

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL - Mestrado

FERNANDO FRANCO SGUAREZI

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DA ADIÇÃO DE ETRINGITA
PRODUZIDA A PARTIR DO TRATAMENTO DE EFLUENTE
INDUSTRIAL NO COMPORTAMENTO EXPANSIVO E NA
MICROESTRUTURA DE UM SOLO LATERÍTICO ARENOSO**

**MARINGÁ
2022**

FERNANDO FRANCO SGUAREZI

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DA ADIÇÃO DE ETRINGITA
PRODUZIDA A PARTIR DO TRATAMENTO DE EFLUENTE
INDUSTRIAL NO COMPORTAMENTO EXPANSIVO E NA
MICROESTRUTURA DE UM SOLO LATERÍTICO ARENOSO**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil do Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Estadual de Maringá.

Orientadora: Profa. Dra. Juliana Azoia Lukiantchuki.

Coorientadora: Profa. Dra. Cláudia Telles Benatti

**MARINGÁ
2022**

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
(Biblioteca Central - UEM, Maringá - PR, Brasil)

S523a

Squarezi, Fernando Franco

Avaliação do efeito da adição de etringita produzida a partir do tratamento de efluente industrial no comportamento expansivo e na microestrutura de um solo laterítico arenoso / Fernando Franco Squarezi. -- Maringá, PR, 2023.
116 f.color., figs., tabs.

Orientadora: Profa. Dra. Juliana Azoia Lukiantchuki.

Coorientadora: Profa. Dra. Cláudia Telles Benatti.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual de Maringá, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Civil, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2023.

1. Geotecnia. 2. Mecânica dos solos. 3. Solo-cimento. 4. Expansão. 5. Etringita. I. Lukiantchuki, Juliana Azoia, orient. II. Benatti, Cláudia Telles, coorient. III. Universidade Estadual de Maringá. Centro de Tecnologia. Departamento de Engenharia Civil. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. IV. Título.

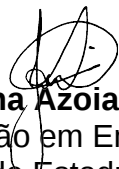
CDD 23.ed. 624.15

FERNANDO FRANCO SGUAREZI

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DA ADIÇÃO DE ETRINGITA PRODUZIDA A PARTIR
DO TRATAMENTO DE EFLUENTE INDUSTRIAL NO COMPORTAMENTO
EXPANSIVO E NA MICROESTRUTURA DE UM SOLO LATERÍTICO ARENOSO**

Dissertação de Mestrado apresentada no dia 30/11/2022, julgada adequada para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA CIVIL e aprovada em sua forma final, como requisito parcial para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA CIVIL DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ

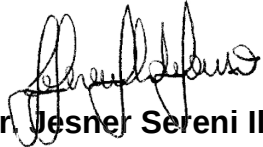
BANCA EXAMINADORA



Profa. Dra. Juliana Azoia Lukiantchuki
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
Universidade Estadual de Maringá
Professora Orientadora



Profa. Dra. Cláudia Telles Benatti
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Urbana
Universidade Estadual de Maringá
Professora Coorientadora



Prof. Dr. Jesner Sereni Ildefonso
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Urbana
Universidade Estadual de Maringá



Profa. Dra. Maria Eugenia Gimenez Boscov
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Aos meus pais e minha irmã, pelo
apoio.

RESUMO

O solo é amplamente utilizado como material de construção, porém muitas vezes o solo não apresenta as características necessárias ao seu emprego. Para essas situações, torna-se fundamental aplicar técnicas de melhoria dos solos, sendo uma das mais comuns a estabilização química pela adição de cimento Portland. Entretanto, o uso do cimento apresenta uma série de inconvenientes do ponto de vista ambiental. Neste contexto a busca por materiais alternativos torna-se uma solução interessante, sobretudo quando se considera o emprego de resíduos que necessitam de uma destinação adequada. As indústrias de anodização de superfícies de alumínio destacam-se dentro dessa problemática, uma vez que produzem efluentes ricos em sulfato. O tratamento desses efluentes, com consequente redução dos níveis de sulfato, pode ser realizado por meio da precipitação química formando etringita. A etringita caracteriza-se como sendo um mineral que quando adicionado ao solo pode ocasionar a sua expansão. Entretanto, o emprego do uso da etringita sintetizada em laboratório possui poucos estudos. Considerando todo o contexto apresentado, o objetivo desse trabalho foi avaliar o comportamento expansivo de um solo laterítico quando misturado com etringita e/ou cimento. Para isso, foram avaliados seis tipos de misturas de solo, cimento e etringita, variando o teor de cada um dos materiais. A etringita utilizada foi produzida em laboratório a partir do tratamento de um efluente industrial, com elevado teor de sulfato, coletado na cidade de Maringá/PR. Foram realizados ensaios de caracterização dos materiais além de ensaios de expansão, seguindo recomendações da ASTM D4546-08, em amostras compactadas e inundadas, e a avaliação da microestrutura por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os principais resultados indicam que conforme esperado, a expansão para misturas de solo-cimento é nula enquanto o solo puro, formado por caulinita e com baixo teor de sulfato na composição, apresentou expansão de pequena magnitude. A adição de etringita ocasionou um aumento da expansão do solo em até 11 vezes, porém permanecendo dentro dos limites para utilização em obras de pavimentação. Entretanto, a adição de cimento e etringita, simultaneamente, apresentou os maiores valores de expansão, sendo que o ensaio foi conduzido por até 21 dias sem indicar estabilização. Com isso, pode-se concluir que a adição de etringita ao solo causa expansão, mas em quantidades aceitáveis, para aplicação em bases de pavimentação. Nas misturas onde há a presença de cimento e de etringita o cimento apresenta-se como fonte de íons de sulfato, contribuindo para a formação de cristais de etringita e consequentemente aumenta significativamente a expansão do solo tornando inviável o uso desses materiais simultaneamente.

Palavras-chave: Efluente industrial. Sulfatos. Etringita. Cimento. Solo laterítico. Expansão.

ABSTRACT

Soil is widely used as a construction material, but often the soil does not have the characteristics for its use. In this case, it is important to apply soil improvement techniques, with the chemical stabilization by adding Portland cement being widely used. However, the use of cement presents a series of limitations considering the environmental point of view. In this context, the search for alternative materials becomes an interesting solution, especially when considering the use of waste, which needs a suitable destination. The aluminum surface anodizing industries have an important role in this problem by producing a sulfate rich effluent. The treatment of these effluents, with consequent reduction of sulfate levels, can be carried out through chemical precipitation producing ettringite. The ettringite is a mineral that when added to the soil can cause its expansion. However, the use of synthesized ettringite in the laboratory has few studies. Thus, the purpose of this work was to evaluate the expansive behavior of a lateritic soil when mixed with ettringite and/or cement. For this, six types of mixtures of soil, cement and ettringite were evaluated, varying the content of each one of the materials. The ettringite use was produced in laboratory by the sulfate-rich effluent treatment, collected in Maringá/PR. Characterization tests were carried out in addition to swell tests, following ASTM D4546-08 recommendations, in compacted and flooded samples, and the microstructure evaluation through scanning electron microscopy (SEM). The main results show that, as expected, the soil-cement mixture didn't have expansion, while the natural soil, composed of kaolinite and with a low content of sulfate in the composition, showed a small expansion. The addition of ettringite caused an increase in soil swell by up to 11 times, but remained within the recommendations for use in geotechnical works. However, the addition of cement and ettringite, simultaneously, presented the highest swell values, and the test was carried out up to 21 days and did not indicate stabilization. The experimental results indicate that the addition of ettringite to the soil causes expansion, but in suitable levels. In mixtures where there is the presence of cement and ettringite, the cement presents itself as a source of sulfate ions, contributing to the formation of ettringite crystals and, consequently, significantly increasing the soil swell, making it impossible to use these materials simultaneously.

Key words: Industrial effluent. Sulfates. Ettringite. Cement. Lateritic soil. Expansion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Fluxograma do processo de anodização de superfícies de alumínio	21
Figura 2.2 - Amostra de etringita na natureza	23
Figura 2.3 - Estrutura da Etringita	23
Figura 2.4 - Intervalo de formação dos minerais	24
Figura 2.5 - Expansão do solo-cimento em função do tempo	25
Figura 2.6 - Formação de etringita dentro de um poro	27
Figura 2.7 - Expansão argila caulinítica e etringita	33
Figura 2.8 - Métodos para a determinação da tensão de expansão	39
Figura 2.9 - Difratoograma de raio X para o cimento Portland	45
Figura 2.10 - Difratoograma de raio X para a etringita	46
Figura 2.11 - Difratoograma de raio X para o solo	46
Figura 2.12 - Variação volumétrica <i>versus</i> teor de etringita	49
Figura 2.13 - Variação volumétrica <i>versus</i> teor de cimento e etringita	49
Figura 2.14 - Variação do pH em água com o tempo	51
Figura 2.15 - Variação do pH em KCl com o tempo	51
Figura 3.1 - Solo posicionado nas bandejas para secagem	52
Figura 3.2 – Processo de produção da etringita	55
Figura 3.3 - Pedacos de etringita após a secagem	55
Figura 3.4 – Processo de moagem da etringita (moinho de barras)	56
Figura 3.5 - Agitação da solução de solo e água destilada	59
Figura 3.6 - Aparecimento de auréola durante o ensaio de adsorção de azul de metileno	60
Figura 3.7 - Célula de expansão desmontada	63
Figura 3.8 - Células de expansão montadas para o ensaio	64
Figura 3.9 - Cravação do anel amostrador na mistura de solo com cimento	64
Figura 3.10 - Ensaio de expansão em andamento nas prensas de consolidação	65
Figura 3.11 - Célula de expansão posicionada na prensa	66
Figura 3.12 - Lascas dos corpos de prova após secagem	67
Figura 3.13 - Lascas de solo metalizadas e posicionadas no porta amostra	67
Figura 4.1 - Curva granulometrica do solo	70
Figura 4.2 - Curva granulométrica a laser do cimento e da etringita	71
Figura 4.3 - Curva de compactção do solo (S_0)	74

Figura 4.4 - Curvas de compactação das misturas com cimento (SC ₅ e SC ₆).....	74
Figura 4.5 - Curvas de compactação das misturas com etringita (SE ₅ e SE ₆).....	75
Figura 4.6 - Curvas de compactação das misturas com cimento e etringita (SC ₅ E ₅ e SC ₆ E ₆) .	75
Figura 4.7 - Curvas de expansão da mistura S ₀ com carga de 1 kPa.....	78
Figura 4.8 - Curvas de expansão da mistura SE ₅ com carga de 1 kPa	79
Figura 4.9 - Curva de expansão da mistura SE ₅ com carga de 20 kPa.....	80
Figura 4.10 - Curva de expansão da mistura SE ₅ com carga de 50 kPa.....	80
Figura 4.11 - Curvas de expansão da mistura SE ₆ com carga de 1 kPa	81
Figura 4.12 - Curvas de expansão da mistura SE ₆ com carga de 20 kPa	82
Figura 4.13 - Curvas de expansão da mistura SE ₆ com carga de 50 kPa	82
Figura 4.14 - Curvas de expansão da mistura SC ₅ com carga de 1 kPa	83
Figura 4.15 - Curvas de expansão da mistura SC ₅ E ₅ com carga de 1 kPa	84
Figura 4.16 - Curvas de expansão da mistura SC ₅ E ₅ com carga de 20 kPa	85
Figura 4.17 - Curvas de expansão da mistura SC ₆ E ₆ com carga de 1 kPa	86
Figura 4.18 - Curvas de expansão da mistura SC ₆ E ₆ com carga de 20 kPa	86
Figura 4.19 - Curvas de expansão das misturas SC ₅ E ₅ e SC ₆ E ₆ com carga de 1 kPa e duração estendida	88
Figura 4.20 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SE ₅	89
Figura 4.21 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SE ₆	90
Figura 4.22 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SC ₅ E ₅	90
Figura 4.23 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SC ₆ E ₆	91
Figura 4.24 - Deformação máxima em função da carga – Todas as misturas.....	91
Figura 4.25 - Micrografias com diferentes magnificações para o solo puro (S ₀).....	93
Figura 4.26 - Micrografias com diferentes magnificações para a mistura SE ₆	94
Figura 4.27 - Micrografias com diferentes magnificações para a mistura SC ₆	95
Figura 4.28 - Micrografias com diferentes magnificações para a msitura SC ₆ E ₆	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Faixas dos tamanhos dos grãos do solo.....	29
Tabela 2.2 - Métodos de investigação de solos expansivos	37
Tabela 2.3 - Classificação do grau de expansão relacionada ao limite de liquidez (LL) e ao índice de plasticidade	38
Tabela 2.4 - Critérios de classificação de solos expansivos com base na expansão livre e tensão de expansão	38
Tabela 2.5 - Resultados de expansão de outras pesquisas.....	42
Tabela 3.1 – Proporções dos diferentes materiais das misturas estudadas.....	54
Tabela 3.2 - Resumo dos ensaios realizados	68
Tabela 4.1 - Valores de pH e concentrações de sulfato na produção de etringita.....	69
Tabela 4.2 - Resultado da análise granulométrica e comparação com outros trabalhos	71
Tabela 4.3 - Limites de Atterberg.....	72
Tabela 4.4 – Resultados dos ensaios de compactação.....	76
Tabela 4.5 - Propriedades físicas dos corpos de provas	77
Tabela 4.6 – Valores deformação máximo para cada mistura e carregamento	89
Tabela 4.7 - Tensão de expansão das misturas.....	92
Tabela A.1 - Propriedades dos anéis.	108
Tabela A.2 - Valores do ensaio de aferição.....	108
Tabela B.1 - Dados medidos na expansão da mistura S_0	109
Tabela B.2 - Dados medidos na expansão da mistura SE_5	110
Tabela B.3 - Dados corrigidos da expansão da mistura SE_5	110
Tabela B.4 - Valores de expansão da mistura SE_5	111
Tabela B.5 - Dados medidos na expansão da mistura SE_6	111
Tabela B.6 - Dados corrigidos da expansão da mistura SE_6	112
Tabela B.7 - Valores de expansão da mistura SE_6	112
Tabela B.8 - Dados do ensaio de expansão da mistura SC_5	113
Tabela B.9 - Dados do ensaio de expansão da mistura SC_6E_6	113
Tabela B.10 - Dados do ensaio de expansão da mistura SC_5E_5	114
Tabela B.11 - Dados do ensaio de expansão com a duração estendida.....	115
Tabela C.1 - Umidade dos CPs utilizados na MEV.	116

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ABCP	Associação Brasileiro de Cimento Portland
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Acb	atividade da fração argilosa
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CBR	<i>California Bearing Ratio</i>
COMCAP	Complexo de Centrais de Apoio à Pesquisa
CTC	capacidade de troca catiônica
DNER	Departamento Nacional de Estradas e Rodagem
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DRX	Difração de Raio-x
IP	Índice de Plasticidade
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
ISC	Índice de Suporte Califórnia
kPa	Quilo Pascal
LL	Limite de Liquidez
LP	Limite de Plasticidade
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Mega Pascal
PCZ	ponto de carga zero
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
ppm	Partes por milhão
SE	superfície específica
SPT	<i>Standard Penetration Test</i>
UEM	Universidade Estadual de Maringá
Vb	valor de azul de metileno
Δ pH	Variação de pH
θ	theta

SUMARIO

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 JUSTIFICATIVA	16
1.2 OBJETIVOS	19
1.2.1 Objetivo geral	19
1.2.2 Objetivos específicos	19
2 REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1 ANODIZAÇÃO DO ALUMÍNIO E A PROBLEMÁTICA AMBIENTAL	20
2.2 ETRINGITA	22
2.2.1 Processo de formação da etringita no solo	24
2.2.2 Processo de formação da etringita no concreto	26
2.3 SOLO	27
2.4 MÉTODOS DE ESTABILIZAÇÃO DE SOLOS	30
2.4.1 Estabilização Química	31
2.4.2 Solo-cimento	31
2.4.3 Solo-etringita	32
2.5 EXPANSÃO EM SOLOS	34
2.5.1 Identificação de solos expansivos	35
2.5.2 Expansão induzida por Sulfatos	40
2.5.3 Expansão induzida pela etringita	40
2.5.4 Ensaios para avaliar a expansão em solo	43
2.6 TRABALHOS ANTERIORES	44
2.6.1 Difração de raio X	44
2.6.2 Dosagem físico-química	46
2.6.3 pH	49
3 MATERIAIS E MÉTODOS	52

3.1 MATERIAIS	52
3.1.1 Solo	52
3.1.2 Efluente industrial	53
3.1.3 Cimento Portland	53
3.1.4 Misturas	53
3.2 MÉTODOS	54
3.2.1 Produção da etringita	54
3.2.2 Ensaios de caracterização geotécnica	56
3.2.3 Análise granulométrica a laser	56
3.2.4 Atividade pozolânica	57
3.2.5 Ensaio de adsorção de azul de metileno	58
3.2.6 Teor de Sulfato	61
3.2.7 Ensaio de compactação	62
3.2.8 Ensaio expansão	63
3.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	66
3.2.10 Resumo dos ensaios	67
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	69
4.1 PRODUÇÃO DE ETRINGITA	69
4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	70
4.2.1 Massa específica dos grãos e distribuição granulométrica	70
4.2.2 Limites de Atterberg	72
4.2.3 Atividade pozolânica	72
4.2.4 Adsorção de azul de metileno	73
4.2.5 Teor de sulfato	73
4.2.6 Compactação	73
4.3 EXPANSÃO	76
4.3.1 Compactação dos corpos de provas	76

4.3.2 Ensaio de expansão	77
4.3.3 Tensão de expansão	88
4.4 MICROESTRUTURA	92
4.4.1 Micrografias para o solo (S_0)	92
4.4.2 Micrografias para a mistura solo-etringita (SE_6)	93
4.4.3 Micrografias para a mistura solo-cimento (SC_6)	94
4.4.4 Micrografias para a mistura solo-cimento-etringita (SC_6E_6)	96
5 CONCLUSÃO	98
REFERÊNCIAS	101
APÊNDICE A – Aferição do conjunto célula-prensa	108
APÊNDICE B – Dados dos ensaios de expansão	109
APÊNDICE C – Índices físicos Corpos de Provas para MEV	116

1 INTRODUÇÃO

Todas as estruturas construídas pelo homem, desde as mais simples até as mais complexas e de grande impacto, precisam ser apoiadas sobre o solo de uma maneira ou de outra. Por esse motivo, compreender a relação entre o solo e a estrutura é de suma importância para projetar qualquer estrutura com segurança.

Nos solos onde os requisitos de projeto não são atendidos, tais como a sua resistência, torna-se possível o emprego de soluções técnicas visando melhorar o desempenho do solo. Dentre inúmeras técnicas para a melhoria de solos pode-se citar a adição de estabilizantes, a compactação do solo, a execução de drenos no maciço a fim de evitar a presença de água na sua estrutura, a adição de materiais tais como os geotêxteis e as geomantas ou até mesmo a completa substituição do solo local.

Segundo Puppala *et al.* (2018), um dos métodos mais empregados na melhoria dos solos é a estabilização química dos solos por meio da adição de cimento Portland, denominado solo-cimento. Esse tipo de solução é bastante utilizada em obras rodoviárias e em estabilização de encostas devido a facilidade de execução utilizando o próprio solo local e efetuando a mistura *in situ*. Quando o cimento é hidratado ocorrem reações químicas entre a água, os silicatos e os aluminatos presentes na sua composição que ocasionam a formação de hidróxido de cálcio, silicato hidratado de cálcio, monossulfato e etringita, com apenas os dois primeiros sendo aglomerantes. Os produtos de hidratação do cimento são responsáveis pela ocorrência de adesão ao material e consequentemente melhoram a sua resistência.

Wang *et al.* (2019) e Puppala *et al.* (2005) indicam que a adição de cimento e cal é altamente empregada na estabilização de solos há anos no tratamento de subsolos e sub-bases de pavimentação, inclusive sendo recomendada a utilização de estabilizantes a base de cálcio devido a sua capacidade de aumentar a resistência e diminuir a plasticidade, e o potencial de expansão e retração de solos expansivos.

Porém, a utilização desses estabilizantes à base de cálcio também pode causar danos nas construções aumentando a expansão do solo ao invés de diminuir. Esse fenômeno pode ser causado pela formação de etringita que se dá pela reação entre o cálcio do cimento com os sulfatos ou com a alumina presente em solos naturalmente expansivos com alto teor de sulfatos (DERMATAS 1995; PUPPALA *et al.* 2005; KNOPP E MOORMANN 2016; PUPALLA *et al.* 2018; WANG *et al.* 2019; EYO *et al.* 2021).

Neste contexto é importante destacar ainda o uso de materiais alternativos visando promover a estabilização de solos. Segundo a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS)

(BRASIL, 2010), a destinação final ambientalmente adequada inclui a reutilização, reciclagem, compostagem, recuperação, aproveitamento energético ou outros tipos de destinação admitidas pelos órgãos competentes. Dentre os princípios da PNRS destaca-se ainda o incentivo ao desenvolvimento de sistemas de gestão ambiental e empresarial que visem a melhoria dos processos produtivos e o reaproveitamento de resíduos sólidos. Considerando ainda que a destinação adequada dos resíduos industriais deve ser realizada pelas próprias indústrias, que geram tais materiais, tornam-se de fundamental importância pesquisas voltadas para a caracterização e o estudo de viabilidade do emprego de tais resíduos dentro das diversas atividades desenvolvidas pela sociedade.

No Brasil existem várias indústrias que geram efluentes ricos em sulfatos, no entanto pouca atenção tem sido dispensada à remoção desse íon dos efluentes. Esse fato se deve às dificuldades técnico-econômicas envolvidas na sua remoção, seja pelo emprego de processos avançados de tratamento, como a nanofiltração, osmose reversa e eletrodialise, ou pela produção de grandes quantidades de resíduos que necessitam disposição adequada, mas principalmente devido à falta do estabelecimento de um padrão de lançamento de efluentes a nível nacional que explicita diretamente um limite para o íon sulfato (SILVA *et al.*, 2011). Dessa forma, o aumento da concentração desse íon nos corpos hídricos pode levar a diversos impactos. Do ponto de vista do abastecimento público, o limite de concentração desse íon é de 250 mg/L (BRASIL, 2021), para evitar problemas de saúde aos usuários, como distúrbios gastrointestinais, assim como a problemas de ordem econômica, como corrosão das tubulações de água.

Dos Santos (2019) apresenta que um dos tipos de indústrias que geram esse tipo de efluente é a de anodização de superfícies de alumínio. Para reduzir a concentração de sulfato desses efluentes tem-se avaliado o emprego de íons de alumínio e de cálcio, que em contato com os sulfatos, se precipitam na forma de etringita. Porém, para tornar o processo atrativo é necessário estudar formas de reaproveitamento da etringita na sua forma bruta. Assim, torna-se interessante avaliar o potencial do emprego desse subproduto do tratamento de efluentes visando a sua destinação ambientalmente adequada, podendo inclusive avaliar a sua utilização no melhoramento de solos em substituição ao uso do cimento Portland.

Relatos de Knopp e Moormann (2016) indicam que foram observados diversos danos em obras de rodovias e obras de terra devido a formação do mineral etringita. Isso ocorre, pois, o sulfato presente no solo reage com o cimento ou a cal utilizada no processo de estabilização do solo formando a etringita. O cristal de etringita formado na matriz de solo é um mineral com alto teor de água, e dessa forma, apresenta-se volumoso e leve. Consequentemente, esse

aumento no volume gera expansão do solo e causa danos nas estruturas. Por fim foram indicados como fatores chaves na formação da etringita o teor de argilominerais, a presença de água, o ambiente químico, a temperatura, a porosidade do solo e a tensão de sobre adensamento.

Adicionalmente, estudos recentes (PUPPALA *et al.* (2018) e KNOPP E MOORMANN (2016)) apontam que recentemente começaram a ser observadas expansão e falhas prematuras em pavimentos onde as camadas de sub-base foram tratadas com cimento, com milhões de dólares sendo gastos anualmente em reparação a esses danos. Com isso, ensaios realizados para estudar o fenômeno de expansão dos solos tratados com cimento mostraram que o índice de vazios do solo compactado e a mineralogia apresentam um impacto nos resultados. Também é indicado que os solos misturados com cimento ou cal podem apresentar problemas de expansão devido a formação da etringita, que é um mineral que contribui ao aumento do volume do solo devido a sua hidratação ou pela reação contínua que apresenta com os minerais presentes no solo (PUPPALA *et al.* 2005; DERMATAS 1995; WANG *et al.* 2019; MITCHELL E DERMATAS 1992).

Entretanto, ainda não se conhece os efeitos que o emprego da etringita, na forma mineral, pode ocasionar no processo de estabilização de solos. Isto porque, parte do aumento de volume ocorre durante o processo de formação do mineral nas etapas de hidratação do cimento. Assim, a ocorrência de expansão e a sua magnitude podem se apresentar de forma diferente quando se faz a incorporação da etringita, sintetizada em laboratório, em matrizes de solo.

Com base no exposto acima, esse trabalho visa avaliar o efeito da adição da etringita sintetizada em laboratório, a partir do tratamento do efluente da indústria de anodização de superfícies de alumínio, na expansão de um solo laterítico típico da região noroeste do Paraná. A expansão será quantificada em misturas de solo-tringita e solo-cimento-tringita avaliando a possibilidade da destinação desse subproduto para a estabilização de solos para fins de emprego em camadas de pavimentação.

1.1 JUSTIFICATIVA

Segundo Alvarez-Ayuso (2008), existem várias maneiras de realizar a anodização de peças de alumínio, sendo que no processo se faz uso de ácido sulfúrico. Esse processo consiste basicamente em mergulhar as peças que se deseja anodizar em diversos banhos eletroquímicos e entre cada um desses banhos é necessário fazer o enxague das peças. Para isso são empregados banhos de enxague. Porém, com as lavagens sucessivas das peças, essas águas se tornam ricas

em alumínio e sulfato, constituindo o principal efluente produzido. Dentre os processos empregados para o tratamento desses efluentes, destaca-se a precipitação química utilizando coagulantes inorgânicos a base de alumínio e polímeros. No entanto, via de regra, apesar de submetidos ao tratamento físico-químico, esses efluentes ainda apresentam altas concentrações de sulfato quando do seu descarte em corpos hídricos.

A falta de uma regulamentação a nível nacional que estabeleça o padrão de emissão desse íon em corpos hídricos tem sido apontada como a principal causa desse cenário. Além disso, os processos empregados para a remoção do íon sulfato são pouco atrativos economicamente para as indústrias, podendo-se citar o emprego da osmose inversa, eletrodialise, nanofiltração, redução biológica, troca iônica e precipitação química (LENS *et al.*, 1998, SILVA *et al.*, 2012). Molke *et al.* (2019) observou que a remoção de sulfato a partir do efluente de enxague do processo de anodização pela síntese de etringita se mostrou uma técnica com potencial para aplicação.

Considerando que a remoção de sulfato a partir da síntese da etringita se apresentou uma técnica eficiente, e que a Política Nacional de Resíduos Sólidos prevê a destinação adequada de resíduos, torna-se fundamental avaliar soluções para o emprego do subproduto gerado, no caso a etringita. Assim, dentre inúmeras formas de reaproveitamento para este material, pode-se avaliar o seu emprego em misturas de solo cimento para fins de estabilização química de solos. Isto porque, muitas vezes as características intrínsecas do solo, tais como plasticidade, permeabilidade, resistência, expansão/retração, dentre outras, tornam o seu uso como material de construção inadequado. Nestas situações pode-se optar por utilizar solos de outras jazidas, o que pode encarecer o custo final da obra, ou então promover a melhoria do solo por meio da adição de aglomerantes, tais como o cimento Portland e a cal.

Puppala *et al.* (2005) apresentam uma alternativa, empregando a etringita sintetizada em laboratório na estabilização do solo e comparando com os casos onde a etringita se forma naturalmente no processo de estabilização química. Os autores concluíram que a expansão é causada principalmente pela formação dos cristais de etringita e apenas uma pequena parcela provém da hidratação posterior desses cristais.

Xiang *et al.* (2018) apontam que a etringita pode ser utilizada no tratamento de solos contaminados com metais pesados adsorvendo os íons desses metais por meio da eletronegatividade superficial e substituições químicas. Assim como o cimento, a etringita pode criar uma camada protetora devido a formação de hidróxidos insolúveis a partir dos íons de metais pesados ao criar um ambiente alcalino.

Ávarez-Ayuso (2005) também indica que a etringita tem a capacidade de atuar como um hospedeiro para poluentes metálicos por meio da adsorção, mistura de fase e substituição. Dessa forma, a aplicação da etringita proveniente do tratamento de efluentes da indústria de anodização torna-se uma opção interessante tanto do ponto de vista ambiental, como também econômico e tecnológico, uma vez que são apresentadas novas possibilidades para utilizar os materiais poluentes retirados do resíduo, como o sulfato e alumínio. Soma-se a isso, o reduzido impacto ambiental bem como o custo de disposição desses elementos (GOMES 2005).

Maury e Blumenschei (2012) apontam que no Brasil, a principal forma de estabilização do solo é com o uso do cimento, mas a produção desse material cria um grande impacto ambiental, sendo interessante procurar um material alternativo para esse fim. Além disso, Knopp e Moormann (2016) também indicam que nos casos com a estabilização por cimento, a formação do cristal etringita na mistura solo-cimento gera uma expansão da mistura, podendo causar sérios problemas às estruturas sobre esse solo devido ao movimento vertical.

Para essa pesquisa foi utilizado um solo arenoso do município de Mandaguaçu/PR devido a sua utilização em pesquisas anteriores na Universidade Estadual de Maringá, sendo assim já bastante conhecido, e por não apresentar um comportamento expansivo em seu estado natural, dessa forma, os valores encontrados de expansão nos ensaios deverão ser provenientes apenas nos materiais utilizados nas misturas.

O cimento utilizado nessa pesquisa também foi selecionado devido ao seu uso em pesquisas anteriores realizadas na Universidade Estadual de Maringá, utilizando o mesmo solo e em temas análogos. Com isso, os resultados das misturas de solo-cimento já são conhecidos. Por fim, a utilização da etringita se deu para estudar a sua viabilidade de uso nas misturas de solo-cimento, e conseqüentemente, criar uma destinação para esse resíduo proveniente do tratamento de um efluente industrial.

Dessa forma, considerando todos os pontos apresentados, esse trabalho visa avaliar os mecanismos de expansão em solos através da incorporação da etringita produzida a partir do tratamento de efluente da indústria de anodização de alumínio. Adicionalmente o comportamento de expansão das misturas de solo e etringita será comparado com as misturas de solo e cimento e solo, cimento e etringita.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

O objetivo geral dessa dissertação é estudar o comportamento expansivo do solo da cidade de Mandaguaçu/PR quando misturado com a etringita produzida durante o processo de tratamento do efluente da indústria de anodização de superfícies de alumínio em comparação ao solo estabilizado com o uso de cimento.

1.2.2 Objetivos específicos

- Estudar a eficiência do método de tratamento do efluente industrial com altas concentrações de sulfato;
- Estudar a influência da adição da etringita nos valores dos limites de Atterberg;
- Avaliar a atividade pozolânica da etringita;
- Estudar a presença de argilominerais no solo e na etringita por meio do ensaio de azul de metileno;
- Estudar a influência no pH do solo quando misturado com etringita;
- Estudar os parâmetros de compactação das misturas de solo com cimento, com etringita e com cimento e etringita;
- Avaliar a quantidade de sulfatos presentes no solo puro;
- Estudar a influência do cimento na expansão do solo;
- Avaliar a expansão do solo estabilizado com o cimento, com etringita e com cimento e etringita;
- Comparar a expansão do solo natural com o solo estabilizado com o cimento, com etringita e com cimento e etringita;
- Avaliar a microestrutura do solo e das misturas por meio da captura de micrografias;
- Avaliar a possibilidade da substituição do cimento por etringita nas misturas com solo.

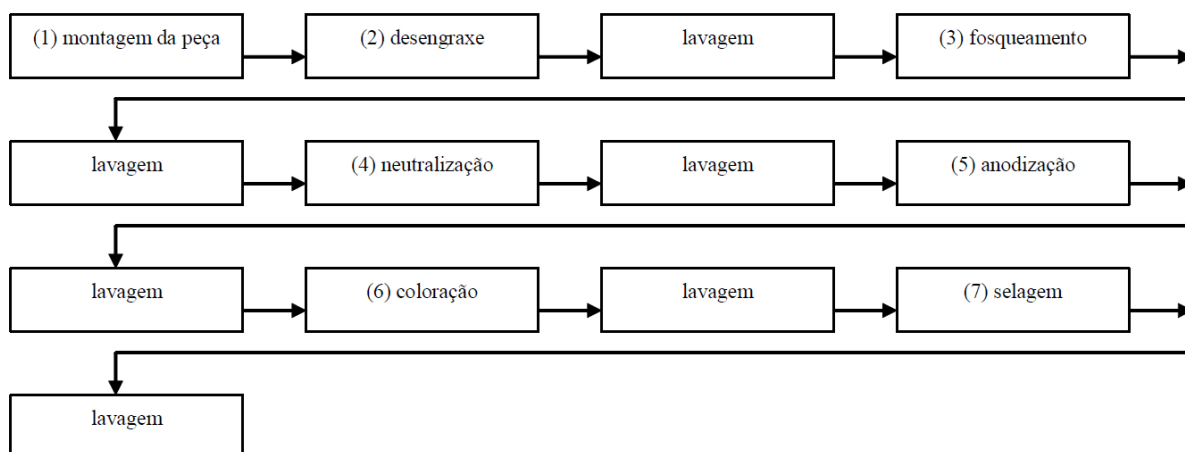
2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 ANODIZAÇÃO DO ALUMÍNIO E A PROBLEMÁTICA AMBIENTAL

O processo de anodização de superfícies de alumínio ampliou o uso desse metal em produtos onde não seria utilizado previamente (CHIMENOS *et al.*, 2006). Esse processo garante uma camada de cobertura de vários micra de espessura, melhorando a resistência a corrosão, abrasão e a aparência geral da peça. O processo de anodização de superfícies de alumínio consiste na realização de banhos de limpeza e desengraxe em soluções alcalinas após a montagem das peças (GOMES, 2005). Em algumas situações torna-se necessário realizar a desoxidação do metal utilizado. Essa etapa consiste em mergulhar a peça em soluções ácidas a uma temperatura elevada, removendo assim a película de oxidação presente na superfície da peça. Em seguida, de acordo com o resultado desejado, é realizada uma etapa que garante um acabamento brilhoso ou opaco. Antes da anodização, ainda é necessário realizar a neutralização da peça. A anodização se dá pela utilização de um banho em solução de 15% a 17% de ácido sulfúrico a uma temperatura de 21°C a 27°C. Em seguida, caso necessário, é realizado o banho de coloração das peças, quando se deseja um acabamento com alguma cor diferente ao do alumínio bruto. Por fim, é realizada a selagem da peça com o intuito de reduzir a porosidade, bem como aumentar a resistência a corrosão e a durabilidade da cor.

