

Aplicação de técnicas termoanalíticas (TGA/DTA) para avaliação do comportamento térmico de amostras de argilas para obtenção de pozolanas

Jean Luís Gomes de Medeiros ^[1], Crislene Rodrigues da Silva Morais ^[2]

[1] jean.medeiros@ifpb.edu.br. IFPB, Campus Campina Grande - Construção de Edifícios. [2] crislene.morais@ufcg.edu.br. UFCG - Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMA).

RESUMO

A busca por materiais que sejam empregados na construção civil de forma sustentável, tanto do ponto de vista ambiental como em relação a durabilidade e resistência, tem sido motivo de muitas pesquisas. As argilas termicamente ativadas ganharam importância como uma fonte de material cimentício suplementar, uma vez que apresentam vantagens ambientais, como redução da emissão de CO₂, econômicas, devido à redução do consumo de energia para produção de cimentos, e técnicas, uma vez que melhoram a resistência e a durabilidade dos concretos e argamassas, além da abundância na natureza. Neste trabalho, é avaliado o comportamento térmico de três argilas do litoral sul da Paraíba. As amostras das argilas foram submetidas a um tratamento térmico para as temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C e analisadas pelas técnicas termoanalíticas (TGA/DTA). As argilas foram caracterizadas físico-química e mineralogicamente, antes e após o tratamento térmico, e foram classificadas como material pozolânico tipo N, de acordo com as exigências químicas da Norma NBR 12653/2015. Os estudos térmicos das amostras de argila indicam que, nas temperaturas de calcinação de 600 °C e 800 °C, as perdas de massa observadas foram muito pequenas, da ordem de 2%, enquanto que, na temperatura de calcinação de 700 °C, grandes perdas de massa foram verificadas, principalmente para as amostras JPS2 e JPS3, com valores de 7,41% e 11,02%, respectivamente.

Palavras-chave: Argilas. Calcinação. Metacaolinita. Comportamento Térmico. Técnicas Termoanalíticas.

ABSTRACT

The search for materials that are used in sustainable construction, both from the environmental point of view and in relation to durability and resistance, has been the subject of much research. Thermally activated clays have gained importance as a source of supplemental cementitious material as they have environmental advantages such as reduced CO₂ emissions, economical due to reduced energy consumption for cement production, and techniques as they improve strength and the durability of concrete and mortar, as well as abundance in nature. In this work, the thermal behavior of three clay samples from the south coast of Paraíba is evaluated. The clay samples were subjected to heat treatment at temperatures of 600 °C, 700 °C and 800 °C and analyzed with thermoanalytical techniques (TGA / DTA). The clays were physicochemically and mineralogically characterized before and after the heat treatment and were classified as type N pozzolanic material, according to the chemical requirements of NBR 12653/2015 and, the thermal studies of clay soil samples indicate that in calcination temperatures of 600 °C and 800 °C the observed mass losses were very small, about 2%, while at the calcination temperature of 700 °C large mass losses were observed, mainly for JPS2 and JPS3 samples, values of 7.41% and 11.02%, respectively.

Keywords: Clays. Calcination. Metakaolinite. Thermal behavior. Thermoanalytical techniques.

1 Introdução

A adição de minerais à composição de cimento propicia vantagens econômicas e ambientais, além de interferir na microestrutura da matriz hidratada, melhorando propriedades como durabilidade e resistência das obras (MEDEIROS *et al.*, 2015).

As pesquisas para melhorar o desempenho dos produtos à base de cimento, bem como por reduzir a emissão de CO₂ para a atmosfera e o consumo de energia na produção de cimento, fizeram com que as argilas caulinitas, que são um material abundante na natureza, após calcinação, se apresentem como um material pozolânico alternativo bastante promissor (TIRONI *et al.*, 2012).

Segundo Hollanders *et al.* (2016), a calcinação é o principal processo para produção de pozolanas de alta reatividade a partir de argilas caulinitas, uma vez que consome menos energia devido a temperaturas de queima mais baixas e à ausência de reações de decarbonatação. Para Mohammed (2017), a eficiência das pozolanas artificiais obtidas de argilas e resíduos de argilas depende do nível de remoção da água de ligação, isto é, a desidroxilação, que é a destruição da cristalinidade que confere à pozolana obtida um estado amorfo e uma reatividade pozolânica. Esse processo térmico, cuidadosamente controlado, resulta, para as argilas caulinitas, em um aluminossilicato amorfo, conhecido por metacaulinita.

Medina (2011) define metacaulinita como um material pozolânico amorfo, obtido por processo industrial de ativação térmica entre 600 °C e 850 °C e moagem de argilas caulinitas e caulins. As argilas caulinitas e caulins são compostos predominantemente por aluminossilicatos hidratados [Al₂Si₂O₅(OH)₄], que perdem os íons hidroxila de sua estrutura cristalina com a calcinação, transformando-se em metacaulinita (Al₂Si₂O₇), composto constituído basicamente de sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃), com partículas lamelares e com estrutura predominantemente não cristalina, com elevada finura.

