



INFLUÊNCIA DA DIATOMITA NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE ARGAMASSAS FRENTE AO ATAQUE ÁCIDO

Ana Amélia Mota dos Santos ⁽¹⁾; Livia Pedra Pessanha ⁽²⁾; Guilherme Chagas Cordeiro ⁽³⁾

(1) Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF - e-mail: anamota.eng@gmail.com;

(2) Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF - e-mail: liviappessanha@live.com;

(3) Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro– UENF - e-mail: gcc.uenf@gmail.com.

RESUMO

O presente trabalho tem por objetivo avaliar a influência do emprego de uma diatomita calcinada proveniente da Bahia (Brasil) nas propriedades de argamassas submetidas ao ataque por ácido sulfúrico (H_2SO_4). As argamassas foram produzidas com a substituição de 0, 10, 20 e 30% (em massa) de cimento pela diatomita. Corpos de prova das diferentes misturas produzidas foram mantidos em cura por imersão em água saturada de cal por 28 dias e, em seguida, foram divididos em dois grupos iguais. O primeiro grupo continuou em água por mais 63 dias e o segundo foi imerso em solução de H_2SO_4 (2%) pelo mesmo período. Ensaios de variação de massa e resistência à compressão axial foram conduzidos para uma avaliação do efeito da diatomita frente ao ataque ácido. Os resultados mostraram que o teor de substituição de cimento pela diatomita influenciou de forma significativa a resistência à compressão das argamassas. O melhor desempenho mecânico foi alcançado pela mistura com maior teor de pozolana. Após exposição ao H_2SO_4 , houve uma redução considerável da resistência das argamassas. Entretanto, não foram observadas diferenças estatísticas significativas entre a mistura de referência e as misturas com diatomita.

Palavra-Chave: Diatomita, Pozolana natural, Ataque ácido, Durabilidade.

INFLUENCE OF DIATOMITE ON MORTAR MECHANICAL BEHAVIOR UNDER ACID ATTACK

ABSTRACT

The present work aims to evaluate the influence of a Brazilian calcined diatomite from Bahia on the properties of high-performance mortars exposed to sulfuric acid (H_2SO_4) attack. The mortars were produced with the replacement of 0 (control), 10, 20 and 30% (by mass) of cement by diatomite. Specimens of the different mixes were kept in saturated lime-water curing for 28 days. Then, the specimens were divided into two equal groups. The first group continued in water for more 63 days and the second group was immersed in 2% H_2SO_4 solution for the same time. Tests of mass variation and compressive strength were carried out aiming an evaluation of the effect of diatomite over acid attack. The results showed that the cement substitution content by diatomite significantly influenced the compressive strength of mortar. The best mechanical performance was achieved by mixing with higher pozzolan content. After exposure to H_2SO_4 , there was a considerable reduction in mortar resistance. However, no statistically significant differences were observed between the reference mixture and the diatomite mixtures.

Keywords: Diatomite, Natural pozzolan, Acid attack, Durability.



1. INTRODUÇÃO

O ataque ácido se caracteriza pela formação da gipsita ou da etringita por meio das reações químicas entre ânions SO_4^{2-} com o hidróxido de cálcio (CH) ou com as fases aluminato do cimento Portland. Esses compostos são formados nas camadas superficiais do material cimentício e, como são expansivos, induzem tensões internas que geram degradação ⁽¹⁾. Além disso, o mecanismo de degradação da pasta de cimento exposta ao ataque por ácidos também está associado a descalcificação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H), resultando em perda de resistência e desintegração do material cimentício ⁽²⁾. Uma importante alternativa para estruturas de concreto sujeitas ao ataque ácido consiste no emprego de pozolanas ⁽³⁾. A redução do teor de CH, e consequente formação de C-S-H, decorrente das reações pozolânicas, combinadas ao aumento da compacidade da matriz de cimento pela ação de empacotamento promovida pelas partículas da pozolana, podem promover melhoria da resistência mecânica e da durabilidade da pasta endurecida ^(4, 5).

