

EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES DAS PASTAS DE CIMENTO PORTLAND: DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES ATRAVÉS DE ENSAIOS DE ULTRA-MICRODUREZA

D. C. S. Garcia; R. B Figueiredo; M. T. P. Aguilar

Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG)

Ramiro Corrêa 639, Bela Vista – Formiga – Minas Gerais – CEP 35.570 000

dayanacsgracia@yahoo.com.br

RESUMO

O objetivo do trabalho foi analisar a influência do tratamento térmico na evolução da dureza de pastas cimento com adição de sílica ativa. Para o preparo das amostras foi utilizado cimento Portland Comum, fator água/aglomerante de 0,40 e 25% de sílica ativa em substituição parcial da massa de cimento. Os corpos de provas foram levados ao forno por 24 horas, com regimes de temperatura de 100, 200 e 300°C e submetidas a ensaios de ultra-microdureza. A microestrutura foi analisada por meio de ceramografia e em microscópio ótico. Os resultados mostraram que a sílica ativa inibe a formação de hidróxido de cálcio e o tratamento térmico aumenta a dureza da pasta de cimento.

Palavras-chave: Tratamento térmico; pasta de cimento; microdureza.

INTRODUÇÃO

O tratamento térmico é utilizado para acelerar a taxa de hidratação e o desenvolvimento da resistência à compressão das pastas de cimento Portland nas primeiras idades⁽¹⁾. Exerce influência direta nas propriedades mecânicas, durabilidade e características da microestrutura⁽²⁻⁵⁾. Quando são empregadas

temperaturas em torno de 90°C a velocidade das reações pozolânicas aumenta e ocorre a modificação da microestrutura dos compostos hidratados, ainda amorfos. Com temperaturas superiores a 200°C o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), principal responsável pelas propriedades de pastas de cimento, começa a se cristalizar em xonotlita⁽⁶⁻⁸⁾.

A nanoindentação é amplamente empregada na determinação da microdureza (H) e módulo de elasticidade (E)⁽⁹⁾. Nas pastas de cimento os maiores valores de microdureza estão localizados nas fases anidras ou parcialmente hidratadas, ao passo que, os menores são obtidos nas fases hidratadas, sendo os resultados mais baixos associados ao C-S-H⁽¹⁰⁻¹³⁾. Os estudos sobre a evolução da dureza em pastas de cimento são realizados em amostras curadas na temperatura ambiente. Os estudos sobre a dureza do C-S-H após o tratamento térmico não são descritos na literatura.

O objetivo deste trabalho é analisar a influência do tratamento térmico na evolução da dureza de pastas de cimento Portland com adição de sílica ativa através de ensaios de ultra-microdureza.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para o preparo das amostras foi utilizado cimento Portland tipo CPI-S 32, adição de 25% de sílica ativa em substituição parcial da massa de cimento e fator água/aglomerante de 0,40. As composições químicas da sílica ativa e do cimento Portland estão apresentadas pela Tabela 1. As curvas granulométricas e difração de raios-X, para a sílica ativa e cimento, estão descritas nas Figuras 1 (a) e (b), respectivamente.

Tabela 1 – Composição química da sílica ativa e do cimento Portland (%).

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	LOI
Sílica Ativa	94,7	0,24	0,07	0,97	1,29	0,03	0,09	0,22	0,72	0,02	2,81
Cimento CPI-S 32	19,6	4,77	3,05	61,4	2,23	0,25	0,117	0,32	0,96	0,05	5,38

