COMPARATIVO ENTRE O ENSAIO DE VICAT E RESISTIVIDADE ELÉTRICA PARA DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE INÍCIO E FIM DE PEGA DE GEOPOLÍMEROS

DLUGOKENCKI; ANA CLAUDIA[1], BRAMBILLA; Brenda Camargo[1], ALMEIDA; Willians Lopes de[1], SOUSA; Vânia Caldas de[1]

[1.] Laboratório de Cerâmicas Avançadas (LABCAV) e LABIOMAT-Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais/PPGE3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, Brasil.

dlugokencki@gmail.com

RESUMO

Geopolímeros apresentam grande potencial como substitutos do cimento Portland, por serem materiais sustentáveis e obterem propriedades mecânicas semelhantes. No entanto, para garantir que o novo produto se torne atrativo ao mercado, são necessárias diversas pesquisas para que o mesmo conquiste as características desejáveis. Neste trabalho, usando uma pasta geopolimérica fabricada com metacaulim e silicato de potássio, foi estudado dois métodos de ensaio para a determinação do tempo de início e fim do endurecimento (pega), utilizando-se aparato simples desenvolvido para a medição da resistividade elétrica em laboratório e relacionando-a com o tempo de pega obtido através de agulha de Vicat. Os resultados do ensaio de resistividade elétrica não apresentaram variação significativa para que pudessem identificar o início da pega determinado pelo

ISBN: 978-65-89908-00-5

ensaio de Vicat, todavia o tempo de endurecimento das amostras em ambos os ensaios foi compatível, apresentação uma variação menor que 10%.

ABSTRACT

Geopolymers have great potential as a substitute for Portland cement, as they are sustainable materials and have similar mechanical properties. However, to ensure that the new product becomes attractive to the market, several researches are necessary so that it achieves the desirable characteristics. In this work, using a geopolymeric paste made with metakaolin and potassium silicate, two test methods were studied to determine the start and end times of hardening (handle), using a simple apparatus developed for the measurement of electrical resistivity in the laboratory. and relating it to the holding time obtained through a Vicat needle. The results of the electrical resistivity test did not show significant variation so that they could identify the start of the grip determined by the Vicat test, however the time of hardening of the samples in both tests was compatible, presenting a variation less than 10%.

Palavras-chave: Geopolímero; tempo de pega; ensaio de vicat; resistividade elétrica.

INTRODUÇÃO

O concreto é de longe o material de construção mais versátil e popular do mundo, sua indústria aumentou rapidamente nos últimos anos como resultado do desenvolvimento urbano contínuo (PROVIS; BERNAL, 2014). O cimento Portland tem uma influência prejudicial na atmosfera porque emite uma quantidade significativa de gases de efeito estufa como resultado do alto volume de dióxido de carbono produzido durante sua fabricação, a quantidade de CO2 emitida é de aproximadamente " uma tonelada para cada tonelada de cimento Portland” produzido. (BISARYA et al, 2015). Estima-se que apenas 40% da infraestrutura necessária para o mundo até 2050 existe atualmente e os 60%

