



International Conference for
Academia and Industry Co-operation

20/11/2023 – 24/11/2023

São Luis - Maranhão - Brasil



International Meeting in Materials
Science and Engineering of Maranhão

INFLUÊNCIA DAS TEMPERATURAS DE CALCINAÇÃO NO ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA DE MATERIAIS CAULINITICOS

Influence of Calcination Temperatures on the Pozzolanic Activity Index of Kaolinitic Materials

Marcos M. S. Souza^{1*}, Adriana T. B. Oliveira¹, Diele O. Santana¹, Leonardo J. B. Costa¹, Jhonny S. Ramos², Luis F. A. Brandão².

1 – Faculdade de Engenharia de Materiais - FeMat, Universidade Federal do Pará (UFPA), Ananindeua, PA, Brasil.

2 - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, ITEC, Universidade Federal do Pará (UFPA), Belém, PA, Brasil.

marcosmurilo37@gmail.com

RESUMO

A busca por materiais de construção mais sustentáveis é uma prioridade na engenharia de materiais. Este estudo concentra-se na avaliação da reatividade pozolânica de materiais cauliniticos e seus subprodutos, submetidos à calcinação a temperaturas de 650 e 750 graus Celsius, visando contribuir para práticas mais ambientalmente amigáveis na indústria da construção. O objetivo foi investigar como diferentes temperaturas de calcinação afetam a reatividade pozolânica desses materiais cauliniticos visando um material de alta reatividade pozolânica à menores temperaturas. A metodologia empregada seguiu as diretrizes da norma "NBR15895 de 10/2010 - Materiais Pozolânicos – Determinação do Teor de Hidróxido de Cálcio Fixado – Método Chapelle Modificado." Os resultados desta pesquisa revelaram uma descoberta significativa. A amostra que apresentou o maior consumo de Ca(OH)_2 foi o MK-750, ou seja, o caulim calcinado a 750 graus Celsius durante 3 horas. Desta forma é destacada a influência crucial da temperatura de processamento térmico do material na reatividade pozolânica dos materiais, fornecendo dados valiosos para a engenharia de materiais e engenharia civil, favorecendo a busca por alternativas com menor impacto ambiental para a construção civil.

Palavras-chave: Atividade pozolânica; Caulim; Sustentabilidade na construção.

ABSTRACT

The search for more sustainable building materials is a priority in materials engineering. This study focuses on evaluating the pozzolanic reactivity of kaolinitic materials and their byproducts subjected to calcination at temperatures of 650 and 750 degrees Celsius, aiming to contribute to more environmentally friendly practices in the construction industry. The objective was to investigate how different calcination temperatures affect the pozzolanic reactivity of these kaolinitic materials, aiming for a highly pozzolanic reactive material at lower temperatures. The methodology employed followed the guidelines of the standard "NBR15895 of 10/2010 - Pozzolanic Materials – Determination of Fixed Calcium Hydroxide Content – Modified Chapelle Method." The results of this research revealed a significant finding. The

sample that showed the highest consumption of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ was the MK-750, i.e., kaolin calcined at 750 degrees Celsius for 3 hours. Thus, the crucial influence of the material's thermal processing temperature on the pozzolanic reactivity of materials is highlighted, providing valuable data for materials engineering and civil engineering, promoting the search for alternatives with a lower environmental impact in the construction industry.

Keywords: *Pozzolan activity; Kaolin; Sustainability in construction.*

INTRODUÇÃO

O cimento é um material essencial na indústria da construção civil, sendo amplamente utilizado na criação de estruturas duráveis. Ele é produzido a partir de uma mistura de calcário, argila e outros componentes químicos, passando por um processo de fabricação que envolve moagem e queima [1]. O Cimento Portland é comprovadamente um dos grandes contribuintes para a geração de gases estufa mundiais, é responsável por cerca de 5% a 7% das emissões de dióxido de carbono (CO_2) mundialmente [2], assim, é possível reduzir boa parte das emissões usando materiais cimentícios suplementares, como as argilas calcinadas, escórias metalúrgicas e cinzas [3].