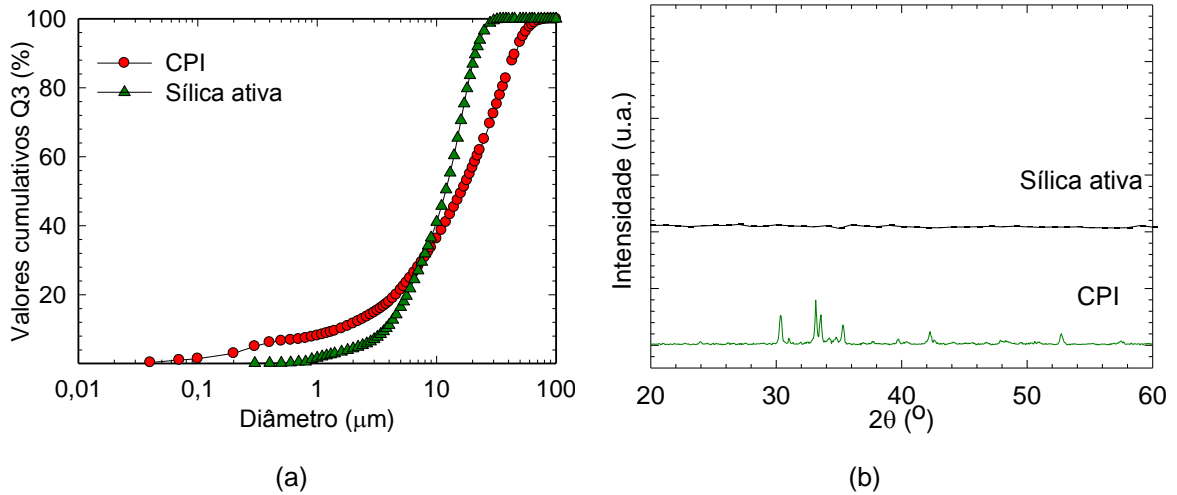


Figura 1 – (a) Curva Granulométrica e (b) difração de raios X da sílica ativa e do cimento Portland

As amostras foram moldadas e após um dia de cura foram levadas ao forno em diferentes temperaturas, por 24 horas. Posteriormente, foram resfriadas até a temperatura ambiente, durante 24 horas. Os tratamentos térmicos utilizados são descritos na Figura 2.

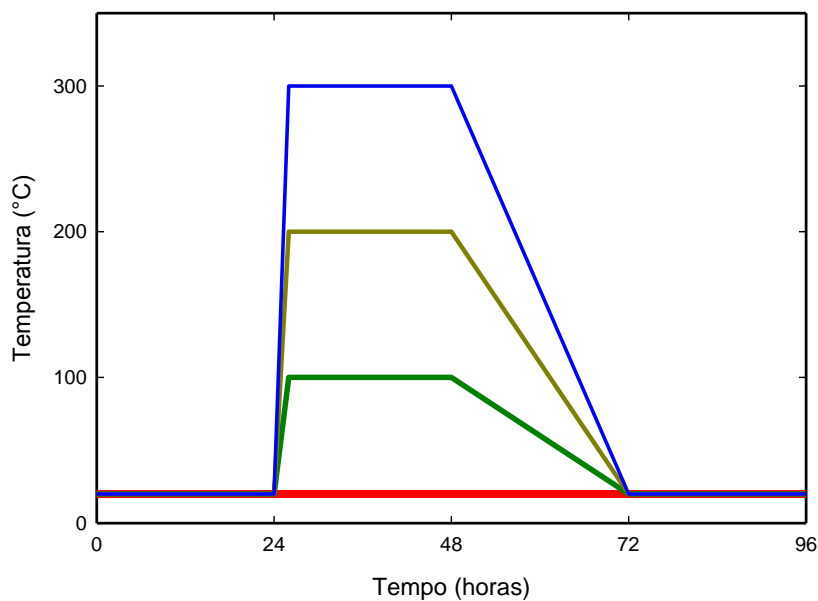


Figura 2 – Temperaturas e duração do tratamento térmico

Para a análise da microestrutura, as amostras foram lixadas em lixas de #220, #440, #600, #1000, #2000 e #2500 e polidas com solução de alumina (1µm), sendo observadas no microscópio óptico, logo em seguida. No ensaio de ultra-microdureza foram realizadas 10 indentações, de maneira aleatória nas regiões correspondentes

a região hidratada, em cada amostra. Foi utilizado o ultra-microdurômetro *Shimadzu* DUH-211, penetrador Berkovich, carga de 50 mN e taxa de carregamento de 5,0 mN/s.

