentuais de 5 e 10%. A Tabela 24 apresenta a ANOVA realizada para a base de dados da Tabela 23.

Tabela 24 - Análise de variância para os resultados de resistência à compressão

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>	<i>Signif.</i>
Amostra	57,359	2	28,6793	0,2976	0,7444	3,2594	NS
Temperatura	57,699	2	28,8494	0,2994	0,7431	3,2594	NS
Interações	151,944	4	37,9861	0,3942	0,8114	2,6335	NS
Erro	3468,719	36	96,3533				
Total	3735,72	44					

fonte: elaborado pelo autor

Através da análise de variância não foi possível provar estatisticamente que a adição de quaisquer das cinzas afeta o comportamento de resistência à compressão nos corpos de prova. Pode-se verificar que tanto para o percentual de adição, quanto à temperatura de calcinação o valor de “F” é menor que o “F crítico”, ou seja, não há diferença estatística entre as amostras.

Portanto, pode-se afirmar que a adição de cinzas de casca de aveia, de qualquer uma das três temperaturas avaliadas, em até 10% da massa do cimento, mantém as características de resistência à compressão de um mesmo corpo de prova de pasta de cimento fabricado sem adição.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo serão apresentadas as conclusões gerais deste trabalho, juntamente com as sugestões para trabalhos futuros que possam colaborar para o estudo de viabilidade técnica da utilização da cinza de casca de aveia como material cimentício suplementar.

5.1 CONCLUSÕES GERAIS

Os resultados obtidos neste trabalho demonstraram a variação no comportamento das cinzas de casca de aveia de acordo com a temperatura de calcinação delas. Em função da quantidade de cinza gerada em cada calcinação do material, não foi possível a realização de estudos em corpos de provas maiores, como é o caso do índice de pozolanicidade ou até mesmo compressão de corpos de prova de concreto ou argamassa. O rendimento deste material é da ordem de 3% a 5% da massa de casca in natura. Em cada calcinação era colocado aproximadamente 270 gramas para calcinação e obtinha-se, entre 9 e 13 gramas por queima, dependendo da temperatura utilizada para este processo.

Para o desenvolvimento desta pesquisa foi determinado um programa experimental visando ensaios que pudessem ser realizados com a menor quantidade de material possível, uma vez que a obtenção deste material foi dificultada pelo processo de calcinação do mesmo. Para tanto, focou-se em estudos de microestrutura. Porém, alguns ensaios de extrema importância necessitaram maior quantidade de material, como foi o caso do ensaio de compressão nas pastas e o ensaio de reação álcali-agregado. Para tanto foram preparadas 200 gramas de cada uma das cinzas para serem destinadas à pesquisa.

Foram avaliadas três temperaturas de calcinação (500°C; 650°C e 800°C) baseadas em trabalhos prévios com subprodutos agrícolas semelhantes (cinza de casca de arroz) uma vez que não foram encontrados trabalhos utilizando a casca de aveia na área de materiais de construção. Depois de calcinadas, foram moídas no moinho de bolas e depois passadas na peneira de malha 45µm, para então serem utilizadas nos ensaios.

Após a realização dos ensaios, nota-se uma clara diferenciação da cinza de 800°C com relação as outras duas. Esta apresentou menor área específica, maior granulometria, que são índices físicos que são correlacionados com menor reatividade do material. Além disso, apresentou

menor consumo de portlandita e água combinada nas termogravimetrias, tanto na pasta de cimento, quanto na pasta de hidróxido de cálcio, concluindo que ela apresentou menor quantidade de reações pozolânicas nas idades estudadas. O consumo de portlandita pôde ainda ser aferido com relação ao ensaio de Chapelle Modificado, onde a CCA800 apresentou o menor consumo das três cinzas estudadas, que representa uma menor reação entre a cinza e a Portlandita.

O mesmo resultado pode ser observado nos difratogramas. As cinzas em si, apresentaram menor amorficidade, com picos de sílica em forma de Cristalobalita bem definidos. Uma vez nas pastas de hidróxido de cálcio, as cinzas demonstraram maior quantidade de Portlandita remanescente, através de picos maiores relacionados à esse material e um pico de sílica remanescente da cinza utilizada para a fabricação da pasta. Nas pastas de cimento um halo amorfo sensivelmente menor, porém não foi feita uma análise quantitativa dos resultados de DRX e nelas não foi possível identificar diferenças significativas nos picos encontrados por causa da pequena quantidade de material adicionada frente ao cimento (máximo 10%).

As análises microscópicas realizadas apontaram para uma fusão da estrutura das cinzas de maior temperatura de calcinação. Onde os vazios que as outras temperaturas apresentaram em sua composição, já não existiam mais e seu aspecto é de uma estrutura mais densa. O que pode ser observado através do ensaio de picnometria, apontando para uma maior densidade desta cinza ($2,3892 \text{ g/cm}^3$). Essa fusão da estrutura da casca de aveia durante a calcinação também explica o porquê que houve uma área específica tão menor ($4,0337 \text{ m}^2/\text{g}$) com relação às demais ($15,9116 \text{ m}^2/\text{g}$ e $10,8784 \text{ m}^2/\text{g}$).

Contudo, apesar das diferenças presentes na microestrutura das pastas das diferentes cinzas, não foi possível aferir uma diferença significativa nos resultados de resistência à compressão de corpos de prova de pasta de cimento. Apesar dos corpos de prova utilizados terem sido fabricados com capeamento de pasta de cimento, para evitar interferência do operador no preparo da superfície de contato e potes idênticos de plástico para manter uniformidade, houve uma alta variabilidade nos resultados, tendo coeficientes de variabilidade variando de 9,5% a 27,9%, o que levou à resultados inconclusivos, pois a variabilidade dos resultados foi superior à diferença de resistência à compressão das pastas analisadas.

Com relação aos elementos químicos presentes, todas as cinzas obtiveram resultados parecidos, com pequenas variações no percentual de sílica, com a CCA800 com uma quantidade um pouco

acima das outras duas, contudo, não foi suficiente para causar diferenças no comportamento da cinza nas pastas de cimento e hidróxido de cálcio. Nota-se uma diferença grande na quantidade de matéria orgânica presente nas cinzas, com as cinzas de maior temperatura de calcinação apresentando menor quantidade de matéria orgânica (5,304% CCA 800; 8,800% CCA650 e 14,160% CCA500).

Com esses dados em mente, ao observarmos os resultados obtidos no ensaio de calorimetria, podemos concluir que o fator que mais interferiu no desenvolvimento da hidratação nas primeiras idades foi a quantidade de matéria orgânica presente nas cinzas. Uma vez que as pastas com maiores teores de cinzas sofreram maiores retardos no início da pega e no calor total de hidratação. Bem como, as pastas com cinzas com maior quantidade de matéria orgânica apresentaram maiores alterações no tempo de pega. A presença de álcalis também afeta a pega do cimento, contudo, esse fator demonstrou menor relevância no estudo apresentado.

Os dados de calorimetria corroboram os resultados encontrados previamente no ensaio de reação álcali-agregado/álcali-sílica, pois a CCA80 foi a única cinza que produziu uma argamassa que fosse passível de ser desmoldada no tempo do ensaio (24 horas depois da moldagem). As outras duas argamassas feitas com as cinzas CCA500 e CCA650, ao serem removidas do molde, quebraram, impossibilitando a realização do ensaio. Estas duas pastas têm seu início de pega, segundo a metodologia determinada pela ASTM C1679/17, em 24:57 horas para CCA 500 e 20:21 horas para CCA650, portanto, quando foi realizado o procedimento de desmolde, de fato, pode-se concluir que as reações de hidratação tinham somente começado e estas não possuíam resistência adequada para o desmolde.

O ensaio de RAA foi realizado de acordo com a metodologia da NBR 15577-4 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018b) e testado estatisticamente, confrontando com uma argamassa referência, sem adição de cinzas, a partir das três repetições provenientes das três barras moldadas para cada argamassa testada. No ensaio foi possível concluir que apesar do aumento de álcalis presentes na mistura, o percentual de expansão das barrinhas de argamassa diminuiu estatisticamente com relação à argamassa produzida sem adição e com cimento CPV. Essa diminuição da expansão da argamassa está ligada ao efeito pozolânico que a cinza tem na mistura, capturando os íons álcalis presentes na mistura, contudo não apresentou, por si só, resultados suficientes para não ultrapassar o limite estabelecido pela NBR 15577-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2018a).

No que diz respeito às cinzas CCA500 e CCA650, os resultados obtidos através do programa experimental não diferem tanto e em alguns ensaios uma foi superior e em outros ensaios a outra se tornou mais viável tecnicamente. Comparando índices físicos, a CCA500 apresentou maior diâmetro médio de partículas ($13,55\mu\text{m}$) e maior área específica ($15,8134\text{ m}^2/\text{g}$) do que a CA650, que apresentou diâmetro médio de $10,00\ \mu\text{m}$ e $10,9167\text{ m}^2/\text{g}$. Esses aparentes resultados contraditórios de maior superfície específica e maior diâmetro médio são explicados pela fusão da estrutura da cinza, levando à uma matriz mais densificada, perdendo muito da porosidade encontrada. Através dos ensaios de MEV, é possível verificar que conforme há o aumento de temperatura, há uma alteração da estrutura das cinzas. Essa densificação da matriz é encontrada também através dos resultados de picnometria, onde a CCA500 apresentou um resultado de $2,2074\text{ g}/\text{cm}^3$ enquanto a CCA650 teve um resultado de $2,3764\text{ g}/\text{cm}^3$.

