

Tratamento de alcalinização da casca de arroz e sua incorporação em compósitos cimentícios

Afonso Manuel Damião Esteves

Dissertação para obtenção do grau de Mestre em

Engenharia Civil

Orientadores:

Professora Doutora Rita Maria Vilela Nogueira

Professora Doutora Inês dos Santos Flores Barbosa Colen

Júri

Presidente: Professor Doutor Vítor Faria e Sousa

Orientador: Professora Doutora Rita Maria Vilela Nogueira

Vogal: Professor Doutor José Alexandre de Brito Aleixo Bogas

Abril de 2021

Declaração

Declaro que o presente documento é um trabalho da minha autoria e que cumpre todos os requisitos do Código de Conduta e Boas Práticas da Universidade de Lisboa.

Agradecimentos

Para a realização da presente dissertação e do curso de Engenharia Civil, foi necessário percorrer um longo percurso, percurso este que sem a presença de determinadas pessoas e entidades, não teria sido fácil de superar. Neste contexto, apresento os meus sinceros agradecimentos, a todos os responsáveis que de uma forma ou de outra contribuíram positivamente, tanto para a concretização da presente dissertação, como para a obtenção do grau de Mestre de Engenharia Civil.

Em primeiro lugar, gostaria de deixar o meu profundo agradecimento, às professoras orientadoras Inês Flores-Colen e Rita Nogueira, uma vez que ao longo dos últimos meses, demonstraram inteira disponibilidade, quer na transmissão dos seus vastos conhecimentos sobre o tema abordado, quer na persistência e dedicação prestada, para que todos os objetivos fossem cumpridos e para que no final se obtivesse o maior nível de sucesso nos resultados alcançados.

Seguidamente, gostaria de agradecer à Ana Raimundo, investigadora cooperativa no projeto 'RiceHusk+ Compósitos cimentícios com a casca de arroz para soluções pré-fabricadas de painéis multicamada e barreiras acústicas', por todos os momentos em que não era da sua obrigação, ter revelado ser, para além de uma excelente profissional, uma pessoa bastante dedicada e com um grande espírito de entreatajuda, a quem pude recorrer quando necessário, inúmeras vezes ao longo deste estudo.

Penso que seria também importante, deixar umas palavras de apreço ao Instituto Superior Técnico, não só por ter sido orgulhosamente a faculdade onde me formei, mas por em pleno clima de pandemia, ter garantido sempre as condições de segurança necessárias, para a continuação dos trabalhos experimentais no Laboratório de Construção do DECivil. Gostaria ainda de deixar o meu especial agradecimento, aos técnicos laboratoriais Pedro Costa e Francisco Almeida, pela ajuda prestada durante execução dos diversos ensaios, realizados ao longo de toda a campanha experimental.

Gostaria ainda de agradecer ao FEDER (LISBOA-01-0247-FEDER-039577) e aos responsáveis pelo desenvolvimento do POCI (POCI-01-0247-FEDER039577) pelo investimento realizado e ainda à empresa Farcimar S.A., por ter disponibilizado toda a casca de arroz utilizada ao longo deste estudo.

A nível pessoal, quero começar por agradecer a todos os meus amigos, que para lá do apoio e companheirismo prestado ao longo de todo o curso, tornaram o meu percurso académico memorável e do qual eu nunca me vou esquecer. Sempre me foi dito que os amigos que ficam para a vida, são os que conhecemos na universidade. Pois bem, isso veio a confirmar-se, uma vez que desenvolvi fortes laços de amizade, que ficaram para sempre.

Por último e como os últimos são sempre os primeiros, todo o agradecimento é pouco para expressar o quão grato estou por tudo o que a minha família fez por mim. Para além de me terem facultado todas as condições necessárias para a minha formação, estiveram sempre presentes, quer para festejar as minhas vitórias como para me levantar nas minhas derrotas. Assim sendo, um último obrigado, por me ajudarem a ser o homem que sou hoje, e o engenheiro que serei amanhã.

Resumo

O conceito de sustentabilidade encontra-se cada vez mais associado ao ramo da Engenharia Civil. No entanto, o sector da construção é dos mais prejudiciais para o meio ambiente, uma vez que contribui diariamente para a sua degradação, através de elevados consumos energéticos, elevadas emissões poluentes e do uso excessivo de materiais extraídos da natureza. Neste contexto, o tema principal da presente dissertação, relaciona-se com a introdução de casca de arroz, com e sem tratamento, em compósitos cimentícios, funcionando como agregado leve, de forma a retirar partido das boas características acústicas e térmicas que este subproduto agrícola pode conferir.

O arroz é dos cereais mais cultivados e consumidos mundialmente, o que conseqüentemente resulta na acumulação em larga escala da sua camada protetora. No entanto, a casca de arroz não possui qualquer tipo de aproveitamento industrial, o que motiva um preço de aquisição bastante reduzido, aspeto que potencia a compra para outros fins, deste material. As características intrínsecas da casca de arroz têm potencial de contribuir para melhores desempenhos térmicos e acústicos de materiais cimentícios. No entanto, a sua natureza orgânica e friabilidade sugerem potenciais problemas ao nível do desempenho mecânico. Deste modo, e de forma a melhorar estas características menos positivas, desenvolveu-se ao longo deste estudo, a aplicação de um pré-tratamento alcalino à casca de arroz, utilizando o hidróxido de sódio. Este tratamento tem como principal finalidade, eliminar parte da matéria orgânica existente na casca de arroz e prejudicial para os compósitos cimentícios a produzir, melhorando assim as suas características.

O presente estudo encontra-se dividido em três campanhas experimentais diferenciadas, de forma a permitir que se abordem diferentes intensidades e durações de tratamento, perspetivando assim um estudo completo e detalhado à cerca da influência que o tratamento de alcalinização tem na casca de arroz. O plano de caracterização incluiu diversos ensaios de avaliação da casca e ensaios físicos e mecânicos dos compósitos produzidos, de modo a avaliar quer o desempenho do compósito, quer a forma como a casca de arroz interage com a matriz cimentícia. A presente dissertação permitiu concluir que a incorporação de casca de arroz tratada beneficia as propriedades mecânicas dos compósitos produzidos. Foi ainda possível analisar a influência do efeito que o tratamento produz nas propriedades físicas da casca de arroz e ainda os impactos que todo este procedimento provoca quer no sector da construção como no meio ambiente.

Palavras Chave: Casca de arroz; Tratamento de alcalinização; Hidróxido de sódio; Compósitos cimentícios.

Abstract

The concept of sustainability is increasingly associated with the sector of Civil Engineering. However, the construction sector is one of the most harmful to the environment, since it contributes daily to its degradation, through high energy consumption, high pollutant emissions, and excessive use of materials extracted from nature. In this context, this dissertation's main topic is related to the introduction of rice husk, with and without treatment, in cementitious composites, acting as lightweight aggregate, to take advantage of the good acoustic and thermal characteristics that this agricultural by-product can confer.

Rice is one of the most cultivated and consumed cereals worldwide, which consequently results in a large-scale accumulation of its protective layer. However, rice husk has no industrial use, which leads to a very low purchase price, an aspect that encourages the purchase of this material for other purposes. The intrinsic characteristics of rice husk have the potential to contribute to better thermal and acoustic performance of cementitious materials. However, its organic nature and friability suggest potential problems in terms of mechanical performance. In this way, and to improve these less positive characteristics, the application of an alkaline pre-treatment to rice husk, using sodium hydroxide, was developed throughout this study. This treatment's main objective is to eliminate part of the existing organic matter that is harmful to the cement composites to be produced, improving.

The present study is divided into three different experimental campaigns, to allow the approach of different intensities and durations of treatment, thus enabling a complete and detailed study about the influence that the alkalization treatment has on the rice husk. The characterization plan included several tests to evaluate the husk and physical and mechanical tests of the composites produced, to evaluate both the performance of the composite and the way the rice husk interacts with the cementitious matrix. The present dissertation allowed us to conclude that the incorporation of treated rice husk benefits the mechanical properties of the composites produced. It was also possible to analyze the influence of the effect that the treatment produces on the physical properties of rice husk and also the impacts that all this procedure causes both in the construction sector and in the environment.

Keywords: Rice husk; Alkaline treatment; Sodium hydroxide; Cementitious composites.

Índice

Resumo	v
Abstract	vii
Índice	ix
Índice de Figuras	xi
Índice de Tabelas	xv
Nomenclatura	xvii
1. Introdução.....	1
1.1. Enquadramento geral	1
1.2. Motivação	1
1.3. Objetivos.....	2
1.4. Organização do documento	3
2. Casca de arroz e tratamentos	5
2.1. Casca de arroz em compósitos cimentícios	5
2.2. Fibras naturais.....	5
2.2.1. Classificação das fibras naturais.....	6
2.2.2. Fibras vegetais.....	6
2.2.3. Composição química das fibras vegetais.....	7
2.3. Casca de arroz	9
2.3.1. Produção de arroz.....	9
2.3.2. Caracterização da casca de arroz	10
2.3.3. Alternativas tecnológicas para a casca de arroz e seus derivados	11
2.3.4. Vantagens em utilizar casca de arroz.....	12
2.3.5. Desvantagens em utilizar casca de arroz	12
2.4. Pré-tratamento aplicado à casca de arroz.....	13
2.4.1. Tratamento químico de alcalinização.....	13
2.4.2. Tratamentos alcalinos aplicados a fibras vegetais.....	15
2.5. Síntese do capítulo.....	16
3. Campanha experimental.....	17
3.1. Metodologia	17
3.2. Caracterização da casca de arroz.....	19
3.2.1. Ensaio de baridade	19
3.2.2. Análise granulométrica.....	20
3.2.3. Massa volúmica e absorção de água da casca	22
3.2.4. Definição do rácio água: casca	22
3.2.5. Análise química dos lixiviados	23
3.3. Produção de pastas e argamassas	24

3.3.1.	Campanha 1 – argamassa de referência.....	25
3.3.2.	Campanha 1 – pasta de referência.....	27
3.3.3.	Campanha 2 – argamassas com casca de arroz tratada com 6% de NaOH	28
3.3.4.	Campanha 2 – pasta produzida com lixiviado proveniente da imersão de casca de arroz, tratada com 6% de NaOH	30
3.3.5.	Campanha 3 – argamassas com casca de arroz tratada com 3% e 9% de NaOH.....	30
3.3.6.	Campanha 3 – pasta produzida com lixiviados proveniente da imersão de casca de arroz, tratada com 3% e 9% de NaOH	30
3.4.	Ensaio realizados em estado fresco e endurecido	31
3.4.1.	Ensaio realizados em estado fresco	31
3.4.2.	Ensaio realizados em estado endurecido	34
3.5.	Síntese da campanha experimental	41
4.	Análise dos resultados.....	43
4.1.	Caracterização da casca de arroz.....	43
4.1.1.	Resultados do ensaio de baridade.....	43
4.1.2.	Análise da casca de arroz com lupa binocular.....	44
4.2.	Análise aos lixiviados	46
4.2.1.	Lixiviados provenientes da imersão da casca não tratada	46
4.2.2.	Lixiviados provenientes do tratamento da casca, com 6% de NaOH	47
4.2.3.	Lixiviados provenientes do tratamento de casca, com 3% e 9% de NaOH.....	47
4.2.4.	Ensaio de tempo de presa	48
4.3.	Compósitos cimentícios.....	49
4.3.1.	Caracterização das misturas no estado fresco.....	49
4.3.2.	Influência do tratamento em pastas com 28 dias.....	50
4.3.3.	Influência do tratamento em argamassas com 28 dias.....	55
4.3.4.	Influência ao longo do tempo	62
4.3.5.	Suscetibilidade das argamassas face à ação da água.....	70
5.	Conclusões e desenvolvimentos futuros	75
5.1.	Conclusões finais	75
5.2.	Sugestões para trabalhos futuros.....	76
	Bibliografia.....	79
	Anexos.....	I
	Anexo A	III

Índice de Figuras

<i>Figura 2.1 - Classificação da origem das fibras naturais</i>	6
<i>Figura 2.2 - Classificação da origem das fibras vegetais</i>	7
<i>Figura 2.3 - Exemplo do cultivo de arroz, no Vietnam</i>	7
<i>Figura 2.4 - Exemplo de uma amostra de casca de arroz, na Índia</i>	7
<i>Figura 2.5 - Esquema ilustrativo da estrutura interna das fibras vegetais</i>	8
<i>Figura 2.6 - Constituição de uma fibra vegetal</i>	9
<i>Figura 2.7 - Principais países produtores de arroz em 2017</i>	10
<i>Figura 2.8 - Ilustração de um grão de um bago de arroz e seus constituintes</i>	10
<i>Figura 2.9 - Seres vivos presentes numa amostra de casca de arroz.</i>	13
<i>Figura 2.10 - Ilustração esquemática do processo anteriormente abordado</i>	14
<i>Figura 2.11 - Alterações verificadas na estrutura da celulose</i>	14
<i>Figura 2.12 - Diferenças registradas nas fibras vegetais, antes e após a aplicação do tratamento alcalino</i>	14
<i>Figura 3.1 - Ensaio de baridade aplicado à casca de arroz</i>	19
<i>Figura 3.2 - Exemplo do processo de rasamento</i>	19
<i>Figura 3.3 - Série de peneiros utilizada</i>	20
<i>Figura 3.4 - Frações de material retidos em cada um dos peneiros.</i>	20
<i>Figura 3.5 - Análise granulométrica da casca de arroz.</i>	21
<i>Figura 3.6 - Processo utilizado para imersão da casca de arroz</i>	23
<i>Figura 3.7 - Processo de escorrimento da água existente na superfície da casca de arroz.</i>	23
<i>Figura 3.8 - Amostras por lixiviado para análise externa</i>	24
<i>Figura 3.9 - Variação da coloração da água ao fim de 1, 2 e 4h, das amostras entregues ao LAIST.</i>	24
<i>Figura 3.10 - Imersão da casca de arroz em água</i>	25
<i>Figura 3.11 - Processo de escorrimento da casca de arroz</i>	25
<i>Figura 3.12 - Lixiviado resultante da imersão da casca de arroz, após 2h de imersão</i>	25
<i>Figura 3.13 - Misturadora utilizada para a produção da mistura.</i>	26
<i>Figura 3.14 - Argamassa de referência após processo de mistura.</i>	26
<i>Figura 3.15 - Moldes da argamassa de referência.</i>	27
<i>Figura 3.16 - Molde na mesa de compactação.</i>	28
<i>Figura 3.17 - Acabamento do molde composto por pasta</i>	28
<i>Figura 3.19 - Diluição do hidróxido de sódio, com recurso ao agitador magnético.</i>	28
<i>Figura 3.18 - Hidróxido de sódio utilizado no tratamento da casca de arroz</i>	28
<i>Figura 3.20 - Medidor de pH utilizado ao longo do presente estudo.</i>	29
<i>Figura 3.21 - Processo de aferição do valor de pH da solução resultante do tratamento da casca de arroz</i>	29
<i>Figura 3.22 - Diferença na coloração dos lixiviados, durante o processo de neutralização.</i>	30
<i>Figura 3.23 - Exemplo do copo de 1L, totalmente preenchido com argamassa e rasado no topo.</i>	31
<i>Figura 3.24 - Demonstração do molde totalmente preenchido e rasado, pela pasta a ensaiar.</i>	32

<i>Figura 3.25 - Processo de aferição do diâmetro médio da pasta.</i>	32
<i>Figura 3.26 - Aparelho de Vicat e sonda utilizados na determinação da consistência normal da pasta.</i>	33
<i>Figura 3.27 - Medições para determinação do fim de presa.</i>	33
<i>Figura 3.28 - Medições para determinação do início de presa.</i>	33
<i>Figura 3.29 - Amostra de argamassa a ser ensaiada à flexão.</i>	35
<i>Figura 3.30 - Amostra de pasta a ser ensaiada à compressão.</i>	35
<i>Figura 3.31 - Material utilizado para a execução do ensaio de porosidade.</i>	36
<i>Figura 3.32 - Provetes no exsiccador, imersos em água.</i>	36
<i>Figura 3.33 – Sistema de ultrassons utilizado.</i>	37
<i>Figura 3.34 - Ensaio de ultrassons a um provete de pasta.</i>	37
<i>Figura 3.35 - Setup do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico realizado.</i>	38
<i>Figura 3.36 - Exemplo da interface casca-pasta, para a argamassa avaliada.</i>	39
<i>Figura 3.37 - Amostras de argamassas imersas em água à temperatura ambiente.</i>	39
<i>Figura 3.38 - Lupa binocular utilizada na visualização dos fenômenos descritos.</i>	40
<i>Figura 3.39 - Dimensões avaliadas na observação dos grãos de casca de arroz, à lupa binocular.</i>	40
<i>Figura 4.1 - Ensaio de baridade, aplicado à casca de arroz tratada com 3% de NaOH.</i>	44
<i>Figura 4.2 - Resultados de resistência à flexão aos 28 dias obtidos em pastas.</i>	51
<i>Figura 4.3 - Variações da resistência à flexão, em função da pasta de referência.</i>	51
<i>Figura 4.5 - Variações da resistência à compressão, em função da pasta de referência.</i>	52
<i>Figura 4.4 - Resultados de resistências à compressão aos 28 dias obtidos em pastas.</i>	52
<i>Figura 4.7 - Variações da porosidade aberta, em função da pasta de referência.</i>	53
<i>Figura 4.6 - Resultados de porosidade aberta aos 28 dias obtidos em pastas.</i>	53
<i>Figura 4.8 - Variação da resistência à compressão aos 28 dias em função das porosidades aos 28 dias, registados em pastas.</i>	54
<i>Figura 4.9 - Imagens captadas durante a realização do ensaio SEM em pastas.</i>	55
<i>Figura 4.11 - Amostra de argamassas referentes à mistura A_6%_2h.</i>	56
<i>Figura 4.10 - Amostra de pastas referentes à mistura P_6%_2h.</i>	56
<i>Figura 4.12 - Resultados de resistências à flexão aos 28 dias obtidos em argamassas.</i>	56
<i>Figura 4.13 - Variações da resistência à flexão, em função da argamassa de referência.</i>	56
<i>Figura 4.14 - Resultados de resistências à compressão aos 28 dias obtidos em argamassas.</i>	57
<i>Figura 4.15 - Variações da resistência à compressão, em função da argamassa de referência.</i>	57
<i>Figura 4.16 - Resultados de porosidade aberta aos 28 dias obtidos em argamassas.</i>	58
<i>Figura 4.17 - Variações da porosidade, em função da argamassa de referência.</i>	58
<i>Figura 4.18 - Resultados de ultrassons aos 28 dias obtidos em argamassas.</i>	59
<i>Figura 4.19 - Variação da velocidade de propagação das ondas ultrassónicas aos 28 dias em função das massas volúmicas em estado fresco, registadas em argamassas.</i>	59
<i>Figura 4.20 - Resultados do MED aos 28 dias obtidos em argamassas.</i>	60
<i>Figura 4.21 – Variação do módulo de elasticidade dinâmico aos 28 dias em função das porosidades, registadas em argamassas.</i>	60

<i>Figura 4.22 - Variação do módulo de elasticidade dinâmico aos 28 dias em função das resistências à compressão, registadas em argamassas.</i>	61
<i>Figura 4.23 - Imagens captadas ao longo do ensaio SEM, para a amostra de argamassa avaliada.</i>	62
<i>Figura 4.24 - Resultados de resistências à flexão aos 7 dias obtidos em pastas.</i>	63
<i>Figura 4.25 - Variações da resistência à flexão, após a evolução temporal dos 7 para os 28 dias.</i>	63
<i>Figura 4.27 - Variações da resistência à compressão, após a evolução temporal dos 7 para os 28 dias.</i>	63
<i>Figura 4.26 - Resultados de resistências à compressão aos 7 dias obtidos em pastas.</i>	63
<i>Figura 4.28 – Resultados de resistências à flexão aos 7, 28 e 90 dias obtidos em argamassas</i>	64
<i>Figura 4.29 - Resultados de resistências à compressão aos 7, 28 e 90 dias obtidos em argamassas...</i>	65
<i>Figura 4.30 - Variação da resistência à compressão entre os 28 e os 90 dias em função da resistência aos 28 dias, registados em argamassas.</i>	66
<i>Figura 4.31 - Resultados de porosidade aos 90 dias obtidos em argamassas.</i>	67
<i>Figura 4.32 - Variações da porosidade, após a evolução temporal dos 28 para os 90 dias.</i>	67
<i>Figura 4.33 - Resultados de ultrassons aos 90 dias obtidos em argamassas.</i>	69
<i>Figura 4.34 - Variações dos ultrassons, com a evolução temporal dos 28 para os 90 dias.</i>	69
<i>Figura 4.35 - Imagens captadas pela lupa binocular, para as argamassas produzidas.</i>	70
<i>Figura 4.36 - Resultados de resistência à compressão após secagem/molhagem aos 28 dias obtidos em argamassas.</i>	72
<i>Figura 4.37 – Variações das resistências à compressão antes e após secagem/molhagem aos 28 dias obtidas em argamassas.</i>	72
<i>Figura 4.38 - Resultados de resistência à compressão após secagem/molhagem aos 90 dias obtidos em argamassas.</i>	72
<i>Figura 4.39 - Variações das resistências à compressão antes e após secagem/molhagem aos 90 dias obtidas em argamassas.</i>	72

Índice de Tabelas

<i>Tabela 2.1 - Tratamentos de alcalinização com NaOH, aplicados a diversas fibras vegetais.</i>	<i>15</i>
<i>Tabela 3.1 - Descrição das campanhas experimentais a realizar.</i>	<i>17</i>
<i>Tabela 3.2 - Resultados do ensaio de baridade aplicado à casca de arroz seca em estufa e em condições de armazenamento.</i>	<i>20</i>
<i>Tabela 3.3 - Resultados do ensaio de análise granulométrica.</i>	<i>21</i>
<i>Tabela 3.4 - Resultados obtidos no ensaio de massa volúmica e absorção de água [32].</i>	<i>22</i>
<i>Tabela 3.5 - Determinação da quantidade de casca de arroz seca por m³.</i>	<i>22</i>
<i>Tabela 3.6 - Ensaio realizados em estado fresco, por mistura e campanha experimental.</i>	<i>41</i>
<i>Tabela 3.7 - Ensaio realizados em estado endurecido, por mistura e campanha experimental.</i>	<i>42</i>
<i>Tabela 4.1 - Baridade da casca de arroz com e sem tratamento.</i>	<i>43</i>
<i>Tabela 4.2 - Alterações morfológicas registadas na casca de arroz em estado natural e com tratamento.</i>	<i>45</i>
<i>Tabela 4.3 - Resultados das análises realizadas aos lixiviados, para os diferentes períodos de imersão.</i>	<i>46</i>
<i>Tabela 4.4 - Valores de TOC obtidos em lixiviados recolhidos durante o tratamento da CA, com 6% de NaOH.</i>	<i>47</i>
<i>Tabela 4.5 - Valores de TOC obtidos em lixiviados recolhidos durante o tratamento da CA, com 3%, 6% e 9% de NaOH, durante 2h.</i>	<i>47</i>
<i>Tabela 4.6 - Resultados obtidos após a realização do ensaio de tempo de presa.</i>	<i>48</i>
<i>Tabela 4.7 - Resultados obtidos de massa volúmica e espalhamento em estado fresco, e respetivas razões a/c para as pastas produzidas.</i>	<i>49</i>
<i>Tabela 4.8 - Resultados obtidos de massa volúmica em estado fresco, e respetivas razões a/c para as argamassas produzidas.</i>	<i>50</i>
<i>Tabela 4.9 - Resultados finais do ensaio de secagem/molhagem obtidos ao fim de 6 ciclos, para argamassas com 28 e 90 dias.</i>	<i>71</i>

Nomenclatura

Alfabeto Latino (letras minúsculas)

a/c	Razão água/cimento
b	Largura do provete prismático
f_c	Resistência à compressão do material
f_t	Resistência à tração do material
w_{a24}	Absorção de água após imersão (24 horas)

Alfabeto Latino (letras maiúsculas)

Cel	Celulose
E_d	Módulo de elasticidade dinâmico
H_2O	Água
$NaOH$	Hidróxido de sódio
M_v	Massa volúmica em estado fresco
OH	Hidróxido
P_w	Porosidade aberta por imersão em água

Alfabeto Grego (letras minúsculas)

Δt	Varição tempo
μ	Coefficiente de Poisson
ρ_a	Massa volúmica do material impermeável das partículas
ρ_b	Baridade
ρ_{rd}	Massa volúmica das partículas secas em estufa
ρ_{ssd}	Massa volúmica das partículas saturadas com superfície seca

Acrónimos e Siglas

CA	Casca de arroz
CQO	Carência Química de Oxigénio
IST	Instituto Superior Técnico

LAIST	Laboratório de Análises do Instituto Superior Técnico
LC	Laboratório de construção
EN	Norma Europeia
MED	Módulo de elasticidade dinâmico
NP	Norma Portuguesa
SEM	Scanning Electron Microscope
TOC	Carbono Orgânico Total

1. Introdução

1.1. Enquadramento geral

Uma das principais preocupações da atualidade passa pela redução dos impactes ambientais provenientes dos mais diversificados setores da sociedade atual. Infelizmente, a indústria da construção e todas a esta associadas não são exceção, contribuindo diariamente não só para a degradação do meio ambiente como para o aumento dos riscos provocados pelas alterações climáticas. Assim, surge a necessidade de serem implementadas medidas que revertam a favor de uma estratégia sustentável e que possibilitem não só minimizar os impactes menos positivos que este setor provoca no meio ambiente, como também que as novas soluções desenvolvidas, permitam melhorar as características e as qualidades técnicas dos elementos construtivos a produzir [1]. Atualmente, uma das principais prioridades da indústria da construção, passa pela substituição parcial do cimento, através a introdução de adições ou subprodutos industriais, de modo a contribuir para a redução das emissões CO₂, para a sustentabilidade da indústria do cimento e consequentemente para o aumento da durabilidade das novas soluções a produzir [2].

Neste contexto, o presente estudo, surge no seguimento de um projeto de investigação em co-promoção com o Instituto Superior Técnico, Itecons e a empresa Farcimar S.A. Esta empresa, sediada em Arouca, é promotora líder deste projeto inovador, centrado no desenvolvimento de soluções pré-fabricadas para barreiras acústicas e painéis multicamada com um elevado desempenho térmico, acústico e ambiental. Estas soluções são em parte produzidas a partir de materiais compósitos de base cimentícia inovadores, integrando na sua constituição CA, um subproduto agroindustrial [3]. A introdução de soluções, como a CA, em diversos materiais de construção, tem surgido como uma importante estratégia de sustentabilidade, uma vez que a sua utilização contribui para melhorar o comportamento térmico e acústico das soluções produzidas e ainda para reduzir custos económicos e impactes ambientais, provocados pelo setor da construção [1]. Deste modo, este estudo irá basear-se numa análise pormenorizada à CA, onde serão apresentadas algumas vantagens e desvantagens que a opção por este tipo de subproduto pode oferecer, quando incorporado em compósitos cimentícios. De modo a melhorar alguns dos aspetos menos positivos que a casca de arroz oferece, será ainda desenvolvido um procedimento para aplicação de um tratamento de base alcalina, utilizando como reagente o hidróxido de sódio. Com aplicação deste tratamento pretende-se não só otimizar as características da casca de arroz, como melhorar a interface casca-pasta. Por último e com a realização da presente dissertação, pretende-se ainda procurar demonstrar que tanto a CA como todos os outros subprodutos desta natureza, se irão apresentar num futuro próximo, como uma possível oportunidade para desenvolver soluções inovadoras e sustentáveis no mercado global.

1.2. Motivação

O conceito de motivação pode ser definido como impulso ou estímulo produzido, que faz com que algo ou alguém aja de forma a atingir um determinado objetivo [4]. Como tal, um dos principais

impulsos que conduziu à escolha da presente dissertação, para lá do interesse em concluir o percurso académico, relaciona-se com o facto do tema abordado ser bastante inovador e de possuir elevada relevância para todo o sector da Engenharia Civil. A incorporação de casca de arroz (CA) nos compósitos cimentícios desenvolvidos ao longo do presente estudo, tinha como principal finalidade, produzir elementos de betão armado pré-fabricados, destinados a isolamento térmico e acústico (p.e. barreiras acústicas, camada interna de painel multicamada). As características do resíduo em análise, sugerem que o seu comportamento físico e mecânico beneficiará os interesses térmicos e acústicos, mas penalizará a resistência mecânica, durabilidade e designadamente a resistência à água. Neste contexto, existiu uma motivação extra em procurar demonstrar a viabilidade da aplicação de um tratamento químico à casca de arroz, de modo a contrariar estas características menos positivas.

Com a presente dissertação pretende-se ainda demonstrar, que embora existam diversos estudos sobre materiais compósitos com incorporação de resíduos, nomeadamente de subprodutos de origem natural vegetal, continua a existir uma enorme oportunidade tecnológica no desenvolvimento e otimização de novos materiais, para que sejam capazes de responder eficazmente e com elevados níveis de desempenho às exigências da arquitetura moderna e da construção sustentável.

Outro fator determinante e que impulsionou a preferência por este tema, foi o facto deste estudo possuir uma componente prática considerável, considerando-se uma ferramenta indispensável para uma futura carreira profissional.

1.3. Objetivos

Este estudo tem como principal objetivo avaliar a influência do tratamento de casca de arroz com hidróxido de sódio nas propriedades de compósitos cimentícios com incorporação deste subproduto. Pretende-se atingir este objetivo principal através dos seguintes objetivos secundários, que incluem:

- Análise de alterações nas propriedades físicas da casca causadas pelo tratamento;
- Definição de uma metodologia de tratamento, designadamente a concentração da solução de imersão e o tempo de imersão;
- Estudo do impacto do tratamento nas características da pasta cimentícia;
- Análise do impacto do tratamento nas propriedades físicas, mecânicas e da suscetibilidade à água do compósito;
- Análise da evolução dessas propriedades ao longo do tempo.

Neste contexto, espera-se que com a introdução deste tratamento seja possível melhorar tanto as características da própria CA como dos compósitos produzidos no projeto em curso, onde a CA não está a ser submetida a qualquer tratamento.

1.4. Organização do documento

A presente dissertação encontra-se distribuída em cinco capítulos, organizados de forma lógica e ordenada, de modo a simplificar a consulta e interpretação do tema exposto.

Capítulo 1 – Encontram-se apresentados os principais objetivos do presente estudo, bem como as principais motivações que conduziram ao seu desenvolvimento. Encontra-se ainda exposta uma breve introdução ao tema, bem como o modo que foi organizado e estruturado o documento.

Capítulo 2 – Destina-se à exposição de conceitos teóricos necessários para a correta interpretação e abordagem ao tema em análise. É neste capítulo, que são apresentados estudos anteriormente realizados e soluções previamente adotadas, recorrendo a subprodutos desta natureza.

Capítulo 3 – Dedicar-se à explicação e demonstração de toda a campanha experimental efetuada, indicando quais as metodologias, procedimentos e ensaios realizados.

Capítulo 4 – São apresentados e discutidos detalhadamente todos os resultados obtidos, referentes ao estudo da CA e do comportamento dos compósitos cimentícios.

Capítulo 5 – Encontram-se apresentadas as conclusões obtidas após a realização da presente dissertação e são feitas algumas sugestões para estudos futuros.

Referências bibliográficas – Inclui todas as referências relativas a artigos científicos e normas consultadas ao longo da presente dissertação.

Anexos – Inclui os anexos, onde se apresentam algumas tabelas e documentos, que através da sua análise, permitem ao leitor um melhor entendimento dos resultados apresentados.

2. Casca de arroz e tratamentos

2.1. Casca de arroz em compósitos cimentícios

O presente estudo aborda a incorporação de casca de arroz (CA) em compósitos cimentícios. Como o próprio termo sugere, um material compósito é formado através da combinação de dois ou mais materiais para melhorar as propriedades dos seus componentes originais. A incorporação de materiais de origem vegetal em misturas cimentícias, tem como principal objetivo retirar partido das suas características e estrutura morfológica, permitindo melhorar o comportamento térmico e acústico dos elementos a produzir. Usualmente, as fibras utilizadas para reforço de compósitos são de natureza artificial ou mineral, tais como fibras de vidro ou o amianto, uma vez que oferecem boas propriedades mecânicas e alto desempenho técnico. No entanto, com as crescentes preocupações com o meio ambiente, surge a necessidade de este tipo de fibras serem substituídas por fibras naturais vegetais, uma vez que estas apresentam características bastante interessantes, como o baixo custo de aquisição, baixa densidade, rigidez e o facto de serem um material ecológico e biodegradável [1]. Como consequência das vantagens anteriormente apresentadas, a opção por este género de fibras, contribui para a redução dos impactos negativos provocados pelo sector da construção no meio ambiente, como se irá verificar ao longo do presente capítulo. No entanto, é importante de referir, que como qualquer outro material orgânico, as fibras naturais vegetais também apresentam algumas desvantagens, como se irá verificar posteriormente. Neste contexto e ao longo do presente estudo, pretende-se também avaliar e reduzir a influência que essas desvantagens podem vir a ter nos compósitos cimentícios a produzir, sugerindo-se assim a aplicação de um tratamento alcalino, utilizando como reagente o NaOH.

2.2. Fibras naturais

Antes de ser realizada qualquer abordagem às fibras naturais, interessa primeiro entender o verdadeiro conceito de fibra. Neste contexto, uma fibra pode ser definida como uma aglomeração de células, em que o seu diâmetro é bastante reduzido em comparação com o seu comprimento [5]. Explicado de forma resumida o conceito de fibra, importa agora avaliar quais principais características das fibras naturais e de como estas se diferem das fibras geralmente utilizadas, as artificiais.

