

SÉRIE TECNOLOGIA MINERAL

Avaliação da Utilização de Argila Calcinada em Pavimentação Asfáltica

ROBERTO CARLOS DA C. RIBEIRO

JULIO CESAR G. CORREIA

PETER RUDOLF SEIDL

SÉRIE TECNOLOGIA MINERAL

Avaliação da Utilização de Argila Calcinada em Pavimentação Asfáltica

PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA

Luiz Inácio Lula da Silva

José Alencar Gomes da Silva

Vice-Presidente

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Sergio Machado Rezende

Ministro da Ciência e Tecnologia

Luiz Antonio Rodrigues Elias

Secretário-Executivo

Luiz Fernando Schettino

Subsecretário de Coordenação das Unidades de Pesquisa

CETEM – CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Adão Benvindo da Luz

Diretor do CETEM

Ronaldo Luiz Correa dos Santos

Coordenador de Processos Metalúrgicos e Ambientais

Zuleica Carmen Castilhos

Coordenadora de Planejamento, Acompanhamento e Avaliação

João Alves Sampaio

Coordenador de Processos Minerais

Antônio Rodrigues Campos

Coordenador de Apoio à Micro e Pequena Empresa

Arnaldo Alcover Neto

Coordenador de Análises Minerais

José da Silva Pessanha

Coordenador de Administração

SÉRIE TECNOLOGIA MINERAL

ISSN 0103-7382

ISBN 978-85-61121-12-9

STM - 88

Avaliação da Utilização de Argila Calcinada em Pavimentação Asfáltica

Roberto Carlos da C. Ribeiro

Doutor, CETEM.

Julio César Guedes Correia

Doutor, CETEM.

Peter Rudolf Seidl

Ph. D., UFRJ – Escola de Química

CETEM/MCT

2007

SÉRIE TECNOLOGIA MINERAL

Marisa Bezerra de M. Monte

Editora

Cláudio Schneider

Subeditor

CONSELHO EDITORIAL

Arnaldo Alcover Neto (CETEM), Fernando Freitas Lins (CETEM), Regina Carrisso (CETEM), Reiner Neumann (CETEM), Ronaldo Luiz Correia dos Santos (CETEM), Achilles Junqueira Bourdot Dutra (UFRJ), Antonio E. Clark Peres (UFMG), José Aury de Aquino (CDTN), José Farias de Oliveira (UFRJ), Lino Rodrigues de Freitas (CVRD), Luciano Tadeu da Silva Ramos (CVRD), Mário Rui Machado Leite (IGM-Portugal), Maurício Leonardo Torem (PUC-Rio).

A Série Tecnologia Mineral publica trabalhos na área mínero-metalúrgica. Tem como objetivo principal difundir os resultados das investigações técnico-científicas decorrentes dos projetos desenvolvidos no CETEM.

O conteúdo desse trabalho é de responsabilidade exclusiva do(s) autor(es).

Jackson de Figueiredo Neto

Coordenação Editorial

Vera Lúcia Espírito Santo Souza

Programação Visual

Priscila Machado Dutra

Editoração Eletrônica

Maria Helena Hatschbach

Revisão

Thatyana Pimentel Rodrigo de Freitas

Revisão de Provas

Ribeiro, Roberto Carlos

Avaliação da Utilização de Argila Calcinada em Pavimentação Asfáltica / Roberto Carlos Ribeiro, Julio César Guedes Correia, Peter Rudolf Seidl. – Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007. 44p. (Série Tecnologia Mineral, 88)

1. Argila calcinada. 2. Pavimentação asfáltica. I. Centro de Tecnologia Mineral. II. Correia, Julio César Guedes. III. Seidl, Peter Rudolf. IV. Título. V Série

SUMÁRIO

RESUMO	7
ABSTRACT	8
1 INTRODUÇÃO	9
1.1 Argilas	9
1.2 Caulim	9
1.3 Argila Calcificada	10
1.4 Matérias-primas Utilizadas na Produção de Argila Calcificada	11
1.5 Etapas de Produção	12
1.6 Utilização em Pavimentação	13
2 OBJETIVO	15
3 MATERIAIS E MÉTODOS	16
3.1 Materiais Utilizados	16
3.2 Análise Mineralógica	16
3.3 Análise Química	17
3.4 Avaliação das Condições Físicas do Agregado Mineral	17
3.5 Avaliação da Interação Química CAP/Agregado	22
3.6 Avaliação da Resistência Mecânica da Mistura Asfáltica	24
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	27
4.1 Análise Mineralógica	27
4.2 Análise Química	29
4.3 Avaliação Física do Agregado de Argila Calcificada	30
4.4 Avaliação da Interação CAP/Agregado	33
4.5 Avaliação da Resistência Mecânica da Mistura Asfáltica	35
5 CONCLUSÕES	37

RESUMO

A região Amazônica é extremamente carente em rochas e, com isso, apresenta grandes dificuldades na geração de britas para construção civil e pavimentação. Dessa forma, a fim de encontrar um material que possa ser utilizado como brita, pesquisadores do IME (Instituto Militar de Engenharia) desenvolveram uma argila calcinada, oriunda da calcinação do caulim, capaz de substituir o conjunto de agregados minerais no processo de pavimentação asfáltica. Baseado nisto, estudou-se o processo de utilização de uma argila calcinada, oriunda de um caulim, em pavimentação asfáltica. Neste trabalho, foram realizados ensaios físicos, preconizados pelo DNIT (Departamento Nacional de Infra-Estrutura e Transporte), que são utilizados para o enquadramento de agregados minerais em pavimentação. Além disso, foram realizados ensaios de interação físico-química entre a referida argila calcinada e um conjunto de cinco asfaltos. Por fim, avaliou-se a resistência mecânica de pavimentos asfálticos utilizando a argila e cada um dos cinco asfaltos. Por meio dos ensaios físicos, verificou-se que a argila calcinada enquadrou-se às normas preconizadas pelo DNIT, apresentando distribuição granulométrica adequada, abrasão inferior a 40% e densidade em torno de 2 kg/m³. Porém, em relação ao processo de adsorção físico-química, os resultados de adsorção, adesividade, potencial zeta e ângulo de contato mostraram a baixa interação do ligante asfáltico à superfície do agregado. Tal fato é refletido nos resultados de resistência mecânica do pavimento, uma vez que os resultados não atenderam às normas estabelecidas pelo DNIT, que são valores superiores a 80%. Dessa forma, verifica-se que para ser utilizada em pavimentação, a argila calcinada necessitará de um "melhorador de adesividade", capaz de permitir a interação com o ligante asfáltico e, conseqüentemente, melhor desempenho mecânico.