Com relação aos ensaios de microestrutura conduzidos, na difração de raio X, as cinzas de menor temperatura de calcinação apresentam maior amorficidade, portanto, um maior potencial de reatividade. Contudo, nas pastas de cimento, não foi possível identificar alterações no comportamento dos picos. Já para as pastas de hidróxido de cálcio, a CCA500 apresentou menores picos de portlandita, contudo, apresentou maiores picos de calcita. Portanto, não pode-se afirmar que houve de fato um consumo maior dessa portlandita e por consequência, maiores reações pozolânicas, pois esse dado se confunde com a interferência de carbonatação da amostra.

Na TG, através da quantificação de água combinada e portlandita presente nas pastas de cimento e não foi possível ter uma conclusão assertiva de qual cinza tem melhor comportamento, pois os resultados ora são melhores para a CCA500, ora são melhores para CCA650. Contudo através dos ensaios realizados nas pastas de hidróxido de cálcio, pôde-se identificar que a CCA500 apresentou melhor desempenho com relação à CCA650 pela quantidade de água combinada e quantidade de portlandita na amostra. Já o ensaio de Chapelle Modificado apresentou um maior consumo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ para a CCA650 do que a CCA500, contrariando os resultados obtidos na TG das pastas de hidróxido de cálcio.

Com relação aos óxidos encontrados nas cinzas, pouca diferença é notada, a maior delas é na quantidade de matéria orgânica presente nas cinzas (confirmado pela TG das cinzas, demonstrando uma maior perda de massa total para as cinzas de maior temperatura), uma vez que os principais constituintes das cinzas mantêm basicamente as mesmas proporções. (48,8%

de sílica na CCA500 contra 49,8% de sílica na CCA650 e 16% de potássio na CCA500 versus 15,3% de potássio na CCA650).

Essa diferença na matéria orgânica, assim como foi na CCA800, foi a grande responsável pela variação na hidratação das idades menores das pastas de cimento. A CCA500 possuiu um início de pega superior a um dia com adição de 10% de cinzas (24:57 horas) e a CCA650 apresentou 20 horas para o início da pega. Cada vez mais, com o ritmo acelerado das construções, exigindo resistências elevadas com baixas idades para poder fazer a desforma de elementos estruturais o mais rápido o possível, materiais que provocam aumentos significativos no período de indução acabam perdendo espaço pelo efeito deletério de aumento no tempo da pega que ele acaba trazendo. Ainda, a quantidade de calor total emitida pelas amostras foi no menor conforme a foi adicionado cinzas e conforme a quantidade de matéria orgânica presente no sistema

Por fim, com relação às propriedades estruturais, não foi possível identificar diferenças estatísticas entre as pastas contendo as duas cinzas, portanto, pode-se dizer que possuem similares características.

Em suma, pode-se afirmar que as cinzas calcinadas à 800°C possuem menor reatividade que as outras duas cinzas analisadas. Já as outras duas cinzas possuem características semelhantes, porém, a cinza CCA500 possui leve vantagem, apesar do maior tempo de início de pega, pois em todas análises de pasta CH-cinza ela apresentou melhores resultados, no difratograma, possuiu maior amorficidade e menor fusão da sua estrutura, permitindo maior reatividade. Além de que o processo de beneficiamento da cinza CCA500 tem menor custo, pois, precisamos atingir menor patamar de temperatura para obtenção do material, o que leva à um menor impacto ambiental também. Desta forma, pode-se afirmar, que das três cinzas testadas, a CCA500 apresentou melhor desempenho técnico, em sequência a CCA650 e por fim, a CCA800.

A Tabela 25 apresenta um resumo de todos os ensaios realizados com as cinzas de casca de aveia e seus resultados resumidamente. Nela também é apresentado um esquema de cores para identificar qual das três cinzas teve melhor desempenho (verde), desempenho intermediário (amarelo) e pior desempenho (vermelho) em cada um dos ensaios.

Tabela 25 - Resumo de resultados dos ensaios conduzidos

Ensaio	Característica procurada no ensaio	CCA500	CCA650	CCA800
FRX	Maior percentual de Cálcio, Sílica, Alumina e Ferro, menor teor de álcalis, cloretos, sulfatos, magnésio e matéria orgânica	5,028% Ca; 48,843% Si; 0,5407% Al; 0,3456% Fe; 16,005% K; 3,3232% S; 1,7163 Cl; 0,9155% Mn; 14,160% M.O.	4,9763% Ca; 49,7640% Si; 0,7756% Al; 0,3945% Fe; 15,3923% K; 2,8093% S; 1,7163 Cl; 1,1501% Mg; 8,8794% M.O.	5,5760% Ca; 53,6068% Si; 0,9973% Al; 0,4654% Fe; 14,1937% K; 2,0969% S; 1,7163 Cl; 1,1214% Mg; 5,3035% M.O.
Picnometria	Menor densidade	2,2074 g/cm ³	2,3764+- 0,0038 g/cm ³	2,3892+-0,0025 g/cm ³
MEV	Formas arredondadas pela questão da trabalhabilidade e não fusão da estrutura	Estrutura normal	Começo de fusão da cinza (mais densa)	Estrutura já fundida (mais densa)
MEV-EDC	Maior percentual de Si+Al+Fe e menor teor de matéria orgânica	Si, K, O, Ca	Si, O, K, Ca	Si, O, K, Ca
BET	Maior área específica	15,8134	10,9167	4,0337
Granulometria	Menor tamanho de grão (Diâmetro médio de partículas)	13,55 µm	10,00 µm	16,36 µm
DRX	Maior amorficidade das amostras	Sílica amorfa, sem picos de sílica	Início de picos correspondentes à sílica	Sílica em forma cristalina. Menor amorficidade
DRXcim	Menores picos de Portlandita, maior presença de halo amorfo referente ao C-S-H	Comparativamente à incorporação das cinzas, não alterou o padrão difratométrico da pasta referência (sem cinzas)	Comparativamente à incorporação das cinzas, não alterou o padrão difratométrico da pasta referência (sem cinzas)	Comparativamente à incorporação das cinzas, não alterou o padrão difratométrico da pasta referência (sem cinzas)
DRXch	Menores picos de Portlandita, maior presença de halo amorfo referente ao C-S-H e menor pico referente à sílica das cinzas (quando aplicável)	Menor pico de Portlandita e maior Pico de Calcita	Pico intermediário de Portlandita e de Calcita	Presença ainda do pico cristalino de Cristalobalita, maiores picos de Portlandita na idade de 28 dias

Ensaio	Característica procurada no ensaio	CCA500	CCA650	CCA800
TG	Menor perda de massa até temperatura de calcinação e menor quantidade de material orgânico presente (mais importante)	Perda de 5% da massa até temperatura de calcinação e 14,3% de matéria orgânica presente	Perda de 7% de massa até temperatura de calcinação e 9,1% de matéria orgânica presente	Perda de 4,5% de massa até temperatura de calcinação e 5,5% de matéria orgânica presente
TGcim	Menor quantidade de Portlandita e maior percentual de água combinada	Água combinada 21,24g/100g pasta (5%) 21,71g/100g pasta (10%); Portlandita 16,84g/100g pasta (5%) 16,53g/100g pasta (10%)	Água combinada 21,63g/100g pasta (5%) 21,33g/100g pasta (10%); Portlandita 17,96g/100g pasta (5%) 14,31g/100g pasta (10%)	Água combinada 21,42g/100g pasta (5%) 21,09g/100g pasta (10%); Portlandita 18,55g/100g pasta (5%) 18,50g/100g pasta (10%)
TGch	Menor quantidade de Portlandita e maior percentual de água combinada	Água combinada 19,61g/100g pasta, Portlandita 8,69g/100g pasta	Água combinada 17,35g/100g pasta, Portlandita 9,53g/100g pasta	Água combinada 14,43g/100g pasta, Portlandita 15,21g/100g pasta
Chapelle	Maior consumo de hidróxido de cálcio	792,92 mg/g	1086,62 mg/g	691,15 mg/g
Calorimetria	Menor alteração no tempo de pega, menor valor máximo do fluxo de calor, menor quantidade de calor total liberado	Tempo de início de pega igual a 17:35 horas (5%) e 24:57 horas (10%) e Calor de hidratação igual a 173,82 J/g (5%) e 163,92 J/g (10%)	Tempo de início de pega igual a 14:57 horas (5%) e 20:21 horas (10%) e Calor de hidratação igual a 175,67 J/g (5%) e 172,95 J/g (10%)	Tempo de início de pega igual a 9:32 horas (5%) e 12:07 horas (10%) e Calor de hidratação igual a 179,05 J/g (5%) e 174,09 J/g (10%)
RAA	Menor expansão possível	Não apresentou resistência para desmoldagem	Não apresentou resistência para desmoldagem	Expansão menor que referência estatisticamente
Compressão	Maior valor de resistência à compressão	Estatisticamente iguais	Estatisticamente iguais	Estatisticamente iguais

fonte: elaborado pelo autor

Apesar do melhor desempenho da CCA 500 não é recomendado sua utilização em pastas/argamassas e concretos ainda, pois é necessário que sejam desenvolvidas mais pesquisas para compreender melhor o seu comportamento numa matriz cimentícia. O ensaio de RAA não foi possível de ser realizado por causa da falta de resistência da argamassa no dia da desmoldagem e é um ensaio de suma importância devido ao elevado percentual de álcalis. Cabe salientar que os resultados obtidos na CCA 800 apontam que o efeito pozolânico mitiga o processo de expansão da RAA, contudo, necessita essa análise.