ISBN: 978-65-89908-00-5

restantes ainda serão construídos (MISHRA et al, 2020; IEA, 2021). Deste modo, surge uma necessidade urgente de reduzir nossa dependência do cimento e desenvolver ligantes ecologicamente corretos. O termo “geopolímero” foi introduzido pela primeira vez em 1978 por Joseph Davidovits para descrever uma família de ligantes minerais com estruturas tridimensionais amorfas, formados por tetraedros de SiO4 e AlO4, ligados alternadamente por átomos de oxigênio e que possuem como características básicas dureza, durabilidade e estabilidade térmica (DAVIDOVITS, 1991). Para sua produção é utilizado um material precursor como fonte de aluminossilicato (elevados teores de Si e Al) sendo Metacaulim, escorias de alto forno e cinzas volantes as principais fontes, juntamente com uma solução ativadora alcalina (silicatos e hidróxidos de Na+ ou K+) (LONGHI, 2015). Geopolímeros exibem propriedades mecânicas semelhantes aos aglutinantes de cimento Portland normais, mas reduzem significativamente as emissões de CO2 (PROVIS et al, 2015). A estrutura inorgânica dos geopolímeros favorece a estabilidade em temperaturas elevadas, durabilidade, resistência mecânica e resistência à corrosão, demonstrando assim sua viabilidade como alternativa de substituição aos produtos de cimento Portland (PASUPATHY et al, 2017) O tempo de pega é um parâmetro crucial para o desenvolvimento da construção e o controle de qualidade dos materiais cimentícios. As etapas de mistura, transporte, adensamento e finalização dependem do tempo de trabalhabilidade desses materiais, podendo ser regulada com aditivos para que atendam às necessidades da indústria (CAMÕES, 2005). Os termos início e fim de pega são utilizados para descrever a transição de um estágio fluido para um estado rígido das misturas a base de cimento. Com o processo de endurecimento ocorre uma mudança na consistência da pasta que inviabiliza sua trabalhabilidade, este fenômeno é caracterizado como pega do cimento (NEVILLE, 1997). O ensaio utilizado para determinar os tempos de início e final de pega é o Método da agulha de Vicat (NBR 16607 (ABNT, 2018)), todavia devido à falta de equipamento, estrutura de laboratório e a deficiência de técnico treinado, a realização deste ensaio torna-se muitas vezes inviável.

ISBN: 978-65-89908-00-5

A resistividade elétrica de um material igualmente pode ser empregada na determinação do tempo de pega. No momento da pega, há uma acentuada redução na condutividade elétrica da pasta de cimento, o que permite estabelecer medição de tempo de pega a partir de ensaios de medição da condutividade elétrica (NEVILLE, 1997). Zongjin et al. (2007) realizou um estudo com um dispositivo patenteado, não penetrante para a determinação do início e fim de pega do concreto e correlacionando esses valores com os obtidos no ensaio de Vicat. Estudos anteriores demonstraram eficácia na aplicação de medidas elétricas para determinar diversas propriedades dos geopolímeros, todavia o comportamento da resistividade elétrica de geopolímeros com uma gama mais ampla de parâmetros ainda precisa de mais discussões e investigações (CAI et al, 2020; TOMLINSON et al, 2017) Desta forma, o presente artigo objetiva apresentar a possibilidade de determinação dos tempos de início e fim de pega para materiais geopoliméricos baseados em metacaulim e silicato de potássio, através da comparação dos resultados obtidos nos ensaios de agulha de Vicat e resistividade elétrica, para estabelecimento do tempo disponível de trabalhabilidade destes materiais.

METODOLOGIA

Materiais

Para o desenvolvimento das pastas geopoliméricas foi usado Metacaulim, uma argila mineral de alta reatividade, como material precursor sendo a principal fonte de sílica (SiO_2) e de alumina (Al_2O_3). A distribuição granulométrica das partículas foi determinada usando a difração a laser (Cilas 1180). A composição química foi determinada pela técnica de fluorescência de raios X (EDX 720 HS /Shimadzu) . Como ativador alcalino foi utilizado uma solução de silicato de potássio doada pela empresa Sigeo – Soluções Inovadoras em Geopolímeros.

Preparação das amostras

ISBN: 978-65-89908-00-5

Para a preparação das pastas geopoliméricas foi utilizada a proporção mássica de 1:1 entre o precursor e o ativador alcalino. A mistura foi homogeneizada no agitador mecânico (Stirrer DLH / VELP) na velocidade de 300 rpm durante 10 minutos. Após este procedimento a pasta foi submetida aos ensaios de início e fim de pega. Todos os ensaios foram conduzidos sob uma temperatura ambiente de 23 ± 2 ° C.