Nas indústrias e construções civis, a pozolana (material cimentício suplementar) é amplamente utilizado, pois, adicionado ao concreto melhora sua resistência e durabilidade o que torna adequado para diversas aplicações. O termo pozolana se refere aos materiais naturais ou artificiais ricos em sílica e alumina, que reage com o hidróxido de cálcio presente no concreto formando compostos que aumentam a resistência e a durabilidade do material [4].

Devido sua composição e reatividade com o cimento, a pozolana é comumente utilizada na indústria da construção para melhorar a resistência e durabilidade do concreto. As pozolanas podem ser fabricadas de forma natural ou artificial e normalmente são adicionadas a projetos de mistura de concreto como substituto de parte do cimento, como também podem reduzir a eflorescência e a reação álcali-sílica. Os diferentes tipos de pozolanas apresentam níveis de reatividade e faixas de dosagem, embora possam melhorar a resistência do concreto a certos fatores ambientais, nenhum cimento pode-se proteger totalmente contra o ataque prolongado de sulfatos. Assim, o uso de materiais pozolânicos, para melhor sustentabilidade e redução do uso de cimento, acaba gerando economia energética e econômica. Na construção civil, tem sido amplamente estudado e implementado para melhorar o desempenho de estruturas de concreto [5].

O caulim é uma argila natural composta principalmente de silicatos de alumínio hidratados, possui propriedades físicas e químicas únicas que o tornam um material altamente valorizado em várias indústrias como a de cerâmica, de papel, de tintas, de plásticos e de cosméticos. O caulim é amplamente utilizado na indústria de papel para melhorar a opacidade e a capacidade de impressão. Também atua como um pigmento branco em tintas, melhorando sua resistência e rigidez. Além disso, o caulim é usado em plásticos para aumentar sua força e rigidez. Na indústria de cosméticos, o caulim é usado para absorver o excesso de óleo em produtos de maquiagem e cuidados com a pele. Sua versatilidade e propriedades desejáveis tornam-no um ingrediente essencial em muitos processos industriais [6][7].

Quando o caulim é calcinado, ocorrem algumas alterações em suas propriedades físicas e químicas. A calcinação é o processo de aquecimento do caulim a altas temperaturas, geralmente entre 700 e 900 °C, para remover a água e outros compostos voláteis presentes na argila. Durante esse processo, o caulim passa por uma transformação estrutural, resultando em uma perda significativa de água e na formação de uma estrutura amorfa [8].

Este artigo visa determinar o teor de hidróxido de cálcio fixado, utilizando a norma ABNT NBR 15895- Método Chapelle com variação de caulim comercial e calcinados e diminuição do tempo de agitação do material.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para obtenção do material pozolânico, duas amostras de caulim industrial foram calcinadas em forno do tipo mufla por 3 horas. A primeira amostra foi calcinada utilizando 650 °C de temperatura e a segunda amostra, 750 °C. Com uma balança analítica pesou-se 1,0000g com margem de erro de $\pm 0,0001$ g de amostras de materiais pozolânicos calcinados e anotou-se sua massa (m_2). No momento do ensaio, foram preparados 2,0000g com margem de erro de $\pm 0,0001$ g de óxido de cálcio (CaO). Os materiais seguiram para um frasco de polipropileno com tampa rosqueada e foram agitados durante 6 horas em banho maria com temperatura de $\pm 90^\circ\text{C}$. A figura 1 representa o processo para a preparação do material.