Além disso, devido ao elevado tempo de início de pega, não se recomenda a sua utilização em elementos estruturais que se deseja uma rápida desforma e conseqüente carregamento da estrutura. Em climas frios essa característica de retardo de pega pode levar a tempos maiores de cura. Em climas quentes, como há um encurtamento do tempo de indução, as cinzas de casca de aveia podem ajudar a mitigar tais condições.

No demais, a adição de até 10% de cinzas de casca de aveia não prejudica o comportamento da matriz cimentícia e apresenta potencial de aplicação no futuro. Para a viabilização da utilização das cinzas de casca de aveia como material cimentício suplementar, o item 5.2 apresenta sugestões de pesquisas futuras para melhor compreensão do comportamento deste material na matriz cimentícia.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

De forma a proporcionar direcionamento à continuidade deste trabalho, este item apresenta sugestões de trabalhos que a comunidade acadêmica e científica poderá fazer para compreender melhor o comportamento das cinzas de casca de aveia como adição ao cimento e procurar melhores resultados com este material.

- i. Estudo de idades mais avançadas das pastas de cimento e hidróxido de cálcio para melhor compreensão dos efeitos de longo prazo que a incorporação das cinzas de casca de aveia podem trazer para a matriz cimentícia;
- ii. Utilização de cinzas provenientes de utilização como fonte de energia, sem queima controlada e em fornos específicos para tal, como fornos de leito fluidizado para compreender a influência do tipo de queima nas cinzas e as suas propriedades;
- iii. Pesquisar maneiras de mitigação dos efeitos deletérios de aumento do tempo de indução na hidratação do cimento, com fim de viabilizar tecnicamente a solução;

- iv. Estudar comportamento das cinzas calcinadas à temperaturas menores que 500°C, pois, a partir dos resultados obtidos na difração de raio X, é possível que temperaturas de queimas inferiores possam apresentar materiais com maior amorficidade e por consequência, maior reatividade;
- v. Avaliar comportamento das pastas/argamassas utilizando as cinzas de casca de aveia em maior percentual de adição. Como havia um percentual limitado deste material, a pesquisa delimitou-se a até 10% de adição das cinzas no cimento;
- vi. Realização de ensaios RAA em diferentes percentuais de adição para as cinzas CCA500 e CCA650 a fim de identificar possíveis comportamentos indesejados das cinzas na matriz cimentícia;
- vii. Realização de ensaios em argamassa e em concreto das cinzas de casca de aveia, para caracterização “macro” do material;
- viii. Realizar calcinação em outros tipos de fornos a fim de entender a influência do tipo de forno na calcinação deste material;
- ix. Realizar calcinação do material com diferentes incrementos de temperatura (°C/min) e diferentes tempos de patamar a fim de entender a influência destas variáveis.

REFERÊNCIAS

- ABEDI, A.; DALAI, A. K. Study on the quality of oat hull fuel pellets using bio-additives. **Biomass and Bioenergy**, v. 106, p. 166-175, 2017.
- ACHARYA, B.; DUTTA, A.; MAHMUD, S.; TUSHAR, M.; LEON, M. Ash Analysis of Poultry Litter, Willow and Oats for Combustion in Boilers. **Journal of Biomass to Biofuel**, v. 1, p. 16-26, 2014.
- AL-NAIEMA, I.; ESTILLORE, A. D.; MUDUNKOTUWA, I. A.; GRASSIAN, V. H.; STONE, E. A. Impacts of co-firing biomass on emissions of particulate matter to the atmosphere. **Fuel**, v. 162, p. 111-120, 2015.
- ANDERSSON, A. A. M.; BÖRJESDOTTER, D. Effects of environment and variety on content and molecular weight of b-glucan in oats. **Journal of Cereal Science**, v. 54, p. 122-128, 2011.
- ANTONI, M.; ROSSEN, J.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. **Cement and Concrete Research**, v. 42, p. 1579–1589, 2012.
- ARVANITI, E. C.; JUENGER, M. C. G.; BERNAL, S. A.; DUCHESNE, J.; COURARD, L.; LEROY, S.; PROVIS, J. L.; KLEMM, A.; DE BELIE, N. Determination of particle size, surface area, and shape of supplementary cementitious materials by different techniques. **Materials and Structures**, v. 48, p. 3687-3701, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739**: Concreto – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2018d.
- _____. **NBR 12653**: Materiais Pozolânicos - Requisitos. Rio de Janeiro, 2014.
- _____. **NBR 15577-1**: Agregados – Reatividade álcali-agregado Parte 1: Guia para avaliação da reatividade potencial e medidas preventivas para uso de agregados em concreto. Rio de Janeiro, 2018a.
- _____. **NBR 15577-4**: Agregados – Reatividade álcali-agregado Parte 4: Determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado. Rio de Janeiro, 2018b.
- _____. **NBR 15895**: Materiais pozolânicos - Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado - Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010.
- _____. **NBR 16697**: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018c.
- _____. **NM 18**: Cimento Portland – Análise Química – Determinação de Perda ao Fogo. Rio de Janeiro, 2012.
- _____. **NM 23**: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da Massa específica. Rio de Janeiro, 2000.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM C1679/17**: Standard Practice for Measuring Hydration Kinetics of Hydraulic Cementitious Mixtures Using Isothermal Calorimetry, ASTM International, West Conshohocken, 2017.
- BANERJEE, S.; SHARMA, G. C.; GUATAM, R. K.; CHATTOPADHYAYA, M. C.; UPADHYAY, S. H.; SHARMA, Y. C. Removal of Malachite Green, a hazardous dye from aqueous solutions using *Avena sativa* (oat) hull as a potential adsorbent. **Journal of Molecular Liquids**, v. 213, p. 162-172, 2016.

- BICER, A. Effect of fly ash particle size on thermal and mechanical properties of fly ash-cement composites. **Thermal Science and Engineering Progress**, v. 8, p. 78-82, 2018.
- BIE, R.; SONG, X.; LIU, Q.; JI, X.; CHEN, P. Studies on effects of burning conditions and rice husk ash (RHA) blending amount on the mechanical behavior of cement. **Cement & Concrete Composites**, v. 55, p. 162-168, 2015.
- BOCZKOWSKA, M.; PODYMA, W.; LAPINSKI, B. Oat. In: SINGH M.; UPADHYAYA H. **Genetic and Genomic Resources For Cereals Improvement**, 1 ed. 2016. p. 159-225.
- CHAUNSALI, P.; UYEGI, H.; OSMUNDSSEN, R.; LARACY, M.; POINOT, T.; OCHSENDORF, J.; OLIVETTI, E. Mineralogical and microstructural characterization of biomass ash binder. **Cement and Concrete Composites**, v. 89, p. 41-51, 2018.
- CHUANG, C. L.; FAN, M.; XU, M.; BROWN, R. C.; SUNG, S.; SAHA, B.; HUANG, C. P. Adsorption of arsenic(V) by activated carbon prepared from oat hulls. **Chemosphere**, v. 61, p. 478-483, 2005.
- CO₂ and Climate Protection. **World Business Council For Sustainable Development (WBCSD)**, 2018. Disponível em: <www.wbcscement.org/index.php/key-issues/climate-protection>.
- CORDEIRO, G. C.; KURTIS, K. E. Effect of mechanical processing on sugar cane bagasse ash pozzolanicity. **Cement and Concrete Research**, v. 97, p. 41-49, 2017.
- CORDEIRO, L. N. P. **Análise da variação do índice de amorfismo da cinza da casca de arroz sobre a atividade pozolânica**. 2009. 97p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.
- COSTA, E. B. **Aproveitamento do resíduo de anodização do alumínio na produção do cimento sulfoaluminato de cálcio belítico**. 2013. 160p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.
- COSTA, E. B. **Aproveitamento de cinza pesada e lodo de anodização do alumínio para a produção do cimento sulfoaluminato de cálcio belítico**. 2016. 188p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.
- DAL MOLIN, D. C. C. Adições minerais. In: ISAIA, G. C. **Concreto: Ciência e tecnologia**. São Paulo: IBRACON, 2011. Cap. 8, p. 261-310.
- DE MORI, C.; FONTANELI, R. S.; SANTOS, H. P. dos. **Aspectos econômicos e conjunturais da cultura da aveia**. Passo Fundo: Embrapa Trigo, 26 p, 2012. Disponível em: <http://www.cnpt.embrapa.br/biblio/do/p_do136.htm>. Acesso em: 05/08/2018.
- DESCHNER, F.; WINNEFELD, F.; LOTHEMBACH, B.; SEUFERT, S.; SCHWESIG, P.; DITTRICH, S.; GOETZ-NEUNHOEFFER, F.; NEUBAUER, J. Hydration of Portland cement with high replacement by siliceous fly ash. **Cement and Concrete Research**, v. 42, p. 1389-1400, 2012.
- FAJUN, W.; GRUTECK, M. W.; ROY, D. M.; The retarding effects of fly ash upon the hydration of cement pastes: the first 24 hours. **Cement and Concrete Research**, v. 15, p. 174-184, 1985.