Palavras-chave

agregados minerais, asfalto, argila calcinada

ABSTRACT

Amazonian is extremely lacking in rocks, and the difficulties in the transport endear them break that it could be used in the building site and paving of this area. In that way, in order to find a material that can be used as it breaks, researchers of IME (Military Institute of Engineering) they developed a roasted clay, whose raw material is extremely abundant in the area, capable to substitute the group of minerals aggregate in the asphalt pavement. Based on this, it was studied the process of use of a roasted clay, originating from of a kaolin, in asphalt pavement. In this work, physical rehearsals were accomplished, extolled by DNIT (National Department of Infrastructure and Transport) that are used for the framing of mineral aggregate in asphalt pavement. Besides, rehearsals of physiochemical interaction were accomplished among her referred roasted clay and a group of five asphalts. Finally, the mechanical resistance of pavements was evaluated using the clay and each one of the five asphalts. Through the physical rehearsals, it was verified that the roasted clay was framed to the norms extolled by DNIT, presenting granulometric distribution appropriate, inferior abrasion to 40% and density around 2 kg.m^{-3} . However, in relation to the process of physiochemical adsorption, the results of adsorption, adhesiveness, zeta potential and contact angle, they showed the low interaction of asphalt to mineral aggregate. Such fact is reflected in the results of mechanical resistance of the pavement, once the results did not assist to the established norms for DNIT, that are superior values to 80%. In that way, it is verified that to be used in paving, the roasted clay will need an adhesiveness, capable to allow the interaction with the asphalt and, consequently, better mechanical results.

Keywords

mineral aggregate, asphalt, roasted clay

1 | INTRODUÇÃO

Recentemente, pesquisas vêm mostrando a possibilidade de utilização de argilominerais como britas para construção civil e pavimentação, após um processo de calcinação. Essas pesquisas estão sendo desenvolvidas pelo Departamento de Engenharia Civil do IME e tentam solucionar o problema da escassez de rochas para produção de pedras britadas na região norte do Brasil, o que dificulta o desenvolvimento dos referidos setores.

1.1 | Argilas

A argila é uma família de minerais filossilicáticos hidratados, aluminosos de baixa cristalinidade e diminutas dimensões (partículas menores do que $1/256$ mm ou $4 \mu\text{m}$ de diâmetro), como o caulim, a montmorilonita, a illita, etc. Apresenta-se geralmente estável, nas condições termodinâmicas e geoquímicas da superfície terrestre ou de crosta rasa.

No solo, a fração de argila, componente comum das lamas ou barro, como são conhecidos popularmente, é constituída de minerais desse grupo das argilas aos quais agregam-se hidróxidos coloidais floculados e diversos outros componentes cristalinos ou amorfos.

1.2 | Caulim

O caulim (Figura 1) é um argilomineral composto de silicatos hidratados de alumínio, como a caulinita e a haloisita, difere-se das bentonitas por apresentar, em sua estrutura, apenas uma camada de silicatos tetraédricos com uma folha central octaédrica de alumina (Figura 2). O caulim apresenta características especiais que permitem sua utilização na fabricação de papel, cerâmica, tintas etc.



Figura 1. Caulim

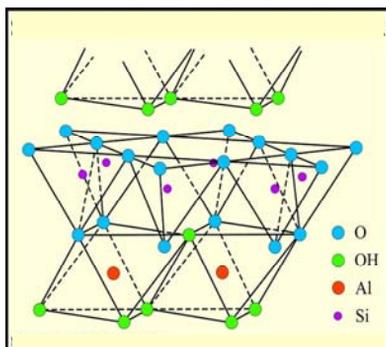


Figura 2. Estrutura Cristalina do Caulim

1.3 | Argila Calcificada

Entende-se por agregado artificial de argila aquele proveniente da transformação de um solo ou folhelho argiloso, previamente processado, em um material inerte e com resistência mecânica satisfatória a uma determinada finalidade.

Estas características são normalmente obtidas através do aquecimento da matéria-prima (solo ou folhelho) em elevadas temperaturas. A qualidade do produto acabado depende fundamentalmente da matéria-prima utilizada, da temperatura de queima e

do processo de conformação da massa cerâmica (como normalmente são chamados os solos argilosos, misturados, umedecidos, laminados que são à base do processo cerâmico) (NASCIMENTO, 2005).

Devido à escassez de rochas para produção de pedras britadas, principalmente na região norte do Brasil, diversas soluções vão sendo desenvolvidas, a fim de minimizar esse problema, como a utilização de pavimentos cerâmicos, no estado do Acre (Figura 3). Em Rio Branco, capital do estado, há ruas de tijolos que funcionam como corredores de linha de ônibus urbanos (FUNTAC, 2000).



Fonte: NASCIMENTO, 2005.

Figura 3. Pavimento Cerâmico

1.4 | Matérias-primas utilizadas na produção de argila calcinada

As matérias-primas usadas na produção de agregados artificiais de argila são os solos argilosos e os folhelhos argilosos (SANTOS, 1989). Segundo Nascimento (2005), em casos específicos, quando se deseja melhorar alguma propriedade, outras matérias-primas podem ser adicionadas como, por exemplo, feldspatos e aditivos plastificantes.

O DNER (1981) recomenda que, para produzir agregados artificiais de argila expandida, a matéria-prima argilosa deve apresentar um ponto de fusão baixo além de possuir composição química semelhante à apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química de argilas adequadas para a produção de agregados expandidos

SiO_2	50% a 65%
Al_2O_3	15 a 20%
Fe_2O_3	5% a 10%
CaO	1% a 5%
$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	1% a 5%

Fonte: NASCIMENTO, 2005

Para que os agregados minerais, oriundos de argilas calcinadas, possam ser utilizados na mistura asfáltica, faz-se necessária a verificação de algumas de suas características, como a distribuição granulométrica, o índice de forma, a densidade, a resistência à tração ou choque, a resistência ao polimento, dentre outras características definidas nas normas DNIT e/ou ABNT.

Porém, é preciso uma avaliação da composição química e mineralógica do agregado formado, bem como de sua interação com o asfalto, a fim de se compreender e prevenir alguns problemas encontrados no pavimento.

1.5 | Etapas de Produção

Após a exploração nas jazidas, as argilas são então calcinadas em fornos rotatórios, sendo posteriormente armazenadas em silos. A Figura 4 (NASCIMENTO, 2005) sintetiza o processo de exploração, calcinação e estocagem do material realizado pela empresa ARGEX, em Portugal.



Fonte: NASCIMENTO, 2005.