Recentemente, o interesse pela incorporação de fibras naturais em compósitos cimentícios tem vindo a aumentar. Presume-se, que tal esteja relacionado com a natureza dos compósitos, com o potencial de melhorias que as propriedades das fibras podem oferecer ou até mesmo com a crescente preocupação da sociedade em preservar a natureza e o meio ambiente. Contrariamente às fibras artificiais, que apresentam geometria, características de superfície, propriedades mecânicas, físicas e químicas perfeitamente definidas, as fibras naturais possuem características principais bastante idênticas, mas sem garantia de uniformidade entre os diversos parâmetros apresentados [6].

No entanto, e embora as fibras naturais possuam um elevado grau de adaptabilidade, devido ao facto de deterem uma variabilidade considerável nas suas características e comportamento, dificulta

que se consiga obter uma reprodutibilidade aceitável na produção de certos produtos, como por exemplo em compósitos cimentícios [7]. Surge assim a necessidade de caracterizar e classificar as fibras em grupos, de modo a facilitar a sua análise e a definir corretamente o seu campo de aplicação.

2.2.1. Classificação das fibras naturais

Numa primeira análise, as fibras naturais são classificadas de acordo com a sua origem, podendo ser subdivididas em três grupos: vegetal, animal ou mineral. As fibras de origem vegetal, também conhecidas como fibras de lignocelulose, são constituídas maioritariamente por fibras de celulose e possuem uma matriz composta por lignina [8]. Este género de fibras possui um vasto ramo de aplicações nas mais diversificadas indústrias da atualidade, como por exemplo na fabricação de papel, de tecidos industriais e na construção civil, como é demonstrado na presente dissertação [9]. As fibras de origem animal são compostas à base de proteínas, possuindo uma estrutura fortemente entrelaçada e de atrito na superfície [8]. Em comparação com as fibras celulósicas, estas possuem maior resistência ao calor e melhores propriedades de rotura. Quanto às fibras de origem mineral, são fibras naturais ou ligeiramente modificadas, obtidas a partir de minerais [9]. Atualmente, as fibras minerais usualmente utilizadas são as cerâmicas, uma vez que a utilização de amianto foi proibida, devido ao seu suspeito efeito cancerígeno, prejudicial para a saúde humana [8]. Encontram-se representados na figura 2.1, os três géneros de fibras naturais existentes.

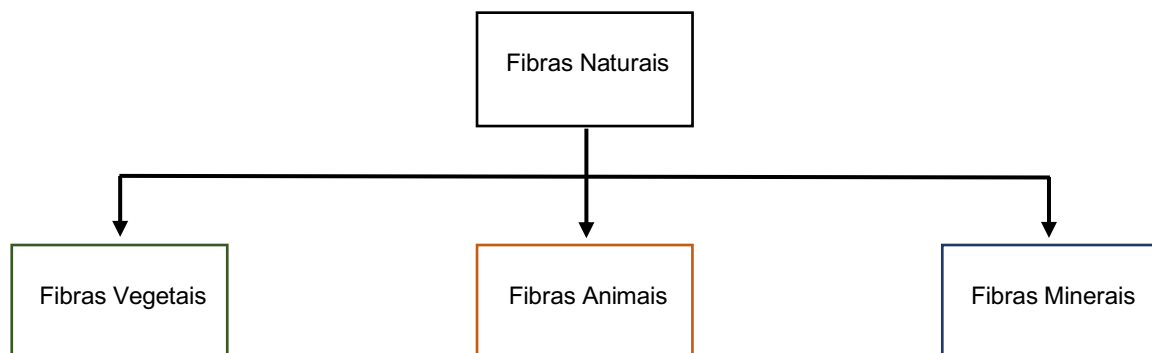


Figura 2.1 - Classificação da origem das fibras naturais. Adaptado [8].

2.2.2. Fibras vegetais

Atualmente e como explicado, as fibras de origem vegetal já marcam presença em algumas das indústrias atuais e serão as preferencialmente abordadas na presente dissertação, uma vez que existe uma analogia entre as fibras desta categoria e a CA. Tal como sugerido, este tipo de fibras também apresenta uma grande variabilidade, pois embora internamente apresentem características semelhantes, existem muitos fatores que diferem de fibra para fibra, como por exemplo, a sua composição química, dimensões celulares, estrutura e ainda a sua fonte de origem [10]. Assim sendo, considera-se que as fibras vegetais são classificadas de acordo com a localização da planta de onde estas provêm, tal como se encontra apresentado na figura 2.2.

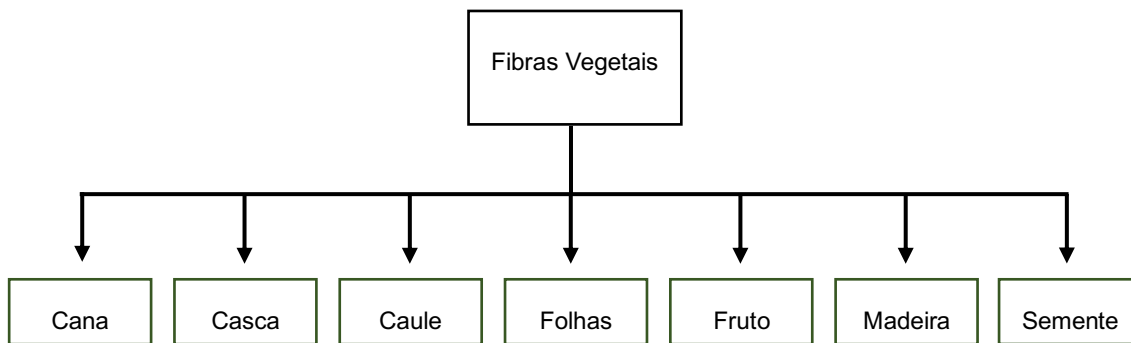


Figura 2.2 - Classificação da origem das fibras vegetais. Adaptado [11].

Através da análise do diagrama apresentado, compreende-se que são sete as principais possíveis fontes de obtenção de fibras vegetais. De entre as hipóteses existentes, é bastante intuitivo de concluir, que o subproduto agrícola abordado na presente dissertação, deriva da casca resultante da produção de arroz. Embora o processo de separação da casca do bago de arroz não tenha grande relevância para o presente estudo, seria importante de ilustrar o antes e o depois, para se ter a percepção de onde é obtido o material em análise. Assim sendo, encontra-se demonstrado nas figuras 2.3 e 2.4 respetivamente, um exemplo do cultivo de arroz e da casca resultante após o processo de separação.



Figura 2.3 - Exemplo do cultivo de arroz, no Vietnam. Adaptado [12].



Figura 2.4 - Exemplo de uma amostra de casca de arroz, na Índia. Adaptado [12].

2.2.3. Composição química das fibras vegetais

Na generalidade, as fibras vegetais são maioritariamente compostas por celulose, hemicelulose, lenhina, pectina e por outras substâncias cerosas de menor grau de importância, que facilmente são solúveis em água [10]. Surge então a necessidade analisar cada uma das principais componentes, de modo a identificar e a conhecer melhor o contributo de cada umas destas quando aplicadas em compósitos, pois tanto a composição química como a estrutura das fibras é que determinam as suas características, funcionalidades e eficiências de processamento.

De forma resumida, a **celulose** é a componente mais forte e rígida das fibras. Formada por um polímero linear estável, esta é composta por milhares de glicose empilhadas, tal como se encontra representado na figura 2.5. Os grupos OH formam uma ligação inter- e intra-molecular de hidrogénio, o que inevitavelmente contribui para que todas as fibras compostas por celulose possuam

características hidrófilas. Seria ainda importante de referir, que a estrutura química da celulose permanece a mesma para todas as fibras naturais, enquanto que o grau de polimerização vai sofrendo algumas alterações, condicionando principalmente as propriedades mecânicas das fibras [13]. Por último e também através da análise da figura 2.5, é possível concluir que a celulose ocorre nas paredes celulares das plantas, como microfibrilas.

Posteriormente à celulose, a **hemicelulose** é o segundo constituinte mais abundante nas paredes celulares das plantas. Trata-se então de um grupo extremamente heterogêneo de polissacarídeos, uma vez que a sua composição e estrutura diferem em função da sua fonte de origem. As hemiceluloses são frequentemente denominadas componentes da matriz e podem ser encontradas nas lamelas médias que ligam as paredes celulares das fibras, nas regiões primárias da parede e na camada secundária mais espessa, rica em celulose, da parede celular da planta [10]. É devido à combinação entre a hemicelulose e a celulose que resultam problemas de absorção de humidade e de água, que posteriormente se irá verificar que são prejudiciais para o presente estudo.

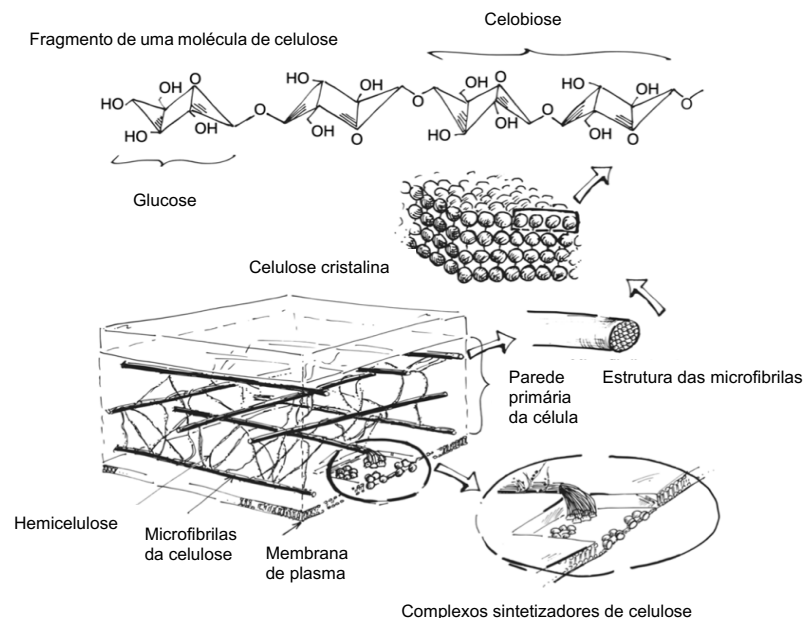


Figura 2.5 - Esquema ilustrativo da estrutura interna das fibras vegetais.

Adaptado [10].

As **pectinas**, tal como as hemiceluloses, são um grupo diversificado de substâncias usualmente associadas à parede celular e a fibras naturais. De quantidades vulgarmente baixas em fibras desta natureza, esta substância encontra-se estrategicamente localizada nos tecidos da planta e juntamente com as hemiceluloses são chamados polissacarídeos da matriz nas plantas e mantêm tecidos, incluindo fibras, juntos [10]. Embora a sua presença não seja significativa, as pectinas têm uma importância considerável, uma vez que dentro da parede celular primária é o material da matriz que reside logo abaixo da cutícula das fibras e mantêm essa camada de barreira cerosa. Seguidamente na figura 2.6, encontra-se apresentada a constituição de uma fibra vegetal.

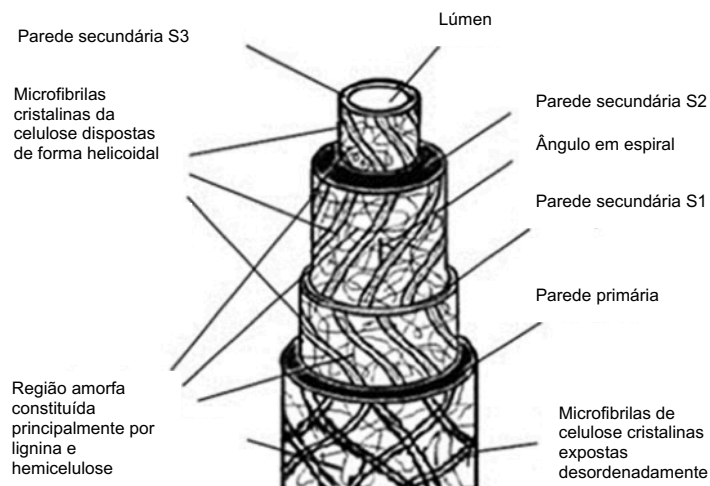


Figura 2.6 - Constituição de uma fibra vegetal. Adaptado [13].

Por último a **lignina**, é a responsável pela resistência, uma vez que se acredita que é o composto capaz de suportar a estrutura da planta e pela proteção contra a degradação microbiana. As ligninas estão intimamente associadas à hemicelulose e celulose nas paredes celulares das plantas, estabelecendo-se ligações covalentes entre as mesmas. O teor de cera da fibra desempenha um papel fundamental no processamento de compósitos, influenciando a adesão interfacial entre a fibra – matriz [13].

Conhecidas as principais características e funcionalidades dos constituintes maioritários das fibras vegetais, irá iniciar-se o estudo específico à cerca das fibras orgânicas e inovadoras utilizadas na presente dissertação, a CA.

2.3. Casca de arroz

2.3.1. Produção de arroz

A CA é um subproduto agrícola abundantemente disponível em todos os países destinados à sua produção. Estima-se que a produção de arroz rondava aproximadamente os 750 milhões de toneladas por ano em 2017, sendo que estatísticas revelam que a China e a Índia são mundialmente países líderes da produção de arroz, correspondendo a cerca de 48,87% em peso do volume total produzido [14]. Na figura 2.7, encontram-se representados os principais países produtores de arroz, de acordo com o volume de produção em 2017. Embora os dados apresentados sejam referentes ao ano de 2017, é expeável que atualmente os valores mantenham a mesma tendência, mas sejam algo superiores, uma vez que produção é sinónimo de consumo, e com o aumento populacional registado surge o aumento do consumo de um dos itens alimentares mais produzidos globalmente.

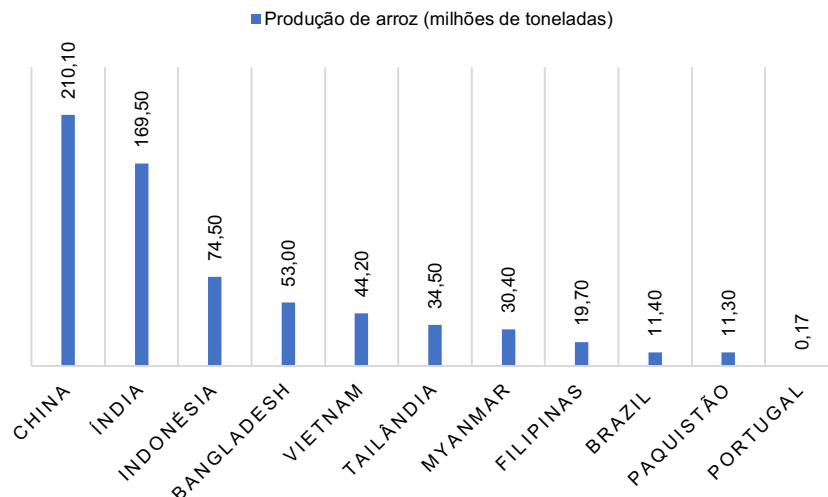


Figura 2.7 – Comparação de Portugal com os principais países produtores de arroz em 2017. Adaptado [14].

Através da análise da figura 2.7 é possível concluir, que embora Portugal não tenha níveis de produção tão elevados como os outros países representados, é um dos países onde a sua produção tem alguma expressividade. Em determinadas regiões do território nacional, como por exemplo no Vale do Tejo e Sorraia, no vale do Sado e no vale do Baixo Mondego, são produzidas anualmente quantidades consideráveis. Nesta última região, são produzidas cerca de 30 000 t de arroz por ano, numa área cultivada de aproximadamente 7000 ha. Enunciando o tema que será abordado seguidamente e tendo por base estudos anteriormente realizados, considera-se que a CA representa aproximadamente 20% do peso de grãos, o que significa que das 30 000 t de arroz produzidas, sensivelmente são extraídas 6000 t de casca. Estas quantidades são significativas, não devendo ser desperdiçadas, uma vez que podem contribuir positivamente para os mais diversificados setores da sociedade e como será demonstrado para o meio ambiente [1].

2.3.2. Caracterização da casca de arroz

Formada durante o crescimento dos grãos de arroz, esta camada protetora conta como principais características o facto de apresentar baixa densidade e uma elevada porosidade. Internamente e segundo estudos realizados, deduz-se que a CA é composta por múltiplos constituintes, que na sua estrutura incluem cerca de 45-50% de celulose, 25-30% de lignina e 15-20% de sílica [15]. Seguidamente, encontra-se representada na figura 2.8, uma imagem esquemática da composição de um bago de arroz.

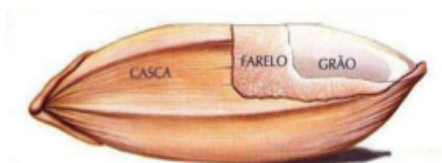


Figura 2.8 - Ilustração de um grão de um bago de arroz e seus constituintes [15].

O facto de a CA possuir um teor em sílica considerável, condiciona o interesse por parte dos agricultores / produtores nesta matéria prima. Uma das suas possíveis áreas de aplicação e tendo em vista a alimentação animal, poderia ser utilizar a casca resultante da produção de arroz, como alimento para os mais diversificados géneros de animais. No entanto e devido ao explicado anteriormente, tal não é possível uma vez que a sua composição química faz com que as suas propriedades nutritivas sejam fracas e prejudiciais para os animais. Deste modo e sem destino viável para a sua aplicação, os produtores vêem-se obrigados a depositar a casca em aterros para posteriormente ser queimada, gerando assim impactos negativos e prejudiciais para o meio ambiente [1]. Após esta breve explicação, está justificado o facto de a CA apresentar um baixo valor comercial, o que fomenta e incentiva a sua utilização em substituição total ou parcial dos agregados convencionalmente utilizados.

2.3.3. Alternativas tecnológicas para a casca de arroz e seus derivados

Para além da aplicação da CA em compósitos cimentícios, estudada e desenvolvida ao longo da presente dissertação, existem outras hipóteses viáveis para a aplicação do subproduto agrícola em estudo. Uma dessas hipóteses, é a geração de energia. A utilização de resíduos como a CA para produzir energia elétrica, apresenta-se como uma hipótese bastante interessante, uma vez que permite reduzir o impacto ambiental negativo causado pela eliminação destes resíduos, a dependência do petróleo e incentivar o uso de energias renováveis [16]. Neste contexto, são principalmente as empresas de processamento de arroz, que aproveitam a CA com esta finalidade, utilizando o calor gerado para processos de secagem e a eletricidade para satisfazer as exigências das fábricas.

Associadas à combustão da casca para gerar energia, estão as cinzas de CA, resultantes de todo o processo de queima. Estas cinzas, ao serem descartadas para o meio ambiente, contribuem para um aumento da poluição, pois como se sabe, a cinza gerada na combustão apresenta uma certa quantidade de carbono residual, que é um grave poluente para o solo. Deste modo, é evidente que seria benéfico tanto para o meio ambiente como para o ciclo do arroz, que esta cinza fosse aproveitada, até pelo facto de possuir um alto teor em sílica (92%), que a torna um resíduo valorizado [17]. Uma das possíveis aplicações é a inclusão de cinzas de CA para produzir betão. De forma resumida, a utilização de cinzas de CA como fonte de sílica no betão, resulta num aumento de durabilidade e na redução do calor de hidratação, características interessantes para adotar por exemplo, em soluções com grandes quantidades de betão [17].

Existem muitos estudos científicos à cerca das aplicações anteriormente descritas. No entanto e com o presente subcapítulo, pretendeu-se apenas demonstrar que existem outras soluções viáveis para a aplicação da CA e seus derivados, e que é possível concluir o ciclo da industrialização do arroz, através do total aproveitamento deste subproduto agrícola.

2.3.4. Vantagens em utilizar casca de arroz

Tendo em consideração os conceitos teóricos até ao momento abordados, é compreensível que as principais vantagens associadas à CA, se relacionam com a sua estrutura morfológica e com a envolvente do seu processo de aquisição. Quanto à sua estrutura morfológica, o facto de a CA possuir baixa densidade, rigidez e alta porosidade, confere-lhe boas propriedades de isolamento acústico e térmico. Como a incorporação da casca não tinha como finalidade servir de reforço mecânico, considera-se que esta apresenta as características adequadas para a produção dos compósitos cimentícios em estudo [18].

No que se relaciona com o seu processo de aquisição, numa perspetiva global, a preferência por este tipo de resíduo, terá impactos significativos em termos económicos culturais e sociais [1]. A preferência pela utilização da CA irá ter uma influência positiva na economia, pois irá valorizar os recursos naturais e a capacidade económica das regiões agrícolas e na cultura, pois contribuirá para a sustentabilidade da agroindústria e conseqüentemente para a cultura do arroz. Por último, e no que se relaciona com a influência social, a preferência pela incorporação da CA invés das fibras tradicionalmente utilizadas, permitirá atenuar os impactos ambientais negativos, provocados pelo sector da construção, que sem incertezas é um dos principais ativos da sociedade.

2.3.5. Desvantagens em utilizar casca de arroz

Ao longo do segundo capítulo da presente dissertação, foi sugerido que as principais desvantagens associadas à CA, relacionavam-se com o facto de por vezes a sua composição química não ser a mais favorável. No que se refere à sua estrutura interna, e uma vez que a CA é maioritariamente constituída por celulose, faz com que sejam atribuídas características hidrófilas, ou seja, que exista por parte da casca uma grande afinidade por moléculas de água, tendo especial tendência em absorvê-las [10]. Este é um fator problemático e que tem de ser considerado quer na formulação quer no processo de fabrico dos compósitos cimentícios a produzir, de forma a impedir que a CA absorva parte da água contabilizada para a mistura e parte da água necessária para a correta hidratação do cimento. Relacionado ainda com a sua composição, outro aspeto negativo que as fibras vegetais em geral apresentam quando aplicadas em compósitos cimentícios, é a falta de adesividade entre as fibras e a matriz da própria mistura, devido à presença de óleos e restante matéria orgânica existentes à sua superfície.

Outras desvantagens relacionam-se com a sua estrutura morfológica, uma vez que fibras de natureza vegetal, apresentam alguma instabilidade dimensional e por vezes alguma fragilidade, dificultando que se atinja uniformidade nas diversas produções [6]. Por se tratar de um material orgânico, surgem questões de durabilidade, uma vez que a CA embora armazenada, está sempre sujeita a um possível ataque de organismos biológicos ou animais. Na figura 2.9, encontram-se representados pequenos seres vivos, detetados em algumas amostras de casca.

Neste contexto, surge a necessidade de submeter a CA, a um dos diversos pré-tratamentos existentes para fibras vegetais, de forma a que estas sejam otimizadas e que se garanta que se tira o maior proveito possível da sua aplicação.



Figura 2.9 - Seres vivos presentes numa amostra de casca de arroz.

2.4. Pré-tratamento aplicado à casca de arroz

Os compósitos à base de cimento reforçado com fibras vegetais têm sofrido uma grande evolução nas últimas décadas, assumindo-se cada vez mais no setor da construção como uma alternativa válida e eficiente, em comparação com as soluções convencionais existentes. Ainda assim, está cientificamente comprovado que, embora a utilização deste tipo de fibras apresente benefícios devido relação custo-benefício, baixa densidade e disponibilidade de recursos renováveis, existem ainda alguns fatores que tendem a ser melhorados para que todo o seu potencial seja aproveitado [18]. No entanto e como verificado, um dos maiores desafios no fabrico destes compósitos é garantir um nível de aderência adequado entre as fibras e a matriz, de forma a garantir uma eficiente transmissão de tensões entre os constituintes do compósito [19].

Como forma de solucionar os inconvenientes descritos, existem alguns pré-tratamentos, que quando aplicados às fibras vegetais, resultam em alterações químicas e estruturais, não apenas na superfície da fibra, mas também nas células distintas, influenciando as propriedades das fibras e dos compósitos [18]. Assim, o tratamento abordado nesta dissertação, será o tratamento de alcalinização, um dos mais comuns para fibras desta natureza.

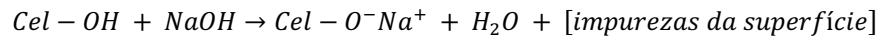
2.4.1. Tratamento químico de alcalinização

O tratamento químico de alcalinização, também conhecido por mercerização, é um dos mais utilizados em fibras vegetais quando usadas como reforço de um determinado compósito. Segundo [20], o tratamento consiste na imersão das fibras numa solução aquosa de base forte durante um determinado período de tempo, permitindo a remoção de materiais contendo lignina, pectina, substâncias cerosas e óleos naturais que cobrem a superfície externa da parede das células das fibras.

O reagente utilizado é o hidróxido de sódio (NaOH), um dos produtos químicos habitualmente utilizados neste tipo de processo, uma vez que permite limpar e branquear a superfície das fibras vegetais. É necessário também referir, que a utilização deste produto químico altera a estrutura fina da

celulose nativa I para celulose II, que sucintamente significa, alterar a estrutura da fibra do seu estado primário ou natural, para um estado secundário de estrutura cristalina estável [21]. Posto isto, supõe-se que a reação química que traduz a interação do reagente NaOH com a celulose presente nas fibras é a que se encontra na representada na equação 2.1:

(2.1)



OH – Hidroxilo; NaOH – Hidróxido de sódio; H₂O – Água; Cel – Celulose

Apresentada a reação química resultante da aplicação do tratamento de alcalinização às fibras em estudo, interessa agora entender o modo como esta se desenvolve internamente. A reação ocorre entre os grupos de *OH* presentes nas fibras de celulose e o *NaOH*, através da interrupção das ligações de hidrogénio existentes na estrutura da rede da celulose (figura 2.10) [22]. Associado a esta transformação, ocorre uma penetração das moléculas de água na rede devido ao carácter hidrófilo da celulose (figura 2.11), provocando um inchaço da parede celular e permitindo que grandes moléculas químicas penetrem nas regiões cristalinas. Como consequência sucede um aumento da rugosidade da superfície das fibras, ampliando o número de pontos de ancoragem ou de reação, oferecendo assim melhorias na interação mecânica com a matriz, contribuindo no final para uma melhor ligação interfacial [21]. Concluindo, e como forma de se compreender melhor o que foi descrito, encontra-se representado nas figuras 2.10, 2.11 e 2.12 respetivamente, uma ilustração esquemática do processo abordado, as alterações verificadas na estrutura da celulose e ainda as diferenças verificadas numa fibra vegetal antes e após ser submetida ao tratamento alcalino.

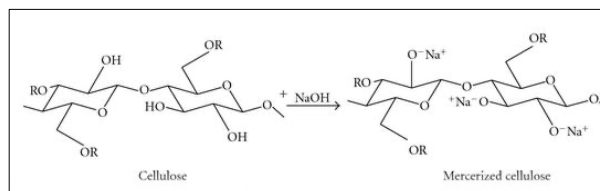


Figura 2.10 - Ilustração esquemática do processo anteriormente abordado. Adaptado [23].

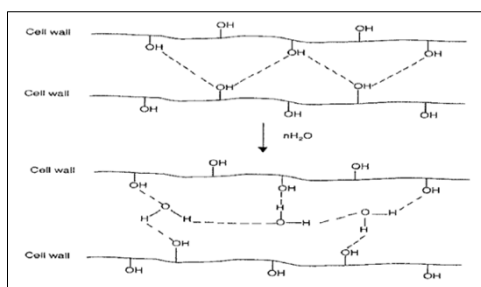


Figura 2.11 - Alterações verificadas na estrutura da celulose. Adaptado [21].

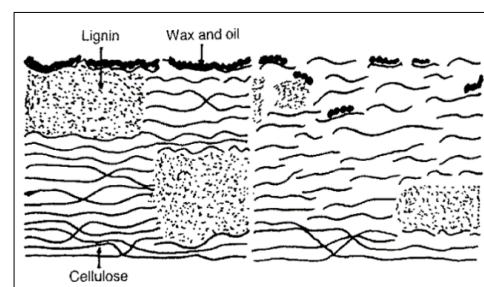


Figura 2.12 - Diferenças registadas nas fibras vegetais, antes e após a aplicação do tratamento alcalino. Adaptado [21].

A correta aplicação do tratamento descrito permite alterar a estrutura fina, dimensão, morfologia e propriedades mecânicas das fibras [22]. No que se relaciona com o efeito do tratamento na superfície das fibras, este permite remover ceras e óleos superficiais, o que inevitavelmente permite que se verifique um aumento de aderência entre as fibras e a matriz. No que diz respeito a efeitos internos, a quebra das ligações de hidrogénio e das longas cadeias moleculares, permite a formação de cadeias mais pequenas e com maior grau de cristalinidade, que resultam num aumento da rigidez por parte da fibra e a conseqüente perda de flexibilidade (figura 2.12) [21]. Outro fator que deve ser referido e que ocorre a nível interno, é que com a estabilização dos grupos hidroxilo, para além de um aumento na estabilidade dimensional, surge uma redução da hidrofília, ou seja, as fibras ficam menos permeáveis e absorvem menos água, sendo esta uma grande vantagem, quando aplicadas em compostos cimentícios.

2.4.2. Tratamentos alcalinos aplicados a fibras vegetais

Uma vez conhecidos os efeitos conseqüentes da submissão de fibras vegetais a uma solução de NaOH, é necessário entender que estes apresentam alguma variabilidade, pois podem depender de certos fatores como por exemplo o tipo de fibra, a temperatura, nível de concentração do reagente químico ou até mesmo do modo de aplicação do processo de tratamento utilizado.

Embora a utilização de CA tenha vindo a ganhar alguma expressividade, ainda não é das fibras vegetais mais utilizadas como reforço de compósitos, e como tal não existem muitos estudos sobre qual o procedimento adequado para tratar este tipo de fibras. Posto isto, encontram-se representados na tabela 2.1, alguns processos de tratamentos de alcalinização, para diferentes tipos de fibras.

Tabela 2.1 - Tratamentos de alcalinização com NaOH, aplicados a diversas fibras vegetais.

Material	Concentrações	Procedimentos	Referência
Sisal	5% a 10%	- Mergulhar as fibras a uma temperatura de 20 °C, durante um período de 48h. - No final devem ser neutralizadas e secas em estufa.	[21]
Linho	4%, 6%, 8%	- Mergulhar as fibras durante 1h à temperatura ambiente. - No final devem ser neutralizadas e secas em estufa a uma temperatura de 70 °C durante aproximadamente 48h.	[24]
Cânhamo	3%, 6%, 9%	- Mergulhar as fibras durante 48h à temperatura ambiente. - No final devem ser neutralizadas e secas em estufa a uma temperatura de 100 °C durante aproximadamente 5h.	[25]
Casca de Arroz	2%, 4%, 6%, 8%, 10%	- Mergulhar as fibras durante 4 a 5h à temperatura ambiente, para cada ensaio. - No final devem ser neutralizadas e secas em estufa a uma temperatura de 90 °C durante aproximadamente 2h.	[26]
Fibras de Bambu	10%	- Mergulhar as fibras durante 1h em agitação contínua, a uma temperatura de aproximadamente 60 °C. - No final devem ser neutralizadas e secas em estufa a uma temperatura de 60 °C durante 24h.	[27]

Após a realização dos estudos apresentados, ambos os autores concluíram, que o nível de concentração a aplicar de NaOH, é determinante e bastante influente nas melhorias verificadas nas diversas fibras estudadas, após estas terem sido expostas ao tratamento em análise. Deste modo e considerando que as fibras tratadas seriam para ser aplicadas em compósitos, deduziu-se que a concentração de 6% seria a mais adequada, uma vez que foi para este valor que se obteve os resultados mais favoráveis [21], [24], [25]. Verificou-se também que para concentrações mais elevadas, na ordem dos 8 a 9%, as fibras começam a apresentar alguma degradação e consecutivamente perda de resistência, o que não é aconselhável nem benéfico para a sua futura aplicação [25], [26]. Esta degradação é referida em [28], que a justifica que o aumento da concentração de NaOH, pode levar a que haja uma despolimerização excessiva das próprias fibras, resultando na perda das suas características intrínsecas, que conseqüentemente implica, a incapacidade das mesmas em atingir os níveis de desempenho esperados. Para concentrações reduzidas, na gama dos 3%, as alterações químicas não são significativas, bem como as melhorias verificadas [25].

No que se relaciona com temperaturas e períodos de exposição das fibras ao tratamento, verifica-se que existe alguma discrepância nos processos apresentados, uma vez que estes fatores variam em função do tipo de fibra e da sua interação com o reagente químico. A nível de alterações verificadas e resultados obtidos, é de afirmar que seguiram a mesma tendência, entre os estudos realizados. As fibras tratadas, revelam largas melhorias na adesão fibra-matriz [21], [25], [26], [27], aumentos de resistência na ordem dos 25% quando sujeitas a esforços de tração nos compósitos [24], [25], [26] e ainda uma diminuição considerável na taxa de absorção de água [21], [26].