Álvares-Ayuso (2009) aponta também que entre cada um desses banhos de tratamento, as peças são submetidas a banhos de enxague, onde são removidos qualquer excesso dos produtos químicos utilizados a fim de não interferir com a etapa seguinte. Esses banhos consistem na simples submersão do metal em água limpa, porém, ao final dos processos essa água apresenta elevado teor de alumínio e fosfato, além de uma acidez muito elevada, sendo inclusive uma das principais fontes de geração de efluentes desse tipo de indústria. A Figura 2.1 apresenta um diagrama exemplificando o passo a passo da anodização de superfícies de alumínio.

Figura 2.1 - Fluxograma do processo de anodização de superfícies de alumínio



Fonte: Gomes (2005)

Os efluentes industriais gerados, com alta concentração de alumínio e sulfato, muitas vezes são descartados em corpos hídricos ainda contendo altas concentrações de sulfato. Isso porque não existe um padrão de lançamento de efluentes a nível nacional que especifique o limite para a emissão de sulfato nos corpos hídricos. Entretanto, a disposição dos resíduos provenientes do tratamento de efluentes na forma de aterro industrial apresenta um custo elevado (Gomes, 2005), sendo que a destinação final por meio do desenvolvimento de novas aplicações para esses resíduos pode se tornar uma solução atraente do ponto de vista econômico e ambiental.

De acordo com Chimenos *et al.* (2006), durante o processo eletroquímico de anodização do alumínio são empregados diversos banhos de lavagem com o intuito de garantir uma melhor qualidade na superfície da peça. Dos banhos de lavagem (Figura 2.1), o proveniente da etapa de enxague da anodização possui altas concentrações de ácido sulfúrico. Dessa forma, nesse ponto da indústria de anodização produz-se grandes quantidades de efluentes ácidos e com elevados teores de íons sulfato.

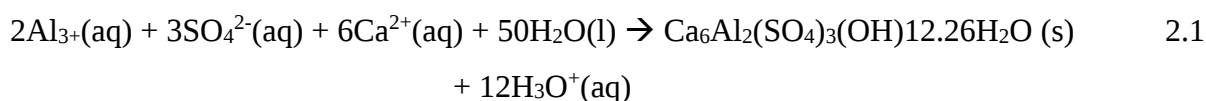
Benatti *et al.* 2009 apontam que as emissões de grandes quantidades de sulfato no ambiente causam danos indiretos, devido ao íon ser não volátil, não tóxico e quimicamente inerte. Porém, o lançamento de sulfato na natureza pode levar a um desbalanceamento no ciclo natural do enxofre, podendo causar danos aos seres vivos e amplificar o potencial corrosivo e condutividade das tubulações presentes nos corpos receptores ou nas tomadas de água para abastecimento público. Além disso, a acumulação de sedimentos ricos em enxofre nos leitos de rios, lagos e mares podem gerar a liberação de sulfetos, os quais podem provocar danos ao ambiente. (LENS *et al.*, 1998, SILVA *et al.*, 2012, MORET E RUBIO, 2003).

No Brasil, a resolução nº 357 de 17 de março de 2005 do CONAMA, define os limites para enquadramento de corpos de água doces das concentrações de substâncias, com o limite de 250 mg/L de sulfato para as classes 1 a 3. Porém, a resolução nº 430 de 13 de maio de 2011 do CONAMA estabelece as condições e padrões de lançamentos de efluentes, não impondo uma limitação direta quanto a concentração de sulfato em corpos de água receptores. Enquanto isso, a NBR 9800 (ABNT, 1987), que define os critérios para lançamento de efluentes, apresenta o limite de sulfato máximo admissível para o lançamento de efluentes industriais nas redes coletores de esgoto sanitário em 1000 mg/L.

Hoje já são utilizados diversos métodos para remoção do sulfato dos efluentes industriais, como por exemplo: a osmose reversa, a eletrodialise, a nanofiltração, a redução biológica, a troca iônica e a precipitação química (LENS *et al.*, 1998, SILVA *et al.*, 2012). De forma geral, desses métodos, o tratamento químico por precipitação química é o que requer um menor custo operacional (INAP, 2003).

O método da precipitação química consiste em uma reação química entre um agente precipitante e a substância dissolvida na solução, onde o produto final é um sólido insolúvel. Para os efluentes ricos em sulfato, uma opção é a utilização de sais de chumbo e bário, entretanto, esse processo não é economicamente favorável, além do produto final ser tóxico e necessitar de uma disposição adequada. Outra opção é a utilização apenas de sais de cálcio, que apesar de apresentar uma eficiência de remoção inferior, não geram um precipitado tóxico.

Uma outra possibilidade que tem apresentado potencial para o tratamento dos efluentes ricos em sulfatos é a utilização em conjunto de sais de alumínio e cálcio em condições alcalinas, que apresenta como precipitado a formação da etringita, conforme apresentado na equação 2.1.



2.2 ETRINGITA

Segundo Álvarez-Ayuso (2005), a etringita é um mineral de alumínio-sulfato de cálcio hidratado que ocorre naturalmente em ambientes alcalinos como um produto secundário nas rochas ígneas ricas em cálcio, em materiais sedimentários que tiveram contato com metamorfismo e em solos alcalinos, com uma amostra apresentada na Figura 2.2.

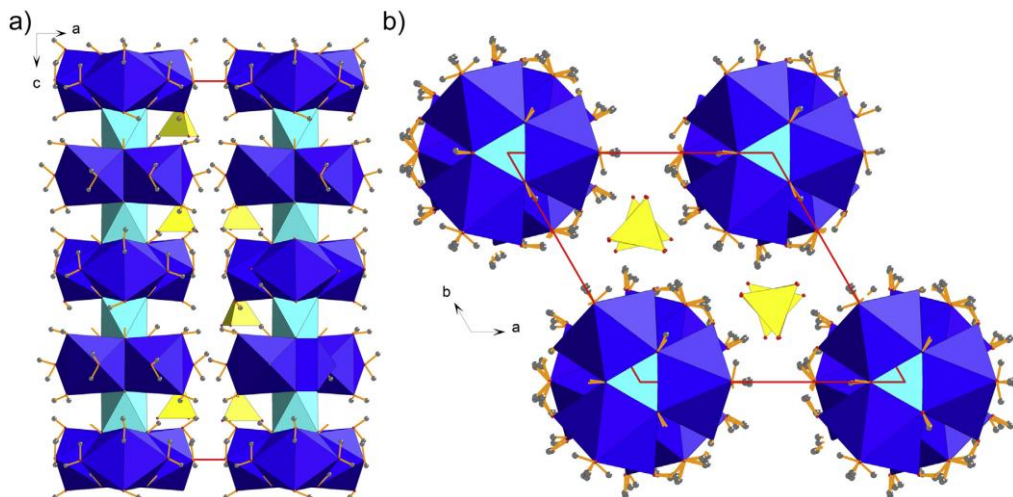
Figura 2.2 - Amostra de etringita na natureza



Fonte: Scholtzová *et al.* (2015)

A morfologia do mineral geralmente apresenta prismas hexagonais ou agulhas, com os cristais formados por dois componentes estruturais diferentes, as colunas e os canais, com as colunas formadas por octaedros ($\text{Al}(\text{OH})_6$) alternados por grupos triangulares de poliedros CaO_8 , com as conexões entre os dois realizadas nos oxigênios do poliedro em conjunto dos íons OH^- do octaedro e moléculas de H_2O . Os canais são preenchidos por íons SO_4^- e moléculas de água. Uma representação desta estrutura está na Figura 2.3, onde o azul claro são os octaedros, em azul escuro os poliedros e em amarelo os canais. Além disso, a etringita é um mineral conhecido desde a década de 30, conforme apresentando por Moore e Taylor (1968).

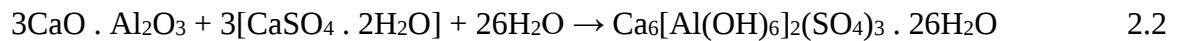
Figura 2.3 - Estrutura da Etringita



Fonte: Scholtzová *et al.* (2015)

O processo de formação da etringita na hidratação do cimento consiste na reação entre o sulfato do solo (geralmente da gipsita), óxido de cálcio presente no cimento, íons de alumínio

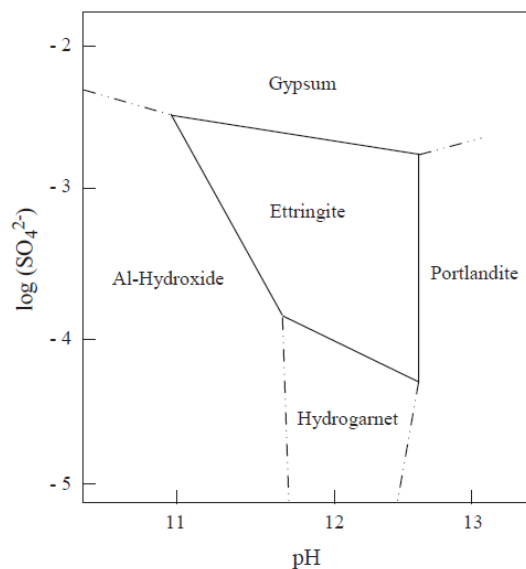
dos argilominerais e a água presente no sistema, representado esquematicamente na equação 2.2. A variação de volume desse processo pode ser calculada com base na estequiometria e nos pesos molares da reação. Assim, comparando os volumes dos reagentes com o dos produtos (ettringita), há uma redução de 5% do volume, porém esse resultado considera apenas a quantidade de água mínima necessária para a formação do mineral, enquanto que na prática, essa reação pode consumir a água do sistema a sua volta e assim produzindo uma expansão de até 137% em volume (WANG *et al.*, 2019)



2.2.1 Processo de formação da ettringita no solo

Para Alvarez-Ayuso e Nugteren (2005), de acordo com os resultados do DRX, as condições mais adequadas para a síntese de ettringita são a alta alcalinidade e as baixas concentrações de sulfato, com o pH sendo o fator determinante da estabilidade das fases minerais quando as reações ocorrem em equilíbrio. A Figura 2.4 apresenta a faixa ideal de formação da ettringita em função do pH da mistura e da concentração de sulfatos.

Figura 2.4 - Intervalo de formação dos minerais



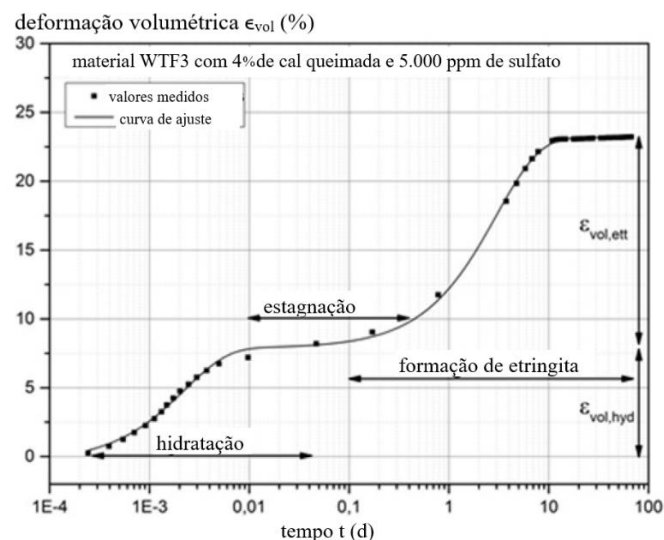
Fonte: Alvarez-Ayuso e Nugteren (2005)

De acordo com Knopp e Moormann (2016), existem diversas condições de contorno para que haja a formação de etringita: teor de argilominerais, quantidade de água disponível, alcalinidade, temperatura, porosidade do solo e a pressão de confinamento. O primeiro fator influencia na disponibilidade de certos minerais, com alto teor de sulfatos, necessários para a formação da etringita. A presença em si destes minerais não é um fator determinante, mas sim a distribuição e disponibilidade deles que geram grandes alterações na formação da etringita.

Outro pré-requisito para a formação da etringita é que os sulfatos precisam estar dissolvidos, portanto é necessária uma certa quantidade de água disponível no meio. O pH apresenta também um fator importante, uma vez que a etringita apenas se forma em condições alcalinas, com um pH acima de 10,5 os íons de aluminato e silicato dos argilominerais são liberados em grandes quantidades e se tornam disponíveis para reação de formação. A temperatura também influencia na formação da etringita, sendo a sua faixa ideal localizada entre 15 a 20°C.

Knopp e Moormann (2016) realizou uma pesquisa utilizando dois tipos de solo, uma argila com altos teores de sulfato e outra sem a presença de sulfato e misturas com cimento e com cal queimada. Nos ensaios com solo cimento é possível observar uma expansão nos momentos iniciais devido aos efeitos de hidratação dos materiais, e após esse período inicial, ocorre um tempo de estagnação da expansão e em seguida um novo desenvolvimento, este atribuído a formação de etringita. Para separar a expansão destes dois efeitos os valores medidos foram aproximados usando duas curvas exponenciais, conforme apresentado na Figura 2.5 para o solo sem a presença de sulfatos.

Figura 2.5 - Expansão do solo-cimento em função do tempo



Fonte: Modificada de Knopp e Moormann (2016)

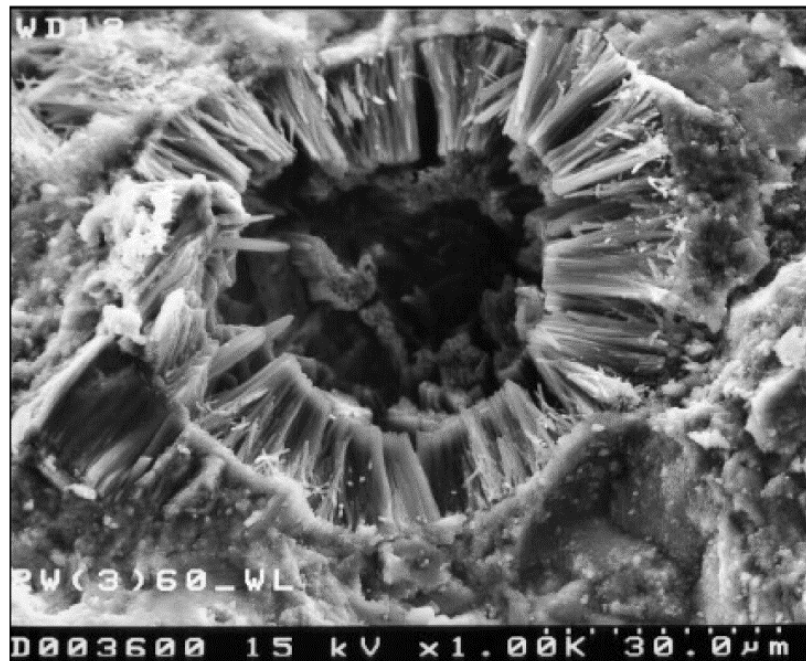
2.2.2 Processo de formação da etringita no concreto

Além da formação natural nos solos e rochas, estudos apontam que também pode ocorrer a formação da etringita no processo de cura do cimento ou em momentos posteriores, sendo vinculada com diversas patologias. De acordo com Stark (2000), a formação da etringita no cimento fresco se dá pela presença do aluminato tricálcico (C_3A) e gipsita em conjunto com o hidróxido de cálcio logo após a adição de água e se encerra quando a concentração de sulfato cai abaixo do limite mínimo para que ocorra a reação, essa etapa leva aproximadamente 24h. Já no concreto seco existem duas hipóteses sobre a formação da etringita, a primeira se dá pela liberação interna de sulfatos e transporte deste até os pontos onde já existe a etringita. Enquanto a segunda hipótese se dá pela mobilização do mineral e/ou dos seus materiais constituintes e recristalização, gerando um ganho volumétrico. Em ambos os casos é necessário a presença de umidade para transportar os elementos até o ponto de formação da etringita.

Stark (2000) lista várias maneiras da liberação de sulfatos interna ao concreto, como a exposição a altas temperaturas, congelamento, carbonatação e aquele já presente no clínquer. Nas altas temperaturas, acima de $60^{\circ}C$, a etringita se torna instável e se dilui novamente em sulfatos, esses por sua vez podem se movimentar pelo concreto com auxílio da umidade até atingir pontos onde ainda exista a etringita e recristalizar. Já nas temperaturas muito baixas a etringita é bem estável, mas o monossulfato não, podendo parcialmente se transformar em etringita. No processo da carbonatação, o CO_2 reage com a água podendo gerar a gipsita, um dos minerais base para a formação da etringita no concreto. Por fim o clínquer pode apresentar pequenas quantidades de sulfato em sua composição, que são liberados lentamente conforme o clínquer é hidratado dentro do concreto seco.

Como a formação de etringita no concreto seco precisa que os minerais sejam carregados pela umidade até o seu ponto de formação, esse geralmente se dá dentro dos poros, local onde a água geralmente se aloja dentro do concreto. Dessa forma, a Figura 2.6 ilustra os cristais de etringita que se formaram dentro de um dos poros de uma amostra de concreto.

Figura 2.6 - Formação de etringita dentro de um poro



Fonte: Stark (2000)

Por fim, Stark (2000), ainda lista algumas possíveis formas que a etringita pode causar danos ao concreto seco. A primeira delas é que se a etringita formada no concreto ainda úmido apresentar uma microestrutura micro cristalina, ela pode desenvolver uma tensão de expansão devido a absorção de água, podendo causar danos se a tensão de resistência da microestrutura do concreto for excedida. Em seguida existe a possibilidade de formação de etringita devido a liberação tardia de sulfatos, conforme apontado anteriormente, resultando em um crescimento dos cristais de etringita, e consequentemente um aumento no volume. Por último o processo de recristalização da etringita nos poros do concreto, que geram uma pressão de cristalização e também um aumento no volume.

2.3 SOLO

O solo é o material de construção mais antigo, mais usado, mais complexo e mais desconhecido utilizado pelo homem. Definir o solo é uma tarefa difícil, uma vez que cada atividade humana e científica faz o estudo a partir de um ponto de vista específico e dessa forma, apresentando variações sobre a definição do que é o solo. Uma das definições que atende as várias áreas da ciência, como a Geologia, Física, Química e Biologia é que o solo é uma formação natural, resultante da transformação da rocha-mãe devido a influência de processos

físicos, físico-químicos e biológicos, com uma estrutura mole e removível e de espessura variável.

Os solos apresentam sua origem associada à decomposição das rochas, que constituíam inicialmente a crosta terrestre, devido a ação do intemperismo (PINTO, 2006). Esse fenômeno, que é mais atuante em climas quentes do que em climas frios, leva a formação de diversas partículas diferentes entre si pelo tamanho e pela composição química. A formação dos solos se dá pelo acúmulo dessas partículas e o tipo da rocha determina uma maior ou menor concentração de cada tipo de partícula.

O solo é um sistema particulado podendo ser dividido em três fases: sólida, líquida e gasosa. As partículas sólidas ocupam apenas parte do volume total de um solo e elas se acomodam formando uma estrutura. O restante do volume não ocupado pelos sólidos é chamado de vazios, e esses por sua vez, podem ser preenchidos por água ou ar. Assim, o comportamento de um solo está ligado diretamente a quantidade relativa de cada uma dessas três fases. As diferentes proporções de cada uma dessas fases constituem os índices físicos dos solos, sendo alguns índices o teor de umidade, índice de vazios, porosidade, grau de saturação, massa específica dos sólidos e massa específica aparente seca, dentre outros.

De acordo com Carvalho (1991), o primeiro ponto a se observar em um solo é o tamanho das partículas. Há algumas maiores, sendo perceptíveis a olho nu, como o caso dos pedregulhos e areias, e outras tão finas que ao serem molhadas se transformam em uma pasta, como o caso dos siltes e argilas. Porém, a maioria dos solos apresentam uma combinação de todas essas partículas e nem sempre são fáceis de identificar. Dessa forma, para o conhecimento do tamanho das partículas de um solo é necessário realizar a análise granulométrica, que consiste em uma fase de peneiramento e uma de sedimentação. Com isso é possível obter a quantidade de cada tamanho de grão pertencente a esse solo. Para as diversas faixas de tamanhos de grãos, a norma NBR 6502 (ABNT, 1995) define os limites dessas faixas conforme a Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Faixas dos tamanhos dos grãos do solo

Fração granulométrica	Intervalo (em mm)
Pedregulho	> 2,0
Areia	
-grossa	0,6 – 2,0
-média	0,2 – 0,6
-fina	0,06 – 0,2
Silte	0,002 – 0,06
Argila	< 0,002

Fonte: ABNT NBR 6502 (1995)

De acordo com Pinto (2006), apenas a distribuição granulométrica não é o suficiente para caracterizar o comportamento dos solos para o ponto de vista da engenharia, uma vez que a fração fina apresenta grande influência no comportamento. Isso se dá pelo fato de que quanto menores são as partículas de um solo, maior é a sua superfície específica. Essa variação leva a uma grande diferença de comportamento quando em contato com a água. Outro fator que interfere é a estrutura mineralógica e dos cátions adsorvidos pelos minerais presentes na fração argilosa do solo. Dessa forma, o engenheiro químico Atterberg estabeleceu ensaios e índices para determinar essa influência no comportamento dos solos, que depois foram adaptados e padronizados pelo professor de Mecânica dos Solos, Arthur Casagrande.

De acordo com Caputo (1988), essa característica dos solos é definida pela plasticidade, a propriedade que define a maior ou menor capacidade de um solo ser moldado, sob certas condições de umidade e sem variação de volume. Uma forma de medir esse comportamento dos solos é por meio dos Limites de Consistência. Estes permitem, de maneira simples e rápida, ter uma ideia clara do tipo de solo em estudo e suas propriedades, sendo utilizados até hoje em determinações rotineiras nos laboratórios de Mecânica dos Solos.

Os limites de consistência são divididos em dois valores de teor de umidade do solo, sendo cada um desses correspondente a uma mudança de estado. Esses valores são denominados de Limite de Liquidez (LL) e Limite de Plasticidade (LP). O LP é definido como sendo o teor de umidade onde o solo passa do estado quebradiço para o estado plástico enquanto o LL é definido como sendo o teor de umidade quando o solo passa do estado plástico para o estado líquido. A diferença entre os dois é definida como o Índice de Plasticidade (IP). Esse, por sua vez, indica a faixa de umidade que o solo apresenta um comportamento plástico.

Por fim, Mitchell e Soga (2005) apontam que o processo de laterização de um solo consiste na lixiviação de SiO_2 e no depósito de Fe_2O_3 e Al_2O_3 . Esse fenômeno ocorre em regiões de chuvas abundantes e altas temperaturas, resultando no intemperismo das rochas e caracterizado pela rápida quebra dos feldspatos e minerais ferromagnesianos, bem como a remoção da sílica e materiais básicos, e da concentração de óxidos de ferro e alumínio.

2.4 MÉTODOS DE ESTABILIZAÇÃO DE SOLOS

Para Knopp e Moormann (2016), o principal objetivo do tratamento do solo é aumentar a resistência e, nos países com clima temperado, diminuir a sensibilidade ao congelamento, tornando-o assim resistente às solicitações do tráfego e das ações ambientais. Com base em experiências positivas e medidas prescritas de tratamento do solo a adição de materiais a base de cálcio são utilizados na construção de rodovias.

De acordo com Valim (2017), é possível melhorar as características de um solo pela adição de agentes estabilizadores, como o cimento, cal, escória de alto forno, fibras vegetais, aditivos químicos entre outros. Além disso, a estabilização dos solos pode ser realizada de três maneiras: estabilização mecânica, física e a química.

Para Grande (2003), a estabilização mecânica consiste na compactação do solo utilizando uma ação mecânica, ou seja, aplicando uma energia externa ao solo. A aplicação desse método resulta na alteração da densidade, resistência mecânica, compressibilidade, permeabilidade e porosidade do solo.

Segundo Rodrigues (2008), a estabilização física interfere na textura do solo, adicionando frações de grãos com diferentes granulometrias, otimizando assim as proporções de areia, silte e argila e resultando em um melhor empacotamento dos grãos no solo.

Oliveira (2011) aponta que a estabilização química é realizada utilizando aditivos que interagem com as partículas do solo, promovendo uma melhoria e estabilidade das propriedades mecânicas e hidráulicas. Esses aditivos podem ser o cimento, cal, asfaltos ou betumes e até produtos químicos industrializados, como cloretos, ácidos fosfóricos, entre outros.

Wang (2002) afirma que devido aos melhoramentos significativos nas propriedades do solo, a estabilização utilizando materiais cimentícios vem sendo utilizado em larga escala no tratamento dos materiais de base e sub-base de pavimentos asfálticos e de concreto. Além disso, o emprego do cimento na estabilização possibilita a utilização de solos limítrofes e evitando assim o caro processo de transporte de grandes quantidades de materiais de preenchimento.

2.4.1 Estabilização Química

Para Caputo (1988), a estabilização química do solo tem como objetivo ao adicionar uma substância externa aumentar a coesão, ou garantir a impermeabilização, ou seja, impedindo a perda de sua resistência pela presença de água. Os principais materiais utilizados para essa estabilização são a cal e o cimento.

2.4.2 Solo-cimento

A Associação Brasileira de Cimento Portland (2004) define o solo-cimento como um produto endurecido resultante de mistura compactada de solo, cimento e água, em proporções pré-estabelecidas no ensaio de dosagem. Além disso, afirma que os solos misturados com pequenas quantidades de cimento apresentam uma melhoria sensível das suas características de resistência mecânica.

De acordo com Bernucci *et al.* (2006), a estabilização química do solo com a utilização de cimento Portland pode ser feita de duas formas. A primeira, quando se visa um grande enrijecimento do solo, onde se emprega mais de 5% em massa de cimento ao solo, essa mistura é denominada de solo-cimento. Já para os casos em que o foco é melhorar a trabalhabilidade do solo e um ganho moderado na capacidade de suporte é empregado 3% em massa de cimento, essa mistura é denominada de solo melhorado com cimento. Ambos os casos podem ser utilizados para reduzir a expansão do solo.

Para Bernucci *et al.* (2006), o solo deve conter uma quantidade mínima de areia, pois solos com um teor de argila muito alto precisam de muito cimento para alcançar os resultados desejados. Dessa forma, estima-se uma faixa economicamente viável de utilização de cimento, para misturar com o solo, entre 5% e 9% em massa, enquanto o Manual de Pavimentação do DNIT (2006) sugere valores de 6% a 10% de cimento. Essas misturas de solo cimento podem alcançar resistência à tração de 0,6 MPa a 2,0 MPa, já a resistência à compressão deve respeitar um valor mínimo por norma de 2,1 MPa, mas pode alcançar até 8 MPa. Para atingir esses valores é necessário um bom controle da dosagem da mistura, espalhamento e compactação, bem como obedecer ao prazo de 14 dias para cura do material.

Costa (2016) apresenta que as misturas de solo com presença de argila e cimento formam substâncias cimentantes primárias e secundárias. Estes produtos primários resultam na estabilização do solo. Já os secundários aumentam a durabilidade da mistura por produzir substâncias cimentantes adicionais, ambos produtos geram um aumento da resistência do solo.

Além disso, o processo de hidratação na estabilização do solo-cimento gera uma quantidade de cal, que por sua vez reage física e quimicamente com os minerais argilosos do solo, produzindo produtos cimentantes pelas reações pozolânicas. Mas essas reações podem ser lentas, explicando o fato da resistência das misturas solo-cimento apresentarem um ganho em função do tempo.

Segundo a ABCP (2002), um dos principais pontos para a estabilização do solo-cimento é a composição granulométrica do solo, sendo inclusive realizados dois métodos e ensaio diferentes de acordo com o diâmetro dos grãos. Além disso, a norma NBR 12253 (ABNT, 2012) também regulamenta o procedimento de determinação do teor de cimento necessário para estabilizar um solo.

Rodrigues (2008) aponta que mesmo após a estabilização do solo com o cimento, algumas manifestações patológicas ainda podem aparecer, como retrações e fissuras, variação de volume por reações de água, por aditivo, degradação do material devido à existência de sais solúveis em água, etc.

Puppala (2018) indica que o cimento é amplamente utilizado como estabilizante da sub-base de projetos de infraestrutura rodoviária devido a sua disponibilidade e baixo custo quando comparado com outros métodos de estabilização de solo, além de proporcionar um controle dos níveis de expansão do solo. A estabilização do solo com a utilização do cimento eleva o pH do sistema para 12 ou mais, resultando na liberação de cálcio e dissolução da sílica e alumina presente na argila, formando assim, compostos pozolânicos.

Porém, em alguns casos, a utilização do cimento como estabilizante do solo pode gerar efeitos indesejados. Um desses é a presença de expansão do solo, mesmo após o tratamento com cimento, levando ao aparecimento de fissuras no solo e até ocasionando danos as estruturas construídas sobre esse material. Nos últimos anos diversos autores abordaram esse tema, com esse fenômeno atribuído à formação de etringita no interior dos poros da mistura solo-cimento devido a reação do sulfato presentes no solo com os compostos cimentícios introduzidos durante a estabilização do solo (LÓPEZ-LARA *et al.* 2017; KNOPP e MOORMANN 2016; DERMATAS 1995; PUPPALA *et al.* 2018; EYO *et al.* 2021; WANG *et al.* 2019; PUPPALA *et al.* 2005).

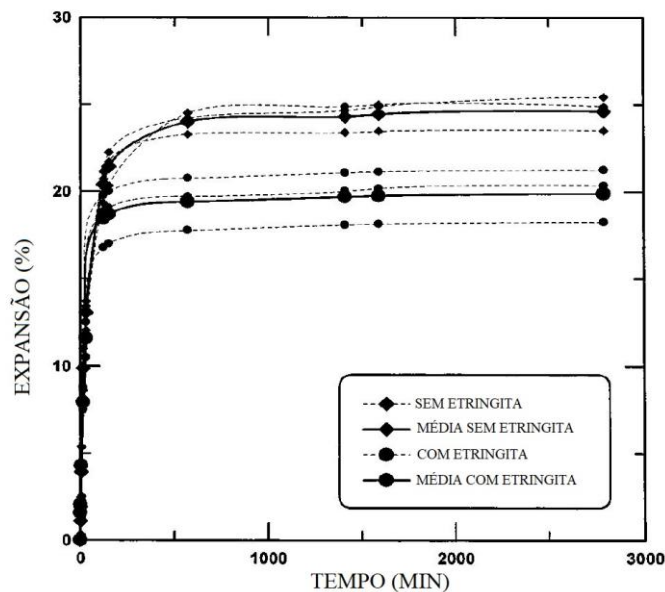
2.4.3 Solo-etringita

Apesar de vários autores apontarem que na mistura de solo com cimento é possível ocorrer a formação de etringita, podendo aumentar a resistência do solo devido ao efeito de

preenchimento dos poros do solo, ela também pode ocasionar problemas de expansão (LÓPEZ-LARA *et al.* 2017; KNOPP e MOORMANN 2016; DERMATAS 1995; PUPPALA *et al.* 2018; AKULA e LITTLE 2020; EYO *et al.* 2021; WANG *et al.* 2019; XIANG *et al.* 2018; PUPPALA *et al.* 2005), poucas pesquisas avaliaram os efeitos da adição da etringita sintetizada em laboratório.

Puppala *et al.* (2005) realizou a síntese da etringita em laboratório pelo método de misturar soluções aquosas contendo os íons necessários (cálcio, sulfato e alumínio) e posteriormente filtrando o precipitado. O primeiro passo foi comparar a expansão livre entre uma argila caulinitica e esse mesmo solo misturado com a etringita sintetizada em laboratório. Nesta etapa a adição da etringita ao solo resultou em uma diminuição da expansão final, conforme os resultados apresentados na Figura 2.7, onde estão plotados os resultados dos ensaios de expansão apenas do solo e do solo misturado com a etringita, bem como a média dos resultados.

Figura 2.7 - Expansão argila caulinitica e etringita



Fonte: Puppala *et al.* (2005)

Em seguida, Puppala *et al.* (2005) também estudaram a formação da etringita induzida no interior do solo, utilizando corpos de prova de argila caulinitica misturada com cal e inundado com uma solução aquosa com a presença de sulfatos. Nesse ensaio os autores observaram que a adição de cal em um ambiente livre de sulfatos reduzia a expansão do solo, com o solo puro apresentando uma expansão de 24,9% e com a adição de 8% de cal em massa

uma expansão de 19,9%. Entretanto, conforme o teor de sulfatos da solução de inundação aumentava, os valores de expansão também aumentavam, tanto para o solo puro, quanto para o solo tratado com cal, alcançando valores de 39,2% de expansão para o solo tratado com cal.

Por fim, Puppala *et al.* (2005) realizaram os ensaios de expansão utilizando um solo arenoso, que apresentou expansão em apenas uma condição, com a adição de 8% de cal e na maior concentração de sulfatos. Porém essas condições culminaram em uma expansão de 1,2%.