Figura 4. Pavimento Cerâmico Processo de Exploração, Calcinação e Estocagem da Argila Calcinada, Realizado em Portugal

1.6 | Utilização em Pavimentação

O emprego da argila expandida em pavimentos rodoviários começou a partir de 1950, nos Estados Unidos, baseado em estudos pioneiros da Universidade Texas A & M. Esses estudos foram realizados com amostras de argila moldadas em umidades próximas ao limite de plasticidade, sob formas de cilindros com 125mm de diâmetro e 380mm de comprimento, com a finalidade de verificar a viabilidade técnica e econômica de emprego desses materiais em camadas de base e de revestimento, que permitiram as seguintes observações (VIEIRA, 2000):

a) Os minerais argilosos do tipo montmorilonita, illita e caulinita não se reidratam, nas condições ambientes, quando são completamente desidratados (desidroxilados) através de tratamento térmico. A desidratação completa é conseguida aquecendo-se os corpos-de-prova à temperatura de 760°C por um período mínimo de 15 minutos.

b) Para se verificar se a desidratação dos corpos-de-prova foi completada, utilizou-se um procedimento experimental bastante simples, denominado *Pressure Slaking Test* (desgaste após fervura), que consiste, basicamente, em ferver o agregado em uma panela de pressão de uso doméstico, medindo-se o desgaste do mesmo após agitação em água, utilizando um agitador de peneiras.

c) Os estudos concluíram que praticamente todos os solos argilosos que possuem uma razoável resistência à compressão manual quando secos ao ar, depois de umedecidos e moldados em forma de pelotas, podem servir como matéria-prima para fabricação de agregados de argila calcinada com boas características técnicas.

Para cada tipo de solo e volume de tráfego da estrada é projetado um pavimento asfáltico diferente, variando a espessura das camadas e o material que elas contêm. É um trabalho que exige ensaios de laboratório, pois mudanças mal estudadas na composição podem provocar buracos no futuro. No Brasil, pouco se faz em termos de ensaios e muito quanto a mudanças mal sucedidas na composição. Segundo o engenheiro Rubens Vieira, atual chefe do Agrupamento de Infra-Estrutura Viária, Impermeabilização e Obras do IPT (Instituto de pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo), geralmente, mais da metade dos problemas que se observam em estradas se deve a erros de projeto ou de execução das obras. Segundo ele, um pavimento bem estudado e bem feito, mesmo com manutenção precária, apresentará melhor desempenho que outro, com manutenção constante, mas mal feito.

2 | OBJETIVO

Baseado nos fatos relatados anteriormente, o objetivo deste trabalho é verificar se agregados de caulim calcinado apresentam condições físicas adequadas, como abrasão, densidade e dureza, além de boa interação química com o ligante asfáltico (cimento asfáltico de petróleo – CAP), determinantes para seu uso em pavimentação asfáltica.

3 | MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 | Materiais Utilizados

Os agregados minerais utilizados neste trabalho são: um caulim calcinado, oriundo do estado do Pará, britado e classificado em brita 0 e brita 1, que será chamado agregado graúdo, e um pó de pedra de basalto (- 50 #), que será classificado como agregado miúdo.

Utilizou-se cinco diferentes ligantes asfálticos (cimentos asfálticos de petróleo – CAPs), oriundos de diferentes refinarias brasileiras, que serão nomeados A, B, C, D e E.

3.2 | Análise Mineralógica

Os difratogramas de raios-X (DRX) das amostras de argila, natural e calcinada, obtidos pelo método do pó, foram coletados em um equipamento *Bruker-AXS D5005* equipado com espelho de Goebel para feixe paralelo de raios-X, nas seguintes condições de operação: radiação $\text{Co K}\alpha$ (35 kV/40 mA); velocidade do goniômetro de $0,02\ 2\theta$, por passo com tempo de contagem de 1,0 segundo por passo, e coletados de 5 a $80^\circ\ 2\theta$. As interpretações qualitativas de espectro foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (ICDD, 1996) em *software Bruker Diffrac*.

As análises termogravimétrica e termodiferencial (ATG/ATD) foram realizadas em um equipamento *TA Instruments - SDT 2960*, nas seguintes condições de operação: taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até 1000°C , porta-amostras de platina, alumina calcinada como referência, atmosfera de nitrogênio com vazão de $100\ \text{mL}/\text{min}$.

3.3 | Análise Química

A análise química foi obtida por uma varredura semi-quantitativa em um espectrômetro de fluorescência de raios X modelo S-4 Explorer, da Bruker-AXS do Brasil, equipada com tubo de Ródio.

A amostra foi moída abaixo de 0,044 mm e pastilhada sob 20 toneladas de pressão.

3.4 | Avaliação das Condições Físicas do Agregado Mineral

3.4.1 | Análise Granulométrica

Este ensaio possibilita observar a distribuição dos agregados minerais, em uma série de peneiras com aberturas pré-estabelecidas pelo DNIT, permitindo a classificação dos agregados, bem como indicar a quantidade de agregados que será utilizada na confecção das peças asfálticas. O método foi baseado na metodologia descrita na norma DNER - ME 083/98. Segundo essa metodologia, 2.500g de argila calcinada são classificados granulometricamente a seco, para separação das frações numa série de dez peneiras, marca Granutest, variando de 13 a 0,074 mm). A torre de peneiras foi agitada mecanicamente por 10 minutos. Após esse tempo, o material retido em cada peneira foi pesado para se calcular a distribuição granulométrica do agregado.

3.4.2 | Abrasão Los Angeles

O ensaio foi realizado segundo a norma ME 035/98, desenvolvida pelo DNER, utilizando-se um moinho de bolas. De acordo com a norma, verificou-se a distribuição granulométrica do agregado e analisou-se em quais peneiras houve maior retenção de material. De posse dessa informação, peneirou-se novamente o agregado até que 2600g ficassem retidos nas peneiras previamente analisa-

das. O material então foi lavado e seco em estufa a 115°C, por 1 hora. Após esse tempo 2.500g de agregado livre de poeira foi adicionado no aparelho. Esse ficou em operação a 500 r.p.m., durante 40 minutos. Após esse período todo material foi peneirado (# 4 ou < 2 mm), sendo o retido na peneira, lavado, seco e pesado. Dessa forma, pôde-se calcular a quantidade de finos gerados.

3.4.3 | Densidade

Para determinação das densidades real e aparente de agregado graúdo utilizou-se a norma ME 081/94, estabelecida pelo DNER. De acordo com o ensaio, 1.000 g de agregado graúdo foram lavados, até que toda poeira fosse retirada. O material foi retirado da água e seco em pano úmido para obtenção do Peso Úmido (P_u). A seguir o material foi colocado em uma cesta acoplada à balança, que é imersa em água para obtenção do Peso Imerso (P_i). Retirado da cesta, o agregado foi seco em estufa e pesado novamente para obtenção do Peso Seco (P_s). Por meio das equações, $D_A = P_s / P_u - P_i$ e $D_R = P_s / P_s - P_i$, pôde-se obter os valores das densidades aparente e real.