Ensaio de agulha de Vicat

Os tempos de pega inicial e final foram medidos seguindo as diretrizes descritas na NBR 16607 (2018) que estabelece o método para determinação dos tempos de pega da pasta de cimento Portland, utilizando o aparelho de Vicat. Os ensaios foram baseados em normas e procedimentos usuais para materiais cimentícios, visto que os geopolímeros não possuem normas técnicas em vigência. O aparelho é constituído de molde tronco cônico que deve ser preenchido com a pasta, e uma agulha seção de 1 mm² e atua com pressão de 23,58 kg sobre a área de 0,786 cm² como demonstra a Figura 1. As medições foram feitas a cada 5 minutos para determinar o tempo de pega inicial e final. No decorrer do ensaio dois pontos são bem característicos e nestes ocorrem mudanças bruscas na reologia da pasta, o primeiro (T1), apresenta um gradativo enrijecimento com do crescimento brusco da viscosidade, que convencionou-se chamar por tempo de início de pega. O segundo ponto conhecido como fim da pega ocorre à passagem do estado plástico para o estado sólido (Calado et al, 2015).

ENG MAT CON
CONGRESSO ONLINE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
27 A 30 de abril 2021
ISBN: 978-65-89908-00-5

Figura 1: Ensaio agulha de Vicat.

O tempo de início de pega é o intervalo de tempo entre a hora em que a agulha estaciona a 1mm do fundo do molde e a hora do início da mistura. O tempo de fim de pega é o intervalo de tempo entre a hora em que a agulha deixa apenas uma leve impressão na superfície da pasta.

Ensaio de resistividade elétrica

O ensaio para medição da resistividade elétrica nas pastas geopoliméricos foi baseado em estudos anteriores (ZONGJIN et al, 2007; CALADO, 2015; CALADO et al, 2019). O ensaio buscou avaliar o comportamento da passagem de corrente elétrica nas pastas geopoliméricas durante um determinado tempo. Para medição da evolução da resistividade elétrica da pasta, foi proposto um aparato simples e original desenvolvido para a pesquisa, conforme apresentado na Figura 2.

ENG MAT CON
CONGRESSO ONLINE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
27 A 30 de abril 2021
ISBN: 978-65-89908-00-5