FAN, M.; MARSHALL, W.; DAUGAARD, D.; BROWN, R. C. Steam activation of chars produced from oat hulls and corn stover. **Bioresource Technology**, v. 93, p. 103- 107, 2004.

FAOSTAT, 2018. **Production Crops**. Statistics division of food and agriculture organization of the United Nations. 2018. Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC>>. Acesso em 13/07/2019.

FEDERIZZI, L. C.; PACHECO, M. T.; NAVA, I. C. URS Brava: a new oat cultivar with partial resistance to crown rust. **Crop Breeding and Applied Biotechnology**, v. 15, p. 197-202, 2015.

FLOSS, E. L. Aveia. In: BAIER, A. C.; FLOSS, L. E.; AUDE, M. I. **As lavouras de inverno**. Rio de Janeiro: Globo, p. 17-74, 1988.

FOLETO, E., L.; HOLFMANN, R.; HOLFMANN, R., S.; PORTUGAL JUNIOR, U., L.; JOHN, S., L. Aplicabilidade das Cinzas da Casca de Arroz. **Química Nova**, v. 28, n. 6, p.1055-1060, 2005.

FURLAN, L. G.; DUARTE, U. L.; MAULER, R. S. Avaliação das propriedades de compósitos de polipropileno reforçados com casca de aveia. **Química Nova**, v. 35, n. 8, p. 1499-1501, 2012.

GEHLEN, G. S.; PINZ, C.; LIMA, A.; SILVA, J. Caracterização de casca de aveia, caroço de azeitona e caroço de pêsego para fins energéticos. In: FÓRUM INTERNACIONAL DE RESÍDUOS SÓLIDOS, n 7, 2016, Porto Alegre. **Anais...**, Porto Alegre, 2016. Não Paginado.

GIESE, A. C. H.; SILVESTRO, L.; GUARNIERI, L.; DAL MOLIN, D. C. C.; MASUERO, A. B. Caracterização da cinza da casca de aveia para a utilização como substituição parcial ao cimento. In: Congresso Brasileiro do Concreto, n. 59, 2017, Bento Gonçalves. **Anais...** Bento Gonçalves, 2017. Não Paginado.

GUDMUNDSSON, G.; OLAFSSON, H. Alkali-silica reactions and silica fume 20 years of experience in Iceland. **Cement and Concrete Research**, v. 29, p. 1289-1297, 1999.

HOLANDA, F. do C. **Influência do fósforo proveniente do fosfogesso na hidratação inicial do cimento Portland em presença de aditivos superplastificantes**. 2015. 144p. Dissertação (Mestrado em Processos Industriais) – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, São Paulo, 2015.

HOPPE FILHO, J. Sistema cimento, cinza e cal hidratada: Mecanismo de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto. 2008. 318 f. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Indicadores IBGE: Estatística da Produção Agrícola**, fevereiro 2017. Disponível em: <ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao_Agricola/Fasciculo_Indicadores_IBGE/estProdAgr_201702.pdf>. Acesso em 19/08/2018.

ISAIA, G. C.; GASTALDINI, A. L.; MEIRA, L.; DUART, M.; ZERBINO, R. Viabilidade do emprego de cinza de casca de arroz natural em concreto estrutural. Parte I: propriedades mecânicas e microestrutura. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 10, n. 1, p. 121-137, jan/mar 2010.

ICHIKAWA, T. Alkali-silica reaction, pessimum effects and pozzolanic effect. **Cement and Concrete Research**. v. 39, p. 716-726, 2009.

JAMES, J.; RAO, M. S. Reactivity of rice husk ash. **Cement and Concrete Research**. v. 16, p. 296-302, 1986.

JUENGER, M.; PROVIS, J. L.; ELSSEN, J.; MATTHES, W.; HOOTON, R. D.; DUCHESNE, J.; COURARD, L.; HE, H.; MICHEL, F.; SNELLINGS, R.; BELIE, N. de. Supplementary Cementitious Materials for Concrete: Characterization Needs. **Materials Research Society**, v. 1488, 2012.

KÚLP, K, **Handbook of Cereal Science and Technology, Second Edition, Revised and Expanded**, CRC Press, 2 ed. 2000.

LANGAN, B. W.; WENG, K.; WARD, M. A. Effect of silica fume and fly ash on heat of hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 32, p. 1045-1051, 2002.

LAWFORD, H. G.; ROUSSEAU, J. D.; TOLAN, J. S. Comparative Ethanol Productivities of Different Zymomonas Recombinants Fermenting Oat Hull Hydrolysate. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 91-93, 2001.

LE, H. T., SIEWERT, K.; LUDWIG, H. Alkali silica reaction in mortar formulated from self-compacting high performance concrete containing rice husk ash. **Construction and Building Materials**, v. 88, p. 10-19, 2015.

LEE, D.; PARK, H. Y.; KIM, S.; PARK, Y.; BANG, M.; IMM, J. Anti-adipogenic effect of oat hull extract containing tricetin on 3T3-L1 adipocytes. **Process Biochemistry**, v. 50, p. 2314-2321, 2015.

LOTHENBACH, B.; DURDZIŃSKI, P.; DE WEERDT, K. Thermogravimetric analysis. In: SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. **A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials**. New York: Taylor & Francis, 2016

MALHOTRA, V. M.; METHA, P. K.; **Pozzolanic and Cementitious Materials**. Canadá: Taylor & Francis, 1996.

MANTELLATO, S.; PALACIOS, M. FLATT, R. J. Reliable specific surface area measurements on anhydrous cements. **Cement and Concrete Research**, v. 67, p. 286-291, 2015.

MARSH, B. K.; DAY, R. L. Pozzolanic and cementitious reactions of fly ash in blended cement pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 18, p. 301-310, 1988.

MASUERO, A. B.; DAL MOLIN, D. C. C.; VILELA, A. C. F. Estabilização e viabilidade técnica da utilização de escórias de aciaria elétrica. **Ambiente Construído**, v. 4, n. 2, p. 57-81, abr/jun 2004.

METHA, P. K.; GJØRV, O. E. A New Test for Sulfate Resistance of Cements. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 2, n. 2, p. 510-514, nov 1974.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais**. 2 ed. São Paulo: IBRACON, 2014, 742 p.

MOURA, M. J.; FIGUEREDO, M. M. Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de *E. globulus*. **Silva Lusitana**, v. 10, p. 207-216, 2002.

NAGROCKIENÉ, D.; RUTKAUSKAS, A. The effect of fly ash additive on the resistance of concrete to alkali silica reaction. **Construction and Building Materials**, v. 201, p. 599-609, 2019.

NAKATA, Y.; SUZUKI, M.; OKUTANI, T.; KIKUCHI, M. AKIYAMA, T. Preparation and Properties of SiO₂ from Rice Hulls. **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v. 97, p. 830-836, 1989.