2.5. Síntese do capítulo

Através da análise dos conceitos teóricos, dispostos ao longo do segundo capítulo da presente dissertação, é possível concluir que existem diversos destinos viáveis, para a aplicação da CA e seus derivados. Ficou comprovado, que a utilização de fibras vegetais face às tradicionalmente utilizadas, contribui não só para a preservação do meio ambiente, como para o desenvolvimento das regiões destinadas à produção, de um dos bens alimentares mais consumidos mundialmente, o arroz. Portugal, é um exemplo de um país onde a produção de arroz tem alguma tradição, sendo que o aumento do interesse pelo aproveitamento da CA, contribuiria para o aparecimento de novos postos de trabalho, para o desenvolvimento das regiões agrícolas destinadas à produção de arroz e conseqüentemente, para o desenvolvimento económico do país. Embora a CA e as fibras vegetais em geral, apresentem um amplo número de vantagens, como foi explicado existem algumas características intrínsecas a este tipo de fibras, que devem ser melhoradas, de modo a rentabilizar ao máximo as qualidades que estas podem oferecer. No entanto, já existem alguns tratamentos, como é o caso do tratamento de alcalinização em estudo, que permitem contornar essas limitações, convertendo as fibras vegetais numa opção válida, funcional e competitiva. A aplicação deste ou de outro tratamento, permitirá eliminar os aspetos menos positivos associados a este tipo de fibras, que certamente possibilitará num futuro próximo, que estas detenham uma presença considerável no mercado e no mundo da Engenharia Civil.

3. Campanha experimental

O terceiro capítulo encontra-se dividido em cinco subcapítulos, que serão apresentados cronologicamente, ou seja, seguindo uma lógica temporal idealizada para a realização dos trabalhos experimentais referentes à presente dissertação. O primeiro subcapítulo destina-se à definição das campanhas experimentais a realizar. Seguidamente, é efetuada a explicação dos procedimentos e ensaios necessários para a caracterização da casca de arroz (CA) bem como alguns dos respetivos resultados. O terceiro subcapítulo, corresponde aos procedimentos experimentais adotados nas diversas produções, sendo que é no quarto subcapítulo, que se encontram apresentados os ensaios realizados tanto em estado fresco como em estado endurecido. De referir que a grande maioria dos ensaios, foram realizados no laboratório de construção (LC) do DECivil, IST.

3.1. Metodologia

Com o começo da execução dos trabalhos experimentais, surgiu a necessidade de criar um plano de trabalhos de modo a que tudo fosse executado de forma organizada e de maneira a que se delimitasse uma linha de pensamento, que progressivamente permitisse que se atingissem os objetivos propostos no início dissertação. Posto isto, encontram-se representadas na tabela 3.1, as diversas campanhas experimentais idealizadas.

Tabela 3.1 - Descrição das campanhas experimentais a realizar.

Mistura	Tratamento		Campanha experimental
	Reagente	Tempo de imersão	
Pasta de referência (a/c = 0,3)	Sem reagente	2h	Campanha 1 – C1, P
Argamassa de referência (a/c = 0,6; cim:CA = 5,05)	Sem reagente	2h	Campanha 1 – C1
Pasta produzida com lixiviado proveniente da imersão da casca tratada com 6% de NaOH (a/c = 0,3)	6% de NaOH	1h, 2h, 4h	Campanha 2 – C2, P
Argamassa produzida com casca tratada com 6% de NaOH (a/c = 0,6; cim:CA = 5,05)	6% de NaOH	1h, 2h, 4h	Campanha 2 – C2
Pasta produzida com lixiviado proveniente da imersão da casca tratada com 3% de NaOH (a/c = 0,3)	3% de NaOH	2h	Campanha 3 – C3, P
Pasta produzida com lixiviado proveniente da imersão da casca tratada com 9% de NaOH (a/c = 0,3)	9% de NaOH	2h	Campanha 3 – C3, P
Argamassa produzida com casca tratada com 3% de NaOH (a/c = 0,6; cim:CA = 5,05)	3% de NaOH	2h	Campanha 3 – C3
Argamassa produzida com casca tratada com 9% de NaOH (a/c = 0,6; cim:CA = 5,05)	9% de NaOH	2h	Campanha 3 – C3

Explicando brevemente a linha de raciocínio tida em consideração na definição das campanhas acima expostas, começou-se por definir então a primeira campanha, referente à produção da pasta e argamassa de referência, resultantes da imersão da casca em água corrente e sem qualquer tipo de tratamento, servindo de ponto inicial para o presente estudo.

Tendo por base a literatura estudada e no que se relaciona com a segunda campanha, concluiu-se que um bom ponto de partida, seria considerar uma concentração de 6% de hidróxido de sódio (NaOH) no tratamento, o que significa, que da massa total de imersão utilizado para tratar e imergir a casca, 6% seriam NaOH diluído e os restantes 94% seriam água corrente. Optou-se por considerar uma concentração inicial de 6%, uma vez que os resultados obtidos pelos autores das referências consultadas [24], [26], sugeriam que o valor de 6% seria adequado como ponto de partida, pois correspondia aos melhores resultados. Nesta campanha, produziram-se novamente pastas e argamassas, recorrendo a casca tratada e imersa com a referida concentração de NaOH, variando-se os períodos de imersão entre 1h, 2h e 4h, de forma a tentar compreender qual a influência que o período de exposição da casca ao tratamento de alcalinização tem nos resultados futuros.

Posteriormente, definiu-se uma terceira campanha em que se fez variar a concentração de NaOH para uma dada duração definida em função dos resultados obtidos na segunda campanha experimental. Esta campanha permitiu avaliar a influência da concentração de NaOH nos resultados. Assim sendo, as concentrações consideradas foram de 3% e 9%, uma vez que segundo outros investigadores se consideram ser os limites mínimos e máximos para o tratamento de fibras com estas características [25], [26].

Por último, seria ainda importante referir quais os principais motivos que levaram à produção tanto das pastas como das argamassas. A produção de pastas teve como principal objetivo, avaliar um eventual impacto negativo dos lixiviados libertados pela casca no processo de endurecimento do cimento. Esta potencial incompatibilidade será tendencialmente mais elevada na casca não tratada. No entanto, mesmo na casca tratada, poderá haver libertação de produtos nocivos, em quantidade tanto maior quanto menor a intensidade do tratamento. A água de amassadura encontra-se em bom estado no momento da mistura. No entanto, durante o processo de mistura e endurecimento do cimento, a casca liberta lixiviados para o meio líquido, permitindo uma eventual interação destes produtos com o cimento. É precisamente este fator que se procurou analisar com a produção das pastas, procurando analisar o impacto que os lixiviados provenientes dos diversos tipos de tratamento e períodos de imersão podem vir a ter na mistura.

O principal motivo que levou à produção das argamassas, para lá do objetivo de testar formulações com potencial para adotar em produtos de betão com características de isolamento acústico e térmico melhoradas, foi para avaliar o modo como a CA interage com a matriz cimentícia, em função do pré-tratamento a que esta foi submetida. Através da produção destes compósitos, será analisado se o tratamento de alcalinização permitiu contrariar as características menos positivas que a casca possui, e se com a sua aplicação, se verificam melhorias nas diversas propriedades, que serão apresentadas ao longo do presente capítulo.

3.2. Caracterização da casca de arroz

3.2.1. Ensaio de baridade

Baridade é o conceito físico utilizado para exprimir a relação entre a massa de um determinado material que se apresenta desagregado na forma de partículas e o volume que esse conjunto ocupa. No presente estudo, o ensaio foi realizado segundo a norma NP EN 1097- 3:2002 (IPQ, 2002) [29], sendo executado numa primeira fase tanto para a casca seca em estufa a 70°C até massa constante, como para casca nas condições de armazenamento, situação em que a casca tende a absorver alguma da humidade existente no ar. Para tal, recorreu-se a uma balança digital para se efetuar as respetivas pesagens e a um recipiente de 10L para depósito da CA. O ensaio inicia-se com a colocação de casca no recipiente referido até que este se encontre completamente preenchido, tal como se encontra representado na figura 3.1. É de referir que houve especial atenção para que este processo fosse executado de uma altura aproximadamente fixa, de forma a que a compactação por queda livre fosse constante. Posteriormente, rasou-se o material excedente, frisando que este processo deve ser cauteloso, de forma a evitar a compactação ou eliminação de partículas que se encontrem junto ao topo do recipiente, tal como se encontra exemplificado na figura 3.2. O processo apresentado repetiu-se duas vezes, sendo o resultado final a média dos resultados obtidos nos dois ensaios. Os resultados completos encontram-se apresentados no anexo A1.

Assim sendo, a baridade (ρ_b , kg/m³), foi determinada através do quociente apresentado na equação 3.1:

$$\rho_b = \frac{m_2 - m_1}{V} \text{ [kg/m}^3\text{]} \quad (3.1)$$

Onde:

m_1 – Massa do recipiente [kg];

m_2 – Massa do recipiente totalmente preenchido com casca [kg];

V – Volume do recipiente [kg/m³];



Figura 3.1 - Ensaio de baridade aplicado à casca de arroz



Figura 3.2 - Exemplo do processo de rasamento.

Na tabela 3.2, encontram-se apresentadas as respetivas pesagens e os resultados médios obtidos para os diferentes tipos de casca utilizados. Os resultados individuais encontram-se apresentados no anexo A1.

Tabela 3.2 - Resultados do ensaio de baridade aplicado à casca de arroz seca em estufa e em condições de armazenamento.

Parâmetros	CA seca em estufa a $70 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$	CA nas condições de armazenamento
m_1 [kg]	5,96	5,95
m_2 [kg]	6,77	6,94
ρ_b [kg/m ³]	81	99

Fazendo apenas um pequeno comentário aos resultados obtidos, como era esperado, registou-se um valor superior de baridade para a casca armazenada, uma vez que o facto de a casca possuir uma grande capacidade de absorção de água, faz com que esta absorva parte da humidade existente no ar, tornando-se inevitavelmente mais densa. Deve-se ainda referir, que para outros ensaios desta natureza se utilizou um copo de 1L, de modo a se economizar recursos.

3.2.2. Análise granulométrica

O ensaio de análise granulométrica realizado no presente estudo, foi baseado na norma EN 933-1:2014 [30]. Para a execução do ensaio, recolheu-se uma amostra 1L de CA seca, correspondente a aproximadamente 81g (M1), que foi submetida a um processo de peneiração mecânica durante um período de 5 min e posteriormente a um processo de peneiração manual durante aproximadamente 1 min. É de referir que não houve qualquer tipo de seletividade na recolha da amostra a utilizar no ensaio, o que significa que para além da casca foram peneirados alguns resíduos e pedaços de lixo existentes. Na figura 3.3, encontra-se representada a série de peneiros utilizada segundo a respetiva norma, bem como na figura 3.4, as frações de material retido em cada um dos respetivos peneiros.



Figura 3.3 - Série de peneiros utilizada.



Figura 3.4 - Frações de material retidos em cada um dos peneiros.

Tabela 3.3 - Resultados do ensaio de análise granulométrica.

Dimensão de abertura do peneiro (mm)	Ri - Massa de material retido (mm)	Percentagem de material retido (Ri/M1x100)	Percentagem cumulativa do material passado (100-Σ(Ri/M1x100))	Percentagem cumulativa do material retido (100-(100-Σ(Ri/M1x100)))
16,0	0,00	0,00	100,00	0,00
12,5	0,00	0,00	100,00	0,00
8,0	0,00	0,00	100,00	0,00
5,0	0,00	0,00	100,00	0,00
4,0	1,12	1,38	98,62	1,38
2,0	36,02	44,47	54,15	45,85
1,0	37,22	45,95	8,20	91,80
0,5	5,18	6,40	1,80	98,20
0,25	1,23	1,52	0,28	99,72
0,125	0,35	0,43	-0,15	100,15
0,063	0,35	0,43	-0,58	100,58
	Gammas de dimensões maioritárias em que a casca de arroz se insere			
	Percentagem cumulativa de acréscimo de casca de arroz após peneiração			

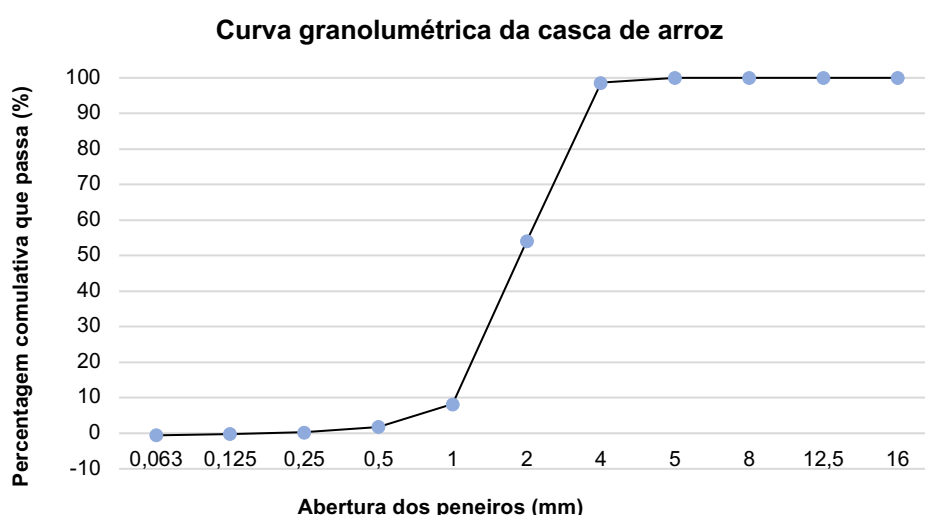


Figura 3.5 - Análise granulométrica da casca de arroz.

O principal propósito da realização do ensaio de análise granulométrica, foi para se aferir quais as gammas de dimensões maioritárias em que o material em estudo se insere e qual a sua distribuição. Como tal e através da análise da tabela 3.3, é compreensível que aproximadamente 90% das partículas apresentam dimensões compreendidas entre 1 e 4 mm, como se encontra representado nas células a azul. Outro fator observável na tabela 3.3 representado nas células a amarelo, é que existe uma variação entre a massa inicial e a massa final do material peneirado. Esta variação traduz-se num aumento de cerca de 0,1g, aumento este que pode ser justificado com o facto de fibras desta natureza possuírem uma grande capacidade de absorção, absorvendo ao longo do ensaio parte da humidade existente no ar. Por último, encontra-se representado na figura 3.5, a curva granulométrica da casca de arroz obtido após o ensaio.

3.2.3. Massa volúmica e absorção de água da casca

O ensaio de massa volúmica e absorção de água foi realizado numa primeira fase segundo o método do picnómetro NP EN 1097-6:2016 [31]. No entanto e ao longo do ensaio, verificou-se que o procedimento adotado para a aferição da massa volúmica não seria o mais adequado para fibras com estas características, uma vez que existia uma quantidade considerável de ar retido entre as diversas partículas de CA, que futuramente poderia vir a condicionar os resultados obtidos. Desta forma e sendo que se trata de um ensaio de extrema minuciosidade e do qual dependem muitos dos ensaios futuros a realizar, optou-se por considerar os resultados obtidos em estudo anterior [32], de forma a que os valores obtidos fossem fidedignos e não comprometessem todo o desenvolvimento do presente estudo. Na tabela 3.4, encontram-se representados os valores adotados ao longo da dissertação.

Tabela 3.4 - Resultados obtidos no ensaio de massa volúmica e absorção de água [32].

ρ_a - Massa volúmica do material impermeável das partículas [kg/m ³]	1080
ρ_{rd} - Massa volúmica das partículas secas em estufa [kg/m ³]	470
ρ_{ssd} - Massa volúmica das partículas saturadas com superfície seca [kg/m ³]	1030
wa_{24} - Absorção de água após imersão (24 horas) [%]	119,20
Nota: temperatura média da água de 20°C e massa volúmica da água destilada de 990 kg/m ³	

3.2.4. Definição do rácio água: casca

Para produção dos compósitos cimentícios, é necessário proceder a uma pré-molhagem da casca, tal como é habitual em compósitos cimentícios com incorporação de agregados leves de elevada porosidade. Para o efeito, considerou-se adequado adotar a quantidade de água mínima que garantisse a completa imersão das partículas de CA. Assim, procedeu-se ao cálculo deste volume de água, tendo por base a quantidade de material sólido existente e os resultados de baridade e massa volúmica previamente obtidos. O resultado alcançado encontra-se representado na tabela 3.5, seguidamente apresentada.

Tabela 3.5 - Determinação da quantidade de casca de arroz seca por m³.

Parâmetros avaliados	Casca de arroz seca em estufa a 70 ± 5 °C
Baridade (kg/m ³)	81,00
Massa volúmica (kg/m ³)	470,00
Quantidade de casca de arroz seca	$\frac{Baridade}{Massa\ Volúmica} = \frac{81,00}{470,00} \cong 0,1723$

Posto isto, sabe-se que em 1000 L, existem 172,3 L de CA e conseqüentemente 827,7 L de água. Assim sendo e através de uma simples operação de divisão, conclui-se que o rácio água: casca é de 4,8:1,0.

3.2.5. Análise química dos lixiviados

3.2.5.1 Análise química dos lixiviados: casca de arroz imersa em água

Para o ensaio de análise química, procedeu-se à imersão de CA seca em água à temperatura ambiente, durante um período de 1, 2 e 4 horas, de modo a estudar qual a influência da duração da imersão na quantidade de produtos indesejáveis removidos. Para tal, utilizou-se gobelés de 500 ml para depósito da casca, bem como uma rede de malha inferior à dimensão mínima das fibras, de modo a garantir que todo o material estivesse imerso em água, como se encontra representado na figura 3.6. Posteriormente e após o término de cada um dos períodos de tempo enunciados, escorreu-se a casca durante aproximadamente 10 minutos para um recipiente com recurso a um coador, de modo a facilitar a recolha e análise dos lixiviados produzidos, como exposto na figura 3.7. É ainda importante de referir que o rácio água: casca utilizado foi de 4,8:1,0.

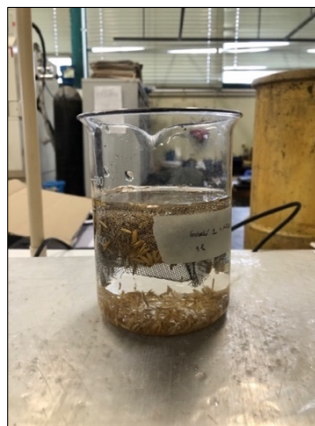


Figura 3.6 - Processo utilizado para imersão da casca de arroz



Figura 3.7 - Processo de escorrimento da água existente na superfície da casca de arroz.

Para a realização da análise aos lixiviados, utilizou-se 700 ml de cada lixiviado, nomeadamente 75 ml para análise externa e o restante para o LAIST, conforme representado nas figuras 3.8 e 3.9 respetivamente. No LAIST analisou-se o pH, potássio, carência química de oxigénio (CQO), fósforo total e carbono orgânico total (TOC). Outra análise no âmbito do projeto, permitiu calcular os açúcares de acordo com a norma EN 1008:2003 [33].

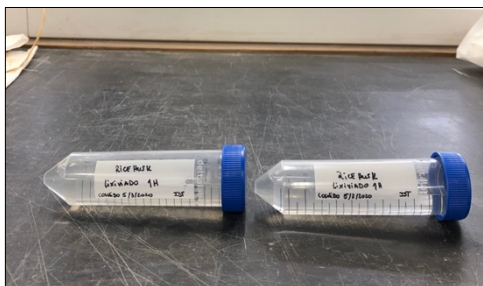


Figura 3.8 - Amostras por lixiviado para análise externa.

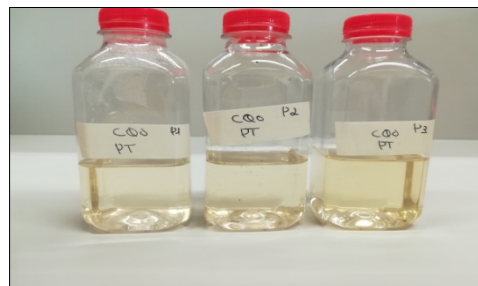


Figura 3.9 - Variação da coloração da água ao fim de 1, 2 e 4h, das amostras entregues ao LAIST.

3.2.5.2. Análise ao TOC dos lixiviados: casca de arroz tratada com 6% de NaOH

O procedimento utilizado na recolha de amostras para a análise ao TOC, foi bastante semelhante ao anteriormente especificado. Conforme explicado, imergiu-se uma certa porção de CA numa solução composta por água com 6 % de NaOH durante um período de 1, 2 e 4h. Após terminado cada um dos períodos de tempo indicados, recolheu-se uma amostra de cerca de 1L de cada um dos lixiviados existentes e seguidamente fez-se passar esse mesmo volume pelo coador em três passagens sucessivas, de modo a eliminar alguns dos finos existentes e outras substâncias indesejadas. Por último, preencheu-se cada um dos frascos de análise com cerca de 250 ml de lixiviados resultantes deste processo de 'filtração' e enviou-se as respetivas amostras para o LAIST.

3.2.5.3. Análise ao TOC dos lixiviados: casca de arroz tratada com 3% e 9% NaOH

O procedimento utilizado foi precisamente o mesmo que o anteriormente explicado, com a principal diferença de que a concentração de NaOH utilizado na imersão e tratamento da CA foi alterada para 3% e 9%. Deste modo, a casca foi imersa numa solução de água corrente com 3% e 9% de NaOH durante um período de 2h. Posteriormente, recolheram-se as respetivas amostras, realizaram-se os processos de coagem e finalmente preencheram-se os frascos para serem enviados para a análise.

3.3. Produção de pastas e argamassas

Antes de serem apresentados os processos utilizados na produção das pastas e argamassas desenvolvidas ao longo do presente estudo, existe ainda um fator que importa ser referido. Os trabalhos laboratoriais iniciaram-se com a produção das pastas, de forma a compreender a influência que os lixiviados resultantes do processo de tratamento e imersão da CA utilizados na sua produção tinham, quando interagidos com o cimento. Neste contexto, e de forma a facilitar a interpretação, sobre o modo como a recolha dos lixiviados foi realizada, optou-se por apresentar primeiro e por campanha, o processo utilizado na produção de argamassas.

3.3.1. Campanha 1 – argamassa de referência

Os trabalhos de produção de argamassas iniciaram-se com a produção da mistura de referência. Composta exclusivamente por CA, água e cimento numa razão de 0,6 (a/c), esta seria a mistura base presente em todas as argamassas desenvolvidas ao longo da presente dissertação. Importa relembrar que as razões a/c utilizadas ao longo das seguintes produções, se encontram representadas na tabela 3.1. A justificação pela qual se considerou uma razão a/c de 0,6, resulta de uma decisão tomada em conjunto por vários colaboradores do presente projeto de investigação, acreditando-se que seria a razão que proporcionaria melhores níveis de trabalhabilidade e consequentemente melhores resultados.

No que se relaciona com procedimento de produção adotado, este encontra-se dividido em diversas fases, de forma a possibilitar que haja uma repetibilidade considerável entre as sucessivas produções e de maneira a que todo o trabalho experimental seja realizado, evitando ao máximo o desperdício de material. Tal faseamento permite que se garanta um controlo de produção exigente, de modo a procurar que se atinjam os objetivos previamente estabelecidos.

O processo inicia-se com a imersão em água de uma determinada quantidade de CA, durante um período de 2h, período este que resultou dos resultados obtidos na análise química efetuada aos lixiviados. Após atingido o período de imersão, a CA é removida do recipiente de imersão e exposta a um processo de escorrimento, durante sensivelmente 10 minutos, para que posteriormente esteja em condições de ser aplicada na mistura. De forma a facilitar a compreensão do processo anteriormente enunciado, encontra-se representada nas figuras 3.10, 3.11 e 3.12 a metodologia utilizada nesta primeira fase. O procedimento adotado considerou-se ser o mais adequado para a realização da tarefa em análise, uma vez que através da utilização de uma malha de dimensão inferior à dimensão mínima da casca, se garantiu a total imersão do resíduo em estudo.



Figura 3.10 - Imersão da casca de arroz em água.



Figura 3.11 - Processo de escorrimento da casca de arroz.



Figura 3.12 - Lixiviado resultante da imersão da casca de arroz, após 2h de imersão.

Importa voltar a referir, que a necessidade de submeter a CA ao processo de pré-molhagem, se relaciona com a elevada capacidade de absorção de água que esta detém, tal como acontece nas misturas com agregados leves. Posteriormente à imersão e escorrimento da CA, inicia-se o processo de produção da mistura. Todas as misturas foram executadas numa misturadora existente no laboratório tal como se encontra representado na figura 3.13. A segunda fase inicia-se com a mistura prévia do cimento com a água, mistura esta que deve ter a duração de 1 minuto, de modo a garantir que todo o ligante entra em com a água. Seguidamente, vai-se adicionando progressivamente a CA, de modo a facilitar não só o funcionamento do aparelho de mistura como para garantir o completo envolvimento entre a casca e a matriz cimentícia. Este processo é faseado e deve cumprir uma duração máxima de 3 minutos. Por último, é executada uma última mistura durante um período de 1,15 minutos de modo a assegurar a homogeneidade entre todos os constituintes. O procedimento adotado não se baseia em nenhuma norma, uma vez que para a produção de um compósito com CA, os tempos de mistura sugeridos pela norma, não são suficientes para que se garanta a correta emulsão entre a casca e o cimento. Na figura 3.14, encontra-se representada a mistura de referência, após todo o processo de produção.



Figura 3.13 - Misturadora utilizada para a produção da mistura.



Figura 3.14 - Argamassa de referência após processo de mistura.

A terceira e última fase, corresponde à aferição da massa volúmica em estado fresco, como explicado posteriormente no subcapítulo 3.4.1.1, bem como ao enchimento dos respetivos provetes. É de frisar que os moldes foram preenchidos em 3 camadas, onde cada camada foi compactada em 25 pancadas recorrendo a uma peça de contraplacado. O ensaio de espalhamento foi apenas aplicado às pastas produzidas, uma vez que as misturas que compõe as argamassas, são pouco fluídas devido à presença de casca, impossibilitando a correta execução do ensaio. Na produção em análise, foram utilizados provetes prismáticos de dimensões 40x40x160 mm, como se encontram representados na figura 3.15. Após descofrados, todos os provetes foram conservados em câmara húmida até serem atingidos os 7, 28 e 90 dias após a sua produção, uma vez serem estas as idades delimitadas para a execução dos respetivos ensaios.

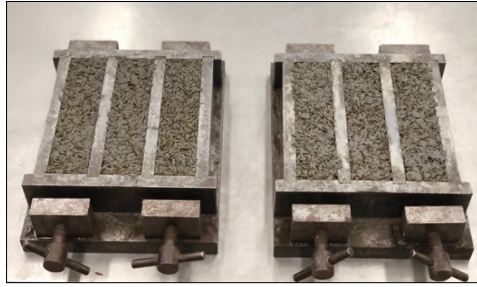


Figura 3.15 - Moldes da argamassa de referência.

3.3.2. Campanha 1 – pasta de referência

A fase inicial do método de produção adotado para a pasta de referência é precisamente igual ao que foi anteriormente explicado. As diferenças iniciam-se após a imersão e escorrimento da CA, uma vez que como se trata da produção de uma pasta, a casca não é utilizada, aproveitando-se apenas parte do lixiviado resultante do processo de escorrimento. Após a recolha do lixiviado, iniciou-se o seu processo de mistura com o cimento, utilizando o mesmo procedimento que para as argamassas, com a diferença que a razão a/c passou de 0,6 para 0,3. O motivo pelo qual se optou por uma razão a/c de 0,3, relaciona-se com o facto de ser aproximadamente a razão que permite que se atinja a consistência normalizada, como se irá verificar quando apresentados os resultados do ensaio de tempo de presa, posteriormente apresentado.

Seguidamente e em estado fresco, realizou-se o ensaio de massa volúmica e de espalhamento de forma a aferir a trabalhabilidade da mistura produzida, como será explicado futuramente no subcapítulo 3.4.1.2. No que se refere ao processo de enchimento dos moldes, foi executado segunda a norma EN 196-1:2005 [34]. Como tal preencheram-se os moldes com uma primeira camada que deve ocupar sensivelmente metade da altura do molde e executou-se uma primeira compactação, com recurso a uma mesa de compactação. Esta compactação é executada de forma automática pela mesa, através de 60 pancadas normalizadas. Seguidamente, introduziu-se a segunda e última camada e repetiu-se exatamente o mesmo processo de compactação. Por último, retirou-se os moldes da mesa de compactação e removeu-se os excessos existentes através de um processo de rasamento com recurso a uma espátula. Contrariamente ao verificado para as argamassas e embora o modo de conservar os provetes seja o mesmo, produziram-se apenas provetes para serem ensaiados aos 7 e 28 dias, seguindo-se esta mesma lógica para as restantes pastas a produzir.

Na figura 3.16 e 3.17 respetivamente, encontra-se representada a primeira fase de compactação da pasta com recurso à mesa de compactação e um exemplo de um molde após o processo de rasamento.



Figura 3.16 - Molde na mesa de compactação.



Figura 3.17 - Acabamento do molde composto por pasta.

3.3.3. Campanha 2 – argamassas com casca de arroz tratada com 6% de NaOH

Após a produção e a definição da mistura que compõe a argamassa de referência, submeteu-se pela primeira vez, a CA ao tratamento de alcalinização previamente especificado. Antes de avançar para o procedimento experimental adotado, é importante de lembrar que nesta primeira fase e tal como referido, se considerou uma concentração fixa de NaOH, 6%, uma vez que segundo a literatura considerada e estudada ao longo da presente dissertação, se considera ser a concentração ótima ou pelo menos para a qual outros investigadores obtiveram resultados mais favoráveis [24], [26]. Deste modo, com a produção da argamassa em análise, pretendeu-se verificar qual a influência que o tempo de tratamento / imersão pode vir a ter em resultados futuros. Para tal, considerou-se exatamente a mesma composição que se utilizou na mistura da argamassa de referência, uma concentração fixa de NaOH de 6% e períodos de imersão de 1h, 2h e 4h. Uma vez que o NaOH foi fornecido em forma granular, o processo inicia-se com a sua diluição em água. Assim sendo e com a auxílio de um agitador magnético, todo o NaOH considerado na mistura é pré-diluído em água e só depois adicionado ao volume de solução. Nas figuras 3.18 e 3.19 respetivamente, encontra-se representado o NaOH adotado, bem como um exemplo do processo de diluição executado.



Figura 3.19 - Hidróxido de sódio utilizado no tratamento da casca de arroz.



Figura 3.18 - Diluição do hidróxido de sódio, com recurso ao agitador magnético.

Posteriormente, a CA foi imersa em 3 recipientes diferenciados, sendo que cada recipiente corresponde aos diversos períodos de imersão, 1h, 2h e 4h. Seguidamente e após atingido cada um dos respectivos períodos de imersão, é aferido o pH de cada uma das soluções resultantes do tratamento da casca, com auxílio de um medidor eletrônico previamente calibrado, como se encontra representado nas figuras 3.20 e 3.21.



Figura 3.20 - Medidor de pH utilizado ao longo do presente estudo.



Figura 3.21 - Processo de aferição do valor de pH da solução resultante do tratamento da casca de arroz.

A terceira etapa consiste na neutralização da CA, para que esta possa ser aplicada na mistura para produção da argamassa. Inicialmente, começou-se por medir o pH da água proveniente da torneira existente no LC DECivil, chegando à conclusão de que esta detinha um pH na ordem dos 7,2, valor este que não deve ser considerado fixo uma vez que se trata de água da rede e que como se sabe está em constante tratamento. Assim sendo e de modo a simplificar o procedimento experimental de neutralização, considerou-se que a CA se encontrava neutralizada quando apresentasse valores de pH na ordem dos $7,0 \pm 0,5$. Resumidamente, o processo baseia-se numa pré-lavagem da casca com água corrente durante um período de 1 minuto, sendo posteriormente imersa num recipiente com água proveniente da mesma fonte durante um período de 15 minutos. Por último e após excedido este período de imersão é então executada uma leitura de pH, leitura esta que deve ser executada até que o aparelho estabilize, nos valores anteriormente referidos. A duração de todo este processo de neutralização, é de aproximadamente 1h15min, de forma a garantir o máximo de exatidão nos resultados obtidos, para que seguidamente a CA possa ser introduzida na mistura e produzida como explicado anteriormente no subcapítulo 3.3.1. Na figura 3.22, encontra-se representada as diferenças de coloração das várias águas pós imersão, à medida que a casca é submetida ao processo de neutralização.



*Figura 3.22 - Diferença na coloração dos
lixiviados, durante o processo de neutralização.*

3.3.4. Campanha 2 – pasta produzida com lixiviado proveniente da imersão de casca de arroz, tratada com 6% de NaOH

A produção das pastas referentes à segunda campanha experimental, iniciou-se com o procedimento descrito no capítulo 3.3.2., até ser atingida a fase de neutralização da CA. Posteriormente e com a casca neutralizada, esta é novamente sujeita a 2h de imersão em água corrente, sendo parte dos lixiviados resultantes desta segunda imersão utilizados na produção da pasta. É importante de referir, que o facto de se ter considerado uma duração de 2h neste segundo período de imersão, está relacionado com o período entre a produção de argamassa e o início de ganho de presa por parte da mistura cimentícia, período este em que a CA liberta parte dos lixiviados presentes no seu interior e na sua superfície. Posteriormente o processo de produção é exatamente o mesmo que o descrito no capítulo 3.3.2.

3.3.5. Campanha 3 – argamassas com casca de arroz tratada com 3% e 9% de NaOH

A terceira e última campanha da presente dissertação correspondente à variação da concentração de NaOH de 6% para 3% e 9%, admitindo um período de imersão de 2h. Esta duração resultou da análise dos resultados da segunda campanha experimental, onde foram testados 3 períodos de imersão para 6% de NaOH. O processo de produção adotado foi exatamente o mesmo que o enunciado no subcapítulo 3.3.3, com as diferenças resultantes das novas concentrações de NaOH em análise.

