

ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE BLOCOS DE CONCRETO CELULAR AUTOCLAVADO (BCCA) COM O AUXÍLIO DE MÉTODOS INSTRUMENTAIS

Matheus de Faria e Oliveira Barreto

Engenheiro Civil graduado na Universidade Federal de Minas Gerais-UFGM

Especialista em Engenharia de Segurança do Trabalho

Mestre em Engenharia Civil / Construção Civil – UFGM

Doutorando em Engenharia Metalúrgica, Minas e Materiais – UFGM

e-mail: matheusfob@yahoo.com.br

Recebido em: 23/03/2012

Aprovado em: 08/11/2012

RESUMO

O bloco de concreto celular autoclavado é obtido por uma mistura de agregados finos com cimento e cal e pelo aprisionamento de bolhas de ar na matriz de argamassa devido ao uso de agentes geradores de ar. Além disso, o seu endurecimento é conseguido por meio da autoclave, ou seja, sob pressão de vapor. O princípio básico de sua concepção é adicionar agentes geradores de gases na cal e/ou no cimento a fim de promover um aumento de volume e uma aeração na estrutura do bloco à medida que os gases escapam. Esta formulação propicia ao bloco ótimas características de isolamento térmico e acústico e uma elevada resistência mecânica. Neste estudo, os blocos de concreto celular autoclavado foram caracterizados quanto à composição química e quanto às propriedades microestruturais através de difração de raios-X (DRX), fluorescência de raios-X (FRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada com espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

Palavras-chave: Bloco. Concreto. Autoclavado.

MICROSTRUCTURAL ANALYSIS OF AUTOCLAVED CELLULAR CONCRETE BLOCKS (ACCB) WITH THE AID OF INSTRUMENTAL METHODS

ABSTRACT

The autoclaved cellular concrete block is obtained by a mixture of fine aggregate with cement and lime and by trapping air bubbles in the mortar matrix through the use of agent's air generators. Moreover, its hardening is achieved by autoclaving, or steam pressure. The basic principle of its design is to add agents generating gases in the lime and or cement in order to promote an increase in volume and aeration in a block structure as the gases escape. This formulation provides the best features of block thermal and acoustic insulation and high mechanical strength. In this study, autoclaved cellular concrete blocks were characterized for chemical composition and on the microstructural properties through X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF) and scanning electron microscopy (SEM) coupled with spectroscopy energy dispersive (EDS).

Keywords: Block. Concrete. Autoclaved.

1 INTRODUÇÃO

O concreto aerado é um material originário dos países escandinavos (Suécia e Dinamarca), tendo sido desenvolvido primeiramente na Suécia, em 1924. A principal característica deste material, a boa isolamento térmica, se adequa plenamente ao clima existente na região, justificando sua origem.

Segundo Bessey (1968), o concreto com agregado leve foi utilizado pelos romanos, há 2.000 anos, para a construção do domo do “Pantheon”, e é aplicado até hoje nas construções. Supõe-se que, além da baixa massa específica, os romanos acreditavam na durabilidade deste material.

Desde 1890 tentava-se adotar métodos para a introdução de poros nos concretos leves, mas não eram praticáveis comercialmente.

O método mais utilizado pelas empresas fabricantes de bloco de concreto autoclavado é um processo de introdução dos poros no concreto leve, trata-se da introdução de um produto químico que reagia com a mistura, liberando gás, responsável pela alta porosidade do material.

Com este método, tentava-se desenvolver um material de construção com as propriedades da madeira, ou seja, boa isolamento térmica, estrutura sólida e facilidade de manuseio, mas sem as desvantagens de combustibilidade e deterioração da mesma.

No Brasil, o bloco celular autoclavado (BCCA) foi muito utilizado na execução de paredes de alvenaria, a partir de tecnologia construtiva insuficiente para o adequado desempenho das paredes, ocasionando assim diversos problemas patológicos que tenderam a prejudicar o desempenho comercial deste produto no mercado nacional.

O principal problema é que este material, cuja tecnologia de produção foi importada dos países de origem, foi vendido e aplicado sem a adaptação à cultura construtiva encontrada no Brasil.

2 BLOCO DE CONCRETO CELULAR AUTOCLAVADO

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 1994), através da NBR 13438, propõe a seguinte definição para o concreto autoclavado:

É um concreto leve obtido através de um processo industrial, constituído de materiais calcários (cimento, cal ou ambos) e materiais ricos em sílica, granulados finamente. Esta mistura é expandida através da utilização de produtos formadores de gases, água e aditivos, se for o caso, sendo submetidos à pressão e temperatura através de vapor saturado. O concreto celular autoclavado contém células fechadas, aeradas, uniformemente distribuídas.

As normas DIN (*Deutsches Institut für Normung*) 4165 (1984) e DIN 4223 (1978) definem o concreto aerado autoclavado (*autoclaved aerated concrete*) como um concreto de poros finos,

elaborado de cimento e/ou cal e substâncias finamente moídas ou de granulometria fina, com a utilização de produtos formadores de gases, água e aditivos, se for o caso, endurecidos sob pressão de vapor.

Segundo Lucas (1986), designam-se por concretos celulares os concretos leves que apresentam uma estrutura alveolar uniforme, cujo diâmetro dos alvéolos (ou células) é da ordem do milímetro e o volume por eles ocupado não será nunca inferior a 50% do volume total do concreto. O concreto celular autoclavado (CCA) é um tipo particular de concreto celular caracterizado pela respectiva cura decorrer em autoclave, sob elevada temperatura e pressão de vapor de água, com vista à obtenção de níveis adequados de resistência mecânica e de retração de secagem.

O concreto aerado é formado por agregado miúdo, aglomerantes, água e agentes responsáveis pela inclusão de poros na argamassa. No concreto com formador de gás, o agente formador de poros é um produto químico que, ao reagir com os outros componentes da mistura, dá origem a um gás que forma os poros da estrutura celular.

Os poros da argamassa e a ausência de agregados graúdos conferem ao concreto celular a baixa densidade.

O concreto aerado com o agregado leve é um tipo de concreto leve formado por uma estrutura celular semelhante à do concreto aerado, com a adição de agregado leve. A baixa massa específica é conferida tanto pelos poros da estrutura celular, quanto pelos vazios existentes no agregado leve.

2.1 Propriedades

Serão brevemente detalhadas abaixo algumas das principais propriedades dos blocos BCCA.

2.1.1 Densidade

A densidade é a principal característica dos blocos de concreto celular autoclavado, pois influencia a maior parte de suas propriedades, principalmente a resistência à compressão e a condutibilidade térmica. A resistência tende a abaixar com a diminuição da densidade, enquanto que a condutibilidade térmica tende a aumentar com a mesma.

O processo de produção dos blocos de concreto celular autoclavado influencia diretamente sua densidade final, pois, conforme o tipo e a dosagem dos constituintes, pode-se obter diversas densidades, variando entre 400 kg/m^3 e 650 kg/m^3 (MOTA, 2001).

2.1.2 Porosidade e absorção de água

A absorção de água influencia várias propriedades dos materiais porosos, tais como: condutividade térmica e retração na secagem. Como os blocos de concreto celular autoclavado apresentam alta porosidade, a característica de absorção de água se torna importante frente às demais propriedades, pois o teor de umidade que poderá influenciá-las é determinado em grande parte pela absorção de água do material.

A absorção de água apresentada pelos blocos pode influenciar o desempenho das funções da alvenaria, através da falta de aderência na interface do bloco com a argamassa. Quando a taxa inicial de sucção de água dos blocos, ou seja, a intensidade com que o bloco poderá retirar água da argamassa é alta, poderá ocorrer absorção de água da mesma ainda em estágio de cura ou até a perda precoce da trabalhabilidade durante o assentamento.

A absorção inicial dos blocos interfere na plasticidade da argamassa no momento do assentamento dos mesmos e a absorção de água com o tempo dos blocos interfere nas características da argamassa durante seu período de cura. (MOTA, 2001).

2.1.3 Condutividade térmica

A condutividade térmica é uma propriedade que representa o fluxo de calor através da superfície do material. Os materiais de construção, em sua grande maioria, possuem no seu interior matéria no estado sólido, líquido (água) e gasoso (ar ou gases especiais). Por isso, a transferência de calor interna envolve três processos distintos: a condução através do sólido, da água e do ar, a convecção através dos movimentos dos gases e a radiação entre as superfícies sólidas. (MOTA, 2001).

Os blocos de concreto celular autoclavado apresentam baixa condutividade térmica, devido principalmente à sua baixa densidade determinada pelos poros da estrutura interna. A existência de água nesses poros preenchidos com ar tende a aumentar a condutividade térmica do material, pelo fato da água conduzir maior quantidade de calor que o ar. (MOTA, 2001).

2.1.4 Resistência mecânica

Segundo Legatski (1978), além da influência direta com a densidade, a resistência à compressão dos blocos de concreto celular autoclavado é influenciada pela umidade dos corpos de prova e condições de cura da mistura no processo de produção dos blocos. A resistência à

compressão tende a aumentar com o aumento da densidade, enquanto que o incremento do teor de umidade dos blocos provoca a redução da resistência.

Além da densidade, o teor de umidade apresentado pelo bloco de concreto celular autoclavado influencia também sua resistência à compressão, pois segundo Houst et. al (1983), não apenas esta propriedade mas todas as propriedades mecânicas dos materiais porosos são influenciadas pelo teor de umidade.

A resistência à compressão dos blocos de concreto celular autoclavado é também influenciada pelo seu processo de fabricação através do método de cura empregado. Vale lembrar que a cura é responsável pela formação do material cimentante, também chamado de silicato monocálcico hidratado que, por sua vez, determina o desenvolvimento de resistência do produto. Logo, como este material cimentante é formado pela reação química entre a areia e a cal, estes constituintes da mistura influem também indiretamente na resistência à compressão.