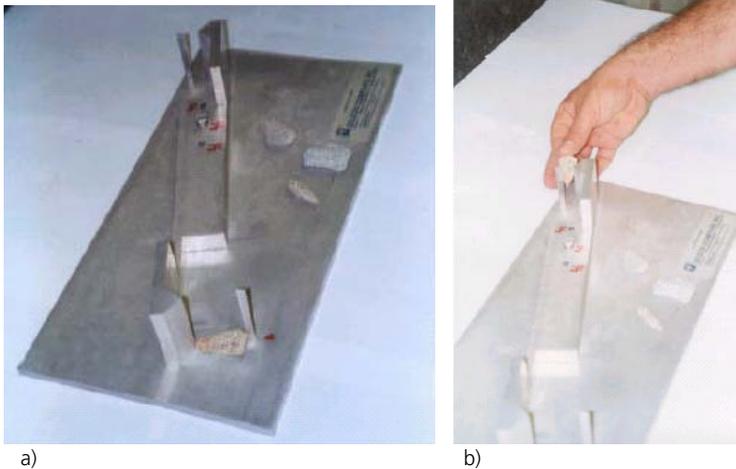
3.4.4 | Determinação do Índice de Forma

Para determinação da forma do agregado utilizou-se a metodologia descrita na norma ASTM D4791, utilizada pelo DNIT. De acordo com a norma, a amostra é primeiramente peneirada de acordo com a especificação da análise granulométrica (DNER ME 083/98). Utiliza-se o material retido na peneira de nº 4, até que, aproximadamente, 100 partículas sejam retidas nesta fração após um novo peneiramento.

O ensaio para partícula consiste em testar cada uma das partículas e colocar em um dos 3 grupos: 1 – plana, 2 – alongada e 3 – nem plana nem alongada. Utilizou-se o calibrador posicionado na razão própria da seguinte maneira:

- Teste de partícula alongada: posicionou-se a abertura maior igual ao comprimento da partícula (Figura 5a). A partícula é alongada se a largura puder ser colocada dentro da abertura menor.
- Teste para partícula plana: posicionou-se a maior abertura igual a largura da partícula (Figura 5b). A partícula é plana se a espessura puder ser colocada na abertura menor.

Depois que as partículas foram classificadas conforme descrito acima, determinou-se a proporção da amostra em cada grupo por contagem.



Fonte: NASCIMENTO, 2005.

Figura 5. (a) Dispositivo Calibrador de Forma; (b) Passagem Manual dos Agregados

3.4.5 | Angularidade

A forma da partícula do agregado fino pode ser qualificada pelo uso da norma ASTM C 1252 "teor de vazios não compactados de

agregado fino". Segundo Nascimento (2001), este ensaio é recomendado pelo programa SHRP (*Strategic Highway Research Program*) no sistema de projeto da mistura asfáltica. Existem três métodos para realização deste ensaio (A, B ou C). O método C, que usa a fração do agregado fino menor que 4,75 mm, foi o utilizado neste trabalho.

Um cilindro calibrado com 100 mL foi preenchido com agregado miúdo de graduação pré-definida por meio de fluxo através de um funil colocado a uma altura fixada. O agregado miúdo foi solto e sua massa determinada por pesagem. Este procedimento pode ser observado na Figura 6.

O teor de vazios foi calculado como a diferença entre o volume do cilindro e o volume absoluto do agregado miúdo coletado no cilindro. Duas medições foram feitas para cada amostra e a média foi utilizada.

Amostras testadas pelo método C podem ser úteis na seleção de proporções de componentes usados em uma variedade de misturas. Em geral, teores de vazios altos sugerem que o material pode ser melhorado por acréscimos adicionais de finos.



Fonte: NASCIMENTO, 2005.

Figura 6. Procedimento para realização do ensaio de angularidade

3.4.6 | Determinação da Dureza Knoop

A dureza *knoop* é utilizada na determinação da resistência ao esforço em um ponto específico do mineral, onde se pode verificar a resistência do agregado. Por meio dos resultados deste ensaio, determina-se a resistência ao esforço de uma rocha desde, por exemplo, uma pisada de um sapato bem fino, como citado em Almeida (2000), ou até mesmo a resistência ao alto tráfego.

Para determinação deste ensaio, utilizou-se uma placa de argila calcinada com 7x7 cm, na qual fez-se 40 impressões, com ponta de diamante, sob carga de 200g em um microdurômetro.

3.4.7 | Ensaios de Resistência ao Desgaste Amsler

Este ensaio avalia a resistência ao atrito de um agregado mineral que será submetido ao tráfego intenso. De acordo com a norma NBR 12042/92, estabelecida pela ABNT, quanto maior for o desgaste pior será a qualidade do piso formado par uso em condições de tráfego intenso.

Este teste tem a finalidade de obter como resultado a propriedade que uma rocha possui de resistir à remoção progressiva de constituintes de sua superfície, a qual pode ser medida ou por diminuição de volume ou de altura do corpo-de-prova ou por perda de massa.

Para realização do ensaios utilizou-se uma máquina de desgaste abrasivo ASMLER, seguindo-se o seguinte procedimento: mediu-se dois corpos-de-prova em forma de placa com as seguintes medidas: 7,0 x 7,0 x 2,0 cm. Utilizou-se areia quartzosa (padrão IPT) no processo ao qual os corpos-de-prova foram submetidos à pressão de um disco metálico de alta dureza, sendo observado o controle de vazão (volume de 184 cm³ de areia x 2 minutos, medidos no becker). Fixou-se os corpos-de-prova à prensa da máquina e programou-se o aparelho para 500 voltas (500 m).

Inverteu-se a posição dos corpos-de-prova na máquina, após serem anotadas as medidas que foram alteradas. Posteriormente, programou-se 1000 voltas no painel e observou-se o desgaste sofrido da argila calcinada pelo contato com a areia à medida em que o disco gira, perpendicular à corrida.

3.5 | Avaliação da Interação Química CAP/Agregado

3.5.1 | Adsorção

A metodologia conta primeiramente com a elaboração de uma curva de calibração. Para tal, utilizou-se soluções de cimento asfáltico de petróleo (CAP) 1,0% p/v, de onde se retiraram alíquotas para preparo de soluções com as seguintes concentrações: 0,0005 mg/L; 0,001 mg/L e 0,005 mg/L em tolueno. Essas soluções foram analisadas em um espectrofotômetro de Ultravioleta – visível, em comprimento de onda fixo em 402 nm (GONZÁLES e MIDDEA, 1988), obtendo-se, assim, a curva de calibração (concentração inicial versus absorbância), para cada asfalto. A partir daí, foram obtidas as equações de reta que são empregadas nos ensaios de adsorção.