A principal característica da metacaulinita produzida para uso em sistema à base de cimento é sua reação pozolânica. Para El-Diadamony *et al.* (2015), a reação pozolânica ocorre entre a metacaulinita e o hidróxido de cálcio derivado da hidratação do cimento Portland, na presença de água.

A reação pozolânica pode ser determinada por métodos diretos, como as técnicas termoanalíticas (TGA/DTA) e a difração de raios X (DRX), ou por

métodos indiretos, como o desenvolvimento da resistência que ocorre com o tempo de reação (MOODI; RAMEZANIANPOUR; SAFAVIZADEH, 2011).

Frias e Cabrera (2000) usaram ensaios acelerados para estudar a reação pozolânica no sistema metacaulinita-cal-água e propuseram um método rápido para determinação da concentração de cal por termogravimetria e análise térmica diferencial de misturas de cal e metacaulinita. As análises termoanalíticas (TGA/DTA) estão entre as técnicas experimentais mais largamente empregadas e servem para caracterizar o perfil de degradação dos materiais em função do tempo e da temperatura.

Os efeitos da metacaulinita sobre os concretos e argamassas podem ser atribuídos aos seguintes fatores: melhor lubrificação das partículas mais grossas do cimento; efeito *filler*; aceleração da taxa de hidratação do cimento Portland; reações e atividades pozolânicas, e; efeito de diluição (MOODI; RAMEZANIANPOUR; SAFAVIZADEH, 2011). Alguns autores acreditam que essas melhorias ocorrem em tempos diferentes, isto é, desde o instante da mistura dos materiais, passando pelas primeiras horas iniciais até os 28 dias de cura (BADOGIANNIS *et al.*, 2005).

Neste trabalho, o comportamento térmico das argilas coletadas nas jazidas de uma fábrica de cimento localizada no litoral sul do estado da Paraíba, submetidas a diferentes temperaturas de calcinação, foi avaliado pelas técnicas termoanalíticas (TGA/DTA) sob taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de nitrogênio (N₂). Os resultados foram usados para estudar o comportamento térmico e determinar os parâmetros temperatura, tempo de permanência e as reações pozolânicas.

2 Materiais e métodos

2.1 Materiais

Foram utilizadas três amostras de argilas coletadas nas jazidas de uma fábrica de cimento localizada no município de João Pessoa-PB. As amostras, denominadas JPS1, JPS2 e JPS3, foram secas ao ar; em seguida, foram destorroadas e passadas em peneira ABNT 200 (0,074 mm) para os ensaios de caracterização. A Tabela 1 apresenta as nomenclaturas e uma identificação tátil-visual para os solos.

Tabela 1 – Identificação das amostras de solos argilosos

| Argilas | Local | Nomenc. | Característica |
|---------|----------------|---------|-------------------------------|
| 01 | João Pessoa-PB | JPS1 | Argila arenosa/ avermelhada |
| 02 | João Pessoa-PB | JPS2 | Argila siltosa/ amarelada |
| 03 | João Pessoa-PB | JPS3 | Argila ferruginosa/ amarelada |

Fonte: Dados da pesquisa

2.2 Métodos

A composição química das argilas no estado natural foi determinada por fluorescência de raios X (Shimadzu EDX 720), e a perda ao fogo (PF) foi obtida seguindo os procedimentos sugeridos pela ASTM C 311 (ASTM INTERNATIONAL, 2018).

A análise da composição mineralógica para identificação dos argilominerais presentes, tanto no estado natural como tratados termicamente, foi realizada por difração de raios X (DRX), usando um difratômetro Shimadzu, operando com radiação $\text{CuK}\alpha$ em 40 kV e 30 mA. As amostras foram escaneadas para 2θ variando de 5° a 45° .

As amostras de argilas foram submetidas a um tratamento térmico num forno tipo mufla programável. O material foi calcinado em diferentes temperaturas – 600°C , 700°C e 800°C –, para um tempo de permanência de 60 minutos e taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Após calcinação, as amostras foram moídas em moinho de bolas por um período de 120 minutos e, logo após, peneiradas em malha ABNT 100 (0,15 mm). Em seguida, as amostras foram submetidas às técnicas termoanalíticas (TGA/DTA) para avaliação das reações e transformações de fases que ocorreram durante a calcinação.

As amostras de argilas, tanto no estado natural quanto calcinadas, foram submetidas a ensaios termoanalíticos (TGA/DTA) em equipamento DTG 60H da Shimadzu, variando a partir da temperatura ambiente até 1000°C , com taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ sob atmosfera de nitrogênio (N_2). Os dados obtidos foram analisados utilizando o *software* TA 60W para identificação, nas curvas termogravimétricas, das perdas de massa e das temperaturas inicial e final de decomposição. Os teores de caulinita obtidos para as amostras no estado natural foram estimados

com base na análise química, na qual os elementos são considerados como existindo na forma de óxidos (SANTOS, 1992).

Os ensaios de fluorescência de raios X, difração de raios X e as análises termoanalíticas (TGA/DTA) foram realizados nos Laboratórios de Caracterização e Análise Térmica da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

3 Resultados e discussão

3.1 Caracterização físico-química das argilas

A Tabela 2 apresenta a composição química e a densidade dos grãos das amostras das argilas.