RESULTADOS

A Figura 3 representa as imagens obtidas com o auxílio do microscópio ótico para as amostras produzidas sem sílica ativa, sendo (a) na temperatura ambiente e (b) a 300°C. Observa-se uma grande quantidade de partículas mais claras que ficaram em alto relevo depois do processo de lixamento e polimento, em ambas as figuras. Isto sugere que elas sejam mais duras. Não foi possível verificar a alteração da microestrutura devido ao tratamento térmico, uma vez que a ampliação utilizada não permite a identificação de partículas nas dimensões dos cristais de C-S-H formado a elevadas temperaturas.

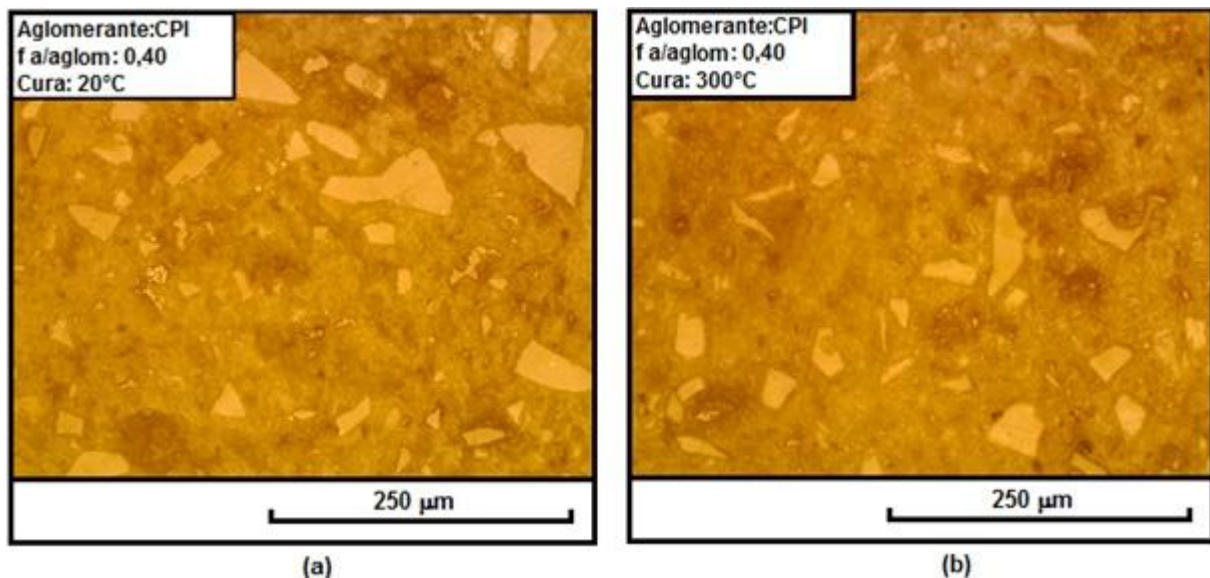


Figura 3 – Imagens de pasta de cimento sem sílica ativa (a) a 20°C e (b) a 300°C

A Figura 4 corresponde às imagens obtidas para pastas de cimento confeccionadas com sílica ativa à (a) 20°C e a (b) 300°C. Não foi possível observar a presença de partículas mais claras e nem modificação da microestrutura devido ao tratamento térmico.