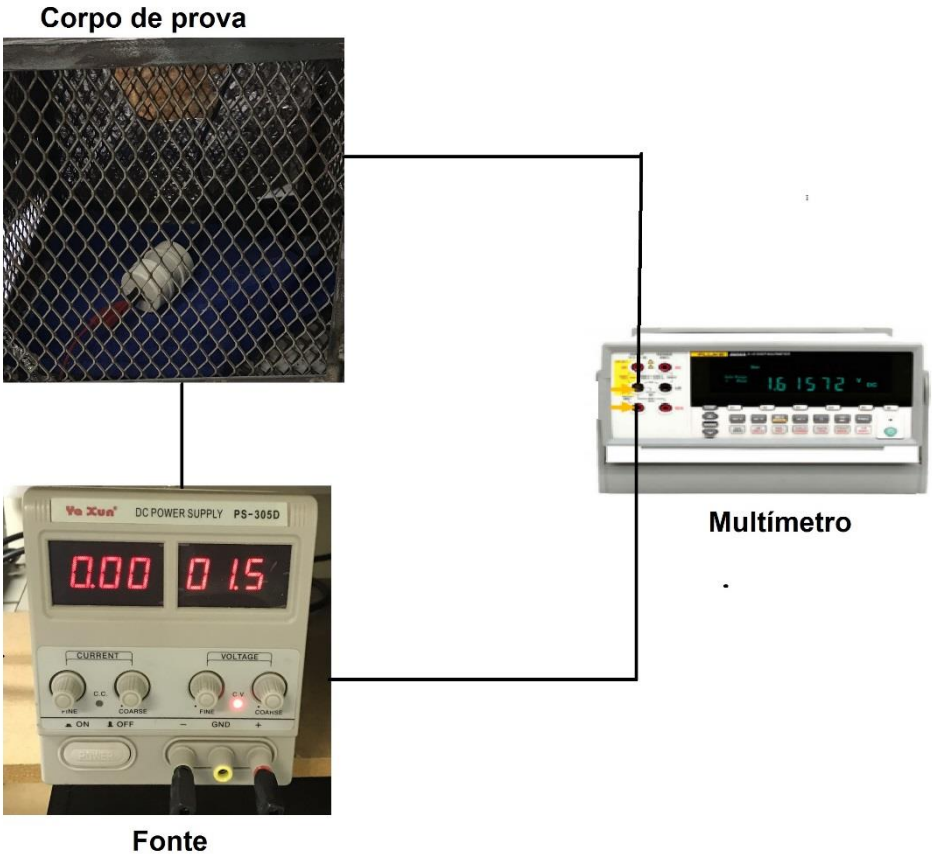

Figura 2: Aparato para realização dos ensaios de resistividade elétrica.

As pastas geopoliméricas produzidas foram transferidas para os corpos de prova confeccionado em PVC e CAP. Nas extremidades do tudo foram fixados dois pinos para assegurar a condução da corrente elétrica conforme Figura 3. O molde foi então conectado a uma fonte (PS-305D, Ta Xun) e a um multímetro digital com auxílio de cabos para fazer a conectividade entre os elementos.

ISBN: 978-65-89908-00-5

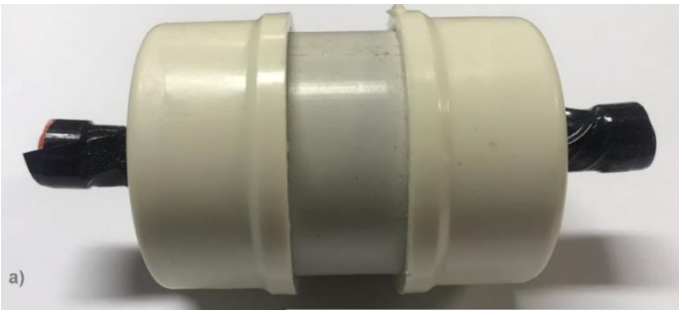

Figura 3: Molde para ensaio de resistividade elétrica.

As medições foram registradas em intervalos de 10 minutos medindo-se intensidade da corrente elétrica em miliámpere (mA) obtida através da leitura do multímetro conectado. O cálculo da resistividade elétrica foi realizado conforme a equação 1, que segue a Lei de OHM.

$$\rho_v = \frac{U}{I} \times \frac{A}{h}$$

(Eq. 1)

Onde: U é a voltagem que passa pelo corpo de prova em volts (V); I é a corrente lida no multímetro em Ampères (A), A é a área do pino em cm² e h, o comprimento do tubo em cm. A resistividade é dada então em KΩ-cm.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Caracterização do Metacaulim

A Figura 4 apresenta a curva de distribuição granulométrica do metacaulim obtida por difração a laser. Observa-se que o tamanho médio de partícula é de aproximadamente 19,32 μm.

ENG MAT CON
CONGRESSO ONLINE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
27 A 30 de abril 2021
ISBN: 978-65-89908-00-5