Tabela 2 – Composição química (em %) e densidade das argilas

| Óxidos | Argilas | | |
|--|---------|-------|-------|
| | JPS1 | JPS2 | JPS3 |
| SiO_2 | 50,14 | 54,58 | 48,81 |
| Al_2O_3 | 39,24 | 32,70 | 37,18 |
| Fe_2O_3 | 7,39 | 7,05 | 10,04 |
| MgO | - | 1,75 | 0,52 |
| CaO | 0,44 | - | 0,34 |
| K_2O | - | 0,04 | 0,03 |
| TiO_2 | 1,74 | 1,14 | 1,08 |
| SO_3 | 0,16 | 0,10 | 0,16 |
| $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ | 0,78 | 0,60 | 0,76 |
| PF% (perda ao fogo) | 6,1 | 7,0 | 5,2 |
| δ (g/cm^3) | 2,63 | 2,45 | 2,65 |

Fonte: Dados da pesquisa

A soma das frações de sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3) e óxido de ferro (Fe_2O_3), é de 96,77% (JPS1), 94,33% (JPS2) e 96,03% (JPS3), valores bem superiores ao mínimo exigido pela norma NBR 12653/2015 para a classe N de materiais pozolânicos (ABNT, 2015). Os teores de SiO_2 estão associados à presença de argilominerais e quartzo, enquanto os teores de Al_2O_3 estão relacionados à presença do argilomineral caulinita (BRITO *et al.*, 2015).

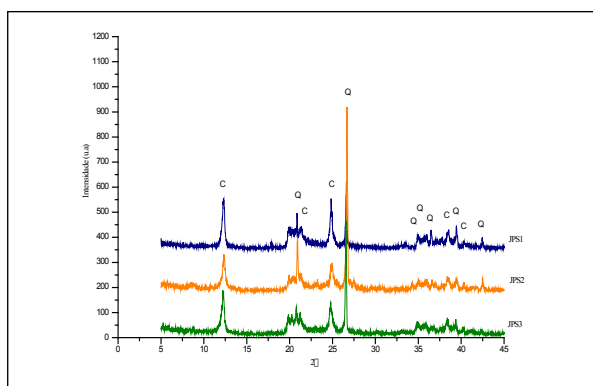
A relação Al_2O_3/SiO_2 para as três argilas foi de 0,78 (JPS1), 0,60 (JPS2) e 0,76 (JPS3). Esses valores diferem bastante do valor 0,86 para argilas caulinitas teóricas, não sendo possível confirmar, para as argilas estudadas, a presença do argilomineral caulinita a partir dessa relação. Os números de PF% estão de acordo com os valores esperados para pozolanas tipo N, menores que 10%. A densidade real dos grãos dos solos confirma a presença de quartzo (2,50 a 2,80 g cm³) e de minerais argílicos (2,20 a 2,60 g cm³).

Ainda a partir dos dados da Tabela 2, têm-se que os teores aproximados de caulinita, obtidos para as amostras JPS1, JPS2 e JPS3, são 96,2%, 86,6% e 94,7%, respectivamente.

3.2 Caracterização mineralógica das argilas

Os difratogramas para os solos no estado natural são apresentados na Figura 1.

Figura 1 – Difratogramas de raios X para os solos argilosos JPS1, JPS2 e JPS3, no estado natural

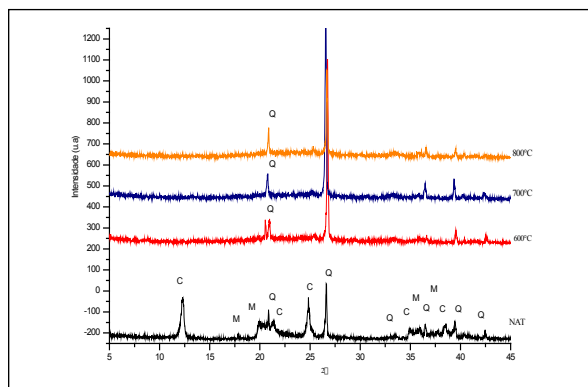


Fonte: Elaborada pelos autores

É possível observar os principais picos da caulinita (C: 7,15 A°; 3,56 A°; 2,33 A°) e do quartzo (Q: 4,26 A°; 3,34 A°; 2,45 A°; 2,28 A°). Os picos da caulinita são intensos e acentuados, característicos de uma estrutura bem ordenada.

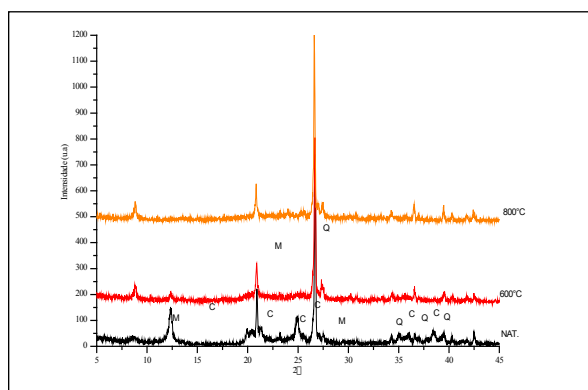
As Figuras 2 a 4 apresentam os difratogramas das argilas após calcinação nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C, comparados com o solo no estado natural. Nos casos de calcinação, é possível observar o desaparecimento por completo dos picos referentes à caulinita, como consequência do processo de desidroxilação, isto é, a quebra da estrutura cristalina e a consequente amorfização da caulinita.