Observa-se na TAB. 1 que, com a cura em autoclave, obtêm-se valores de resistência à compressão superiores à cura ao ar, para a mesma densidade do produto.

Tabela 1 - Influência do tipo de cura na resistência à compressão do bloco de concreto celular autoclavado

| Densidade no estado seco (kg/m ³) | Resistência à compressão (MPa) | |
|---|--------------------------------|-------------------|
| | Cura ao ar | Cura em autoclave |
| 400 | - | 1,5 |
| 600 | - | 4,5 |
| 800 | 2,0 | - |
| 1000 | 3,5 | 15,0 |
| 1200 | 5,0 | - |
| 1400 | 7,0 | - |

Fonte: Adaptado de Tesuka (1989).

2.2 Caracterização

Para um conhecimento detalhado das características dos materiais utilizados na construção civil, incluindo a composição química, estrutura cristalina com sua composição de fases, microanálise do material e ainda a obtenção de imagens ampliadas da microestrutura, são utilizadas ferramentas investigativas detalhadas a seguir.

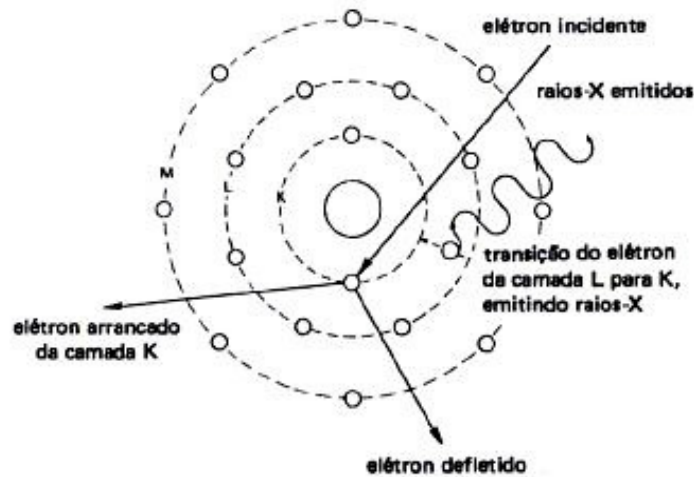
2.2.1 Análise química semiquantitativa por fluorescência de raios-X

O emprego desta técnica permite a obtenção da composição química do material, além de determinar os elementos químicos majoritários e na forma de traços.

Segundo Askelang (1994) a interação de um feixe de raios-X com a matéria leva, entre outras coisas, à emissão de radiação característica. Essa radiação característica emitida pode ser

detectada e relacionada com as espécies presentes no material. Isso é à base da espectrometria por fluorescência de raios-X, como pode ser visto na FIG. 1.

Figura 1- Interação de radiação com a matéria ilustrando o aparecimento de raios-X característicos



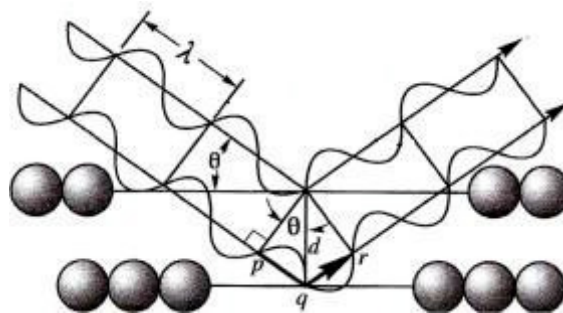
Fonte: Askelang, (1994).

2.2.2 Difração de raios-X

Esta técnica é utilizada para determinação da estrutura cristalina da amostra e, portanto, a composição de fases.

Um feixe de raios-X de um único comprimento de onda da mesma ordem de magnitude do espaçamento atômico é incidido em uma rede cristalina, os raios são espalhados em todas as direções e a maioria sofre interferência destrutiva. Mas se a radiação atinge planos cristalográficos em determinados ângulos, ocorre interferência construtiva ou difração (ASKELAND; FULAY, 1994), como mostra a FIG. 2.

Figura 2 - Interferência construtiva entre estrutura cristalina e raios-X que satisfaz a lei de Bragg's



Fonte: Askelang, (1994).

Tais condições satisfazem à lei de Bragg:

$$\text{sen}\theta = \frac{\lambda}{2.d_{hkl}}$$

na qual θ é metade do ângulo entre a direção original do feixe e o feixe difratado, d_{hkl} é a distância entre planos e λ é o comprimento de onda. Desta forma, o difratograma obtido é resultado da característica dos sistemas cristalográficos de cada fase presente na amostra, permitindo reconhecer as fases cristalinas presentes no material.

2.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Segundo Brandão (2010), a técnica de microscopia eletrônica de varredura permite a obtenção de uma imagem ampliada (até 200.000 vezes) e tri-dimensional da amostra a partir da interação de um feixe de elétrons com o material, desde que este seja não transparente aos elétrons.

O feixe de elétrons (elétrons primários) gerado por efeito termo-iônico em um filamento de tungstênio é acelerado por meio de uma diferença de potencial e colimado através de uma coluna óptico-eletrônica sendo conduzida à câmara que contém a amostra. Este feixe de elétrons, ao incidir em um ponto da amostra, gera uma série de emissões de sinais elétricos que por sua vez irão gerar as imagens. Os sinais emitidos encontram-se sob a forma de elétrons e de fótons, os quais são captados por detectores apropriados, sendo amplificados e processados num sistema analisador específico para cada tipo de sinal. Os sinais mais utilizados para a obtenção de imagens são os elétrons secundários, elétrons retroespalhados e os raios-x. (BRANDÃO, 2010).

Os elétrons secundários são tipicamente pouco energéticos (menos que 50 eV). Uma vez que se originam próximos à superfície da amostra (profundidades menores que 10 nm), são de grande utilidade na obtenção da topografia, possibilitando a formação de imagens tridimensionais e a visualização de detalhes da microestrutura de poros e de interstícios entre as partículas.

Os elétrons retroespalhados são de alta energia e resultam em um elevado volume específico de interação e em uma imagem com menos resolução que a originada pelos elétrons secundários. O coeficiente de retroespalhamento varia diretamente com o número atômico do material focalizado, possibilitando obter, além de imagens tridimensionais, informações quanto à composição química da zona irradiada. Permitem obter imagens com controle de tonalidades, indicando composição química diferenciada, dando idéia da heterogeneidade da amostra. Materiais com número atômico mais alto (Fe, Ti, Mn, Cr) apresentam-se com tonalidades mais claras que aqueles com número atômico mais baixo (Si, Al, e Mg). (BRANDÃO, 2010).

Segundo Brandão (2010), alguns MEVs possuem equipamentos de microanálise acoplado (EDS - *Energy Dispersive Spectrometer* ou WDS - *Wavelength Dispersive Spectrometer*) permitindo a obtenção de informações químicas em áreas da ordem de micrômetros. As informações, qualitativas e quantitativas, sobre os elementos presentes, são obtidas pela captação dos raios X característicos resultantes da interação do feixe primário com a amostra.

Quando materiais apresentam baixa condutividade térmica e elétrica, é necessário revesti-los com uma fina película condutora, a fim de se evitar a geração de cargas eletrostáticas danosas à qualidade da imagem (fenômenos de descarga) e permitir a dissipação do calor produzido pelo bombardeamento eletrônico. O revestimento da superfície da amostra pela deposição de um filme de 10 a 20 nm de espessura, muitas vezes, o carbono é preferível por sua baixa capacidade de absorção de raios - X, transparência na espessura empregada, facilidade de remoção e baixo custo econômico.

2.2.4 Tobermorita

O mineral tobermorita ($\text{Ca}_5(\text{OH})_2\text{Si}_6\text{O}_{16}4\text{H}_2\text{O}$) foi descoberto em Tobermory, Escócia, e ocorre em região de contato entre diabásio e calcário associado com a scawtita ($\text{Ca}_7(\text{Si}_6\text{O}_{18})(\text{CO}_3)\text{H}_2\text{O}$), preenchendo amígdalas em rochas larníticas do contato. (McCONNELL, 1954).

No processo de hidratação do cimento portland, em condições de cura hidrotermal (autoclave), a cinética de hidratação do cimento é acelerada promovendo a formação de produtos de hidratação mais desenvolvidos e cristalizados, distintos daqueles normalmente observados em condições normais de hidratação. O principal produto de reação é o silicato de cálcio hidratado, com estrutura similar ao mineral tobermorita, responsável pelo desenvolvimento das resistências mecânicas. (RAMCHANDRAN, 1965).

A hidratação acelerada do cimento, por autoclave, permitiu o desenvolvimento de vários produtos cimentícios, dentre os quais se destaca o concreto celular autoclavado. É um concreto leve, homogêneo, de natureza siliciosa e com estrutura granular fina e porosa, produto de uma hidratação acelerada de uma mistura de cimento portland, cal, areia e incorporador de ar, curada a alta temperatura (180 a 200°C) e pressão (11 a 15 atmosferas). (SHORT; KINNIBURG, 1978).

3 MATERIAL E MÉTODOS

Para o desenvolvimento deste estudo, foram avaliadas amostras de blocos de concreto celular autoclavado, FIG. 3. Os materiais foram adquiridos no mercado.

Figura 3 – Bloco de concreto celular autoclavado (60 x 30 x 10cm)



Fonte: Acervo do autor.

A identificação dos elementos químicos presentes na amostra foi realizada através de fluorescência de raios - X (FRX), utilizando para tanto um espectrômetro Philips modelo PW2510 equipado com tubo de ródio.

As fases cristalinas constituintes foram identificadas através de difração de raios - X (DRX), utilizando um difratômetro Philips modelo PW3710 equipado com tubo de raios-X com cátodo de cobre.

A análise morfológica e dimensional dos materiais foi conduzida através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), acoplado com Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS). O equipamento utilizado é da marca JEOL, modelo JSM 5410, com espectrômetro de raios X dispersivo em energia (EDS) marca Noran, modelo TN - M3055 com software Voyager acoplado.