- NONAT, A. A Hidratação do Cimento. In: OLLIVIER, J.; VICHOT, A. **Durabilidade do Concreto: Bases científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente**. 1 ed. São Paulo: IBRACON, 2014
- ODLER, I.; Hydratation, Setting, and Hardening of Portland Cement. In: HEWLETT, P. C. **Lea's Chemistry of Cement and Concrete**. 4 ed. Oxford, UK: Elsevier, 2006, p. 241-297.
- OGAWA, K.; UCHIKAWA, H.; TAKEMOTO, K. The mechanism of the hydration in the system C₃S-Pozzolana. **Cement and Concrete Research**, v. 10, p. 683-696, 1980.
- OLIVEIRA, J. P.; BRUNI, G. P.; LIMA, K. O.; EL HALAL, S. L. M.; ROSA, G. S. da; DIAS, A. R. G.; ZAVAREZE, E. da R. Cellulose fibers extracted from rice and oat husks and their application in hydrogel. **Food Chemistry**, v. 221, p. 153-160, 2017.
- OWAID, H. M.; HAMID, R. B.; TAHA, M. R. A Review of Sustainable Supplementary Cementitious Materials as an Alternative to All-Portland Cement Mortar and Concrete. **Australian Journal of Basic and Applied Sciences**, v. 6, p. 287-303, 2012.
- PANDEY, A.; SOCCOL, C. R.; NIGAM, P.; SOCCOL, V. T. Biotechnological potential of agro-industrial residues. I: sugarcane bagasse. **Bioresource Technology**, v. 74, p. 69-80, 2000.
- PASCHOAL, G. B.; MULLER, C. M. O.; CARVALHO, G. M.; TISCHER, C. A.; MALI, S. Isolation and characterization of nanofibrillated cellulose from oat hulls. **Química Nova**, v. 38, n. 4, 478-482, 2015.
- PECCHIO, M. **A Influência do Fósforo, Enxofre e Estrôncio na mineralogia do clínquer Portland**. 2013. 100p. Dissertação (Mestrado em Mineralogia e Petrologia) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.
- Prêmio Eco Brasil 2013. Projeto Biomassa Geração de Energia Térmica pela queima da Casca de Aveia, PepsiCo Brasil, 2013. Disponível em: <<http://www.pepsico.com.br/pepsico-reduz-em-30-o-consumo-de-energia-na-fabrica-de-quaker-e-conquista-premio-eco-2013>>. Acesso em 23/08/18.
- QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. F.; COELHO, A. C. V.; CINCOTTO, M. A. Métodos de ensaio indiretos e método Chapelle direto para determinação do consumo de cal pelos materiais pozolânicos. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, v. 8, n. 1, p. 1-7, fev 2015.
- RAJAMMA, R.; BALL, R. J.; TARELHO, L. A. C.; ALLEN, G. C.; LABRINCHA, J. A.; FERREIRA, V. M. Characterization and use of biomass fly ash in cement-based materials. **Journal of Hazardous Materials**, v. 172, p. 1049-1060, ago 2009.
- REGO, J. H. da S. **As cinzas de casca de arroz (CCAs) amorfa e cristalina como adição mineral ao cimento: aspectos da microestrutura das pastas**. 2004. 274 p. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) - Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 2004.
- SCHÖLER, A.; LOTHENBACH, B.; WINNEFELD, F.; ZAJAC, M. Hydration of quaternary Portland cement blends containing blast-furnace slag, siliceous fly ash and limestone powder. **Cement and Concrete Composites**, v. 55, p. 374-382, 2015.
- SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. **A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials**. Florida: Taylor & Francis, 2016.
- SKIBA, E. A.; BAIBAKOVA, O. V.; BUDAeva, V. V.; PAVLOV, I. N.; VASILISHIN, M. S.; MAKAROVA, E. I.; SAKOVICH, G. V.; OVCHINNIKOVA, E. V.; BANZARAKTSAEVA, S. P.; VERNIKOVSKAYA, N. V.; CHUMACHENKO, V. A. Pilot

technology of ethanol production from oat hulls for subsequent conversion to ethylene. **Chemical Engineering Journal**, v. 329, p. 178-186, 2017.

SING, K. S. W.; EVERETT, D. H.; HAUL, R. A. W.; MOSCOU, L.; PIEROTTI, R. A., ROUQUEROL, J.; SIEMIENIEWSKA, T. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems. **Pure Applied Chemistry**, v. 57, p. 603-619, 1985.

SNELLINGS, R.; X-ray powder diffraction applied to cement. In: SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. **A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials**. New York: Taylor & Francis, 2016

SOARES, M. M. N. S. de; GARCIA, D. C. S.; FIGUEREDO, R. B.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Comparing the pozzolanic behavior of sugar cane bagasse ash to amorphous and crystalline SiO₂. **Cement and Concrete Composites**, v. 71, p. 20-25, abr 2016.

THOMAS, M. The effect of supplementary cementing materials on alkali-silica reaction: A review. **Cement and Concrete Research**, v. 41, p. 1224-1231, 2011.

UNITED STATES ENERGY INFORMATION ADMINISTRATION (EIA). **Annual Energy Outlook 2013 with Projections to 2040**. U.S. Department of Energy. 2013. Disponível em: <[https://www.eia.gov/outlooks/aeo/pdf/0383\(2013\).pdf](https://www.eia.gov/outlooks/aeo/pdf/0383(2013).pdf)>. Acesso em: 07/08/2018.

VALDEBENITO, F.; PEREIRA, M.; CIUDAD, G.; AZOCAR, L.; BRIONES, R.; CHINGA-CARRASCO, G. On the nanofibrillation of corn husks and oat hulls fibres. **Industrial Crops and Products**, v. 95, p. 528-534, 2016.

VARANDA, L. D, 2012, **Produção e avaliação do desempenho de painéis de partículas de Eucalyptus grandis confeccionados com adição de casca de aveia**, 155 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos.

WANG, T.; ISHIDA, T.; GU, R. A comparison of the specific surface area of fly ash measured by image analysis with conventional methods. **Construction and Building Materials**. v. 190, p. 1163-1172, 2018.

WEBSTER, F. H Oats. In: HENRY, R. J.; KETTLEWELL, P. S. (ed) **Cereal Grain Quality Chapman Hall**, p.179-203, 1996.

WEBSTER, F. H.; WOOD, P. J. **Oats: Chemistry and Tecnology**. 2 ed. Minessota: AACC International, Inc., 2011.

WELCH, R. W., HAYARD, M. V., JONES, D. I. H. The composition of oat husk and its variation due to genetic and other factors. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 34, p. 417-426, 1983.

WILLIAMS, P. J.; BIERNACKI, J. J.; WALKER, L. R.; MEYER, H. M.; RAWN, C. J.; BAI, J. Microanalysis of alkali-activated fly ash-CH pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 32, p. 963-972, jan 2002.

ZHANG, M. H.; LASTRA, R.; MALHOTRA, V. M. Rice husk ash paste and concrete: some aspects of hydration and the microstructure of the interfacial zone between the aggregate and paste. **Cement and Concrete Research**, v. 26, n. 6, p. 963-977, 1996.

ZWER, P. K., Oat: overview. **Reference Module in Food Science**. 2016.

**APÊNDICE A – FICHAS DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DO
CIMENTO E HIDRÓXIDO DE CÁLCIO UTILIZADOS**



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

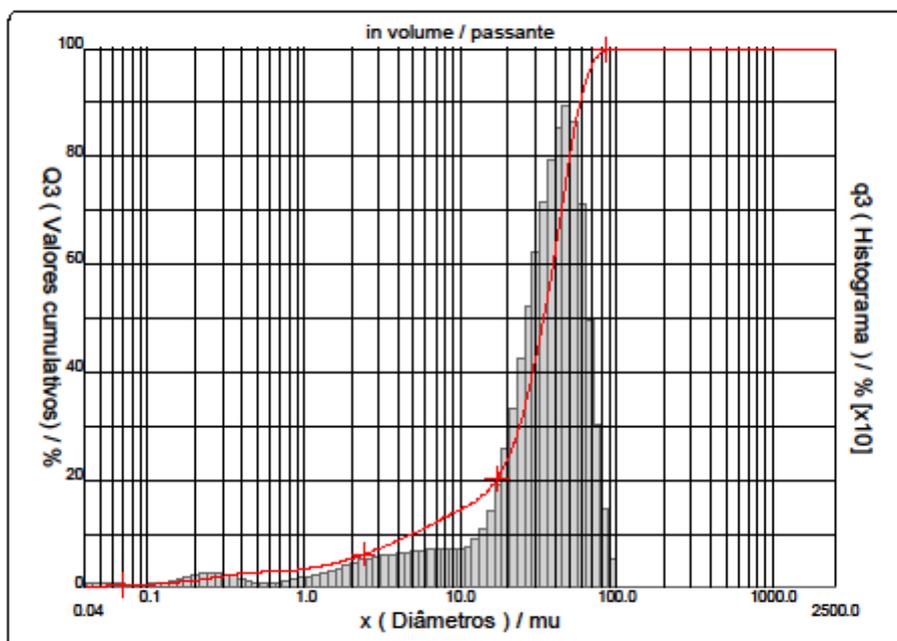
Ref da amostra : Ch Type produit : Resíduo Client : UFRGS - LACER Comentários : Após calibração Líquido : Água Agente dispersante : Operador : Daiane Empresa : UFRGS - LACER Localização : Porto Alegre - RS Data : 28/05/2019 Hora : 10:42:12 Índice med. : 5477	Ultrassom : 60 s Concentração : 82 Diâmetro a 10% : 4.87 mu Diâmetro a 50% : 34.10 mu Diâmetro a 90% : 58.79 mu Diâmetro médio : 33.92 mu Fraunhofer Densidade/Fator : ----- Superfície específica : ----- Diluição automática : Sim / Não Medida./Limp. : 60/60/4 SOP : UFRGS L
--	---

Valores cumulativos particulares						in volume / passante
x	0.10	1.00	10.00	100.0	1000.0	
Q3	0.60	3.54	14.49	100.00	100.00	

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	90.00



Núm. de série : 570 Ref: 2.r114.m113.66A1818/5.00/5477/m26.12.30.20.1Fh.20.40.20.BvQ-.0.0.0.0/300.0.15.p60.0.9.10.1.10.P7200.27.80.P29.0/V 3.10/635



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : Ch
 Type produit : Resíduo
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Água
 Agente dispersante :
 Operador : Daiane
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 28/05/2019 Hora : 10:42:12
 Índice med. : 5477