Figura 2 – Difratogramas de raios X para solo JPS1 calcinado nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C



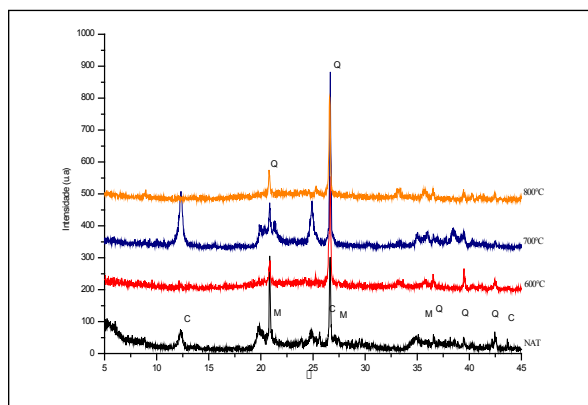
Fonte: Elaborada pelos autores

Figura 3 – Difratogramas de raios X para solo JPS2 calcinado nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C



Fonte: Elaborada pelos autores

Figura 4 – Difratogramas de raios X para solo JPS3 calcinado nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C



Fonte: Elaborada pelos autores

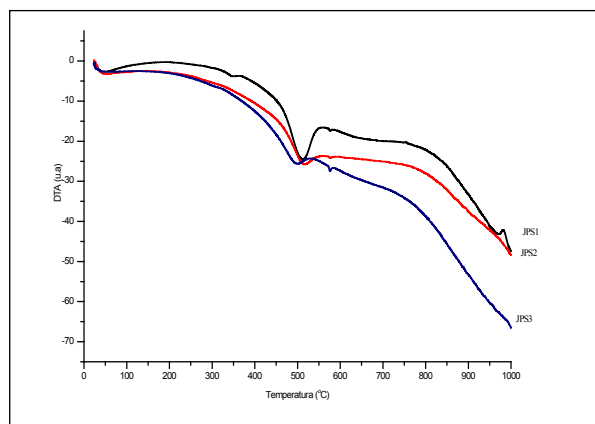
Os resultados revelaram que todos os picos do argilomineral caulinita desapareceram na faixa de temperatura de calcinação (600 °C, 700 °C e 800 °C). Portanto, a desidroxilação e a transformação da caulinita em metacaulinita ocorreram completamente (MOODI; RAMEZANIANPOUR; SAFAVIZADEH, 2011).

3.3 Comportamento térmico

3.3.1 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A Figura 5 apresenta as curvas DTA para as argilas no estado natural.

Figura 5 – Curvas DTA para as argilas no estado natural, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



Fonte: Elaborada pelos autores

Na Figura 5, observa-se a presença de dois ou três picos endotérmicos. O primeiro pico, localizado numa faixa entre a temperatura ambiente e a temperatura de 150 °C, com máximo em 50 °C, refere-se à desidratação da amostra em virtude da evaporação da umidade, da água livre. Para a argila JPS1, é possível ainda observar um pequeno pico endotérmico entre 200 °C e 250 °C, característico de uma pré-desidroxilação, ou seja, as perdas de água da argila continuam.

O segundo pico endotérmico é observado na faixa entre as temperaturas de 450 °C e 550 °C, com máximo em 500 °C, dando início à reação de desidroxilação, que é completada a 750 °C, com a formação da metacaulinita. Por volta de 975 °C ocorre uma nova transformação de fase, recristalização e formação da mulita (SANTOS, 1992). Entre 550 °C e 600 °C foi observado um pequeno pico endotérmico

para as três amostras, possivelmente indicando que a desidroxilação para as amostras ainda não tinha sido totalmente concluída.

A posição do pico de desidroxilação depende principalmente do tipo de estrutura e das ligações das hidroxilas, enquanto sua forma e faixa dependem mais da cristalinidade ou da distribuição granulométrica do material. O tamanho do pico é um indicativo da quantidade de hidroxilas originalmente presente na estrutura (FERNANDEZ; MARTIRENA; SCRIVENER, 2011). Somente para a amostra JPS1, o pico exotérmico tem início em 950 °C e término em 1000 °C, com máximo em 975 °C; para as demais amostras, não foi possível identificar o pico exotérmico.

A Tabela 3 apresenta os resultados das curvas DTA, identificando os eventos e suas variações de temperatura e energia (entalpia).