3.3.6. Campanha 3 – pasta produzida com lixiviados proveniente da imersão de casca de arroz, tratada com 3% e 9% de NaOH

As últimas pastas da campanha experimental a serem produzidas, foram as referentes à terceira campanha. Como já era exetável, a única diferença de todo o processo de produção destas para as pastas referentes às da segunda campanha, é o facto de no tratamento inicial se ter alterado a concentração de NaOH de 6% para 3% e 9%, admitindo um período de imersão de 2h.

3.4. Ensaio realizados em estado fresco e endurecido

3.4.1. Ensaio realizados em estado fresco

3.4.1.1 Massa volúmica

O ensaio de massa volúmica fresca efetuado ao longo da presente dissertação, foi realizado segundo a norma EN 1015 – 6 [35], tendo uma importância fundamental no controlo de produção. O ensaio é realizado com auxílio de um copo de 1L, onde após a produção de qualquer mistura, o mesmo é preenchido em duas camadas compactadas. A primeira camada deve ocupar sensivelmente metade do volume do copo e deve ser compactada através de 25 pancadas, recorrendo-se para tal a um pilão de compactação. A segunda e última camada deve ser executada segundo o mesmo processo, finalizando-se o ensaio com o rasamento do copo, tal como se encontra representado na figura 3.23.



Figura 3.23 - Exemplo do copo de 1L, totalmente preenchido com argamassa e rasado no topo.

Por último, o valor de massa volúmica fresca (M_v , g/cm³) é obtido através do quociente entre massa total de mistura e o volume do copo, representado na equação 3.2:

(3.2)

$$M_v = \frac{m}{v} \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

Onde:

M_v – Massa volúmica fresca [g/cm³];

m – Massa total de mistura presente no copo [g];

v – Volume do copo [cm³];

3.4.1.2 Ensaio de consistência por espalhamento

De modo a avaliar a trabalhabilidade e a definir a consistência das diferentes misturas utilizadas na produção das pastas anteriormente especificadas, realizou-se o ensaio de espalhamento segundo a norma EN 1015-3:1999/A1: 2004 [36]. Esta norma, usualmente utilizada para argamassas, foi considerada uma vez que as pastas produzidas tinham uma consistência compatível com este ensaio. O ensaio definido para caldas (alternativo) não era adequado, porque estas pastas não são suficientemente fluidas.

O ensaio iniciou-se com o posicionamento do molde metálico no centro da mesa de espalhamento. Posteriormente, e após a produção da respetiva mistura, procedeu-se então ao preenchimento do respetivo molde com auxílio de uma espátula, de forma a minimizar ao máximo os desperdícios de material. O processo de enchimento foi realizado em duas camadas, sendo que a primeira camada ocupa sensivelmente metade da altura do molde metálico e é compactada em 10 camadas com recurso a um pilão metálico, pancadas estas que devem ser aplicadas de forma uniforme por toda a superfície da mistura. Seguidamente, procedeu-se ao enchimento da segunda camada até transbordar o molde utilizado e voltou-se a realizar o mesmo procedimento de uniformização, através de 10 pancadas e com recurso novamente ao pilão metálico. Finalizado o processo de enchimento, executou-se com o auxílio de uma espátula o processo de rasamento, de forma a eliminar os excessos de mistura existente, tal como representado na figura 3.24, e retirou-se o molde através de um movimento cuidadoso e contínuo.



Figura 3.24 - Demonstração do molde totalmente preenchido e rasado, pela pasta a ensaiar.



Figura 3.25 - Processo de aferição do diâmetro médio da pasta.

Por último e tendo em consideração o procedimento apresentado na norma em análise, rodou-se a manivela incorporada na mesa de espalhamento, iniciando-se uma sequência de 15 pancadas normalizadas, intervaladas de 1 segundo, permitindo assim que a mistura em análise se espalhe pela mesa de espalhamento. Os resultados e as conclusões do ensaio resultam de duas medições, perpendiculares entre si, do diâmetro da mistura após espalhamento, diâmetro esse que foi medido com recurso a um paquímetro, como demonstrado na figura 3.25. É importante de referir que este

ensaio foi realizado para a todas as pastas produzidas na presente dissertação, tendo ainda sido testado para argamassas, mas devido à falta de fluidez das mesmas, os resultados não iriam ser conclusivos, optando-se assim por não os tomar em consideração.

3.4.1.3 Ensaio de tempo de presa

O ensaio de tempo de presa foi desenvolvido de acordo com a norma NP EN 196 - 3:2017 [37], tendo sido apenas aplicado a pastas produzidas na primeira e segunda campanha experimental. O principal propósito da realização deste ensaio, foi para avaliar qual a influência que os açúcares e outras substâncias presentes nos lixiviados podem vir a ter na hidratação do cimento, permitindo relacionar essas mesmas diferenças com os diferentes períodos de exposição a que a CA é sujeita em cada um dos tratamentos realizados.

O ensaio inicia-se com a determinação da consistência normal da pasta. Nesta primeira etapa, é produzida uma pasta tendo em conta a composição base sugerida pela norma, que posteriormente é sujeita a um primeiro ensaio no aparelho Vicat, utilizado em ensaios desta natureza. Caso não se verifique a consistência normal exigida, deve-se ir aumentando o teor em água da pasta até que a distância entre a sonda e a placa base seja de aproximadamente (6 ± 2) mm. O aparelho e a sonda utilizados para a aferição deste parâmetro, encontram-se apresentados na figura 3.26.



Figura 3.26 - Aparelho de Vicat e sonda utilizados na determinação da consistência normal da pasta.



Figura 3.27 - Medições para determinação do fim de presa.



Figura 3.28 - Medições para determinação do início de presa.

A segunda etapa do ensaio consiste então em determinar o início e fim de presa da pasta em análise. Para o início de presa, imergiu-se tanto o molde preenchido com a respetiva base num recipiente com água, de modo a que toda a superfície pasta ficasse submersa e iniciou-se as respetivas medições, tal como se encontra demonstrado na figura 3.27. É de referir que todas as medições de penetração foram realizadas com um espaçamento de 10 minutos e em posições convenientemente

espaçadas. O tempo de início de presa é então o tempo decorrido desde o instante zero e o tempo ao fim do qual a distância entre a agulha e a placa de base é de aproximadamente (6 ± 3) mm.

Por último, determina-se o tempo de fim de presa. Para tal inverte-se o molde totalmente preenchido sobre a sua placa base, ambos imersos num recipiente com água, e realiza-se o mesmo processo que se realizou para a determinação do início do tempo de presa. Para concluir, o tempo de fim de presa é então o tempo decorrido desde o instante zero e o tempo ao fim do qual a agulha penetra pela primeira vez apenas 0,5 mm no provete, como se encontra representado na figura 3.28.

3.4.2. Ensaio realizados em estado endurecido

3.4.2.1. Ensaio de resistência à flexão

Antes de ser apresentado o modo de como é realizado este ensaio, é necessário de referir, que todos os ensaios de resistência mecânica à flexão e à compressão foram executados numa prensa hidráulica *Seidner Forma+Teste*, conforme a norma EN 1015-11:1999 [38].

O ensaio tem início com a colocação do provete sobre o apoio, composto por duas rótulas cilíndricas espaçadas entre de 100 mm. O correto posicionamento do provete é determinante para execução do ensaio, uma vez que posteriormente é aplicada uma carga a meio do topo do provete através de uma terceira rótula existente. O ensaio foi realizado com o aumento gradual da velocidade, tendo como limite máximo os 0,6 KN/s, de forma a que o carregamento seja feito uniformemente e sem condicionar quer os resultados quer o mecanismo de rotura. É de referir, que para a realização do ensaio, se recorreu a uma célula de carga de 10 kN. Na figura 3.29, encontra-se representado o ensaio à flexão a uma das argamassas produzidas.

A tensão de rotura de rotura à flexão (f_t , MPa), foi determinada através do quociente apresentado na equação 3.3:

$$f_t = 1,5 \frac{F_t \times l}{b \times d^2} \text{ [MPa]} \quad (3.3)$$

Onde:

F_t – Carga máxima à flexão [N];

l – Distância entre as rótulas no apoio [100 mm];

b – Largura do provete [40 mm];

d – Espessura do provete [40 mm];

3.4.2.2. Ensaio de resistência à compressão

Para a realização do ensaio de compressão, utilizou-se os dois meios provetes resultantes do provete submetido ao ensaio à flexão anteriormente explicado. No que se relaciona com o seu método de execução, cada meio provete é colocado perpendicularmente num suporte metálico de 40 mm de largura, sendo posteriormente sujeito a um carregamento de topo, permitindo assim aferir a sua

resistência mecânica à compressão. Os resultados finais e que serão apresentados seguidamente no capítulo 4 da presente dissertação, resultam da média das resistências obtidas para cada meio provete. É importante ainda referir que tanto à flexão como à compressão, todos os provetes foram sempre posicionados nos respetivos suportes com a face de betonagem voltada para o utilizador. O incremento de carga e consecutivamente de velocidade foi novamente feito de forma gradual, nunca ultrapassando os 1,5 KN/s. No ensaio de compressão, utilizou-se uma célula de carga de 200 kN. Na figura 3.30, encontra-se representado o ensaio à compressão a uma das diversas pastas produzidas.

A tensão de rotura de rotura à compressão (f_c , MPa), foi determinada através do quociente apresentado na equação 3.4:

$$f_c = \frac{F_c}{A} [MPa] \quad (3.4)$$

Onde:

F_c – Média das cargas máximas à compressão [N];

A – Área da secção comprimida [40x40 mm²];



Figura 3.29 - Amostra de argamassa a ser ensaiada à flexão.



Figura 3.30 - Amostra de pasta a ser ensaiada à compressão.

3.4.2.3. Ensaio de porosidade aberta por imersão em água sob vácuo

A execução do ensaio de porosidade teve como principal objetivo, determinar a quantidade de vazios existentes nas argamassas e pastas produzidas. O presente ensaio revelou ser de extrema importância para este estudo, uma vez que uma das principais características da CA utilizada na sua produção, é o de este tipo de material apresentar um elevado grau de porosidade, fator este que pode vir a ser determinante futuramente, na seleção do tipo de aplicação deste composto.

O ensaio baseou-se na norma EN 1936, RILEM I.1 [39] e iniciou-se com a secagem em estufa dos provetes a serem testados. Posteriormente e após atingida massa constante, os provetes foram colocados num exsiccador a uma pressão relativa negativa durante um período de 24h, de forma a

remover algum ar existente no interior dos poros. Seguidamente e mantendo o vácuo, introduziu-se água no exsicador, de forma a que os provetes ficassem imersos durante outro período de 24h. É importante de referir, que o processo de introdução de água foi realizado de forma cautelosa, de maneira a que a água não fosse depositada diretamente em cima dos provetes, mas sim que subisse segundo o efeito de capilaridade, até que estes se encontrassem totalmente imersos. Por último, anulou-se o vácuo anteriormente imposto no exsicador, permanecendo os provetes imersos novamente durante 24h, mas desta vez à pressão atmosférica. Na figura 3.31 e 3.32 respetivamente, encontra-se demonstrado o material utilizado, bem como o processo de imersão dos respetivos provetes no exsicador.

A porosidade por imersão em água (P_w , %), foi determinada através do quociente apresentado na equação 3.5:

$$P_w = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100 [\%] \quad (3.5)$$

Onde:

M_1 – Massa do provete seco [g];

M_2 – Massa do provete saturado [g];

M_3 – Massa do provete submerso em água, utilizando uma balança hidrostática [g];



Figura 3.31 - Material utilizado para a execução do ensaio de porosidade.



Figura 3.32 - Provetes no exsicador, imersos em água.

3.4.2.4. Ensaio de ultrassons

O ensaio de ultrassons, consiste na emissão de uma onda ultrassónica, que se propaga ao longo de um certo material e do qual resulta a sua velocidade de propagação. A velocidade de propagação da onda, pode ser influenciada por algumas das características das amostras ensaiadas, como por exemplo da sua densidade e propriedades elásticas.

Para a realização do ensaio, utilizou-se uma fonte geradora, dois transdutores com 5cm de diâmetro e uma frequência de 54 kHz, considerando serem as opções mais favoráveis para a realização do ensaio, tendo em conta as características dos provetes ensaiados. Seria ainda importante de referir, que em certos casos não foi possível realizar o ensaio, devido ao elevado grau de porosidade e presença de vazios, que estas amostras oferecem. A incapacidade de leitura por parte do aparelho utilizado, pode ser justificada pelas observações anteriormente enunciadas e pela fraca aderência entre os transdutores e as superfícies dos provetes. Seria ainda importante de referir, que antes da realização do ensaio se introduziu o comprimento do provete no aparelho, sendo que o resultado obtido surgiu automaticamente em m/s.

Na figura 3.33 e 3.34 respetivamente, é possível observar o sistema de ultrassons utilizado e um exemplo do decorrer de um ensaio.



Figura 3.33 – Sistema de ultrassons utilizado.



Figura 3.34 - Ensaio de ultrassons a um provete de pasta.

3.4.2.5. Ensaio de módulo de elasticidade dinâmico

O método utilizado é do tipo não destrutivo e permite obter informações à cerca das propriedades elásticas de um determinado tipo de material. Quanto ao seu modo de execução, o ensaio inicia-se com o posicionamento da amostra nos suportes localizados nos pontos nodais fundamentais, que devem estar a aproximadamente $0,224L$ de cada extremidade tal como se encontra representado na figura 3.35. Posteriormente, deve-se colocar o transdutor em contacto com a amostra, sendo que este deve ser colocado com um afastamento considerável do local onde o deslocamento é máximo, de forma a não carregar em massa a amostra e modificar a sua vibração natural. Por último, deve-se então atingir a amostra no centro através de pancadas leves e uniformes e registar a leitura resultante. É de referir que o resultado final da frequência ressonante fundamental em flexão, resulta da média de cinco leituras consecutivas que se situem dentro de 1 % uma da outra. Este ensaio foi executado tendo por base a ASTM E1876-01 [40].

O módulo de elasticidade dinâmico (E_d , Pa), foi determinado através das equações 3.6 e 3.7 apresentadas:

$$E_d = 0,9465 \times \left(\frac{mf^2}{b} \right) \times \left(\frac{L^3}{t^3} \right) \times T_1 \quad (3.6)$$

$$T_1 = 1 + 6,585 \times (1 + 0,0752\mu + 0,8109\mu^2) \times \left(\frac{t}{L}\right)^2 - 0,868 \times \left(\frac{t}{L}\right)^4 - \left[\frac{8,340 \times (1 + 0,2023\mu + 2,173\mu^2) \times \left(\frac{t}{L}\right)^4}{1,000 + 6,338 \times (1 + 0,1408\mu + 1,536\mu^2) \times \left(\frac{t}{L}\right)^2} \right] \quad (3.7)$$

Onde:

m – Massa do provete [g];

b – Largura do provete[mm];

L – Comprimento do provete [mm];

t – Espessura do provete [mm];

f – Frequência ressonante fundamental em flexão [Hz];

μ – Fator de Poisson;

T_1 – Fator de correção do modo de flexão fundamental para ter em conta a espessura finita da barra;



Figura 3.35 - Setup do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico realizado.

3.4.2.6. Ensaio de análise SEM

Para a realização do ensaio de análise SEM (*Scanning Electron Microscope*), recorreu-se ao MicroLab, laboratório de microscopia eletrónica do IST. O microscópio utilizado para a execução do ensaio, é da marca JEOL, modelo JSM-7001F. Este aparelho, possui uma resolução de 1,2 nm a 15 kV, sendo que para a correta execução do ensaio e para este nível de resolução, são aconselhadas amostras com dimensões de aproximadamente 10x10x10 mm, previamente revestidas por uma fina película de ouro. Para a realização do ensaio, utilizou-se três amostras de pastas, (P_Ref_2h; P_6%_2h; P_9%_2h) e uma amostra de argamassa (A_6%_2h), removidas cuidadosamente dos provetes produzidos, procurando sempre que tivessem dimensões da mesma ordem de grandeza, que as anteriormente especificadas. Com a análise realizada às pastas, pretendia-se procurar identificar de que forma os diferentes lixiviados utilizados na sua produção, poderiam influenciar a mistura cimentícia, em função do tratamento aplicado à CA, de onde estes foram recolhidos. No que se relaciona com a única argamassa avaliada, o ensaio SEM tinha como principal objetivo, avaliar a interface casca-pasta, tentando procurar entender o modo como a CA interage com a matriz cimentícia. Neste contexto e para

se ter uma percepção do tipo de análise efetuada, encontra-se apresentada na figura 3.36, uma imagem da mistura A_6%_2h, captada ao longo da execução do ensaio SEM.

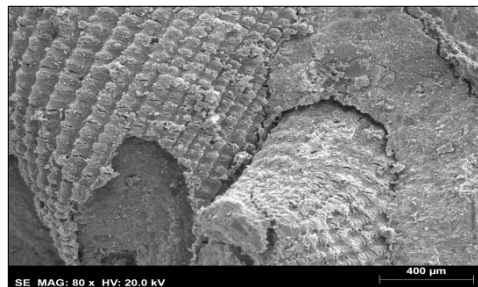


Figura 3.36 - Exemplo da interface casca-pasta, para a argamassa avaliada.

3.4.2.7. Ensaio de secagem – molhagem

A submissão das amostras de argamassas produzidas ao longo do estudo a ciclos de secagem - molhagem, teve como principal propósito avaliar se ao longo de sucessivas passagens de estado seco para estado saturado, as amostras em análise sofrem algum tipo de degradação, p.e. perda de massa, tendo em conta as características do material que compõe estes compósitos. O ensaio foi aplicado a argamassas com 28 e 90 dias de idade e de forma a que os resultados obtidos tivessem alguma expressividade e credibilidade, foram executados 6 ciclos de 24h de secagem molhagem, realizados ao longo de aproximadamente três semanas.

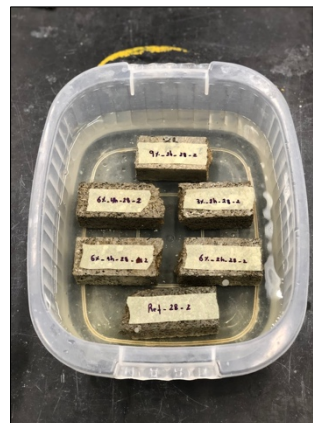


Figura 3.37 - Amostras de argamassas imersas em água à temperatura ambiente.

O modo de execução do ensaio é bastante simples, uma vez que se trata apenas de imergir as amostras previamente secas em estufa, num recipiente com água à temperatura ambiente, durante um período de 24h. Posteriormente e após concluído este período, as amostras são removidas e colocadas em estufa a 40°C durante o mesmo período de tempo. Os resultados finais, resultam da comparação

entre massa inicial das amostras secas antes da imersão e a massa que estas apresentam quando revelarem massa constante e após terem sido submetidas aos vários ciclos de secagem - molhagem. Foi testado meio provete para cada mistura e para cada idade. Assim sendo e tal como apresentado anteriormente, encontra-se representada na figura 3.37, a respetiva imersão dos provetes em água.

3.4.2.8. Ensaio com recurso à lupa binocular

De forma a se obter uma visualização pormenorizada, tanto da CA como das argamassas produzidas, recorreu-se ao aparelho de marca Dino Lite, modelo AM7915MZT, detentor de uma capacidade de aumento de escala entre 10x-220x, tal como se encontra representado na figura 3.38. Este ensaio de observação teve como principal objetivo, tentar identificar as diferenças existentes nas partículas de casca em função do tipo de tratamento aplicado, diferenças estas relacionadas com alterações de morfologia, vestígios de degradação, entre outros fenómenos apenas observáveis a esta escala. Na visualização de argamassas, procurou-se principalmente analisar a interface casca – pasta em estado endurecido, bem como a existência de vazios entre as amostras avaliadas.

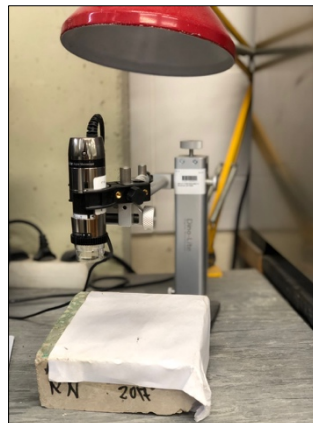


Figura 3.38 - Lupa binocular utilizada na visualização dos fenómenos descritos.

De modo a facilitar a compreensão das futuras imagens apresentadas, encontra-se exposto figura 3.39, um esquema das dimensões avaliadas nos grãos de casca observados, que permitiram distinguir as alterações morfológicas registadas, em função do tratamento a que a CA foi sujeita.

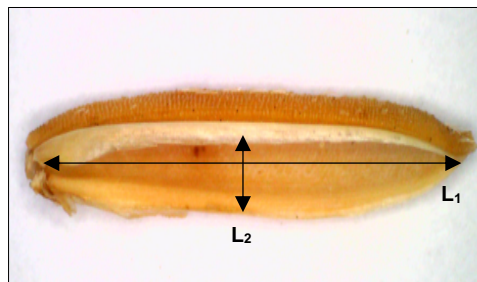


Figura 3.39 - Dimensões avaliadas na observação dos grãos de casca de arroz, à lupa binocular.

Como se pode verificar através do esquema apresentado, intitulou-se que o comprimento e a largura, seriam associados a L₁ e L₂ respetivamente.

3.5. Síntese da campanha experimental

Após apresentada a metodologia adotada, bem como todos os processos e ensaios a esta associados, encontra-se seguidamente exposta nas tabelas 3.6 e 3.7, uma síntese do presente capítulo. Através da sua consulta, é possível identificar para cada uma das diversas campanhas experimentais, quais foram os compósitos desenvolvidos, números de provetes produzidos e ensaios realizados em estado fresco e endurecido, para cada uma das idades avaliadas. Estima-se que na globalidade se realizaram cerca de 93 ensaios e 235 medições.

Tabela 3.6 - Ensaios realizados em estado fresco, por mistura e campanha experimental.

Campanha Exp.	Misturas	Idade (dias)	Mv	Espalhamento
1 ^a	A_Ref_2h	7, 28, 90	✓	n.a.
	P_Ref_2h	7, 28	n.a.	✓
2 ^a	A_6%_1h	7, 28, 90	✓	n.a.
	A_6%_2h	7, 28, 90	✓	n.a.
	A_6%_4h	7, 28, 90	✓	n.a.
	P_Ref_1h	7, 28	n.a.	✓
	P_Ref_2h	7, 28	n.a.	✓
	P_Ref_4h	7, 28	n.a.	✓
3 ^a	A_3%_2h	7, 28, 90	✓	n.a.
	A_9%_2h	7, 28, 90	✓	n.a.
	P_3%_2h	7, 28	n.a.	✓
	P_9%_2h	7, 28	n.a.	✓

Legenda: - ✓ Ensaio realizado; - n.a. Ensaio não aplicado devido às características do compósito;

Tabela 3.7 - Ensaio realizados em estado endurecido, por mistura e campanha experimental.

Campanha	Misturas	Nº provetes/mistura - Idade	f_t	f_c	P_w	US	E_d	SEM	S/M
1 ^a	A_Ref_2h	3 provetes – 7d	✓	✓	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
		3 provetes – 28d	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
		3 provetes – 90d	✓	✓	✓	✓	✓	n.a.	✓
	P_Ref_2h	3 provetes – 7d	✓	✓	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
		3 provetes – 28d	✓	✓	✓	n.a.	n.a.	✓	n.a.
2 ^a	A_6%_1h	2 provetes – 7d	✓	✓	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	A_6%_2h	3 provetes – 28d	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	A_6%_4h	2 provetes – 90d	✓	✓	✓	✓	✓	n.a.	✓
	P_6%_1h	2 provetes – 7d	✓	✓	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	P_6%_2h	3 provetes – 28d	✓	✓	✓	n.a.	n.a.	✓	n.a.
	P_6%_4h		✓	✓	✓	n.a.	n.a.	✓	n.a.
3 ^a	A_3%_2h A_9%_2h	2 provetes – 7d	✓	✓	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
		2 provetes – 28d	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
		2 provetes – 90d	✓	✓	✓	✓	✓	n.a.	✓
	P_3%_2h	2 provetes – 7d	✓	✓	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
	P_9%_2h	3 provetes – 28d	✓	✓	✓	n.a.	n.a.	✓	n.a.
	Legenda: - ✓ Ensaio realizado; - n.a. Ensaio não aplicado devido às características do compósito;								

Seguidamente, e uma vez conhecida a campanha experimental adotada, prossegue-se com a apresentação e discussão dos resultados obtidos ao longo do presente estudo, representados no quarto e penúltimo capítulo da presente dissertação.

4. Análise dos resultados

Ao longo do quarto e penúltimo capítulo, irão ser apresentados os resultados obtidos em toda a campanha experimental, sendo que posteriormente será realizada uma análise de forma a verificar se os objetivos estabelecidos no início deste estudo foram realmente cumpridos. Seguidamente, será ainda avaliado, se com o presente estudo se obtiveram progressos científicos, no que se relaciona com a incorporação da casca de arroz (CA) em compósitos cimentícios e os seus processos de tratamento.

No que se relaciona com a estruturação do quarto capítulo, este encontra-se dividido em três subcapítulos, organizados de forma lógica de modo a facilitar a interpretação dos resultados obtidos. Primeiramente, irão ser apresentados os resultados alcançados nos ensaios de caracterização da CA, permitindo obter informação à cerca do seu comportamento físico e geométrico. Numa segunda fase, irá ser avaliado o efeito da imersão e respetivos tratamentos na CA, através da análise aos lixiviados. Posteriormente e no terceiro subcapítulo, será feita a análise a ambos os compósitos produzidos, pastas e argamassas. Esta análise, irá iniciar-se com a exposição dos resultados obtidos aos 28 dias, seguindo-se de uma análise à cerca do efeito do tratamento alcalino em função da concentração de hidróxido de sódio (NaOH) ao longo das restantes idades avaliadas. Para terminar e ainda no mesmo subcapítulo, serão exibidos os resultados dos ensaios referentes ao ensaio de ciclos secagem/molhagem, de forma a avaliar como se comportam as argamassas quando sujeitas à ação da água e de que modo esta pode vir a afetar a durabilidade dos compósitos produzidos.

4.1. Caracterização da casca de arroz

4.1.1. Resultados do ensaio de baridade

De forma a estudar o efeito que o tratamento de alcalinização produz na morfologia da CA, realizou-se o ensaio de baridade. O ensaio foi realizado para casca com e sem tratamento, de forma a se evidenciar as alterações registadas. No que se relaciona com o tratamento, a CA foi tratada com concentrações de 3%, 6% e 9% de NaOH, durante um período 2h. Neste contexto, encontram-se apresentados na tabela 4.1 os resultados obtidos para o ensaio em análise.

Tabela 4.1 - Baridade da casca de arroz com e sem tratamento.

Concentração de NaOH	Baridade (kg/m ³)
0%	190
3%	200
6%	220
9%	320

Uma vez que a CA tratada iria ser posteriormente utilizada na produção de argamassas, optou-se por fazer apenas uma medição, de forma a que não surgissem variações na formulação das misturas e que se minimizassem ao máximo as alterações feitas ao faseamento do processo de produção idealizado. Através da análise da tabela 4.1, é possível observar que à medida que se intensifica o tratamento e conseqüentemente se aumenta a concentração de NaOH, a baridade tem tendência a crescer. O facto de se verificar um aumento do parâmetro em análise, significa que para um mesmo volume, foi possível depositar uma maior quantidade de CA, o que necessariamente faz com que a baridade aumente. O aumento da baridade poderá dever-se quer a alterações na morfologia da casca quer na sua densidade ou a ambos. Uma alteração na forma da casca pode fazer com que a quantidade de vazios existentes entre as partículas diminua, possibilitando assim atingir valores de baridade superiores. Com vista a detetar eventuais alterações na morfologia das partículas foram realizadas observações a partículas na lupa binocular, incluídas na secção seguinte. Outro fator que pode estar associado ao aumento verificado, é facto de com o progressivo aumento da concentração de NaOH, a CA pode vir a ficar mais densa, o que inevitavelmente resulta num aumento da baridade [26]. No entanto e como já referido, devido às dificuldades em realizar o ensaio de massa volúmica, não foi possível confirmar esta teoria. Assim sendo, fica a hipótese, de que o aumento de baridade possa depender destes dois fatores. A figura 4.1 ilustra a realização do ensaio.







Figura 4.1 - Ensaio de baridade, aplicado à casca de arroz tratada com 3% de NaOH.

4.1.2. Análise da casca de arroz com lupa binocular

De modo a complementar a explicação anteriormente facultada, analisaram-se diversas porções de CA à lupa binocular, de modo a visualizar eventuais alterações morfológicas anteriormente referidas. Neste contexto, encontram-se demonstradas na tabela 4.2, imagens de grãos de casca, após terem sido submetidos a tratamentos com concentrações de 0%, 3%, 6% e 9% de NaOH. Todas estas imagens foram captadas, recorrendo a uma ampliação de 30,4x. Importa apenas lembrar, que tal como se encontra exposto no subcapítulo 3.4.2.8, as dimensões L_1 e L_2 respetivamente, são

associadas ao comprimento e largura dos grãos de CA analisados, sendo estes os valores obtidos ao longo de todo o processo de observação.

Tabela 4.2 - Alterações morfológicas registadas na casca de arroz em estado natural e com tratamento.

Imagens captadas	NaOH (%)	Dimensões (mm)	Rácio L₁/L₂
	0	L ₁ = 8,00 L ₂ = 0,78	10,26
	3	L ₁ = 7,93 L ₂ = 1,04	7,63
	6	L ₁ = 7,78 L ₂ = 1,40	5,56
	9	L ₁ = 7,57 L ₂ = 1,51	5,01

Através das figuras acima apresentadas, é perceptível o efeito que o tratamento alcalino tem na CA. Como se pode observar e através dos rácios apresentados, a tendência da casca quando sujeita ao aumento progressivo da concentração de NaOH, é em retrair-se, passando de ter uma forma mais alongada para uma mais ovalizada, como se encontra demonstrado, por exemplo, na casca tratada com 6% de NaOH. Esta transformação e como foi descrito no subcapítulo 2.4.1, relaciona-se com a necessidade de rearranjo da rede de celulose para acomodar os iões Na⁺ em substituição dos iões H⁺ [20]. Este processo tem associado um inchaço nas paredes das partículas de casca, o que faz com que as suas laterais comecem a abrir e os seus topos a encolher, para acompanhar este processo de transformação. Posto isto, é expectável que a integração nas argamassas a produzir, de casca tratada com concentrações superiores de NaOH, irá permitir que se atinjam melhores níveis de trabalhabilidade, devido às alterações morfológicas verificadas, o que pode vir a ser um aspeto positivo. É ainda de referir que com o aumento da concentração de NaOH, as alterações morfológicas tendem a estabilizar, sendo que as principais modificações ocorrem no incremento da concentração de NaOH de 0% para 3%.

Concluída a apreciação dos resultados obtidos para os ensaios de caracterização da CA, segue-se a exposição e análise dos resultados alcançados para os lixiviados, resultantes do processo de tratamento e imersão da casca.

4.2. Análise aos lixiviados

4.2.1. Lixiviados provenientes da imersão da casca não tratada

A presente análise teve como principal propósito, compreender o modo como a CA reage e como determinados parâmetros variam, em função do aumento gradual do período de imersão. Neste contexto, foi realizada uma análise química a uma amostra de cada um dos lixiviados resultantes da imersão de CA em água corrente, durante períodos de 1h, 2h e 4h. Assim sendo, encontram-se apresentados na tabela 4.3, os resultados obtidos para os parâmetros avaliados. Seria ainda importante de referir, que excluindo os açúcares que foram avaliados por uma outra entidade, todos os outros parâmetros foram avaliados no LAIST. Os boletins do ensaio encontram-se apresentados no anexo A2.

Tabela 4.3 - Resultados das análises realizadas aos lixiviados, para os diferentes períodos de imersão.

Parâmetros	Períodos de imersão		
	1h	2h	4h
pH (18°)	7,60	7,50	7,60
CQO (mg(O ₂)/l)	120,00	150,00	184,00
Fósforo total (mg(P)/l)	3,00	3,70	3,80
Potássio (mg/l)	53,00	55,00	67,00
TOC (mg(C)/l)	60,00	60,00	79,00
Açúcares (mg/l)	39,00	41,00	39,00

Através da análise da tabela 4.3, pode concluir-se que com o aumento do tempo de imersão, resulta uma tendência de acréscimo nos parâmetros avaliados, sendo que de todos, existem três a que se deve dar especial atenção devido à importância que têm no presente estudo. Começando pelo pH, é notório que independentemente do tempo de imersão a que a CA é sujeita, o valor registado permanece praticamente constante e sem variações significativas. O segundo parâmetro a ter em consideração, é o carbono orgânico total (TOC), que de forma resumida permite avaliar a matéria orgânica (incluindo açúcares), libertada pela casca durante os diversos períodos de imersão. Esta matéria orgânica é contaminante e prejudicial para as misturas a produzir. Desta forma, é possível comprovar que da 1h para as 2h de imersão, não existe qualquer alteração no valor registado, sendo que das 2h para as 4h existe um aumento de aproximadamente 32%. Por último, resta analisar a libertação de açúcares, que como se pode verificar se mantém praticamente inalterável para os diferentes períodos de imersão. Assim sendo, é conclusivo que entre as 2h e as 4h de imersão, poderá ocorrer a libertação de outros compostos orgânicos além de açúcares. Importa ainda referir, que estes são os três parâmetros mais condicionantes, uma vez que a sua variação tem uma influência direta no processo de hidratação do cimento.