2.5 EXPANSÃO EM SOLOS

Solos não saturados apresentam características intrínsecas relacionadas a variações volumétricas quando o seu teor de umidade sofre alteração sob tensões praticamente constantes (VILAR E FERREIRA, 2015). O aumento do teor de umidade de um solo, aproximando-se da condição de saturação, e ocasionando o seu aumento de volume é um comportamento típico de solos expansivos. Isso se dá pela entrada de água nas interfaces das estruturas mineralógicas das partículas argilosas, ou pela liberação das pressões de sucção que o solo estava submetido devido ao efeito de ressecamento ou ao estado de compactação em que se encontra (PINTO, 2006). Os fenômenos de expansão podem apresentar diferentes causas, que normalmente estão associadas à presença de minerais de natureza expansiva (VILAR E FERREIRA, 2015). Os solos expansivos podem apresentar aumento de volume pelo umedecimento e redução de volume por secagem, sendo que esse fenômeno pode se repetir ciclicamente de acordo com as variações sazonais de umidade e sucção do solo (VILAR E FERREIRA, 2015). As principais características dos solos expansivos são: solos não saturados e com presença de argilominerais de estrutura laminar 2:1 (montmorilonita e vermiculita), quando ocorrem fenômenos de expansão ou contração apresentam superfície de fricção, apresentam baixa permeabilidade e atividade alta, podendo ser oriundos de rochas basálticas ou sedimentares, e são encontrados em regiões onde a evapotranspiração excede a precipitação (regiões semiáridas de clima tropical e temperado) (VILAR E FERREIRA, 2015).

Em contrapartida, quanto maior a tensão que o solo está submetido, menor é a sua expansão. A tensão de carregamento necessária para que não ocorra expansão quando o solo ficar submetido à saturação, é denominada de tensão de expansão e pode ser estimada experimentalmente. A estimativa da tensão de expansão de um solo possibilita avaliar o seu potencial de expansão (JESUS E PINTO (2018) e OLIVEIRA *et al.* (2018)). Esse valor é obtido em laboratório, onde são realizados ensaios de expansão, onde é adicionada gradualmente uma sobrecarga nos corpos de provas, até obter um carregamento onde a expansão é nula. O

carregamento correspondente a esse ponto é denominado de tensão de expansão para o solo ensaiado.

De acordo com Bernucci *et al.* (2006), em obras rodoviárias deve-se tomar cuidado com solos com a presença da fração de finos, uma vez que esses interferem no comportamento do solo, reduzindo a permeabilidade e a rigidez dos materiais e aumentando a deformabilidade, além de na presença de água aumentam significativamente a expansão volumétrica. Puppala *et al.* (2018) apontam que o índice de vazios do solo compactado e a mineralogia da argila apresentam um impacto significativo no comportamento de expansão de solos estabilizados quimicamente.

Além disso, Wang (2019) apresenta que a expansão de um solo também pode ser dar pela pressão de cristalização, originada da formação de novos argilominerais no interior dos poros de um solo. Esses cristais, ao preencherem os vazios do maciço, podem gerar uma tensão significativa de dentro para fora, resultando em um aumento de volume. Esse fenômeno é já conhecido na expansão do concreto e em materiais cimentícios quando sujeitos à ataque de sulfatos, onde a formação do mineral etringita apresenta um papel crucial nesta variação de volume.

Por outro lado, López-Lara *et al.* (2017) apontam que a aplicação de uma sobrecarga em um maciço de solo pode diminuir ou até impedir a expansão de um solo, mas para que isso seja possível, o valor desta sobrecarga deve ser maior que a tensão de expansão apresentada pelo solo. Por fim, Bernucci *et al.* (2006) indicam que o limite aceitável da expansão de solos utilizados como subleito de rodovias é de 2%, valor medido axialmente no ensaio CBR, com os casos onde esse valor é superado sugere-se a troca do solo ou a estabilização com cimento ou cal, uma vez que valores significativos de expansão indicam uma deformação maior do solo quando solicitado. Já para o reforço de subleito, o valor máximo para expansão é estipulado em 1% e em bases e sub-bases em 0,5%.

2.5.1 Identificação de solos expansivos

A identificação do comportamento expansivo de um determinado solo é de fundamental importância para a avaliação do desempenho de alguns tipos de obra. Vilar e Ferreira (2015) apontam que ensaios tradicionais tais como ensaio SPT, análise granulométrica e limites de consistência não são adequados para apontar com precisão se um solo apresenta comportamento expansivo. A Tabela 2.2 apresenta vários métodos de investigação utilizados para identificar o

comportamento expansivo de solos. A identificação é realizada utilizando métodos indiretos e métodos diretos.

Os ensaios de expansão livre são conduzidos a fim de medir a variação da espessura da amostra relacionando a sua altura inicial e final. Essas medidas são realizadas quando a amostra é submetida a uma condição de inundação, sendo que a percentagem de expansão livre (E_1) é estabelecida quando a amostra se apresenta estabilizada (Equação 2.3). Destaca-se que alguns métodos utilizam a aplicação de pequenas sobrecargas antes da inundação (SEED *et al.*, 1962; VIJAYVERGIYA e GHAZZALY, 1973).

$$E_1 (\%) = \frac{\Delta H}{H} \cdot 100 \quad 2.3$$

Em que: E_1 : expansão livre;
 ΔH : variação na altura;
H: altura inicial.

Tabela 2.2 - Métodos de investigação de solos expansivos

Métodos	Subdivisões	Critério	Referência
Indiretos	Identificativos	Difração e raio X; Microscopia eletrônica de varredura, análise termo- diferencial e adsorção de etilenoglicol e glicerina	Ayala <i>et al.</i> (1986)
		Físico-químico	Fink <i>et al.</i> (1971)
	Orientativos	Granulometria, Consistência e Índices físicos e Classificação Geotécnica	Priklonskij (1952), Skempom (1953), Seed <i>et al.</i> (1962), Van Der Merwe (1964), Chen (1965), Vijayvervia e Ghazzaly (1973), Rodriguez Ortiz (1975), Cuellar (1978). Daksanamurthy e Ra- man (1973).
	Qualitativos	Geologia, Geomorfologia, Pedologia e Identificação visual	Patrick e Snethen (1976), Ayala <i>et al.</i> (1986), Ferreira (1990c e 1993a)
	Avaliativos	Ensaio de Expansão de Lambe	Lambe (1960)
Diretos	Quantitativos	Expansão Livre e Tensão de Expansão, Ensaio Edométrico Duplo e Simples, placa, Expansocolapsômetro	Seed <i>et al.</i> (1962), Chen (1965), Vijayverviya e Ghazzaly (1973), Rodriguez Ortiz (1975), Cuellar (1978), Jimenez Salas (1980).
		Ensaio Edométrico de Sucção controlada	Escario (1967 e 1969), Aitchison <i>et al.</i> (1973), Johnson (1978), Mckeen (1980)

Fonte: Schreiner (1987); Ferreira (1995).

As Tabela 2.3 e Tabela 2.4 apresentam a identificação de solos expansivos com base em limites de consistência, expansão e tensão de expansão.

Tabela 2.3 - Classificação do grau de expansão relacionada ao limite de liquidez (LL) e ao índice de plasticidade

Grau de expansão	Chen (1965)	Seed <i>et al.</i> (1962)	Daksanamurthy & Raman (1973)
Muito alto	LL > 60	IP > 35	LL > 70
Alto	40 < LL ≤ 60	20 < IP ≤ 35	50 < LL ≤ 70
Médio	30 ≤ LL ≤ 40	10 ≤ IP ≤ 20	35 < LL ≤ 50
Baixo	LL > 30	< 10	20 ≤ LL ≤ 35

Fonte: Vilar e Ferreira (2015).

Tabela 2.4 - Critérios de classificação de solos expansivos com base na expansão livre e tensão de expansão

Critério de Seed <i>et al.</i> (1962)	Critério de Vijayvergiya e Ghazzaly (1973)		Grau de expansividade
Expansão livre (%) para tensão de sobrecarga de 7 kPa	Expansão livre (%) para tensão de sobrecarga de 10 kPa	Tensão de expansão (kPa)	
0 – 1	< 1	< 30	Baixa
1 – 5	1 – 4	< 30 – 120	Média
5 – 25	4 – 10	120 – 300	Alta
> 25	> 10	> 300	Muito alta

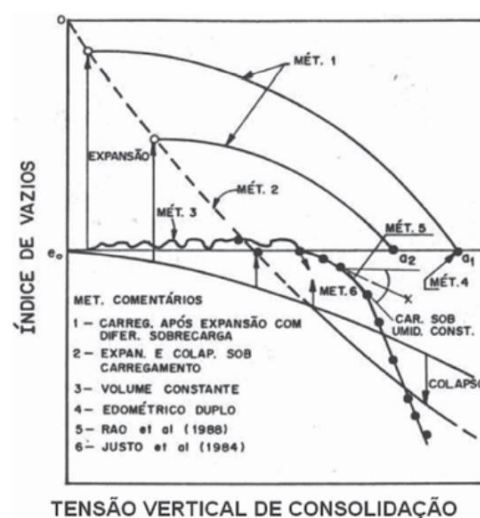
Fonte: Vilar e Ferreira (2015).

A tensão de expansão, ou seja, a tensão que o solo exerce durante o processo de expansão é um parâmetro que depende da trajetória de tensões utilizadas nos ensaios, e, portanto, a sua determinação não é trivial (VILAR E FERREIRA, 2015) A Figura 2.8 apresenta as alternativas para a determinação do valor da tensão de expansão. Desta forma, apresenta-se as seguintes alternativas:

- a) Método 1: aplica-se um carregamento após a expansão com diferentes valores de tensões verticais de adensamento. Na sequência, aplica-se uma tensão na amostra confinada lateralmente e medindo-se a expansão induzida pela inundação até que ocorra a estabilização. O carregamento prossegue até que o corpo de prova retorne à sua altura inicial, registrando-se a tensão necessária para que isso ocorra e adotando-se esse valor como a tensão de expansão;

- b) Métodos 2: aplica-se uma tensão na amostra de solo e aguarda-se a ocorrência da estabilização das deformações. Na sequência a amostra é inundada e mede-se a deformação ocorrida. Usando-se um papel semilogarítmico, marca-se o ponto correspondente à tensão aplicada e à deformação ocorrida. Com esses pontos, traça-se uma reta, e a tensão de expansão é obtida por extrapolação correspondente à deformação zero;
- c) Métodos 3: consiste em medir, no edômetro, a tensão necessária para impedir a mudança de volume da amostra de solo depois de inundá-la;
- d) Método 4: aplicam-se sucessivos incrementos de tensão quando o corpo de prova é inundado, procurando-se impedir o aumento de volume. Assim, como no ensaio de adensamento, continua-se a aplicar tensões. A tensão de expansão é obtida por procedimento gráfico similar à determinação da tensão de pré-consolidação de um solo saturado (RAO *et al.*, 1988);
- e) Método 5: a tensão de expansão é obtida pela intersecção da curva de inundação sob tensão com a curva de umidade constante (JUSTO *et al.*, 1984);
- f) Método 6: consiste em determinar a tensão de expansão por meio das curvas obtidas a partir do ensaio edométrico duplo. A tensão de expansão será a tensão que corresponde, no corpo de prova inundado, ao mesmo índice de vazios inicial do corpo de prova na umidade natural.

Figura 2.8 - Métodos para a determinação da tensão de expansão



Fonte: Vilar e Ferreira (2015).

2.5.2 Expansão induzida por Sulfatos

O tratamento dos materiais de sub-base em obras rodoviárias é comumente realizado utilizando o cimento Portland para fins de estabilização química (WANG *et al.* 2019; PUPPALA *et al.* 2018; PUPPALA *et al.* 2005; DERMATAS 1995; LÓPEZ-LARA *et al.* 2017). Porém, de acordo com Puppala *et al.* (2018), nas últimas décadas nos Estados Unidos, foram observados diversos casos de elevação do pavimento em obras de infraestrutura logo após a conclusão da construção destas. Isso ocorre devido a expansão do solo, que foi atribuída ao tratamento do solo com agentes cimentícios. Em um ambiente úmido estes realizam complexas reações entre o cálcio dos estabilizantes com a alumínio, sílica e sulfatos presentes no solo. Este fenômeno é denominado como Expansão Induzida por Sulfatos.

Essa expansão pode gerar danos às estruturas construídas sobre este solo, devido a variação volumétrica em função do teor de umidade. Essa variação no volume dos solos quando tratado com cimento está ligado ao teor de sulfatos presente no solo, e com isso, na formação do mineral etringita, que é altamente expansivo (LÓPEZ-LARA *et al.* 2017; KNOPP e MOORMANN 2016; DERMATAS 1995; PUPPALA *et al.* 2018; AKULA e LITTLE 2020; EYO *et al.* 2020; WANG *et al.* 2019). Knopp e Moormann (2016) estipularam que para um solo ter um baixo risco de causar danos devido à expansão deve apresentar um limite de 5% de deformação volumétrica. Acima desses valores, o risco é caracterizado com médio a alto.

2.5.3 Expansão induzida pela etringita

Para Wang *et al.* (2019), a expansão devido ao surgimento da etringita nos solos tratados com cimento ou cal pode se dar por vários fatores. O primeiro é pela própria variação do volume na formação da etringita, com a diferença dos volumes entre o produto, etringita, e os reagentes podendo atingir 137%. Estudos experimentais também identificaram outros mecanismos potenciais responsáveis pela expansão de solos tratados com cimento ou cal, sendo um deles a osmose induzida, devido a uma evolução significativa de sucção osmótica. Esse mecanismo pode apresentar um grande impacto, pois parte da água succionada pela osmose para próximo aos argilominerais pode ficar disponível para a formação de etringita. Por fim, também foi levantada a hipótese da pressão de cristalização da etringita ser responsável pela expansão do solo, sendo considerada por alguns autores como o fator principal na expansão de alguns materiais, como por exemplo o concreto.

Knopp e Moormann (2016) apontam que os sulfatos presentes na água nos poros do solo podem reagir com os aluminatos e o cálcio liberado pelo cimento utilizado na estabilização do solo. Dessa forma, o principal local de formação da etringita se dá nos poros presentes no solo. Com isso, materiais que apresentam uma poro-estrutura mais contínua estão mais suscetíveis a formação desse mineral expansivo. Os ensaios de expansão apontaram que mesmo com a adição de cal ou cimento, solos sem a presença de sulfatos apresentavam uma expansão nula. Enquanto isso, conforme o teor de sulfatos aumentava a expansão do solo, independente da mistura aumentava também.

Por outro lado, Wang *et al.* (2019) apontam que quando os cristais de etringita crescem a ponto de preencherem todo o poro, estes começam a exercer uma pressão de cristalização na estrutura do solo de dentro para fora, causando assim também a expansão do solo. Além disso, de acordo com Puppala *et al.* (2005) e Dermatas (1995), os cristais de etringita continuam a crescer enquanto há quantidades suficientes de reagentes presentes no solo e as condições ideais de temperatura e pH sejam mantidas.

Alguns autores realizaram ensaios de expansão em diversos tipos de solos, utilizando estabilizantes químicos como a cal e o cimento, com o intuito de induzir a formação de etringita no interior da estrutura do solo (PUPPALA *et al.*, 2018, LÓPEZ-LARA *et al.*, 2017, EYO *et al.*, 2021, PUPPALA *et al.*, 2005, KNOPP E MOORMAN, 2016). Os resultados dessas pesquisas podem ser observados na Tabela 2.5.

Tabela 2.5 - Resultados de expansão de outras pesquisas

Autor	Tipo de solo	Estabilizante	Expansão máxima (%)	Teor de sulfato (ppm)
Puppala et al. (2018)	Argila de alta compressibilidade	0%	17,0	36.000
		6% cal	9,0	
	Silte de alta compressibilidade	0%	8,0	44.000
		6% cal	14,0	
	Argila de alta compressibilidade	0%	12,0	12.000
		6% cal	24,0	
López-Lara et al. (2017)	Argila expansiva	0%	16,0	24.000
		6% cal	22,0	
		0% cal	10,6	
		2% cal	5,5	
		4% cal	2,7	
		6% cal	0,6	
Eyo et al. (2021)	Caulinita Industrial	0% gipsita	13,0	-
		4% gipsita	15,0	
		8% gipsita	14,5	
		12% gipsita	14,0	
Puppala et al. (2005)	Argila Caulinitica	0%	24,9	0
		4% cal	22,9	
		8% cal	19,9	
		0%	23,4	1.000
		4% cal	25,1	
		8% cal	23,7	
		0%	24,1	2.500
		4% cal	28,7	
		8% cal	27,4	
		0%	22,9	5.000
		4% cal	29,7	
		8% cal	31,1	
		0%	24,2	10.000
		4% cal	32,3	
		8% cal	39,2	
Knopp e Moorman (2016)	Rocha triturada	4% cimento	0,0	0
		4% cal	0,0	
		4% cimento	1,0	3.000
		4% cal	7,0	
		4% cimento	3,0	5.000
		4% cal	15,0	
		4% cimento	6,0	8.000
		4% cal	20,0	
		4% cimento	9,0	10.000
		4% cal	24,0	

Fonte: Puppala et al. (2018); López-Lara et al. (2017); Eyo et al. (2021); Puppala et al. (2005); Knopp e Moorman (2016).

2.5.4 Ensaio para avaliar a expansão em solo

O Índice de Suporte Califórnia (ISC), do inglês *California bearing Ratio* (CBR), é um ensaio amplamente utilizado na área rodoviária, sendo empregado até hoje no dimensionamento de pavimentos flexíveis (CAPUTO, 1988). Segundo Senço (2007), o ensaio CBR foi concebido por O. J. Porter do *California Highway Department* com o intuito de definir a resistência dos materiais granulares utilizados nas obras de pavimentação. Mais tarde, novos estudos foram realizados para aprimorar os resultados do ensaio CBR correlacionando com as necessidades das camadas de um pavimento e sua função.

Caputo (1988) aponta que o ensaio consiste em três etapas, a primeira é utilizada para determinar a umidade ótima e o peso específico máximo. Já a segunda etapa estuda as propriedades expansivas do material. A terceira e última etapa é onde determina-se o valor do Índice de Suporte Califórnia. Para a definição do CBR utilizou-se os materiais granulares com melhor desempenho para utilização na base dos pavimentos e esse valor foi tomado como referência e equivalente a 100% (BERNUCCI, 2006).

No Brasil o ensaio ISC é regido pela norma DNER-ME 049/94. Para esse trabalho, a etapa que mais interessa é a segunda, onde é determinado a expansibilidade do material. Após a compactação e moldagem do solo em um molde com 15,20 cm de diâmetro e 17,80 cm de altura, o corpo de prova é fixado no prato-base e posicionado as hastes de expansão com os pesos anelares equivalentes ao peso do pavimento. Em seguida, é posicionado um extensômetro na borda superior do molde cilíndrico e todo o conjunto é inundado por 4 dias. Durante esse período são feitas leituras da expansão do material em intervalos de 24 horas. Após essa etapa é realizada a penetração do corpo de prova para determinar o valor do ISC.

O ensaio edométrico consiste na aplicação de tensões axiais em um corpo de prova confinado lateralmente, geralmente utilizado para determinar os valores de consolidação de um solo. Para isso, o corpo de prova é inundado com o intuito de simular as piores condições que pode se submeter o solo, utilizando um tempo mínimo de 24h entre as leituras e incremento de tensões (GANDAIO, 2012).

Esses ensaios são amplamente empregados nos estudos de consolidação, mas quando utilizadas pequenas cargas também é possível observar a expansão das misturas quando inundadas. Com a própria instrução de ensaio de adensamento apresentado pelo Departamento Nacional de Estradas e Rodagem apresentando uma forma de medir a expansão do solo pela remoção dos carregamentos aplicados (DNER-IE 005/94). Ainda o Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes também regulamenta o ensaio de determinação da expansibilidade

do solo pelo Método de Ensaio DNIT 160-ME/2021 Além disso, nos Estados Unidos existem duas normas que regulamentam o estudo da expansão do solo, sendo a ASTM D4546-08 e a ASTM D4829-11, onde, respectivamente, determinam a expansão unidirecional e o índice de expansão de um solo. A primeira divide-se em três métodos, o método A, utilizando no presente trabalho, são utilizadas tensões crescentes no ensaio para determinar a tensão de expansão, com a primeira tensão sendo de 1 kPa e equivalente a expansão livre. O método B, utiliza amostras indeformadas ou deformadas e é aplicada o carregamento encontrado no campo onde deseja-se estudar o solo. O método C utiliza uma etapa de carregamento anterior a inundação do corpo de prova e outra etapa após a inundação. Já a segunda norma apresenta os métodos para calcular o índice de expansão, valor utilizado para determinar o potencial expansivo de um determinado solo. Esse ensaio se dá pelo ensaio de expansão de um corpo de prova com um grau de saturação de 50% e uma carga estática.

2.6 TRABALHOS ANTERIORES

2.6.1 Difração de raio X

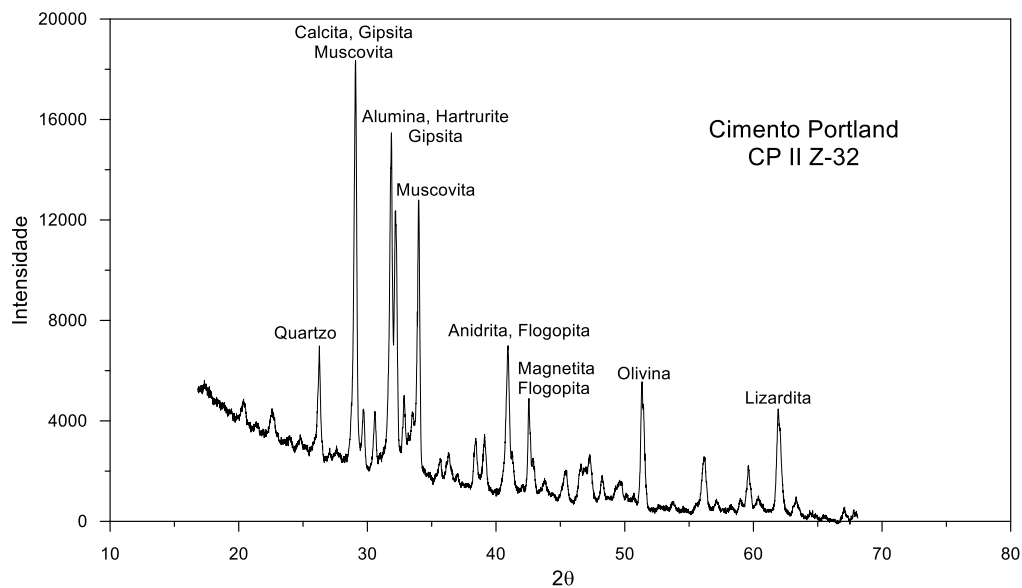
O ensaio de Difração de Raios-X é um ensaio utilizado para determinar as fases dos diferentes tipos de amostras e consequentemente utilizado para a identificação dos minerais presentes na amostra (SINGH e AGRAWAL, 2012). O ensaio consiste na incidência de um feixe de radiação monocromática em uma amostra em forma de pó e rotacionada em um ângulo θ . Esse feixe, após ser difratado pela amostra é coletado por um detector rotacionado em um ângulo 2θ . Dessa forma, as intensidades do feixe obtidas em ângulos 2θ são representadas por meio de picos nos difratogramas (OLIVEIRA, 2005).

O ensaio de DRX foi realizado utilizando o método do pó solto para os materiais puros, tais como, solo, cimento e etringita. O ensaio foi realizado no Complexo de Centrais de Apoio à Pesquisa (COMCAP) da UEM, utilizando a fração passante na peneira nº 200 (0,075 mm). O equipamento utilizado foi o difratômetro Shimadzu, com alvo de cobre, que possui emissão predominante no comprimento de onda de 1,5406 Å. O intervalo de varredura 2θ utilizado foi de 3° a 80° com passo angular de 0,04°. O tempo de contagem por ponto foi de 2 segundos.

A seguir são apresentados os difratogramas de raio X para o cimento Portland, a etringita e o solo natural. Para o cimento Portland, conforme apresentado na Figura 2.9 foi identificado a presença de muscovita, gipsita, alumina, quartzo, anidrita, entre outros. A identificação se apresenta coerente uma vez que de maneira geral o cimento é composto por cal (CaO), sílica

(SiO_2), alumina (Al_2O_3), óxido de ferro (Fe_2O_3), óxido de magnésio (MgO), álcalis (Na_2O e K_2O) e sulfatos (SO_3). A presença de muscovita é frequentemente detectada em amostra de cimento Portland. A muscovita é pertencente ao grupo das micas e ocorre em rocas magmáticas, metamórficas e sedimentares.

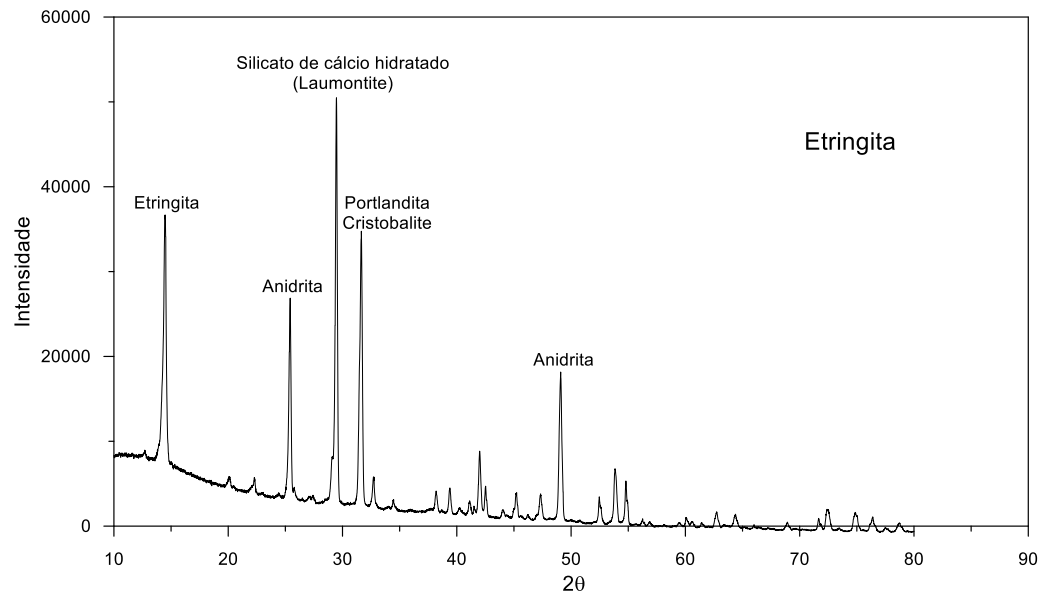
Figura 2.9 - Difratoograma de raio X para o cimento Portland



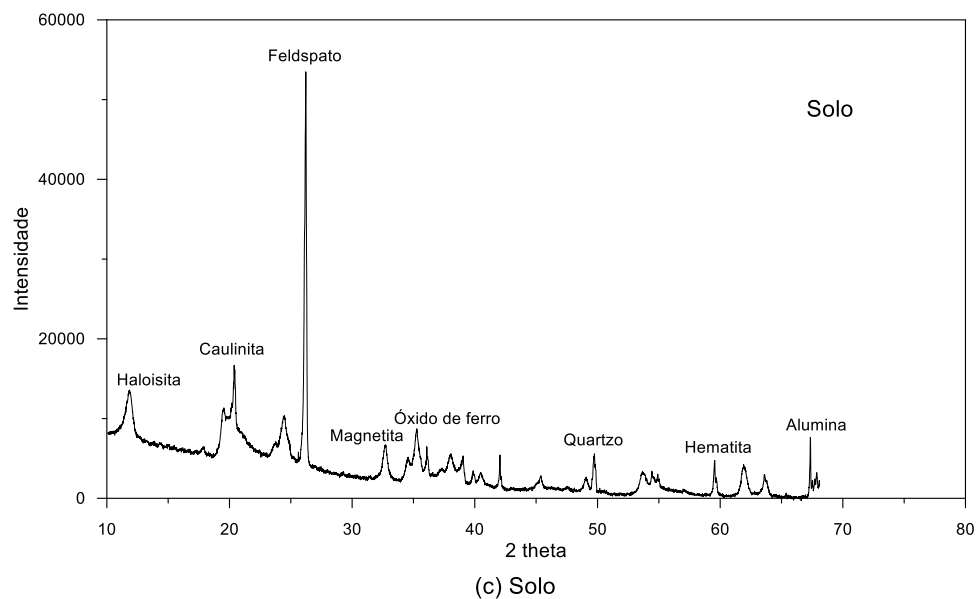
Fonte: adaptado de Rios (2021)

No caso da etringita (Figura 2.10) foi possível detectar a presença do mineral etringita, além de indícios de anidrita, silicato de cálcio hidratado (laumontita), portlandita e cristobalita. A etringita é um mineral composto por sulfato de cálcio e alumínio hidratado, isso justifica a presença de silicato de cálcio hidratado e portlandita. Nesse sentido, a cristobalita, que apresenta composição similar a sílica, pode não estar presente na amostra. A anidrita também pode estar presente, uma vez que a sua composição está associada com a presença de sulfato de cálcio.

O difratograma do solo (Figura 2.11) indicou a presença de feldspato e quartzo, porém com pico mais pronunciado para o feldspato. Além disso, a presença de caulinita e haloisita, que são argilominerais com atividade mais baixa e característicos de solos lateríticos. A presença de magnetita, óxido de ferro, hematita e alumina se justificam pelo processo de laterização que os solos da região foram submetidos.

Figura 2.10 - Difratoograma de raio X para a etringita

Fonte: adaptado de Rios (2021)

Figura 2.11 - Difratoograma de raio X para o solo

Fonte: adaptado de Rios (2021)

2.6.2 Dosagem físico-química

O método de dosagem físico-químico para misturas de solo-cimento é um método simples e rápido que se baseia na interação elétrica entre as partículas de cimento e argila do solo. O método foi proposto pela “Central Road Research Institute of India” (CHADDA, 1971)

e encontra-se descrito na 414/2019 – ME do Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes (DNIT, 2019).

Em uma mistura de solo-cimento as partículas de cimento estão carregadas eletronicamente e provocam um aumento da condutividade elétrica da mistura com o solo. Assim, a interação elétrica do cimento em hidratação e as partículas coloidais de argila, carregadas negativamente, produzem alterações físico-químicas com consequente variação volumétrica da mistura quando em suspensão aquosa (CHADDA, 1971). O método propõe a determinação do teor mínimo de cimento, que ocasiona uma mistura estável, por meio do monitoramento das variações volumétricas. Isto porque, o aumento gradual no volume da suspensão da mistura solo-cimento ocorre até o ponto que a concentração de cimento atinge o limite de saturação necessário para produzir uma mistura estável. Define-se como teor mínimo de cimento requerido para a estabilização do solo aquele que produz a máxima variação volumétrica na mistura em suspensão (CHADDA, 1971).

Ladeira (2021) avaliou o processo de estabilização química de solo com cimento e etringita por meio do método de dosagem físico-químico. Os resultados foram apresentados e discutidos neste trabalho visando contribuir com o entendimento do comportamento do material. O método de dosagem físico-químico consiste na utilização de no mínimo sete provetas de 250 mL, sendo a primeira com solo puro e as restantes com solo e as diferentes porcentagens de cimento, definidas em intervalos equidistantes e com variação de no máximo 3 pontos percentuais. Nesse ensaio usou-se a variação de 2% e os teores foram de 2%, 4%, 6%, 8%, 10% e 12%. Em cada proveta, colocaram-se 20 gramas de solo, seco ao ar, destorroado e passado na peneira nº 10. Adicionou-se e misturou-se o cimento ao solo e completou-se com água destilada até o volume de 100 mL da proveta. Após o período de 24 horas, agitou-se a mistura por 30 segundos e 2 horas depois realizou-se a primeira leitura. Repetiu-se esse procedimento até que a leitura fosse constante por dois dias seguidos ou que ocorresse o decréscimo da leitura. Por fim, utilizando a Equação 2.4 foi possível calcular a variação volumétrica percentual para diferentes teores e montar um gráfico de porcentagem de cimento versus variação volumétrica. O ponto do gráfico da máxima variação volumétrica corresponde ao teor mínimo de cimento requerido para estabilização química do solo analisado.

O uso da etringita não está previsto em norma para a realização desse ensaio, entretanto para critérios comparativos utilizaram-se misturas de solo-etringita e solo-cimento-etringita. Assim, o ensaio foi repetido utilizando a etringita com os mesmos valores de porcentagens por peso de solo usado no ensaio de cimento, para que fosse possível a comparação e além desse ensaio, realizou-se também com maiores porcentagens de etringita que variaram de 3 em 3%

(0 a 21%). Por fim, utilizou-se nove provetas, no qual adicionaram-se cimento e etringita, e variou-se a porcentagem desses materiais de 2 em 2 pontos percentuais em relação ao peso de solo, sendo 50% de etringita e 50% de cimento. As porcentagens foram de 0 a 16%.

$$\Delta V (\%)_{teor} = \frac{V_{m\acute{a}x (teor)} - V_{m\acute{a}x (0\%)}}{V_{m\acute{a}x (0\%)}} \quad 2.4$$

em que: DV: variação volumétrica percentual para cada teor de cimento;
 $V_{m\acute{a}x(teor)}$: leitura de volume máximo na proveta para cada teor de cimento;
 $V_{m\acute{a}x(0\%)}$: leitura de volume máximo na proveta para solo puro (teor de cimento de 0%).

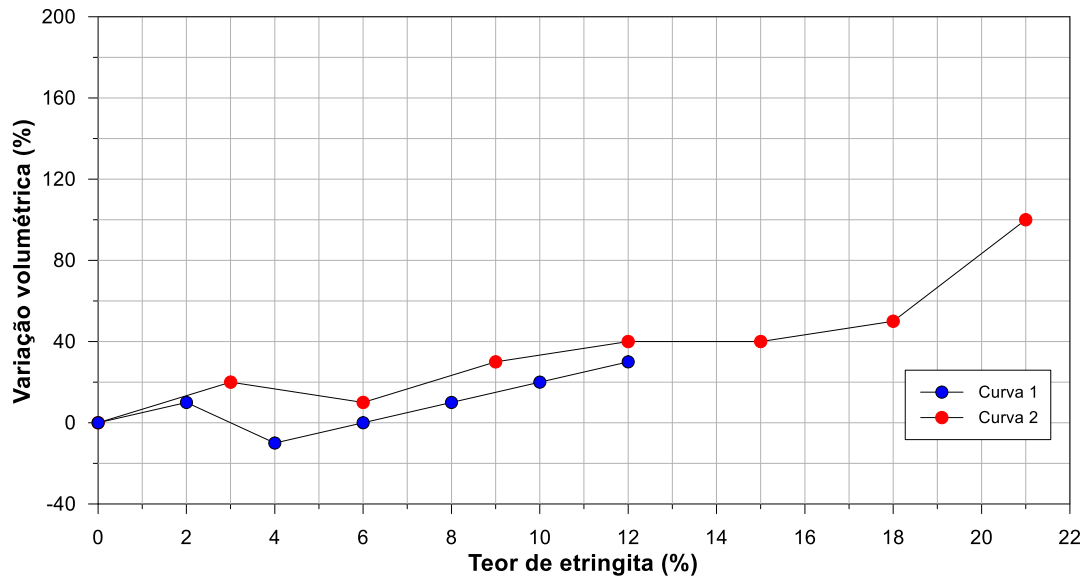
O ensaio de dosagem físico-química, conduzido por Ladeira (2021), indicou que para o solo natural, o teor mínimo de cimento necessário para a estabilização do solo com cimento Portland foi de 6%, sendo que os ensaios conduzidos por Guideli (2017) também indicaram o valor de 6%.