A diatomita é uma pozzolona natural e possui elevado teor sílica amorfa em sua composição. Portanto, quando utilizada como aditivo mineral, pode promover o aumento da resistência e durabilidade do sistema cimentício ⁽⁶⁾. Adicionalmente, a inclusão da diatomita na mistura promove uma maior densificação do concreto, que também será responsável pela melhoria do desempenho da estrutura ⁽⁷⁾. Nesse contexto, o presente trabalho tem por objetivo avaliar a influência do emprego de uma diatomita nas propriedades de argamassas submetidas ao ataque por ácido sulfúrico (H_2SO_4). As argamassas foram produzidas com a substituição de 0, 10, 20 e 30% (em massa) de cimento pela diatomita. Ensaios de variação de massa e de resistência à compressão axial foram conduzidos para uma avaliação do efeito da diatomita frente ao ataque ácido ao longo de 63 dias.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Produção e caracterização da diatomita

Nesse estudo, uma diatomita calcinada em forno rotativo a 900 °C obtida em uma usina de beneficiamento (Ciemil Diatomita) localizada na cidade de Vitória da Conquista-BA foi utilizada. Após coleta, o material foi submetido à moagem a seco em um moinho de bolas tipo Sonnex (Pavitest) por 60 min, visando a obtenção de um tamanho característico D_{50} abaixo a 10 μm .



As granulometrias das amostras *in natura* (DIATin) e da moída (DIAT60) foram obtidas via analisador de partículas a laser Mastersizer 2000 (Malvern Instruments). A composição química, em termos de óxidos, foi determinada através de ensaio de espectroscopia de fluorescência de raios X, em equipamento EDX 800 da Shimadzu e a perda ao fogo foi determinada conforme procedimentos descritos na NBR NM 18 ⁽⁸⁾. A composição mineralógica da diatomita foi determinada por difratometria de raios X em difratômetro Rigaku Miniflex 600 operando com radiação Cu-K α , tensão de 40 kV, corrente de 15 mA. As condições de análise foram: ângulo 2 θ entre 8° e 70°, passo de 0,02° e velocidade angular de 10°/min.

A atividade pozolânica foi avaliada de acordo com o método Chapelle modificado ⁽⁹⁾. Com base nessa metodologia, a reatividade do material foi obtida por meio de uma solução aquosa composta por uma mistura de 1 g do material estudado, 2 g de CaO e 250 g de água isenta de CO₂, mantida a 90 \pm 5 ° C durante 16 h. O resultado do ensaio foi expresso pela quantidade de hidróxido de cálcio fixado por grama de material pozolânico.

Para a produção das argamassas, foi utilizado um cimento Portland CPP Classe G ⁽¹⁰⁾. A sua composição química, em termos de óxidos, é mostrada na Tabela 1. O agregado miúdo utilizado foi uma areia média (proveniente do Rio Paraíba do Sul) com módulo de finura de 2,6 e massa específica 2,60 g/cm³. Um aditivo superplastificante a base de éter carboxílico modificado com massa específica de 1,21 g/cm³ e teor de sólidos de 28,9% (em massa) e água deionizada também foram utilizados para produção das argamassas.

Tabela 1 - Composição de óxidos e perda ao fogo (% em massa) dos materiais cimentícios.

Material	SiO ₂	Al ₂ O ₃	SO ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	K ₂ O	NaO ₂	MgO	Perda ao fogo
Diatomita	83,4	12,0	1,8	0,9	0,4	0,3	0,8	–	–	0,2
Cimento	21,9	3,6	2,7	4,5	–	64,3	0,3	0,1	1,5	1,1

2.2 Dosagem, cura e caracterização das argamassas

As argamassas foram produzidas com uma relação água/aglomerante (a/ag) igual a 0,4 e teores de substituição do cimento pela diatomita de 0, 10, 20 e 30% (em massa). O teor de superplastificante de cada mistura foi definido visando a obtenção de uma consistência de 210 \pm 10mm. Os procedimentos de mistura e a determinação do índice de consistência das argamassas foram realizados conforme a NBR 13276 ⁽¹¹⁾. As proporções e os valores dos espalhamentos das misturas estão apresentados na Tabela 2.



Tabela 2 – Consumo de materiais e valores de espalhamentos das argamassas*.