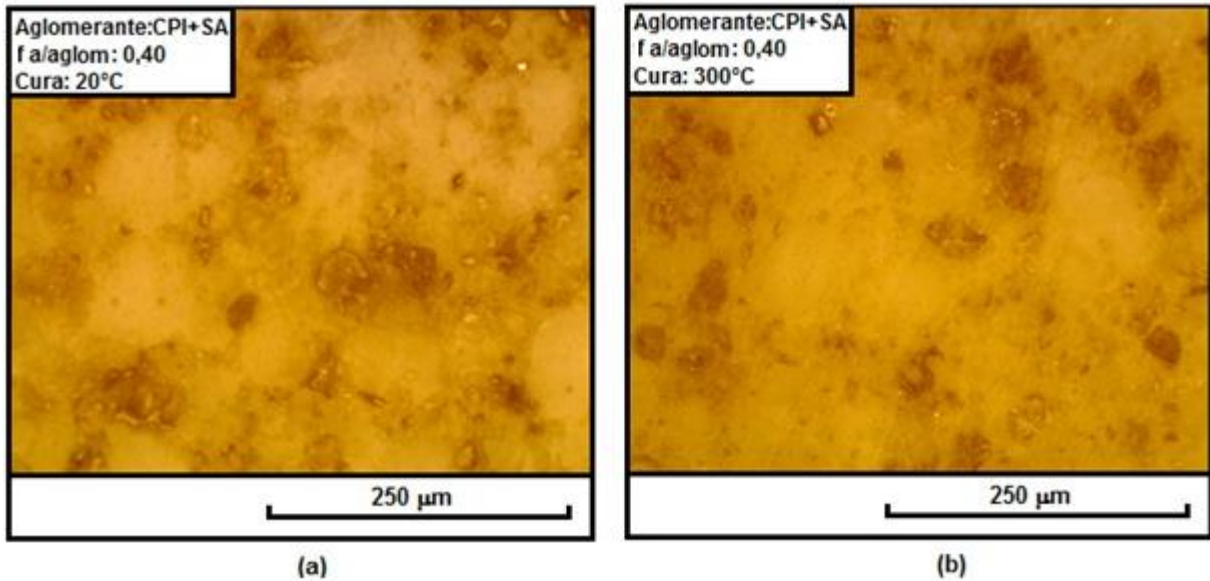


Figura 4 – Imagens de pasta de cimento com sílica ativa (a) a 20°C e (b) a 300°C

Os gráficos da força em função da profundidade das amostras com tratamento térmico a 300°C estão apresentados nas Figuras 5, sendo (a) sem sílica ativa e (b) com sílica ativa. No primeiro, as curvas estão dispersas indicando alta dispersão dos valores, enquanto que no segundo caso, as curvas são mais homogêneas. Os menores valores de profundidade foram obtidos em (a) indicando a presença de partículas mais duras. Isto acontece devido à presença do CH, que é encontrado em quantidade menor quando se utiliza sílica ativa.

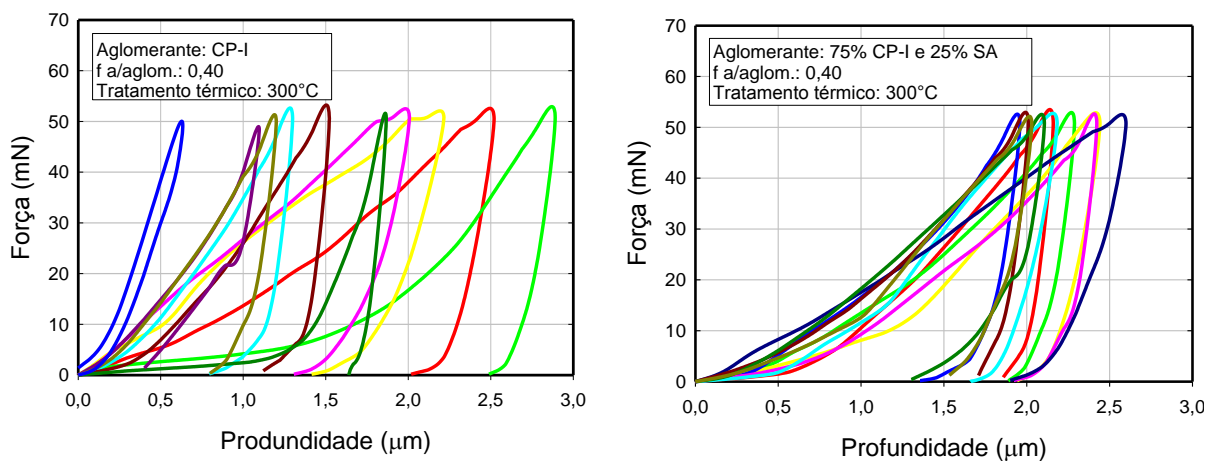


Figura 5 – Gráfico força/profundidade das amostras com tratamento térmico a 300°C (a) sem sílica ativa e (b) com sílica ativa.

Os valores médios de dureza para as amostras com sílica ativa estão representadas pela Figura 6. Os maiores valores são obtidos nas temperaturas mais elevadas. Comparando os valores da temperatura ambiente com os de 100°C, observa-se que a média da dureza teve um aumento de aproximadamente 90%, explicado pela modificação da microestrutura devido às reações pozolânicas.