Imagens foram obtidas utilizando elétrons secundários e elétrons retroespalhados. Espectros de energia de elétrons, que permitem a avaliação da composição química elementar, foram obtidos através da captura dos raios - X característicos.

3.1 Análise química semiquantitativa por fluorescência de raios-X

As amostras foram preparadas pelo método do pó. Alguns pequenos pedaços do bloco BCCA foram retirados com aproximadamente (4 x 2 x 0,5cm), respectivamente comprimento, largura e espessura. Uma pequena quantidade de amostra foi prensada juntamente com ácido bórico utilizando uma prensa. Após o preparo, as amostras foram submetidas a um feixe de radiações eletromagnéticas na faixa de frequência dos raios - X, a radiação fluorescente proveniente dos saltos eletrônicos ocorridos nos elementos que constituem a amostra foi então analisada utilizando diferentes cristais analisadores, LiF200, Ge, InSb, PX1 e PX2.

3.2 Difração de raios-X

As amostras foram colocadas no porta-amostra após a moagem para redução da granulometria das partículas do material. O ensaio foi realizado em um intervalo de 2θ variando de 3° a 80° , a radiação incidente corresponde a $K\alpha$ do cobre a qual possui $\lambda = 0,15405nm$.

3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras foram recobertas com uma fina película condutora de ouro e acondicionadas em um suporte de latão com fita condutora de grafita, como pode ser visto na FIG. 4.

Figura 4 – Amostra do bloco BCCA (4 x 2 x 0,5 cm) recoberta com ouro



O equipamento não consegue detectar elementos abaixo de 1% em peso. As imagens foram captadas por elétrons secundários e por elétrons retroespalhados. A tensão de aceleração do feixe de elétrons foi de 15 kV (esta tensão proporciona uma obtenção excelente de imagem e uma boa microanálise do material).

As imagens de elétrons secundários tiveram a finalidade de obter boa resolução de imagem com elevado potencial de aumento, no caso 1500 vezes. Com estas imagens, pôde-se perceber a diferença de tonalidades em escala de cinza na amostra indicando diferentes massas específicas dos constituintes, além de dados sobre a topografia que, neste caso específico, não é muito relevante para a análise. Já as imagens de elétrons retroespalhados tiveram a finalidade de obter informações em relação à composição química das fases (número atômico), ou seja, a partir da diferença de tonalidade das partículas visualizadas, foi feita a análise com EDS e obtenção dos gráficos com informações dos compostos químicos presentes nas amostras.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise por difratometria de raios – X revelou composição similar entre as amostras. A tobermorita de 11 Å, principal produto de reação, e o quartzo residual constituem as fases principais, como pode ser visto na Figura 5. Subordinadamente, em proporções variadas, ocorre à calcita, ou seja, um silicato de cálcio hidratado (C-S-H).

Na difração de raios – X foi constatada domos de amorfizações indicando a presença de fase amorfa no bloco BCCA, provavelmente advindo de sua matéria prima cimento, ou seja, detecção da adição de escória ao clínquer.

A análise do difratograma foi feita considerando que cada fase presente na amostra gera um conjunto de picos em que cada pico é originado por uma distância interplanar diferente. O difratograma de uma amostra apresentará uma combinação destes conjuntos de picos. Usando tabelas de referência contendo as distâncias interplanares de fases possivelmente presentes nas amostras, os conjuntos de dados obtidos foram comparados com valores de referência e algumas fases foram confirmadas como presentes nas amostras.

Já na análise por fluorescência de raios-X, os resultados mostram alta concentração de sílica e oxigênio e baixas concentrações de óxido de alumínio, cálcio e ferro, além de traços de óxidos de magnésio, sódio, potássio, manganês, cromo, titânio, enxofre e fósforo, como pode ser visto nas Figuras 6 e 7.

A TAB. 2 mostra a composição química básica das principais matérias-primas do bloco BCCA.

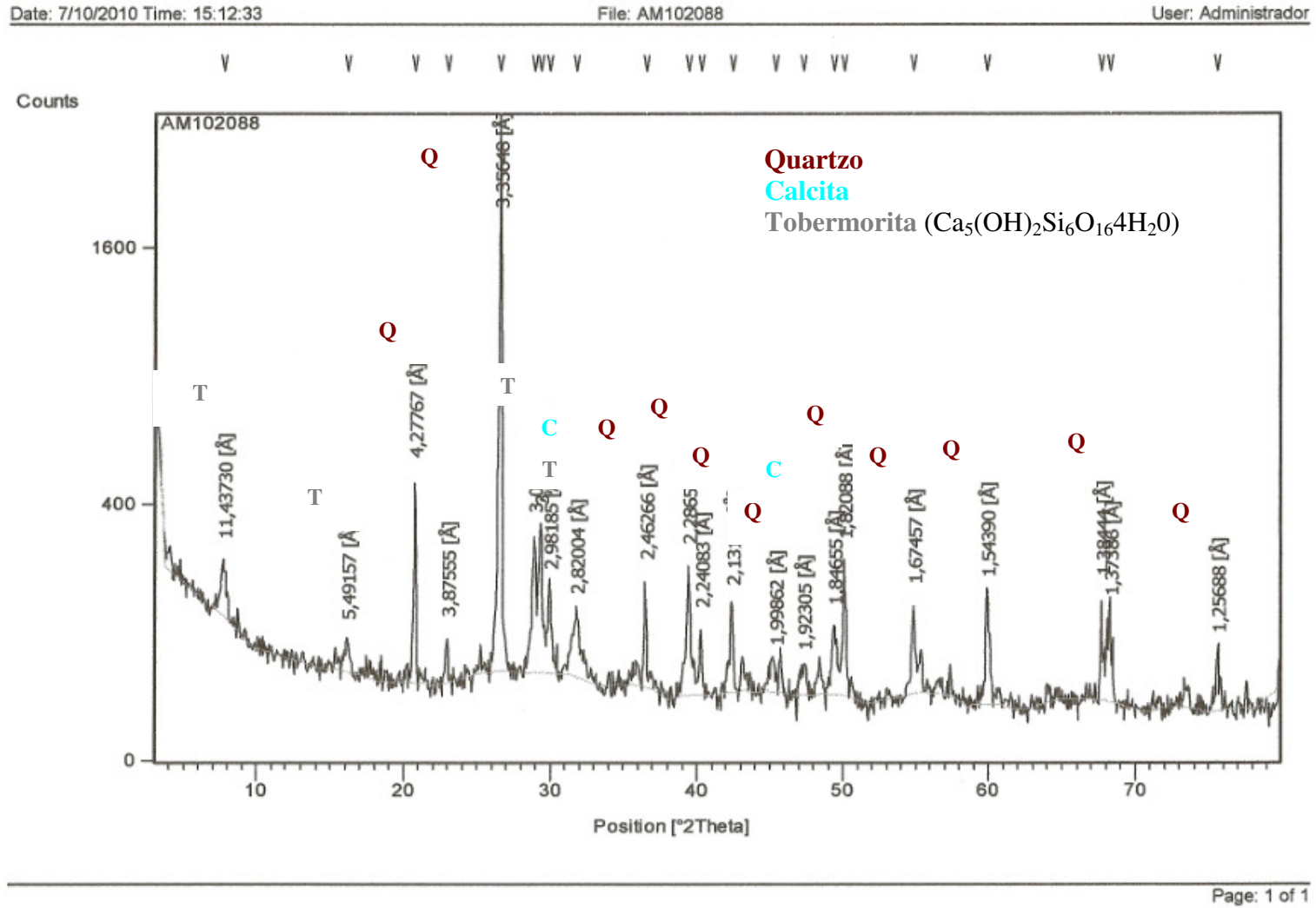
Tabela 2 – Composição química das principais matérias-primas do bloco BCCA

| Elementos Químicos | Amostras | | | |
|--------------------|----------|-------|------|--------|
| | Cimento | Areia | Cal | Filler |
| Si | ++++ | ++++ | ++ | +++ |
| Ca | ++++ | - | ++++ | ++++ |
| Al | ++ | + | + | ++ |
| Fe | +++ | ++ | ++ | ++ |
| S | +++ | ++ | ++ | ++ |
| K | ++ | + | + | + |
| Na | + | + | + | + |
| Mg | ++ | + | + | ++ |
| Sr | +++ | +++ | +++ | +++ |
| P | ++ | ++ | ++ | - |
| Ti | + | - | - | + |
| Mn | + | + | + | + |
| Cr | + | + | + | + |
| Ni | + | - | - | - |
| Cu | - | - | - | - |
| B | - | - | - | - |
| Cl | - | + | + | - |

Legenda: Principais elementos químicos (++++), Elementos químicos presentes em quantidades intermediárias (+++), Elementos químicos presentes em quantidades pequenas (++) , Elementos químicos presentes na forma de traços (+) e Elementos químicos não identificados (-).

Fonte: Mansur e Mansur (2006).

Figura 5 – Difração de raios – X de amostra do bloco BCCA.