Mistura	Consumo (kg/m ³)			a/ag	Superplastificante (%)	Espalhamento (mm)
	Cimento	DIAT60	Areia			
M-REF	709,1	0	1772,7	0,4	0,10%	220
M-DIAT60-10%	638,2	70,9	1772,7	0,4	0,10%	214
M-DIAT60-20%	567,3	141,8	1772,7	0,4	0,12%	220
M-DIAT60-30%	496,4	212,7	1772,7	0,4	0,13%	203

*Nota: M-REF: mistura de referência; M-DIAT60-X% (X = 10, 20 ou 30%) as misturas contendo DIAT60.

Para a avaliação da resistência à compressão axial das argamassas, corpos de prova foram moldados em 2 camadas, com adensamento mecânico realizado em uma mesa vibratória. Os moldes foram mantidos em câmara úmida (temperatura de $23 \pm 1^\circ \text{C}$) por 24 h e, após esse período, foram desmoldados e submetidos à cura por imersão em água saturada de cal por 28 dias. Em seguida, os corpos de prova foram divididos em dois grupos iguais, sendo que o primeiro grupo continuou em cura em água saturada de cal por mais 63 dias e o segundo foi imerso em uma solução com concentração de 2% de H_2SO_4 pelo mesmo período. Os procedimentos de ataque por ácido sulfúrico foram realizados com base em metodologia descrita por ⁽¹²⁾.

O pH da solução foi monitorado durante todo o período de exposição. A variação de massa dos corpos de prova de todas as misturas foi monitorada periodicamente (duas vezes por semana) durante o tempo de exposição ao ataque. Para a determinação da massa, cada corpo de prova foi retirado da solução, lavado em água corrente para remoção dos materiais soltos, pesados e devolvidos a solução. O ensaio de resistência à compressão foi realizado em corpos de prova cúbicos (50 mm de aresta), de acordo com a ASTM C109M-16 ⁽¹³⁾. As rupturas ocorreram em máquina universal Shimadzu UHI-500kNI, com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. Os resultados obtidos foram tratados estatisticamente com emprego da análise de variância (ANOVA), seguida de teste de comparação múltipla de médias (CMM).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização da diatomita moída (DIAT 60)

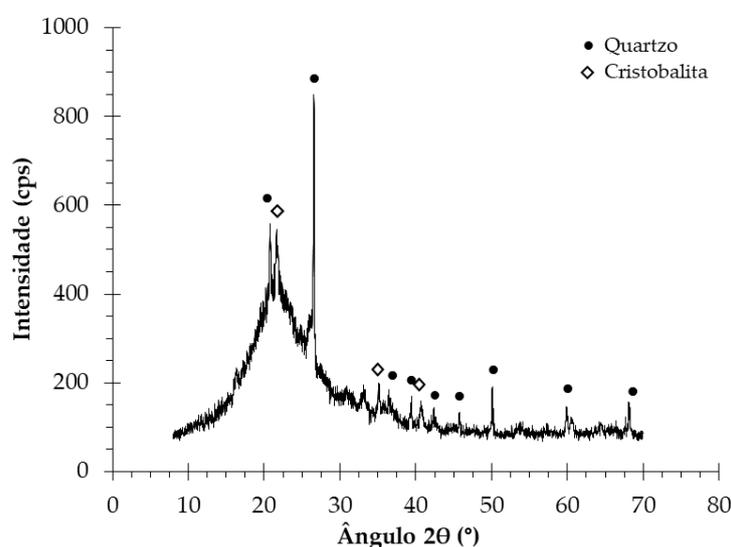
A diatomita estudada possui 83,4% de SiO_2 e 12% de Al_2O_3 , além de óxidos como SO_3 e Fe_2O_3 em menores quantidades (Tabela 1). Santos *et al.* ⁽¹⁴⁾ encontraram composições químicas similares para diatomitas calcinadas em diferentes temperaturas. A baixa perda ao fogo da diatomita estudada (0,2%) resulta do procedimento de calcinação. Yilmaz e Ediz ⁽¹⁵⁾ e Posi *et al.* ⁽¹⁶⁾ também



encontraram valores de perda ao fogo abaixo de 1% para diatomitas calcinadas em temperaturas variando entre 800 e 1000°C.