Nos ensaios de adsorção pesou-se 0,5 g de argila calcinada, britada e peneirada (diâmetro de partícula < 0,149 mm), sendo colocada em 10 tubos de centrifuga. A cada tubo adicionou-se 25 mL de uma solução de CAP nas concentrações: 0,0005 mg/L; 0,001 mg/L; 0,0015 mg/L; 0,0025 mg/L; 0,005 mg/L; 0,0075 mg/L; 0,01 mg/L; 0,0125 mg/L; 0,015 mg/L e 0,02 mg/L. A seguir, os tubos foram agitados em mesa agitadora Shaker, durante quatro horas e 200 r.p.m. Após esse período o material foi centrifugado durante 30 minutos a 3000 r.p.m. Cada material sobrenadante foi analisado em espectrofotômetro de Ultravioleta - visível, em comprimento de onda fixo em 402 nm.

3.5.2 | Ensaio de Adesividade

O ensaio de adesividade foi realizado baseado no método DNER-ME 078-94, utilizando-se cada um dos cinco CAPs e o agregado graúdo de argila calcinada. Neste ensaio recobriu-se 5 amostras de argila calcinada com uma fina película de cada um dos 5 CAPs. O ensaio avalia o deslocamento do CAP, que recobre o agregado, quando a mistura CAP-brita é imersa em água destilada a 40°C durante 72 horas. Os resultados são caracterizados pelo deslocamento total, deslocamento parcial ou não deslocamento da película de CAP.

3.5.3 | Potencial Zeta

A maior parte das partículas adquire uma carga elétrica na superfície quando posta em contato com o meio aquoso, sendo os mecanismos mais importantes: a ionização da superfície, a dissolução de íons, a adsorção de íons provenientes da solução e os defeitos na rede cristalina (HUNTER, 1981).

O potencial medido no plano de cisalhamento entre a partícula e a solução, quando os dois estão em movimento relativo, na presença de um campo elétrico, medido experimentalmente, é o chamado potencial zeta.

O deslocamento diferencial das partes da dupla camada elétrica leva ao aparecimento de um potencial eletrocinético, podendo ser medido por meio dos quatro fenômenos eletrocinéticos: eletroforese, eletrosmose, potencial de escoamento e potencial de sedimentação (HUNTER, 1981 e FUERSTENAU, 1982).

O ponto correspondente à atividade dos íons determinantes do potencial em que a carga superficial é zero é denominado ponto de carga zero. Dessa forma, a natureza e a composição dos minerais irá afetar os valores eletrocinéticos e, conseqüentemente, o processo de adsorção (HUNTER, 1981).

O estudo detalhado das propriedades eletrocinéticas facilitará a compreensão dos mecanismos de adsorção entre os cimentos asfálticos de petróleo com a superfície do agregado mineral.

Baseado nos estudos de Middea e Gonzáles (1987), realizou-se estudos de mobilidade eletroforética para verificação do efeito do pH no processo de interação CAP/agregado mineral.

Para obtenção das medidas de mobilidade eletroforética foi utilizado um aparelho *Rank – Bros*. No processo, utilizou-se a temperatura de 25°C e a polaridade dos eletrodos invertida entre várias medições, a fim de minimizar a polarização dos mesmos.

A dispersão da argila calcinada foi preparada a partir da fração + 400#, em KNO₃ (1mM). O pH foi modificado com ácido nítrico e hidróxido de sódio. Para efetuar as medições da mobilidade eletroforética, as dispersões foram mantidas sob agitação durante 5 minutos. A seguir, deixadas em repouso por mais 5 minutos para se chegar ao equilíbrio. Posteriormente, mediu-se o valor de pH e fez-se a leitura.

3.6 | Avaliação da Resistência Mecânica da Mistura Asfáltica

3.6.1 | Moldagem dos Corpos de Prova de Mistura Asfáltica

O método consiste na moldagem de corpos-de-prova, em compactador *Marshall*, modelo *IK-433*, para cada cimento asfáltico de petróleo e o conjunto de agregados miúdos e graúdos, com percentual de vazios entre 6 e 8% na mistura compactada.

3.6.2 | Método AASHTO T 283/89 – LOTTMAN

Para o ensaio LOTTMAN, utilizou-se os três corpos de prova de cada CAP. A seguir, cada um foi submetido a um ensaio de resis-

tência no aparelho de análise LOTTMAN, apresentado na Figura 7 (LEITE, 2002).



Figura 7. Aparelho de análise LOTTMAN

O primeiro corpo-de-prova foi avaliado quanto à resistência à tração por compressão diametral sem nenhum tipo de condicionamento. Os outros dois foram sujeitos a um processo de condicionamento especificado no método AASHTO T 283/89, simulando a ação do intemperismo nos corpos-de-prova, como descrito a seguir: submeteu-se os corpos-de-prova imersos em água, a uma pressão de vácuo de 25,4 cm a 66 cm de coluna de mercúrio, por um período de cinco a dez minutos, para aumento do grau de saturação. O corpo-de-prova saturado foi revestido com filme plástico e colocado em sacos plásticos contendo aproximadamente 10 mL de água.

As amostras foram resfriadas à temperatura de $-18 \pm 3^{\circ}\text{C}$ por 16 horas. Em seguida, as amostras foram retiradas da refrigeração, sendo uma analisada imediatamente quanto à resistência à tração por compressão diametral, com o intuito de simular a influência dos dias extremamente frios e verificar sua influência na resistência à tração dos asfaltos.

A outra amostra, após o período de congelamento, foi imersa em banho à temperatura de $60 \pm 1^\circ\text{C}$, por 24 horas. A amostra foi removida para outro banho com temperatura de $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$, por um período de 2 ± 1 hora, e então posteriormente submetida ao ensaio de resistência à tração por compressão diametral, com o intuito de se observar a variação de resistência à tração, após variações bruscas de temperatura.

O resultado do ensaio foi obtido em percentual, sendo reportado pela relação entre a média dos valores de resistência à tração dos corpos de prova submetidos previamente ao condicionamento (RC) e a resistência dos corpos de prova sem condicionamento (RSC), como apresentado na Equação 1.

$$\mathbf{RR = (RC/RSC) . 100\% \quad (1)}$$

4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 | Análise Mineralógica

O difratograma de raios-x da amostra de caulim apresentou caolinita como fase cristalina (Figura 8) e a amostra de caulim calcinado apresentou somente material amorfo, evidenciado pelo desvio da linha base e ausência de picos bem definidos (Figura 9).

A curva termogravimétrica da amostra de caulim (Figura 10) apresentou uma perda de massa de 0,4870% até 110°C, que representa a perda da água de hidratação. No intervalo de 398,28°C a 700,09°C, observa-se a perda de 12,40% de massa, devido à remoção das hidroxilas. Na Figura 11, observa-se uma perda total de massa de 0,6929% para o caulim calcinado.