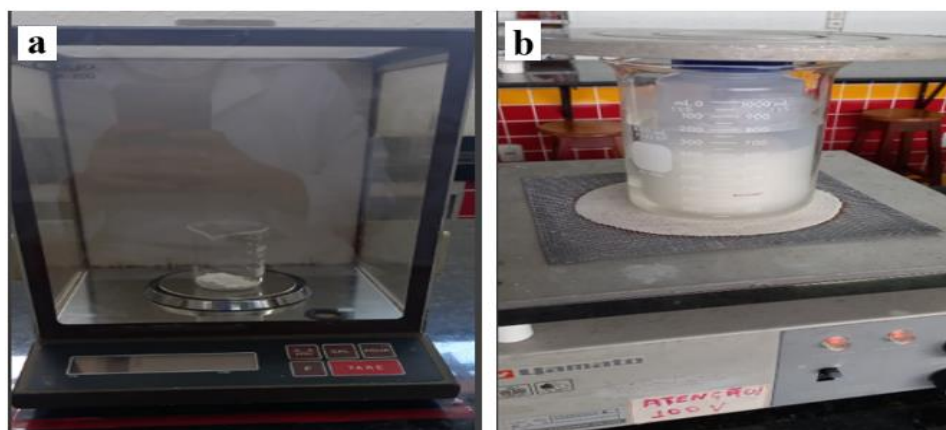


Fig 1: Etapas para obtenção do material pozolânico. a) Pesagem de CaO. b) Agitação Magnética e aquecimento durante 6 horas.

Padronização de solução de ácido clorídrico com concentração de 0,1M

Na padronização da solução, utilizou-se carbonato de sódio (Na_2CO_3), previamente seco em estufa, durante 1 hora e meia em temperatura de 110 °C. Em seguida, pesou-se 2,650g de carbonato de sódio, que foi dissolvido e diluído com água destilada em balão volumétrico de 500 mL. Com auxílio de uma pipeta, transferiu-se 25mL de solução para um frasco erlenmayer, e adicionou-se duas gotas de indicador alaranjado de metila. Por fim, a solução foi titulada com solução de ácido clorídrico (HCl) até observar a mudança de coloração. A titulação foi feita em triplicata e determinou-se o valor da média aritmética dos volumes. A equação 1 expressa a reação ocorrida e a figura 2 as etapas do processo de padronização.

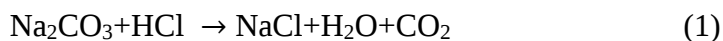




Fig 2: Etapas do processo de padronização da solução de HCl: a) solução de Na_2CO_3 ; b) resultado da padronização.

Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado- método chapelle modificado

Após a agitação magnética, junto ao aquecimento durante 6 horas, foi adicionado uma solução de sacarose com concentração de 240 g/L ao frasco contendo o material e em seguida seguiu para agitação manual durante 10 minutos. Filtrou-se cerca de 300 mL de solução, e com auxílio de uma pepita, transferiu-se 50 mL dessa solução a um frasco Erlenmeyer. Por sua vez, adicionou-se 3 gotas de indicador Fenolftaleína, e então a mistura foi titulada com ácido clorídrico até a mudança de coloração (incolor). A titulação foi feita em triplicata para determinar o volume médio (V_2). Os mesmos procedimentos foram adotados para o ensaio em branco (sem a presença de analítico). A figura 3 expressa o procedimento para a titulação.

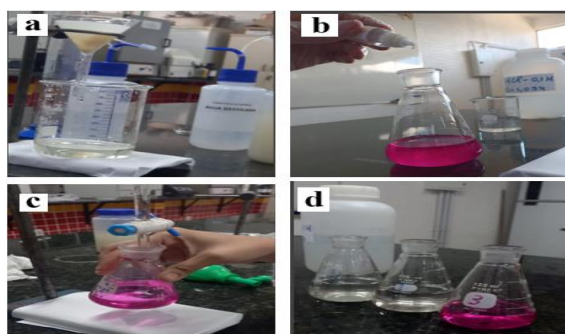


Fig 3: Titulação para a determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado- método chapelle modificado. a) Filtração da solução; b) adição do indicador fenolftaleína; c) titulação utilizando HCl; d) comparativo da coloração da titulação para obtenção do volume.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Durante a padronização, a bureta estava graduada em 25 mL, assim durante a titulação em triplicata foram anotado os volumes utilizados na titulação, que estão dispostos na tabela 1.

Tabela 1: Dados obtidos na padronização da solução de ácido clorídrico a 0,1M.