4.2.2. Lixiviados provenientes do tratamento da casca, com 6% de NaOH

Como se verificou na análise apresentada, dos três parâmetros mais relevantes, o único que realmente se verificou que evolui com o aumento do período de imersão a que a casca é submetida, foi o parâmetro correspondente ao TOC. Posto isto e de forma a economizar recursos, considerou-se que apenas seria necessário, analisar os lixiviados resultantes da imersão de casca em água, tratada com 6% de NaOH, durante períodos de 1h, 2h e 4h, sendo que os resultados obtidos se encontram expostos na tabela 4.4. Utilizou-se uma amostra de cada lixiviado.

Tabela 4.4 - Valores de TOC obtidos em lixiviados recolhidos durante o tratamento da CA, com 6% de NaOH.

Período de imersão	TOC (mg(C)/l)
1h	75,00
2h	85,00
4h	84,00

Segundo a tabela 4.4, é notório que existe um aumento da primeira para a segunda hora de imersão. No entanto e como se pode verificar, a análise ao TOC mantém-se praticamente constante da segunda para a quarta hora de imersão. Esta estabilização significa que as primeiras duas horas de tratamento a que a CA é submetida, para uma concentração de 6% NaOH, parecem ser suficientes para que esta liberte toda a matéria orgânica (incluindo açúcares) indesejável para as produções a realizar. Por este motivo, para as outras concentrações de NaOH estudadas, optou-se por testar a influência deste fator apenas para o período de imersão de duas horas.

4.2.3. Lixiviados provenientes do tratamento de casca, com 3% e 9% de NaOH

Na tabela 4.5, encontram-se representados os resultados dos lixiviados obtidos para um período de imersão de 2h em água, de CA tratada com uma concentração de 3% e 9% de NaOH.

Tabela 4.5 – Valores de TOC obtidos em lixiviados recolhidos durante o tratamento da CA, com 3%, 6% e 9% de NaOH, durante 2h.

Concentração NaOH	TOC (mg(C)/l)	Δ 6%
3%	80,00	- 14%
6%	85,00	-
9%	130,00	+ 53%

Como era expeável, com o aumento da concentração de NaOH, surge conseqüentemente, um aumento no parâmetro em análise. É, no entanto, importante de referir, que com o aumento da concentração de NaOH dos 3% para os 6%, existiu realmente um pequeno aumento no parâmetro

avaliado de cerca de 14%, ao contrário do que se verificou no aumento dos 6% para os 9%, onde o aumento foi de cerca de 53%.

Assim sendo, e tendo por base as análises anteriormente efetuadas, é possível concluir numa primeira fase, que o aumento da concentração de NaOH parece ter um forte impacto na CA. Espera-se que este impacto seja benéfico, pois quanto maior for a quantidade de ceras, óleos superficiais e restante matéria orgânica libertada pela casca, maior e melhor aderência entre as fibras e a matriz cimentícia [21].

4.2.4. Ensaio de tempo de presa

As pastas submetidas ao ensaio de tempo de presa, foram produzidas com lixiviados provenientes da imersão de casca, após esta ter sido tratada e neutralizada. Importa relembrar, que casca utilizada para a obtenção destes lixiviados, pertence à 1ª e 2ª campanha experimental, ou seja, casca sem tratamento, apenas imersa em água, e tratada com 6% de NaOH durante períodos de 1h, 2h e 4h, respetivamente. Neste contexto, e de modo a facilitar a análise dos resultados, encontram-se apresentados na tabela 4.6 os tempos de início e fim de presa obtidos, em função do lixiviado utilizado na produção da pasta.

Tabela 4.6 - Resultados obtidos após a realização do ensaio de tempo de presa.

Lixiviado	Razão a/c	Início de presa	Fim de presa	Δt Início e fim
TP_Ref_2h	0,314	2h 20min	3h 45min	1h 25min
TP_6%_1h	0,312	2h 20min	3h 30min	1h 10min
TP_6%_2h	0,315	2h 30min	3h 45min	1h 15min
TP_6%_4h	0,313	2h 15min	3h 30min	1h 15min

Através da análise dos valores apresentados, é possível concluir que as diferenças verificadas não são significativas, não se verificando sequer nenhuma tendência clara de influência do tratamento no tempo de presa. Assim, considera-se que estas diferenças se devem à variabilidade característica do trabalho experimental. Interessa apenas recordar, que a razão pela qual as misturas apresentam um a/c diferente, relaciona-se com o facto de que para cada uma das misturas apresentadas, aquela foi a razão água cimento que permitiu que se atingisse a consistência normalizada, recomendada pela norma [37]. Desta forma, verifica-se que o presente ensaio, não permite perceber eventuais impactos dos tratamentos no tempo de presa, sugerindo que as substâncias libertadas pela casca não terão impacto significativo na cinética das reações de hidratação do cimento.

4.3. Compósitos cimentícios

4.3.1. Caracterização das misturas no estado fresco

A avaliação dos resultados obtidos para os compostos cimentícios, inicia-se com a exposição e análise dos valores registados em estado fresco, para as pastas e argamassas produzidas aos longos das três campanhas experimentais. Os ensaios realizados em estado fresco detêm uma importância considerável, uma vez que numa fase primordial, permitem obter conclusões à cerca da trabalhabilidade das misturas e de certa forma nas argamassas, servem de indicativo à cerca da influência que os diferentes modos de tratamento têm na CA.

Como referido no subcapítulo 3.5, e apenas para reforçar, os ensaios realizados em estado fresco para todas as pastas produzidas foram o ensaio de massa volúmica e o de espalhamento, contrariamente às argamassas, para as quais apenas se realizou o primeiro ensaio anteriormente enunciado, devido à falta de fluidez que estas apresentavam.

Deste modo, encontram-se representados na tabela 4.7 e 4.8 respetivamente, as razões a/c utilizadas bem como a média dos resultados dos ensaios em estado fresco registados, para as pastas e argamassas produzidas. Os resultados individuais encontram-se representados em anexo A3.

Tabela 4.7 - Resultados obtidos de massa volúmica e espalhamento em estado fresco, e respetivas razões a/c para as pastas produzidas.

Mistura	Razão a/c	Massa volúmica (g/cm ³)	Espalhamento (cm)
P_Ref_2h – Camp. 1	0,3	2,10	22,35
P_6%_1h – Camp. 2	0,3	2,12	22,10
P_6%_2h – Camp. 2	0,3	2,11	22,00
P_6%_4h – Camp. 2	0,3	2,12	21,90
P_3%_2h – Camp. 3	0,3	2,11	22,25
P_9%_2h – Camp. 3	0,3	2,10	21,80

No que se relaciona com os resultados apresentados na tabela 4.7, não existe nenhuma tendência que permita retirar alguma conclusão dos ensaios realizados. Ainda assim e através dos valores obtidos no ensaio de espalhamento, é possível verificar que independentemente dos lixiviados que compõe as pastas, as misturas revelam apresentar uma trabalhabilidade idêntica.

Através da análise da tabela 4.8, verifica-se um aumento de massa volúmica da mistura produzida na 1ª campanha experimental, A_Ref_2h, para as restantes misturas produzidas. Seria importante de voltar a recordar, que a CA que compõe as misturas produzidas na 2ª e 3ª campanha experimental, foi submetida a um pré-tratamento alcalino, contrariamente à que foi aplicada na mistura de referência, que não sofreu qualquer tipo de tratamento, tendo sido apenas imersa em água. É

também verificável, que com o aumento de concentração de NaOH e do período de tratamento, a massa volúmica tem tendência a aumentar. Este fenómeno demonstra que para um mesmo volume, foi possível depositar uma maior quantidade de casca e conseqüentemente de pasta, o que significa que houve um decréscimo na quantidade de vazios existentes e uma diminuição da porosidade.

Tabela 4.8 - Resultados obtidos de massa volúmica em estado fresco, e respetivas razões a/c para as argamassas produzidas.

Mistura	Razão a/c	Massa volúmica (g/cm³)
A_Ref_2h – Camp. 1	0,6	0,87
A_6%_1h – Camp. 2	0,6	0,90
A_6%_2h - Camp. 2	0,6	1,28
A_6%_4h - Camp. 2	0,6	1,39
A_3%_2h - Camp. 3	0,6	1,15
A_9%_2h - Camp. 3	0,6	1,66

Adicionalmente, o aumento expectável da densidade das partículas de CA após tratamento, também deverá contribuir para este aumento de massa volúmica. Estes resultados vêm confirmar, os efeitos que o tratamento de alcalinização tem na CA, considerados nos subcapítulos 4.1.1 e 4.1.2 da presente dissertação.

4.3.2. Influência do tratamento em pastas com 28 dias

Com a produção de pastas compostas por lixiviados provenientes de uma imersão de 2h da casca após ter sido submetida aos diversos tratamentos, pretendia-se avaliar a influência que açúcares e restante matéria orgânica libertada pela CA ao longo desse período tinham, no processo de endurecimento do cimento. Neste contexto, e de forma a avaliar tal influência, inicia-se a exposição dos resultados obtidos em estado endurecido aos 28 dias, para as pastas produzidas ao longo das três campanhas experimentais.

4.3.2.1 Resultados de resistência à flexão e compressão

Os primeiros ensaios em estado endurecido a serem aplicados às pastas produzidas foram os de resistência mecânica. Uma vez que tanto nos ensaios em estado fresco como no ensaio de tempo de presa, não foi possível identificar qualquer tendência ou influência do tratamento, resta avaliar as resistências à flexão e compressão dos compósitos produzidos, de modo a procurar que se obtenham conclusões interessantes do ponto de vista científico e que sejam benéficas para o presente estudo.

Assim sendo, encontram-se representados nas figuras 4.2 e 4.4 respetivamente, a média dos resultados obtidos aos 28 dias de resistência à flexão e compressão, bem como os respetivos desvios

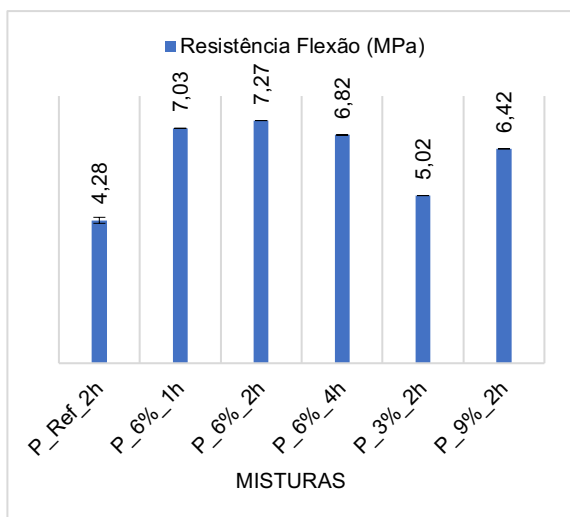


Figura 4.3 - Resultados de resistência à flexão aos 28 dias obtidos em pastas.

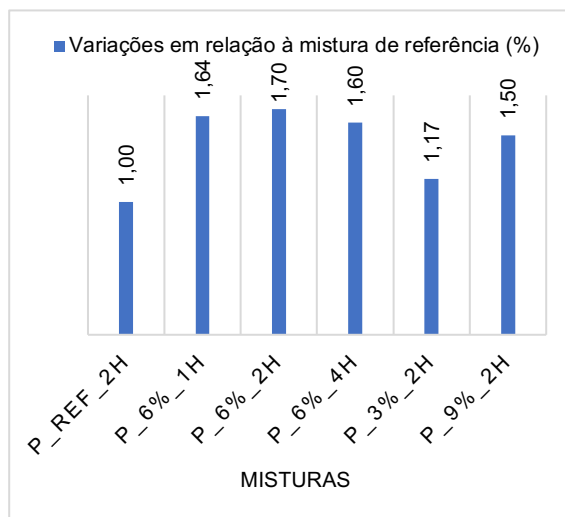


Figura 4.2 - Variações da resistência à flexão, em função da pasta de referência.

padrões, identificados através das barras de erro. Apresentam-se ainda nas figuras 4.3 e 4.5 respetivamente, as variações de resistências à flexão e compressão registadas, em função dos resultados obtidos para a pasta de referência. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A4.

Através da exposição dos resultados obtidos à flexão e presentes na figura 4.2, é verificável que os lixiviados utilizados na produção das pastas em análise, proveniente dos diversos tratamentos da CA, tem uma influência considerável nos resultados alcançados. Ao se analisar as resistências obtidas, e com auxílio da figura 4.3, é possível concluir que mesmo para uma concentração reduzida de NaOH, como por exemplo 3%, registaram-se acréscimos na ordem dos 17%. Este resultado permite concluir, que independentemente da concentração de NaOH considerada, a utilização de lixiviados na produção das pastas, resultantes do tratamento da casca, permite que se atinjam resultados mais benéficos e resistências à flexão superiores.

Realizando agora uma análise mais pormenorizada, e ao se observar os resultados obtidos no subcapítulo 4.2.2, pode-se comprovar que foi para o período de 2h que se registou o valor mais elevado da análise efetuada ao TOC. Isto significa, que os lixiviados utilizados na produção da mistura P_6%_2h são, comparativamente com os lixiviados utilizados nas misturas P_6%_1h e P_6%_4h, os que possuem menos açúcares e matéria orgânica. Como era expeável, e uma vez que o TOC é um indicador da presença de contaminantes que podem retardar o ganho de presa do cimento e consequentemente, comprometer o seu incremento de resistência, registou-se para a mistura P_6%_2h, ganhos de cerca de 70%, tal como se encontra representado na figura 4.3.

Por último e seguindo a mesma lógica de pensamento, ao se consultar o subcapítulo 4.2.3, verifica-se que foi para o lixiviado utilizado na mistura P_9%_2h, que se registou o valor da análise ao TOC mais elevado, em comparação com todos os outros obtidos nas diversas análises químicas efetuadas. Neste contexto e pelas razões anteriormente descritas, era esperado que para mistura P_9%_2h se atingissem resistências superiores a qualquer outra mistura produzida. Contudo, tal não

se verificou, e os resultados obtidos para esta mistura parecem corroborar todas as teorias até ao momento consideradas. No entanto, e como existe um erro associado a todos os trabalhos experimentais, considerou-se que este é um resultado anómalo, podendo ter resultado de alguma falha no processo de produção da mistura.

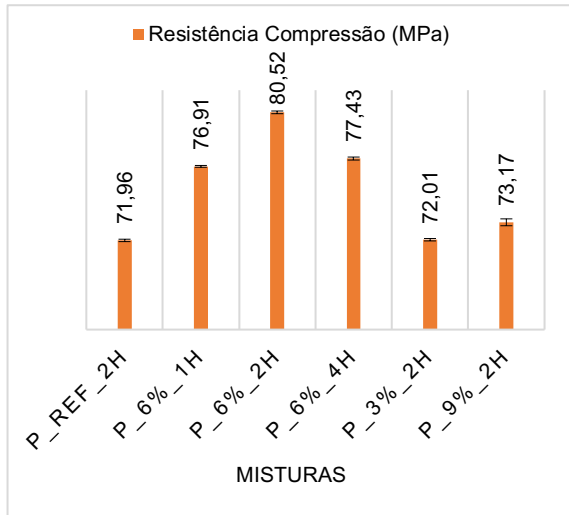


Figura 4.5 - Resultados de resistências à compressão aos 28 dias obtidos em pastas.

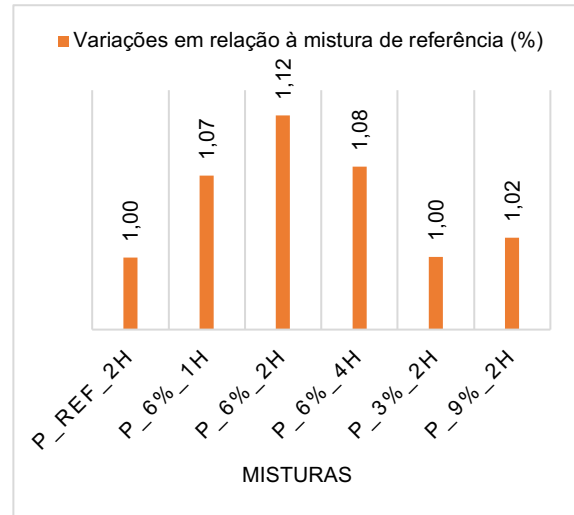


Figura 4.4 - Variações da resistência à compressão, em função da pasta de referência.

Os resultados de resistência à compressão obtidos para as pastas representadas na figura 4.4, mantêm a mesma tendência, que os resultados obtidos à flexão. No entanto, o tratamento tem uma influência consideravelmente superior à flexão do que à compressão, uma vez que como se pode verificar através da figura 4.5, o acréscimo máximo de resistência registado e para a mistura P_6%_2h, foi de aproximadamente 12%.

Para concluir, os resultados obtidos revelam, que o facto dos lixiviados utilizados na produção da P_Ref_2h, deterem uma maior quantidade de matéria orgânica indesejada na sua constituição, fez com que se registassem os valores mais baixos de resistência tanto à flexão como à compressão. Em suma e através dos ensaios mecânicos realizados, foi possível aferir a influência positiva que o tratamento com NaOH tem indiretamente, nos lixiviados que compões a maioria das pastas produzidas.

4.3.2.2 Resultados do ensaio de porosidade aberta

O ensaio de porosidade aberta foi realizado com objetivo, de avaliar a quantidade de vazios existentes nas pastas produzidas. Antes de serem revelados os resultados, deve-se ter em consideração, que quanto maior for a quantidade de vazios existentes, conseqüentemente menor serão as resistências atingidas. Neste contexto, encontram-se seguidamente apresentados nas figuras 4.6 e 4.7 respetivamente, a média dos resultados obtidos aos 28 dias no ensaio de porosidade aberta bem como as variações registadas em função dos resultados obtidos para a pasta de referência. Na figura 4.6, encontram-se ainda representadas as barras de erros, referentes aos desvios padrões obtidos. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A5.

Tendo por base o conteúdo apresentado na figura 4.6, é possível concluir que as misturas que apresentam um grau de porosidade superior e inferior, são as que revelaram possuir menor e maior resistência, respetivamente. Voltando a analisar as figuras 4.2 e 4.4, conclui-se que tanto à flexão como à compressão, a mistura produzida na primeira campanha experimental, P_Ref_2h, revelou ser a menos resistente, o que justifica o facto de apresentar um grau de porosidade superior, 32%, e consequentemente um maior número de vazios.

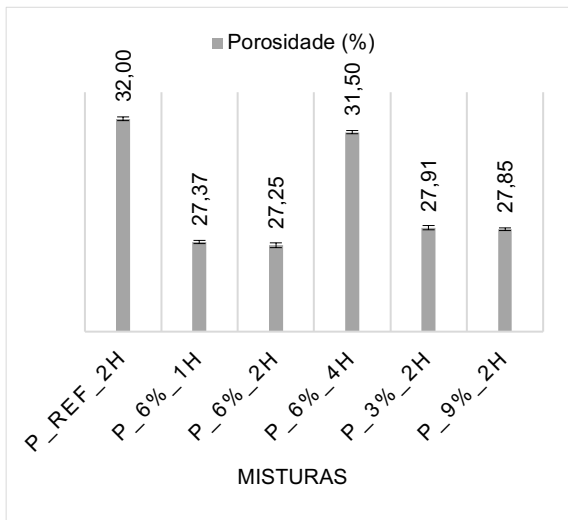


Figura 4.7 - Resultados de porosidade aberta aos 28 dias obtidos em pastas.

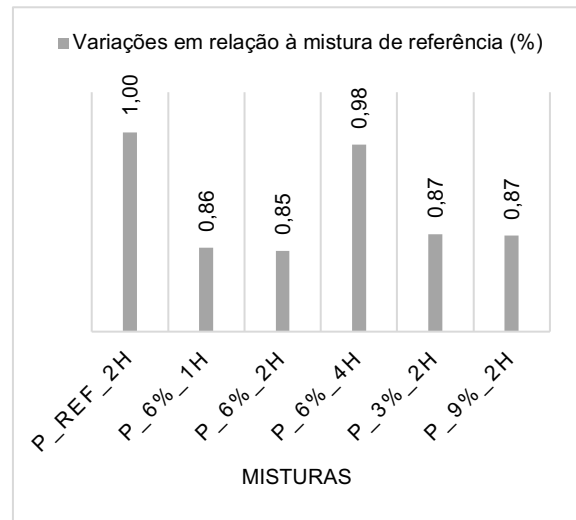


Figura 4.6 - Variações da porosidade aberta, em função da pasta de referência

Por outro lado, e fazendo o mesmo tipo de análise, conclui-se que a mistura P_6%_2h, que na figura 4.6 apresenta o menor valor de porosidade, revelou ser a mistura ideal, uma vez que foi para a qual se obteve os maiores níveis de resistência. Todas as outras misturas seguem este mesmo padrão, com exceção da mistura P_6%_4h, que apresenta um valor completamente desadequado e para o qual não há justificação. No entanto, nenhum resultado deve ser descartado, pois todos os trabalhos experimentais têm um erro associado. Assim sendo, o resultado é apresentado, mas não foi tido em consideração neste estudo, uma vez que se considera ser um valor anómalo, resultado de um erro dos aparelhos utilizados ou até mesmo do operador. Através da figura 4.7 é possível concluir, que os decréscimos de porosidade registados em relação à mistura de referência, variam entre os 13% e os 15%, uma vez que como já foi explicado, o resultado obtido para a pasta P_6%_4h, não deve ser considerado.

Após a análise destes resultados, torna-se claro que a resistência e a porosidade variam de forma inversa, ou seja, se um dos parâmetros aumenta ou tem necessariamente de diminuir. Por último, desenvolveu-se um gráfico, apresentado na figura 4.8, onde se encontram sintetizadas todas estas conclusões e onde se relacionam os dois parâmetros estudados, resistências mecânicas e porosidades. Por opção, considerou-se apenas para esta análise as resistências obtidas à compressão.

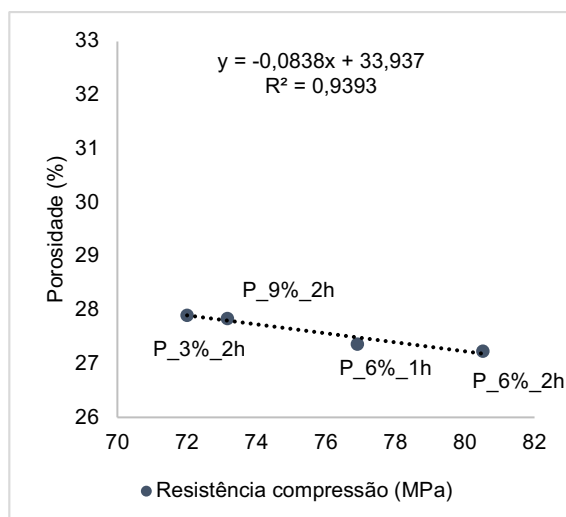


Figura 4.8 - Variação da resistência à compressão aos 28 dias em função das porosidades aos 28 dias, registados em pastas.

A linha de tendência ilustrada na figura 4.8, tem como equação e coeficiente correlação respetivamente, $y = -0,0838x + 33,937$ e ($R^2 = 0,9393$). O seu traçado, teve por base os resultados obtidos nas pastas produzidas com lixiviados provenientes do tratamento da CA com NaOH ao longo das três campanhas experimentais, com exceção da P_6%_4h, uma vez que pelas razões anteriormente explicitadas, não apresentam qualquer tendência. Através da análise da figura 4.8, é perceptível que a resistência e a porosidade variam inversamente, uma vez que quando a resistência tem tendência a aumentar, a porosidade tende a diminuir. Seria ainda importante de referir, que a única mistura que não segue esta tendência é a P_6%_4h, uma vez que como se explicou anteriormente, esta apresentou um valor anómalo de porosidade.

4.3.2.3 Resultados do ensaio SEM

Como referido no subcapítulo 3.4.2.6, realizou-se o ensaio SEM para três amostras de pastas. Importa recordar que as amostras utilizadas foram cortadas de provetes já ensaiados. Começando por analisar as imagens captadas às escalas de 80x e 300x, representadas na figura 4.9, não se consegue verificar qualquer diferença entre as várias pastas apresentadas. Com o aumento de escala para as 1000x, é possível identificar lamelas de hidróxido de cálcio, desenvolvidas ao longo do processo de hidratação do cimento, identificadas a vermelho nas respetivas imagens. No entanto, importa lembrar, que o principal objetivo da submissão das pastas ao ensaio SEM, seria para procurar identificar diferenças na mistura cimentícia, em função do tipo de lixiviado utilizado. No entanto e como é visível, tal não foi possível, uma vez que as misturas revelam apresentar uma compacidade considerável, impossibilitando que se verifiquem alterações evidentes, independentemente do lixiviado utilizado na sua produção. Neste contexto, o ensaio não foi conclusivo.

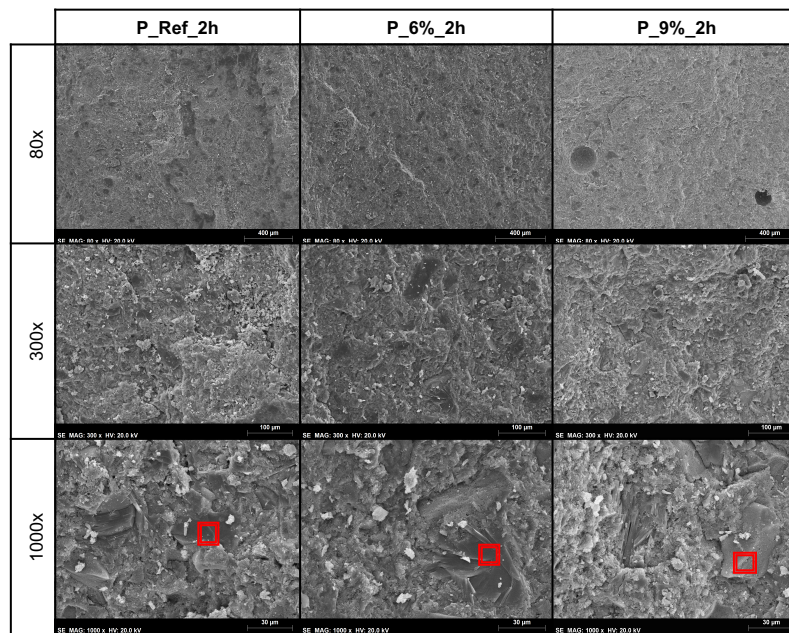


Figura 4.9 - Imagens captadas durante a realização do ensaio SEM em pastas.

4.3.3. Influência do tratamento em argamassas com 28 dias

Como foi explicado em capítulos anteriores, as argamassas em estudo são compostas por CA, água e cimento, numa razão de 0,6 (a/c) e de 5,05 (cim/CA). Visto que os lixiviados provenientes da imersão da casca, após esta ter sido submetida aos diversos tratamentos de alcalinização, potenciam o desempenho das pastas produzidas, resta assim avaliar qual a influência que este mesmo tratamento tem quando a CA é adicionada à mistura. Assim sendo, e uma vez que para as argamassas se realizaram mais alguns ensaios, iniciar-se-á esta análise, com a exposição dos resultados obtidos, nos ensaios de resistência mecânica realizados.

4.3.3.1 Resultados de resistência à flexão e compressão

Tendo por base os resultados obtidos nos ensaios de caracterização da CA, expostos no capítulo 4.1 da presente dissertação, é evidente que o tratamento de alcalinização produz determinados efeitos quando aplicado à CA. No entanto, a única possibilidade de quantificar e clarificar esses efeitos, é através da submissão das argamassas produzidas, a ensaios de carácter mecânico. Antes de ser realizada qualquer análise, é de referir que se verificou uma quebra em ambas as resistências na passagem das pastas para as argamassas, quebra esta que se considera estar associada à introdução da CA. Neste contexto, encontram-se seguidamente apresentadas nas figuras 4.10 e 4.11 respetivamente, um exemplo das pastas e argamassas produzidas, de modo a evidenciar estas diferenças.

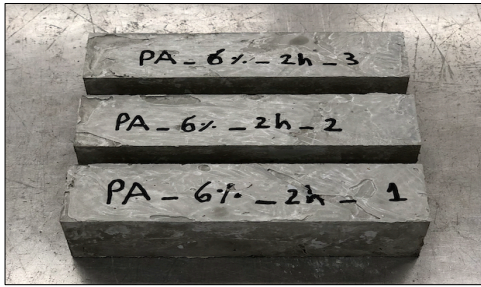


Figura 4.11 - Amostra de pastas referentes à mistura P_6%_2h.



Figura 4.10 - Amostra de argamassas referentes à mistura A_6%_2h.

Seguindo o mesmo raciocínio que foi adotado para avaliar as pastas anteriormente apresentadas, encontram-se representados nas figuras 4.12 e 4.14 respetivamente, a média dos resultados obtidos aos 28 dias de resistência à flexão e compressão para as argamassas produzidas, bem como os respetivos desvios padrões, identificados através das barras de erro. Apresentam-se ainda nas figuras 4.13 e 4.15 respetivamente, as variações de resistências à flexão e compressão registadas, em função dos resultados obtidos para a argamassa de referência. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A6.

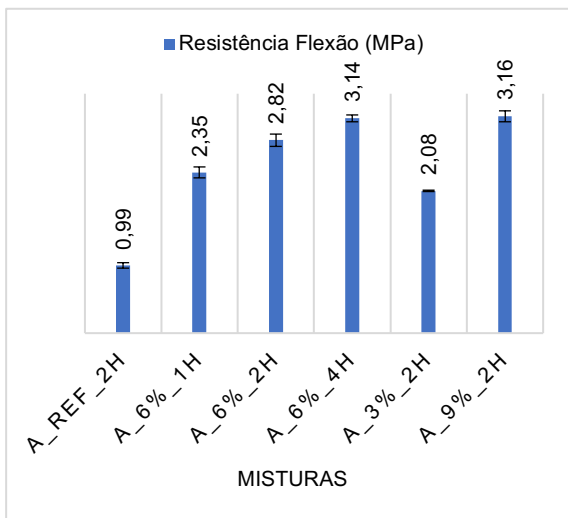


Figura 4.12 - Resultados de resistências à flexão aos 28 dias obtidos em argamassas.

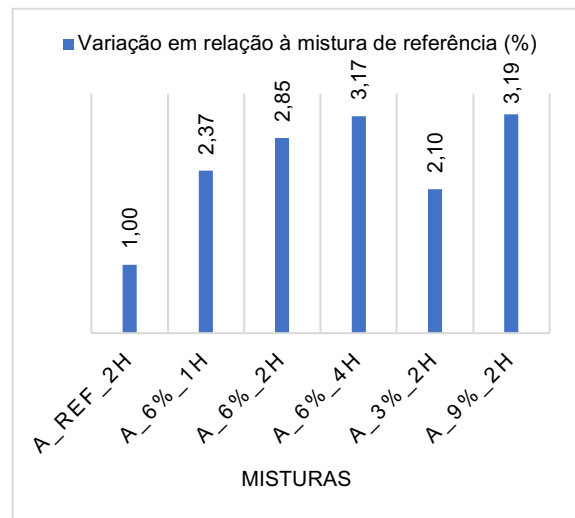


Figura 4.13 - Variações da resistência à flexão, em função da argamassa de referência.

Começando por analisar os resultados apresentados nas figuras 4.12 e 4.13, é possível verificar que tal como para as pastas, se registou um aumento no parâmetro avaliado para todas as argamassas, em comparação com o valor obtido para a mistura de referência, A_Ref_2h. Outra conclusão que se pode retirar e que vem a confirmar os pressupostos considerados nos subcapítulos 4.1.1 e 4.3.1, é que o aumento da concentração de NaOH e do período de tratamento, é bastante benéfico para a CA, uma vez que foi para as misturas, A_6%_4h e A_9%_2h, que se registaram as resistências mais elevadas.

Por último, resta quantificar os ganhos alcançados, representados na figura 4.13. Para mistura composta por CA tratada com apenas 3% de NaOH, A_3%_2h, registou-se um acréscimo de cerca de 110%. Quanto às misturas A_6%_4h e A_9%_2h, que tendencialmente seriam as mais resistentes, os ganhos alcançados foram bastante satisfatórios, registando-se acréscimos na ordem dos 220%.

A tendência dos resultados obtidos à compressão, mantém-se exatamente a mesma que a verificada anteriormente nas pastas. No entanto, e a única diferença que deve ser realçada, é que nos resultados apresentados na figura 4.14, existe um claro destaque para a mistura A_9%_2h, uma vez que foi para a qual que se obteve o valor de resistência mais elevado, distanciando-se das restantes misturas.

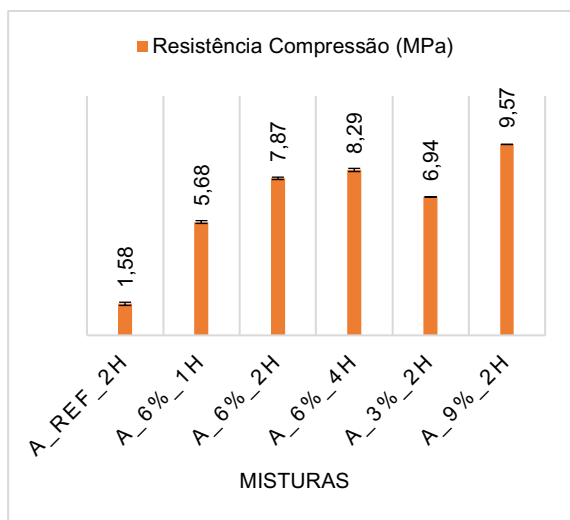


Figura 4.14 - Resultados de resistências à compressão aos 28 dias obtidos em argamassas.