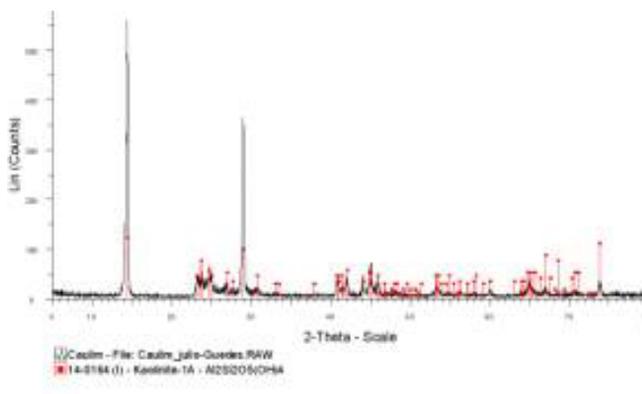


Figura 8. Difratograma de Raios-X da amostra de caulim

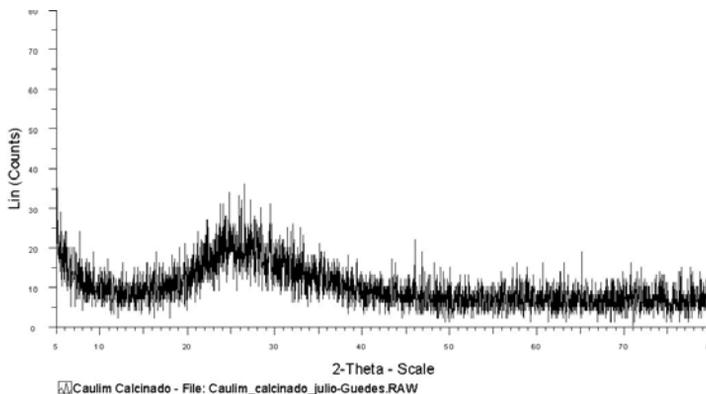


Figura 9. Difratoograma de Raios-X da Amostra de caulim calcinado

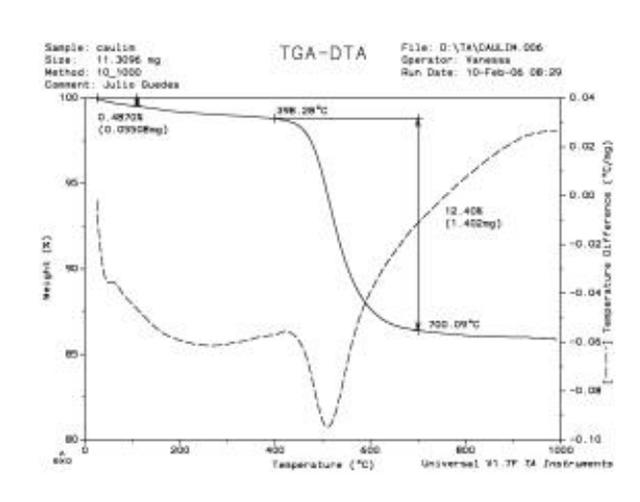


Figura 10. Curva termogravimétrica e termodiferencial da amostra de caulim

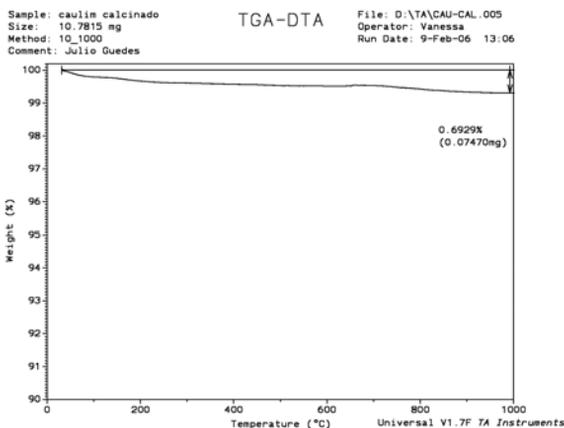


Figura 11. Curva termogravimétrica e termodiferencial da amostra de caulim calcinado

4.2 | Análise Química

Em relação ao resultado de análise química, observam-se altos valores para silício e alumínio, comprovando tratar-se de um aluminossilicato. Observa-se também que, após o processo de calcinação, o teor de silício aumentou consideravelmente, sendo o possível responsável pela resistência do material. Em relação ao teor de alumínio, observou-se pouca alteração. Tais resultados estão relacionados com a formação do complexo sílico-aluminato, citado em Nascimento (2005), durante o tratamento térmico sofrido pelo argilomineral.

4.3 | Avaliação Física do Agregado de Argila Calcinada

Tabela 2. Análise química das argilas, natural e calcinada

Composição (%)	Argila natural	Argila calcinada
SiO ₂	49,18	72
Al ₂ O ₃	28,11	25
K ₂ O	1,05	0,075
Na ₂ O	1,23	0,075
Fe ₂ O ₃	13,8	0,93
CaO	0,70	0,26
TiO ₂	0,6	1,1
MgO	4,56	0,52

4.3.1 | Análise Granulométrica

Por meio da Tabela 3, pode-se verificar a distribuição granulométrica do agregado de argila calcinada, onde se observa a adequação do agregado às normas estabelecidas pelo DNIT.

Tabela 3. Análise Química das argilas, natural e calcinada

Abertura (mm)	Brita 1	Pedrisco	Pó de brita
13	58,3	--	--
-13 + 10	27,8	73,4	--
-10 + 8	12,5	18,4	--
- 8+ 2	0,2	3,4	--
- 2 + 1	0,1	0,4	--
-1 + 0,5	0,1	0,1	--
- 0,5 + 0,297	--	0,1	16,7
- 0,297 + 0,177	--	0,1	21,4
- 0,177 + 0,149	--	0,1	8,7
- 0,149+ 0,074	0,1	1,8	5,4
- 0,074	0,9	2,2	47,8
Total	100%	100%	100%

4.3.2 | Abrasão Los Angeles

Em relação ao resultado de abrasão *Los Angeles*, obteve-se um valor de 25%. Segundo Nascimento (2005), no Brasil, o uso em obras rodoviárias de agregados oriundos de argilas é regido pelas especificações do DNIT (EM 230/94 e ES 227/89), que prescreve valores máximos de abrasão Los Angeles entre 35 e 45%. Desta forma, observa-se que a argila calcinada apresenta-se dentro dos valores requeridos.

4.3.3 | Densidade

Quanto aos valores de densidade obtidos para a argila calcinada, observa-se um valor em torno de 2,0 g/mL para densidade real e 1,89 g/mL para densidade aparente. Valores esses, similares aos

encontrados por Nascimento (2005), quando estudou a utilização de agregados de argila calcinada em misturas asfálticas.

4.3.4 | Índice de Forma

Na Tabela 4 pode-se observar o resultado do índice de forma apresentado pela argila calcinada. Verifica-se um alto percentual de partículas nem alongadas nem chatas, classificando-a como adequada para utilização em misturas asfálticas, segundo o DNIT.