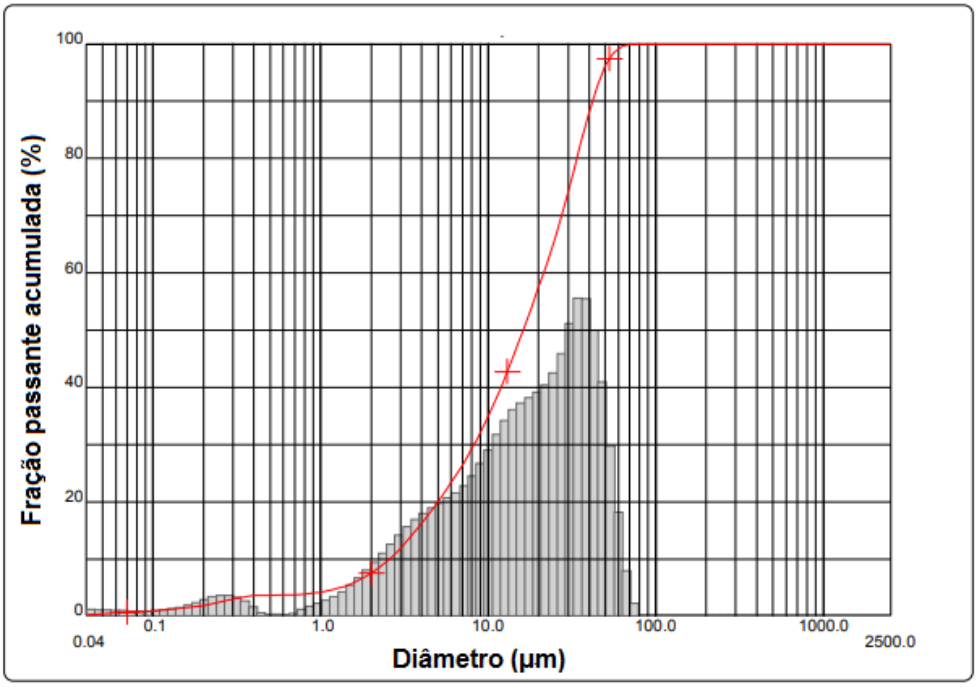

Figura 4: Curva granulométrica do metacaulim.

Em relação a composição química do metacaulim usado como precursor pode-se observar na Tabela 1 a presença de maior porcentagem de SiO2 e Al2O3, na proporção característica do metacaulim e também observa-se a presença de outros óxidos em menor porcentagem destacando-se o Fe2O3 e K2O.

Tabela 1: Constituintes químicos do precursor metacaulim.

Composição química	Metacaulim
SiO2 (%)	56,10
Al2O3 (%)	32,64
Fe2O3 (%)	3,47
CaO (%)	0,14
MnO (%)	0,05
Na2O (%)	0,26
K2O (%)	2,45
TiO2 (%)	1,58
MgO (%)	0,86
Perda ao fogo (%)	2,43

ISBN: 978-65-89908-00-5

Determinação do tempo de pega pelo ensaio de Agulha de Vicat

Na Tabela 2 constam os valores dos resultados do ensaio de tempo de início de pega (Ti Vicat) e tempo de fim de pega (Tf Vicat) realizados nas pastas geopoliméricas.

Tabela 2: Resultados do ensaio de agulha de Vicat.

	Unidade	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3
Ti Vicat	minutos	150	160	155
Tf Vicat	minutos	240	240	235

Os resultados encontrados mostram-se dentre dos padrões estabelecidos na literatura e obtidos nos estudos de Zongjin (2007), Calado (2014) e Ranjbar (2020). O tempo de pega dos materiais geopoliméricos é de cerca de 90 minutos e, em aproximadamente 4 horas, a matriz sofre endurecimento (o tempo é variável dependendo da matéria-prima inicial e condições de processamento), não permitindo a formação de estrutura cristalina. A estrutura amorfa dos geopolímeros é adquirida devido ao rápido endurecimento da matriz (SANTA, 2012). Com base nestes valores é possível observar que o tempo de trabalhabilidade, onde a pasta apresenta as mesmas condições do estado fresco, é superior a 2,5 horas. Esse dado é de crucial importância, por ser a base de comparação para determinar a necessidade de se utilizar aditivos para retardar ou acelerar o tempo de início de pega do material de acordo com a sua aplicação.

Ensaio de Resistividade elétrica em corrente contínua para determinar o tempo de pega

Os valores obtidos no ensaio de resistividade elétrica das pastas geopoliméricas, ao empregar a metodologia proposta pelo presente estudo, são apresentados na Figura 5. As linhas verticais vermelha e preta representam os tempos de pega inicial (Ti) e tempo de pega final (Tf) médios, obtidos com as pastas geopoliméricos no ensaio de Vicat.