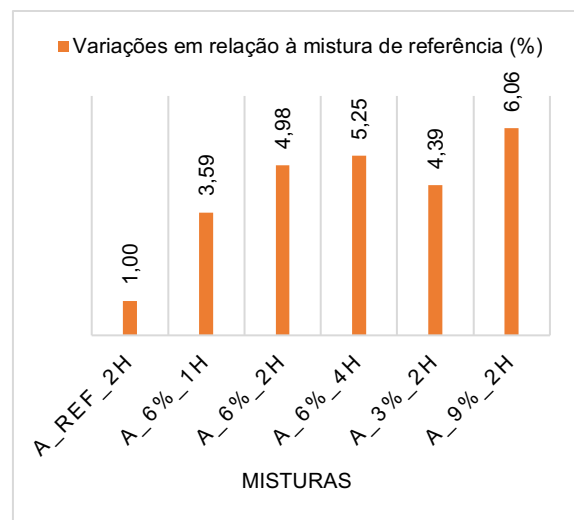


Figura 4.15 - Variações da resistência à compressão, em função da argamassa de referência.

Outro fator que deve ser referido, é que a influência do tratamento de alcalinização na CA, independentemente da concentração de NaOH utilizada, é mais evidente à compressão que à flexão, contrariamente ao que se verificou para as pastas. Esta conclusão baseia-se nos acréscimos de resistência registados e representados na figura 4.15, uma vez que por exemplo, para a mistura A_6%_1h, para a qual se obteve a resistência inferior, se registou um aumento de cerca de 260%. Contudo, há que salientar a última mistura produzida, A_9%_2h, para a qual se registou um impressionante aumento de aproximadamente 506%, o que se traduz em ganhos de 9 MPa. No geral, os resultados obtidos vêm a confirmar os conceitos teóricos abordados no capítulo 2. Através da análise das resistências obtidas, torna-se evidente, que a aplicação do tratamento em estudo, bem como o progressivo aumento da concentração de NaOH, permite que se atinjam melhorias na interação mecânica entre a CA e a matriz cimentícia, contribuindo para uma melhor ligação interfacial [21].

4.3.3.2 Resultados do ensaio de porosidade aberta

Tal como para as pastas, o ensaio de porosidade foi realizado, de forma a determinar a quantidade de vazios existentes nas argamassas produzidas. Assim sendo, encontram-se

apresentados na figura 4.16, a média dos resultados obtidos aos 28 dias no ensaio de porosidade aberta, tal como os respetivos desvios padrões, para as argamassas produzidas ao longo das três campanhas experimentais. Tal como realizado para as outras análises, encontram-se também apresentadas na figura 4.17, as variações de porosidade registadas em função dos resultados obtidos para a argamassa de referência. É ainda importante de referir, que os resultados individuais se encontram expostos no anexo A7.

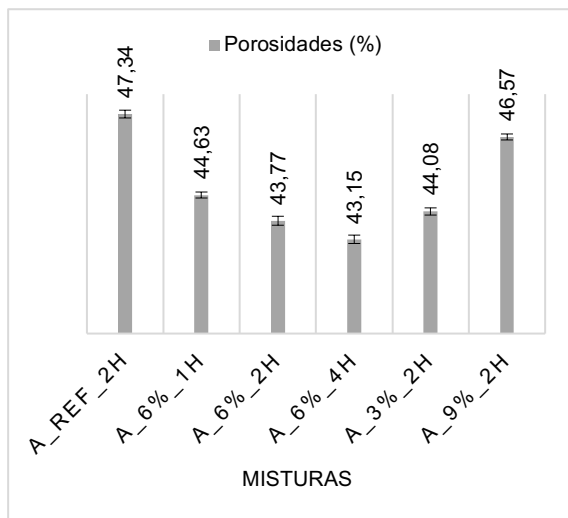


Figura 4.16 - Resultados de porosidade aberta aos 28 dias obtidos em argamassas.

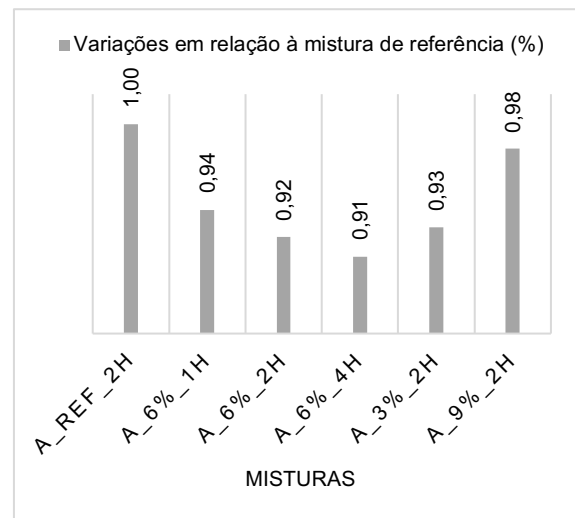


Figura 4.17 - Variações da porosidade, em função da argamassa de referência

Os resultados anteriormente apresentados, vêm a confirmar as conclusões presentes no final do subcapítulo 4.3.2.2, referente ao ensaio de porosidade aplicado às pastas produzidas. Através da análise da figura 4.16, é notório que foi para a mistura A_Ref_2h, que se registou o valor de porosidade mais elevado. Voltando a analisar as figuras 4.12 e 4.14, e uma vez que as resistências e a porosidade variam inversamente, foi precisamente para a mistura em análise que se registaram as resistências mais baixas. Ao se realizar o mesmo tipo de análise para as restantes argamassas produzidas, todas mantêm esta mesma relação, com exceção da mistura A_9%_2h. No entanto, a explicação que justifica a razão pela qual, a mistura que apresenta maior resistência ser invulgarmente uma das que possui maior porosidade, será facultada posteriormente no subcapítulo 4.3.4.2 e 4.3.4.3, onde já existem mais informações e resultados que o possam justificar. Neste contexto, e sem muito mais a acrescentar, serão seguidamente apresentados, os resultados obtidos no ensaio de ultrassons.

4.3.3.3 Resultados do ensaio de ultrassons

Como explicado no subcapítulo 3.4.2.4, o ensaio é realizado através da emissão de uma onda ultrassónica, que após se propagar ao longo da amostra ensaiada, gera a sua velocidade de propagação. Como é expetável, esta velocidade depende das características das amostras e consequentemente das misturas que as compõe. Assim sendo, e de modo a relacionar este ensaio com os anteriormente apresentados, procurou-se estabelecer uma relação entres as velocidades de propagação obtidas e a densidade das amostras ensaiadas, que de certa forma varia com a massa volúmica e consequentemente com o aumento ou diminuição do grau de porosidade. Neste contexto,

apresentam-se seguidamente nas figuras 4.18 e 4.19 respetivamente, os resultados obtidos no ensaio de ultrassons realizado aos 28 dias, bem como o modo que estes variam em função das massas volúmicas obtidas em estado fresco para cada uma das misturas avaliadas. É importante de referir, que para o traçado da reta apresentada na figura 4.19, se consideraram novamente apenas, as argamassas compostas por CA tratada. Na figura 4.18 encontram-se ainda representados através das barras de erro, os respetivos desvios padrões. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A8.

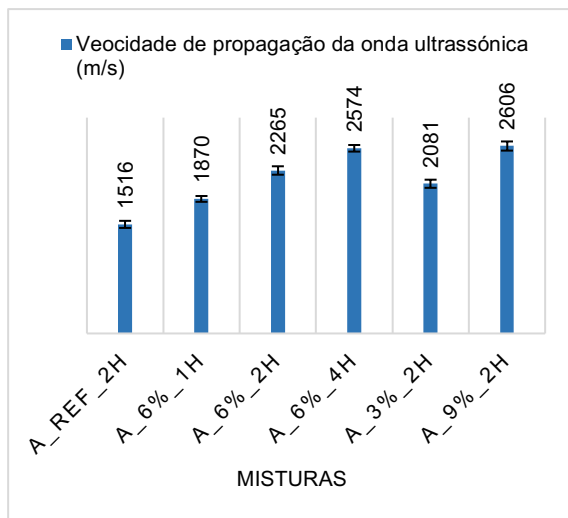


Figura 4.18 - Resultados de ultrassons aos 28 dias obtidos em argamassas.

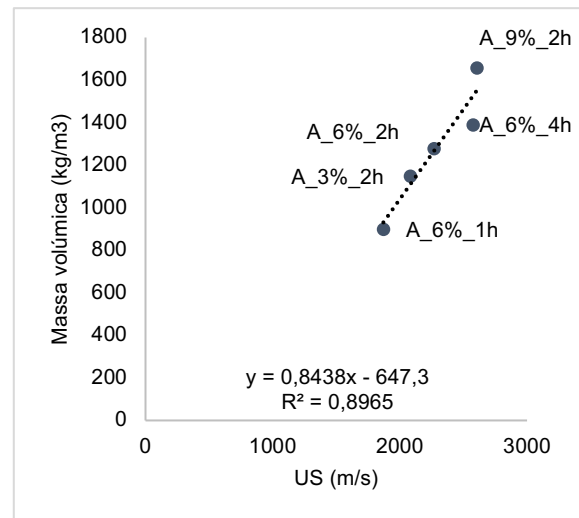


Figura 4.19 - Variação da velocidade de propagação das ondas ultrassónicas aos 28 dias em função das massas volúmicas em estado fresco, registadas em argamassas.

A primeira conclusão a extrair dos resultados apresentados na figura 4.18, é que a velocidade de propagação da onda ultrassónica tem tendência a aumentar com a intensidade do tratamento. Relacionando estes resultados com os de porosidade, o fenómeno verificado é aceitável, uma vez que se verifica, que as misturas que apresentam maior nível de porosidade consequentemente apresentam uma menor velocidade de propagação da onda ultrassónica, com exceção da mistura A_9%_2h, que tal relação não se aplica. Estes resultados vêm novamente confirmar que o aumento de concentração de NaOH é benéfico tanto para a CA como para as misturas produzidas, uma vez que quanto melhor for a ligação interfacial casca-pasta, mais compactas e menor porosas são as argamassas, o que consequentemente resulta em resultados de ultrassons superiores.

Antes de ser realizada qualquer outra análise, é importante de referir que esta é a equação e o coeficiente correlação respetivamente, $y = 0,8438x - 647,3$ e ($R^2 = 0,8965$), correspondentes à linha de tendência representada na figura 4.19. A dispersão apresentada nesta mesma figura, revela que o aumento da massa volúmica, ainda que em estado fresco, resulta num aumento da velocidade de propagação das ondas ultrassónicas, obtidas ao longo da realização do ensaio de ultrassons. Neste contexto, foi para as amostras que compõem a última mistura da terceira campanha experimental, A_9%_2h, que se registou o valor mais elevado no ensaio de ultrassons e consequentemente o valor de massa volúmica superior. Por último, seria ainda importante de voltar a reforçar, que a massa

volúmica em estado fresco aumenta com a concentração de NaOH. Este fenómeno pode ser justificado, pelo aumento da densidade da casca tratada, devido a absorver de iões Na^+ , ao longo do tratamento de alcalino que lhe é aplicado. Em suma e como explicado no início do presente subcapítulo, quanto maior for a densidade e quão mais compactas forem as amostras ensaiadas, mais elevados serão os resultados no ensaio de ultrassons.

4.3.3.4 Resultados do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico

Outro ensaio realizado a todas as argamassas produzidas ao longo das três campanhas experimentais, foi o ensaio de módulo de elasticidade dinâmico (MED). Este ensaio, permite obter informações à cerca da rigidez e da elasticidade das argamassas ensaiadas, que de certa forma dependem da porosidade dos agregados utilizados e da qualidade da sua ligação com a matriz cimentícia. Os resultados obtidos neste ensaio, permitiram relacioná-los com outros obtidos em ensaios anteriormente apresentados, como é o caso dos resultados registados após a realização dos ensaios de resistência mecânicas e de porosidades. Neste contexto e numa primeira análise, encontram-se representados nas figuras 4.20 e 4.21, as médias dos resultados obtidos no ensaio de MED para cada mistura e respetivos desvios padrões, bem como o modo como estes resultados se relacionam com os de porosidade, previamente obtidos. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A9.

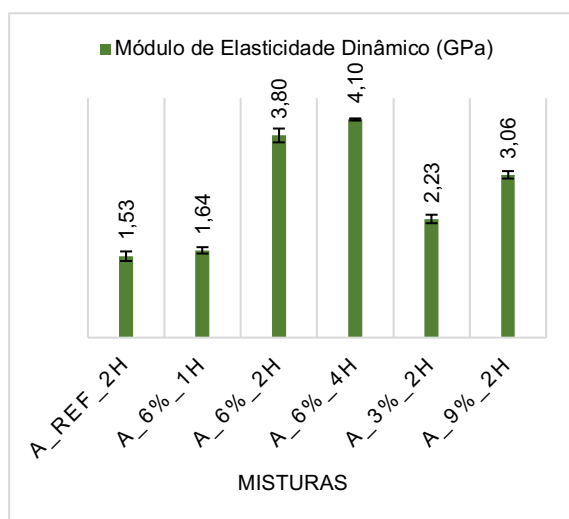


Figura 4.20 - Resultados do MED aos 28 dias obtidos em argamassas.

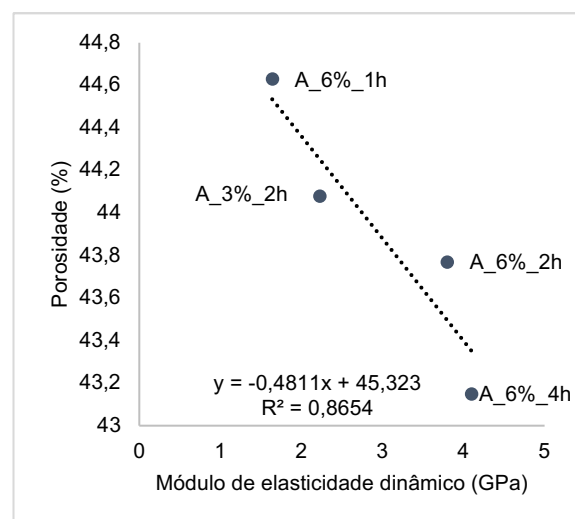


Figura 4.21 – Variação do módulo de elasticidade dinâmico aos 28 dias em função das porosidades, registadas em argamassas.

Numa primeira abordagem, está claro que o ensaio em análise depende da porosidade das argamassas, uma vez que como se pode comprovar através da figura 4.21, estes dois parâmetros variam inversamente. Analisando agora a figura 4.20, foi para a mistura A_6%_4h que se registou o valor mais elevado de MED, o que faz sentido, uma vez que foi para esta mesma mistura que se verificou o menor número de poros e conseqüentemente, o menor valor de porosidade. Os resultados das restantes misturas, relacionam-se da mesma forma com os resultados obtidos no ensaio de porosidade, com exceção da mistura A_9%_2h, que como já se referiu, apresenta características

distintas de todas as outras argamassas produzidas, como se irá verificar posteriormente ao longo do capítulo. Esta é a principal razão, que justifica o facto da mistura A_9%_2h ser a única argamassa alvo de tratamento, que não se aproxima da linha de tendência apresentada, e como tal não foi apresentada. Neste contexto, é de referir que a equação e o coeficiente de correlação referentes a essa linha de tendência são respetivamente, $y = -0,4811x + 45,323$ ($R^2 = 0,8654$).

Outra conclusão que se pode retirar do ensaio realizado, é que se o MED varia inversamente com a porosidade aberta, significa que varia diretamente com as resistências mecânicas. Deste modo e de forma a facilitar a interpretação da conclusão anteriormente apresentada, encontra-se representado na figura 4.22, um gráfico que permite relacionar os resultados obtidos no ensaio de MED com os resultados de resistência à compressão anteriormente determinados. Mais uma vez, apenas se teve em consideração as argamassas compostas por CA tratada, com exclusão novamente da A_9%_2h. Antes de se realizar qualquer análise aos resultados apresentados, seria importante de frisar, que tal como se encontra apresentado na figura 4.22, a equação e o coeficiente de correlação correspondentes à linha de tendência traçada são respetivamente, $y = 0,935x + 4,4437$ e ($R^2 = 0,9319$).

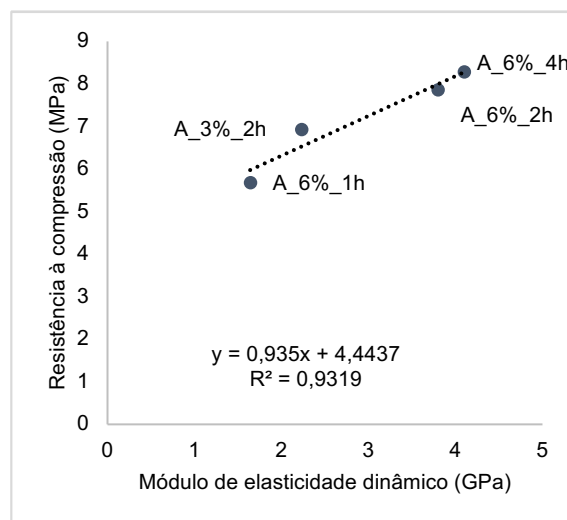


Figura 4.22 - Variação do módulo de elasticidade dinâmico aos 28 dias em função das resistências à compressão, registadas em argamassas.

Ao se consultar a figura 4.22, e excluindo novamente a argamassa composta por CA tratada com 9% de NaOH, torna-se claro que existe uma tendência, que quanto maior for a resistência à compressão, conseqüentemente maior será o MED. Através dos resultados apresentados nesta mesma figura, é novamente possível de concluir, que o aumento da concentração NaOH, produz um aumento de rigidez nos compósitos produzidos, resultado das alterações verificadas na casca e da melhoria da ligação casca-pasta, contribuindo positivamente para o MED.

4.3.3.5 Resultados do ensaio SEM para as argamassas

Para a realização do ensaio SEM às argamassas, considerou-se apenas a mistura A_6%_2h, uma vez que se considera ser a mistura mais equilibrada. A realização do presente ensaio, tinha como principal objetivo avaliar a interface casca-pasta, de forma a analisar o modo como a CA interage com a matriz cimentícia. Neste contexto, encontram-se apresentadas na figura 4.23, as imagens captadas ao longo do ensaio, para as diferentes escalas utilizadas.

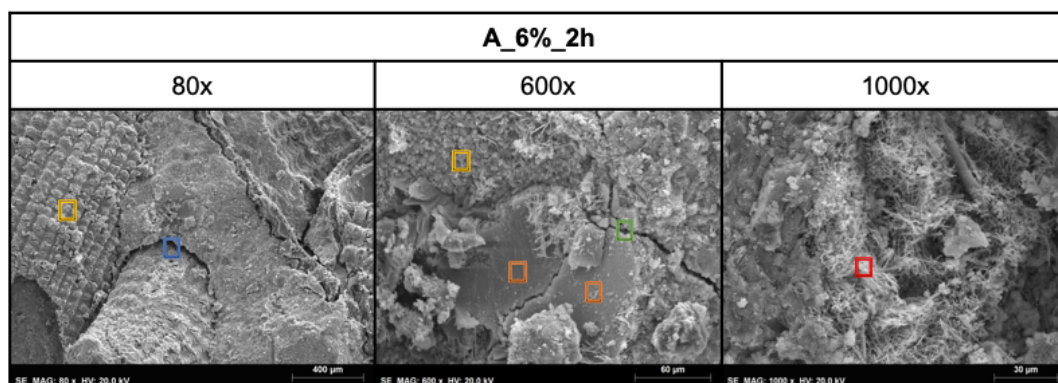


Figura 4.23 - Imagens captadas ao longo do ensaio SEM, para a amostra de argamassa avaliada.

Começando por analisar a imagem captada a uma escala de 80x, encontra-se representado a amarelo a CA e azul a interface casca-pasta. Através desta primeira imagem, é possível visualizar que as argamassas apresentam uma estrutura cavernosa, retratando o modo como a CA se envolve com mistura cimentícia. Na segunda imagem, captada a 600x, encontra-se novamente representada a CA a amarelo, sendo que a verde se observa micro-fissuração da matriz cimentícia devido à sua retração. Ainda na mesma imagem, e tal como se verificou para as pastas, encontram-se presentes lamelas de hidróxido de cálcio, representadas a laranja. Por último, e derivado do aumento da escala para 1000x, surge o aparecimento de algumas agulhas de etringite, representadas a vermelho, desenvolvidas no início do processo de hidratação do cimento.

4.3.4. Influência ao longo do tempo

Conhecidas as principais influências, que o tratamento de alcalinização produz tanta na CA como na própria mistura cimentícia, interessa agora analisar o seu efeito ao longo do tempo. Para tal, irão ser apresentados alguns resultados dos ensaios realizados ao longo das idades previamente estabelecidas, de modo a estudar de que forma os compósitos produzidos evoluem com o tempo.

4.3.4.1 Resultados das resistências mecânicas obtidos aos 7 dias para as pastas

É no presente subcapítulo que serão apresentados os resultados das resistências mecânicas obtidas aos 7 dias, para as pastas produzidas ao longo das três campanhas experimentais. Neste contexto, encontram-se representados nas figuras 4.24 e 4.25 respetivamente, as resistências à flexão alcançadas para a idade avaliada, bem como as variações de resistência registadas para cada uma

das misturas, na passagem dos 7 para os 28 dias, de forma a evidenciar o modo como estas evoluem com o tempo. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A10.

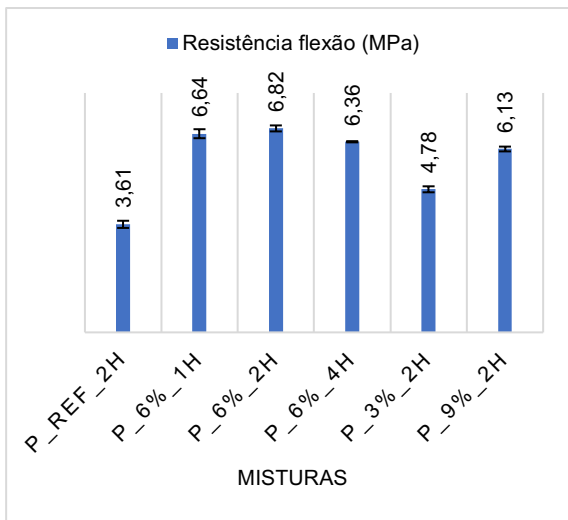


Figura 4.24 - Resultados de resistências à flexão aos 7 dias obtidos em pastas.

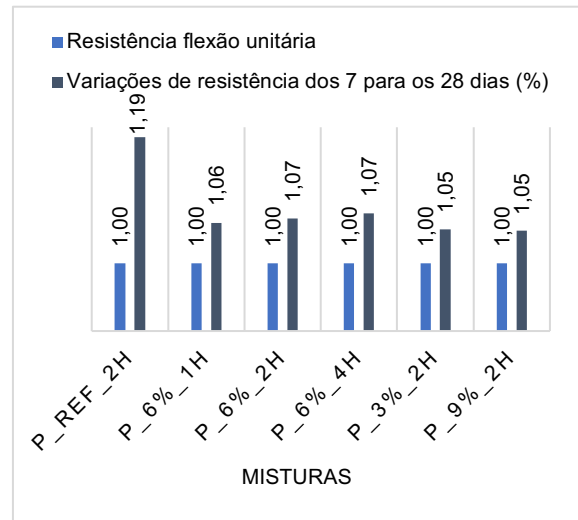


Figura 4.25 - Variações da resistência à flexão, após a evolução temporal dos 7 para os 28 dias.

Através da análise das figuras 4.24 e 4.25, é possível concluir que a evolução da idade das misturas apresentadas, permitiu que se atingissem valores de resistências mais elevados. Este aumento, pode ser justificado pelo processo de hidratação do cimento, desenvolvido ao longo deste período temporal. De forma a quantificar os ganhos alcançados, torna-se evidente através da análise da figura 4.23, que na passagem dos 7 para os 28 dias, se registaram incrementos de resistência à flexão de cerca de 5% a 19%.

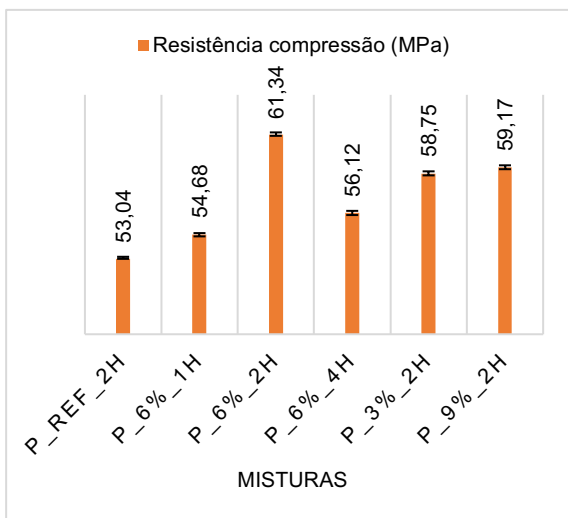


Figura 4.27 - Resultados de resistências à compressão aos 7 dias obtidos em pastas.

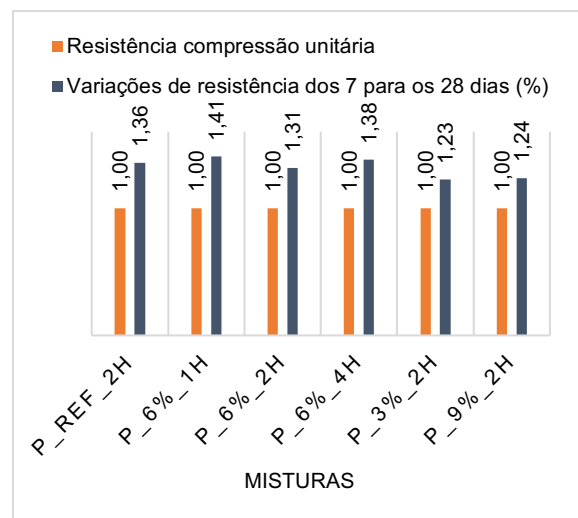


Figura 4.26 - Variações da resistência à compressão, após a evolução temporal dos 7 para os 28 dias.

Por outro lado, através da análise das figuras 4.26 e 4.27, referentes à resistência à compressão e de como esta evolui com o tempo, é possível concluir que a tendência se manteve exatamente a mesma que à flexão, sendo que os acréscimos foram algo superiores, traduzindo-se em aumentos na ordem dos 20% a 30%, como é verificável através da figura 4.27. Outra conclusão que se pode retirar dos resultados apresentados, é que aos 7 dias, as misturas que foram produzidas com lixiviados provenientes do tratamento de CA, apresentam resistências superiores, em comparação com a mistura de referência. Por outro lado, e como consequência desse desenvolvimento acrescido numa fase primordial, as diferenças para os resultados obtidos aos 28 dias são inferiores, contrariamente ao que acontece com a mistura P_Ref_2h, onde os principais incrementos de resistência, se verificam na passagem dos 7 para os 28 dias.

Não tendo sido realizados ensaios para qualquer outra idade, passar-se-á à exposição dos resultados obtidos para as argamassas produzidas, de forma a perceber como estes compósitos e a própria CA reagem à evolução temporal.

4.3.4.2 Resultados das resistências mecânicas obtidos aos 7 e 90 dias para as argamassas

Conhecido o efeito que a evolução do tempo produz na capacidade das pastas, em resistirem a esforços de flexão e compressão, resta agora avaliar o modo como os mesmos parâmetros variam para as argamassas produzidas. Importa recordar que contrariamente ao que foi estabelecido para as pastas, para as argamassas realizaram-se ensaios aos 7, 28 e 90 dias. Neste contexto, encontra-se representada na figura 4.28 e 4.29 respetivamente, a evolução das resistências à flexão e compressão, ao longo das três idades avaliadas. Os resultados individuais absolutos, encontram-se expostos no anexo A11.

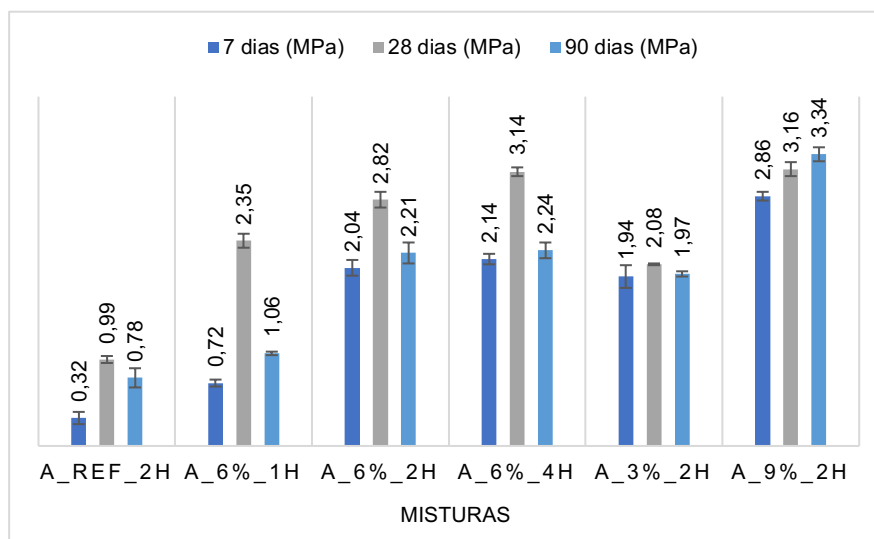


Figura 4.28 – Resultados de resistências à flexão aos 7, 28 e 90 dias obtidos em argamassas

Começando por analisar a evolução das resistências na passagem dos 7 para os 28 dias, é notório que tanto à flexão e como se irá verificar à compressão, se registou um incremento de resistências para todas as misturas produzidas. Este aumento, tal como se verificou para as pastas, era expetável, uma vez que é resultado do processo de hidratação do cimento, que consequentemente permite que os compósitos produzidos aumentem os seus níveis de resistência.

No que se relaciona com os resultados obtidos aos 90 dias, o principal destaque vai para diminuição de ambas as resistências, face aos resultados previamente obtidos aos 28 dias. Usualmente, e com o passar do tempo, as misturas têm tendência a incrementar a sua resistência, consequência do processo de cura e de endurecimento do cimento. No entanto, e talvez por se tratar de uma argamassa composta por agregados leves com características algo particulares, tal não se verificou. Acredita-se, que a justificação para esta quebra, possa estar associada à micro-fissuração que ocorre na interface CA-pasta. A natural retração da pasta cimentícia introduz tensões na superfície da casca, cuja baixa qualidade da ligação não consegue suportar. Os efeitos nefastos desta micro-fissuração começam a evidenciar-se após os 28 dias, uma vez que até esta data, o incremento de resistência gerado pelo processo de hidratação do cimento é elevado e sobrepõe-se ao efeito da retração. Neste contexto, assume-se que os 28 dias, correspondem à medida de eficácia do tratamento. Ultrapassado este período, a hidratação do cimento encontra-se em fase de estabilização, o que faz com que o efeito de retração seja dominante, provocando uma perda de operacionalidade na interface casca-pasta, fazendo com que se verifique uma quebra nas resistências mecânicas e um aumento do número de poros. Assim sendo, considera-se serem estes os motivos, para os quais as resistências mecânicas sofrem uma quebra dos 28 para os 90 dias. Será ainda importante de referir, que o decréscimo de resistência registado, poderá não ser preocupante, uma vez que a implementação de CA nas argamassas, não teve como objetivo servir de reforço, mas sim, aproveitar as boas propriedades acústicas e térmicas que este tipo de agregado leve pode oferecer.

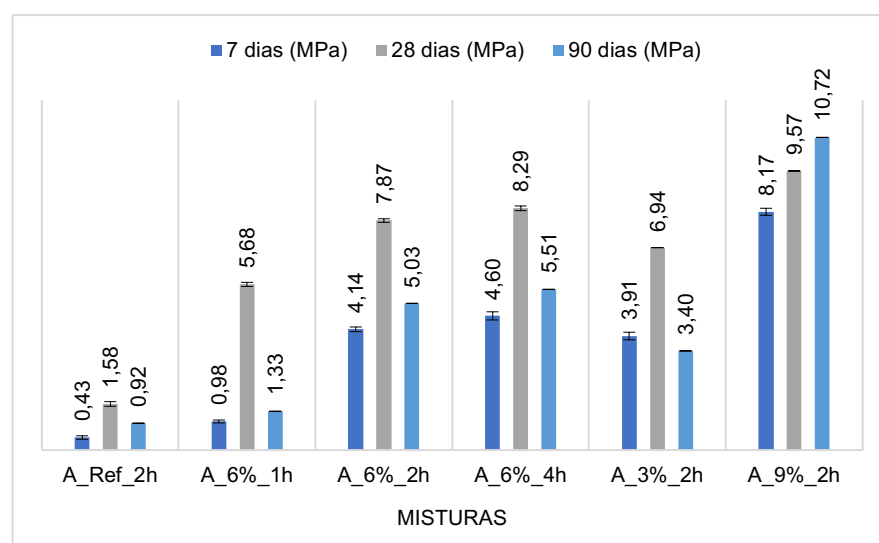


Figura 4.29 - Resultados de resistências à compressão aos 7, 28 e 90 dias obtidos em argamassas.