Tabela 4. Análise Química das argilas, natural e calcinada

Forma	Valores de forma (%)
Alongadas	28
Achatadas	10
Nenhuma das duas	62
Total (%)	100

4.3.5 | Angularidade

A fim de se verificar a adequação do agregado miúdo (pó de pedra de basalto) às normas estabelecidas pelo DNIT, realizou-se o ensaio de angularidade e pôde-se verificar um valor de 42%, classificando-o apto para utilização em pavimentação.

4.3.6 | Dureza Knoop

No que diz respeito à dureza da argila calcinada, observou-se uma baixa resistência, em torno de 5 MPa, se comparada aos valores estabelecidos pela ASTM C 615, que recomenda valores maiores que 13 MPa. Isso ocorre, possivelmente, devido ao processo térmico sofrido.

Deve-se levar em conta que se trata de um agregado oriundo de um argilomineral, o qual não apresenta boa característica de dureza quando em sua forma natural. Com isso, pode-se concluir que mesmo com valores de dureza *Knoop* inferiores aos estabele-

cidos pela ASTM C 615, tal valor pode ser admissível para seu uso em misturas asfálticas.

4.3.7 | Desgaste Amsler

Em relação ao valor de desgaste obtido, observou-se um valor em de 1,5 mm. Rochas com alta dureza, como o basalto, apresentam valores de desgaste, geralmente, em torno de 0,5 mm (*International Union of Geological Sciences*, 1973).

Dessa forma, verifica-se que o agregado oriundo da argila calcinada apresenta elevado desgaste.

4.4 | Avaliação da Interação CAP/Agregado

4.4.1 | Adsorção

Em relação à adsorção dos 5 CAPs à superfície da argila calcinada (Figura 12), observou-se valores máximos de 3 mg/g, sendo considerado um valor baixo, se comparado a rochas utilizadas em pavimentação como basalto, que apresentou valores em torno de 7 mg/g, em uma escala de 10 mg/g.

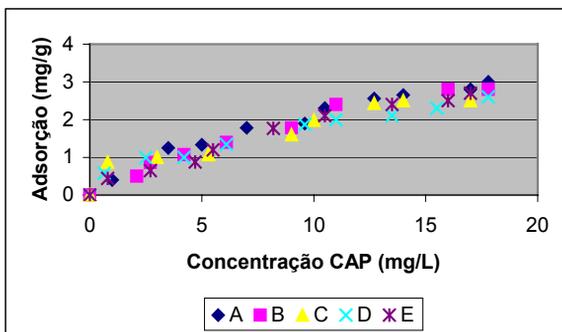


Figura 12. Adsorção versus concentração de CAPs na superfície da argila calcinada

Tais resultados podem estar relacionados com as modificações sofridas pelos argilominerais durante o processo de calcinação que, segundo FUNTAC e IEL (1990), citado em Nascimento (2005), geram, ao final do processo, um complexo sílico-aluminato.

A formação deste complexo confere as argilas à alta resistência mecânica, observada no item 4.1, que provavelmente foi possível devido ao aumento da concentração de SiO_2 , como observado na análise química e nos espectros de infravermelho. Porém, esse aumento na concentração de SiO_2 impede uma adsorção do CAP com o alumínio, que não aumenta na proporção do silício, em termos de análise química. Dessa forma, comprova-se que o alto poder polarizante do alumínio (KOTZ e TREICHL, 2002) é o responsável pela interação com os CAPs.

Os elevados teores de sílica nas argilas podem ser os responsáveis pela má afinidade entre o agregado e o ligante, uma vez que a afinidade entre a sílica e a água é extremamente elevada. Dessa forma, a interação sílica/água será preferencial e o CAP se desprenderá no agregado (FURLAN et al., 2004 e NASCIMENTO, 2005).

4.4.2 | Adesividade

Os resultados de adesividade indicaram o desprendimento total da película de qualquer CAP da superfície da argila calcinada, indicando a má aderência e corroborando com os resultados de adsorção, indicando a má interação entre o CAP e o agregado argiloso.

4.4.3 | Potencial Zeta

A Figura 13 apresenta os valores de mobilidade eletroforética da argila calcinada ausente e em presença dos dois constituintes do CAP, ou seja, asfaltenos e maltenos. Nesse ensaio, utilizou-se

apenas os asfaltenos e maltenos do CAP A. Pode-se verificar que a mobilidade eletroforética é pouco afetada pela ação dos asfaltenos ou maltenos, corroborando com os valores já encontrados anteriormente, que já previam a má adesão do CAP à superfície desse agregado mineral.

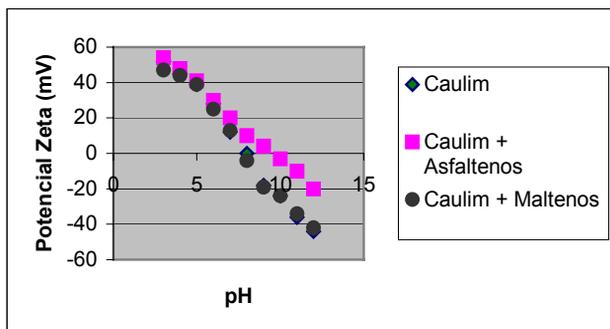


Figura 13. Valores de Potencial Zeta Antes e Após Adsorção de Asfaltenos e Maltenos na Superfície do Caulim Calcinado em Presença de 0,01 mol/L de NaNO_3

4.5 | Avaliação da Resistência Mecânica da Mistura Asfáltica

A Tabela 5 apresenta os resultados de resistência mecânica dos corpos-de-prova de mistura asfáltica para os 5 CAPs. Pode-se verificar um valor em torno de 55% para todos os CAPs, indicando que todos os corpos-de-prova não estão enquadrados às normas estabelecidas pelo DNIT, que são valores superiores a 80%.

Dessa forma, verifica-se que o agregado de argila calcinada não apresenta boas condições mecânicas para utilização em pavimentação, independente do tipo de CAP que se utilize.

Tabela 5. Valores da razão de resistência Mecânica das misturas asfálticas

Tipo de CAP	Razão de Resistência Mecânica (%)
A	55%
B	54%
C	55%
D	52%
E	53%

5 | CONCLUSÕES

Pode-se concluir que o agregado mineral oriundo de um caulim calcinado do estado do Pará, mesmo apresentando algumas condições físicas adequadas às normas do DNIT, como abrasão, forma e dureza, não apresenta boa interação química com os CAPs, como apresentado nos ensaios de adsorção, adesividade e potencial zeta.

Tal fato é refletido nos resultados de resistência mecânica das misturas asfálticas, que indicaram a não adequação de tal agregado à pavimentação.