ENG MAT CON
CONGRESSO ONLINE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
27 A 30 de abril 2021
ISBN: 978-65-89908-00-5

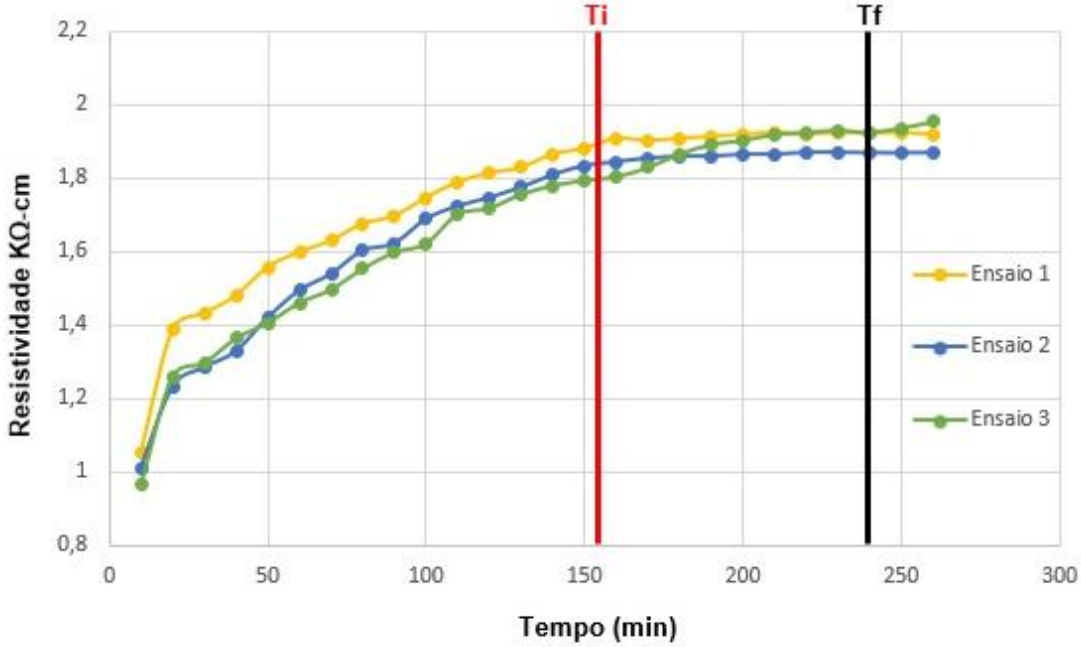

Figura 5: Resultados do ensaio de resistividade elétrica.

Analisando os dados da figura 5 notou-se que todos os corpos de prova apresentaram um comportamento parecido, com a resistividade elétrica crescendo de forma gradativa durante o ensaio. As pastas geopoliméricas não apresentaram um pico de resistividade durante o ensaio como é comum verificar nos materiais cimentícios. No trabalho realizado por Calado et al (2019) foi demonstrado que a resistividade elétrica variava de acordo com a temperatura do corpo de prova das pastas de cimento. Segundo estes autores, no início da mistura, durante a dissolução dos materiais, ocorre um aumento de íons na fase líquida e a resistividade tende a decrescer. Após a fase de hidratação do cimento, ocorre a diminuição da temperatura e respectivo aumento da resistividade. Como o processo de geopolimezação é diferente do processo de obtenção do cimento Portland, sua síntese se dá a partir das reações de dissolução da fonte de aluminossilicato sólido por hidrólise alcalina (consumo de água) que resulta na formação de um gel com uma grande rede de condensação, polimerização e endurecimento (DUXSON et al., 2006). Constata-se assim