A Figura 1 mostra o difratograma de raios X da DIAT60, que revela a presença picos cristalinos de quartzo e cristobalita. Observa-se, ainda, no difratograma a presença de um halo de amorfização (entre 22 e 25°), que indica a presença de sílica amorfa. O resultado do ensaio de Chapelle modificado indica um consumo de 1.178 mg $\text{Ca(OH)}_2/\text{g}$ de DIAT60. Esse valor é superior ao consumo mínimo estabelecido pela NBR 15894-1 ⁽¹⁷⁾ para um metacaulim (750 mg $\text{Ca(OH)}_2/\text{g}$ de pozolana) e evidencia a elevada atividade pozolânica do material estudado.

Figura 1 – Difratograma de raios X da DIAT60.



3.2 Variação de massa argamassas

Ao longo de 63 dias de ataque ácido, os valores de perda de massa das misturas com DIAT60 são similares à perda observada na M-REF, com exceção da argamassa com 30% de diatomita, conforme observado na Figura 2. Visualmente, dois comportamentos distintos podem ser observados no que se refere à perda de massa ao longo do tempo, principalmente na comparação entre a referência e a argamassa com maior teor de DIAT60 (30%). A referência é caracterizada pelo deslocamento das fases formadas durante o ataque (gesso e etringita), o que resulta em pequena espessura da região degradada (Figura 3a). O deslocamento mais intenso da referência pode ser explicado pela maior velocidade de formação de gesso e etringita em um sistema com mais hidróxido de cálcio e, conseqüentemente, com maior pH. A mistura M-DIAT-30%, por sua vez, apresenta a camada degradada mais espessa dentre todas as misturas avaliadas (Figura 3d). De



fato, observa-se que a maior espessura média da região degradada é observada para o M-DIAT60-30% ($2,28 \pm 0,39$ mm), enquanto M-REF apresenta uma espessura média da região igual a apenas $0,65 \pm 0,29$ mm. As outras duas misturas confirmam o aumento da espessura da região degradada à medida que o teor de DIAT60 na mistura aumenta (M-DIAT60-10% com $0,88 \pm 0,27$ mm e M-DIAT60-20% com $1,43 \pm 0,11$ mm).

Figura 2 - Variação de massa das argamassas ao longo de 63 dias de ataque ácido.

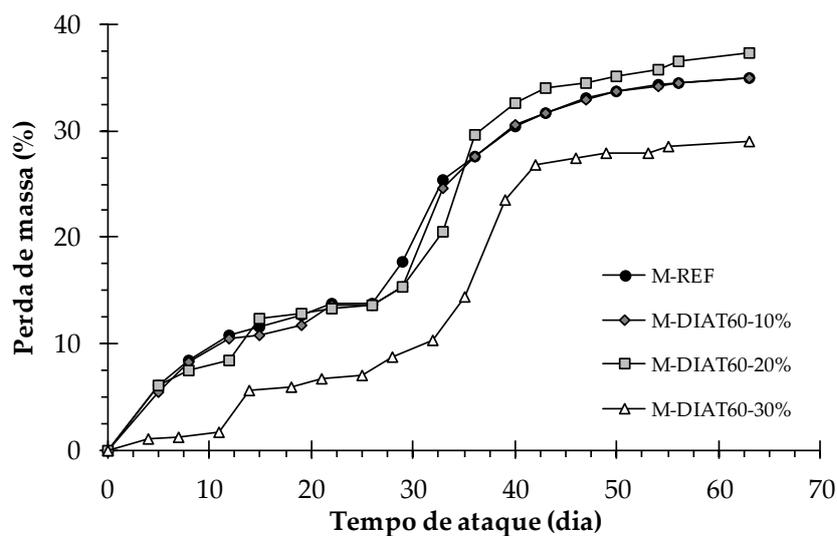
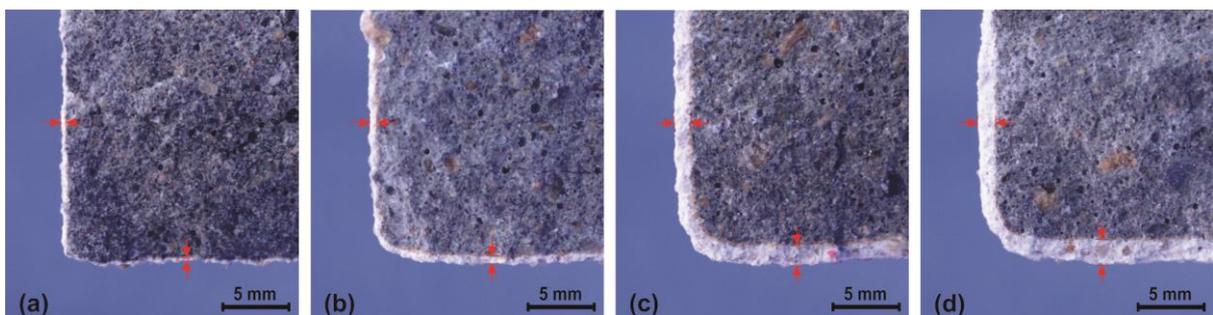