Ultrassom : 60 s
 Concentração : 82
 Diâmetro a 10% : 4.87 mu
 Diâmetro a 50% : 34.10 mu
 Diâmetro a 90% : 58.79 mu
 Diâmetro médio : 33.92 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulados característicos

in volume / passante

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.15	0.44	0.60	1.28	2.20	2.71	2.88	2.98	3.07	3.21
q3	0.05	0.05	0.04	0.09	0.21	0.16	0.07	0.05	0.05	0.10
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	3.37	3.54	3.70	3.87	4.04	4.22	4.59	4.98	5.38	5.77
q3	0.12	0.15	0.15	0.18	0.20	0.22	0.25	0.30	0.35	0.38
x	2.40	2.60	3.00	4.00	5.00	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00
Q3	6.17	6.55	7.28	8.85	10.15	11.26	11.77	12.24	12.68	13.09
q3	0.42	0.44	0.47	0.50	0.54	0.56	0.59	0.58	0.59	0.58
x	8.50	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00
Q3	13.47	13.82	14.49	15.13	15.79	16.48	17.24	18.08	19.03	20.08
q3	0.58	0.56	0.58	0.62	0.70	0.79	0.94	1.12	1.35	1.59
x	18.00	19.00	20.00	22.00	25.00	28.00	32.00	36.00	38.00	40.00
Q3	21.24	22.50	23.87	26.87	32.00	37.66	45.64	53.72	57.70	61.61
q3	1.87	2.14	2.46	2.89	3.69	4.59	5.50	6.31	6.77	7.01
x	45.00	50.00	53.00	56.00	63.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00
Q3	70.94	79.42	83.78	87.49	93.58	97.44	98.48	99.30	99.77	100.00
q3	7.28	7.40	6.88	6.20	4.75	2.97	1.75	1.17	0.71	0.37
x	95.00	100.0	106.0	112.0	125.0	130.0	140.0	145.0	150.0	160.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	242.0	250.0	300.0	400.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	600.0	700.0	800.0	900.0	1000.0	1100.0	1200.0	1300.0	1400.0	1500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	1600.0	1700.0	1800.0	1900.0	2000.0	2100.0	2200.0	2300.0	2400.0	2500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : CIM
 Type produit : Resíduo
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Água
 Agente dispersante :
 Operador : Daiane
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 28/05/2019 Hora : 11:00:35
 Índice med. : 5478

Ultrason : 60 s
 Concentração : 74
 Diâmetro a 10% : 1.38 mu
 Diâmetro a 50% : 16.43 mu
 Diâmetro a 90% : 32.86 mu
 Diâmetro médio : 16.99 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulativos particulares

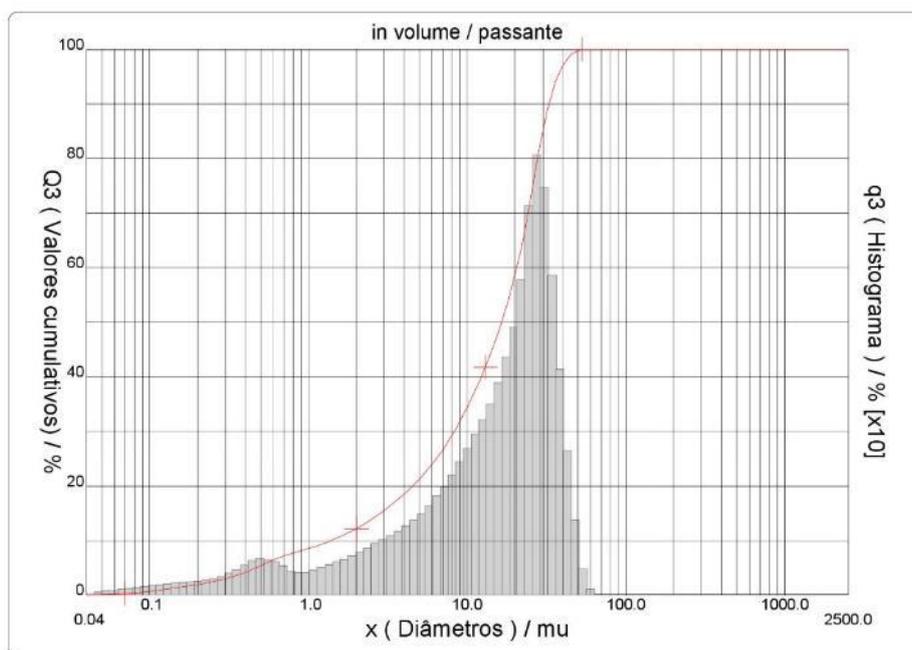
in volume / passante

x	0.10	1.00	10.00	100.0	1000.0
Q3	0.69	8.55	34.39	100.00	100.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	56.00



Núm. de série : 570 Ref : 2.r114.m113.66A1818/5.00/5478/m26.12.30.20.1Fh.20.40.20.Bh/Q-0.0.0.0/300.0.15.g60.0.9.10.1.10.P7200.27.80.P29.0/V.3.10/635



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : CIM
 Type produit : Resíduo
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Água
 Agente dispersante :
 Operador : Daiane
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 28/05/2019 Hora : 11:00:35
 Índice med. : 5478

Ultrassom : 60 s
 Concentração : 74
 Diâmetro a 10% : 1.38 mu
 Diâmetro a 50% : 16.43 mu
 Diâmetro a 90% : 32.86 mu
 Diâmetro médio : 16.99 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulados característicos

in volume / passante

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.00	0.29	0.69	1.94	3.00	4.19	5.45	6.48	7.24	7.75
q3	0.00	0.05	0.11	0.17	0.25	0.40	0.55	0.55	0.48	0.37
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	8.17	8.55	8.93	9.31	9.69	10.07	10.80	11.51	12.21	12.90
q3	0.35	0.35	0.39	0.42	0.46	0.50	0.53	0.58	0.64	0.70
x	2.40	2.60	3.00	4.00	5.00	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00
Q3	13.57	14.24	15.53	18.52	21.31	24.00	25.33	26.64	27.95	29.25
q3	0.75	0.81	0.87	1.01	1.21	1.43	1.61	1.71	1.84	1.95
x	8.50	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00
Q3	30.55	31.84	34.39	36.91	39.38	41.79	44.18	46.56	48.95	51.34
q3	2.07	2.18	2.34	2.56	2.75	2.91	3.12	3.34	3.58	3.81
x	18.00	19.00	20.00	22.00	25.00	28.00	32.00	36.00	38.00	40.00
Q3	53.74	56.15	58.62	63.79	72.34	80.60	88.83	94.00	95.74	97.07
q3	4.06	4.31	4.66	5.25	6.47	7.05	5.96	4.25	3.11	2.51
x	45.00	50.00	53.00	56.00	63.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00
Q3	99.06	99.77	99.93	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	1.63	0.65	0.27	0.12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	95.00	100.0	106.0	112.0	125.0	130.0	140.0	145.0	150.0	160.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	242.0	250.0	300.0	400.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	600.0	700.0	800.0	900.0	1000.0	1100.0	1200.0	1300.0	1400.0	1500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	1600.0	1700.0	1800.0	1900.0	2000.0	2100.0	2200.0	2300.0	2400.0	2500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

**APÊNDICE B – FICHAS DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA
DAS CINZAS UTILIZADAS**



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : 500
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Aline
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 06/05/2019 Hora : 15:07:31
 Índice med. : 5421

Ultrassom : 60 s
 Concentração : 97
 Diâmetro a 10% : 2.11 mu
 Diâmetro a 50% : 10.46 mu
 Diâmetro a 90% : 30.10 mu
 Diâmetro médio : 13.55 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulativos particulares

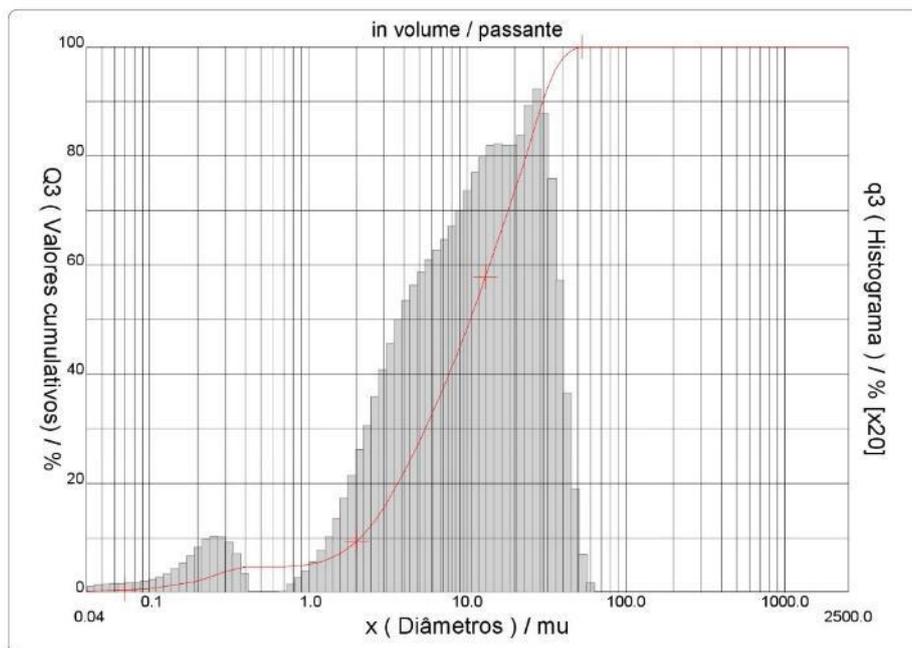
in volume / passante

x	0.10	1.00	10.00	100.0	1000.0
Q3	0.72	5.12	48.44	100.00	100.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	56.00