BIBLIOGRAFIA

- AASHTO (1993). Guide for Design of Pavement Structures. Washington, normas ASTM:
- AASHTO T 283/89 – LOTTMAN
- ASTM C 1252 - Teor de vazios não compactados de agregado fino.
- ALMEIDA, S. L. M. "Aproveitamento de rejeitos de pedreiras de Santo Antônio de Pádua – RJ para produção de brita e areia", Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo - USP, 2000.
- DNER – Departamento Nacional de Estradas de Rodagem, Ministério dos Transportes, Brasil, ME 035/98 – Agregados – Determinação de abrasão Los Angeles, Rio de Janeiro, 1998, p. 6.
- DNER – Departamento Nacional de Estradas de Rodagem, Ministério dos Transportes, Brasil, ME 083/98 Agregados – Análise Granulométrica, Rio de Janeiro, 1998, p. 3.
- DNER – Departamento Nacional de Estradas de Rodagem, Ministério dos Transportes, Brasil, ME 084/94 – Agregado – Determinação de densidade relativa, Rio de Janeiro, 1998, p.3.
- DNER - Departamento Nacional de Estradas de Rodagem, Pesquisas de Viabilidade de Implantação da Fábrica de Argila Expandida na Região Amazônica, Relatório Final, IRP/Divisão de Pesquisas, Rio de Janeiro, 1981.
- DNER – Departamento Nacional de Estradas de Rodagem, Ministério dos Transportes, Brasil, ME 086/98 – Agregado - Determinação do índice de forma, Rio de Janeiro, 1998, p. 5.
- FERNANDES, J. L. Jr "Avaliação de agregados utilizados em obras viárias no estado de São Paulo através do ensaio de angularidade da fração fina" ANPET, Campinas-SP,2001.
- FUNTAC – Fundação de Tecnologia do Estado do Acre, "Setor Cerâmico do Vale do Acre". Relatório Técnico. Rio Branco, AC, 2000.
- FUNTAC – Fundação de Tecnologia do Estado do Acre; Diagnóstico das indústrias cerâmicas do Rio Branco, Relatório Técnico, Rio Branco – AC, IEL – Instituto Evaldo Lodi/ Núcleo Regional, 1990.

- GONZALES, G. e MIDDEA, A., "The properties of the calcite-solution interface in the presence of adsorbed resins or asphaltenes", *Colloids and Surfaces*, vol. 33, 1988, pp. 217-229.
- FUERSTENAU, D. W., Mineral-water interface and electrical double layer, in: KING, R. P., *Principles of Flotation*, Chapter 2, Johannesburg: South African IMM, 1982.
- FURLAN, A. P., GOUVÊA, L. T., FABRI, J. L. e FERNANDES, Jr, "Influência de características dos agregados na suscetibilidade a dano por umidade de misturas asfálticas", 17º Encontro de Asfalto, IBP, Rio de Janeiro, 2004.
- HUNTER, R. J., *Zeta Potential in Colloid Science*, Chapter 6, New York, Academic Press, 1981.
- International Union of Geological Sciences – IUGS, Subcomission on the Systematics of Igneous Rocks, 1973.
- KOTZ, J. C. E TREICHL Jr, P., *Química e Reações Químicas*, 4ª ed, vols 1 e 2, LTC editora, 2002.
- LEITE, L. F. M., SILVA, P. D. E. A., BORGES, P., RIBEIRO, R. C. C. e MOURÃO, F., "Comportamento Mecânico de Misturas Asfálticas Quanto ao Deslocamento", Relatório Técnico, CENPES, 2002.
- MIDDEA, A e GONZÁLES,G., "Efeito de Resinas e Asfaltenos sobre as Propriedades Superficiais de Partículas de Quartzo, Feldspato e Calcita", Comunicação Técnica SECRES-023/87, PETROBRAS, Rio de Janeiro, Novembro, 1987.
- NASCIMENTO, R. R., "Utilização de agregados de argila calcinada em pavimentação: uma alternativa para o Estado do Acre", Dissertação de Mestrado, COPPE- Engenharia Civil, UFRJ, Rio de Janeiro, 2005.
- SANTOS, P. S., "Ciência e Tecnologia das Argilas de Argilas", 2ª ed., vol. 2, São Paulo, Edgard Blüncher Ltda., 1989.
- VIEIRA, A., "Agregados de argila calcinada: produção e utilização em pavimentação rodoviária na Amazônia", 1º Seminário de Qualificação ao Doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, 2000.

SÉRIES CETEM

As Séries Monográficas do CETEM são o principal material de divulgação da produção científica realizada no Centro. Até o final do ano de 2006, já foram publicados, eletronicamente e/ou impressos em papel, cerca de 200 títulos, distribuídos entre as seis séries atualmente em circulação: Rochas e Minerais Industriais (SRMI), Tecnologia Mineral (STM), Tecnologia Ambiental (STA), Estudos e Documentos (SED), Gestão e Planejamento Ambiental (SGPA) e Inovação e Qualidade (SIQ). A Série Iniciação Científica consiste numa publicação eletrônica anual.

A lista das publicações poderá ser consultada em nossa homepage. As obras estão disponíveis em texto completo para download. Visite-nos em <http://www.cetem.gov.br/series>.

Últimos números da Série Tecnologia Mineral

STM-87 - **Utilização de rejeitos de rochas ornamentais em misturas asfálticas.** Roberto Carlos da C. Ribeiro, Julio César Guedes Correia, Peter Rudolf Seidl, Salvador Luiz Matos de Almeida e Eduardo Augusto Carvalho, 2007.

STM-86 - **Utilização do calcário do Cariri cearense como agregado mineral em pavimentação asfáltica.** Roberto Carlos da C. Ribeiro, Julio Cesar Guedes Correia, Peter Rudolf Seidl, Jorge Barbosa Soares, Francisco Wilson Holanda Vidal e Livia Pinheiro de Araujo, 2006.

STM-85 - **Análise de Modelo Cinético: flotação verdadeira e arraste. Influência do tamanho das partículas.** Fernando Antunes Gaspar Pita, 2006.

STM-84 - **Interação entre Cimentos Asfálticos e seus Constituintes com Agregados Minerais na Formação do Asfalto.** Roberto Carlos da C. Ribeiro, Julio Cesar Guedes Correia e Peter Rudolf Seidl, 2005.

INFORMAÇÕES GERAIS

CETEM – Centro de Tecnologia Mineral
Avenida Pedro Calmon, 900 – Cidade Universitária
21941-908 – Rio de Janeiro – RJ
Geral: (21) 3867-7222 - Biblioteca: (21) 3865-7218 ou 3865-7233
Telefax: (21) 2260-2837
E-mail: biblioteca@cetem.gov.br
Homepage: <http://www.cetem.gov.br>

NOVAS PUBLICAÇÕES

Se você se interessar por um número maior de exemplares ou outro título de uma das nossas publicações, entre em contato com a nossa biblioteca no endereço acima.

Solicita-se permuta.

We ask for interchange.