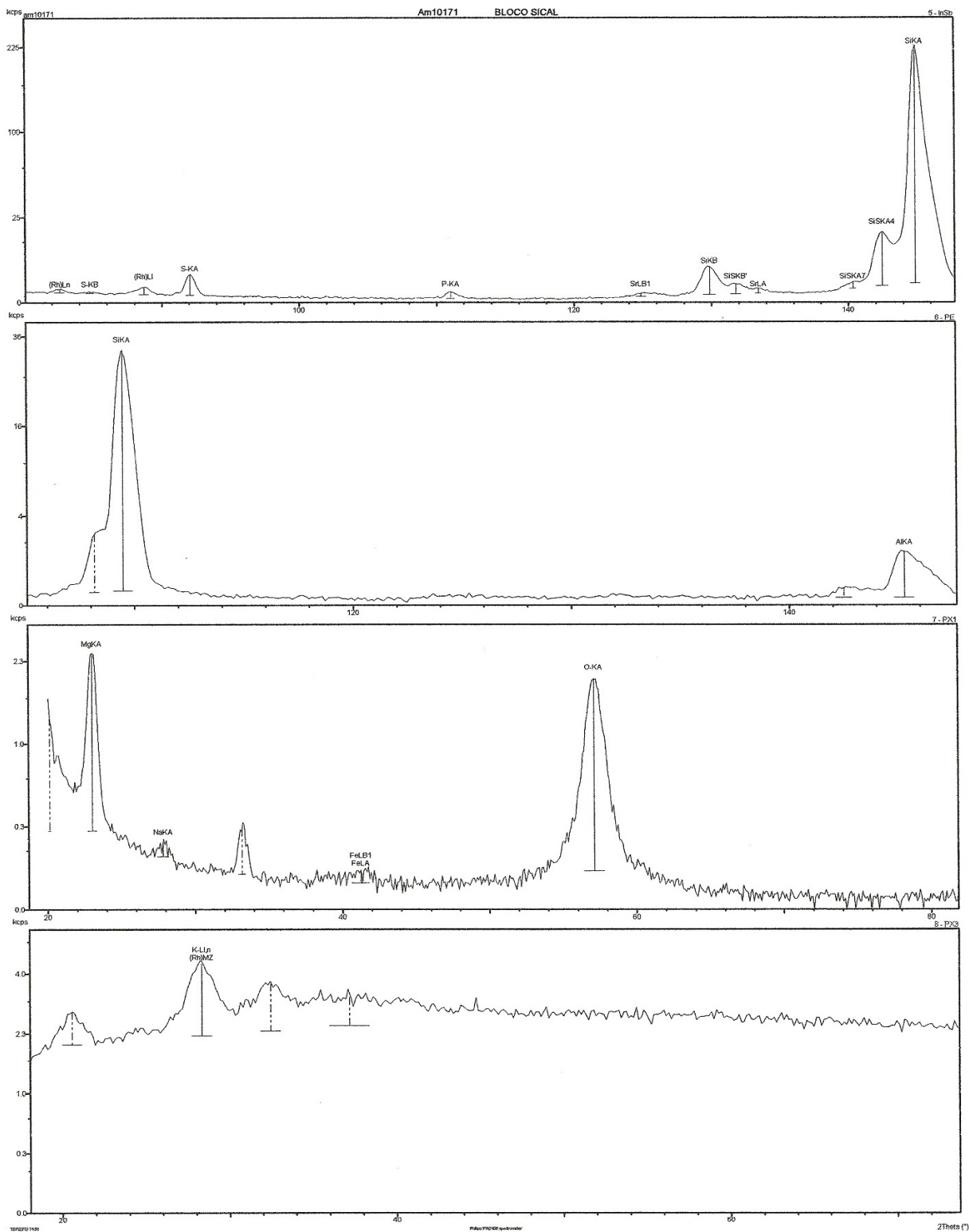


Figura 6 – Espectro de fluorescência de raios – X da amostra do bloco BCCA.
Cristal analisador: LiF200

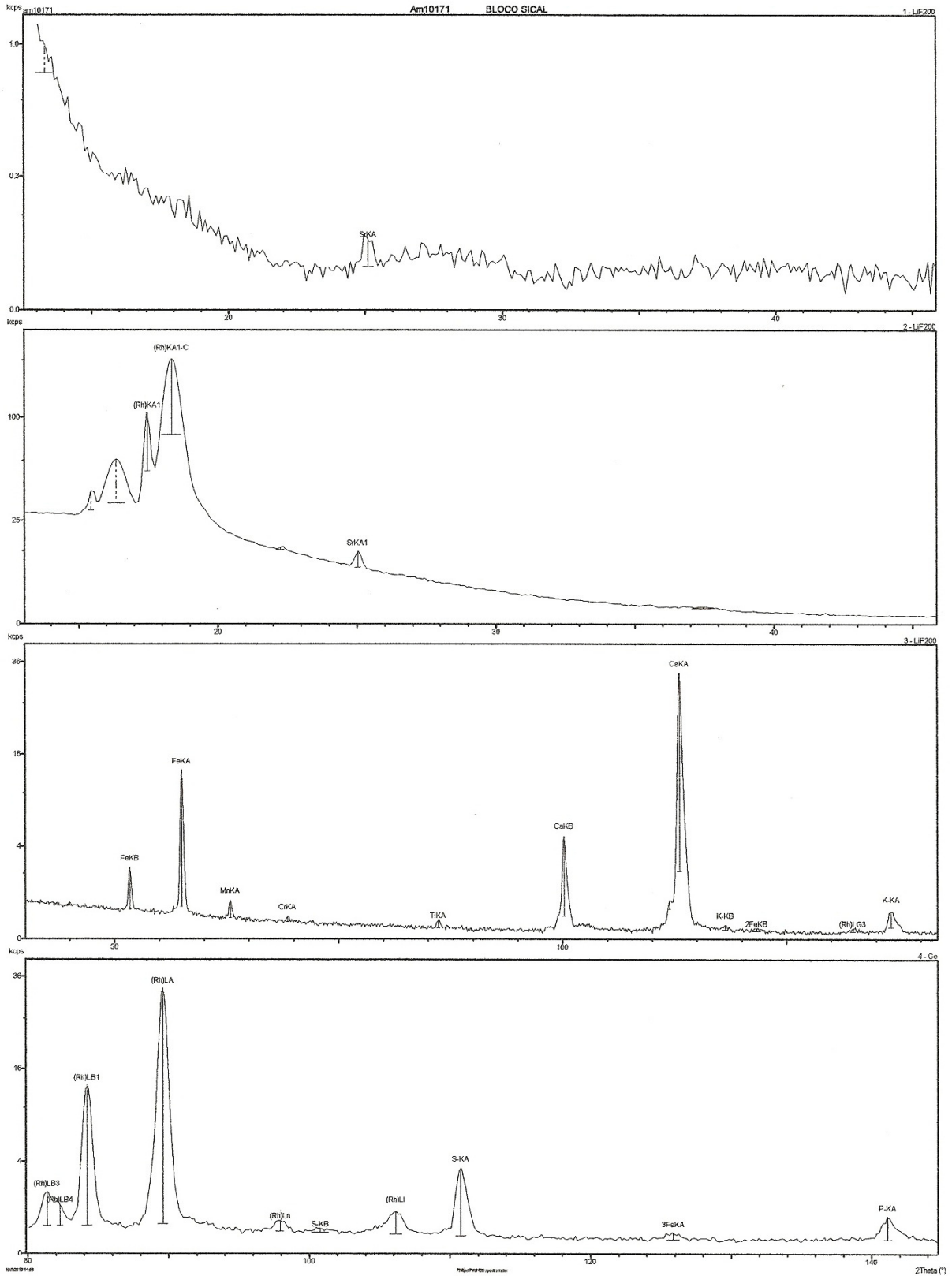
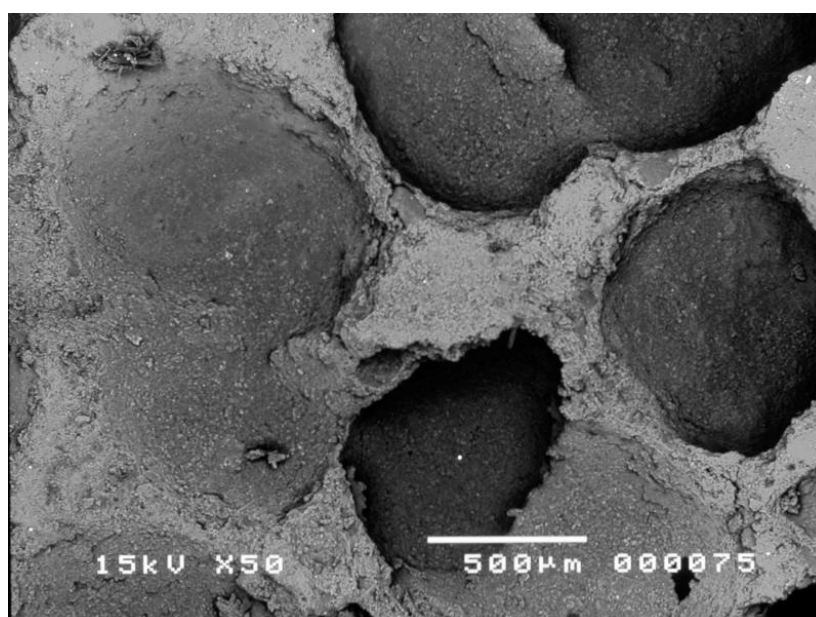


Figura 7 – Espectro de fluorescência de raios – X da amostra do bloco BCCA.
Cristal analisador: LiF200

Após as análises de fluorescências de raios – X, submetemos as amostras do bloco BCCA a microscopia eletrônica de varredura com espectrômetro de raios - X dispersivo em energia.

Na FIG. 8, com aumento de 50 vezes, podemos visualizar de uma forma geral a amostra do bloco BCCA. O gráfico obtido pela análise com EDS, FIG. 11, sugere, de forma simplificada, uma predominância de sílica (SiO_2) na proporção de quase 54% e óxido de cálcio (CaO) na proporção de quase 40%. Além disso, percebem-se traços de alumina (Al_2O_3) e óxido férrico (Fe_2O_3).

Figura 8 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do bloco BCCA com aproximação de 50 vezes, com imagem de elétrons retroespalhados



Já na FIG. 9, foram escolhidas algumas partículas da amostra do bloco BCCA para análise com EDS e utilizou-se o aumento de 1500 vezes.