Tabela 3 – Resultados dos eventos verificados nas curvas DTA dos solos JPS1, JPS2 e JPS3 no estado natural, à razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂

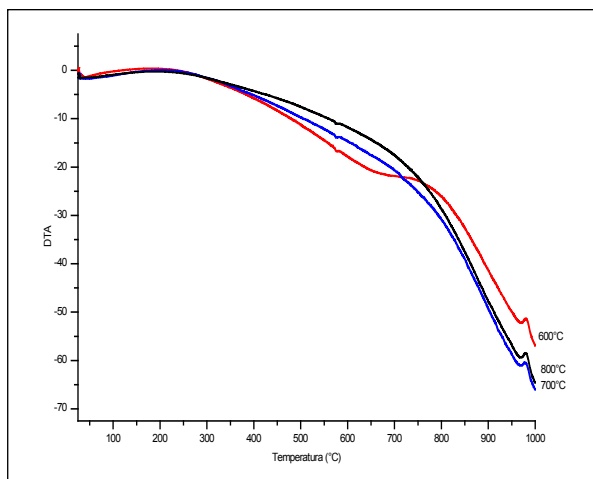
| Argilas | Eventos | Picos | Ti-Tf (°C) | Tp (°C) | ΔH (J g ⁻¹) |
|---------|---------|-------|------------|---------|-------------------------|
| JPS1 | 01 | Endo | 25-150 | 47 | -54,15 |
| | 02 | Endo | 321-368 | 349 | -7,32 |
| | 03 | Endo | 419-567 | 516 | -275,7 |
| | 04 | Exo | 969-1000 | 981 | 20,15 |
| JPS2 | 01 | Endo | 25-150 | 54 | -59,28 |
| | 02 | Endo | 459-552 | 517 | -120,7 |
| | 03 | Endo | 571-583 | 577 | -1,07 |
| JPS3 | 01 | Endo | 25-87 | 64 | -14,84 |
| | 02 | Endo | 428-538 | 500 | -119,2 |
| | 03 | Endo | 572-588 | 576 | -2,07 |

Fonte: Dados da pesquisa

Na Tabela 3, é possível observar que a amostra JPS1 apresentou um evento exotérmico na faixa de temperatura de 969 °C a 1000 °C, com pico máximo a 981 °C e baixa energia de recristalização de 20 J g⁻¹. As amostras JPS1, JPS2 e JPS3 apresentaram, na faixa de desidroxilação, entre 420 °C e 570 °C, perdas de energia para ativação das reações de desidroxilação da ordem de 275 J g⁻¹, 120 J g⁻¹ e 119 J g⁻¹, respectivamente, e a consequente formação de uma fase amorfa, muito reativa: a metacaulinita.

As Figuras 6 a 8 apresentam as curvas DTA para as amostras de argilas JPS1, JPS2 e JPS3 após calcinação nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C.

Figura 6 – Curvas DTA para argila JPS1 calcinada, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



Fonte: Elaborada pelos autores

Na Figura 6, pode-se observar que a amostra JPS1 apresentou curvas DTA, nas temperaturas de calcinação 600 °C, 700 °C e 800 °C, com comportamentos térmicos muito semelhantes, não sendo observados picos endotérmicos agudos, apontando para a não realização total do processo de desidroxilação das amostras. Por outro lado, observa-se na Tabela 4 que as energias empregadas em cada temperatura de calcinação são muito baixas e insuficientes para quebrar a estrutura cristalina e realizar a transformação de fase. Os picos exotérmicos estão bem caracterizados a partir dos 969 °C até os 1000 °C, devido à recristalização, formação de novas fases e nucleação da mulita para as três temperaturas de calcinação.

A Tabela 4 demonstra que os maiores consumos de energia ocorreram para as amostras JPS2 e JPS3 para temperatura de calcinação de 700 °C. Os picos exotérmicos, até a temperatura de ensaio de 1000 °C, não são claros para essas duas amostras de argilas, enquanto para a amostra JPS1 ficaram bem definidas as temperaturas de início e de fim de processo de transformação de fase e recristalização da amostra de argila.

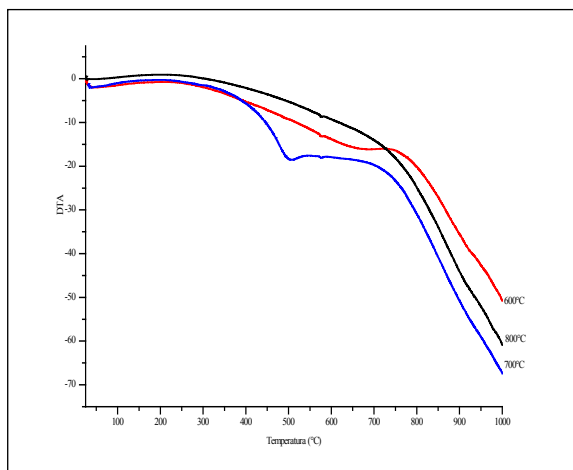
Tabela 4 – Resultados dos eventos verificados nas curvas DTA das argilas JPS1, JPS2 e JPS3 calcinadas nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C e à razão de aquecimento de 10° C/min e em atmosfera de N₂