Titulação	Leitura Inicial	Leitura Final	Volume utilizado
Titulação 1	25 mL	0,8 mL	24,2 mL
Titulação 2	25 mL	0,9 mL	24,1 mL
Titulação 3	25 mL	0,8 mL	24,2 mL

Segundo a norma ABNT NBR 15895, podemos obter o fator de correção para a solução de ácido clorídrico (F_c). Segundo a equação 2.

$$F_c = \frac{25}{V_s} \quad (2)$$

Onde V_s é média dos volumes utilizados na titulação (24,167 mL). Portanto, o fator de correção para a solução de ácido clorídrico utilizada foi de 1,034.

Para os materiais pozolânicos, após a agitação e aquecimento, os dados da titulação estão dispostos na tabela 2. A leitura final, como o volume utilizado, representa a média da titulação em triplicata.

Tabela 2: Dados obtidos na titulação da pozolona após agitação, aquecimento e filtração.

	Titulação 1	Titulação 2	Titulação 3	Volume médio V2
Caulim sem calcinação	50mL	49,8 mL	49,7 mL	49,83 mL
Caulim calcinado a 650 °C	22,6 mL	24,9 mL	26,7 mL	24,7 mL
Caulim calcinado a 750 °C	20,6 mL	23,7 mL	25,7 mL	23,3 mL
Ensaio em Branco	53,5 mL	53,2	53,1	53,27 mL

O índice de atividade pozolânica Chapelle, que corresponde ao teor de hidróxido de cálcio fixado, em miligramas (mg) de Ca(OH)_2 por grama (g) de material de material pode ser dado pela equação 3:

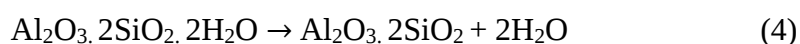
$$I_{\text{Ca(OH)}_2} = \frac{28 \cdot (V_3 - V_2) \cdot Fc}{m_2} * 1,32 \quad (3)$$

Onde V_3 representa o volume do ensaio em branco, Fc é o fator de correção do ácido Clorídrico, m_2 é a massa de material pozolânico (1,0000g) e 1,32 é a relação molecular $\text{Ca(OH)}_2/\text{CaO}$.

Tabela 3: Resultados dos ensaios para a determinação da atividade pozolânica chapelle.

	Caulim Sem calcinação	Caulim calcinado a 650 °C	Caulim calcinado a 750 °C
Hidróxido de cálcio fixado-Atividade pozolânica Chapelle	127,14	1045,97	1098,7

Durante a calcinação do caulim ocorre a desidroxilação segundo a equação 4



O resultado da calcinação forma a metacaulinita, um material mais reativo devido a sua estrutura amorfa [8]. O gráfico 1 compara diferentes resultados da atividade pozolânica para a calcinação do caulim [9].