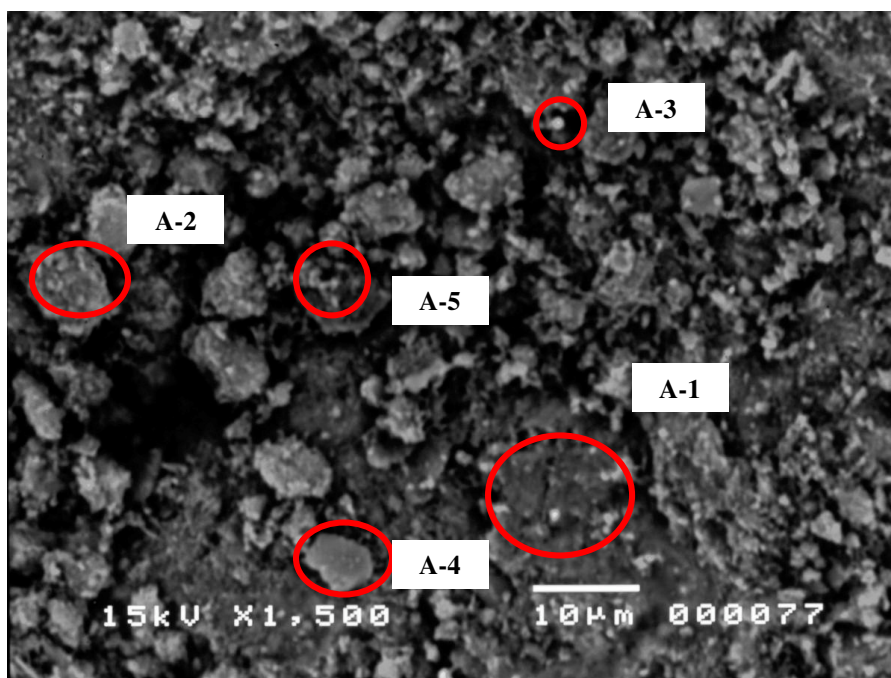
Podemos perceber que na área 1, o gráfico obtido pela análise com EDS, Figura 12, sugere uma predominância de óxido de cálcio (CaO) na proporção de 51% e sílica (SiO_2) na proporção de quase 44%, com a presença de traços de alumina (Al_2O_3) e óxido ferroso (Fe_2O_3).

Já na área 2, o gráfico obtido pela análise com EDS, FIG. 13, sugere uma predominância de sílica (SiO_2) na proporção de 52% e óxido de cálcio (CaO) na proporção de quase 44%, com a presença de traços de alumina (Al_2O_3) e óxido ferroso (Fe_2O_3).

Na área 3, o gráfico obtido pela análise com EDS, FIG. 14, sugere uma predominância de óxido ferroso (Fe_2O_3) na proporção de 73,5% e sílica (SiO_2) na proporção de quase 14%, além do óxido de cálcio (CaO) na proporção de quase 9% e com a presença de traços de alumina (Al_2O_3).

Já na área 4, o gráfico obtido pela análise com EDS, FIG. 15, sugere uma predominância de sílica (SiO_2) na proporção de quase 58%, além do óxido de cálcio (CaO) na proporção de quase 19% e com a presença de alumina (Al_2O_3) na proporção de 17%, além de traços de óxido ferroso (Fe_2O_3). Esta composição se repete na área 5, onde o gráfico obtido pela análise com EDS, FIG. 16, sugere uma predominância de sílica (SiO_2) na proporção de quase 75%, óxido de cálcio (CaO) na proporção de quase 21% e com a presença de traços de alumina (Al_2O_3) e óxido ferroso (Fe_2O_3).

Figura 9 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do bloco BCCA com aproximação de 1500 vezes, com imagem de elétrons retroespalhados.



Na FIG. 10, com aumento de 1500 vezes, pode-se visualizar de uma forma geral a amostra do bloco BCCA em outra região. O gráfico obtido pela análise com EDS, Figura 17, sugere de forma simplificada para a área 1, uma predominância de sílica (SiO_2) na proporção de quase 54% e óxido de cálcio (CaO) na proporção de quase 36%, além disso, percebem-se traços de alumina (Al_2O_3), óxido férrico (Fe_2O_3), óxido de potássio (K_2O) e magnésia (MgO).

Figura 10 – Imagem da microscopia eletrônica de varredura do bloco BCCA com aproximação de 50 vezes, com imagem de elétrons retroespalhados.

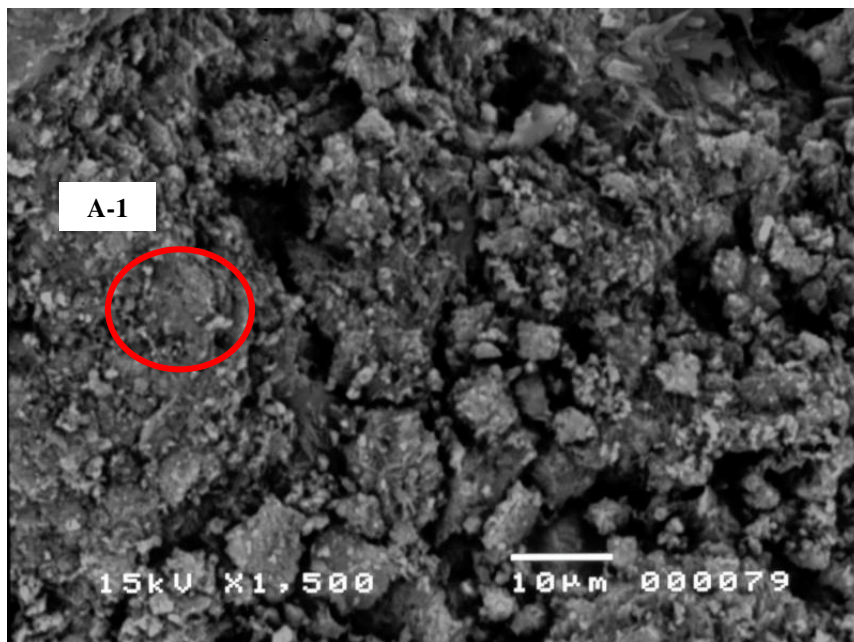
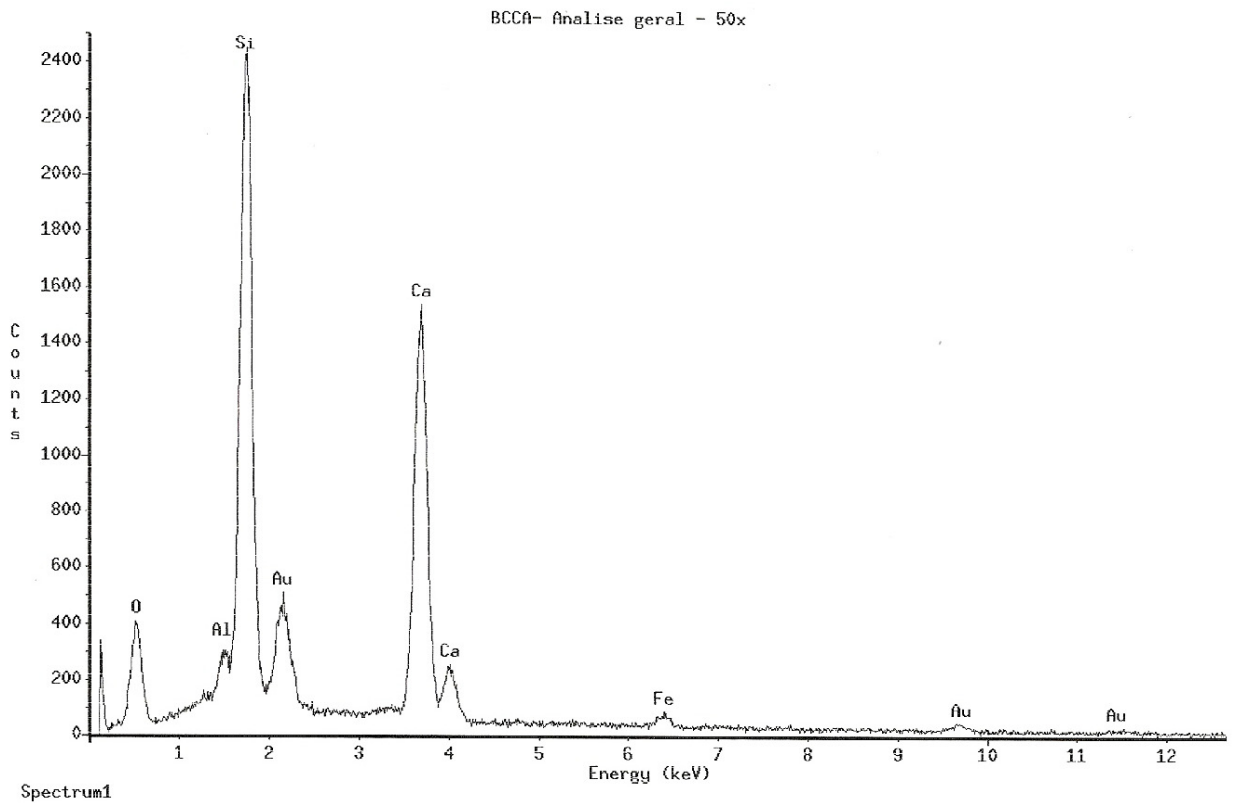


Figura 11 – Análise química do bloco BCCA com EDS (análise geral, 50x)