Figura 3 – Espessura da região degradada dos corpos de prova de M-REF (a), M-DIAT60-10% (b), M-DIAT60-20% (c) e M-DIAT60-30% (d).



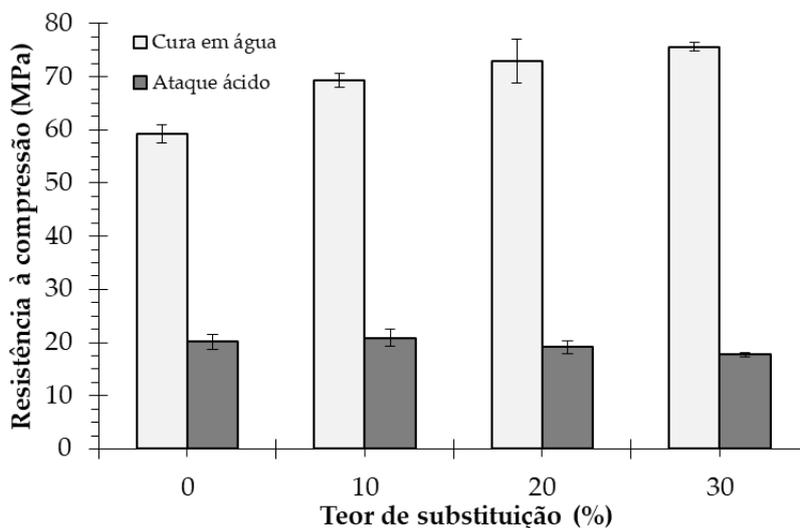
3.3 Resistência à compressão das argamassas

Os resultados de resistência à compressão das argamassas estão apresentados na Figura 4. A análise de variância ($F_c = 43,84$; $F_t = 4,07$; $p < 0,05$) mostra que a resistência à compressão é significativamente influenciada pelo teor de substituição de cimento por DIAT60 para o grupo de argamassas submetidos à cura em água. Os maiores valores de resistência são alcançados pelas argamassas produzidas com a pozolana. O aumento da resistência à compressão de misturas com



diatomita pode ser atribuído à atividade pozolânica e aos efeitos físicos provocados pela inclusão dessa pozolana nas misturas ⁽¹⁸⁾.

Figura 4 - Resistência à compressão das argamassas.



Como também mostra a Figura 4, após 63 dias de exposição ao ataque ácido, há uma redução da resistência mecânica das argamassas. Essa queda de resistência está diretamente associada à perda de massa sofrida pelas argamassas durante o ataque ácido, em decorrência das reações químicas que geram gipsita e etringita. A maior queda absoluta de resistência (76%) é observada na mistura com 30% de DIAT60. A mistura de referência, por outro lado, apresenta a menor redução de resistência (66%).

A menor perda de massa do M-DIAT60-30% não está associada a uma menor queda de resistência, como mostram as Figuras 2 e 4. Nesse sentido, torna-se importante destacar que as diferentes espessuras da camada degradada contribuem de forma significativa para os valores finais de resistência. Assim, pode-se inferir que a resistência das argamassas com DIAT60 sofrem maior queda em função da presença de área degradada maior nos corpos de prova. Ressalta-se que a região aderida ao corpo de prova não foi subtraída da área da seção transversal do corpo de prova para o cálculo da resistência à compressão. Outros autores também observaram as divergências entre os resultados de resistência à compressão e de perda de massa de misturas cimentícias submetidas ao ataque por ácido sulfúrico (SENHADJI *et al.*, 2014).