ISBN: 978-65-89908-00-5

que o ensaio não apresentou uma variação significativa na resistividade elétrica para caracterizar o início da pega, entretanto se mostrou eficaz para determinar o tempo de endurecimento das amostras uma vez que os resultados apresentaram uma estabilização nos valores da resistência elétrica após 220 minutos de ensaio.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Após análise dos resultados obtidos e comparação com a bibliografia, verificou-se que o ensaio de Vicat, normatizado para o cimento Portland, se mostrou eficaz quando aplicado aos geopolímeros identificando os pontos de início e fim de pega das pastas. O tempo de endurecimento das amostras em ambos os ensaios foi compatível, apresentação uma variação menor que 10%. As medições obtidas no ensaio de resistividade elétrica das pastas geopoliméricas apresentam resultados que caracterizam o fenômeno de fim de pega das amostras. Assim o aparato desenvolvido nesta pesquisa se apresenta como uma opção de baixo custo para ser aplicada durante as etapas de concepção de pesquisa, onde são empregadas muitas variações nas matérias primas, podendo servir como base do tempo de endurecimento para aplicações no desmolde das amostras no laboratório. Em trabalhos futuros, deve-se estudar a influência do uso de corrente alternada nos tempos de pega, além disso deverá ser estudada a relação da resistividade com outras propriedades dos geopolímeros, como sua resistência mecânica, índice de vazios e porosidade. A partir destes resultados, poderão ser criadas melhores correlações, com a possibilidade de explicar alguns comportamentos dos geopolímeros no estado fresco.

REFERÊNCIAS

ABNT NBR 16607 (2018), Cimento Portland — Determinação dos tempos de pega.

ISBN: 978-65-89908-00-5

BISARYA, A. et al. Fly ash based geopolymer concrete a new technology towards the greener environment: A review, *Int. J. Innov. Res. Sci. Eng. Technol*. 4 (12) (2015) 12178–12186.

CAI, J. et al. (2020) Electrical resistivity of fly ash and metakaolin based geopolymers, *Construction and Building Materials*, Volume 234.

CALADO, C. et al. (2015) Durability Indicators Comparison for SCC and CC in Tropical Coastal Environments. *Materials 2015*, 8 1428-1450.

CALADO, C. et al (2019). Desenvolvimento de aparato para medição de resistividade elétrica em pastas de concreto. *Atas do 2º Congresso de Ensaios e Experimentação em Engenharia Civil*, Porto.

CAMÕES, A. (2005), Influência da presença de adições minerais no comportamento do betão fresco em composições com incorporação de superplastificantes. *Revista de Engenharia Civil-Universidade do Minho*, Número 23, Pag. 19-30.

DAVIDOVITS, J. 1991. "Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials." *Journal of Thermal Analysis* 37 (2): 1633–56. www.geopolymer.org.

DUXSON, P. et al. (2006). Geopolymer Technology: The Current State of the Art. *Journal of Materials Science* 42 (9): 2917–33.

''Global cement production, 2010-2019 – Charts – Data & Statistics - IEA." https://www.iea.org/data-and-statistics/charts/global-cement-production- 2010-2019 (accessed Mar 20 2021).

LONGHI, M. A, 2015. Dissertação de Mestrado. *Álcali-ativação do lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo*. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia Programa de pós-graduação em engenharia civil. Rio Grande do Sul.

MISHRA, S. et al. Analysis of recent developments in greenhouse dryer on various parameters- a review, *Materials Today*: Proc. Vol. 38, Part 1 (2021) 371-377.

NEVILLE, A. M. (1997), Properties of concrete – Fourth and Final Edition. *Longman Group Limited*, England. ISBN 0-582-23070-5.

PASUPATHY, K. et al. Durability of low-calcium fly ash based geopolymer concrete culvert in a saline environment, *Cem. Concr. Res*. 100 (2017) 297–310.

PROVIS, J.L; BERNAL, S.A. Geopolymers and related alkali-activated materials, *Annu. Rev. Mater. Res*. 44 (2014) 299–327.

PROVIS, J.L. et al. Advances in understanding alkali-activated materials, *Cem. Concr. Res.* 78 (2015) 110–125.

SANTA, R. (2012). *Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel*. Universidade do Estado de Santa Catarina, JoinvilleSC. Tese.

TOMLINSON, D. et al. (2017) Early age electrical resistivity behaviour of various concrete mixtures subject to low temperature cycling, *Cem. Concr. Compos*. 83 323–334.

ZONGJIN, L. et al. (2007), Determination of Concrete Setting Time Using Electrical Resistivity Measurement. *Journal of Materials in Civil Engineering* 19, 423-427.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) a ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro ao projeto.