BCCA- Analise geral - 50x

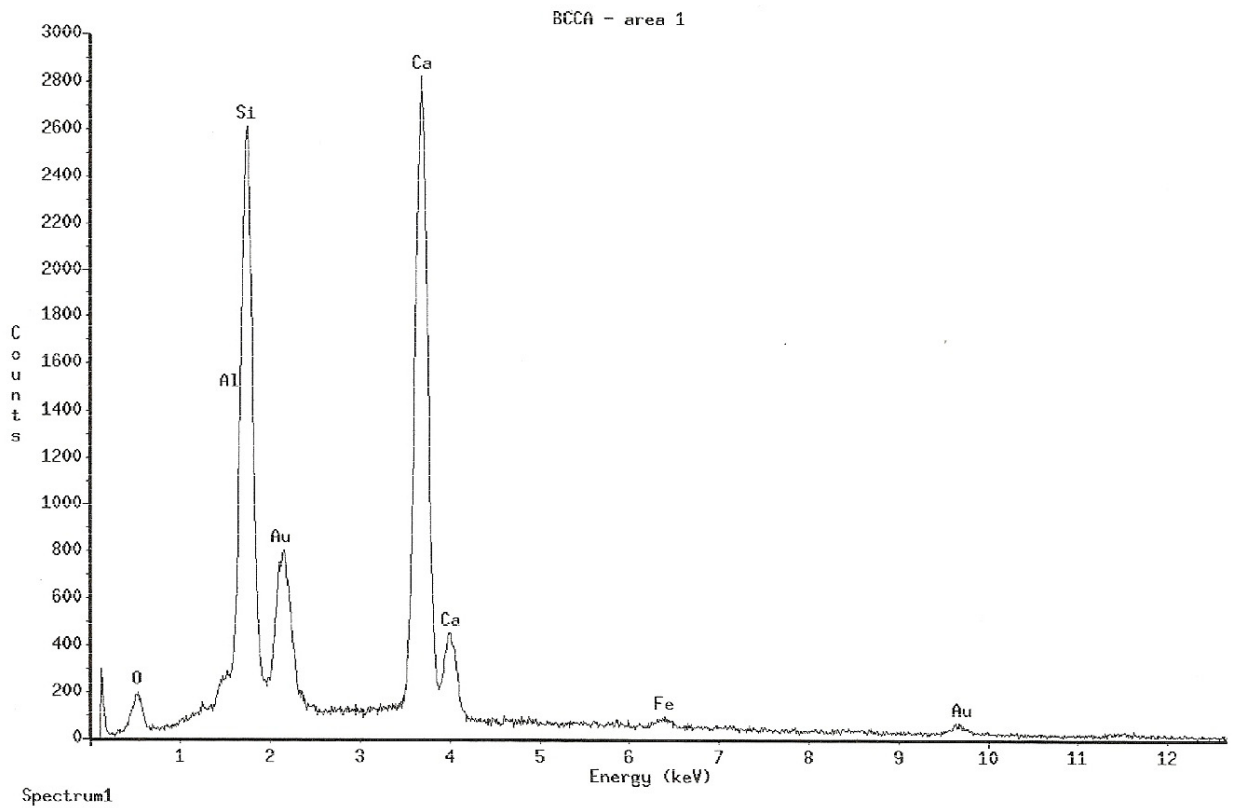
Chi-sqd = 9.53 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 5

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Mt % | Mt % Err. (1-Sigma) | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|--------------------|-------|--------|-----------------|------------------------|---------------------|------------------|-------------------|
| Si-K | 0.1885 | 1.333 | 20.49 | 25.12 | +/- 0.34 | SiO2 | 53.74 | 8.078 |
| Ca-K | 0.2494 | 1.128 | 16.07 | 28.12 | +/- 0.41 | CaO | 39.34 | 6.336 |
| Fe-K | 0.0195 | 1.237 | 0.99 | 2.41 | +/- 0.46 | Fe2O3 | 3.44 | 0.390 |
| Al-K | 0.0118 | 1.556 | 1.56 | 1.84 | +/- 0.27 | Al2O3 | 3.47 | 0.615 |
| O -K | --- | 5.688 | 60.88 | 42.51 S | --- | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | 100.00 | 15.419 |

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Mt.% calculated by Stoichiometry

Figura 12 – Análise química do bloco BCCA com EDS (área 1, 1500x)



BCCA - area 1

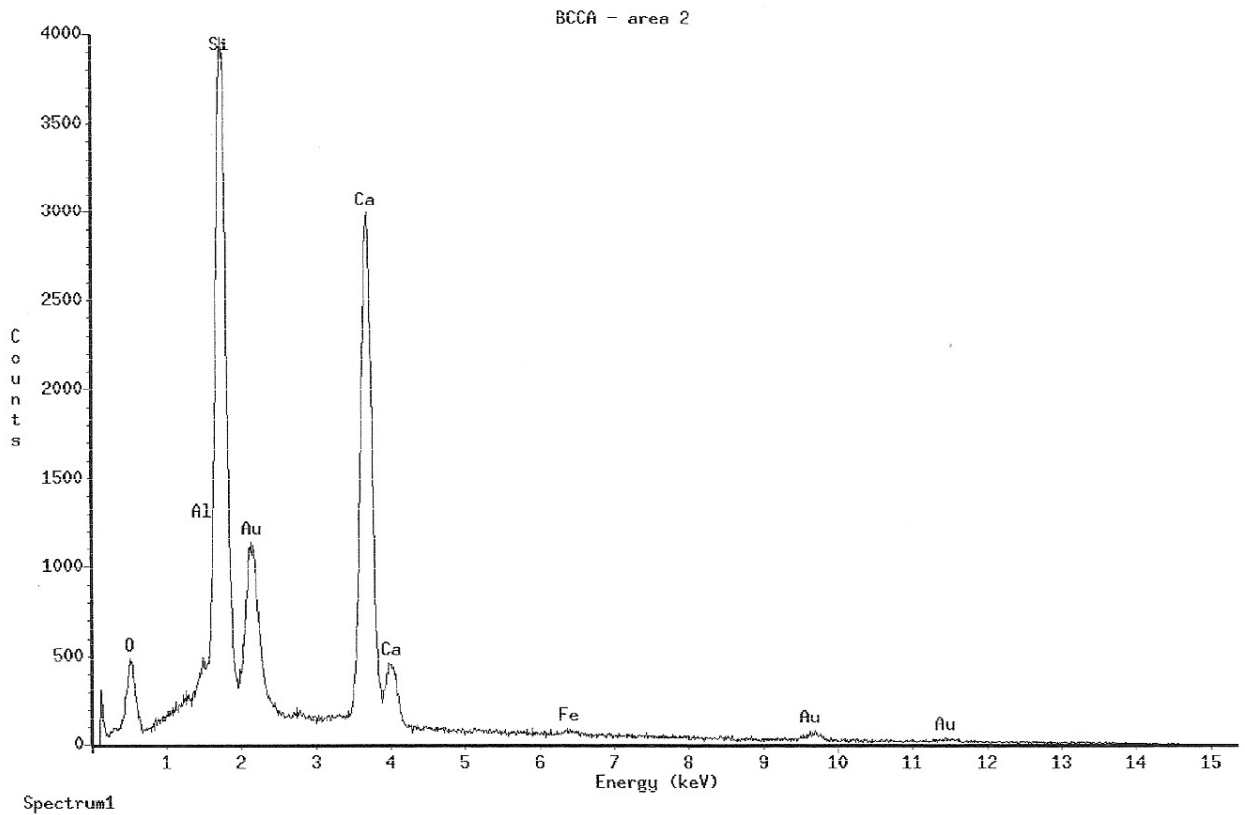
Chi-sqd = 8.80 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 5

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Wt % | Wt % Err. (1-Sigma) | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|-----------------|-------|--------|--------------|---------------------|------------------|---------------|----------------|
| Si-K | 0.1524 | 1.335 | 17.18 | 20.34 | +/- 0.27 | SiO2 | 43.52 | 6.976 |
| Ca-K | 0.3304 | 1.110 | 21.71 | 36.68 | +/- 0.25 | CaO | 51.32 | 8.815 |
| Fe-K | 0.0127 | 1.238 | 0.67 | 1.57 | +/- 0.22 | Fe2O3 | 2.24 | 0.270 |
| Al-K | 0.0098 | 1.575 | 1.36 | 1.54 | +/- 0.21 | Al2O3 | 2.92 | 0.551 |
| O -K | --- | 6.607 | 59.09 | 39.87 S | --- | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | 100.00 | 16.613 |

The number of cation results are based upon 24 Oxygen atoms
Table Symbols: S -- Wt.% calculated by Stoichiometry

Figura 13 – Análise química do bloco BCCA com EDS (área 2, 1500x)