Núm. de série : 570 Ref : 2.r114.m113.66A1818/5.00/5421/m26.12.30.20.1Fh.20.40.20.Bh/Q-0.0.0.0/300.0.15.g60.0.9.10.1.10.P7200.27.80.P30.0/V.3.10/635



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : 500
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Aline
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 06/05/2019 Hora : 15:07:31
 Índice med. : 5421

Ultrassom : 60 s
 Concentração : 97
 Diâmetro a 10% : 2.11 mu
 Diâmetro a 50% : 10.46 mu
 Diâmetro a 90% : 30.10 mu
 Diâmetro médio : 13.55 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulados característicos

in volume / passante

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.11	0.44	0.72	2.09	3.87	4.71	4.71	4.71	4.71	4.79
q3	0.04	0.06	0.08	0.19	0.43	0.29	0.00	0.00	0.00	0.06
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	4.93	5.12	5.36	5.65	5.98	6.35	7.22	8.22	9.33	10.52
q3	0.12	0.18	0.25	0.33	0.40	0.49	0.64	0.83	1.03	1.22
x	2.40	2.60	3.00	4.00	5.00	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00
Q3	11.75	13.03	15.64	22.04	27.75	32.76	35.04	37.20	39.25	41.22
q3	1.39	1.57	1.79	2.18	2.51	2.70	2.79	2.86	2.91	2.99
x	8.50	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00
Q3	43.11	44.94	48.44	51.74	54.85	57.77	60.52	63.08	65.47	67.71
q3	3.06	3.14	3.26	3.40	3.51	3.58	3.64	3.64	3.63	3.62
x	18.00	19.00	20.00	22.00	25.00	28.00	32.00	36.00	38.00	40.00
Q3	69.82	71.82	73.73	77.37	82.58	87.28	92.31	95.82	97.03	97.95
q3	3.62	3.63	3.65	3.75	4.00	4.07	3.69	2.92	2.20	1.76
x	45.00	50.00	53.00	56.00	63.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00
Q3	99.32	99.82	99.94	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	1.14	0.47	0.20	0.11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	95.00	100.0	106.0	112.0	125.0	130.0	140.0	145.0	150.0	160.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	242.0	250.0	300.0	400.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	600.0	700.0	800.0	900.0	1000.0	1100.0	1200.0	1300.0	1400.0	1500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	1600.0	1700.0	1800.0	1900.0	2000.0	2100.0	2200.0	2300.0	2400.0	2500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : 650
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Aline
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 06/05/2019 Hora : 15:17:18
 Índice med. : 5422

Ultrason : 60 s
 Concentração : 99
 Diâmetro a 10% : 1.87 mu
 Diâmetro a 50% : 8.05 mu
 Diâmetro a 90% : 21.25 mu
 Diâmetro médio : 10.00 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulados característicos

in volume / passante

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.16	0.45	0.62	1.32	2.23	2.76	2.98	3.17	3.41	3.76
q3	0.05	0.05	0.05	0.10	0.22	0.18	0.09	0.10	0.15	0.25
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	4.18	4.64	5.13	5.66	6.22	6.82	8.09	9.46	10.90	12.39
q3	0.34	0.42	0.50	0.59	0.67	0.78	0.92	1.12	1.32	1.51
x	2.40	2.60	3.00	4.00	5.00	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00
Q3	13.91	15.47	18.62	26.33	33.17	39.20	41.97	44.63	47.21	49.72
q3	1.68	1.88	2.12	2.58	2.95	3.18	3.33	3.46	3.60	3.74
x	8.50	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00
Q3	52.20	54.61	59.21	63.48	67.40	70.98	74.25	77.21	79.90	82.32
q3	3.94	4.06	4.20	4.31	4.34	4.31	4.25	4.13	4.01	3.84
x	18.00	19.00	20.00	22.00	25.00	28.00	32.00	36.00	38.00	40.00
Q3	84.50	86.43	88.16	91.06	94.33	96.60	98.47	99.44	99.69	99.84
q3	3.67	3.44	3.25	2.93	2.46	1.93	1.35	0.79	0.45	0.28
x	45.00	50.00	53.00	56.00	63.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.13	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	95.00	100.0	106.0	112.0	125.0	130.0	140.0	145.0	150.0	160.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	242.0	250.0	300.0	400.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	600.0	700.0	800.0	900.0	1000.0	1100.0	1200.0	1300.0	1400.0	1500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	1600.0	1700.0	1800.0	1900.0	2000.0	2100.0	2200.0	2300.0	2400.0	2500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : 650
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Aline
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 06/05/2019 Hora : 15:17:18
 Índice med. : 5422

Ultrason : 60 s
 Concentração : 99
 Diâmetro a 10% : 1.87 mu
 Diâmetro a 50% : 8.05 mu
 Diâmetro a 90% : 21.25 mu
 Diâmetro médio : 10.00 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulativos particulares

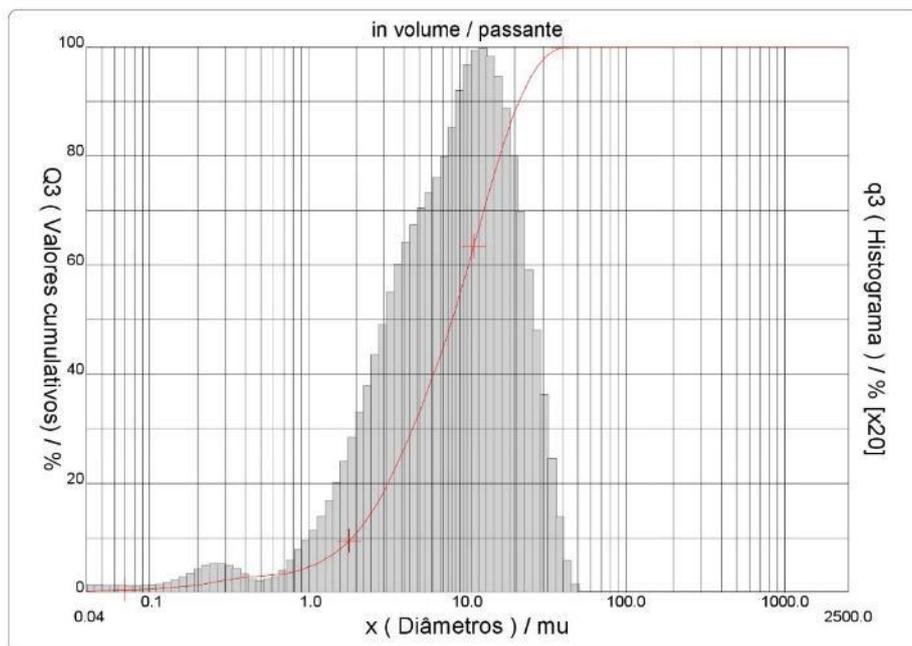
x	0.10	1.00	10.00	100.0	1000.0
Q3	0.62	4.64	59.21	100.00	100.00

in volume / passante

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	45.00



Núm. de série : 570 Ref : 1.r114.m113.45A1818/5.00/5422/m26.12.30.20.1Fh.20.40.20.Bh/Q-0.0.0.0/300.0.15.g60.0.9.10.1.10.P7200.27.80.P29.0/V.3.10/635



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : 800
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Aline
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 06/05/2019 Hora : 15:42:21
 Índice med. : 5423

Ultrassom : 60 s
 Concentração : 114
 Diâmetro a 10% : 2.66 mu
 Diâmetro a 50% : 13.96 mu
 Diâmetro a 90% : 33.76 mu
 Diâmetro médio : 16.36 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulativos particulares

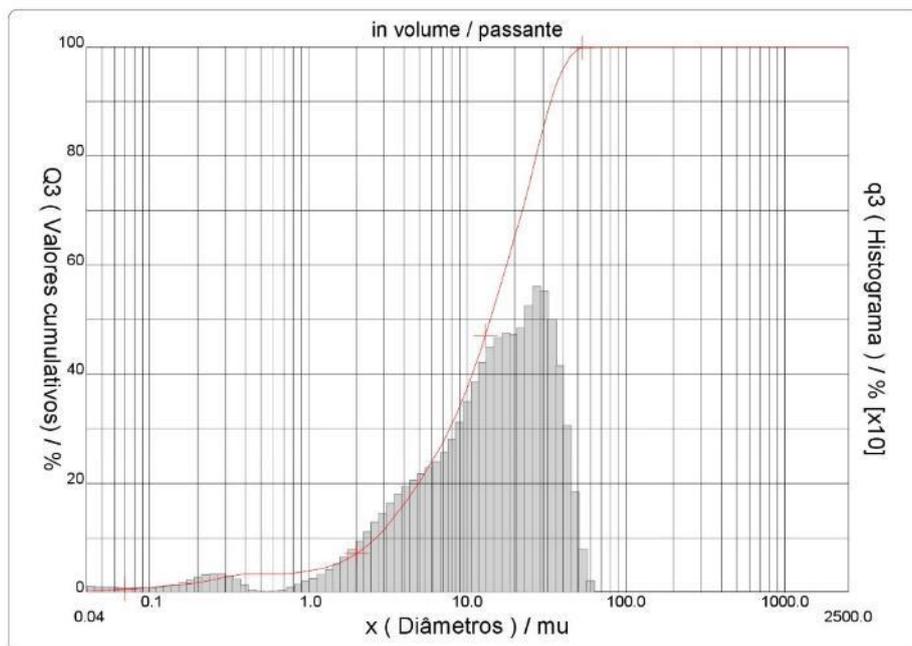
x	0.10	1.00	10.00	100.0	1000.0
Q3	0.85	3.90	37.42	100.00	100.00

in volume / passante

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	56.00



Núm. de série : 570 Ref : 2.r114.m113.66A1818/5.00/5423/m26.12.30.20.1Fh.20.40.20.Bh/Q-0.0.0.0/300.0.15.g60.0.9.10.1.10.P7200.27.80.P29.0/V.3.10/635



DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1180 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 2500.00 mu / 100 Classes

Ref da amostra : 800
 Type produit : Pó
 Client : UFRGS - LACER
 Comentários : Após calibração
 Líquido : Water (eau)
 Agente dispersante :
 Operador : Aline
 Empresa : UFRGS - LACER
 Localização : Porto Alegre - RS
 Data : 06/05/2019 Hora : 15:42:21
 Índice med. : 5423

Ultrason : 60 s
 Concentração : 114
 Diâmetro a 10% : 2.66 mu
 Diâmetro a 50% : 13.96 mu
 Diâmetro a 90% : 33.76 mu
 Diâmetro médio : 16.36 mu
 Fraunhofer
 Densidade/Fator : -----
 Superfície específica : -----
 Diluição automática : Sim / Não
 Medida./Limp. : 60/60/4
 SOP : UFRGS L

Valores cumulados característicos

in volume / passante

x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.23	0.63	0.85	1.70	2.84	3.39	3.43	3.44	3.46	3.56
q3	0.08	0.07	0.06	0.12	0.26	0.18	0.02	0.01	0.01	0.07
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	3.71	3.90	4.11	4.35	4.61	4.90	5.55	6.28	7.08	7.92
q3	0.12	0.17	0.21	0.26	0.31	0.37	0.46	0.58	0.71	0.83
x	2.40	2.60	3.00	4.00	5.00	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00
Q3	8.80	9.71	11.55	16.14	20.30	24.05	25.79	27.48	29.15	30.80
q3	0.95	1.07	1.21	1.50	1.75	1.93	2.04	2.14	2.27	2.40
x	8.50	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00
Q3	32.46	34.11	37.42	40.71	43.95	47.10	50.13	53.02	55.76	58.35
q3	2.57	2.71	2.95	3.24	3.50	3.70	3.84	3.93	3.99	4.01
x	18.00	19.00	20.00	22.00	25.00	28.00	32.00	36.00	38.00	40.00
Q3	60.79	63.08	65.28	69.48	75.64	81.39	87.81	92.64	94.49	95.99
q3	4.01	3.98	4.03	4.14	4.52	4.76	4.51	3.85	3.21	2.75
x	45.00	50.00	53.00	56.00	63.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00
Q3	98.49	99.56	99.85	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	1.99	0.95	0.47	0.26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	95.00	100.0	106.0	112.0	125.0	130.0	140.0	145.0	150.0	160.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	242.0	250.0	300.0	400.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	600.0	700.0	800.0	900.0	1000.0	1100.0	1200.0	1300.0	1400.0	1500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	1600.0	1700.0	1800.0	1900.0	2000.0	2100.0	2200.0	2300.0	2400.0	2500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

**APÊNDICE C – TABELA DE CORPOS DE PROVA UTILIZADOS NO
ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO**

Cp	Diâm. (mm)	Diâm. 2 (mm)	Diâm. 3 (mm)	Diâm. médio (mm)	Área (m2)	Comp. 1 (mm)	Comp. 2 (mm)	Comp médio	h/d	Correção	Carga (KN)	Carga (MPa)		
Ref 1	20,03	20,12	20,04	20,06	0,00032	29,08	29,24	29,160	1,45	0,9544	21,7	65,508	Média	53,315
Ref 2	20,28	20,26	19,97	20,17	0,00032	29,35	29,14	29,245	1,45	0,9540	12,3	36,724	Sd	14,888
Ref 3	20,14	19,67	19,68	19,83	0,00031	28,94	29,98	29,460	1,49	0,9583	18,6	57,712	Cv	0,279
500-5-1	19,84	19,23	19,56	19,54	0,00030	29,15	29,01	29,080	1,49	0,9586	21	67,104		
500-5-2	18,8	19,69	19,58	19,36	0,00029	29,06	29,01	29,035	1,50	0,9600	17,4	56,764	Média	53,585
500-5-3	20,02	19,77	19,58	19,79	0,00031	29,22	29,04	29,130	1,47	0,9566	17,1	53,182	Sd	9,610
500-5-4	20,04	20,01	20,13	20,06	0,00032	29,06	29,14	29,100	1,45	0,9541	16,6	50,112	Cv	0,179
500-5-5	19,93	19,99	20,03	19,98	0,00031	29,02	28,98	29,000	1,45	0,9541	13,4	40,766		
500-10-1	19,93	20,19	20,18	20,10	0,00032	29,06	29,12	29,090	1,45	0,9537	19	57,10		
500-10-2	19,25	19,27	19,48	19,33	0,00029	29,03	29,08	29,055	1,50	0,9603	14,2	46,45	Média	53,540
500-10-3	19,21	19,23	19,19	19,21	0,00029	29,13	29,14	29,135	1,52	0,9613	20,1	66,67	Sd	10,576
500-10-4	19,95	20,02	19,81	19,93	0,00031	29,02	28,92	28,970	1,45	0,9545	18,9	57,84	Cv	0,198
500-10-5	20,2	20,33	20,22	20,25	0,00032	29,14	29,05	29,095	1,44	0,9524	13,4	39,63		
650-5-1	19,14	19,18	19,29	19,20	0,00029	28,95	29,05	29,000	1,51	0,9608	14,4	47,770		
650-5-2	20,02	20,23	20,22	20,16	0,00032	29,07	29,09	29,080	1,44	0,9531	15,8	47,193	Média	45,713
650-5-3	20,16	20,21	20,18	20,18	0,00032	29,24	29,24	29,240	1,45	0,9538	18,6	55,452	Sd	6,892
650-5-4	20,26	20,13	20,16	20,18	0,00032	29,28	29,01	29,145	1,44	0,9533	13,3	39,628	Cv	0,151
650-5-5	20,06	20,02	19,94	20,01	0,00031	29,04	28,84	28,940	1,45	0,9536	12,7	38,523		
650-10-1	19,92	19,81	20,02	19,92	0,00031	29,03	29,09	29,060	1,46	0,9551	16,3	49,970		
650-10-2	19,95	19,99	19,16	19,70	0,00030	29,31	28,94	29,125	1,48	0,9574	13,6	42,718	Média	53,091
650-10-3	20,13	19,94	20,16	20,08	0,00032	29,17	29,11	29,140	1,45	0,9542	17,4	52,445	Sd	12,042
650-10-4	20,08	19,08	19,98	19,71	0,00031	29,14	28,9	29,020	1,47	0,9567	14,9	46,701	Cv	0,227
650-10-5	19,23	19,23	19,33	19,26	0,00029	29,98	28,85	29,415	1,53	0,9622	22,3	73,621		
800-5-1	19,95	19,84	19,87	19,89	0,00031	29,01	28,96	28,985	1,46	0,9549	14,8	45,499		
800-5-2	20,23	20,2	20,26	20,23	0,00032	29,08	29,31	29,195	1,44	0,9532	15,3	45,372	Média	52,467
800-5-3	19,44	19,31	19,28	19,34	0,00029	29,73	28,85	29,290	1,51	0,9611	15,7	51,349	Sd	10,732
800-5-4	20,17	19,14	19,35	19,55	0,00030	28,99	28,97	28,980	1,48	0,9579	22,3	71,133	Cv	0,205
800-5-5	20,1	20,15	20,23	20,16	0,00032	29,2	29,06	29,130	1,44	0,9534	16,4	48,983		
800-10-1	20,03	20,06	19,98	20,02	0,00031	29,11	29,11	29,110	1,45	0,9545	15,9	48,1937		
800-10-2	20,05	20,12	20,12	20,10	0,00032	29,02	29,08	29,050	1,45	0,9535	18,9	56,8103	Média	50,4303
800-10-3	19,9	19,85	19,94	19,90	0,00031	29,14	29,04	29,090	1,46	0,9554	15,4	47,3235	Sd	4,7771
800-10-4	19,79	20	19,75	19,85	0,00031	28,95	29,06	29,005	1,46	0,9554	14,8	45,7057	Cv	0,0947
800-10-5	19,65	19,99	19,86	19,83	0,00031	29,05	28,93	28,990	1,46	0,9554	17,5	54,1181		