Ainda assim, verifica-se que a mistura A_9%_2h foi a única, para a qual as resistências foram sofrendo sucessivos aumentos entre as três idades avaliadas. Este é um fator interessante e que vem a confirmar alguns dos pressupostos anteriormente considerados. A mistura em análise, é composta por CA tratada com uma concentração de 9 % NaOH. Por se tratar da concentração de NaOH mais elevada de entre as outras abordadas ao longo da presente dissertação, faz com que a casca durante o processo de tratamento, liberte uma maior quantidade de material inorgânico indesejável para a produção dos respetivos compósitos. Este fenómeno, permite que se tenha a melhor aderência entre a casca-pasta, permitindo que se produza uma mistura fortemente interligada, o que conseqüentemente a torna menos suscetível ao surgimento de microfissuras. Deste modo, pensa-se serem estes os fatores determinantes, que fazem com que a mistura A_9%_2h se comporte como uma argamassa convencional, onde a resistência aumenta com a evolução do tempo.

De modo a complementar as explicações anteriormente facultadas, apresenta-se na figura 4.30, seguidamente apresentada, a variação da resistência à compressão entre os 28 e os 90 dias, em função da resistência à compressão obtidas aos 28 dias. Com a presente figura, pretende-se demonstrar que claramente existe uma tendência de decréscimo da resistência com o tempo para este período e que este decréscimo é maior para valores de resistência inferiores. A linha de tendência ilustrada tem uma equação e um coeficiente de correlação respetivamente, $y = 21,792x - 204,1$ ($R^2 = 0,9596$), tendo sido traçada apenas com as argamassas alvo de tratamento. De facto, verifica-se que a argamassa de referência, A_Ref_2h, é a única que não se insere na tendência observada, sendo este o motivo pelo qual não foi representada. No entanto, este fator está relacionado, com o facto de esta mistura deter resistências aos 28 dias bastante inferiores, em comparação com as restantes resistências registadas. Assim sendo, e o facto de aos 28 dias a sua resistência ser bastante reduzida, faz com que o decréscimo não seja tão expressivo e acentuado. No que se relaciona com as restantes misturas, e como explicado anteriormente, estas sofrem um grande incremento de resistência durante os primeiros 28 dias após a sua produção. Posto isto e tal como representado na figura 4.30, quanto maior for esse aumento aos 28 dias, maior será o decréscimo registado aos 90 dias.

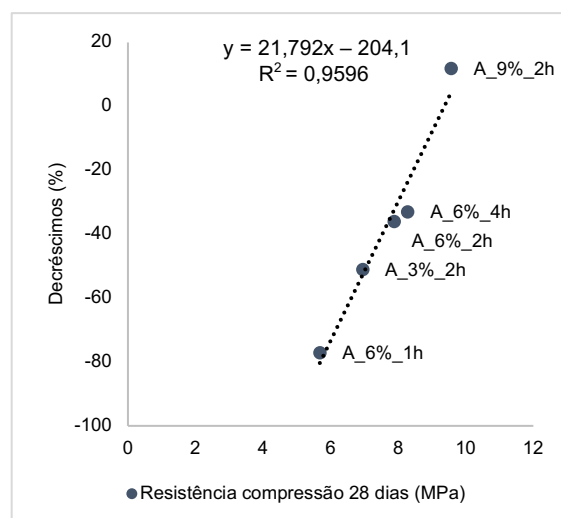


Figura 4.30 - Variação da resistência à compressão entre os 28 e os 90 dias em função da resistência aos 28 dias, registados em argamassas.

A título de conclusão, resta apenas quantificar alguns dos ganhos alcançados. Antes de serem apresentados quaisquer valores, a primeira grande conclusão a retirar dos valores exibidos, é que o pré-tratamento alcalino aplicado à CA, permite atingir resistências de outra dimensão. Ao analisarmos as figuras 4.28 e 4.29, é notável a evolução que existiu desde a produção da primeira mistura, A_Ref_2h, até ao fim da terceira campanha experimental. Comparando os valores obtidos à compressão, entre A_Ref_2h e a A_9%_2h aos 90 dias, foram registados acréscimos de resistência na ordem dos 1000%, o que significa passar de resistências de aproximadamente 1 MPa para 11 MPa. Utilizando as mesmas misturas, registou-se à flexão acréscimos de cerca de 330%, o que vem a confirmar que o tratamento de alcalinização nas argamassas, detém uma influência superior à compressão do que à flexão.

Para finalizar, seria ainda importante de referir, que o modo como foram definidas as campanhas experimentais, permitiu que se estudassem diversas hipóteses e vertentes de tratamento, mas acima de tudo, que se verificassem melhorias constantes com a evolução das campanhas experimentais. Este é um fator relevante, pois demonstra que a linha de raciocínio delimitada no início permitiu otimizar os resultados obtidos.

4.3.4.3 Resultados do ensaio de porosidade aberta obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas

O ensaio de porosidade aberta realizado para idade avaliada, tinha como principal propósito, procurar justificar o decréscimo de resistências verificado na passagem dos 28 para os 90 dias. Neste contexto, encontram-se apresentadas nas figuras 4.31 e 4.32 respetivamente, as porosidades abertas registadas aos 90 dias após a realização do ensaio, bem como as variações de porosidades registadas para cada uma das misturas, na passagem dos 28 para os 90 dias, de forma a evidenciar o modo como estas evoluem com o tempo. Os resultados individuais absolutos, encontram-se expostos no anexo A12.

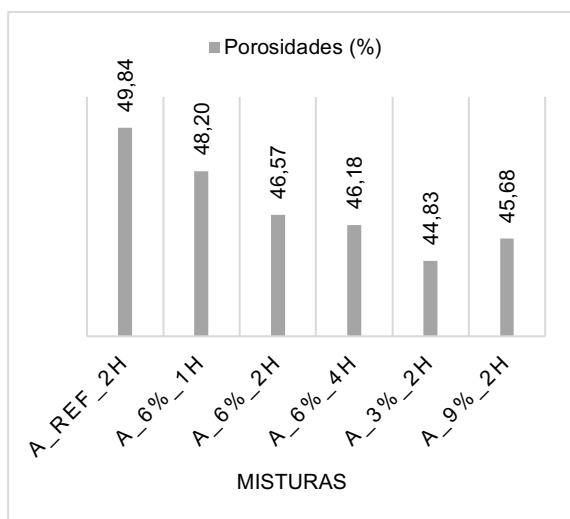


Figura 4.31 - Resultados de porosidade aos 90 dias obtidos em argamassas.

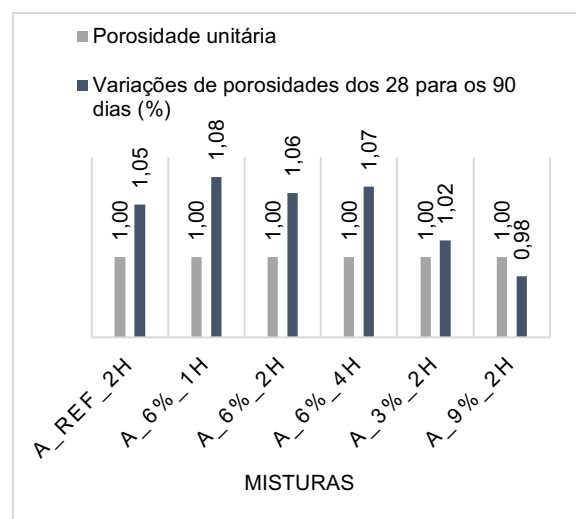


Figura 4.32 - Variações da porosidade, após a evolução temporal dos 28 para os 90 dias.

Numa primeira análise à figura 4.32, e excluindo a mistura A_9%_2h, verifica-se que existiu um aumento da porosidade dos 28 para os 90 dias, sendo que o aumento verificado justifica a diminuição das resistências mecânicas registadas, pois como já se comprovou estes dois parâmetros variam inversamente. Quanto à mistura A_9%_2h, percebe-se agora o porquê de ter sido a única para a qual se verificou um aumento de resistências aos 90 dias, uma vez que foi a única para a qual se verificou uma diminuição de porosidade dos 28 para os 90 dias. Voltando a analisar a figura 4.16, percebe-se agora o porquê de a mistura em análise apresentar aos 28 dias um valor de porosidade elevado. O facto da argamassa A_9%_2h ir aumentando progressivamente a sua resistência ao longo das três idades avaliadas, faz com que aos 28 dias ainda existam uma percentagem considerável de vazios. Com a evolução temporal e devido ao processo de hidratação de cimento, parte desses vazios são preenchidos, permitindo que as resistências aumentem e que a porosidade diminua.

Outro fator que deve ser recordado e que foi exposto anteriormente nos subcapítulos 4.1.1 e 4.3.1, é que foi para a CA tratada com 9% de NaOH, que se obteve valores de baridade e massa volúmica superiores. Ao se relacionar os resultados obtidos na avaliação destes dois parâmetros, com os resultados de porosidade obtidos aos 90 dias, é possível concluir que para as argamassas compostas por CA tratada com este grau de concentração, o efeito de retração é atenuado, uma vez que surgem melhorias na interface casca-pasta, garantindo assim uma maior homogeneidade da mistura. Como resultado destas alterações, o número de vazios diminui, provocando consequentemente uma diminuição da porosidade e um aumento da resistência, tal como se verificou para a mistura A_9%_2h.

4.3.4.4 Resultados do ensaio de ultrassons obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas

De forma a complementar a análise até ao momento realizada, serão ainda apresentados os resultados obtidos aos 90 dias, para o ensaio de ultrassons executado. Com este ensaio, pretendia-se fortificar a teoria, de que as argamassas constituídas com CA, sofrem uma quebra de resistências, na passagem dos 28 para os 90 dias. Assim sendo, encontram-se apresentados na figura 4.33 e 4.34 respetivamente, a média dos resultados obtidos no ensaio de ultrassons aos 90 dias e respetivos desvios padrões, bem como evolução dos resultados em função dos resultados obtidos aos 28 dias. Os resultados individuais, encontram-se expostos no anexo A13.

No que se relaciona com os resultados registados aos 90 dias, a primeira observação diz respeito à incapacidade do aparelho e respetivos transdutores, em imitar e detetar qualquer sinal ultrassónico. Tal como pode ser comprovado através da figura 4.32 e como já se tinha concluído, dos 28 para os 90 dias registou-se um aumento de porosidades em todas as misturas, novamente com exceção da mistura A_9%_2h. Como consequência deste fenómeno, resulta um aumento do número de vazios, o que dificulta consideravelmente a capacidade de propagação da onda ultrassónica.

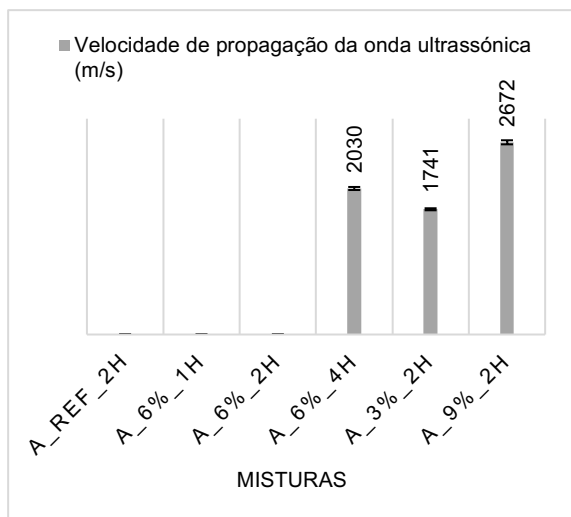


Figura 4.33 - Resultados de ultrassons aos 90 dias obtidos em argamassas.

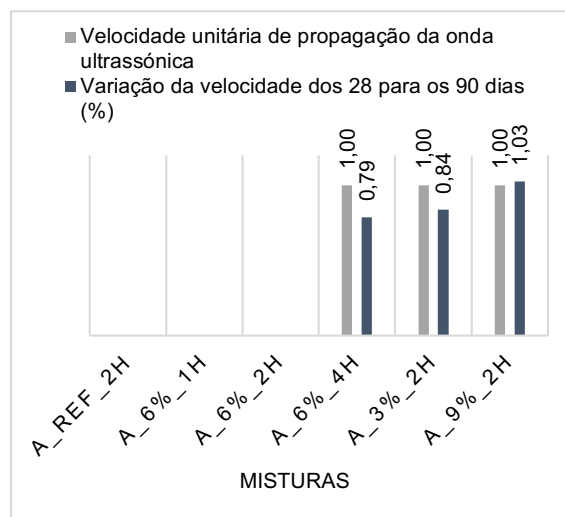


Figura 4.34 - Variações dos ultrassons, com a evolução temporal dos 28 para os 90 dias.

Através da figura 4.33 anteriormente apresentada, é visível que para as primeiras três misturas apresentadas, não foi possível registar qualquer resultado, derivado do facto de serem as que apresentam maior porosidade, impossibilitando uma correta aderência entre os transdutores e as amostras ensaiadas. Quanto aos restantes resultados e através da análise da figura 4.34, o principal destaque vai para a mistura A_9%_2h, uma vez que foi a única mistura para a qual se verificou um aumento de cerca de 3% da velocidade de propagação da onda ultrassónica, consequência de ter sido a única que sofreu uma diminuição da porosidade na passagem dos 28 para os 90 dias. Quanto às restantes misturas para as quais se conseguiu executar o ensaio, registaram-se quebras na ordem dos 15% a 20%. Seria ainda importante de referir, que estes resultados vêm confirmar e de certa forma justificar, as quebras de resistência verificadas durante a evolução das idades avaliadas.

Por último, e para concluir o estudo à cerca do ensaio de ultrassons, encontram-se seguidamente apresentadas na figura 4.35, algumas imagens de amostras de argamassas aos 90 dias, captadas pela lupa binocular, de forma a demonstrar o elevado grau de porosidade que estas possuem, e que de certa forma comprometem a execução do presente ensaio. Para captação das respetivas imagens, foi necessário fazer uma ampliação na ordem das 18x.

A sequência das imagens apresentadas, permite não só verificar os diferentes níveis de porosidade registados em cada uma das respetivas amostras, como também observar a evolução da interação da CA com a matriz cimentícia, ao longo das três campanhas experimentais. Através da figura captada para a mistura A_Ref_2h, é notável que não se visualiza praticamente cimento, parecendo que a argamassa é apenas composta por CA o que justifica o facto de a mistura de referência apresentar o maior grau de porosidade registado. À medida que se percorre a sequência de imagens apresentada, é notável que com o aumento da concentração de NaOH, a interface casca-pasta sofre largas melhorias, passando a funcionar como um verdadeiro compósito, invés de um conjunto de CA conectada apenas, por um fio de cimento. Assim sendo, encontra-se agora justificado o facto de o

aparelho de ultrassons deter a incapacidade em detetar qualquer tipo de sinal, para as argamassas mais porosas.

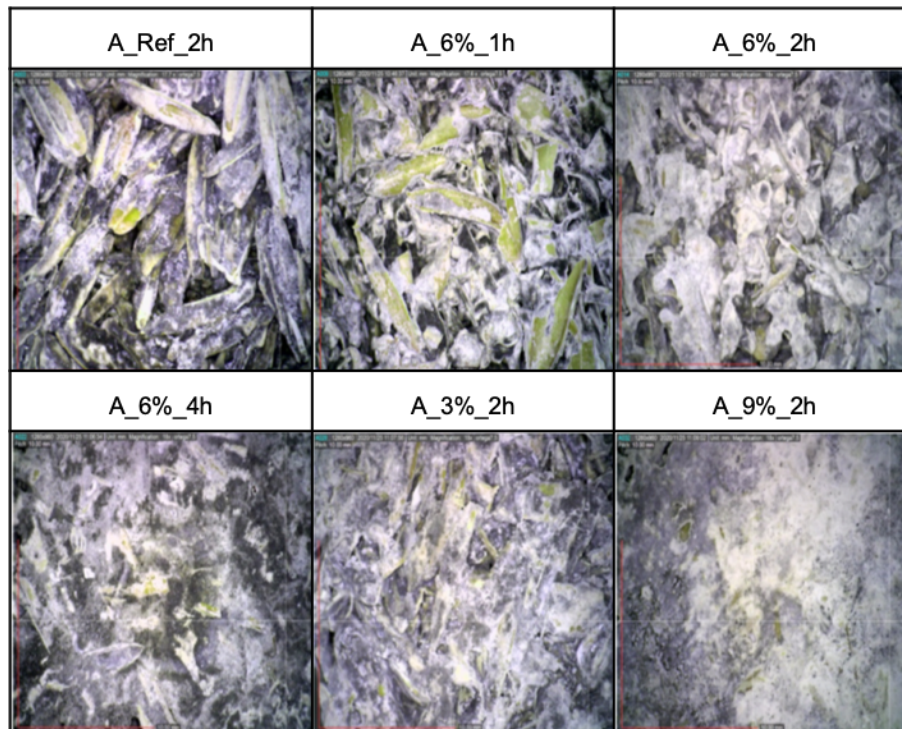


Figura 4.35 - Imagens captadas pela lupa binocular, para as argamassas produzidas.

Por último, resta apenas referir que os resultados obtidos no ensaio de módulo de elasticidade dinâmico realizado aos 90 dias, mantém a mesmas tendências que todos os outros anteriormente apresentados. Assim sendo, e de forma a que exposição dos resultados não se torne repetitiva, os resultados referentes a este ensaio, serão apenas apresentados no anexo A14.

4.3.5. Suscetibilidade das argamassas face à ação da água

Para finalizar as análises dos resultados do presente estudo, resta apenas apresentar os resultados obtidos no ensaio secagem/molhagem (S/M), ensaio este que foi executado a todas as argamassas, passados 28 e 90 dias da sua produção. Este ensaio e como referido no subcapítulo 3.4.2.7, foi realizado com o intuito de avaliar a capacidade que as argamassas e seus constituintes têm em resistir a sucessivos ciclos de secagem/molhagem, de forma a perceber se com a evolução do tempo, havia sinais de perdas de massa ou de degradação. Neste contexto e de modo a facilitar a análise, encontram-se representados na tabela 4.9, as diferenças de massas verificadas após a realização de 6 ciclos.

Tabela 4.9 - Resultados finais do ensaio de secagem/molhagem obtidos ao fim de 6 ciclos, para argamassas com 28 e 90 dias.

Misturas	Provetes 28 dias			Provetes 90 dias		
	M _{is} (g)	M _{fs} (g)	Variação massa (%)	M _{is} (g)	M _{fs} (g)	Variação massa (%)
A_Ref_2h	124,78	124,12	- 0,0053	105,15	104,13	- 0,0097
A_6%_1h	172,49	172,44	- 0,0003	100,76	99,73	- 0,0102
A_6%_2h	150,23	150,18	- 0,0003	133,21	133,18	- 0,0002
A_6%_4h	164,46	164,42	- 0,0002	146,73	146,72	- 0,0000
A_3%_2h	126,14	125,77	- 0,0030	141,29	140,50	- 0,0056
A_9%_2h	156,81	156,79	- 0,0001	159,73	159,71	- 0,0001
Legenda: M _{is} – Massa inicial seca; M _{fs} – Massa final seca;						

Através da tabela apresentada, é possível verificar que após o decorrer dos respetivos ciclos, a massa inicial e final das amostras mantém-se praticamente inalterada, o que significa que eventuais alterações induzidas pelos ensaios nas argamassas, estas não se refletem em perda significativa de material. No entanto, o facto de não se verificarem perdas de massa significativas, não significa que as amostras ensaiadas não tenham sofrido perdas de resistência. Como tal e de modo a confirmar os resultados obtidos, encontram-se apresentadas nas figuras 4.36 e 4.38 respetivamente, as resistências à compressão obtidas para as argamassas com 28 e 90 dias, submetidas ao presente ensaio. Por outro lado, nas figuras 4.37 e 4.39 respetivamente, serão apresentadas as variações das resistências à compressão registadas para cada uma das misturas aos 28 e 90 dias, após terem sido submetidas aos respetivos ciclos de secagem/molhagem, de forma a quantificar caso existam, as quebras registadas. Os resultados individuais absolutos, encontram-se expostos no anexo A15.

Começando por analisar as figuras 4.36 e 4.37 é possível concluir, que embora as amostras submetidas ao ensaio de secagem/molhagem não apresentassem perdas de massa significativas, registou-se uma quebra nas resistências à compressão alcançadas. Este fenómeno pode ser justificado pela sensibilidade da CA à água, previamente mencionada. A CA é hidrófila e sofre variações volumétricas durante os vários ciclos de secagem/molhagem, o que leva ao aparecimento de microfissuras na interface casca/pasta, devido às sucessivas passagens de estado seco para estado saturado. Neste contexto, estas transições e mudanças de estado, condicionam certamente a capacidade de as argamassas resistirem a esforços de compressão

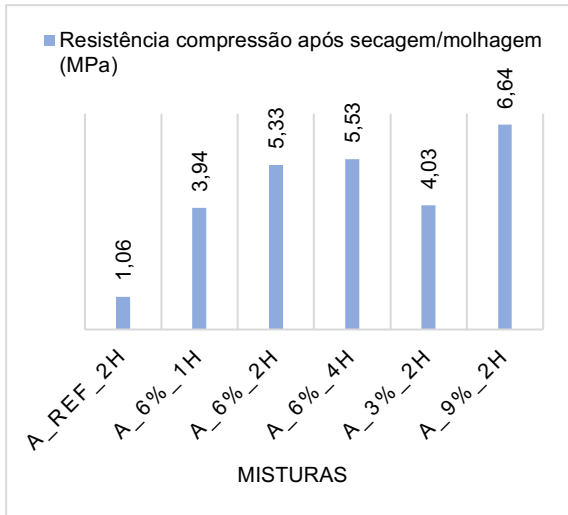


Figura 4.36 - Resultados de resistência à compressão após secagem/molhagem aos 28 dias obtidos em argamassas.

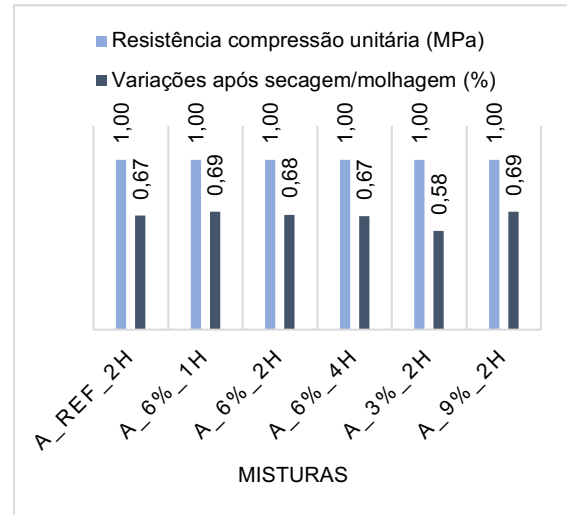


Figura 4.37 - Variações das resistências à compressão antes e após secagem/molhagem aos 28 dias obtidas em argamassas.

No que se relaciona com as quebras registradas, verifica-se que estas oscilam entre os 31% e os 42%, tal como se pode verificar na figura 4.37. No entanto, este não é um fator problemático, uma vez que como foi explicado no capítulo 2 da presente dissertação, a incorporação da CA nos compósitos cimentícios produzidos, tinha como principal objetivo tirar partido das suas características estruturais e morfológicas, e não de servir como reforço estrutural. Outra análise que ainda deve ser realizada, é que após os 6 ciclos de secagem/molhagem e das argamassas terem sofrido as respetivas quebras de resistência, as diferenças entre a mistura de referência e as restantes misturas apresentadas, continua a ser significativa. Estes resultados vêm novamente fortalecer a influência positiva que o tratamento alcalino tem na CA, uma vez que se verifica que os compósitos produzidos com casca tratada, para além de apresentarem reinsistências superiores, revelam oferecer uma maior durabilidade.

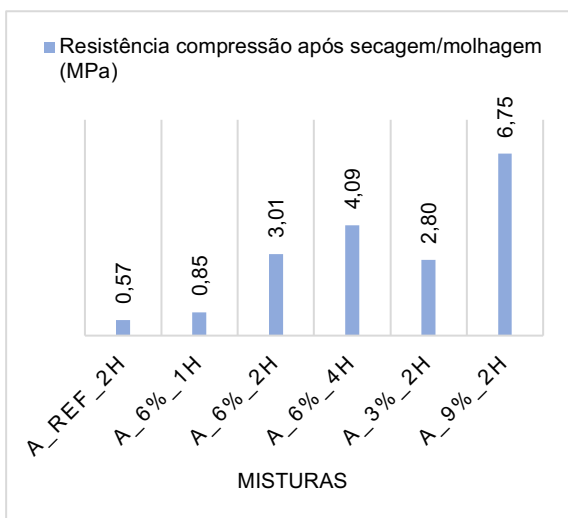


Figura 4.38 - Resultados de resistência à compressão após secagem/molhagem aos 90 dias obtidos em argamassas.

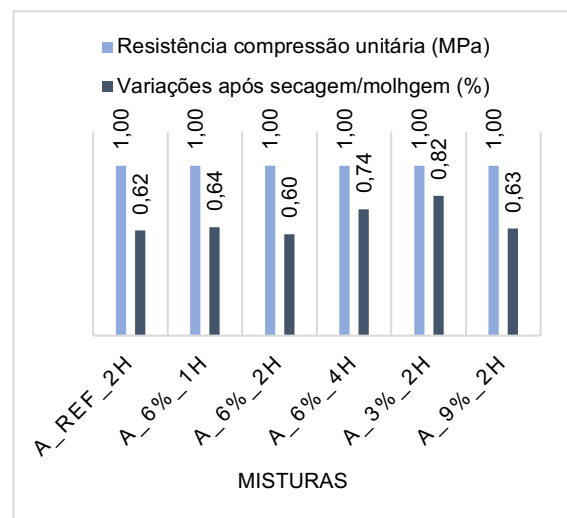


Figura 4.39 - Variações das resistências à compressão antes e após secagem/molhagem aos 90 dias obtidas em argamassas.

Ao se analisar as figuras 4.38 e 4.39, é verificável que tal como aconteceu aos 28 dias, após a submissão das argamassas ao ensaio de secagem/molhagem, se registou uma quebra nas resistências à compressão obtidas. Quanto às perdas registadas, encontram-se aproximadamente compreendidas entre os 20% e os 40%, o que não difere muito dos valores previamente obtidos. Estes resultados demonstram, que independentemente da idade avaliada, os decréscimos registados nas resistências avaliadas, são aproximadamente da mesma ordem de grandeza. Por último, é de referir que os resultados obtidos aos 90 dias, com exceção da mistura A_9%_2h, continuam a ser inferiores aos registados aos 28. Neste contexto, resta apenas referir que a realização do presente ensaio, não permitiu obter grandes conclusões à cerca da influência que o tratamento alcalino tem na suscetibilidade das argamassas à água, uma vez que independentemente da concentração de NaOH ou do período de imersão, as quebras registadas foram aproximadamente da mesma ordem de grandeza.

Concluída a exposição e análise dos resultados obtidos ao longo da presente dissertação, e antes de se avançar para o último capítulo, resta apenas enunciar de forma resumida, algumas das principais conclusões que se obtiveram ao longo do presente estudo, sendo estas as seguintes:

- Os resultados alcançados permitem comprovar a influência positiva que o tratamento de alcalinização produz tanto na CA como nos compósitos produzidos;
- A metodologia adotada permitiu que se realizasse um estudo detalhado, à cerca do efeito que a variação quer da concentração de NaOH quer do período de tratamento tem no subproduto agrícola em estudo;
- Como era expeável, a aplicação de o tratamento de alcalinização possibilita que se remova parte da matéria orgânica indesejável existente à superfície da CA, o que se traduz em largas melhorias na operacionalidade da interface casca-pasta;
- O tratamento é bastante menos influente quando aplicado em pastas cimentícias (mistura de cimento com a água proveniente da imersão da casca) comparativamente com quando é aplicado em argamassas (mistura que contém a casca para além dos materiais anteriormente referidos);
- As propriedades físicas e mecânicas dos compósitos, evoluem positivamente e de forma surpreendente do ponto de vista científico, com a aplicação do tratamento;

5. Conclusões e desenvolvimentos futuros

É no quinto e último capítulo, que serão colmatadas todas as conclusões alcançadas, após realizada uma análise detalhada, aos resultados obtidos ao longo do presente estudo. Para terminar, serão ainda facultadas algumas sugestões para trabalhos futuros, uma vez se considerar que ainda existe uma larga margem de progressão, no que se relaciona com a incorporação de casca de arroz (CA) em compósitos cimentícios.

5.1. Conclusões finais

De forma a resumir todas as conclusões anteriormente alcançadas, a principal conclusão que se retira após a realização do presente estudo, é que a aplicação do tratamento de alcalinização e consequentemente a utilização de hidróxido de sódio (NaOH), permite que se melhorem consideravelmente as características menos positivas que a CA oferece. Um dos principais objetivos da dissertação, seria realmente estudar a influência que o tratamento alcalino tem na CA. No final, é possível concluir, que o objetivo foi cumprido, uma vez que foi possível quantificar o impacto que o tratamento tem nalgumas propriedades dos compósitos produzidos com CA.

No que se relaciona com as propriedades mecânicas, ficou comprovado que o tratamento de alcalinização oferece largas melhorias, uma vez que os ganhos registados face aos compósitos compostos por casca sem ser tratada, foram bastante significativos. Outra conclusão a ser mencionada e que se relaciona com as propriedades anteriormente referidas, é que a intensificação do tratamento contribui positivamente para que os compósitos produzidos atinjam resistências mecânicas superiores. No entanto, entenda -se por intensificação do tratamento, o aumento da concentração de NaOH, uma vez que como se foi concluindo ao longo do presente estudo, o aumento do período de imersão não é sempre benéfico, o que significa que para determinadas concentrações de NaOH, não existe qualquer benefício em prolongar o período de imersão para lá das 2h. Neste contexto, para um período de 2h, é possível afirmar que seguindo o procedimento adotado e dependendo da concentração de NaOH utilizada, se podem atingir ganhos na ordem dos 150-330% à flexão e de 270-1000% à compressão.

Outra conclusão a extrair do presente estudo, é que o efeito do tratamento ocorre sobretudo a nível da interface casca-pasta e não tanto a nível da pasta. Este é um fator importante, uma vez que ao se analisar a evolução dos compósitos ao longo do tempo, verifica-se que as misturas que apresentam melhor ligação interfacial, tornam-se menos suscetíveis a variações e quebras, nas diversas propriedades avaliadas. É deste modo importante de voltar a lembrar, que as melhorias verificadas na aderência e na interação casca-pasta, resultam progressivamente, do aumento da intensidade do tratamento.

Relembrando que a CA foi incorporada nos compósitos cimentícios como agregado leve e não para servir de reforço, é que provavelmente de todas as misturas produzidas, a que no final se considera como a mistura ideal, tendo em consideração todas as suas características, é a A_6%_2h. Uma vez que a resistência, pelas razões anteriormente apresentadas, não é o parâmetro mais condicionante, esta mistura oferece largas melhorias em relação à mistura de referência, transformando

a CA num subproduto agrícola diferenciador e com alguma eficiência técnica. Outro fator que deve ser considerado e que numa produção em grande escala possui um peso considerável, é o custo de aquisição do NaOH. O preço de aquisição do NaOH praticado ao longo do presente estudo, foi de aproximadamente 3€/kg. Assim sendo, a relação custo/benefício, tendo em consideração o ramo de aplicação da CA e dos respetivos compósitos, é claramente, a uma escala industrial, favorável para a mistura A_6%_2h. A título de conclusão resta apenas referir que futuramente deve ser aprofundado o estudo acerca do impacto económico e ambiental provocado pelo tratamento desenvolvido na presente dissertação, de modo a avaliar a sua viabilidade.

5.2. Sugestões para trabalhos futuros

A primeira sugestão, e tendo por base todo o estudo desenvolvido e apresentado na presente dissertação, surge no seguimento de se considerar, que ainda existem diferentes modos de aplicação, do tratamento alcalino estudado. Quanto aos períodos de tratamento considerados, comprovou-se, que não restam grandes alternativas benéficas, para que se volte a estudar o período de tratamento a aplicar à CA. No entanto, e no que se relaciona com as concentrações de NaOH a adotar, fica a incerteza de qual seria a concentração ótima de NaOH a aplicar. Ao longo do presente estudo, verificou-se que os resultados mais vantajosos, foram alcançados para concentrações superiores de NaOH, nomeadamente 6% e 9%. No entanto, ao se considerar o impacto ambiental, o custo acrescido do tratamento, bem como a diminuição do desempenho térmico/acústico, provavelmente, e tendo em consideração a finalidade dos compósitos produzidos, conclui-se que a intensificação do tratamento não traduz as vantagens esperadas. Neste contexto, e tendo por base os resultados obtidos na presente dissertação, sugere-se que para um estudo futuro, se realize uma avaliação térmica/acústica bem como uma análise de ciclo de vida, de forma a concluir na globalidade, qual a concentração ótima de NaOH.

As próximas duas sugestões, relacionam-se com os resultados menos conseguidos, nos ensaios de tempo de presa e de secagem/molhagem, desenvolvidos neste estudo. Quanto ao primeiro ensaio referido, faria sentido futuramente, avaliar a evolução da resistência durante os 7 primeiros dias de forma mais aprofundada, pois faz sentido que os açúcares tenham impacto no tempo de presa, dependendo do lixiviado utilizado na produção da pasta. No que se relaciona com o ensaio secagem/molhagem, embora se tenha verificado que tanto a CA como os respetivos compósitos são suscetíveis à água, não foi possível obter qualquer conclusão à cerca da influência do tratamento nesta matéria, devido à variabilidade que estes compósitos apresentam. Neste sentido, sugere-se que se repita este ensaio, uma vez que o conceito de durabilidade, é determinante quando associado a compósitos compostos por material orgânico.