| Argilas | Eventos | Picos | Ti-Tf (°C) | Tp (°C) | ΔH (J g ⁻¹) |
|-------------|---------|-------|------------|---------|-------------------------|
| JPS1 600 | 01 | Endo | 27-153 | 41 | -15,66 |
| | 02 | Endo | 572-581 | 576 | -1,08 |
| | 03 | Exo | 965-1000 | 978 | 21,661 |
| JPS1 700 | 01 | Endo | 28-148 | 42 | -15,96 |
| | 02 | Endo | 572-583 | 577 | -1,03 |
| | 03 | Exo | 961-997 | 978 | 20,63 |
| JPS1 800 | 01 | Endo | 27-148 | 29 | -4,40 |
| | 02 | Endo | 572-581 | 576 | 0,75 |
| | 03 | Exo | 962-980 | 980 | 21,47 |
| JPS2 600 | 01 | Endo | 27-145 | 42 | -28,75 |
| | 02 | Endo | 572-585 | 577 | -1,00 |
| JPS2 700 | 01 | Endo | 33-144 | 36 | -10,61 |
| | 02 | Endo | 448-553 | 509 | -81,76 |
| | 03 | Endo | 570-584 | 576 | -0,99 |
| JPS2 800 | 01 | Exo | 27-44 | 34 | 0,40 |
| | 02 | Endo | 573-581 | 576 | -0,55 |
| JPS3 600 | 01 | Endo | 33-150 | 68 | -15,23 |
| | 02 | Endo | 572-584 | 572 | -0,67 |
| JPS3 700 | 01 | Endo | 31-163 | 44 | -79,65 |
| | 02 | Endo | 434-549 | 501 | -242,68 |
| JPS3 800 | 01 | Exo | 34-145 | 34 | 5,05 |
| | 02 | Endo | 571-582 | 576 | -0,73 |
| | 03 | Endo | 969-995 | 968 | -4,88 |

Fonte: Dados da pesquisa

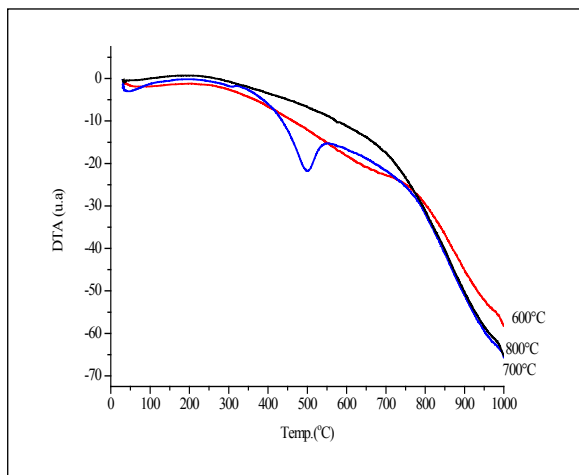
As Figuras 7 e 8 apresentam as curvas DTA para as argilas JPS2 e JPS3. É possível observar – principalmente para a argila JPS2 na temperatura de calcinação de 700 °C – o principal pico endotérmico, agudo na faixa de temperatura de desidroxilação, entre 400 °C e 750 °C, com máximo em torno de 500 °C, característico da realização da desidroxilação e transformação de fase da argila em metacaulinita.

Figura 7 – Curvas DTA para argila JPS2 calcinada, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



Fonte: Elaborada pelos autores

Figura 8 – Curvas DTA para argila JPS3 calcinada, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂

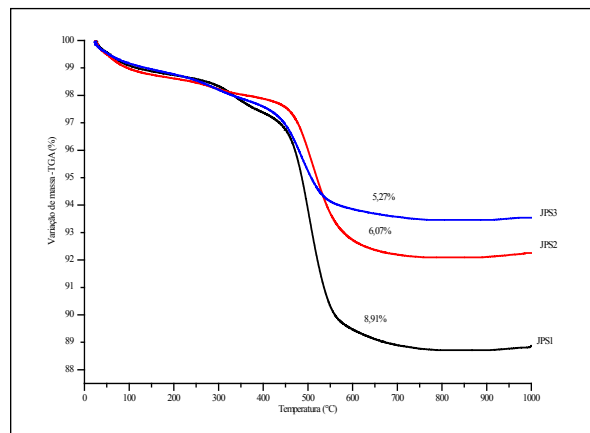


Fonte: Elaborada pelos autores

3.3.2 Análise Termogravimétrica (TGA)

As curvas TGA para as argilas no estado natural são apresentadas na Figura 9.

Figura 9 – Curvas TGA para as argilas no estado natural, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



Fonte: Elaborada pelos autores

A Tabela 5 apresenta os resultados das perdas de massa a partir das curvas TGA das argilas no estado natural.

Tabela 5 – Resultados da decomposição termogravimétrica das argilas no estado natural, à razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂

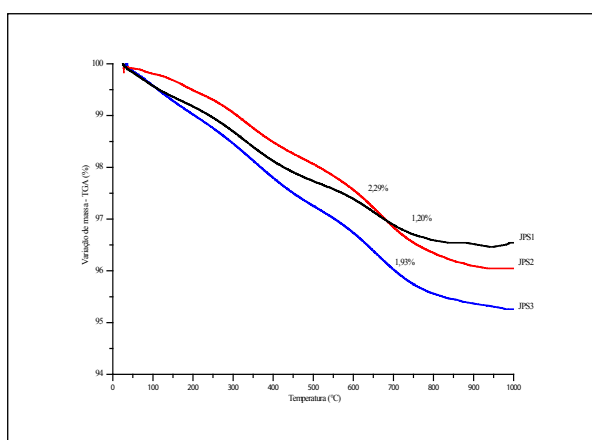
| Argilas | Etapas | Ti-Tf (°C) | Perdas de massa | | Atribuições |
|---------|--------|------------|-----------------|-------|------------------|
| | | | % | mg | |
| JPS1 | 1 | 26-247 | 1,38 | 0,169 | H ₂ O |
| | 2 | 247-367 | 1,02 | 0,125 | H ₂ O |
| | 3 | 367-832 | 8,91 | 1,090 | OH |
| JPS2 | 1 | 26-216 | 1,39 | 0,170 | H ₂ O |
| | 2 | 216-316 | 0,45 | 0,055 | H ₂ O |
| | 3 | 316-808 | 6,07 | 0,744 | OH |
| JPS3 | 1 | 26-209 | 1,25 | 0,151 | H ₂ O |
| | 2 | 209-766 | 5,27 | 0,636 | OH |

Fonte: Dados da pesquisa

As perdas de massa na faixa de temperatura entre 400 °C e 850 °C, onde ocorre a desidroxilação das estruturas, são de 8,91%, 6,07% e 5,27%, respectivamente. A coluna de atribuições indica as perdas de massa, do grupo das hidroxilas (OH).

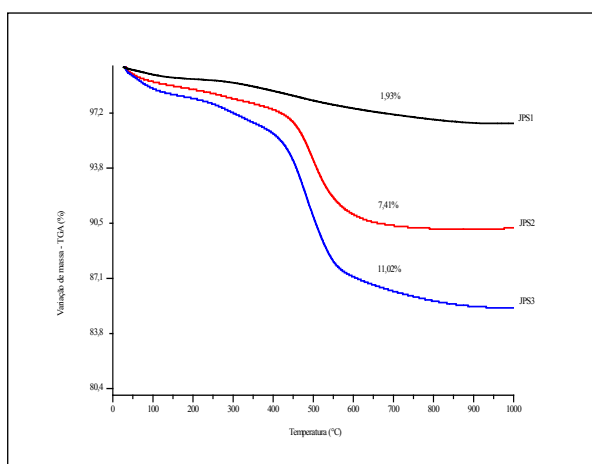
As Figuras 10, 11 e 12 apresentam as curvas TGA das perdas de massa para as argilas JPS1, JPS2 e JPS3 calcinadas nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C.

Figura 10 – Curvas TGA para as argilas JPS1, JPS2 e JPS3 calcinadas a 600 °C, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



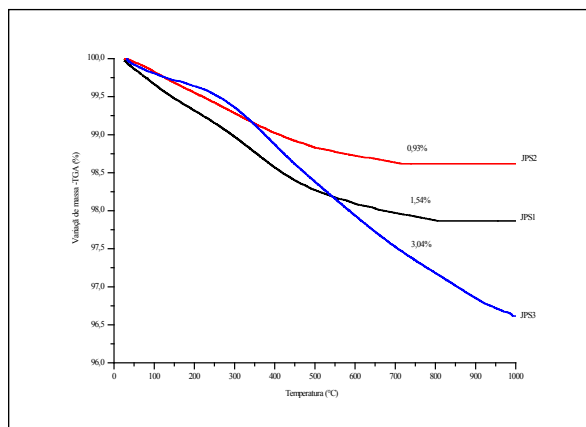
Fonte: Elaborada pelos autores

Figura 11 – Curvas TGA para solos JPS1, JPS2 e JPS3 calcinados a 700 °C, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



Fonte: Elaborada pelos autores

Figura 12 – Curvas TGA para solos JPS1, JPS2 e JPS3 calcinados a 800 °C, obtidas a razão de aquecimento de 10 °C/min e em atmosfera de N₂



Fonte: Elaborada pelos autores

Como é possível observar nas Figuras 10, 11 e 12, as curvas TGA apresentaram comportamentos semelhantes nas temperaturas de calcinação de 600 °C e 800 °C: perdas de massa ao longo da zona de desidroxilação, entre 400 °C e 850 °C, muito baixas, da ordem de 2%, enquanto para temperatura de calcinação de 700 °C foram observadas, para os solos JPS2 e JPS3, perdas de massa bastante consideráveis, da ordem de 7,41% e 11,02%, respectivamente, o que está de acordo com estudos anteriores que sugerem que a melhor temperatura para produção de metacaulinita se encontra na faixa entre 700 °C e 850 °C (MOODI; RAMEZANIANPOUR; SAFAVIZADEH, 2011).