Adicionalmente, Ladeira (2021) avaliou a viabilidade do método para o emprego em misturas de solo com etringita, conforme apresentado na Figura 2.12. A variação do teor de etringita foi de 12 e 21% para as curvas 1 e 2, respectivamente. Observa-se que não ocorreu a estabilização da variação volumétrica para a mistura solo-etringita, sendo que a partir de 8% as variações volumétricas são mais pronunciadas e aumentam com o teor de etringita.

A variação volumétrica registrada nas misturas solo-etringita pode estar associada ao contato do material com a água, uma vez que a expansão da etringita ocorre quando a mesma entra em contato com a água. Isto porque a sua superfície específica e a estrutura cristalina com cargas negativas são as responsáveis pela atração das moléculas de água que causa então uma repulsão entre as partículas e resultam em uma expansão geral do sistema sem qualquer alteração na estrutura cristalina da etringita (MEHTA, 1973).

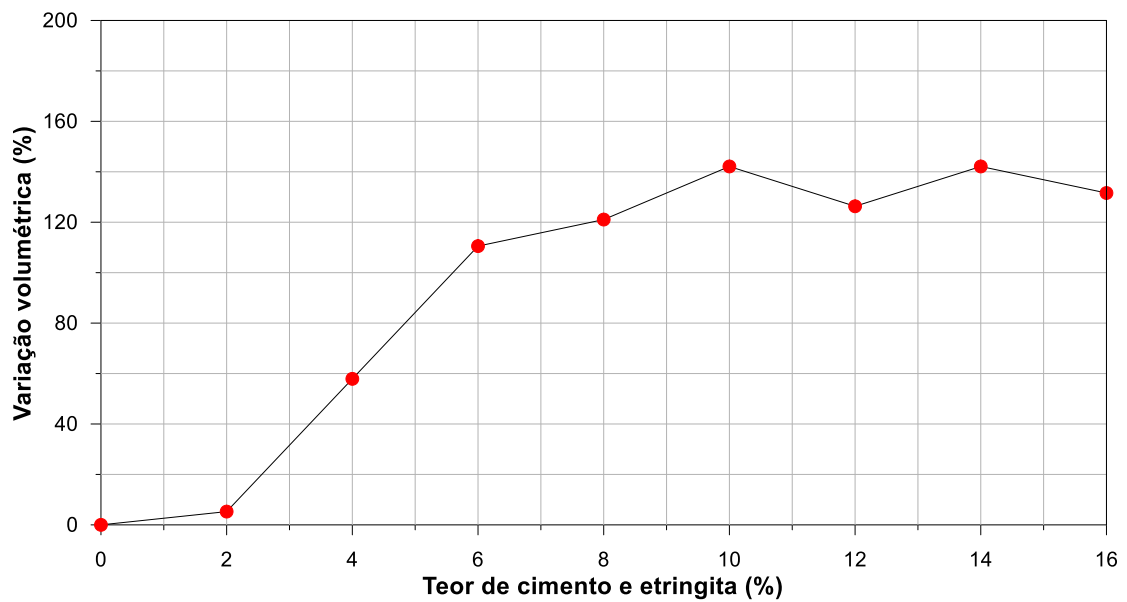
A Figura 2.13 apresenta a curva de variação volumétrica de mistura de solo, cimento e etringita obtida por Ladeira (2021). Para essa situação, foi observado que a variação volumétrica máxima ocorreu para o teor de 10% (5% de cimento e 5% de etringita) indicando uma tendência à estabilização química do solo. Essa tendência foi estudada por Rios (2021) por meio de ensaios de resistência à compressão simples e resistência à compressão diametral, sendo que os resultados indicaram que a adição de etringita na mistura solo-cimento compromete o desenvolvimento da resistência do material. Esse comportamento pode ser similar ao que ocorre quando o concreto fica submetido ao ataque de sulfatos.

Figura 2.12 - Variação volumétrica versus teor de etringita



Fonte: Ladeira (2021)

Figura 2.13 - Variação volumétrica versus teor de cimento e etringita



Fonte: Ladeira (2021)

2.6.3 pH

O ensaio de pH foi realizado por Ladeira (2021) e seguindo as recomendações da norma D4972-01 (ASTM, 2001). O ensaio consiste na pesagem de 20 gramas do material seco ao ar e então adição de 100 mL do líquido (KCl ou água). Quando o reagente for o KCl, dissolve-se 74,5 gramas dele em um litro de água. Em seguida, agitou-se a mistura mecanicamente por 15

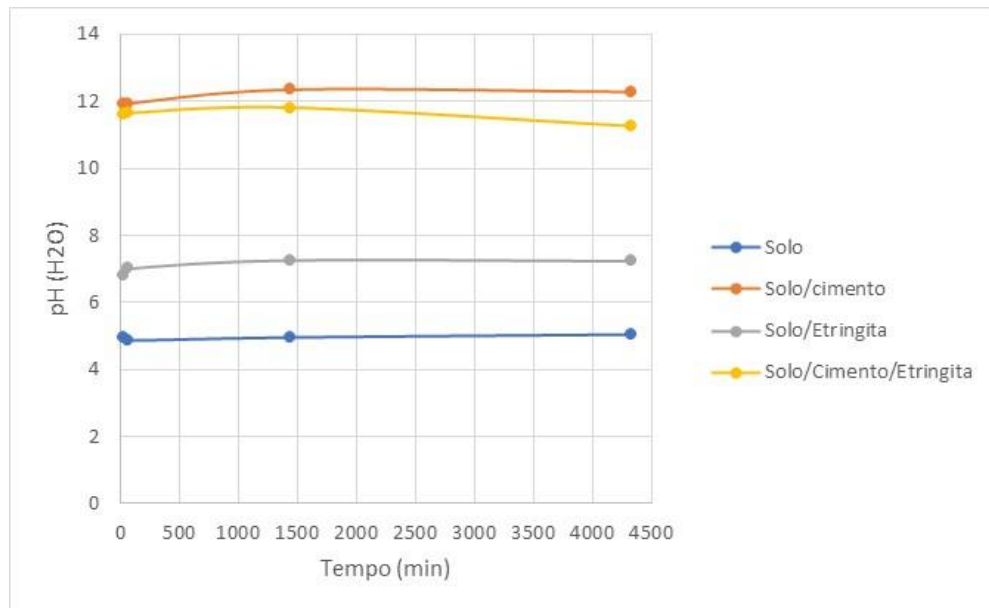
minutos e depois de 30 minutos fez-se a primeira leitura de pH, que se repetiu em 60 minutos, 24 e 72 horas. O medidor de pH foi calibrado antes das mensurações. Nesta pesquisa o ensaio foi conduzido determinando-se o pH do solo, e das misturas de solo-cimento (com 6% de cimento), solo-etringita (com 6% de etringita) e solo com cimento e etringita com (3% de cimento e 3% de etringita). As misturas foram preparadas considerando como referência a massa seca (massa de sólidos).

As Figura 2.14 e Figura 2.15 apresentam os resultados de variação de pH para o solo natural e as misturas com 5% de cimento e/ou etringita. Os dados apresentados são referentes ao trabalho de Ladeira (2021).

O solo puro pode ser classificado com comportamento ácido, de maneira que a adição de cimento torna a amostra alcalina. A adição de etringita aumentou o pH do solo, mas tornando o mesmo neutro. O solo com cimento e etringita também é considerado alcalino. O pH alcalino proporciona um ambiente favorável ao desenvolvimento das reações de hidratação do cimento e consequentemente um desenvolvimento adequado da resistência mecânica.

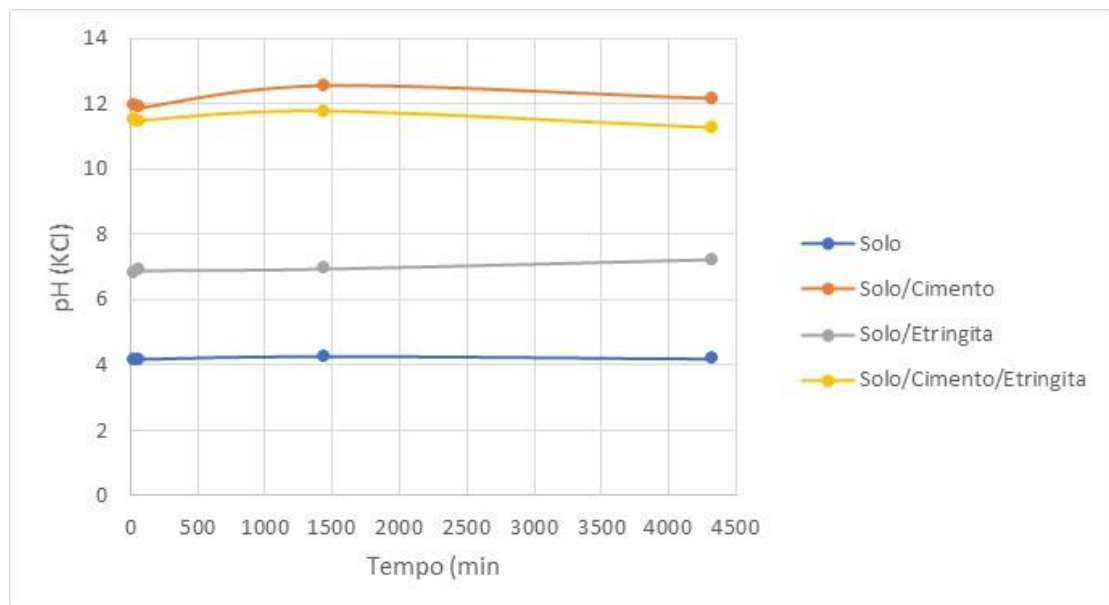
Ladeira (2021) determinou os valores de ΔpH , observando que o solo puro, o solo com etringita e o solo com etringita e cimento tem cargas predominantemente negativas, já o solo com cimento tem a predominância de cargas positivas. O ponto onde ocorre essa mudança de carga é chamado de ponto de carga zero (PCZ), o qual corresponde ao valor de pH que o número de cargas negativas se iguala ao de positivas. O solo puro, o solo com etringita e com etringita e cimento apresentam valores de PCZ inferiores ao pH determinado, ou seja, tem um balanço de cargas negativas, diferentemente do solo com cimento.

Figura 2.14 - Variação do pH em água com o tempo



Fonte: Ladeira (2021)

Figura 2.15 - Variação do pH em KCl com o tempo



Fonte: Ladeira (2021)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A seguir serão apresentados os materiais e métodos que foram utilizados para o desenvolvimento dessa pesquisa experimental.

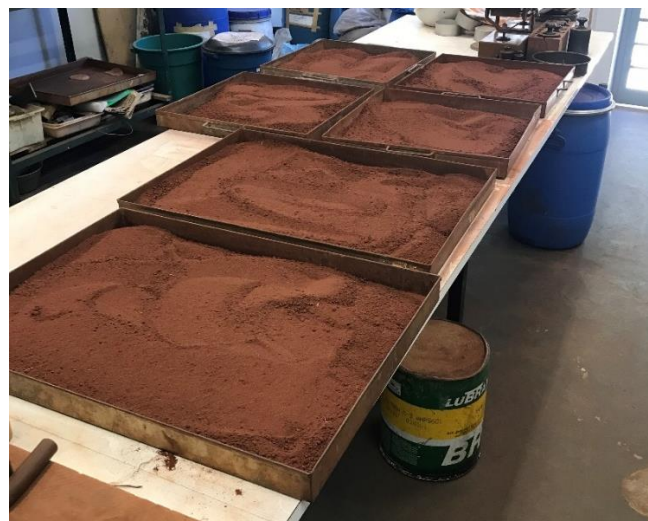
3.1 MATERIAIS

3.1.1 Solo

O solo utilizado nesse trabalho foi coletado nas proximidades do município de Mandaguaçu, região Noroeste do estado do Paraná. Em relação ao seu processo de formação, o solo é classificado como residual evoluído, proveniente da camada superficial do Arenito Caiuá a uma profundidade estimada de 3 metros e apresentando comportamento laterítico. Esse solo vem sendo amplamente utilizado nas pesquisas realizadas pelo Departamento de Engenharia Civil da Universidade Estadual de Maringá, sendo já caracterizado previamente por outros autores (Lukiantchuki *et al.* 2019; Ladeira e Sandoli 2019; Ferreira *et al.* 2018).

As amostras deformadas foram transportadas até o Laboratório de Mecânica dos Solos da Universidade Estadual de Maringá (UEM), acondicionadas em bandejas metálicas para secarem até atingirem o teor de umidade higroscópico em local controlado sem sol e sem vento (Figura 3.1). Após seco, o solo foi devidamente homogeneizado e armazenado em tambores de plásticos para serem utilizados no andamento da pesquisa.

Figura 3.1 - Solo posicionado nas bandejas para secagem



3.1.2 Efluente industrial

O efluente industrial utilizado nesta pesquisa foi coletado na saída da estação de tratamento de efluentes de uma indústria de anodização de superfícies de peças de alumínio localizada na cidade de Maringá/PR. Os efluentes provenientes dos banhos de lavagem do processo de anodização foram previamente tratados na própria indústria a partir da aplicação de processos físico-químicos, utilizando como coagulante o policloreto de alumínio (PAC) e floculante (polímero catiônico) como agente auxiliar da coagulação..

3.1.3 Cimento Portland

O cimento Portland selecionado para o desenvolvimento da pesquisa foi o CP – Z – 32 devido a utilização em outras pesquisas realizadas no Laboratório de Mecânica dos Solos da Universidade Estadual de Maringá, a fim de manter o padrão nos ensaios para servir de base de comparação. Esse cimento possui na sua composição 76 – 94% de clínquer e sulfatos de cálcio, 6-14% de materiais pozolânicos e até 15% de material carbonático (ABNT NBR 16697, 2018). A massa específica do cimento foi determinada anteriormente (SOUZA, 2020) sendo igual a 3,05 g/cm³.

3.1.4 Misturas

O estudo do comportamento da etringita adicionada ao solo natural e em misturas de solo-cimento foi realizado por meio da análise de 6 misturas diferentes. As porcentagens de solo, cimento e etringita foram variadas em relação à massa seca do solo.

As misturas foram estabelecidas com base em resultados de dosagem físico-química. Ladeira e Sandoli (2019) constataram que o teor mínimo de cimento para a estabilização química de misturas de solo-cimento é de 5% e Rios (2021) constatou um teor mínimo de 6%. Desta forma, nesta pesquisa foram utilizadas as misturas similares às duas pesquisas previamente realizadas. A Tabela 3.1 apresenta a descrição das misturas utilizadas.

Tabela 3.1 – Proporções dos diferentes materiais das misturas estudadas

Misturas	Porcentagem de solo	Porcentagem de etringita	Porcentagem de cimento
S₀	100	-	-
SE₅	95	5	-
SE₆	94	6	-
SC₅	95	-	5
SC₆	94	-	6
SC₅E₅	90	5	5
SC₆E₆	88	6	6

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Produção da etringita

A etringita utilizada nos ensaios foi produzida a partir do tratamento do efluente de uma indústria de anodização de alumínio, conforme apresentado em 3.1.2. Inicialmente foram realizadas duas formas de produção da etringita: efluente na condição bruta e efluente após processo de pré-tratamento. Os resultados iniciais indicaram que a utilização do efluente pré tratado não promoveu alteração nas características do material produzido. Desta forma, a pesquisa foi conduzida utilizando o efluente pré-tratado, uma vez que esse procedimento proporcionou a produção da etringita de forma mais eficiente e rápida.

O efluente pré-tratado consiste no efluente que após uma das etapas de banho de lavagem das peças de alumínio é submetido a um tratamento físico-químico, realizado pela própria indústria, que consiste de coagulação/floculação seguido de sedimentação e remoção do resíduo sólido por meio de filtro prensa. Esse tratamento resultava em um efluente ainda com elevada concentração de sulfatos. O efluente era coletado na saída da estação de tratamento da indústria, armazenado em galões de 5 l e transportado ao Laboratório de Saneamento Ambiental da UEM. Inicialmente foram realizadas determinações do pH, conforme método 4500-H⁺-B (APHA, AWWA, WEF, 2005) e utilizando um espectrofotômetro marca HACH modelo DR2800.

Para a redução do teor de sulfatos foram adicionados, sob agitação rápida, hidróxido de alumínio (Al(OH)₃ p.a.) e cloreto de cálcio (CaCl₂.2H₂O p.a.) ao efluente pré-tratado, como fontes de cálcio e alumínio, obedecendo as razões estequiométricas [Ca⁺²]:[SO₄²⁻] = 2 e [Al⁺³]:[SO₄²⁻] = 0,4. A partir do valor de concentração inicial de sulfato foi calculada a quantidade necessária dos reagentes na razão molar adotada para uma amostra de 1 l.

Após a determinação da massa necessária dos reagentes, o efluente era transferido para béqueres com capacidade de 2 litros e na sequência colocados no Jar Test para adição dos reagentes sob agitação por um período de 30 minutos (Figura 3.2a). Após essa etapa os béqueres eram transferidos para uma superfície horizontal (bancada), devidamente protegidos com papel e deixados em repouso por um período adotado de 24 horas até sedimentação do lodo (Figura 3.2b). O sobrenadante era então removido por sucção, utilizando uma seringa e uma mangueira de borracha, e levado para a determinação do pH e do teor de sulfatos, a fim de determinar a eficácia do método de tratamento. O lodo resultante nos béqueres era então seco em estufa a 115 °C em recipientes de vidro por um período adotado de 72 horas, tempo necessário para atingir a umidade higroscópica do material, com o resultado do material seco apresentado na Figura 3.3.

Figura 3.2 – Processo de produção da etringita

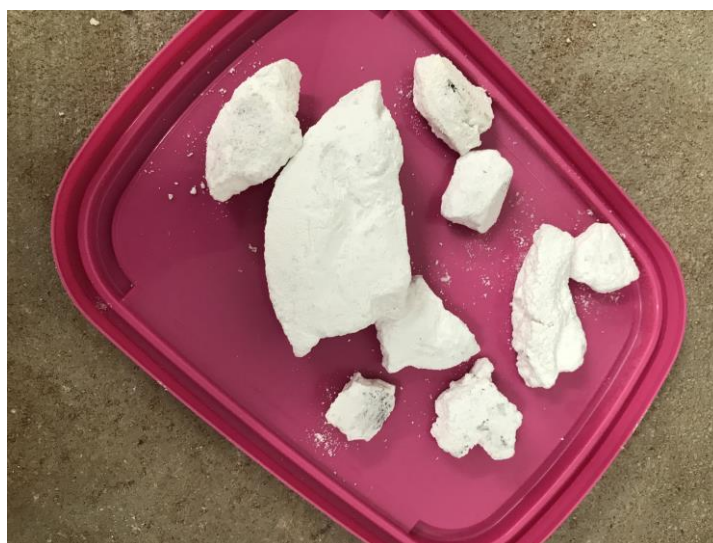


a) Jar Test.



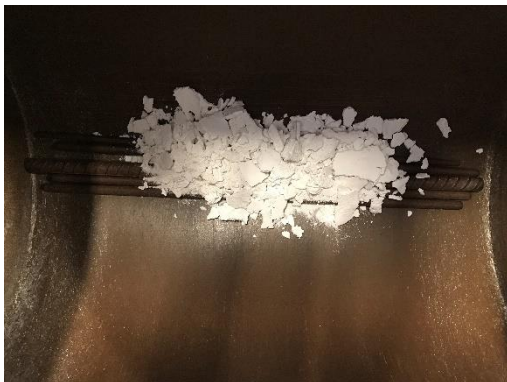
b) Decantação.

Figura 3.3 - Pedacos de etringita após a secagem



Para obter a etringita em pó, logo após a secagem o material foi levado para um moinho de barras por um período de 5 a 10 minutos, onde a rotação do cilindro com o material e as barras dentro leva a moagem do material por impacto. A Figura 3.4 apresenta o estado do material seco antes e depois da moagem. Após a moagem a etringita era coletada e armazenada em um pote hermético a fim de não absorver a umidade do ambiente.

Figura 3.4 – Processo de moagem da etringita (moinho de barras)



a) Etringita antes da moagem.



b) Etringita após a moagem.

3.2.2 Ensaios de caracterização geotécnica

A caracterização do solo foi realizada de acordo com as normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Foram realizados os seguintes ensaios: análise granulométrica conjunta – NBR 7181 (ABNT, 2016), massa específica dos sólidos – NBR 6458 (ABNT, 2016), limite de liquidez – NBR 6459 (ABNT, 2017) e limite de plasticidade – NBR 7180 (ABNT, 2016). Os ensaios de limites de liquidez e plasticidade também foram realizados para as misturas estudadas nessa pesquisa (Tabela 3.1).

O preparo das amostras para a realização dos ensaios foi realizado seguindo os procedimentos da NBR 6457 (ABNT, 2016) e o teor de umidade foi determinado utilizando o método da estufa, apresentado no Anexo A da NBR 6457 (ABNT, 2016).

3.2.3 Análise granulométrica a laser

O ensaio de granulometria a laser, utilizado para medir o tamanho das partículas, baseia-se na medição da variação angular na intensidade da luz difundida à medida que um feixe de laser interage com as mesmas.

O ensaio foi realizado para as amostras de cimento e etringita, uma vez que as técnicas utilizadas para solo não são adequadas para esse tipo de material. A análise foi realizada no Laboratório de Pavimentação da Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE/UFRJ), no qual a amostra moída foi dispersa em uma solução de água e álcool e em seguida aplicou-se ultrassom com descolamento ultrassônico. O equipamento usado foi o Mastersize 2000 da Malvern, que usa software baseado na teoria de espalhamento de Mie e gera gráficos e tabelas que informam o tamanho do grão e a porcentagem intermediária.

3.2.4 Atividade pozolânica

A avaliação da atividade pozolânica foi realizada para a etringita por meio do Método Chapelle modificado, descrito na NBR 15895 (ABNT, 2010). Utilizou-se uma amostra de cerca de 1 g de etringita, seca, juntamente com uma amostra de 2 g de CaO, para reagir em banho-maria em temperatura de 90°C, por 16 horas. Após esse período, adicionou-se sacarose a mistura que foi agitada e titulada com solução de HCl. Esse volume foi usado para o cálculo do índice de atividade pozolânica a partir da Equação 3.1. O mesmo procedimento foi feito para um ensaio em branco, ou seja, utilizando apenas a sacarose, sem a adição de etringita, para realizar a calibração dos resultados.

$$I_{Ca(OH)_2} = \frac{28 \times (V_3 - V_2) \times F_c}{m_2} \cdot 1,32 \quad 3.1$$

em que: $I_{Ca(OH)_2}$: índice de atividade pozolânica Chapelle obtido com o ensaio, que corresponde à quantidade de hidróxido de cálcio fixado por grama de material;
 m_2 : massa de material pozolânico;
 V_2 : volume de HCl consumido no ensaio com a amostra;
 V_3 : volume de HCl consumido no ensaio em branco;
 F_c : fator de correção do HCl;
 1,32: relação molecular $Ca(OH)_2/CaO$.

A amostra de etringita foi seca até o teor de umidade higroscópica e ensaiada preservando a sua granulometria original. Este procedimento foi adotado para evitar a descaracterização do material original. O ensaio foi realizado no Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) de São Paulo, com posterior envio do laudo de resultados para avaliação.

3.2.5 Ensaio de adsorção de azul de metileno

A avaliação indireta do tipo de argilomineral presente na constituição de um solo pode ser realizada a partir do ensaio de adsorção de azul de metileno. O ensaio permite estimar a capacidade de troca catiônica (CTC), superfície específica dos argilominerais (SE), o índice de atividade da fração argilosa (Acb) e avaliar o comportamento laterítico da amostra.

O ensaio de azul de metileno consiste na titulação padronizada de solo, água e uma solução de azul de metileno, em meio agitado. Após a adição de uma quantidade conhecida de corante retira-se uma gota da solução e pinga-se sobre papel filtro. Caso a mancha formada no papel apresentar uma auréola de coloração azul clara ou esverdeada, significa que há um excesso de corante na solução. Caso contrário, adiciona-se mais corante e os passos são repetidos até apresentar a aureola, onde é considerado o ponto de viragem do ensaio (JONES, 1964 *apud* BONINI, 2005).

A metodologia utilizada neste trabalho foi adaptada por Pejon (1992, *apud* BONINI, 2005) onde o autor propõe a utilização de uma fração de solo passada na peneira com abertura 2,00 mm e a concentração de azul de metileno deve ser de 1,5 g/l.

O ensaio foi conduzido utilizando-se cerca de 2 a 3 gramas de material para a realização do ensaio. A amostra foi diluída em água destilada utilizando-se um becker e um agitador magnético (Figura 3.5), que deve manter a solução em constante agitação.

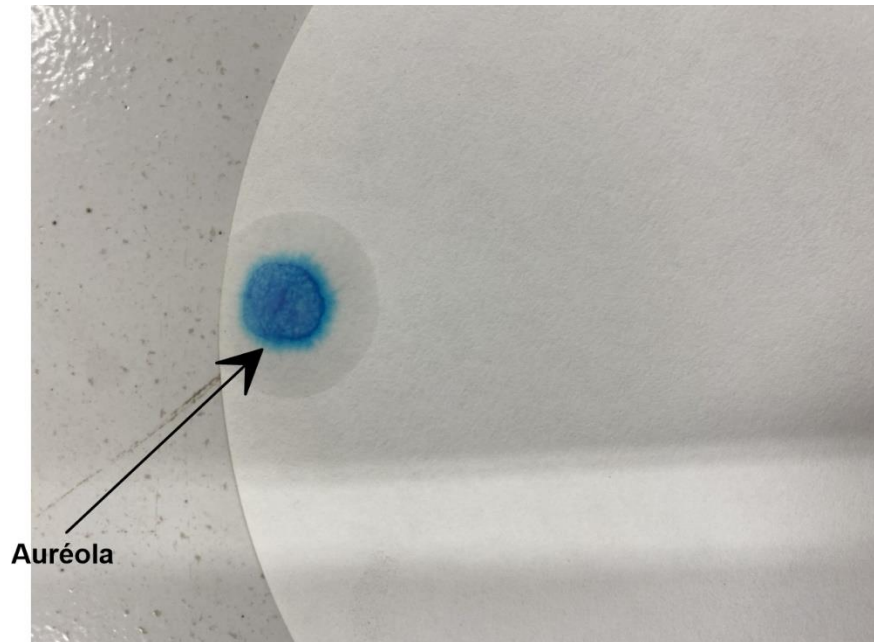
Inicialmente, adiciona-se 2 ml de solução de azul de metileno e após um intervalo de 3 minutos, com auxílio de uma haste de vidro, retira-se uma gota da suspensão da solução e coloca-se sobre o papel filtro.

Figura 3.5 - Agitação da solução de solo e água destilada



A análise do teste é realizada observando-se a mancha formada pela gota da solução. O resultado negativo é atribuído quando ocorrer a formação de uma mancha azul escura, o mesmo é considerado positivo quando aparecer uma auréola azul claro em torno da mancha escura. No caso do teste fornecer resultado negativo, adiciona-se novamente 2 mL de solução de azul de metileno até se obter um resultado positivo. Em contrapartida quando ocorrer resultado positivo deve-se aguardar um tempo de três minutos e repetir o teste. Confirmado o resultado positivo o ensaio é encerrado. Caso contrário, acrescenta-se metade da quantidade de azul de metileno utilizada anteriormente, e espera-se mais três minutos. O procedimento deve ser repetido até a obtenção da auréola azul claro. A Figura 3.6 apresenta o resultado positivo obtido para a amostra de etringita pura.

Figura 3.6 - Aparecimento de auréola durante o ensaio de adsorção de azul de metileno



A capacidade de troca catiônica (CTC) é calculada por meio da Equação 3.2:

$$CTC = \frac{V \times C \times 100}{M} \quad 3.2$$

em que: V: volume da solução de azul de metileno;
 C: concentração da solução;
 M: massa de solo seca.

A superfície específica (SE) é determinada utilizando-se a Equação 3.3:

$$SE = \frac{3,67 \times V}{M} \quad 3.3$$

O cálculo do valor de azul de metileno (Vb) e da atividade da fração de argila (Acb) é realizado utilizando-se as Equações 3.4 e 3.5.

$$Vb = \frac{1,5 \times V \times 100}{M \times 1000} \quad 3.4$$

$$Acb = \frac{Vb}{\% \text{ argila}} \quad 3.5$$

A análise dos resultados dos parâmetros CTC, SE, Vb e Acb foi realizada com base nos trabalhos de Beaulieu (1979, *apud* PEJON, 1992) e Lautrin (1992, *apud* PEJON, 1992). O comportamento laterítico do material foi avaliado a partir do gráfico de porcentagem e argila versus o valor de azul de metileno adsorvido pelo solo (PEJON, 1992). A partir dos resultados obtidos é possível caracterizar o argilomineral constituinte do solo quanto a sua capacidade de troca catiônica, a atividade da fração argilosa e o indicativo do comportamento laterítico.

3.2.6 Teor de Sulfato

O ensaio para determinação do teor de sulfato do solo foi realizado nos laboratórios do Departamento de Agronomia da Universidade Estadual de Maringá e seguindo o exposto por Silva (2009). Esse método consiste na extração do sulfato por íons de fosfato dissolvidos em ácido acético e então quantificado o enxofre disponível pela mediação em colorímetro ou espectrofotômetro.

Para a realização do ensaio é necessária a preparação de algumas soluções. A primeira é a Solução Extratora, para prepara-la são pesados 2,034 g de $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ e transferida para um balão volumétrico de 1 l e em seguida é completado o volume com solução de ácido acético 2 mol/l. O ácido acético 2 mol/l é preparando medindo 120 ml de CH_3COOH p.a. ($d=1,05$), transferido para um balão volumétrico de 1 l e completado com água destilada. A solução de ácido clorídrico 6 mol/l com 20 mg/l de enxofre é preparada adicionando 200 ml de água deionizada em um balão volumétrico de 1 l, em seguida é adicionado 500 ml de HCl p.a. ($d=1,19$) e 0,1087 g de K_2SO_4 p.a. (seco em estufa) e por fim o recipiente é completado com água deionizada. A solução-estoque de enxofre é preparada pesando 0,5434 g de K_2SO_4 p.a. (seco em estufa) e transferido para um balão volumétrico de 1 l e completado com água deionizada.

Para a preparação as soluções padrão de sulfato, em balões volumétricos de 50 mL, são acrescentados 0; 1,0 ml; 2,5 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 12,5 ml; 15,0 ml e 20,0 ml da soluções-estoque de enxofre e em seguida completado todos com água deionizada. Essas soluções padrão apresentam, respectivamente, as concentrações de 0; 2 μg ; 5 μg ; 10 μg ; 20 μg ; 25 μg ; 30 μg e 40 μg de S-SO_4^{2-} /ml de solução.

O primeiro passo se dá pela extração do sulfato, para isso em um Erlenmeyer de 125 mL são adicionados 10 cm^3 de solo e 25 mL de solução extratora e agitado por 30 minutos. Em seguida é adicionado 0,25 g de carvão ativado e agitado por mais três minutos. Então é filtrada

a mistura, adicionando ao filtro mais 0,25 g de carvão ativado, a fim de obter um sobrenadante cristalino e isento de impurezas e partículas em suspensão.

Após a extração, em um tubo de ensaio são adicionados 10 mL do sobrenadante e 1 mL de solução de HCl 6 mol/L contendo 20 mg/L de enxofre. Nessa solução são adicionados 500 mg de BaCl₂.2H₂O. Após aguardar um minuto, o tubo de ensaio é agitado por 20 segundos até obter a dissolução completa dos cristais de cloreto de bário. Por fim é medida a turbidez em colorímetro ou espectrofotômetro a 420 nm em um período de até 8 minutos após a adição dos cristais de cloreto de bário.

Para a realização dos cálculos, inicialmente é preparada a curva padrão, para isso são repetidos os passos descritos acima para os solos, porém no lugar dos 10 cm³ de solo e 25 mL de solução extratora, são utilizados 25 mL de soluções padrão de sulfato. Além disso, após a leitura da turbidez, é zerada a absorbância com água deionizada. Com isso, são relacionados as concentrações de S-SO₄²⁻ (µg/mL) com as absorbâncias obtidas, obtendo assim a curva padrão.

A determinação do teor de sulfato no solo é obtida utilizando a Equação 3.6.

$$S - SO_4^{2-} = A \cdot B \quad 3.6$$

em que: S-SO₄²⁻: teor de sulfatos no solo, em mg/dm³;
 A: concentração de S-SO₄²⁻ no extrato, determinada pela curva padrão, em mg/dm³;
 B: 2,5. Fator obtido da diluição na etapa de extração de 10 cm³ de solo em 25 mL de solução extratora.

3.2.7 Ensaio de compactação

O ensaio de compactação foi realizado para os materiais apresentado na Tabela 3.1, visando obter os parâmetros de compactação das misturas: teor de umidade ótimo e massa específica aparente seca máxima. Os ensaios foram realizados utilizando a energia normal de compactação seguindo as orientações da NBR 7182 (ABNT, 1986). No total foram obtidas 7 curvas de compactação que serviram como base para a moldagem dos corpos de prova para os ensaios de expansão.