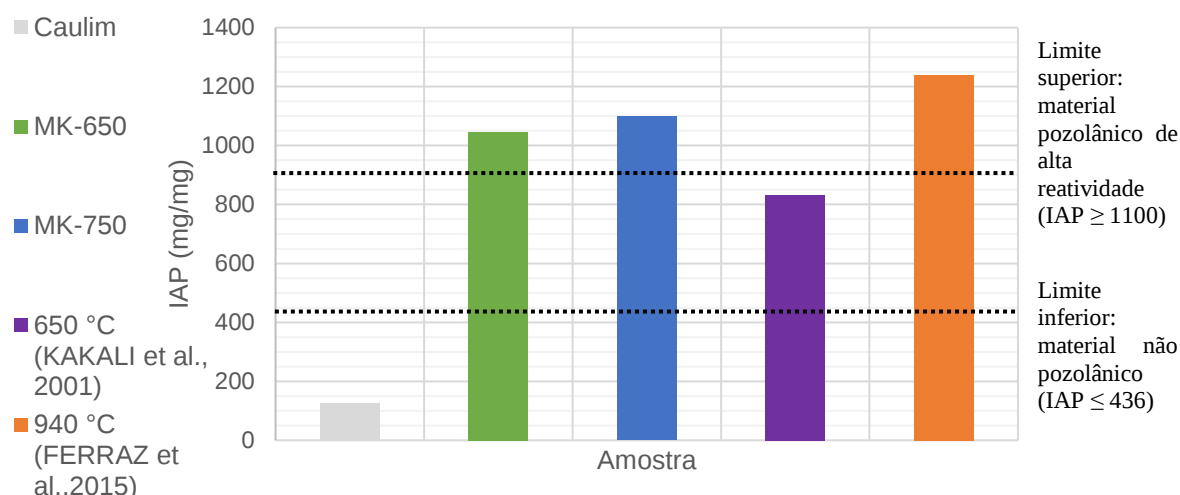


Fig. 4 - Resultados do índice de atividade pozzolânica pelo método chapelle.

CONCLUSÕES

O caulim pode ser utilizado como pozzolana em certas circunstâncias, mas não é amplamente utilizado devido à sua baixa atividade pozzolânica natural. O caulim é uma argila de baixa reatividade, o que significa que sua capacidade de reagir quimicamente com o hidróxido de cálcio para formar compostos semelhantes ao cimento é limitada, no entanto o caulim pode ser submetido a tratamentos térmicos (calcinação) para aumento de atividade pozzolânica [10].

Com base nos testes apresentados acima, de acordo com as recomendações descrita pela NBR 15895 (ABNT. 2010), mostrou-se que o grau de calcinação influencia de modo significativo na estabilidade do material. Segundo a literatura encontrada para caulim calcinado em temperatura de 650°C a 750°C, o material apresenta alto índice de atividade pozzolânica[11]. Assim, o teor de cálcio encontrado na amostra de caulim calcinados a 750°C apresentou índice superior aos demais.

REFERÊNCIAS

- [1] **Cimento**. Disponível em: <<https://www.aecweb.com.br/revista/materias/cimento-diferentes-tipos-e-aplicacoes/11959>>. Acesso em: 2 nov. 2023.
- [2] SHOBEIRI, S.; JAMSHIDI, M.; KALANTARI, S. M. H. A Review on Pozzolanic Materials and Their Applications in Concrete. **Advances in Civil Engineering Materials**, v. 10, n. 3, p. 160–173, 2021.
- [3] **Climate Change 2021: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change**. [s.l.] Cambridge University Press, 2021.
- [4] RODRÍGUEZ-CAMACHO, R. E.; URIBE-AFIF, R. Importance of using the natural pozzolans on concrete durability. **Cement and concrete research**, v. 32, n. 12, p. 1851–1858, 2002.
- [5] AL-MANSOUR et al. Green concrete: By-products utilization and advanced approaches. **Sustainability**, v. 11, n. 19, p. 5145, 2019.
- [6] BENVINDO DA LUZ, A. et al. 1. **Caulim**. Disponível em: <<http://mineralis.cetem.gov.br:8080/bitstream/cetem/1047/1/11.Argila-CAULIM%20ok.pdf>>. Acesso em: 2 nov. 2023.
- [7] **CAS 1332-58-7 calcinado de caulim para pintar/ Fabricação de Papel/Produtos cosméticos**. Disponível em: <<https://modecosa.com/w297cnrrna/colgante-pa383524159uelos-8652421.html>>. Acesso em: 2 nov. 2023.

- [8] OLIVEIRA, M. P. DE; BARBOSA, N. P. Potencialidades de um caulim calcinado como material de substituição parcial do cimento portland em argamassas. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental/Brazilian Journal of Agricultural and Environmental Engineering**, v. 10, n. 2, p. 490–496, 2006.
- [9] G. KAKALI A , T. PERRAKI B , S. TSIVILIS A, E. BADOGIANNIS A. **Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity**
- [10] YANGUATIN, H.; TOBÓN, J.; RAMÍREZ, J. **Pozzolanic reactivity of kaolin clays, a review** **Reactividad puzolánica de arcillas caoliníticas, una revisión**. Disponível em: <https://www.scielo.cl/pdf/ric/v32n2/en_art02.pdf>. Acesso em: 3 nov. 2023.
- [11] BRANDÃO, L. F. A. Influência da temperatura de síntese do metacaulim para uso em pastas geopoliméricas. 2022.