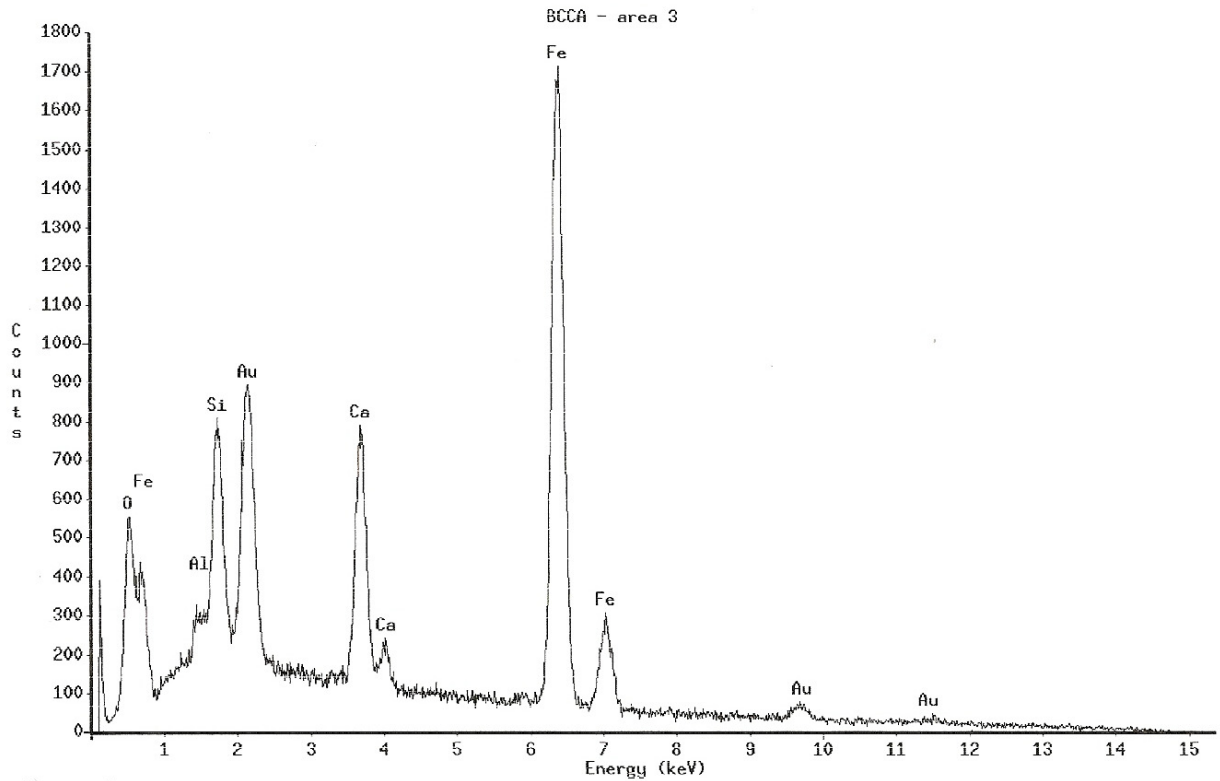
BCCA - area 2

Chi-sqd = 3.76 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 5

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Wt % | Wt % Err. (1-Sigma) | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|--------------------|-------|--------|-----------------|------------------------|---------------------|------------------|-------------------|
| Al-K | 0.0110 | 1.545 | 1.45 | 1.70 | +/- 0.21 | Al2O3 | 3.21 | 0.575 |
| Si-K | 0.1840 | 1.323 | 19.93 | 24.34 | +/- 0.27 | SiO2 | 52.07 | 7.920 |
| Ca-K | 0.2780 | 1.125 | 17.95 | 31.29 | +/- 0.34 | CaO | 43.78 | 7.135 |
| Fe-K | 0.0053 | 1.241 | 0.27 | 0.66 | +/- 0.17 | Fe2O3 | 0.95 | 0.109 |
| O -K | --- | 6.063 | 60.40 | 42.01 | --- | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | 100.00 | 15.738 |

Figura 14 – Análise química do bloco BCCA com EDS (área 3, 1500x)



Spectrum1

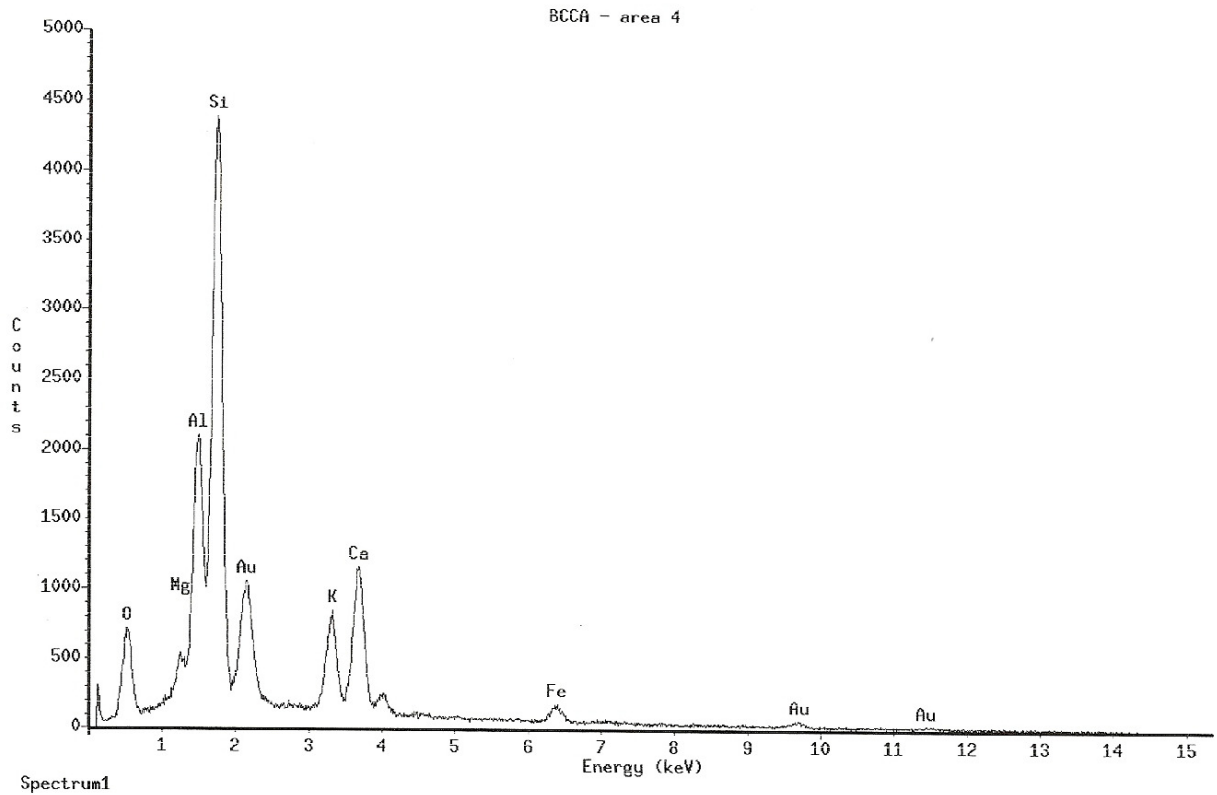
BCCA - area 3

Chi-sqd = 7.25 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 5

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Wt % | Wt % Err. (1-Sigma) | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|--------------------|-------|--------|-----------------|------------------------|---------------------|------------------|-------------------|
| Al-K | 0.0106 | 2.132 | 2.39 | 2.26 | +/- 0.20 | Al2O3 | 4.27 | 0.951 |
| Si-K | 0.0382 | 1.664 | 6.47 | 6.36 | +/- 0.20 | SiO2 | 13.60 | 2.571 |
| Ca-K | 0.0594 | 1.039 | 4.40 | 6.17 | +/- 0.18 | CaO | 8.63 | 1.748 |
| Fe-K | 0.4572 | 1.124 | 26.32 | 51.41 | +/- 0.62 | Fe2O3 | 73.50 | 10.456 |
| O-K | --- | 2.300 | 60.41 | 33.81 S | --- | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | 100.00 | 15.726 |

Figura 15 – Análise química do bloco BCCA com EDS (área 4, 1500x)



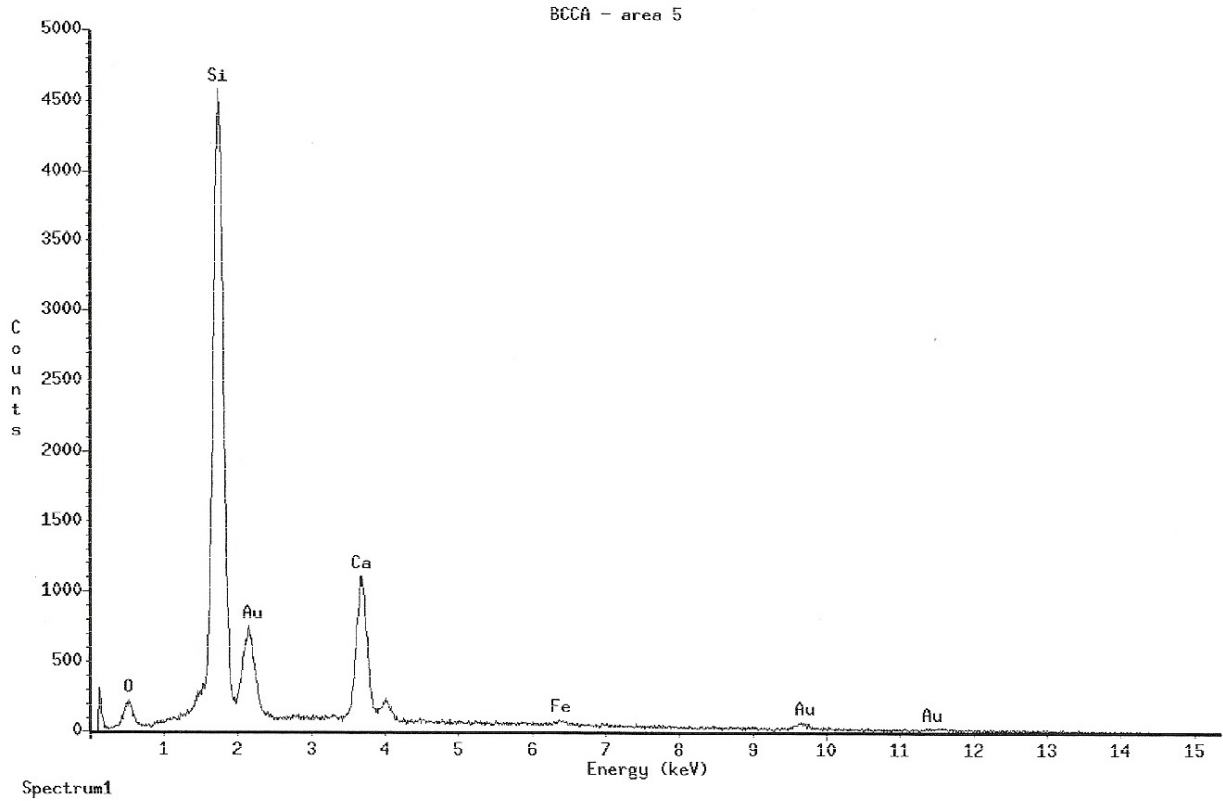
BCCA - area 4

Chi-sqd = 7.34 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 5

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Wt % | Wt % Err. (1-Sigma) | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|--------------------|-------|--------|-----------------|------------------------|---------------------|------------------|-------------------|
| Al-K | 0.0592 | 1.519 | 7.25 | 8.99 | +/- 0.27 | Al2O3 | 17.00 | 2.773 |
| Si-K | 0.1900 | 1.432 | 21.06 | 27.20 | +/- 0.32 | SiO2 | 58.18 | 8.056 |
| Ca-K | 0.1190 | 1.152 | 7.44 | 13.72 | +/- 0.26 | CaO | 19.19 | 2.847 |
| Fe-K | 0.0319 | 1.234 | 1.53 | 3.94 | +/- 0.34 | Fe2O3 | 5.63 | 0.587 |
| O -K | --- | 4.125 | 62.72 | 46.15 | --- | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | 100.00 | 14.264 |