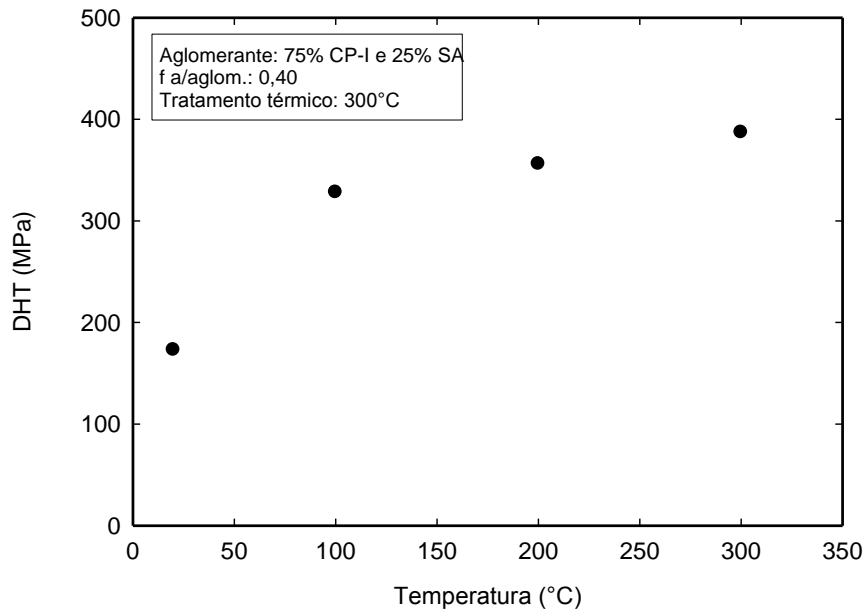


Figura 5 – Dureza média

O valor de microdureza para uma pasta de cimento sem adição de sílica ativa e com tratamento térmico a 300°C apresentou um valor de dureza média 405 MPa. Contudo, este valor médio só foi conseguido quando a penetração foi realizada de maneira cuidadosa, evitando o CH e interfaces com o clínquer.

DISCUSSÃO

A Figura 3 apresentou uma grande quantidade de partículas mais claras que não são observadas na Figura 4. Estas fases mais claras são atribuídas ao hidróxido de cálcio, um dos produtos do processo de hidratação do cimento Portland. Dessa forma, a ausência de CH nas amostras confeccionadas com sílica ativa, Figura 4, pode ser explicada pelas reações pozolânicas. A técnica de microscopia ótica se mostrou eficaz para a identificação de partículas de hidróxido de cálcio.

Os valores de dureza em cristais e interfaces são superiores aos dos produtos de hidratação, sendo as partículas do clínquer as mais duras. Contudo, dentre as partículas hidratadas o CH apresenta dureza maior do que o C-S-H⁽¹¹⁾. A Figura 5 (a) mostra que a pasta confeccionada sem sílica ativa apresentou curvas de força em função da profundidade muito dispersas. A grande quantidade de hidróxido de cálcio pode ter interferido nos resultados, sendo maior também a probabilidade da indentação ter sido realizada entre as interfaces.

Na literatura, corpos de provas sem sílica ativa, com fator água/aglomerante de 0,45, e sem tratamento térmico têm apresentando valores de dureza maiores do que as amostras de referência. O valor de H para amostras com 30% de sílica ativa com tempo de cura menor do que uma semana e 180 dias foi de aproximadamente 171 MPa e 400MPa, respectivamente. Contudo, sem a adição dessa pozolana foi encontrado 403 MPa a 180 dias⁽¹⁴⁾. Neste trabalho, a dureza média encontrada para as amostras com sílica ativa foi de 173 MPa e 387 MPa, para as temperaturas de 20°C e 300°C respectivamente, enquanto que sem a adição ela foi de 220 MPa e 405 MPa. Os resultados foram parecidos com o da literatura, sendo os encontrados na temperatura de 300°C similares aos de 180 dias. Isto indicaria que o tratamento térmico acelera o desenvolvimento da dureza das pastas deixando-as com valores similares as de 180 dias.