3.2.8 Ensaio expansão

O ensaio de expansão foi realizado tomando como base a norma americana D4546-08 (ASTM, 2008) para a determinação da expansão unidirecional de uma amostra de solo compactada e a sua correspondente tensão de expansão. Os corpos de provas foram preparados com dimensões de 50 mm de diâmetro e 20 mm de altura.

Inicialmente, realizou-se a calibração da prensa para a carga utilizada no ensaio, dessa forma, foi realizado um ensaio de expansão utilizando um cilindro metálico, no local da amostra de solo, para obter os valores de deformação do conjunto célula-prensa sem a interferência das misturas. A Figura 3.7 apresenta os equipamentos utilizados durante a execução do ensaio.

Figura 3.7 - Célula de expansão desmontada



A moldagem dos corpos de prova foi realizada como base nas curvas de compactação utilizando-se sempre os valores do teor de umidade ótimo e a massa específica seca máxima como referência. Como os materiais utilizados eram integralmente passantes na peneira de abertura 4,75 mm, não houve a necessidade de realizar a correção da massa específica recomendada pela norma. A moldagem dos corpos de prova foi realizada por meio da compactação por impacto na energia norma e em camada única, utilizando o cilindro de Proctor de 10 cm de diâmetro e 12,5 cm de altura utilizado no ensaio de compactação, porém com

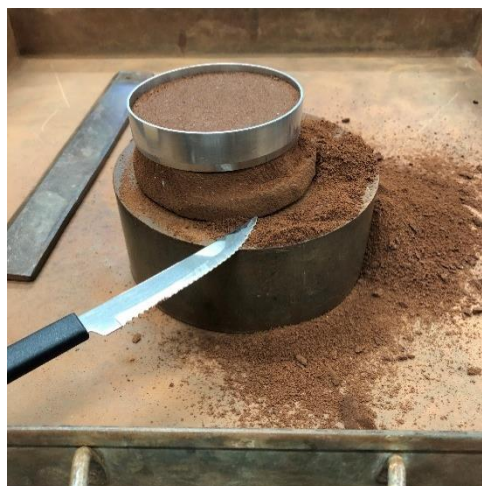
apenas 1/3 da altura do cilindro. Manteve-se os procedimentos para controle de compactação das amostras, tais como o teor de umidade da amostra, a massa do corpo de prova, a espessura da camada e a massa específica seca. Logo em seguida cravou-se o anel amostrador na amostra, esculpindo o solo para obter as dimensões do anel. Posteriormente o anel foi devidamente posicionado dentro da célula edométrica, utilizando papel filtro e pedra porosa, conforme a Figura 3.8 e levado a prensa.

Figura 3.8 - Células de expansão montadas para o ensaio



Para as amostras com a presença de cimento (solo-cimento e solo-cimento-etringita), o corpo de prova foi moldado seguindo os mesmos procedimentos expostos acima, porém o material foi levado a uma câmara umidade por um período de 7 dias para realização do processo de cura do cimento. Após esse período cravou-se o anel amostrador na mistura já curada (Figura 3.9) e seguiu-se o resto do procedimento de posicionamento na célula edométrica e levado a prensa.

Figura 3.9 - Cravação do anel amostrador na mistura de solo com cimento



Para o ensaio de expansão unidirecional, após o posicionamento da célula edométrica na prensa foi aplicada uma sobrecarga de 1 kPa e zerados os relógios comparadores. A montagem das prensas está representada na Figura 3.10, bem como o detalhe da célula de ensaio e o relógio comparador na Figura 3.11. A contagem do tempo se iniciava no momento de aplicação de água destilada na célula para imersão, e as leituras foram realizadas seguindo o recomendado pela norma: 0,5 min, 1 min, 2 min, 4 min, 8 min, 15 min, 30 min, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h e 24 h. Apenas para as misturas com solo, cimento e etringita foi necessário um período maior de ensaio, onde após 24h foram realizadas uma leitura por dia até completar 21 dias.

Para a determinação da tensão de expansão foi seguido o Método A da ASTM D4546-08 onde realiza-se novamente o ensaio de expansão unidirecional aplicando cargas crescentes de 20 kPa, 50 kPa e 100 kPa, em corpos de prova diferentes, e esperando um período de aproximadamente 10 minutos entre a aplicação da carga e a aplicação de água para iniciar o ensaio. Com os valores de deformação máxima para cada carga plota-se em um gráfico de tensão x deformação e traça-se uma linha ligando esses pontos e onde essa linha intercepta o valor zero da deformação é determinado o valor correspondente de tensão.

Os dados obtidos nas leituras foram devidamente corrigidos utilizando os valores da calibração da prensa, e divididos pela altura do corpo de prova. Os pontos foram plotados em escala logarítmica em função do tempo para obter as curvas de expansão das misturas.

Figura 3.10 - Ensaio de expansão em andamento nas prensas de consolidação



Figura 3.11 - Célula de expansão posicionada na prensa



3.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia foi realizada utilizando o microscópio eletrônico quanta-250 da FEI do Complexo de Centrais de Apoio à Pesquisa – COMCAP da UEM. Foram compactados corpos de provas com as misturas de solo; solo-cimento; solo-etringita; solo-cimento-etringita. As misturas com a presença de cimento foram deixadas por sete dias em câmara úmida para o processo de cura do cimento. Após isso, todas os corpos de provas foram secos em estufa por 24 h e fracionados em pequenas lascas, conforme apresentado na Figura 3.12, e em seguida foram levadas ao COMCAP, onde foram preparados e metalizados e posteriormente submetidas ao microscópio eletrônico de varredura para a obtenção das micrografias. A Figura 3.13 apresenta as amostras metalizadas e posicionadas nos porta amostras (*stubs*) utilizados para posicionamento no interior do microscópio. As imagens coletadas durante a realização do ensaio foram salvas e passaram por um processo de tratamento pelos técnicos do laboratório para melhorar a qualidade.

Figura 3.12 - Lascas dos corpos de prova após secagem



Figura 3.13 - Lascas de solo metalizadas e posicionadas no porta amostra



As micrografias foram utilizadas para verificar qualitativamente a formação dos cristais de etringita quando hidratada. Com o auxílio dessa ferramenta também é possível visualizar a microestrutura do solo, observando a modificação na porosidade, nas relações entre os grãos, o desenvolvimento e orientações das fissuras, dentre outras informações.

3.2.10 Resumo dos ensaios

Na Tabela 3.2 estão apresentados a lista dos ensaios realizados para cada material e para as misturas utilizadas nessa pesquisa.

Tabela 3.2 - Resumo dos ensaios realizados

	Solo	Etringita	Cimento	Misturas
Produção		X		
Análise granulométrica	X	X	X	
Massa específica dos sólidos	X	X	X	
Limites de Atterberg	X			X
Teor de umidade	X	X		X
Análise granulométrica a laser	X	X	X	
Atividade pozolânica		X		
Azul de metileno	X	X		
Teor de sulfato	X			
Compactação	X			X
Expansão	X			X
MEV	X			X

Não foram realizados todos os tipos de ensaios para todos os materiais para economizar tempo e custos da realização dos ensaios, além de não haver a necessidade de realizar alguns ensaios em alguns materiais por já ser uma informação conhecida ou por não se fazer necessário para a análise de resultados.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 PRODUÇÃO DE ETRINGITA

O controle da concentração de sulfatos durante o processo de produção da etringita está apresentado na Tabela 4.1. As amostras de efluentes foram analisadas no período de 27/06/2021 a 11/04/2022 e indicaram um valor médio de pH inicial de 7,64 com coeficiente de variação de 10,37% entre as amostras analisadas. Todas as amostras se apresentaram com características alcalinas (básicas) com exceção da amostra D que se apresentou ligeiramente abaixo do pH neutro. A concentração inicial de sulfatos se apresentou em média igual a 26,72 g/L e com coeficiente de variação de 15,47% entre as diferentes amostras utilizadas. Em relação a redução de sulfatos, observou-se que a concentração final foi em média igual a 0,92%, quando comparado com a concentração inicial, e com um coeficiente de variação de 29,39%, representando o maior coeficiente de variação dos parâmetros apresentados. Isso pode estar associado às características iniciais do efluente real pré-tratado que foi submetido à precipitação na forma de etringita. Porém, todas as amostras apresentaram uma redução de mais de 90% da concentração inicial de sulfatos. Esse resultado indica que o método de tratamento do efluente industrial é eficiente e resulta na redução significativa da concentração de sulfatos do efluente, atingindo os valores recomendados pela norma quanto a concentração no esgoto sanitário.

Tabela 4.1 - Valores de pH e concentrações de sulfato na produção de etringita

Data	Amostra	pH	SO ₄ ²⁻ inicial (g/L)	SO ₄ ²⁻ final (g/L)
27/09/2021	A	7,52	28,0	0,73
04/10/2021	B	8,00	30,0	0,65
21/03/2022	C	8,42	19,6	1,23
05/04/2022	D	6,34	27,0	1,19
11/04/2022	E	7,90	29,0	0,80
	Média	7,64	26,7	0,92
	DP	0,79	4,1	0,27
	CV (%)	10,37	15,5	29,39

em que: DP: desvio padrão;
CV: coeficiente de variação.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

4.2.1 Massa específica dos grãos e distribuição granulométrica

O solo estudado apresentou uma massa específica dos sólidos igual a $2,63 \text{ g/cm}^3$, indicando uma massa específica muito próxima a do quartzo ($2,65 \text{ g/cm}^3$). Esse valor indica a possibilidade de predominância de areia na fração granulométrica do material. Ferreira *et al.* (2018) e Ladeira e Sandoli (2019) obtiveram valores de $2,69 \text{ g/cm}^3$ e $2,78 \text{ g/cm}^3$, respectivamente. A diferença de resultados pode estar associada ao local de coleta da amostra, principalmente considerando a existência de duas camadas de solo, sendo o solo residual jovem e o solo residual evoluído.

A Figura 4.1 apresenta a curva granulométrica para o solo natural, onde é possível quantificar as diferentes frações granulométricas. A Tabela 4.2 apresenta o quantitativo das frações desse trabalho e de outros autores. Observa-se que para todos os trabalhos o solo foi classificado como uma areia argilo-siltosa, sendo que a maior fração de areia foi quantificada por Lukiantchuki *et al.* (2019) e a maior fração de argila quantificada por Ladeira e Sandoli (2019). De maneira geral, a análise comparativa foi satisfatória pois considera-se que podem existir divergências para diferentes pontos de coleta, além da interferência dos procedimentos executivos do ensaio.

Figura 4.1 - Curva granulometrica do solo

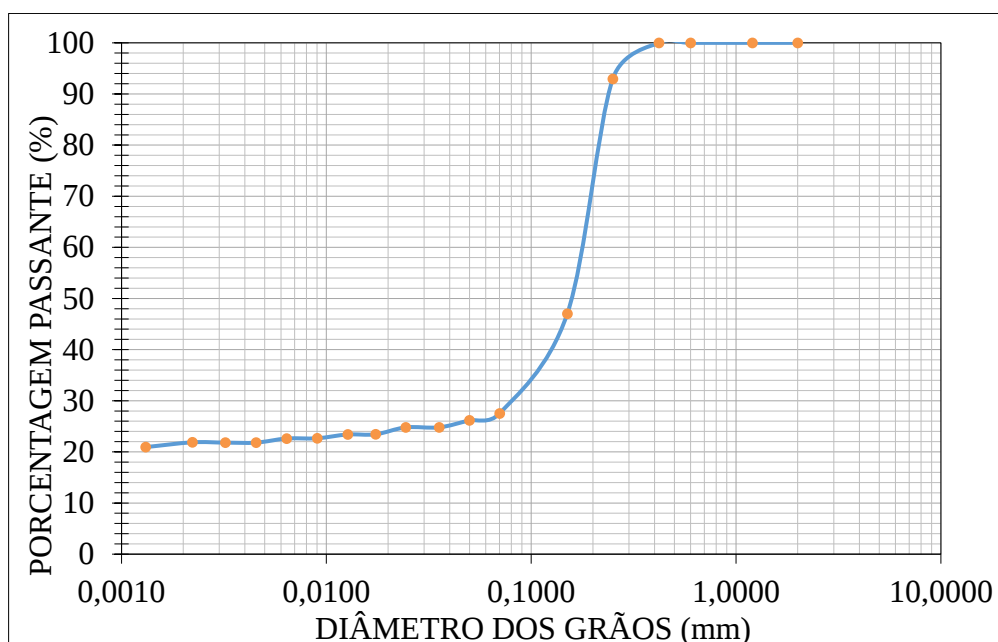
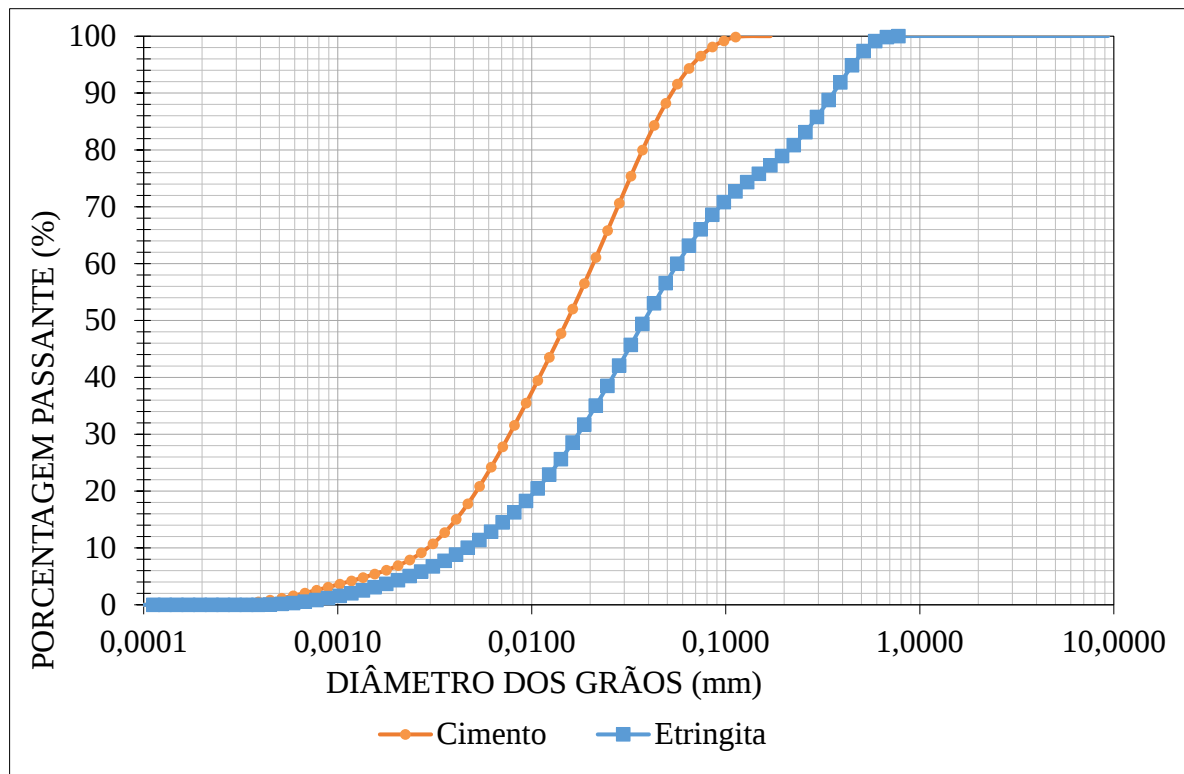


Tabela 4.2 - Resultado da análise granulométrica e comparação com outros trabalhos

Frações	Presente pesquisa	Ferreira <i>et al.</i> (2018)	Ladeira e Sandoli (2019)	Lukiantchuki <i>et al.</i> (2019)
Argila (%)	22,0	22,3	26,0	17,5
Silte (%)	5,0	4,7	7,0	6,0
Areia (%)	73,0	73,0	67,0	76,5

As curvas granulométricas para o cimento Portland e para a etringita são apresentadas na Figura 4.2. Não foram realizados ensaios para as misturas, pois os métodos corriqueiros utilizados na engenharia geotécnica não permitem a realização de ensaios para partículas muito finas.

Figura 4.2 - Curva granulométrica a laser do cimento e da etringita



A classificação granulométrica do cimento e da etringita foi realizada com base na classificação proposta por Udden-Wentworth e apresentada por Christofolletti e Moreno (2017). A distribuição granulométrica da etringita indicou a predominância de partículas entre 10-100 μm (53%), denominada de silto fino a arenito muito fino. Para o cimento Portland também foi observado a predominância de partículas entre 10-100 μm (61%). Comparativamente, observa-se que o cimento Portland possui uma porcentagem superior de partículas na faixa de 1-10 μm quando comparado com a etringita, enquanto a etringita possui porcentagem superior

de partículas na faixa de 100-1000 μm quando comparada com o cimento. Esses valores indicam que ambos os materiais apresentam partículas com tamanho muito inferiores às apresentadas pelo solo, servindo assim como material de preenchimento dos poros do solo, e consequentemente, podendo aumentar a resistência da mistura.

4.2.2 Limites de Atterberg

Os limites de liquidez (LL) e de plasticidade (LP), bem como o índice de plasticidade (IP) de cada um dos materiais estão apresentados na Tabela 4.3, onde é possível observar que a adição de etringita reduz os valores de LL do solo natural e aumenta os valores de LP em comparação ao valor do solo natural. Adicionalmente, a adição de cimento Portland também reduz o LL e ocasiona uma redução no LP. Tanto a adição de cimento como etringita provocaram a diminuição do IP em 33% do valor do solo puro.

Tabela 4.3 - Limites de Atterberg

Misturas	LL (%)	LP (%)	IP
S₀	25	13	12
SE₅	22	14	8
SE₆	23	15	8
SC₅	20	12	8
SC₆	20	12	8
SC₅E₅	21	13	8
SC₆E₆	21	13	8

4.2.3 Atividade pozolânica

O resultado do ensaio de atividade pozolânica, realizado para a etringita, é apresentado por meio da quantidade de hidróxido de cálcio consumido por grama de material. De acordo com a NBR 15895 (ABNT, 2010), para que o material apresente atividade pozolânica o valor deve ser igual ou superior a 750 mg CaOH_2/g . A caracterização da etringita realizada nesse trabalho indicou um valor de 174 mg CaOH_2/g , sendo classificada como um material que não possui atividade pozolânica. Ladeira (2021) destaca que os materiais pozolânicos são aqueles que possuem em sua composição SiO_2 e Al_2O_3 . A autora ainda aponta que uma possível explicação para a etringita não apresentar atividade pozolânica é que o mineral pode não conter

o óxido de silício em sua composição química, ou apresentar em pequena quantidade. No caso do cimento, a composição de sílica varia de 14,4 a 23,2% (FRANCO JUNIOR, 1999).

4.2.4 Adsorção de azul de metileno

O ensaio de adsorção azul de metileno foi realizado apenas com o solo natural e a etringita em laboratório. No caso da etringita, conforme esperado, não houve consumo do corante. A Figura 3.6 indica que na primeira tentativa, ou seja, utilizando 1 mL do corante já ocorreu a formação da auréola. Esse resultado aponta para a inexistência de argilominerais na composição da etringita, o que pode ser confirmado por meio dos difratogramas apresentados na Figura 2.10.

Para o solo natural o consumo de solução foi relativamente baixo, porém permitiu a determinação dos parâmetros apresentados no item 3.2.5. A capacidade de troca catiônica (CTC) foi de 11,65 milimol_c.dm⁻³, indicando que o solo apresenta predominantemente comportamento apresentado pela caulinita e /ou haloisita, illita e clorita, ratificando o difratogramas apresentado na Figura 2.11.

4.2.5 Teor de sulfato

A análise realizada pelo Laboratório de Análise de Solo do Departamento de Agronomia apresentou uma concentração de 45,67 mg/dm³ de S-SO₄ presente no solo, considerando a massa específica de 2,63 g/cm³, conforme exposto em 4.2.1, representa um valor de 17,36 ppm. Valor bem inferior em comparação aos encontrados nos estudos onde a adição da etringita apresentou valores de expansão maiores (Tabela 2.5), que variavam de 1.000 ppm até 44.000 ppm.

4.2.6 Compactação

As curvas de compactação para os materiais estudados (Tabela 3.1) são apresentadas nas Figura 4.3 a Figura 4.6. Adicionalmente, a interpretação das curvas possibilitou a definição dos parâmetros de compactação dos materiais (Tabela 4.4).

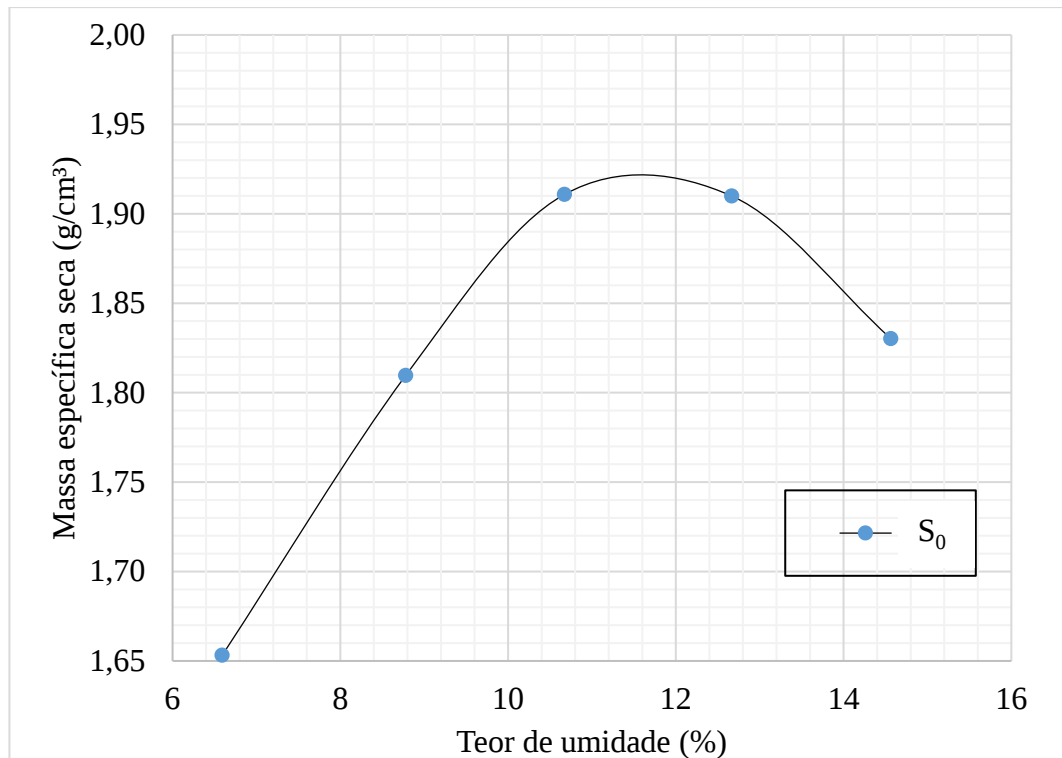
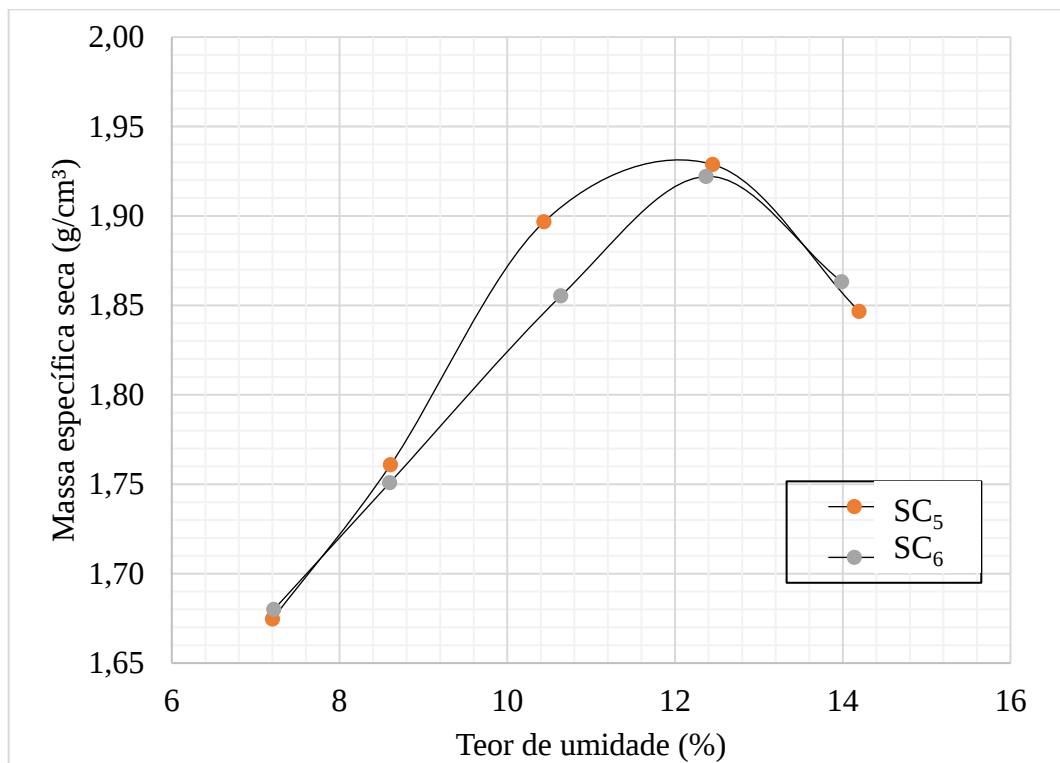
Figura 4.3 - Curva de compactação do solo (S_0)**Figura 4.4 - Curvas de compactação das misturas com cimento (SC_5 e SC_6)**

Figura 4.5 - Curvas de compactação das misturas com etringita (SE₅ e SE₆)

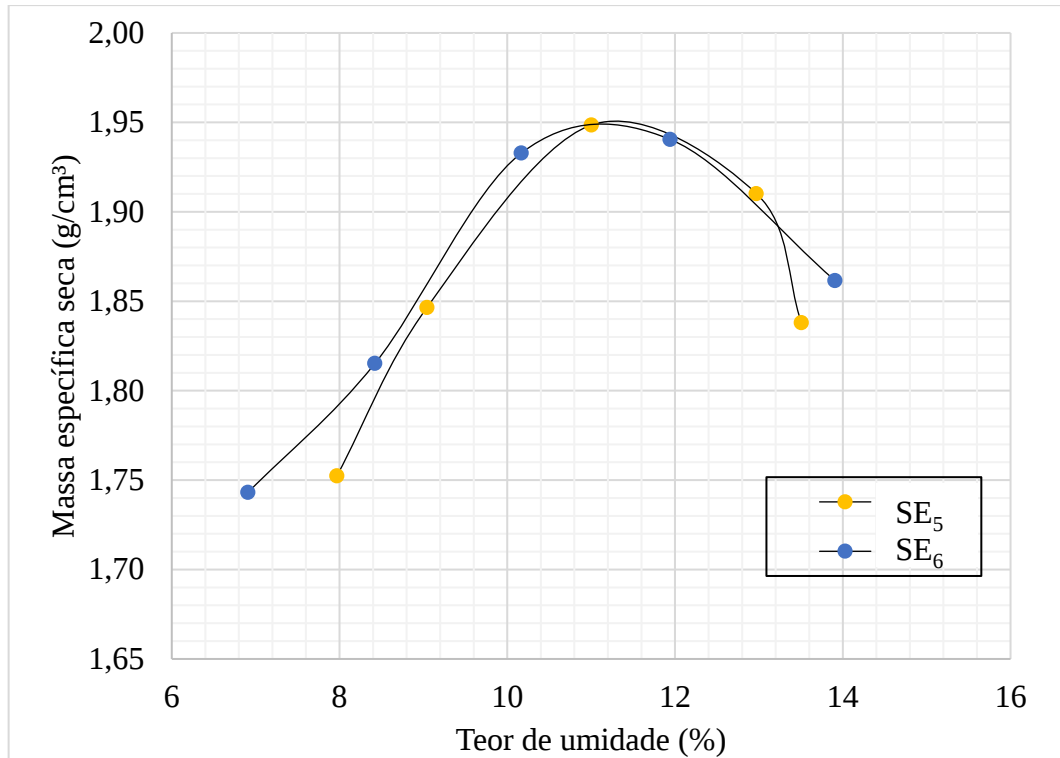


Figura 4.6 - Curvas de compactação das misturas com cimento e etringita (SC₅E₅ e SC₆E₆)

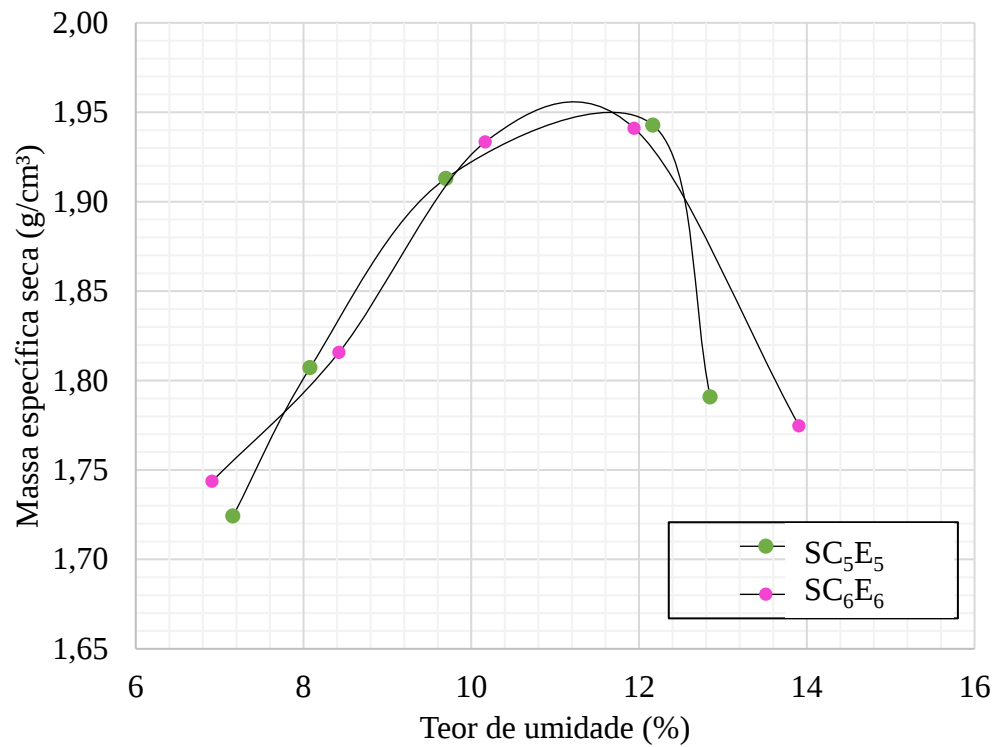


Tabela 4.4 – Resultados dos ensaios de compactação

Mistura	γ_d máx. (gf/cm³)	$W_{ót}$ (%)
S₀	1,920	11,6
SC₅	1,930	12,1
SC₆	1,920	12,4
SE₅	1,951	11,3
SE₆	1,950	11,1
SC₅E₅	1,945	11,7
SC₆E₆	1,950	11,1

Os resultados indicaram um pequeno acréscimo da massa específica seca máxima por meio da adição da etringita e do cimento, sendo que a adição de etringita resultou em um aumento mais pronunciado. Em relação ao teor de umidade ótimo, os resultados indicaram que a adição de cimento não apresenta influencia significativa, conforme esperado por Lukiantchuki (2020). A adição de etringita também não apresentou alterações nos valores da umidade ótima de compactação do solo.

4.3 EXPANSÃO

4.3.1 Compactação dos corpos de provas

Após a compactação e moldagem dos corpos de prova e antes de iniciar o ensaio de expansão foram determinados os índices físicos das amostras a partir da determinação do teor de umidade e cálculo da massa específica seca e do grau de compactação (Tabela 4.5). As amostras ensaiadas apresentaram um grau de compactação médio de 100,03%, com um desvio padrão de 1,66% e um coeficiente de variação de 1,66%.

Além disso, as misturas sem a presença de etringita apresentaram tendência do teor de umidade abaixo do teor de umidade ótimo (ramo seco), conforme apresentado na Tabela 4.4, enquanto as amostras com etringita apresentam tendência do teor de umidade acima do teor de umidade ótimo (ramo úmido). Esse comportamento pode estar associado a afinidade de absorção de água pela etringita, inclusive durante o processo de moldagem e preparo dos corpos de prova. Vale ressaltar que a Curva 3 da mistura SE₆ apresentou o menor grau de compactação e a Curva 3 da mistura SC₅E₅ apresentou o maior grau de compactação dos ensaios realizados.