A última sugestão, remete para o facto de não existir apenas um tipo de tratamento para tratar tanto a CA como outros resíduos desta natureza. Assim sendo, sugere-se que se desenvolva um novo projeto de investigação, onde a linha de raciocínio considerada seria a mesma que a que se considerou no presente estudo, alterando-se apenas o tratamento aplicado à CA. Uma hipótese a adotar, seria a aplicação de um tratamento de mineralização, utilizando por exemplo como reagente o silicato de sódio.

A aplicação deste tratamento, permitiria que se formasse um género de camada superficial insolúvel em torno dos grãos de CA, de modo a impedir a libertação de açúcares e de outros compostos orgânicos. Associadas a este tratamento, resultariam algumas alterações benéficas para a CA, tais como a redução da capacidade em absorver água, o aumento da sua durabilidade e resistência, e ainda, a diminuição da sua suscetibilidade à água com as consequentes alterações de volume [41].

É através das sugestões anteriormente facultadas, que se dá por concluída a presente dissertação. Para além das hipóteses especificadas, continuam a existir inúmeras forma de prosseguir com o estudo à cerca da CA e da sua integração em compósitos cimentícios, que certamente irão permitir, que tanto a CA como outras fibras naturais vegetais, se apresentem futuramente, como uma solução válida e de grande eficácia no mundo da Engenharia Civil.

Bibliografia

- [1] A. N. Si & E. M. Co-promoção, “Sistema De Incentivos À Investigação E Desenvolvimento Tecnológico Si I & Dt Co-Promoção,” 2015.
- [2] Compete 2020. (2020). *Betão ‘mais verde’*. Disponível em https://www.compete2020.gov.pt/noticias/detalhe/9719_Betao. [consultado em 05-01-2020].
- [3] *Soluções em Pré-Fabricados de Betão* S.A. Disponível em <http://www.farcimar.pt/pt/>. [consultado em 09-09-2020].
- [4] Tamayo, A., & Paschoal, T. (2003). A relação da motivação para o trabalho com as metas do trabalhador. *Revista de Administração Contemporânea*. vol 7(4), 33–54.
- [5] The Editors of Encyclopaedia Britannica. (2020). *Natural Fibre*. Disponível em <https://www.britannica.com/topic/natural-fiber>. [consultado em 15-11-2020].
- [6] Lilholt, H., & Lawther, J. M. (2000). Natural Organic Fibers. *Comprehensive Composite Materials*. ch 1, 303–325.
- [7] Chandramohan, D., & Marimuthu, K. (2011). Characterization of natural fibers and their application in bone grafting substitutes. *Acta of Bioengineering and Biomechanics*. 13(1), 80.
- [8] Bhattacharyya, D., Subasinghe, A., & Kim, N. K. (2015). Natural fibers. *Multifunctionality of Polymer Composites*. ch 4, 102–143.
- [9] Chandramohan, D., & Marimuthu, K. (2011). A Review on Natural Fibers. vol 8(2), 196-198.
- [10] Burget, I., Eder, M., Mussig, I.J., PhD, D.R.A., & Sloomaker, T. (2010). What Are Natural Fibres. *Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, Properties and Technical Applications*. ch 2, 11–48.
- [11] Ankur, K., Mayank, P., & Lalit, R. (2018). Natural Fibers and Biopolymers Characterization: A Future Potential Composite Material. *Journal of Mechanical Engineering*. vol 68(1), 33-50.
- [12] WorldAtlas (1994). *Largest Rice-Producing Countries*. Disponível em <https://www.worldatlas.com/articles/largest-rice-producing-countries.html>. [consultado em 25-11-2020].
- [13] Ramamoorthy, S. K., Skrifvars, M., & Persson, A. (2015). A Review of Natural Fibers Used in Biocomposites: Plant, Animal and Regenerated Cellulose Fibers. *Polymer Reviews*. vol 55(1), 107–162.
- [14] Hossain, S. S., Mathur, L., & Roy, P. K. (2018). Rice husk/rice husk ash as an alternative source of silica in ceramics: A review. *Journal of Asian Ceramic Societies*. vol 6(4), 299-313.

- [15] Brehm, F.A., Calheiro, D., Fernandes, I.J., Modolo, R.C.E, Moraes, C.A.M, Rocha, T.L.A.C, Kielling, A.G. (2016). Characterization of rice husk ash produced using different biomass combustion techniques for energy. *Fuel*. vol 165, 351–359.
- [16] Calheiro, D., Brehm, F.A., Fernandes, I.J., Filho, J.A.B., Kielling, A.G., Moraes, C.A., Osorio, E., Rigon, M.R., & Schneider, I.A.H. (2014). Review of the rice production cycle: By-products and the main applications focusing on rice husk combustion and ash recycling. *Waste Management & Research*. vol 32(11), 1034–1048.
- [17] Foletto, E. L., Hoffman, R.S., Hoffman, R., Jahn, S.L., & Jr, U.L.P. (2005). Aplicabilidade das Cinzas de Casca de Arroz. *Química Nova*. vol 28 (6), p.l 1055-1060.
- [18] Liu, Y., Rong, M. Z., Zeng, H.M., Zhang, M.Q., & Yang, G.C. (2001). The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. *Composites Science and Technology*. vol 61(10), 1437–1447.
- [19] Ballesteros, J.E.M., Filomeno, R., Fiorelli, J., Mármol, G., Rodier, L., & Jr, H.S. (2019). Synergic effect of fiber and matrix treatments for vegetable fiber reinforced cement of improved performance. *Construction and Building Materials*. vol 205, p.l 52-60.
- [20] Li, X., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2007). Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. *Journal of Polymers and the Environment*. vol 15(1), p.l 25–33.
- [21] Mwaikambo, L. Y., & Ansell, M. P. (2002). Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization. *Journal of Applied Polymer Science*. vol 84(12), 2222–2234.
- [22] Amelines, O., Aparicio, G.M., Gomez, S., & Guzmán, R. E. (2018). Superficial modification by alkalization of cellulose Fibres obtained from Fique leaf. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. vol 437, p.l 1-3.
- [23] Avérous, L., Cherian, B.M., Dufresne, A., Nassiopoulos, Njuguna, J., & Kaith, B.S., S. (2011). Cellulose-Based Bio- and Nanocomposites: A Review. *International Journal of Polymer Science*. p.l 1–35, 2011.
- [24] Guduri, B.R. & Semosa, H. & Meng, Y.Z.. (2009). Green composites from woven flax fiber and bio-copolyester. ICCM International Conferences on Composite Materials.
- [25] Mazuki, A.M., & Akil, H. Md. (2011). Sustainable Biocomposites Based for Construction Applications. *Handbook of Bioplastics and Biocomposites Engineering Applications*. ch 10, p.l 285-314.
- [26] Bisht, N., & Gope, P. C. (2018). Effect of Alkali Treatment on Mechanical Properties of Rice Husk Flour Reinforced Epoxy Bio-Composite. *Materials Today: Proceedings*. vol 5(11), p.l 24330-24338.

[27] Lima, L.M. (2019). Produção e Caracterização de Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibras de Bambu. cap 4, p.p 54-70.

[28] Filho, J. A. M. (2012). Durabilidade Química e Térmica e Comportamento Mecânico de Compósitos de Alto Desempenho Reforçados com Fibras de Sisal. p.p 5-20.

[29] EN 1097-3:2002 – Ensaio das propriedades mecânicas e físicas dos agregados. Determinação da baridade e do volume de vazios. IPQ.

[30] EN 933-1:2014 – Ensaio das propriedades geométricas dos agregados. Parte 1: Análise granulométrica; Método de peneiração. IPQ.

[31] EN 1097-6:2016 - Ensaio das propriedades mecânicas e físicas dos agregados. Determinação da massa volúmica e absorção de água. IPQ.

[32] Marques, B. R. A. P. (2019). Innovative sustainable solutions for eco-building using rice by-products. ch 4.

[33] EN 1008:2003 - Água de amassadura para betão. Especificações para a amostragem, ensaio e avaliação da aptidão da água, incluindo água recuperada nos processos da indústria de betão, para o fabrico de betão. IPQ.

[34] EN 196-1:2005 - Método de ensaio de cimentos. Determinação da força. CEN.

[35] EN 1015 – 6 - Método de ensaio para argamassas de alvenaria. Determinação da densidade aparente da argamassa fresca. IPQ.

[36] EN 1015-3:1999/A1: 2004 - Método de ensaio para argamassas de alvenaria. Determinação da consistência da argamassa fresca. CEN.

[37] EN 196 – 3:2017 - Método de ensaio de cimentos. Determinação dos tempos de presa e expansibilidade. IPQ.

[38] EN 1015-11:1999 – Método de ensaio para argamassas de alvenaria. Determinação da resistência à flexão e à compressão da argamassa endurecida. CEN.

[39] EN 1936 – Método de para pedra natural. Determinação das massas volúmicas real e aparente e das porosidades total e aberta. IPQ.

[40] Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. ASTM.

[41] Boltryk, M., & Pawluczuk, E. (2014). Properties of a lightweight cement composite with an ecological organic filler. *Construction and Building Materials*. vol 51, 97-105.

Anexos

Anexo A

A1 – Resultados obtidos no ensaio de baridade

Tabela A1.1 - Pesagens e resultados obtidos do ensaio de baridade aplicado à casca de arroz seca em estufa.

	1ª pesagem	2ª pesagem
m ₁ – Massa do recipiente vazio, seco e limpo (kg)	5,95	5,95
m ₂ – Massa do recipiente preenchido (kg)	6,75	6,77
Baridade da casca de arroz ensaiada (kg/m ³)	80,00	82,00
Baridade média da casca de arroz ensaiada (kg/m ³)	81,00	

Tabela A1.2 - Pesagens e resultados obtidos do ensaio de baridade aplicado à casca de arroz armazenada.

	1ª pesagem	2ª pesagem
m ₁ – Massa do recipiente vazio, seco e limpo (kg)	5,95	5,95
m ₂ – Massa do recipiente preenchido (kg)	6,93	6,95
Baridade da casca de arroz ensaiada (kg/m ³)	98,00	100,00
Baridade média da casca de arroz ensaiada (kg/m ³)	99,00	

A2 – Boletins dos ensaios realizados aos diferentes lixiviados



 LAIST LABORATÓRIO DE ANÁLISES DO IST TÉCNICO LISBOA	Boletim de Análise Nº 06923-20																		
Av. Rovisco Pais - 1049-001 Lisboa Tel: 21.8417954 Fax: 21.8417952 email: LabAnalises@ist.utl.pt NIF: 501507930 http://la.ist.utl.pt/	Cliente: Prof. Inês Flores-Colen IST																		
Análise Química de Lixiviado Requisição nº 01323 de 2020-03-05 Receção da amostra em: 2020-03-05 Início da análise em: 2020-03-05 Conclusão da análise em: 2020-04-06	Matriz: Líquida																		
Dados da Amostra Origem: --- Colheita Colhida por: Cliente (*) Ponto de colheita: P1 Efetuada em: 2020-03-05 Obs: --- Rótulo: ----																			
Resultados																			
<table border="1"><thead><tr><th>Parâmetro</th><th>Resultado</th><th>Método</th></tr></thead><tbody><tr><td>pH</td><td>18°C 7,6</td><td>M.M. 2.2.1 (2015-12-21)</td></tr><tr><td>Carência Química de Oxigénio</td><td>120 mg(O₂)/L</td><td>M.M. 3.7.1 (2011-05-09)</td></tr><tr><td>Fósforo total</td><td>3,0 mg(P)/L</td><td>M.M. 4.8 (2016-05-06)</td></tr><tr><td>Potássio</td><td>(a) 53 mg/L</td><td>ISO 11885:2007</td></tr><tr><td>Carbono Orgânico Total</td><td>60 mg C/L</td><td>SMEWW 5310 C</td></tr></tbody></table>	Parâmetro	Resultado	Método	pH	18°C 7,6	M.M. 2.2.1 (2015-12-21)	Carência Química de Oxigénio	120 mg(O ₂)/L	M.M. 3.7.1 (2011-05-09)	Fósforo total	3,0 mg(P)/L	M.M. 4.8 (2016-05-06)	Potássio	(a) 53 mg/L	ISO 11885:2007	Carbono Orgânico Total	60 mg C/L	SMEWW 5310 C	
Parâmetro	Resultado	Método																	
pH	18°C 7,6	M.M. 2.2.1 (2015-12-21)																	
Carência Química de Oxigénio	120 mg(O ₂)/L	M.M. 3.7.1 (2011-05-09)																	
Fósforo total	3,0 mg(P)/L	M.M. 4.8 (2016-05-06)																	
Potássio	(a) 53 mg/L	ISO 11885:2007																	
Carbono Orgânico Total	60 mg C/L	SMEWW 5310 C																	
Observações (a) Digestão da amostra: M.M. 10.1 (2005-05-16) (Microondas).																			
Lisboa, 2020-04-08	O Laboratório de Análises  Miguel Beirão (Coordenador do Laboratório)																		

Figura A2.1 - Boletim do ensaio realizado ao lixiviado resultante do tratamento de casca durante um período de 1h.



LAIST
LABORATÓRIO
DE ANÁLISES DO IST
TÉCNICO LISBOA

Boletim de Análise Nº 06924-20

Av. Rovisco Pais - 1049-001 Lisboa
Tel: 21.8417954 Fax: 21.8417952 email: LabAnalises@ist.utl.pt
NIF: 501507930 http://la.ist.utl.pt/

Cliente:

Prof. Inês Flores-Colen

IST

Análise Química de Lixiviado

Requisição nº 01323 **de** 2020-03-05
Receção da amostra em: 2020-03-05
Início da análise em: 2020-03-05
Conclusão da análise em: 2020-04-06

Dados da Amostra

Origem: ---

Matriz: Líquida

Colheita

Colhida por: Cliente (*)
Ponto de colheita: P2
Efetuada em: 2020-03-05

Obs: ---

Rótulo: ----

Resultados

Parâmetro		Resultado	Método
pH	18°C	7,5	M.M. 2.2.1 (2015-12-21)
Carência Química de Oxigénio		150 mg(O ₂)/L	M.M. 3.7.1 (2011-05-09)
Fósforo total		3,7 mg(P)/L	M.M. 4.8 (2016-05-06)
Potássio	(a)	55 mg/L	ISO 11885:2007
Carbono Orgânico Total		60 mg C/L	SMEWW 5310 C

Observações

(a) Digestão da amostra: M.M. 10.1 (2005-05-16) (Microondas).

Lisboa, 2020-04-08

O Laboratório de Análises

Miguel Baião
(Coordenador do Laboratório)

Figura A2.2 - Boletim do ensaio realizado ao lixiviado resultante do tratamento de casca durante um período de 2h.



LAIST
LABORATÓRIO
DE ANÁLISES DO IST
TÉCNICO LISBOA

Av. Rovisco Pais - 1049-001 Lisboa
Tel: 21.8417954 Fax: 21.8417952 email: LabAnalises@ist.utl.pt
NIF: 501507930 http://la.ist.utl.pt/

Boletim de Análise Nº 06925-20

Análise Química de Lixiviado

Requisição nº 01323 de 2020-03-05
Receção da amostra em: 2020-03-05
Início da análise em: 2020-03-05
Conclusão da análise em: 2020-04-06

Dados da Amostra

Origem: ---

Colheita

Colhida por: Cliente (*)
Ponto de colheita: P3
Efetuada em: 2020-03-05

Obs: ---

Rótulo: ----

Resultados

Parâmetro		Resultado	Método
pH	18°C	7,6	M.M. 2.2.1 (2015-12-21)
Carência Química de Oxigénio		184 mg(O ₂)/L	M.M. 3.7.1 (2011-05-09)
Fósforo total		3,8 mg(P)/L	M.M. 4.8 (2016-05-06)
Potássio	(a)	67 mg/L	ISO 11885:2007
Carbono Orgânico Total		79 mg C/L	SMEWW 5310 C

Observações

(a) Digestão da amostra: M.M. 10.1 (2005-05-16) (Microondas).

Lisboa, 2020-04-08

O Laboratório de Análises

Miguel Baião
(Coordenador do Laboratório)

Figura A2.3 - Boletim do ensaio realizado ao lixiviado resultante do tratamento de casca durante um período de 4h.

A3 – Resultados dos ensaios realizados em estado fresco a pastas e argamassas.

Tabela A3.1 – Resultados de massa volúmica e espalhamento, obtidos em estado fresco para as pastas.

Provetes	Massa volúmica (g/cm ³)	Espalhamento (cm)
P_Ref_2h – 1ª medição	2,08	22,40
P_Ref_2h – 2ª medição	2,12	22,30
Média	2,10	22,35
P_6%_1h – 1ª medição	2,13	22,04
P_6%_1h – 2ª medição	2,11	22,08
Média	2,12	22,10
P_6%_2h – 1ª medição	2,12	22,20
P_6%_2h – 2ª medição	2,09	21,80
Média	2,11	22,00
P_6%_4h – 1ª medição	2,11	21,90
P_6%_4h – 2ª medição	2,12	21,90
Média	2,12	21,90
P_3%_2h – 1ª medição	2,08	22,30
P_3%_2h – 2ª medição	2,14	22,20
Média	2,11	22,25
P_9%_2h – 1ª medição	2,09	21,70
P_9%_2h – 2ª medição	2,10	21,90
Média	2,10	21,80

Tabela A3.2 - Resultados de massa volúmica, obtidos em estado fresco para as pastas.

Provetes	Massa volúmica (g/cm ³)
P_Ref_2h – 1ª medição	0,89
P_Ref_2h – 2ª medição	0,85
Média	0,87
P_6%_1h – 1ª medição	0,91
P_6%_1h – 2ª medição	0,88
Média	0,90
P_6%_2h – 1ª medição	1,26
P_6%_2h – 2ª medição	1,30
Média	1,28
P_6%_4h – 1ª medição	1,40
P_6%_4h – 2ª medição	1,38
Média	1,39
P_3%_2h – 1ª medição	1,16
P_3%_2h – 2ª medição	1,13
Média	1,15
P_9%_2h – 1ª medição	1,65
P_9%_2h – 2ª medição	1,67
Média	1,66

A4 – Resultados das resistências à flexão e compressão, aos 28 dias para as pastas produzidas

Tabela A4.1 - Resistências à flexão / compressão e respectivos desvios padrões, obtidos aos 28 dias para as pastas.

Provetes	Flexão (MPa)	Compressão (MPa)
P_Ref_2h_4	4,31	71,90
P_Ref_2h_5	4,34	72,01
P_Ref_2h_6	4,20	N.A.
Média	4,28	71,96
Desvio padrão - σ	0,08	0,08
P_6%_1h_1	N.A.	76,87
P_6%_1h_2	N.A.	76,95
P_6%_1h_3	7,03	N.A.
Média	7,03	76,91
Desvio padrão - σ	0,00	0,06
P_6%_2h_1	N.A.	80,58
P_6%_2h_2	N.A.	80,45
P_6%_2h_3	7,27	N.A.
Média	7,27	80,52
Desvio padrão - σ	0,00	0,09
P_6%_4h_1	N.A.	77,50
P_6%_4h_2	N.A.	77,36
P_6%_4h_3	6,82	N.A.
Média	6,82	77,43
Desvio padrão - σ	0,00	0,10
P_3%_2h_1	N.A.	72,07
P_3%_2h_2	N.A.	71,95
P_3%_2h_3	5,02	N.A.
Média	5,02	72,01
Desvio padrão - σ	0,00	0,08
P_9%_2h_1	N.A.	73,00
P_9%_2h_2	N.A.	73,33
P_9%_2h_3	6,42	N.A.
Média	6,42	73,17
Desvio padrão - σ	0,00	0,23

Nota: A nomenclatura N.A. anteriormente utilizada, refere-se a provetes para os quais não foi avaliada a sua resistência mecânica à compressão, tendo sido utilizados no ensaio de porosidade.

A5 – Resultados do ensaio de porosidade aberta, obtidos aos 28 dias para as pastas produzidas

Tabela A5.1 - Porosidades e desvios padrões, obtidos aos 28 dias para as pastas produzidas.

Provetes	Porosidade (%)
P_Ref_2h_3_1	32,05
P_Ref_2h_3_2	31,95
Média	32,00
Desvio padrão - σ	0,07
P_6%_1h_3_1	27,41
P_6%_1h_3_2	27,32
Média	27,37
Desvio padrão - σ	0,06
P_6%_2h_3_1	27,31
P_6%_2h_3_2	27,18
Média	27,25
Desvio padrão - σ	0,09
P_6%_4h_3_1	31,54
P_6%_4h_3_2	31,45
Média	31,50
Desvio padrão - σ	0,06
P_3%_2h_3_1	27,97
P_3%_2h_3_2	27,85
Média	27,91
Desvio padrão - σ	0,08
P_9%_2h_3_1	27,82
P_9%_2h_3_2	27,88
Média	27,85
Desvio padrão - σ	0,05

A6 – Resultados das resistências à flexão e compressão, aos 28 dias para as argamassas produzidas

Tabela A6.1 - Resistências à flexão, compressão e desvios padrões, obtidos aos 28 dias para as argamassas produzidas.

Provetes	Flexão (MPa)	Compressão (MPa)
A_Ref_2h_4	0,98	1,52
A_Ref_2h_5	0,96	1,64
A_Ref_2h_6	1,04	N.A.
Média	0,99	1,58
Desvio padrão - σ	0,04	0,08
A_6%_1h_3	2,32	5,63
A_6%_1h_4	2,28	N.A.
A_6%_1h_5	2,44	5,73
Média	2,35	5,68
Desvio padrão - σ	0,08	0,07
A_6%_2h_3	2,91	7,91
A_6%_2h_4	2,74	N.A.
A_6%_2h_5	2,81	7,83
Média	2,82	7,87
Desvio padrão - σ	0,08	0,06
A_6%_4h_3	3,19	8,23
A_6%_4h_4	3,09	N.A.
A_6%_4h_5	3,14	8,34
Média	3,14	8,29
Desvio padrão - σ	0,05	0,08
A_3%_2h_3	2,09	N.A.
A_3%_2h_4	2,07	6,94
Média	2,08	6,94
Desvio padrão - σ	0,01	0,00
A_9%_2h_3	3,21	N.A.
A_9%_2h_4	3,12	9,57
Média	3,16	9,57
Desvio padrão - σ	0,07	0,00

Nota: A nomenclatura N.A. anteriormente utilizada, refere-se a provetes para os quais não foi avaliada a sua resistência mecânica à compressão, tendo sido utilizados no ensaio de porosidade.

A7 – Resultados do ensaio de porosidade aberta, obtidos aos 28 dias para as argamassas produzidas

Tabela A7.1 - Porosidades e desvios padrões, obtidos aos 28 dias para as argamassas produzidas.

Provetes	Porosidade (%)
A_Ref_2h_6_1	47,43
A_Ref_2h_6_2	47,24
Média	47,34
Desvio padrão - σ	0,13
A_6%_1h_4_1	44,70
A_6%_1h_4_2	44,56
Média	44,63
Desvio padrão - σ	0,10
A_6%_2h_4_1	43,87
A_6%_2h_4_2	43,66
Média	43,77
Desvio padrão - σ	0,15
A_6%_4h_4_1	43,25
A_6%_4h_4_2	43,05
Média	43,15
Desvio padrão - σ	0,14
A_3%_2h_3_1	44,16
A_3%_2h_3_2	43,99
Média	44,08
Desvio padrão - σ	0,12
A_9%_2h_3_1	46,64
A_9%_2h_3_2	46,50
Média	46,57
Desvio padrão - σ	0,10

A8 – Resultados do ensaio de ultrassons, obtidos aos 28 dias para as argamassas produzidas

Tabela A8.1 – Vel. de propagação da onda ultrassônica e respectivos desvios padrões, obtidos aos 28 dias em argamassas.

Provetes	Massa volúmica (kg/m ³)	Ultrassons (m/s)
A_Ref_2h_4	870,00	1514,00
A_Ref_2h_5	870,00	1513,00
A_Ref_2h_6	870,00	1522,00
Média	870,00	1516,33
Desvio padrão - σ	-	4,93
A_6%_1h_3	900,00	1871,00
A_6%_1h_4	900,00	1866,00
A_6%_1h_5	900,00	1874,00
Média	900,00	1870,33
Desvio padrão - σ	-	4,04
A_6%_2h_3	1280,00	2272,00
A_6%_2h_4	1280,00	2261,00
A_6%_2h_5	1280,00	2263,00
Média	1280,00	2265,33
Desvio padrão - σ	-	5,86
A_6%_4h_3	1390,00	2569,00
A_6%_4h_4	1390,00	2575,00
A_6%_4h_5	1390,00	2578,00
Média	1390,00	2574,00
Desvio padrão - σ	-	4,58
A_3%_2h_3	1150,00	2077,00
A_3%_2h_4	1150,00	2085,00
Média	1150,00	2081,00
Desvio padrão - σ	-	5,66
A_9%_2h_3	1660,00	2601,00
A_9%_2h_4	1660,00	2610,00
Média	1660,00	2605,5
Desvio padrão - σ	-	6,36

A9 – Resultados do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico, obtidos aos 28 dias para as argamassas produzidas

Tabela A9.1 – Módulo de elasticidade dinâmico e respectivos desvios padrões, obtidos aos 28 dias para as argamassas produzidas.

Provetes	E_d (GPa)
A_Ref_2h_4	1,49
A_Ref_2h_5	1,47
A_Ref_2h_6	1,64
Média	1,53
Desvio padrão - σ	0,09
A_6%_1h_3	1,69
A_6%_1h_4	1,58
A_6%_1h_5	1,65
Média	1,64
Desvio padrão - σ	0,06
A_6%_2h_3	3,94
A_6%_2h_4	3,69
A_6%_2h_5	3,76
Média	3,80
Desvio padrão - σ	0,13
A_6%_4h_3	4,08
A_6%_4h_4	4,12
A_6%_4h_5	4,11
Média	4,10
Desvio padrão - σ	0,02
A_3%_2h_3	2,18
A_3%_2h_4	2,29
Média	2,23
Desvio padrão - σ	0,08
A_9%_2h_3	3,02
A_9%_2h_4	3,11
Média	3,06
Desvio padrão - σ	0,07

A10 – Resultados das resistências à flexão e compressão, obtidas aos 7 dias, para as pastas produzidas

Tabela A10.1 - Resistências à flexão / compressão e respectivos desvios padrões, obtidos aos 7 dias para as pastas.

Provetes	Flexão (MPa)	Compressão (MPa)
P_Ref_2h_1	3,49	52,88
P_Ref_2h_2	3,73	53,10
P_Ref_2h_3	3,59	53,14
Média	3,61	53,04
Desvio padrão - σ	0,12	0,14
P_6%_1h_1	6,75	54,62
P_6%_1h_2	6,54	54,74
Média	6,64	54,68
Desvio padrão - σ	0,15	0,08
P_6%_2h_1	6,75	61,44
P_6%_2h_2	6,89	61,23
Média	6,82	61,34
Desvio padrão - σ	0,10	0,15
P_6%_4h_1	6,38	56,21
P_6%_4h_2	6,35	56,02
Média	6,36	56,12
Desvio padrão - σ	0,02	0,13
P_3%_2h_1	4,85	58,85
P_3%_2h_2	4,71	58,65
Média	4,78	58,75
Desvio padrão - σ	0,10	0,14
P_9%_2h_1	6,19	59,08
P_9%_2h_2	6,07	59,25
Média	6,13	59,17
Desvio padrão - σ	0,08	0,12

A11 – Resultados das resistências à flexão e compressão, obtidas aos 7 e 90 dias, para as argamassas produzidas

Tabela A11.1 - Resistências à flexão / compressão e respectivos desvios padrões, obtidos aos 7 dias para as argamassas.

Provetes	Flexão (MPa)	Compressão (MPa)
A_Ref_2h_1	0,30	0,46
A_Ref_2h_2	0,40	0,47
A_Ref_2h_3	0,27	0,37
Média	0,32	0,43
Desvio padrão - σ	0,07	0,06
A_6%_1h_1	0,69	1,01
A_6%_1h_2	0,75	0,94
Média	0,72	0,98
Desvio padrão - σ	0,04	0,05
A_6%_2h_1	1,97	4,08
A_6%_2h_2	2,10	4,20
Média	2,04	4,14
Desvio padrão - σ	0,09	0,08
A_6%_4h_1	2,18	4,70
A_6%_4h_2	2,10	4,50
Média	2,14	4,60
Desvio padrão - σ	0,06	0,14
A_3%_2h_1	2,03	3,82
A_3%_2h_2	1,84	4,00
Média	1,94	3,91
Desvio padrão - σ	0,13	0,13
A_9%_2h_1	2,91	8,25
A_9%_2h_2	2,81	8,08
Média	2,86	8,17
Desvio padrão - σ	0,07	0,12

Tabela A11.2 - Resistências à flexão / compressão e respectivos desvios padrões, obtidos aos 90 dias para as argamassas.

Provetes	Flexão (MPa)	Compressão (MPa)
A_Ref_2h_7	0,69	N.A.
A_Ref_2h_8	0,90	0,91
A_Ref_2h_9	0,75	0,92
Média	0,78	0,92
Desvio padrão - σ	0,11	0,01
A_6%_1h_6	1,07	N.A.
A_6%_1h_7	1,04	1,33
Média	1,06	1,33
Desvio padrão - σ	0,02	0,00
A_6%_2h_6	2,29	5,03
A_6%_2h_7	2,12	N.A.
Média	2,21	5,03
Desvio padrão - σ	0,12	0,00
A_6%_4h_6	2,17	N.A.
A_6%_4h_7	2,30	5,51
Média	2,24	5,51
Desvio padrão - σ	0,09	0,00
A_3%_2h_5	1,99	3,40
A_3%_2h_6	1,95	N.A.
Média	1,97	3,40
Desvio padrão - σ	0,03	0,00
A_9%_2h_5	3,40	10,72
A_9%_2h_6	3,28	N.A.
Média	3,34	10,72
Desvio padrão - σ	0,08	0,00

Nota: A nomenclatura N.A. anteriormente utilizada, refere-se a provetes para os quais não foi avaliada a sua resistência mecânica à compressão, tendo sido utilizados no ensaio de porosidade.

A12 – Resultados do ensaio de porosidade aberta, obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas

Tabela A12.1 - Porosidades e desvios padrões, obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas.

Provetes	Porosidade (%)
A_Ref_2h_7_1	49,94
A_Ref_2h_7_2	49,74
Média	49,84
Desvio padrão - σ	0,14
A_6%_1h_6_1	48,13
A_6%_1h_6_2	48,27
Média	48,20
Desvio padrão - σ	0,10
A_6%_2h_7_1	46,52
A_6%_2h_7_2	46,62
Média	46,57
Desvio padrão - σ	0,07
A_6%_4h_6_1	46,17
A_6%_4h_6_2	46,19
Média	46,18
Desvio padrão - σ	0,01
A_3%_2h_6_1	44,74
A_3%_2h_6_2	44,91
Média	44,83
Desvio padrão - σ	0,12
A_9%_2h_6_1	45,74
A_9%_2h_6_2	45,61
Média	45,68
Desvio padrão - σ	0,09

A13 – Resultados do ensaio de ultrassons, obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas

Tabela A13.1 - Resultados de ultrassons e desvios padrões, obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas.

Misturas	Ultrassons (m/s)
A_Ref_2h_7	-
A_Ref_2h_8	-
A_Ref_2h_9	-
Média	-
Desvio padrão - σ	-
A_6%_1h_6	-
A_6%_1h_7	-
Média	-
Desvio padrão - σ	-
A_6%_2h_6	-
A_6%_2h_7	-
Média	-
Desvio padrão - σ	-
A_6%_4h_6	2028,00
A_6%_4h_7	2031,00
Média	2030,00
Desvio padrão - σ	2,12
A_3%_2h_5	1742,00
A_3%_2h_6	1740,00
Média	1741,00
Desvio padrão - σ	1,41
A_9%_2h_5	2674,00
A_9%_2h_6	2670,00
Média	2672,00
Desvio padrão - σ	2,83

A14 – Resultados do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico, obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas

Tabela A14.1 - Módulo de elasticidade dinâmico e respectivos desvios padrões, obtidos aos 90 dias para as argamassas produzidas.

Provetes	E_d (GPa)
A_Ref_2h_7	1,27
A_Ref_2h_8	1,34
A_Ref_2h_9	1,31
Média	1,31
Desvio padrão - σ	0,04
A_6%_1h_6	1,37
A_6%_1h_7	1,32
Média	1,35
Desvio padrão - σ	0,04
A_6%_2h_6	3,30
A_6%_2h_7	3,21
Média	3,25
Desvio padrão - σ	0,07
A_6%_4h_6	3,54
A_6%_4h_7	3,63
Média	3,58
Desvio padrão - σ	0,06
A_3%_2h_5	1,96
A_3%_2h_6	1,93
Média	1,95
Desvio padrão - σ	0,02
A_9%_2h_5	3,99
A_9%_2h_6	3,81
Média	3,90
Desvio padrão - σ	0,12

A15 – Resultados das resistências à compressão, obtidas aos 28 e 90 dias, para as argamassas submetidas ao ensaio de ciclo secagem/molhagem

Tabela A15.1 - Resistências à compressão, obtidas aos 28 e 90 dias para as argamassas, após terem sido submetidas ao ensaio de secagem/molhagem.

Misturas	Compressão (MPa) – 28 dias	Compressão (MPa) – 90 dias
A_Ref_2h	1,06	0,57
A_6%_1h	3,94	0,85
A_6%_2h	5,33	3,01
A_6%_4h	5,53	4,09
A_3%_2h	4,03	2,80
A_9%_2h	6,64	6,75