4 Conclusões

- O argilomineral predominante nas amostras dos solos argilosos estudados é a caulinita, acompanhada dos minerais quartzo e feldspato, além de outros materiais em menores proporções;

- Do ponto de vista das exigências químicas, os solos argilosos estudados se enquadram na classificação dos materiais pozolânicos de classe N, apresentando valores de SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃ maiores que 70%;

- De acordo com os ensaios de DRX, os picos da caulinita desapareceram completamente para todas as temperaturas de calcinação (600 °C, 700 °C e 800 °C), indicando que a desidroxilação e a transformação de fase ocorreram totalmente;

- As curvas DTA apresentaram, para as amostras de argilas JPS2 e JPS3, um pico endotérmico

agudo, característico da presença de caulinita e com máximo em torno de 500 °C devido às reações de desidroxilação, numa faixa de 400 °C a 850 °C, e consequente amorfização, ou seja, transformação de uma fase cristalina para a fase amorfa, a metacaulinita;

- Nas curvas TGA das argilas JPS2 e JPS3, nota-se que as perdas de massa foram acentuadas quando as amostras foram calcinadas na temperatura de 700 °C, corroborando as curvas DTA e indicando que essa temperatura pode ser a temperatura ótima de calcinação. As curvas TGA para a amostra JPS1 apresentaram perdas de massa, para as temperaturas de calcinação, muito baixas, provavelmente indicando que, para essa amostra de argila, a calcinação não ocorre na faixa de temperatura adotada, sendo necessária uma avaliação para temperaturas mais baixas, por exemplo, 500 °C.

REFERÊNCIAS

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 12653:2014**

Versão Corrigida:2015: Materiais Pozolânicos – Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM C311 / C311M-18:** Standard test methods for sampling and testing fly ash or natural pozzolans for use in Portland-Cement Concrete. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2018.

BADOGIANNIS, E.; KAKALI, G.; DIMOPOULOU, G.; CHANIOTAKIS, E.; TSIVILIS, S. Metakaolin as a main constituent. Exploitation of poor Greek kaolins. **Cement & Concrete Composites**, v. 27, n. 2, p. 197-203, 2005. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2004.02.007. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0958946504000228>. Acesso em: 29 abr. 2020.

BRITO, I. P.; ALMEIDA, E. P.; NEVES, G. A.; MENEZES, R. R.; SILVA, V. J.; SANTANA, L. N. L. Avaliação de novos depósitos de argilas do Estado da Paraíba visando sua aplicação como matérias-primas cerâmicas. **Cerâmica**, v. 61, n. 360, p. 391-398, 2015. DOI: 10.1590/0366-69132015613601926. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0366-69132015000400391&script=sci_abstract&lng=pt. Acesso em: 29 abr. 2020.

EL-DIADAMONY, H.; AMER, A. A.; SOKKARY, T. M.; EL-HOSEN, S. Hydration and characteristics of metakaolin pozzolanic cement pastes. **HBRC Journal**, v. 14, n. 2, p. 150-158, 2015. DOI: 10.1016/j.hbrj.2015.05.005. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1687404815000486>. Acesso em: 29 abr. 2020.

FERNANDEZ, R.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. L. The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: a comparison between kaolinite, illite and montmorillonite. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 1, p. 113-122, 2011. DOI: 10.1016/j.cemconres.2010.09.013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008884610002176>. Acesso em: 29 abr. 2020.

FRIAS, M.; CABRERA, J. Pore size distribution and degree of hydration of metakaolin-cement pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 30, n. 4, p. 561-569, 2000. DOI: 10.1016/S0008-8846(00)00203-9. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008884600002039>. Acesso em: 29 abr. 2020.

HOLLANDERS, S.; ADRIAENS, R.; SKIBSTED, J.; CIZER, .; ELSEN, J. Pozzolanic reactivity of pure calcined clays. **Applied Clay Science**, v. 132-133, p. 552-560, 2016. DOI: 10.1016/j.clay.2016.08.003. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0169131716303271>. Acesso em: 29 abr. 2020.

MEDEIROS, M. H. F.; HOPPE FILHO, J.; GOBBI, A.; PEREIRA, E. Pozolanas de alta reatividade: uma avaliação crítica de ensaio de Índice de Atividade Pozolânica (IAP) com cal usando Difração de Raios X. **Ambiente Construído**, v. 15, n. 3, p. 19-29, 2015. DOI: 10.1590/s1678-86212015000300023. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1678-86212015000300019&script=sci_abstract&lng=pt. Acesso em: 29 abr. 2020.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento Portland e Hidróxido de Cálcio**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Departamento de Engenharia de Construção Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

MOHAMMED, S. Processing, effect and reactivity assessment of artificial pozzolans obtained from clays and clays wastes: a review. **Construction and Building Materials**, v. 140, p. 10-19, 2017. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2017.02.078. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S095006181730274X>. Acesso em: 29 abr. 2020.

MOODI, F.; RAMEZANIANPOUR, A. A.; SAFAVIZADEH, A. Sh. Evaluation of the optimal process of thermal activation of kaolins. **Scientia Iranica A**, v. 18, n. 4, p. 906-912, 2011. DOI: 10.1016/j.scient.2011.07.011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1026309811001258>. Acesso em: 29 abr. 2020.

SANTOS, P. S. **Tecnologia das Argilas**.
Porto Alegre: Edgard Blucher, 1992. v. 1.

TIRONI, A.; TREZZA, M. A.; IRASSAR, E. F.; SCIAN, A.
N. Thermal treatment of kaolin: effect on the pozzolanic
activity. **Procedia Materials Science**, v. 1, p. 343-350,
2012. DOI: 10.1016/j.mspro.2012.06.046. Disponível
em: [https://www.sciencedirect.com/science/article/
pii/S2211812812000478](https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211812812000478). Acesso em: 29 abr. 2020.