Tabela 4.5 - Propriedades físicas dos corpos de provas

Mistura	Carga	Curva	W (%)	γ_d	GC (%)	ΔW (%)
S₀	1 kPa	Curva 1	11,50	1,948	101	-0,10
		Curva 2	11,37	1,943	101	-0,23
SE₅	1 kPa	Curva 1	11,95	1,926	99	0,65
		Curva 2	12,06	1,959	100	0,76
		Curva 3	11,69	1,960	100	0,39
		Curva 4	11,78	1,969	101	0,48
		Curva 5	11,94	1,953	100	0,64
	20 kPa	Curva 6	11,59	1,939	99	0,29
	50 kPa	Curva 7	11,58	1,915	98	0,28
SE₆	1 kPa	Curva 1	12,09	1,973	101	0,99
		Curva 2	12,00	1,960	101	0,90
		Curva 3	12,06	1,881	96	0,96
	20 kPa	Curva 4	12,23	1,945	100	1,13
	50 kPa	Curva 5	12,31	1,915	100	1,21
SC₅	1 kPa	Curva 1	11,10	1,924	100	-1,00
SC₅E₅	1 kPa	Curva 1	11,79	1,925	99	0,09
		Curva 2	11,47	1,962	101	-0,23
	20 kPa	Curva 3	11,78	2,035	105	0,08
	1 kPa	Curva 4	11,51	1,905	98	-0,19
SC₆E₆	1 kPa	Curva 1	11,55	1,918	98	0,45
		Curva 2	11,37	1,950	100	0,27
	20 kPa	Curva 3	11,31	1,995	102	0,21
	1 kPa	Curva 4	11,45	1,940	99	0,35

4.3.2 Ensaio de expansão

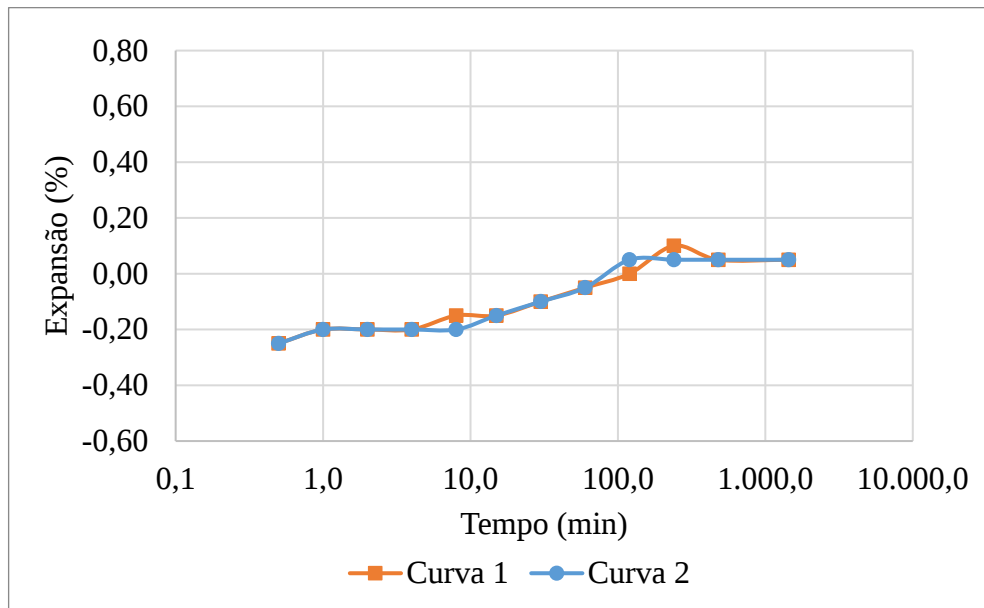
Com a realização dos ensaios de expansão para cada mistura foram tomados os valores de medida direto dos relógios comparadores, apresentados no Apêndice B. Em seguida esses valores foram corrigidos subtraindo pela curva de aferição das prensas (Apêndice A) e por fim divididos pela altura do anel amostrador (20 mm), obtendo assim o valor de deformação de cada mistura em cada intervalo de tempo.

O primeiro ensaio de expansão foi realizado para a mistura que utiliza apenas o solo, que apresentou uma leve retração no início do ensaio e ao fim das 24 horas praticamente não apresentou uma expansão significativa. Como com a carga de 1 kPa já não apresentou expansão, não foram realizados os ensaios com cargas superiores. Esse resultado já era esperado devido a classificação do solo como uma areia e sem a presença de argilominerais expansivos. Os valores

medidos, corrigidos e de deformação para a menor carga estão apresentados na Tabela B.1 e as curvas de expansão na Figura 4.7.

O comportamento expansivo do solo pode ser ratificado pelas propostas de Chen (1965), Seed *et al.* (1962) e Dakshinamurthy & Raman (1973) apresentadas na Tabela 2.3. Os ensaios de caracterização indicaram limite de liquidez igual a 25 e índice de plasticidade igual a 12, o que classifica o solo com grau de expansão baixo – médio.

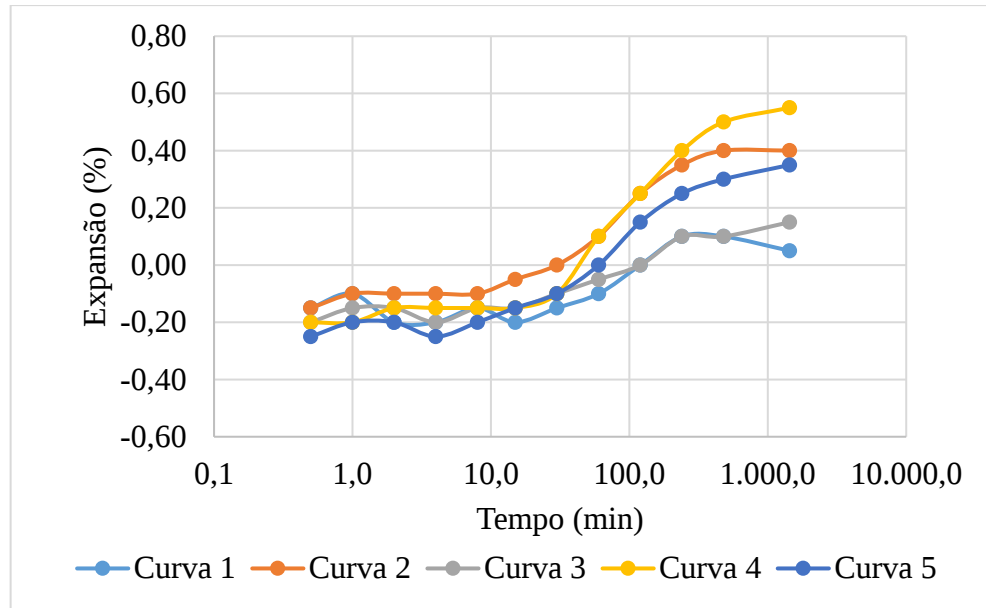
Figura 4.7 - Curvas de expansão da mistura S₀ com carga de 1 kPa



Na mistura com solo e 5% de etringita (SE₅), após a realização das curvas iniciais com a carga de 1 kPa foi visto a necessidade de realizar ensaios complementares devido a discrepância de valores entre as duas curvas. Com isso, foram realizados 5 ensaios para a menor carga (curva 1 a curva 5), e realizado um ensaio com a carga de 20 kPa e um ensaio com a carga de 50 kPa (Tabela B.2 a Tabela B.4).

A Figura 4.8 apresenta as curvas de expansão para a mistura SE₅ com carga de 1 kPa, onde observa-se que apesar da discrepância, nos valores de expansão máximo, todas as curvas apresentaram um comportamento similar, com uma demora inicial para expandir, seguido por um período de expansão e uma tendência de estabilização próximo ao fim do ensaio. Os dados indicam que a adição de etringita ao solo contribui para a expansão do mesmo quando inundado. Os resultados indicam um aumento de 3 a 11 vezes no valor de expansão do solo puro. No entanto, ainda assim os valores máximos de expansão estão dentro do valor máximo de 0,5% estipulado para a utilização como base e sub-base de pavimentação (BERNUCCI *et al.*, 2006).

Figura 4.8 - Curvas de expansão da mistura SE₅ com carga de 1 kPa



Nas Figura 4.9 e Figura 4.10 são apresentadas as curvas de expansão para a mistura SE₅ com carga de 20 kPa e 50 kPa, respectivamente. Os resultados indicam que não ocorreu expansão do material, sendo que as amostras apresentaram adensamento. No caso da carga de 20 kPa o valor inicial foi muito próximo ao valor de 24h de ensaio. Para a carga de 50 kPa o valor final se apresentou cerca de 2,5 vezes superior ao valor inicial, sendo um aumento linear. Comparativamente, o valor registrado após 24h de ensaio foi o mesmo para ambas as cargas. Porém a amostra submetida a 20 kPa apresentou um valor superior logo no início do ensaio. De maneira geral, observa-se que não foram registradas diferenças significativas entre a carga de 20 e 50 kPa.

Figura 4.9 - Curva de expansão da mistura SE₅ com carga de 20 kPa

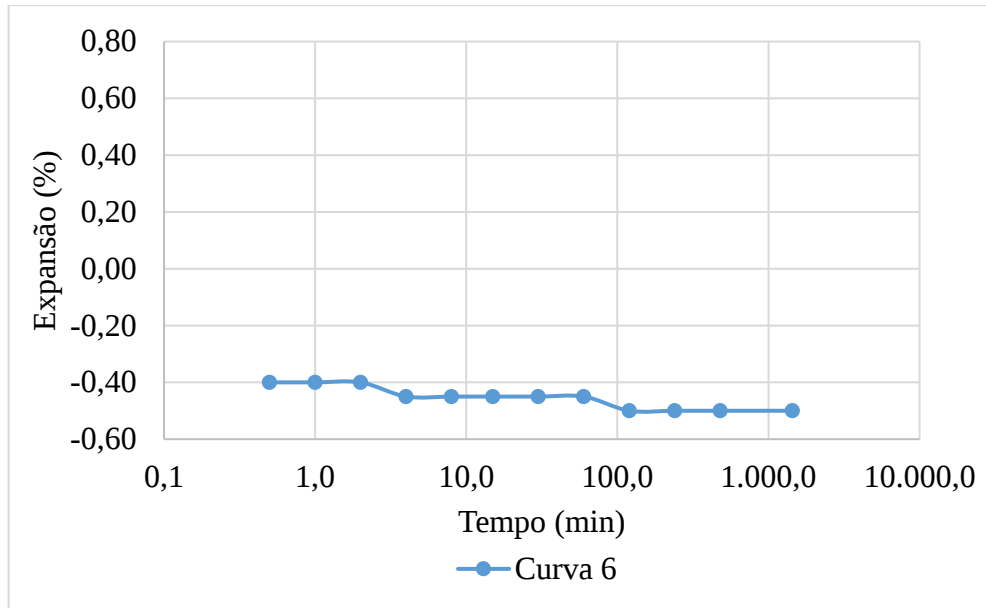
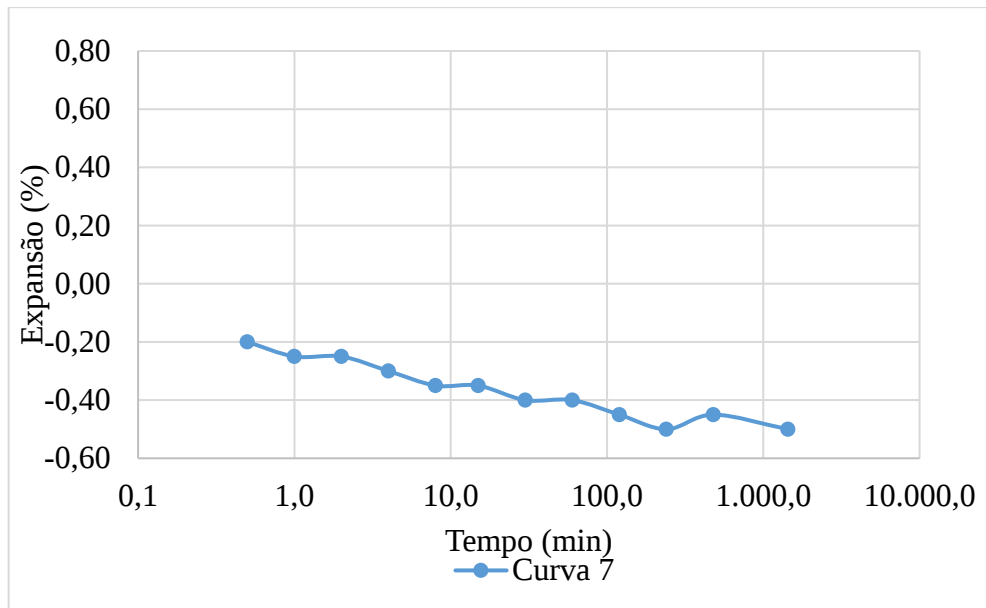


Figura 4.10 - Curva de expansão da mistura SE₅ com carga de 50 kPa

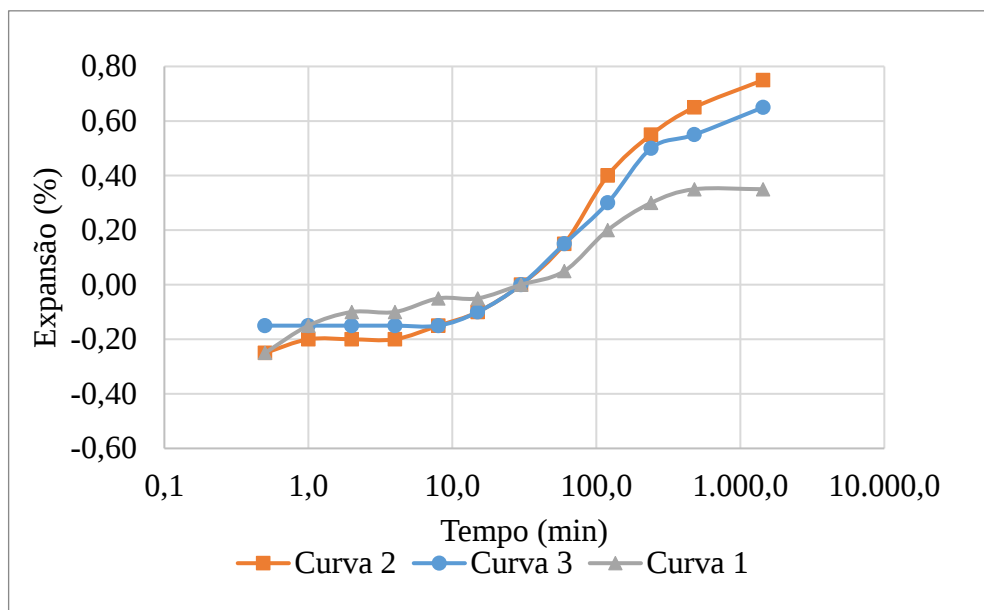


Na mistura com solo e 6% de etringita (SE₆) foram realizados três ensaios para a carga de 1 kPa, um ensaio para a carga de 20 kPa e um ensaio para a carga de 50 kPa. As Tabela B.5 a Tabela B.7 apresentam os resultados para a amostra SE₆.

Para a carga de 1 kPa, a mistura apresentou um comportamento similar ao da mistura com 5% de etringita com uma demora inicial para expandir e depois uma tendência de estabilização no final (Figura 4.11). O valor máximo de expansão registrado foi de 0,75%, ou seja, 36% a mais do que registrado para a amostra com 5% de etringita. Dessa forma, constata-

se que o aumento do teor de etringita proporciona um aumento do valor de expansão do solo. Adicionalmente, observou-se que comparando a mistura SE₆ com S₀ o aumento de expansão foi de 7 a 15 vezes o valor registrado para o solo puro. O aumento de expansão com a adição da etringita pode estar associado ao seu processo de hidratação e a formação de cristais dentro da matriz de solo. Apesar desse aumento, segundo Bernucci *et al.* (2006), esse material ainda pode ser utilizado como reforço do subleito de pavimentação, uma vez que apresenta uma expansão inferior ao valor recomendado, que seria baixo de 1,00%.

Figura 4.11 - Curvas de expansão da mistura SE₆ com carga de 1 kPa



Nas Figura 4.12 e Figura 4.13 são apresentadas as curvas de expansão para a mistura SE₆ com carga de 20 kPa e 50 kPa. Os resultados indicam que não ocorreu expansão do material, sendo que as amostras apresentaram adensamento. A relação entre a deformação vertical final e inicial foi de 2 vezes, para a carga de 20 kPa, e 3 vezes para a carga de 50 kPa. Os valores de deformação vertical inicial e final foram inferiores aos valores apresentados pelas misturas SE₅.

Figura 4.12 - Curvas de expansão da mistura SE₆ com carga de 20 kPa

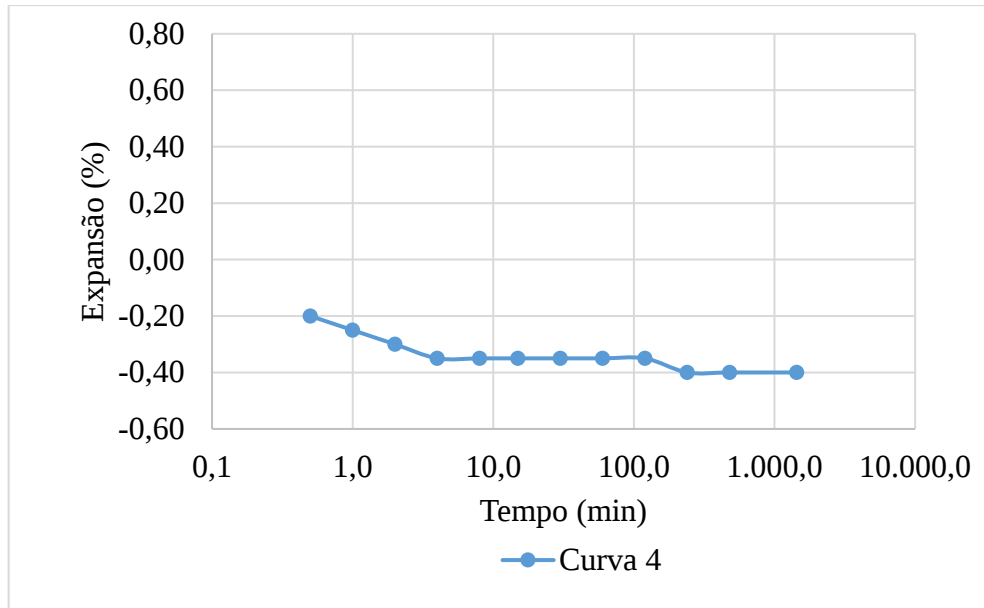
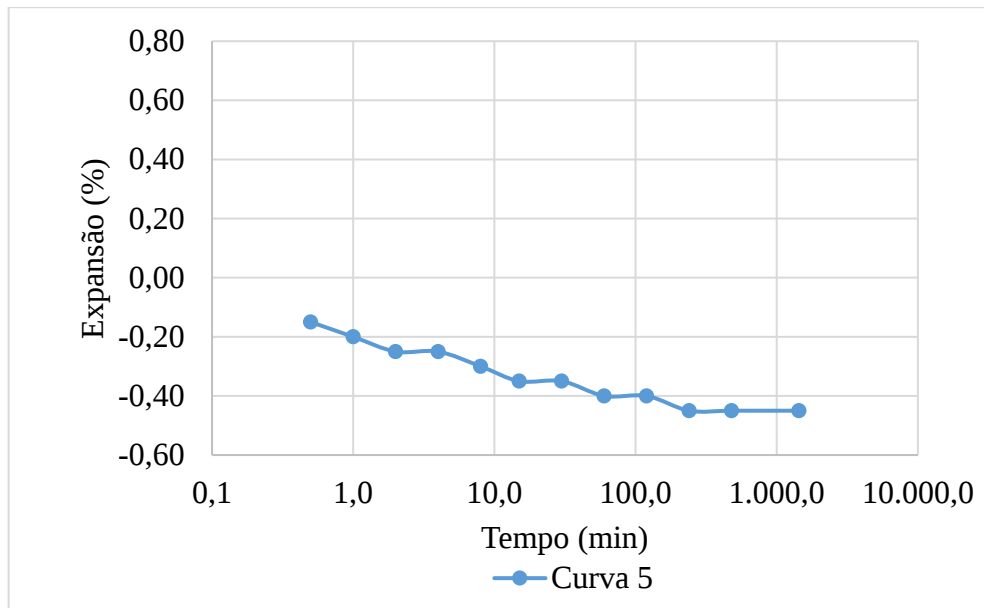


Figura 4.13 - Curvas de expansão da mistura SE₆ com carga de 50 kPa

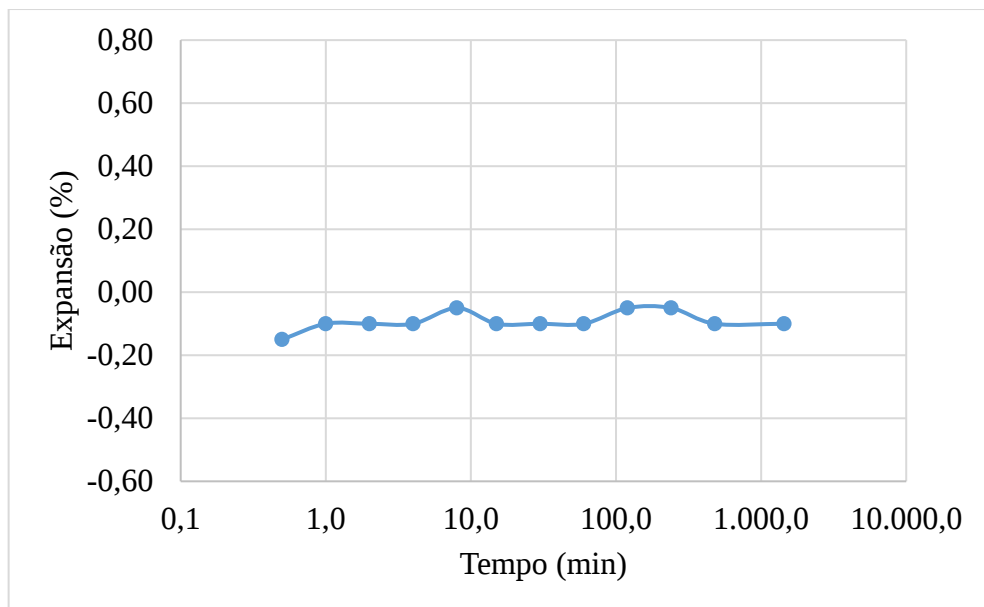


Para a mistura de solo com 5% de cimento (SC₅) realizou-se um único ensaio com o objetivo de confirmar que não há ocorrência de expansão do material, conforme apresentado na Tabela B.8 e na curva de expansão da Figura 4.14. O ensaio não foi realizado com carga superior a 1 kPa pois considerando que para esta situação não ocorreu expansão para as cargas superiores também não irá ocorrer.

Os resultados apresentados são coerentes com os materiais utilizados, isto porque o solo não se apresenta expansivo, além do seu teor de sulfatos indicar que o mesmo não possui

potencial para formação de etringita associada a presença de sulfatos. Adicionalmente, o uso do cimento possibilita a estabilização química do solo, tornando a mistura mais resistente e com baixo potencial de expansão. Comparando as Figura 4.7 e Figura 4.14, observa-se que a adição de cimento reduz o potencial de expansão do solo, comportamento retratado na literatura como um dos benefícios do uso do cimento Portland. A curva apresentada na Figura 4.14, apresentou um comportamento mais linear e estável do que a o solo puro, apresentando uma curva de expansão praticamente horizontal e tendendo levemente para a contração do material, uma vez que a deformação final foi de -0,10%.

Figura 4.14 - Curvas de expansão da mistura SC₅ com carga de 1 kPa

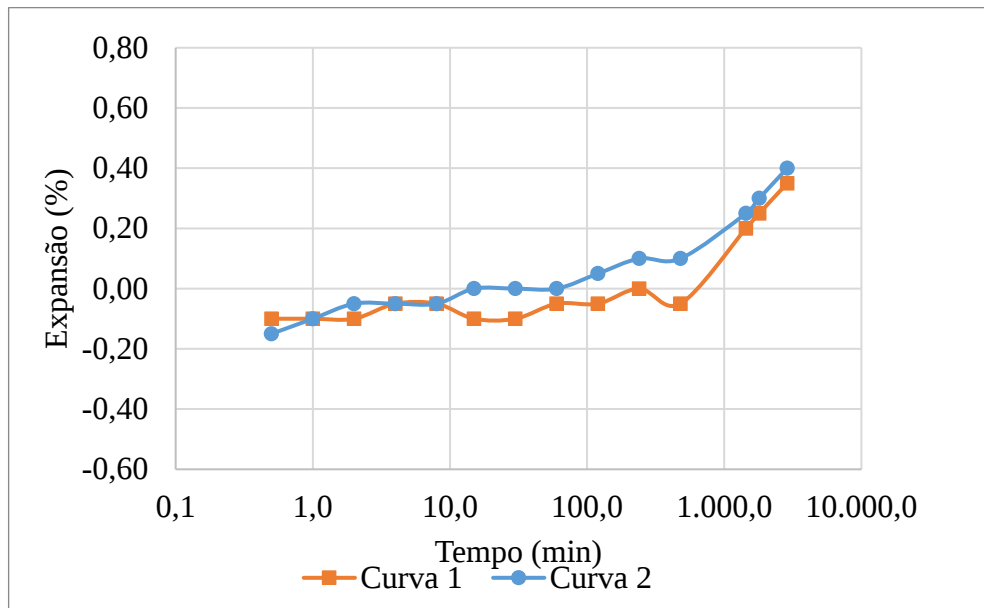


Na mistura solo-etringita-cimento com 5% de etringita e 5% de cimento (SC₅E₅) foram realizados dois ensaios de expansão utilizando carga de 1 kPa e apenas um com carga de 20 kPa, devido à dificuldade da cravação dos anéis amostradores e moldagem dos corpos de provas. Os valores medidos, corrigidos e de deformação estão apresentados na Tabela B.10. E as curvas de expansão com a carga de 1 kPa na Figura 4.15.

Os ensaios foram conduzidos até 48h devido a tendência de não estabilização das curvas. O valor máximo de expansão registrado foi de 0,40%, ou seja, similar aos valores máximos registrados para a amostra de solo com 5% de etringita. Adicionalmente, observou-se que comparando a mistura SC₅E₅ com S₀ o aumento de expansão foi de 7 a 8 vezes o valor registrado para o solo puro. Comparativamente, os resultados indicam que a adição de etringita proporciona o aumento dos valores de expansão.

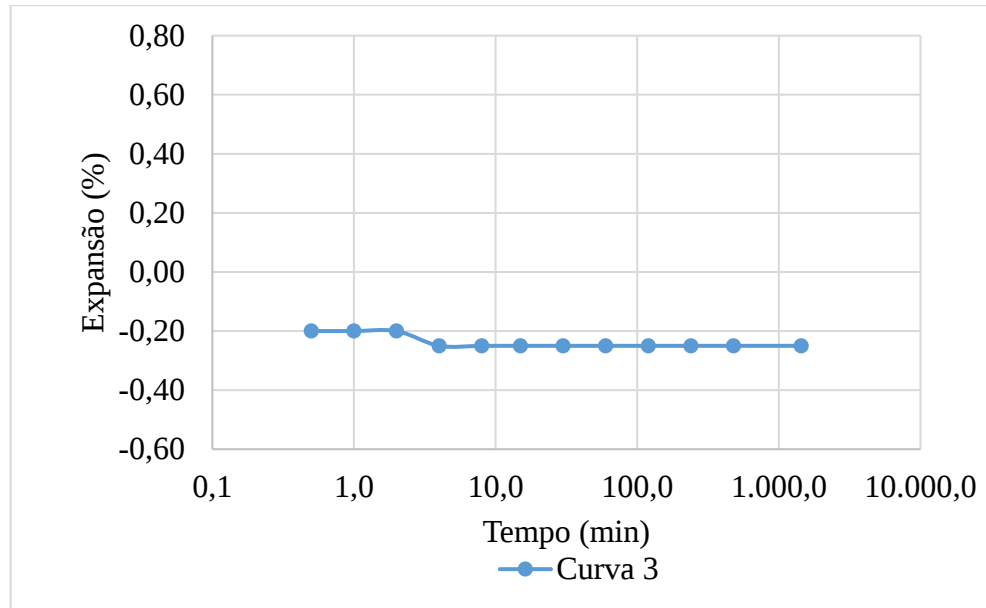
Além disso, a curva também apresentou um comportamento diferente das demais, sendo que o início das leituras (até 8 horas) indicou uma semelhança ao comportamento registrado para a mistura de solo e cimento. Após esse período a mistura começou a apresentar expansão. Essa diferença pode estar associada ao fato de que no início do ensaio o cimento utilizou a água para o seu processo de hidratação e consequentemente a etringita não apresentou hidratação suficiente para a sua expansão.

Figura 4.15 - Curvas de expansão da mistura SC₅E₅ com carga de 1 kPa



A curva de expansão para a carga de 20 kPa da mistura SC₅E₅ é apresentada na Figura 4.16 e novamente, com a carga de 20 kPa o corpo de prova já apresentou um adensamento, ou seja, a tensão de expansão deve ser menor que essa carga. A curva apresentou comportamento horizontal com deformação vertical inicial e final da ordem de 0,20 – 0,25%. Esse valor é inferior aos valores observados nas misturas apenas com etringita.

Figura 4.16 - Curvas de expansão da mistura SC₅E₅ com carga de 20 kPa

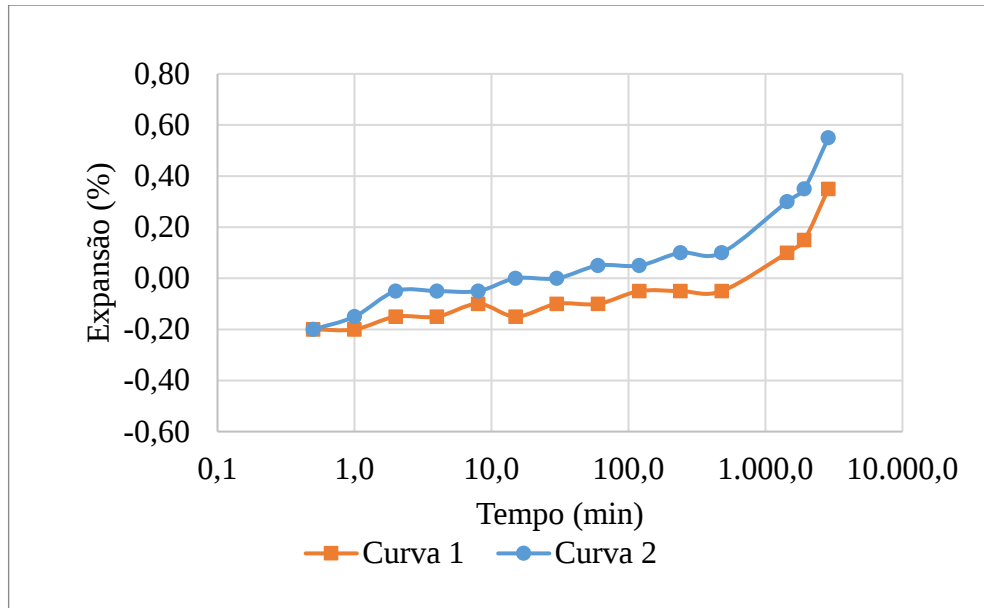


A mistura com solo-cimento-etringita com 6% de etringita e 6% de cimento também apresentou uma dificuldade na moldagem e cravação dos anéis, e com isso, foram realizados apenas dois ensaios para a carga de 1 kPa e apenas uma para a carga de 20 kPa. Os valores medidos, corrigidos e de deformação estão apresentados na Tabela B.9, enquanto as curvas de expansão com a carga de 1 kPa estão apresentadas na Figura 4.17.

Essa mistura apresentou um comportamento bastante similar ao da mistura SC₅E₅, com uma retração inicial e o começo da expansão se dar apenas após as 8 horas de inundação, além da ausência de uma tendência de estabilização após 48 horas de ensaio. O pequeno acréscimo da retração no início do ensaio, em relação a outra mistura com cimento e etringita, pode se dar pela maior quantidade de cimento presente nessa mistura.

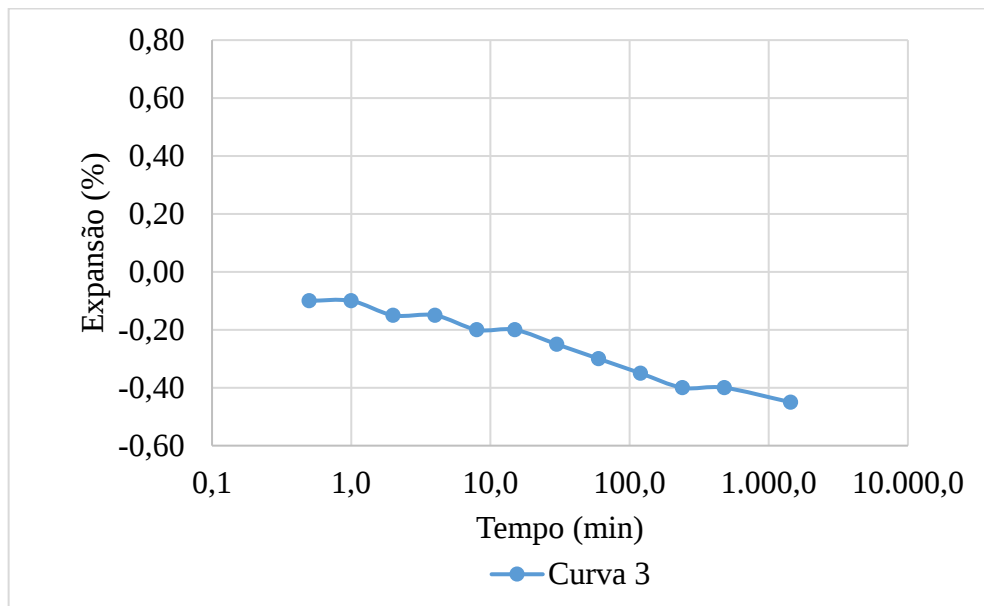
O valor máximo de expansão registrado foi de 0,55%, ou seja, inferior ao valor máximo registrado para a amostra de solo com 6% de etringita. Adicionalmente, observou-se que comparando a mistura SC₆E₆ com S₀ o aumento de expansão foi de 7 a 11 vezes o valor registrado para o solo puro.

Figura 4.17 - Curvas de expansão da mistura SC₆E₆ com carga de 1 kPa



Na Figura 4.18 é apresentado o resultado do ensaio de expansão da mistura SC₆E₆ com uma carga de 20 kPa. O comportamento é similar aos ensaios de expansão das misturas de solo e etringita com um carregamento de 50 kPa, onde há um pequeno adensamento inicial e em seguida um comportamento linear com o passar do tempo, apresentando também um valor de adensamento final próximo aos das misturas SE₅ e SE₆ com 0,45%.