Embora a queda de resistência tenha sido mais pronunciada na mistura com maior teor de DIAT60, a análise de variância ($F_c = 4,691$; $F_t = 3,490$; $p < 0,05$) e comparação múltipla de médias mostram que somente as misturas com 10 e 30% de DIAT60 apresentam valores de resistência



estatisticamente diferentes entre si. Dessa forma, é possível afirmar não há diferença significativa entre os valores de resistência alcançados pela mistura de referência e as misturas com diatomita após o ataque.

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados nesse estudo, pode-se concluir que:

- A diatomita estudada apresentou características químicas e físicas adequadas para utilização como adição pozolânica;
- O teor de substituição de cimento pela DIAT60 influenciou de forma significativa a resistência à compressão das argamassas. O melhor desempenho mecânico foi alcançado pela mistura com maior teor de pozolana (30%);
- Após o ataque por ácido sulfúrico, houve uma redução considerável dos valores de resistência à compressão das argamassas;
- Após exposição ao ácido, não foram observadas diferenças estatísticas significativas entre os valores de resistência alcançados pela mistura de referência e as misturas com diatomita.

5. AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Além disso, os autores agradecem à Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) e à CIEMIL, que forneceu a diatomita.

6. REFERÊNCIAS

1. NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto**. 5. ed. Porto Alegre: BOOKMAN, 2016, 888 p.
2. ESCADEILLAS, G.; HORNAIN, H. A durabilidade do concreto frente a ambientes quimicamente agressivos. In: OLLIVIER, J. P.; VICHOT, A. (Eds.). *Durabilidade do concreto – Bases científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente*. São Paulo: **Ibracon**, 2014. p. 433-508.
3. MALHOTRA, V. M.; MEHTA, P. K. *Pozzolanic and cementitious materials*. 1 ed. Amsterdam: Gordon and Breach Publishers, 191 p., 1996.



4. CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Pozzolanic activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement and lime mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, p. 410-418, 2008.
5. MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 2.ed. São Paulo: IBRACON, 2014. 782 p.
6. KASTIS, D.; KAKALI, G.; TSIVILIS, S.; STAMATAKIS, M.G. Properties and hydration of blended cements with calcareous diatomite. **Cement and Concrete Research**, v. 36, p. 1821-1826, 2006.
7. ERGUN, A. Effects of the usage of diatomite and waste marble powder as partial replacement of cement on the mechanical properties of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 25, p. 806-812, 2011.
8. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 18**: Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2004.
9. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15895**: Materiais pozolânicos - Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado - Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010.
10. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9831**: Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos - Requerimentos e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 2006.
11. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13276**: Argamassa para e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura e determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2002.
12. SENHADJI, Y.; ESCADEILLAS, G.; MOULI, M., KHELAFI, H.; BENOSMAN. Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar. **Powder Technology**, v. 254, p. 314–323, 2014.
13. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C109M-16A**: Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars (using 2-in. or [50- mm] cube specimens). Philadelphia, 2016.
14. SANTOS, E. A.; MELO, M. A. F.; MELO, D. M. A.; FREITAS, J. C. O.; MARTINELLI, A. E. MELO, V. R. M.; MEDEIROS, R. L. B. A. Influência da adição de diatomita nas propriedades de pastas geopoliméricas: volume de filtrado, tempo de espessamento e resistência à compressão. **Cerâmica**, v. 61, p. 309-316, 2015.
15. YILMAZ, B.; EDIZ, N. The use of raw and calcined diatomite in cement production. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, p. 202-211, 2008.
16. POSI, P.; LERTNIMOLCHAI, S.; SATA, V.; CHINDAPRASIRT, P. Pressed lightweight concrete containing calcined diatomite aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 47, p. 896-901, 2013.
17. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15894**: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro, 2010.
18. AHMADI, Z.; ESMAEILI, J.; KASAEI, J.; HAJIALIOGHLI, R. Properties of sustainable cement mortars containing high volume of raw diatomite. **Sustainable Materials and Technologies**, v. 16, p. 47–53, 2018.