CONCLUSÕES

- A análise da microestrutura por microscopia ótica revelou a presença de hidróxido de cálcio nas amostras de pasta de cimento puro e ausência de CH em amostras de pastas de cimento com adição de sílica ativa.
- A amostra de pasta de cimento puro apresentou grande variação de dureza, enquanto que a amostra de pasta com sílica ativa apresentou menor variabilidade. Esta diferença é atribuída à presença de CH na primeira.
- O tratamento térmico acelerou a reação de hidratação da pasta de cimento. O aumento da temperatura do tratamento térmico aumentou sensivelmente a dureza.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem às agências FAPEMIG, CNPq e CAPES pelo suporte à realização do trabalho.

REFERÊNCIAS

- (1) FAMY, C. et al. Effects of an Early or a Late Heat Treatment on the Microstructure and Composition of Inner C-S-H Products of Portland Cement Mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 32, 2002. p. 269-278.
- (2) RICHARD, P.; CHEYREZY, M. Composition of Reactive Powder Concretes. **Cement and Concrete Research**, v. 25, n. 7, 1995. p. 1501-1511.
- (3) CHEYREZY, M.; MARET, V.; FROUIN, L. Microstructural Analysis of RPC (Reactive Powder Concrete). **Cement and Concrete Research**, v. 25, n. 7, 1995. p. 1491-1500.
- (4) DUGAT, J.; ROUX, N.; BERNIER, G. Mechanical Properties of Reactive Powder Concretes. **Materials and Structures**, v. 29, 1996. p. 233-240.
- (5) YAZICI, H. et al. Mechanical Properties of Reactive Powder Concrete Containing Mineral Admixtures Under Different Curing Regimes. **Construction and Building Materials**, v.23, 2009. p. 1223-1231.
- (6) TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford, 1997.
- (7) COURTIAL, M. Microstructure d'un Béton de Poudre Réactive Extrudable, 2011.
- (8) ZANNI, H. Investigation of Hydration and Pozzolanic Reaction in Reactive Powder Concrete (RPC) Using SiNMR. **Cement and Concrete Research**, v. 26, n. 1, 1995. p. 93-100.
- (9) OLIVER, W. C.; Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of materials research**, v. 7, 1992. p. 1564-1583.
- (10) VELEZ, K.; MAXIMILIEN, S.; DAMIDOT, D.; FANTOZZI, G.; SORRENTINO, F. Determination by Nanoindentation of Elastic Modulus and Hardness of Pure Constituents of Portland Cement Clinker. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 4, 2001.
- (11) HUGHES, J. J.; TRTIK, P. Micro-mechanical Properties of Cement Paste Measured by Depth-sensing Nanoindentation: a preliminary correlation of physical properties with phase type. **Materials Characterization**, v. 53, n. 2, 2004. p. 223-231.

(12) ZHU, W.; HUGHES, J. J.; BICANIC, N.; PEARCE, C. J. Nanoindentation Mapping of Mechanical Properties of Cement Paste and Natural Rocks. **Materials Characterization**, v. 58, n. 11, 2007. p. 1189-1198.

(13) CONSTANTINIDES, G.; ULM, F.-J. The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 1, 2004. p. 67-80.

(14) FELDMAN, R. F.; CHENG-YI, H. Properties of Portland Cement-Silica Fume Pastes II: mechanical properties. **Cement and Concrete Research**, v. 15, 1985. p. 943-952.

EFFECT OF HEAT TREATMENT ON PROPERTIES OF PORTLAND CEMENT PASTES: DETERMINATION OF PROPERTIES THROUGH ULTRA-MICROHARDNESS TEST

ABSTRACT

The aim of this paper was to investigate the influence of heat treatment on hardness evolution of cement pastes containing silica fume. The specimens were prepared with Ordinary Portland Cement (CPI-S 32), water/binder ratio of 0,40 and 25% wt. silica fume. The specimens were cast at ambient temperatures and after 24 hours, they were placed in a furnace for 24 hours, with heat regimes of 100°C, 200°C and 300°C and submitted the ultra-microhardness test. The microstructure was analyzed through ceramography technique on optical microscopy. The results showed that the silica fume prevents the production of calcium hydroxide and the heat treatment increase the material hardness.

Key-words: Heat treatment; cement pastes; microhardness.