Figura 4.18 - Curvas de expansão da mistura SC₆E₆ com carga de 20 kPa



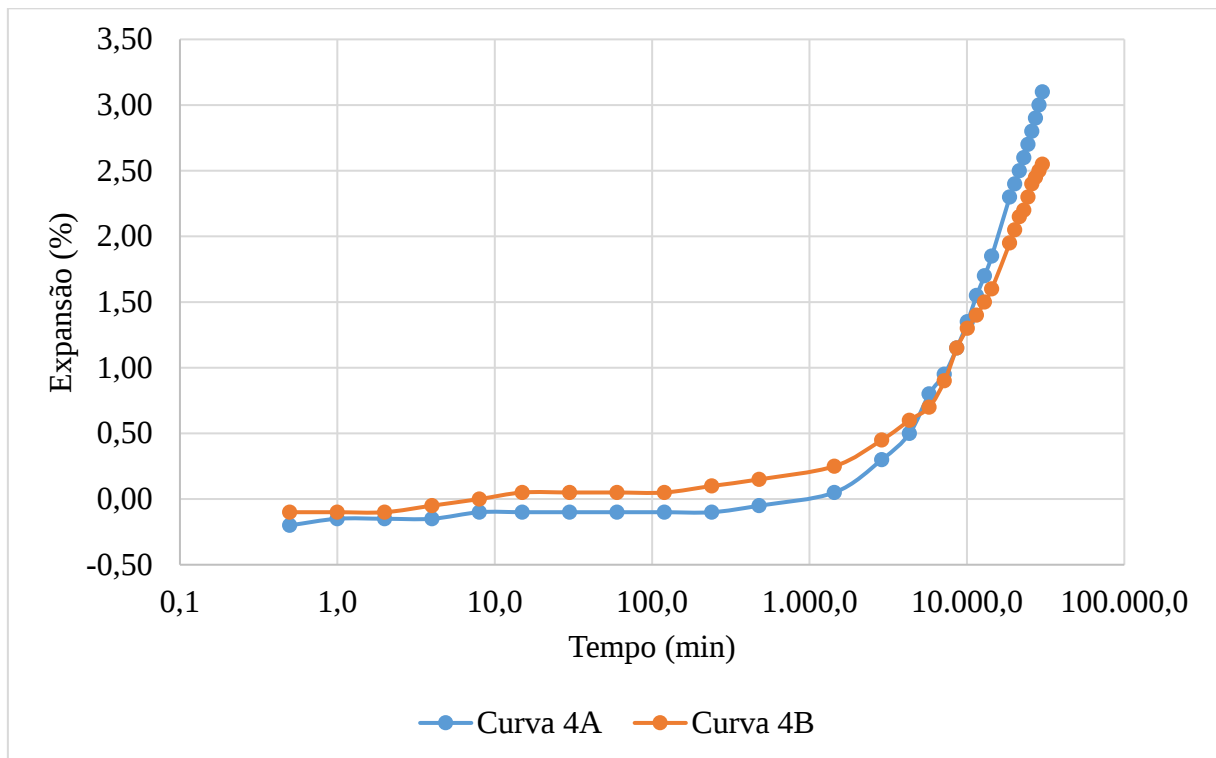
O valor de teor de sulfatos no solo estudado de 17,36 ppm, apresentado em 4.2.5, pode estar relacionado ao pequeno valor de expansão nos ensaios com a adição apenas de etringita, uma vez que não há a presença dos íons necessários para a formação de mais etringita no momento de inundação do corpo de prova, e, conseqüentemente, a expansão da mistura. Dito isso, a expansão encontrada nas misturas SE₅ e SE₆ podem estar ligadas à variação de volume da etringita quando hidratada.

Os resultados experimentais dos ensaios de expansão, com carga de 1 kPa, apresentados para as misturas SC₅E₅ e SC₆E₆ (Figura 4.15 e Figura 4.17) indicaram que os valores de deformação vertical não se estabilizaram mesmo após 48 h. Assim, buscando delinear melhor o comportamento desses materiais, foram realizados ensaios de expansão complementares. Os ensaios foram conduzidos com carga de 1 kPa até 21 dias, onde não foi observada tendência de estabilização do processo de expansão. O ensaio foi interrompido considerando a necessidade de finalizar a etapa experimental desta pesquisa. Os valores medidos, corrigidos e de deformação das misturas estão apresentados na Tabela B.11 e a curva de expansão na Figura 4.19, onde é possível observar a tendência de continuar expandindo.

Os valores de expansão registrados foram de 3,10% e 2,55% para as misturas SC₅E₅ e SC₆E₆, respectivamente. Esses valores indicam um aumento de 50 a 60 vezes na expansão do solo puro (S₀). Adicionalmente, segundo os limites apresentados por Bernucci *et al.* (2006) essas misturas não são indicadas para serem utilizadas em obras de pavimentação. O comportamento inicial das curvas se apresentou próximo aos das mesmas misturas apresentadas anteriormente, com sutil diferença nos valores das primeiras 24 horas, isso pode se dar pelas variabilidades do procedimento experimental tais como condições climáticas como temperatura e umidade do ambiente, além do sistema analógico de leitura das deformações verticais.

O comportamento observado após 21 dias de leitura, onde as curvas experimentais não apresentaram uma tendência de estabilização, pode se dar pela presença do cimento nas misturas, servindo assim, de fonte dos íons de sulfato para a formação de mais cristais de etringita e gerando a expansão induzida por sulfatos no material estudado. Além disso, a duração da expansão está condizente com os valores apresentados por Knopp e Moormann (2016), onde estima-se um período de até 100 dias de expansão.

Figura 4.19 - Curvas de expansão das misturas SC₅E₅ e SC₆E₆ com carga de 1 kPa e duração estendida



4.3.3 Tensão de expansão

Os valores de deformação máxima para cada mistura e cada carga utilizada estão apresentados na Tabela 4.6. No ensaio com carga de 1 kPa as misturas S₀ e SC₅ apresentaram expansão, tornando assim não necessário a realização de ensaios com as cargas superiores, sendo o resultado de tensão de expansão para essas misturas igual a zero. Esse comportamento já era esperado tanto para o solo, como para o cimento, uma vez que o solo não apresenta comportamento expansivo e a adição de cimento ao solo é realizada, também, para reduzir a expansão nos solos.

Enquanto isso, para as misturas SC₅E₅ e SC₆E₆, houve uma grande dificuldade de moldagem das amostras, devido a cura do cimento, o que elevou a rigidez do corpo de prova, sendo necessário um esforço físico e um tempo muito maior para a cravação do anel amostrador nas misturas. Com isso, foram realizados apenas os ensaios com as cargas de 1 kPa e 20 kPa, com a carga maior já apresentando um valor de expansão negativo, ou seja, adensamento, e possibilitando assim o cálculo da tensão de expansão.

Tabela 4.6 – Valores deformação máximo para cada mistura e carregamento

Mistura	1 kPa	20 kPa	50 kPa
S ₀	0,05%	-	-
SE ₅	0,50%	-0,50%	-0,50%
SE ₆	0,70%	-0,40%	-0,50%
SC ₅	-0,10%	-	-
SC ₅ E ₅	2,55%	-0,25%	-
SC ₆ E ₆	3,10%	-0,45%	-

Para calcular a tensão de expansão, foram plotados para cada mistura os pontos de expansão máxima em função do carregamento correspondente e traçando uma linha entre esses valores, sendo que o ponto onde essa linha intercepta o eixo das abcissas a tensão de expansão da mistura. Os gráficos deformação máxima *versus* carregamento para cada mistura estão apresentados nas figuras a seguir (Figura 4.20 à Figura 4.23) com a comparação de todos os gráficos juntos na Figura 4.24.

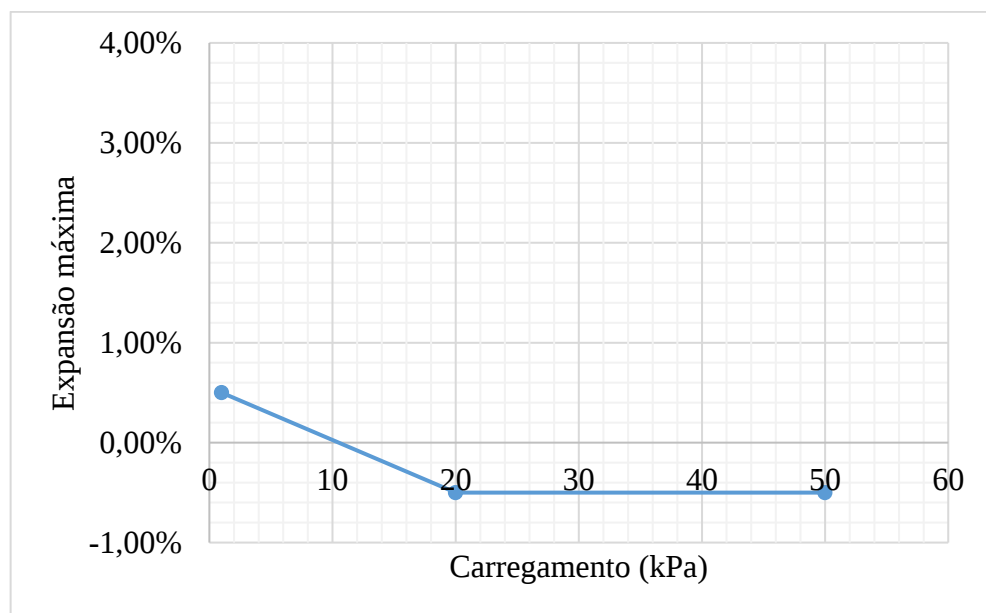
Figura 4.20 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SE₅

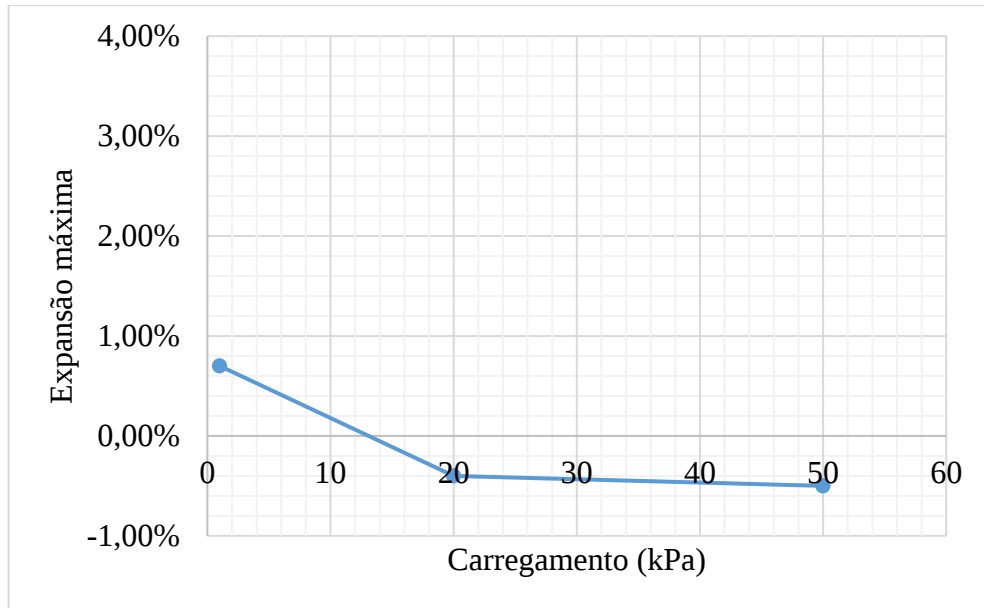
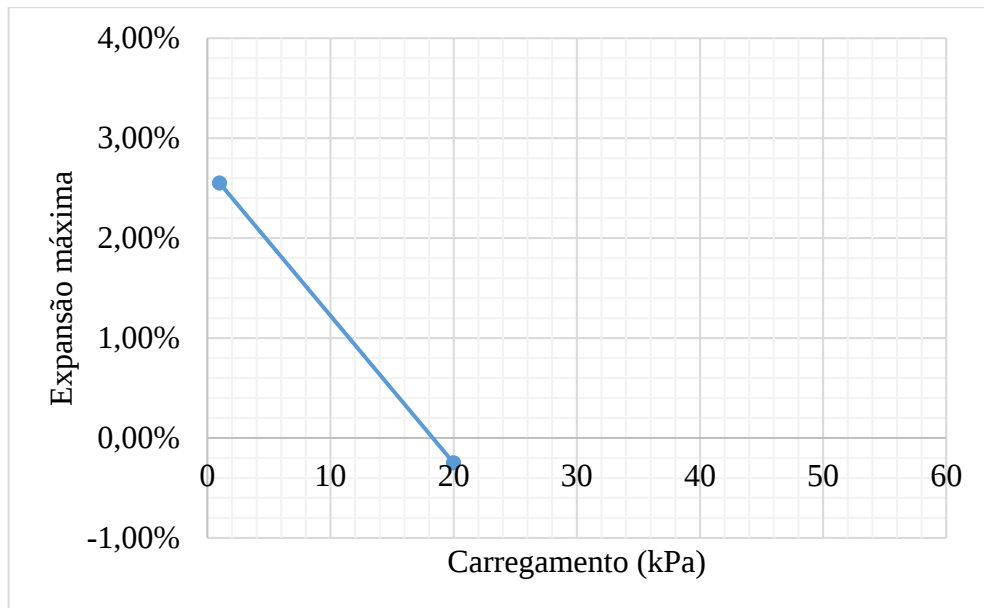
Figura 4.21 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SE₆**Figura 4.22 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SC₅E₅**

Figura 4.23 - Deformação máxima em função da carga - Mistura SC₆E₆

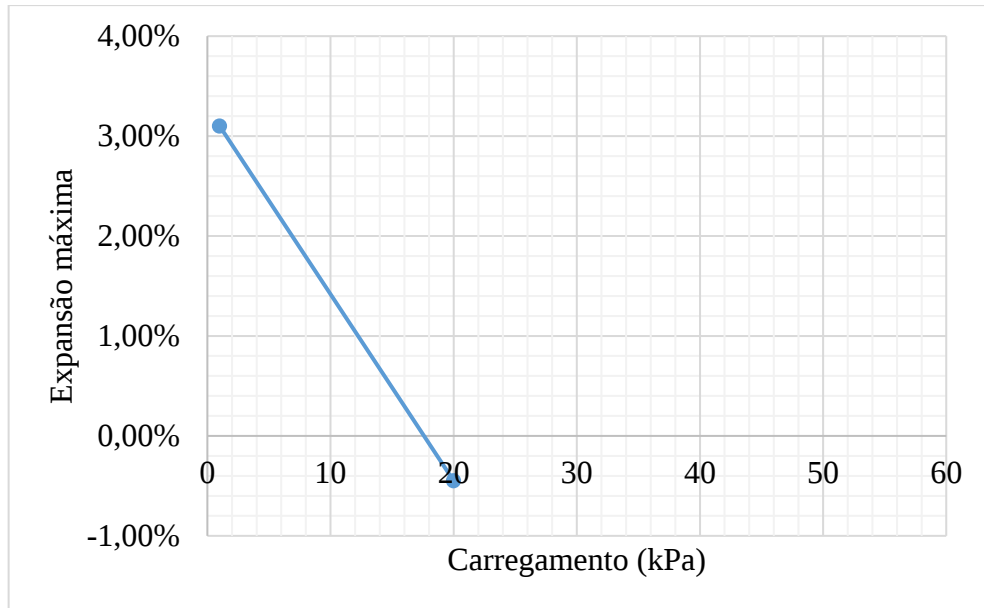
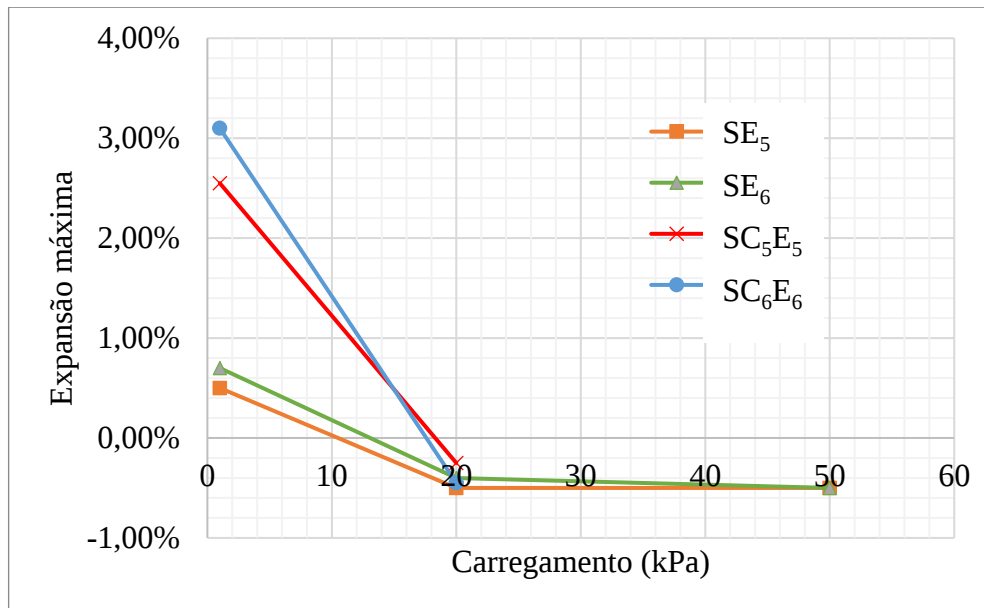


Figura 4.24 - Deformação máxima em função da carga – Todas as misturas



A partir dos gráficos foi possível obter os pontos de intersecção e os valores de tensão de expansão para cada mistura (Tabela 4.7). Os resultados indicam que para as misturas de solo e etringita, devido a pequena variação no teor de etringita, e os valores de expansão livre serem próximos, o resultado da tensão de expansão apresentou resultados próximos. Esse comportamento pode se dar pela quantidade maior de etringita onde os vazios do solo foram mais preenchidos pelo mineral, resultado assim em uma tensão maior propagada pela estrutura do solo.

Tabela 4.7 - Tensão de expansão das misturas

Mistura	Tensão de expansão (kPa)
SE₅	10,05
SE₆	13,09
SC₅E₅	18,30
SC₆E₆	17,59

Já nas misturas com solo, cimento e etringita os valores de tensão de expansão se apresentaram próximos, além de ser o caso em que foram observadas as maiores tensões de expansão. Isso se dá pelo fato de que o uso do cimento no solo resulta em uma mistura mais rígida, e, conseqüentemente, torna-se necessária uma tensão maior para promover a expansão. Outra hipótese se dá pela presença do cimento estar ligado a fonte de sulfatos na mistura, contribuindo assim para uma maior formação de etringita no corpo de prova, levando a uma maior expansão.

4.4 MICROESTRUTURA

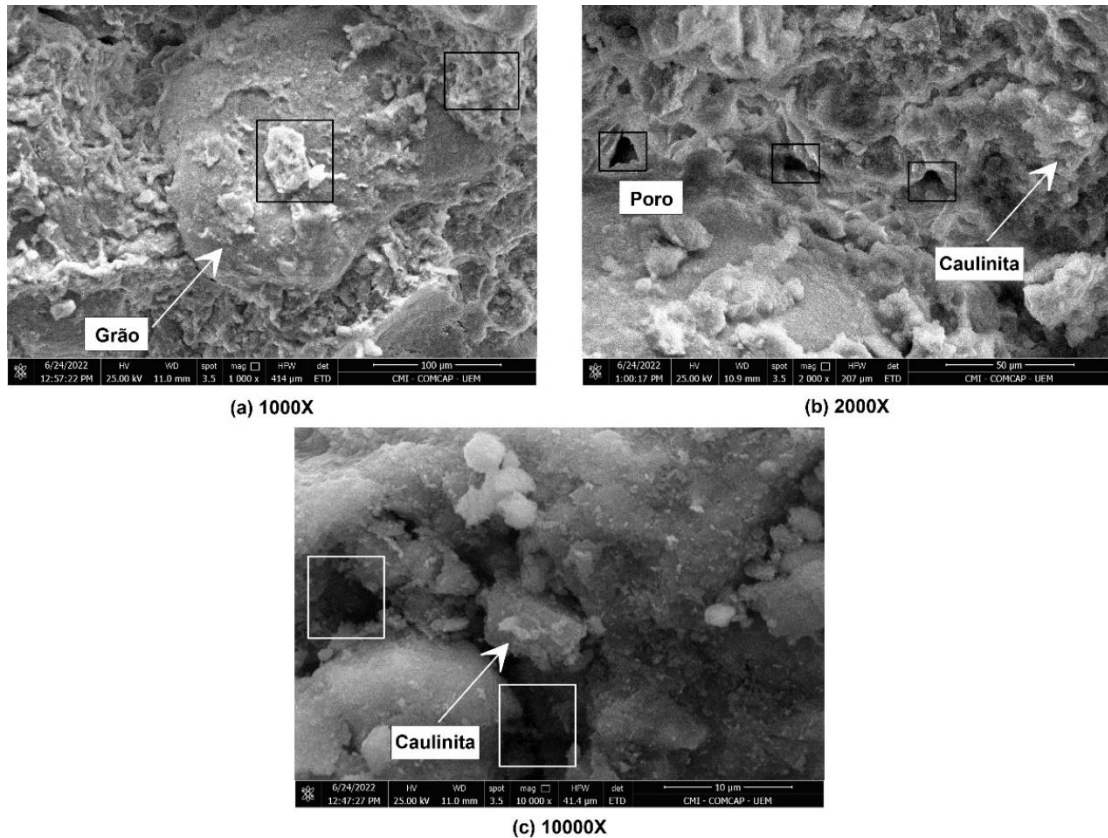
A seguir serão apresentadas e discutidas algumas imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) obtidas para os materiais estudados nessa pesquisa. A apresentação e discussão será realizada separadamente para cada um dos materiais estudados.

4.4.1 Micrografias para o solo (S₀)

As micrografias para o solo puro, com diferentes magnificações, são apresentadas nas Figura 4.25 (a), (b) e (c). A morfologia interna do solo puro será utilizada como base de comparação entre o solo no seu estado puro e o solo após a adição de cimento e etringita. Na Figura 4.25 (a) é possível observar a presença de grãos mais evidentes na matriz, que possivelmente pode estar associada a fração granular presente no solo. Adicionalmente também se observa a presença de materiais em formato de placas e até aglomerado de placas, indicando a possibilidade de representarem a fração mais fina do solo, que no caso, poderia ser a presença de caulinita. A Figura 4.25 (b), com magnificação de 2000 vezes, evidencia a presença de poros (vazios) na matriz de solo e os aglomerados placóides muito similar ao que a literatura identifica como caulinita. Considerando os resultados de caracterização do solo, existe uma grande possibilidade da presença da caulinita na sua composição. A Figura 4.25 (c), com magnificação

de 10000 vezes, destaca a porosidade da matriz, além de evidenciar a presença de materiais em formato de placas e/ou lamelas (argilominerais).

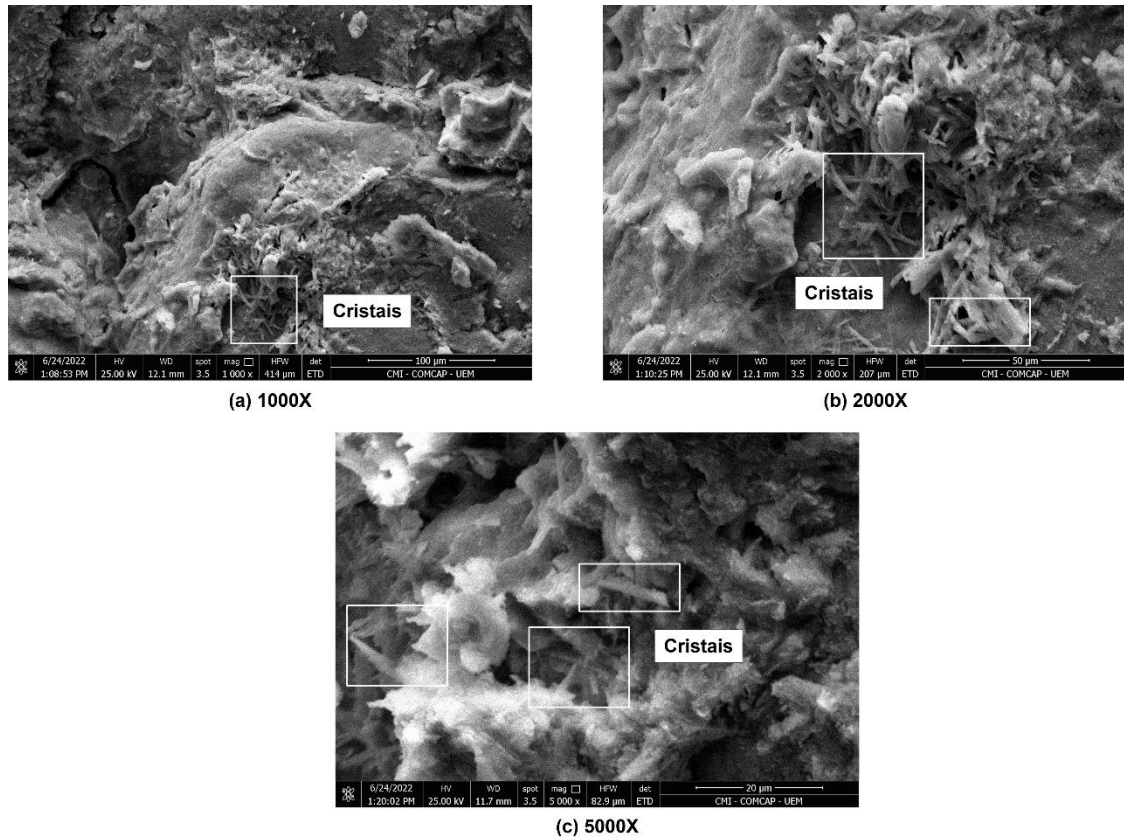
Figura 4.25 - Micrografias com diferentes magnificações para o solo puro (S_0)



4.4.2 Micrografias para a mistura solo-etringita (SE_6)

As micrografias para a mistura de solo com etringita, com diferentes magnificações, são apresentadas nas Figura 4.26 (a), (b) e (c). É visível que a adição de etringita promoveu a formação de cristais de etringita em formato de agulha, o que não se observa para o solo puro. Estes cristais apresentam tamanho semelhante ao estudado por Stark (2000), conforme apresentado na Figura 2.6, porém no caso da mistura estudada nessa pesquisa, a orientação dos cristais de etringita se apresentou de maneira aleatória conforme se observa na Figura 4.26 (c). A adição da etringita ao solo consiste na introdução de sulfato de cálcio e alumínio hidratado ao solo, o que proporciona a formação de cristais e consequentemente acarreta o aumento do volume do material e o aumento de expansão observado na mistura do solo com a etringita.

Figura 4.26 - Micrografias com diferentes magnificações para a mistura SE₆



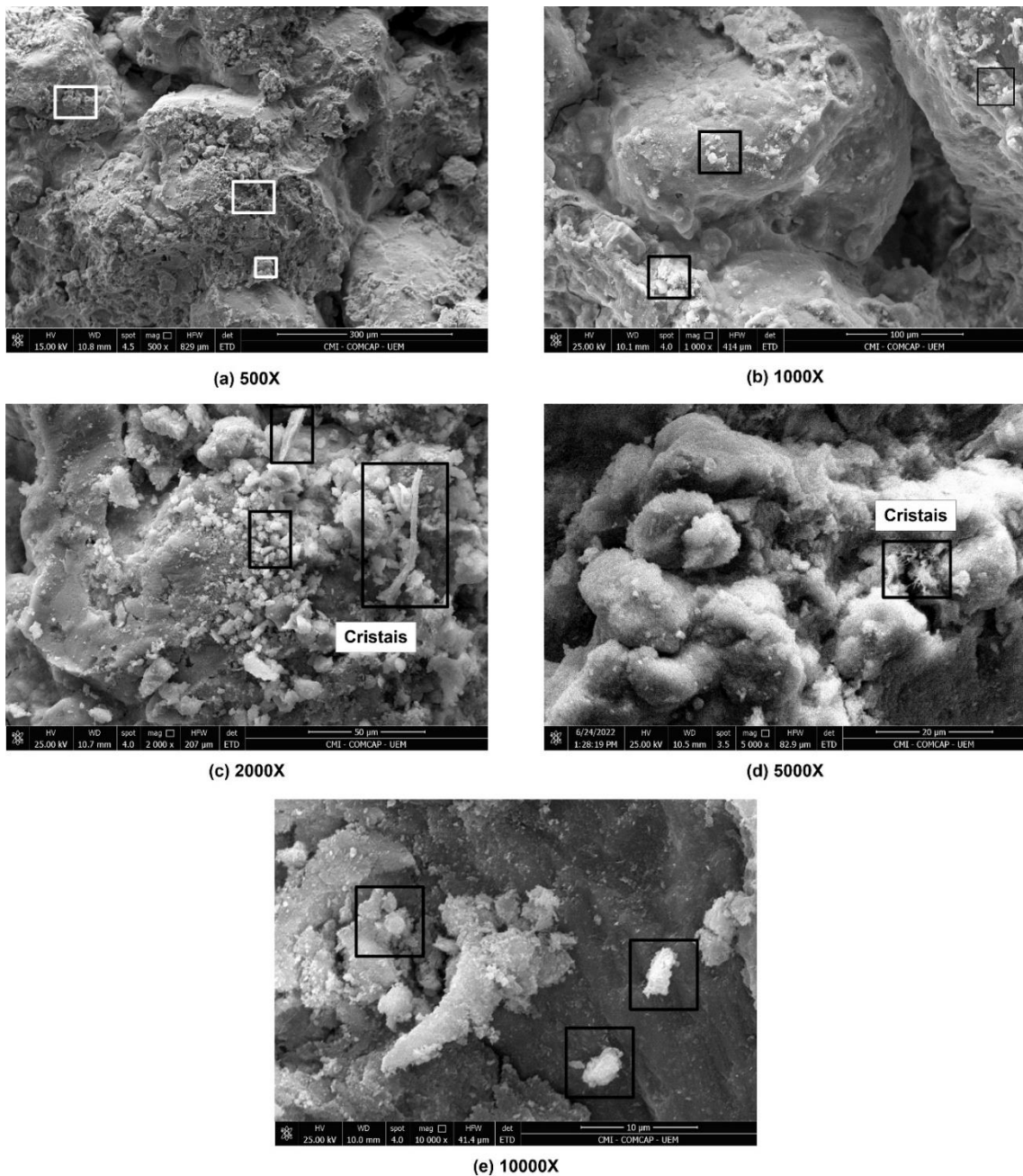
As Figura 4.26 (b) e (c) permitem visualizar os cristais de etringita formados na superfície do grão e não indica a formação homogênea e espalhada pela matriz de solo. Adicionalmente, se observa a formação de cristais de etringita no interior dos poros do solo. Ehwailat *et al.* (2021) destacam que em poros pré-existentis ocorre a formação de cristais de etringita, em formato de agulha, que posteriormente promovem rachaduras e o seu espalhamento em extensão.

4.4.3 Micrografias para a mistura solo-cimento (SC₆)

As micrografias para a mistura de solo com cimento, com diferentes magnificações, são apresentadas nas Figura 4.27 (a), (b), (c), (d) e (e). As Figura 4.27 (a) e (b) indicam a impregnação de pequenas partículas na superfície dos grãos, que possivelmente caracteriza-se como sendo o cimento adicionado ao solo. A magnificação de 2000 vezes (Figura 4.27 (c)) indicou a presença de cristais e produtos de hidratação do cimento. Os cristais se assemelham aos cristais de etringita que é um produto formado a partir da hidratação do cimento.

A Figura 4.27 (d) obtida com magnificação de 5000 vezes, permitiu observar pequenos cristais de etringita formados nos poros da matriz de solo-cimento. A formação dos cristais é decorrente do processo de hidratação do cimento onde os próprios elementos do cimento serviram de base para o surgimento do mineral, com o solo causando pouco ou nenhuma interferência nesse processo. Por fim, a Figura 4.27 (e) apresenta em detalhe os grãos de cimento aderidos a superfície dos grãos do solo.

Figura 4.27 - Micrografias com diferentes magnificações para a mistura SC₆

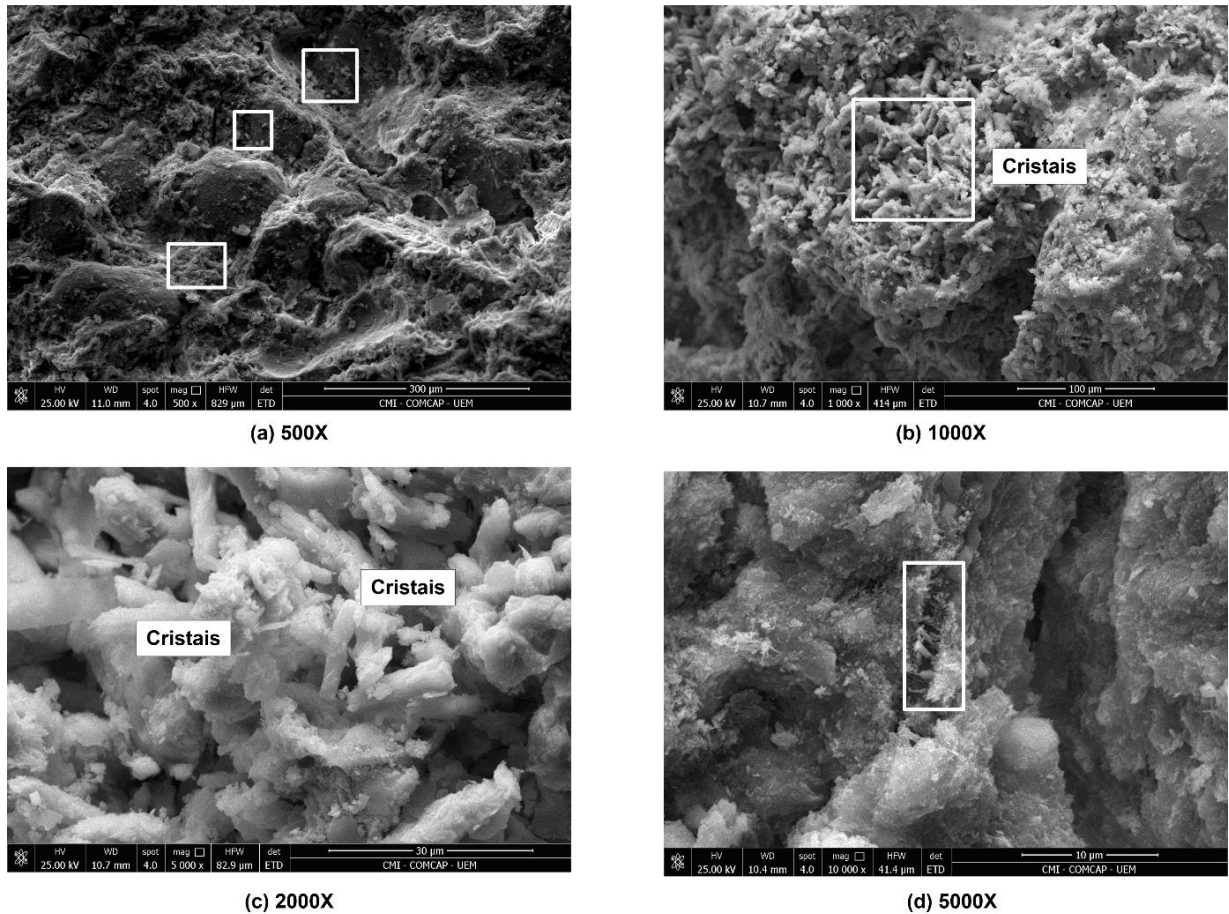


4.4.4 Micrografias para a mistura solo-cimento-ettringita (SC₆E₆)

As micrografias para a mistura de solo com cimento, com diferentes magnificações, são apresentadas nas Figura 4.28 (a), (b), (c) e (d). A Figura 4.28 (a), obtida com pequena magnificação, indica a predominância de partículas pequenas aderidas as superfícies dos grãos, com diferentes formatos, indicando o efeito da adição de cimento na matriz a partir da formação de produtos de hidratação. O aumento da magnificação (Figura 4.28 (b) e (c)) indica a presença clara e dominante de uma grande quantidade de cristais alongados de ettringita aderidos um aos outros e ocupando um volume considerável da matriz. A adição de cimento e ettringita simultaneamente ao solo gerou um aumento significativo na formação dos cristais. O cimento, possivelmente serviu como fonte de íons para a formação de mais cristais de ettringita, e gerou um aumento pronunciado na formação dos cristais. Dessa forma, o resultado final foi um aglomerado de cristais, apresentando um volume significativo.