Figura 16 – Análise química do bloco BCCA com EDS (área 5, 1500x)



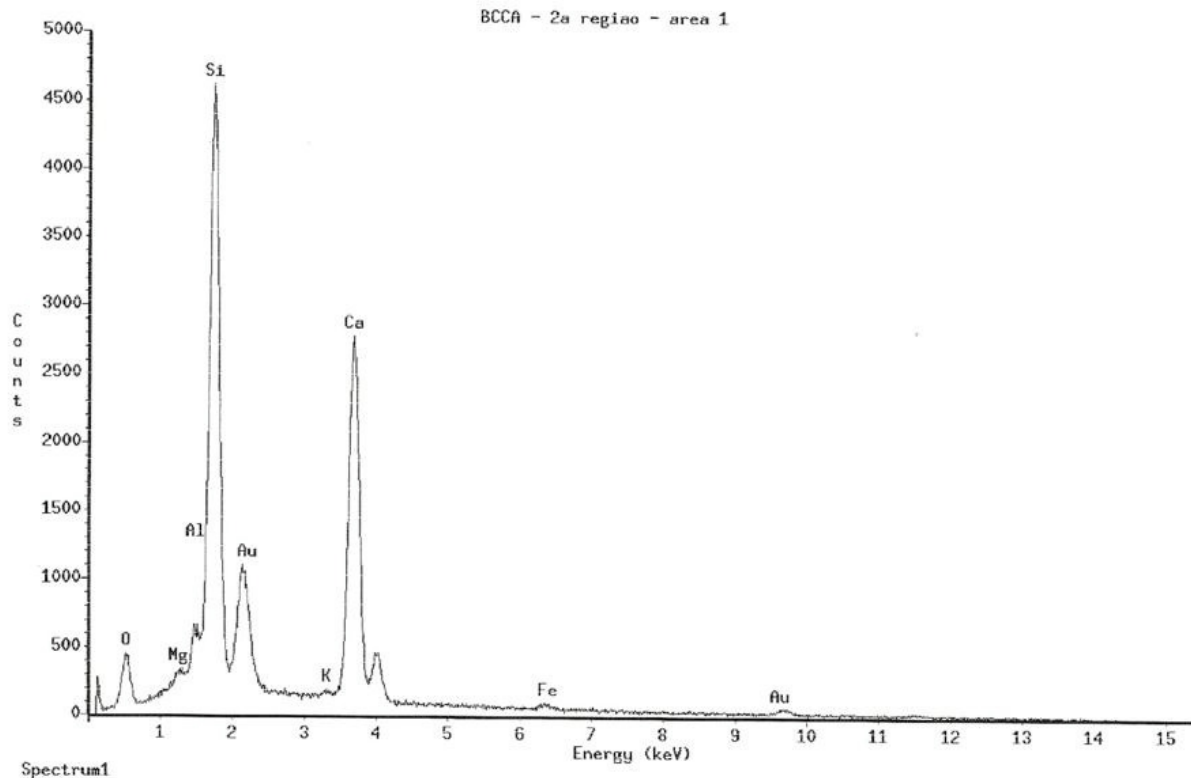
BCCA - area 5

Chi-sqd = 6.57 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 6

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Wt % | Wt % (1-Sigma) | Err. | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|--------------------|-------|--------|-----------------|-------------------|------|---------------------|------------------|-------------------|
| Al-K | 0.0107 | 1.493 | 1.27 | 1.60 | +/- 0.21 | | Al2O3 | 3.02 | 0.478 |
| Si-K | 0.2692 | 1.299 | 26.68 | 34.97 | +/- 0.31 | | SiO2 | 74.80 | 10.041 |
| Ca-K | 0.1266 | 1.163 | 7.87 | 14.72 | +/- 0.29 | | CaO | 20.60 | 2.963 |
| Fe-K | 0.0089 | 1.244 | 0.42 | 1.10 | +/- 0.21 | | Fe2O3 | 1.58 | 0.159 |
| O -K | --- | 4.242 | 63.76 | 47.61 | --- | S | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | | 100.00 | 13.641 |

Figura 17 – Análise química do bloco BCCA com EDS (área 1 – segunda região, 1500x)



BCCA - 2a região - area 1

Chi-sqd = 2.86 Livetime = 100.0 Sec.
Standardless Analysis

PROZA Correction Acc.Volt.= 15 kV Take-off Angle=25.00 deg
Number of Iterations = 5

| Element | k-ratio (calc.) | ZAF | Atom % | Element Wt % | Err. (1-Sigma) | Compound Formula | Compound Wt % | No. of Cations |
|---------|--------------------|-------|--------|-----------------|-------------------|--------------------------------|------------------|-------------------|
| Al-K | 0.0229 | 1.551 | 2.96 | 3.55 | +/- 0.30 | Al ₂ O ₃ | 6.71 | 1.170 |
| Si-K | 0.1845 | 1.358 | 20.08 | 25.05 | +/- 0.28 | SiO ₂ | 53.59 | 7.922 |
| Ca-K | 0.2278 | 1.136 | 14.54 | 25.87 | +/- 0.29 | CaO | 36.20 | 5.734 |
| Fe-K | 0.0071 | 1.240 | 0.36 | 0.89 | +/- 0.15 | Fe ₂ O ₃ | 1.27 | 0.141 |
| Mg-K | 0.0063 | 1.863 | 1.09 | 1.18 | +/- 0.18 | MgO | 1.95 | 0.430 |
| K-K | 0.0020 | 1.153 | 0.13 | 0.23 | +/- 0.06 | K ₂ O | 0.27 | 0.052 |
| O-K | --- | 5.548 | 60.84 | 43.23 | --- | --- | --- | --- |
| Total | | | 100.00 | 100.00 | | | 100.00 | 15.448 |

6 CONCLUSÃO

Todo trabalho de investigação de materiais, ou caracterização, tem chances maiores de sucesso se conjugarmos algumas técnicas instrumentais eficazes. Neste trabalho, ficou evidente que a difração de raios-X é uma técnica primordial na detecção das fases majoritárias das amostras detectando o composto tobermorita que é advindo do processo de hidratação do cimento Portland, em condições de cura hidrotermal

(autoclave). Este composto não poderia ser detectado com as outras técnicas instrumentais.

Porém, quando submetemos as amostras ao espectrômetro de fluorescência de raios-X, ele se mostrou muito eficaz na detecção dos elementos químicos, e por fim a microanálise do material realizada pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplado a um espectrômetro de raios-X dispersivo em energia (EDS) sacramentou o sucesso de nossa investigação evidenciando os principais constituintes químicos e suas concentrações pontuais no bloco de concreto celular autoclavado.

Fica evidente que as técnicas demonstradas aqui são extremamente úteis e eficazes na caracterização química e microestrutural de materiais de construção civil.

REFERÊNCIAS

ASKELAND, D. R.; FULAY, P.P. **The Science & Engineering of Materials**. 3rd ed. Boston, USA: PWS Publishing Company, 1994.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 13438**: Blocos de concreto celular autoclavado: especificação. Rio de Janeiro, 1994.

BESSEY, G. E. The world development and economic significance of the aerated concrete industry. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON LIGHTWEIGHT CONCRETE, 1., 1968, London. **Proceedings...** London: Cement and Concrete Association, 1968. v. 1, p. 203-212.

BRANDÃO, P. R. G. **Métodos de instrumentação e análise**. Notas de aula da disciplina Métodos de Instrumentação e Análise. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas-PPGEM. Escola de Engenharia-UFMG, 2010.

DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG (DIN). **Blocos de concreto aerado e blocos planos de concreto aerado – DIN 4165**. Berlim, 1984.

_____ **Concreto aerado**: peças de construção armadas – DIN 4223. Berlim, 1978.

HOUST, Y.; ALOU, F.; WITTMANN, F. H. Influence of moisture content on mechanical properties of autoclaved aerated concrete. In: WITTMANN, F. H. **Autoclaved aerated concrete**: moisture and properties. New York: Elsevier Scientific, 1983. p. 219-234.

LEGATSKI, L. M. **Cellular concrete**: significance of tests and properties of concrete and concrete-making materials. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1978. p. 836-851. (ASTM 169B).

LUCAS, J. A. C. **Revestimentos para parâmetros interiores de paredes de alvenaria de blocos de betão celular autoclavado.** 1986. Tese (Especialista e investigador auxiliar)-Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Lisboa, 1986. v. 2.

MANSUR, A. A. P.; MANSUR, H. S. Caracterização de matérias-primas utilizadas na produção de concreto celular. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** Foz do Iguaçu, 2006.

McCONNELL, J. D. C. The hydrate calcium silicate riversideit, tobermorite and plombierite. **Mineralogical Magazine**, v. 30, p. 293-305, 1954.

MOTA, J. A. R. **Influência da junta vertical na resistência a compressão de prismas em alvenaria estrutural de blocos de concreto celular autoclavados.** 2001. 210 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas)-Escola de Engenharia-UFMG, Belo Horizonte, 2001.

RAMACHANDRAN, V. S. **Applications of differential thermal analysis in cement chemistry.** New York: Chemical Publishing Company, 1965.

TESUKA, Y. Concretos especiais. In: SIMPÓSIO DE DESEMPENHO DE MATERIAIS E COMPONENTES DE CONSTRUÇÃO CIVIL, 2., 1989, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis: UFSC, 1989. p. 182-193.