A Figura 4.28 (d) apresenta em detalhe esses cristais de ettringita formados com o auxílio da presença do cimento. Vale ressaltar que esses cristais apresentam um maior diâmetro dos que observados em amostras somente com solo e ettringita, e uma dimensão muito maior se comparado com as amostras de solo e cimento. Além disso, é possível observar que o formato dos cristais não se apresenta tão uniforme e homogêneos como os das outras misturas.

Figura 4.28 - Micrografias com diferentes magnificações para a msitura SC₆E₆



Apesar da presença do cimento e da etringita em conjunto gerar grandes aglomerados de cristais de etringita, no corpo de prova com solo, cimento e etringita ainda é possível observar a formação de cristais de etringita devido a hidratação do cimento, conforme exposto na Figura 4.28 (e), onde há a formação de pequenos cristais de etringita no interior do poro do solo, situação também observada na mistura SC₆. Isso pode se dar pelo fato que uma parte do cimento hidratado não entrou em contato com a etringita sintetizada em laboratório acrescentada na mistura, resultando no processo de formação normal do solo-cimento.

5 CONCLUSÃO

Esse trabalho foi desenvolvido com o objetivo de estudar o comportamento expansivo do solo da cidade de Mandaguaçu/PR quando misturado com a etringita, produzida durante o processo de tratamento do efluente da indústria de anodização de superfícies de alumínio, em comparação ao solo estabilizado apenas com o uso de cimento. Para isso foram realizadas uma série de ensaios de caracterização, ensaio de expansão e análises da microestrutura dos materiais. Com base nos ensaios realizados e resultados obtidos nesse trabalho, pode-se concluir que:

- O método de tratamento do efluente industrial contendo altas concentrações de sulfato pela síntese da etringita se mostrou eficiente na redução dos sulfatos, atingindo uma redução de até 98% no teor de sulfatos do efluente coletado;
- A adição de etringita ao solo diminui o valor do limite de liquidez em comparação com o solo puro. Por outro lado, a adição da etringita apresentou um pequeno aumento no valor do limite de plasticidade. Esses comportamentos são observados durante a compactação dos corpos de prova, onde percebe-se uma alteração nítida no comportamento da mistura. Podendo assim a etringita ser utilizada para alterar a trabalhabilidade do solo;
- A etringita não apresentou atividade pozolânica, provavelmente por não apresentar o óxido de silício em sua composição;
- O ensaio de adsorção de azul de metileno indicou que não há a presença de argilominerais na etringita obtida a partir do tratamento do efluente de anodização, enquanto para o solo foi indicado a presença de caulinita. Os resultados foram confirmados a partir da difração de raio X;
- Por se tratar de um solo ácido, a adição de etringita torna o pH do solo neutro. Enquanto a adição de cimento torna o solo alcalino (pH próximo a 12) e consequentemente proporciona um ambiente mais adequado para a formação do mineral etringita;
- As misturas com etringita apresentaram uma massa específica seca máxima superior aos valores das misturas com cimento e ao solo puro, além de apresentarem um teor de umidade ótima menor. Enquanto isso, as misturas de solo-cimento apresentaram um teor de umidade ótima maior, provavelmente devido ao consumo

de água do cimento no processo de hidratação, mas não resulta em uma variação na massa específica seca máxima, quando comparada ao solo puro;

- O solo estudado apresentou uma quantidade baixa de sulfatos, tornando-o assim, pouco suscetível a formação de etringita quando misturado com cimento;
- A adição de etringita ao solo contribuiu com a expansão do mesmo, uma vez que o solo puro apresentou uma expansão de apenas 0,5%, enquanto a mistura com etringita obteve uma expansão de até 0,55%, ou seja, 11 vezes maior. Porém, mesmo com esse aumento a mistura solo-etringita se manteve dentro de limites aceitáveis para o uso em obras de pavimentação rodoviária;
- A adição de cimento ao solo puro não resultou em valores de expansão, conforme já esperado;
- A adição de etringita a mistura de solo com a presença de cimento resulta em um grande aumento da expansão do solo quando comparado com todas as outras misturas (solo puro, solo-cimento e solo-etringita), atingindo valores de expansão de até 3,10%. Esses valores são 62 vezes maiores que a expansão do solo puro e 4,5 vezes maior que a expansão do solo-etringita. Além do acréscimo da expansão também houve uma variação no período em que a expansão ocorre, com a amostra de solo e de solo-etringita, que se estabilizaram após um período de 24 horas. A amostra de solo-cimento-etringita não apresentou estabilização mesmo após um período de 21 dias;
- A avaliação da microestrutura dos materiais permitiu confirmar os valores experimentais dos ensaios de expansão. A microestrutura do solo puro não apresentou presença de cristais, enquanto para a mistura de solo-cimento observou-se a formação de uma pequena quantidade de cristais de etringita. Para a mistura solo-etringita observou-se uma quantidade superior de cristais, e destacando que a maior visualização de cristais de etringita foi observada na atuação conjunta do cimento e da etringita.
- A etringita não se apresentou interessante para se utilizar como substituta ao cimento, dado que apresentou uma elevação nos valores de expansão do solo. Além disso, a substituição parcial do cimento por etringita se mostrou menos viável, uma vez que, nos ensaios de expansão com a presença de cimento e etringita, os valores de expansão se tornaram várias vezes maiores quando comparado com o solo puro ou com o solo cimento.

De maneira geral, os resultados desse trabalho indicam o comprometimento da utilização de misturas de solo-cimento-etringita, uma vez que o material apresenta um elevado poder expansivo, sobretudo a longo prazo. Entretanto, o uso da etringita pode ser avaliado para outras finalidades, buscando assim uma destinação adequada para esse subproduto obtido a partir do tratamento de efluentes industriais.

Para trabalhos futuros sugere-se a realização do ensaio de expansão das misturas com solo, cimento e etringita pelo período necessário até a estabilização das deformações. A realização dos ensaios com diferentes teores de etringita e cimento, a fim de estudar melhor a interação do mineral com cimento. A utilização de solos expansivos e/ou com maior teor de sulfatos para estudar a interferência da etringita na expansão. A utilização de cimento com menor quantidade de aluminato tricálcico, para observar se esse componente devidamente afeta a formação de etringita nas misturas. A realização de ensaios com corpos de provas compactados no ramo seco, com o intuito de estudar a influência da água na hidratação dos materiais das misturas, principalmente a etringita e o cimento. Estudar o potencial erosivo das misturas comparado ao solo puro, é possível que a adição de etringita traga resultados benéficos para locais onde a erosão é um problema. Avaliar o intercepto coesivo e o ângulo de atrito, a fim de observar as alterações que a adição de etringita tem sobre esses parâmetros.

REFERÊNCIAS

AKULA, P. LITTLE, D. N. Coupled thermodynamic and experimental approach to evaluate ettringite formation in a soil stabilized with fluidized bed ash by-product: A case study. **Transportation Geotechnics**. USA, v. 23, jun. 2020.

APHA, AWWA, WEF. American Public Health Association, American Water Works Association and Water Environment Federation (2005). Standard Methods for the examination of water and wastewater, 21st ed. Washington DC.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTOS PORTLAND. **BT-106**. Guia básico de utilização de cimento Portland. 7 ed. São Paulo, 2002.

_____. **ET-35**. Dosagem das misturas de solo-cimento – Normas de dosagem e métodos de ensaios. 3 ed. São Paulo, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6457**: Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 6458**: Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8 mm – Determinação da massa específica aparente e da absorção de água. Rio de Janeiro, 2017.

_____. **NBR 6459**: Solo – Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 2017.

_____. **NBR 6502**: Rochas e Solos – Terminologia. Rio de Janeiro, 1995.

_____. **NBR 7180**: Solo – Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 7181**: Solo – Análise granulométrica. Rio de Janeiro, 2016.

_____. **NBR 7182**: Solo – Ensaio de compactação. Rio de Janeiro, 1986.

_____. **NBR 9800**: Critérios para lançamento de efluentes líquidos industriais no sistema coletor público de esgoto sanitário. Rio de Janeiro, 1987.

_____. **NBR 12253**: Solo-Cimento – Dosagem para emprego como camada de pavimento. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **NBR 15895**: Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010.

_____. **NBR 16697**: Cimento Portland– Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ÁLVAREZ-AYUSO, E. NUGTEREN, H. W. Synthesis of ettringite: a way to deal with the acid wastewaters of aluminium anodizing industry. **Water Research**, Delft, v. 39, n. 1, p. 65-72, 2005.

ÁLVAREZ-AYUSO, E. Approaches for the treatment of waste streams of the aluminium anodising industry. **Journal of Hazardous Materials**. v. 164, n. 1, p. 409-414, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D4546-08**: Standard test methods for one-dimensional swell or collapse of cohesive soils. Philadelphia, 2008.

_____. **ASTM D4829-11**: Standard test method for expansion index of soils. Philadelphia, 2011.

_____. **ASTM D4972-01**: Standard test method for pH of soils. Philadelphia, 2011.

BERNUCCI, L. B. MOTTA, L. M. G. CERATTI, J. A. P. SOARES, J. B. **Pavimentação Asfáltica**: Formação Básica para Engenheiros. Rio de Janeiro: PETROBRÁS: ABEDA, 2006. 504 f.

BENATTI, C. T. TAVARES, C. R. G. LENZI, E. Sulfate removal from waste chemicals by precipitation. **Journal of Environmental Management**. V. 90, p. 504-511, 2009.

BENATTI, C. T. *et al.* Remoção de sulfato a partir de efluente industrial, utilizando precipitação com sais de bário e cálcio. **Engenharia no Século XXI – Volume 14**. 1. ed. Belo Horizonte – MG: Editora Poisson, v. 14, p. 47-57, 2020.

BONINI, A. O. **Proposta de um método de ensaio para determinação do volume de azul de metileno adsorvido pela fração fina de solos tropicais**. 2005. 141f. Dissertação (Mestrado em Transportes) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Conselho Nacional de Meio Ambiente - CONAMA. Resolução nº 357, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, DOU n. 053, 18 mar. 2005.

_____. Ministério do Meio Ambiente. Conselho Nacional de Meio Ambiente - CONAMA. Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução n. 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, DOU n. 92, 16 de maio de 2011.

_____. Ministério da Saúde. Portaria GM/MS nº 888, de 4 de maio de 2021. Altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação GM/MS nº 5, de 28 de setembro de 2017, para dispor sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade.

_____. Lei nº 12.305, de 02 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos e dá outras providências, 2010.

CAPUTO, H. P. **Mecânica dos solos e suas aplicações: Fundamentos**. 6 ed. Volume 1. Rio de Janeiro: LTC, 1988.

CARVALHO, P. A. S. **Manual de Geotecnia: taludes de rodovias: orientação para diagnóstico e soluções de seus problemas**. 1. Ed. São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), 1991.

CHADDA, L. R. A rapid method of assessing the cement requirement for stabilization of soils. **Indian Concrete Journal**, v. 33, n. 7, p. 298-314, 1971.

CHEN, F. H. The Use of Piers to Prevent the Uplifting of the Lightly Loaded Structures Founded on Expansive Clays. **Proceedings of the 1st International Conference on Expansive Soils**, Texas, p. 152-171, 1965.

CHIMENOS, J. M. FERNÁNDEZ, A. I. HERNÁNDEZ, A. HAURIE, L. ESPIELL, F. AYORA, C. Optimization of phosphate removal in anodizing aluminium wastewater. **Water Research**, Spain, v. 40, n. 1, p. 137-143, 2006.

CHRISTOFOLETTI, S. R. MORENO, M. M. T. Granulometria por difração a laser e sua relação com a faciologia das rochas argilosas da Formação Corumbataí – SP. **Cerâmica**, v. 63, n. 367 p. 303-310, 2017.

COSTA, V. S. M. **Avaliação da viabilidade de utilização de pó de pedra em misturas com solo-cimento para aplicação em base e sub-base de pavimentos**. 2016. 101f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Urbana) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2016.

DAKSHINAMURTHY, V. RAMAN, V. A simple method of identifying an Expansive Soil, Soils and foundations. **Japanese Society of Soil Mechanics and Foundation Engineering**, v. 13, n. 1, p. 97-104, 1973.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM. **DNER-IE 005: Solos – Adensamento – Instrução de Ensaio**. Rio de Janeiro, 1994

_____. **DNER-ME 049: Solos – determinação do Índice de Suporte Califórnia utilizando amostras não trabalhadas – Método de Ensaio**. Rio de Janeiro, 1994.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 160-ME: Solos – Determinação da expansibilidade- Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2012.

_____. **DNIT-ME 414: Pavimentação – Solo-cimento – Dosagem físico-química de solo-cimento – Método de ensaio**. Brasília, 2019.

_____. **Manual de Pavimentação**. Publicação IPR-719. 3 ed. – Rio de Janeiro, 2006. 274p.

DERMATAS, D. Ettringite-induced swelling in soils: State-of-the-art. **Applied Mechanics Reviews**. Hoboken, v. 48, n. 10, p. 659-673, Oct. 1995.

DOS SANTOS, G. M. R. **Estudo da precipitação química para remoção de sulfatos de efluente de anodização**. 2019. Projeto de iniciação científica- Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2019.

EHWAILAT, K I. A. ISMAIL, M. A. M. EZREIG, A. M. A. Novel approach for suppression of ettringite formation in sulfate-bearing soil using blends of nano-magnesium oxide, ground granulated blast-furnace slag and rice husk ash. **Applied Sciences**. v. 11, n. 14, 2021.

EYO, E. U. ABBEYM S. J. NGAMBI, S. GANJIAN, E. COAKLEY, E. Incorporation of a nanotechnology-based product in cementitious binders for sustainable mitigation of sulphate-induced heaving of stabilized soils. **Engineering Science and Technology, an International Journal**, v. 24, n.1, p. 436-448, 2021.

FERREIRA, J. W. S. GOMES, V. H. CANCIAN, V. A. ZANIN, R. F. B. DE OLIVEIRA, A. D. GONÇALVES, F. BRANCO, C. J. M. C. TEIXEIRA, R. S. **Aplicabilidade de solo arenoso compactado e melhorado com cimento em pavimentos flexíveis**. XIX Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia geotécnica – Geotecnia e Desenvolvimento Urbano (COBRAMSEG), 2018.

FERREIRA, S. R. M. **Colapso e Expansão em Solos Naturais não Saturados devido à Inundação**. 1995. 468 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1995.

FRANCO JUNIOR, J. O. **Estudo de métodos analíticos para determinação de Fe e Ti em cimento Portland**. 1999. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal da Bahia, Salvador, 1999.

GANDAIO, J. E. P. **Estudo da consolidação em solos areno-siltosos com recurso à célula de Rowe. Comparação com ensaios edométricos tradicionais**. 2012. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2012.

GOMES, V. **Desenvolvimento e caracterização de pigmentos cerâmicos baseados em alumina e mulita obtidas a partir de lama de anodização de alumínio**. 2005. 116 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de materiais. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

GRANDE, F. M. **Fabricação de Tijolos Modulares de Solo-Cimento por Prensagem Manual com e sem Adição de Sílica Ativa**. 2003. 180 f. Dissertação (Mestrado em Arquitetura) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

GUIDELI, L. C. **Avaliação do comportamento de misturas de solo, cimento e pó de pedra para aplicação em base e sub-base de pavimento**. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Civil) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2017.

INAP, International Network for Acid Prevention, **Treatment of Sulphate in Mine Effluents. Lorax Enviromental**, 2003. Disponível em: < https://www.inap.com.au/wp-content/uploads/Treatment_of_Sulphate_in_Mine_Effluents_-_Lorax_Report.pdf >. Acessado em: 24/10/2022.

JESUS, A. J. S. PINTO, S. A. **Análise da expansibilidade de um solo argiloso – Estudo de caso**. IV SIINTEC International Symposium on Innovation and Technology– VIII PTI Research and Innovation Workshop, 2018.

JUSTO, J. L. DELGADO, A. RUIZ, J. **The Influence of Stress-Path in the Collapse-swelling of Soils at the Laboratory**. Fifth International Conference on Expansive Soils. South Australia, Adelaide, p. 67-71, 1984.

KNOPP, J. MOORMANN, C. Ettringite Swelling in the Treatment of Sulfate-Containing Soils Used as Subgrade for Road Constructions. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON TRANSPORTATION GEOTECHNICS, 3, 2016, Guimarães. **Proceedings** [...] Guimarães. ICTG, 2016. p. 128-137.

LADEIRA, A. T. **Avaliação da estabilização química de solo com cimento e etringita por meio do método de dosagem físico-químico**. 2021. 60 f. Monografia (Trabalho de conclusão de curso de Engenharia Civil) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2021.

LADEIRA, A. T. SANDOLI, M. A. M. **Caracterização física, química e mineralógica de solos típicos do noroeste do Paraná para fins de aplicação em obras de pavimentação**. 2019. Projeto de iniciação científica-Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2019.

LENS, P. N. L. VISSER, A. JANSSEN, A. J. H. HULSHOFF POL, L. W. LETTINGA, G. **Biotechnological treatment of sulfate-rich wastewaters**. Critical Reviews in Environmental Science and Technology, v. 28, n. 1, p. 41-88, 1998.

LÓPEZ-LARA, T. HERNÁNDEZ-ZARAGOZA, J. B. HORTA-RANGEL, J. ROJAS-GONZÁLEZ, E. LÓPEZ-AYALA, S. CASTAÑO, V. M. Expansion reduction of clayey soils through surcharge application and lime treatment. **Case Studies in Constructions Materials**. Querétaro, Mexico, v. 7, n. 1m p. 102-109, 2017.

LUKIANCHUKI, J. A. OLIVEIRA, J. R. M. S. ALMEIDA, M. S. S. SILVA, T. B. GUIDELI, L. C. **Construction and demolition waste (CDW) used in reinforced soil mixtures for pavement applications**. In: XVII European Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering – ECSMGE, 2019.

MAURY, M. B. BLUMENSCHNEIN, R.N. Produção de cimento: Impactos à saúde e ao meio ambiente. **Sustentabilidade em debate**, Brasília, v. 3, n. 1, p. 75-96, jan/jun. 2012.

MITCHELL, J. K., DERMATAS, D. **Clay soil heave caused by lime-sulfate reactions**. 1992. ASTM STP 1135, Innovations and Uses for Lime, Philadelphia.

MITCHELL, J. K. SOGA, K. **Fundamentals of soil behavior**. New Jersey, 2005.

MOLKE, A. S. **Remoção de sulfato a partir de efluente industrial, por meio de precipitação química**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Maringá, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2019.

MORE, A. TAYLOR, H. F. W. Crystal Structure of Ettringite. **Nature**, v. 218, p 1048-1049, jun. 1968.

MORET, A. RUBIO, J. **Sulphate and molybdate ions uptake by chitin-based shirimp shells**. Minerals Engineering, v. 16, o. 715-722, 2003.

OLIVEIRA, O. P. REIS, A. F. S. M. SILVA, I. S. CARVALHO, M. F. **Avaliação da pressão de expansão de solos da rodovia BR-324 tratados quimicamente**. 21ª SEMOC – Semana da Mobilização Científica, Universidade Católica do Salvador UCSAL, 2018.

OLIVEIRA, R. F. V. **Análise de dois solos modificados com cimento para dimensionamento de pavimentos**. 2011. 186 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia Geotécnica) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2011.

OLIVEIRA, T. F. **Análise das incertezas da quantificação de fase pelo método de Rietveld em análise de pó por difração de raios-x**. 2005. 161 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

PEJON, O. J. **Mapeamento geotécnico da folha de Piracicaba-SP (escala 1: 100.000)**. 1992. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 1992.

PINTO, C. S. **Curso Básico de Mecânica dos Solos**. 3. Ed. São Paulo: Oficina de Textos, 2006.

PUPPALA, P. E. A. J. INTHARASOMBAT, N. VEMPATI, R. K. Experimental Studies on Ettringite-Induced Heaving in Soils. **Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering**, Reston, v. 131, n. 3, p. 325-337, mar. 2005.

PUPPALA, A. TALLURI, N. CONGRESS, S. S. C. GAILY, A. Ettringite-induced heaving in stabilized high sulfate soils. **Innovative Infrastructure Solutions**. Arlington, v. 3, n. 72, set. 2018.

RAO, R. R. RAHARDJO, H. FREDJUND, D. G. Close Form Heave Solutions for Expansive Soils. **Journ. Geotech.** v. 114, n. 5, p. 573-588, 1988.

RIOS, A. V. N. G. **Análise do uso da etringita, sintetizada em laboratório, em substituição ao cimento Portland em compósitos de solo e cimento**. 2021. 117 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2021;

RODRIGUES, M. L. A. **Adição de Resíduo de Argamassas Mistas na Produção de Tijolos Modulares de Solo-cimento**. 2008. 106 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia do Meio Ambiente) Escola de Engenharia Civil, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2008.

SCHOLTZOVÁ, E, KUCKOVÁ, L. KOZÓSEK, J. TUNEGA, D. Structural and spectroscopic characterization of ettringite mineral-combined DFT and experimental study. **Journal of Molecular Structure**, v. 1100, n. 1, p. 215-224, nov. 2015.

SCHREINER, H. D. **“State of the art review on expansive soils”** Imperial College, London, 1987.

SEED, H. B. WOODWARD, R. J. LUNDGREEN, R. Prediction of swelling potential for compacted clays. **Journal of Soil Mechanics and Foundation**, v. 88, p. 53-87, 1962.

SENÇO, W. **Manual de Técnicas de Pavimentação**. 2. Ed. Volume 1. São Paulo: Pini, 2007.

SILVA, A. M. LIMA, R. M. F. LEÃO, V. A. **Mine water treatment with limestone for sulfate removal**. **Journal of Hazardous Materials**, v. 221-222, p. 45-55, 2012.

SILVA, F. C. **Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes**. 2. Ed. Brasília: Embrapa, 2009.

SILVA, R. D. R.; RUBIO, J.; BAUER, M.A. O problema da remoção de íons sulfatos no reuso de águas tratadas de DAM's no Brasil. **Holos**, v. 5, p. 10-19, dez. 2011.

SINGH, V. AGRAWAL, H. M. Qualitative soil mineral analysis by EDXRF, XRD and AAS probes. **Radiation Physics and Chemistry**. India, v. 81, n. 1, p. 1796 – 1803, 2012.

SOUZA, J. M. **Análise experimental da estabilização de um solo argiloso através da incorporação de cimento Portland, resíduo de construção civil (RCC) e resíduo de pó de pedra**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia Urbana) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2020.

STARK, J. BOLLMANN, K. Delayed Ettringite Formation in Concrete. **Nordic Concrete Research Publications**. Weimar, v. 23, n. 1, p. 4-28, 2000.

VALIM, F. A. **Análise do comportamento de prismas e pequenas paredes de alvenaria confeccionados com tijolos de solo-cimento-rcc**. 2017. 210 f. Dissertação (Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2017.

VIJAYVERGIYA, V. N. GHAZZALY, O. I. Prediction of Swelling Potential for Natural Clays. **Proceeding of the 3rd International Conference on Expansive Soils**, Hayfa, v. 1m p. 227-236, 1973.

VILAR, O. M. FERREIRA, S. R. de M. Solos colapsíveis e expansivos, In: José Camapum de Carvalho *et al.* (Orgs). **Solos não saturados no contexto geotécnico**. São Paulo: ABMS – Associação Brasileira de Mecânica dos Solos, p. 415-440, 2015.

WANG, L. **Cementitious stabilization of soils in the presence of sulfate**. 2002. 118 f. Tese (Doctorate Civil and Environmental Engineering) Louisiana State University, Baton Rouge, 2002.

WANG, Z. SIGDEL, P. HU, L. Chemo-mechanical Interactions in the Ettringite Induced Expansion of Sulfate-Bearing soils. **Geosciences**. v. 375, n. 9, 14 p. Aug. 2019.

XIANG, L. ZHU, H. ZHOU, R. Effect of Ca/Al Ratio on Stabilization/Solidification of Lead-Contaminated Soil by Ettringite. **Advances in civil engineering**. v. 2018, n. 1, 8 p. Dec. 2018.

APÊNDICE A – Aferição do conjunto célula-prensa

Para os resultados dos ensaios de expansibilidade, o primeiro passo foi determinar as dimensões e massas dos anéis, apresentados na Tabela A.1, sendo utilizado nos cálculos dos índices físicos dos corpos de provas ensaiados.

Tabela A.1 - Propriedades dos anéis.

Propriedade dos anéis				
Anel	Massa (g)	Altura (cm)	Diâmetro (cm)	Volume (cm ³)
062	33,77	2,00	5,06	40,22
063	33,91	2,00	5,05	40,06

Com o intuito de remover a interferência das variações físicas das prensas nos resultados dos ensaios, foi realizado uma aferição dos valores de expansão utilizando um disco metálico no lugar do solo para cada carregamento utilizado nos ensaios de expansão, com o intuito de medir os valores de deslocamento do conjunto prensa-célula. Os valores da Tabela A.2 apresentam os valores medidos nos relógios comparadores em função do tempo, esses dados são depois subtraídos dos resultados de expansão dos CPs para poder obter os valores de deformação apenas das misturas.

Tabela A.2 - Valores do ensaio de aferição.

Carregamento				
	1 kPa	20 kPa	50 kPa	
Tempo	Medição Relógio Comparador (mm/100)			
inicial	500	500	500	500
1/2 min	506	506	502	501
1 min	506	506	502	501
2 min	506	506	502	501
4 min	506	507	502	501
8 min	506	507	502	501
15 min	507	507	502	501
30 min	507	507	502	501
1 h	507	507	502	501
2 h	507	507	502	501
4 h	507	507	502	501
8 h	508	508	502	500
24 h	508	508	502	500

APÊNDICE B – Dados dos ensaios de expansão

Tabela B.1 - Dados medidos na expansão da mistura S₀

Solo						
Carga	1 kPa					
Anel	062	063	062	063	062	063
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 1	Curva 2	Curva 1	Curva 2
Tempo	Medido		Corrigido		Deformação	
inicial	500	500	500	500	-	-
1/2 min	501	501	-5	-5	-0,25%	-0,25%
1 min	502	502	-4	-4	-0,20%	-0,20%
2 min	502	502	-4	-4	-0,20%	-0,20%
4 min	503	502	-4	-4	-0,20%	-0,20%
8 min	503	503	-3	-4	-0,15%	-0,20%
15 min	504	504	-3	-3	-0,15%	-0,15%
30 min	505	505	-2	-2	-0,10%	-0,10%
1 h	506	506	-1	-1	-0,05%	-0,05%
2 h	508	507	0	1	0,00%	0,05%
4 h	508	509	2	1	0,10%	0,05%
8 h	509	509	1	1	0,05%	0,05%
24 h	509	509	1	1	0,05%	0,05%

Tabela B.2 - Dados medidos na expansão da mistura SE₅

Solo + 5% Etringita							
Carga	1 kPa					20 kPa	50 kPa
Anel	062	063	063	063	062	063	062
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 4	Curva 5	Curva 6	Curva 7
Tempo	Medido						
inicial	500	500	500	500	500	468	452
1/2 min	503	503	502	502	501	462	449
1 min	504	504	503	502	502	462	448
2 min	502	504	503	503	502	462	448
4 min	502	505	503	503	502	461	447
8 min	503	505	504	503	503	461	446
15 min	503	506	504	504	504	461	446
30 min	504	507	505	505	505	461	445
1 h	505	509	506	509	507	461	445
2 h	507	512	507	512	510	460	444
4 h	509	514	509	515	512	460	443
8 h	510	516	510	518	514	460	443
24 h	509	516	511	519	515	460	442

Tabela B.3 - Dados corrigidos da expansão da mistura SE₅

Solo + 5% Etringita							
Carga	1 kPa					20 kPa	50 kPa
Anel	062	063	063	063	062	063	062
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 4	Curva 5	Curva 6	Curva 7
Tempo	Corrigido						
inicial	500	500	500	500	500	468	452
1/2 min	-3	-3	-4	-4	-5	-8	-4
1 min	-2	-2	-3	-4	-4	-8	-5
2 min	-4	-2	-3	-3	-4	-8	-5
4 min	-4	-2	-4	-3	-5	-9	-6
8 min	-3	-2	-3	-3	-4	-9	-7
15 min	-4	-1	-3	-3	-3	-9	-7
30 min	-3	0	-2	-2	-2	-9	-8
1 h	-2	2	-1	2	0	-9	-8
2 h	0	5	0	5	3	-10	-9
4 h	2	7	2	8	5	-10	-10
8 h	2	8	2	10	6	-10	-9
24 h	1	8	3	11	7	-10	-10

Tabela B.4 - Valores de expansão da mistura SE₅

Solo + 5% Etringita							
Carga	1 kPa				20 kPa		50 kPa
Anel	062	063	063	063	062	063	062
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 4	Curva 5	Curva 6	Curva 7
Tempo	Deformação						
1/2 min	-0,15%	-0,15%	-0,20%	-0,20%	-0,25%	-0,40%	-0,20%
1 min	-0,10%	-0,10%	-0,15%	-0,20%	-0,20%	-0,40%	-0,25%
2 min	-0,20%	-0,10%	-0,15%	-0,15%	-0,20%	-0,40%	-0,25%
4 min	-0,20%	-0,10%	-0,20%	-0,15%	-0,25%	-0,45%	-0,30%
8 min	-0,15%	-0,10%	-0,15%	-0,15%	-0,20%	-0,45%	-0,35%
15 min	-0,20%	-0,05%	-0,15%	-0,15%	-0,15%	-0,45%	-0,35%
30 min	-0,15%	0,00%	-0,10%	-0,10%	-0,10%	-0,45%	-0,40%
1 h	-0,10%	0,10%	-0,05%	0,10%	0,00%	-0,45%	-0,40%
2 h	0,00%	0,25%	0,00%	0,25%	0,15%	-0,50%	-0,45%
4 h	0,10%	0,35%	0,10%	0,40%	0,25%	-0,50%	-0,50%
8 h	0,10%	0,40%	0,10%	0,50%	0,30%	-0,50%	-0,45%
24 h	0,05%	0,40%	0,15%	0,55%	0,35%	-0,50%	-0,50%

Tabela B.5 - Dados medidos na expansão da mistura SE₆

Solo + 6% Etringita					
Carga	1 kPa			20 kPa	50 kPa
Anel	063	062	062	062	063
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 4	Curva 5
Tempo	Medido				
inicial	500	500	500	466	441
1/2 min	501	501	503	464	439
1 min	503	502	503	463	438
2 min	504	502	503	462	437
4 min	504	503	504	461	437
8 min	505	504	504	461	436
15 min	506	505	505	461	435
30 min	507	507	507	461	435
1 h	508	510	510	461	434
2 h	511	515	513	461	434
4 h	513	518	517	460	433
8 h	515	521	519	460	432
24 h	515	523	521	460	432

Tabela B.6 - Dados corrigidos da expansão da mistura SE₆

Solo + 6% Etringita					
Carga	1 kPa		20 kPa		50 kPa
Anel	063	062	062	062	063
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 4	Curva 5
Tempo	Corrigido				
inicial	500	500	500	466	441
1/2 min	-5	-5	-3	-4	-3
1 min	-3	-4	-3	-5	-4
2 min	-2	-4	-3	-6	-5
4 min	-2	-4	-3	-7	-5
8 min	-1	-3	-3	-7	-6
15 min	-1	-2	-2	-7	-7
30 min	0	0	0	-7	-7
1 h	1	3	3	-7	-8
2 h	4	8	6	-7	-8
4 h	6	11	10	-8	-9
8 h	7	13	11	-8	-9
24 h	7	15	13	-8	-9

Tabela B.7 - Valores de expansão da mistura SE₆

Solo + 6% Etringita					
Carga	1 kPa		20 kPa		50 kPa
Anel	063	062	062	062	063
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 4	Curva 5
Tempo	Deformação				
1/2 min	-0,25%	-0,25%	-0,15%	-0,20%	-0,15%
1 min	-0,15%	-0,20%	-0,15%	-0,25%	-0,20%
2 min	-0,10%	-0,20%	-0,15%	-0,30%	-0,25%
4 min	-0,10%	-0,20%	-0,15%	-0,35%	-0,25%
8 min	-0,05%	-0,15%	-0,15%	-0,35%	-0,30%
15 min	-0,05%	-0,10%	-0,10%	-0,35%	-0,35%
30 min	0,00%	0,00%	0,00%	-0,35%	-0,35%
1 h	0,05%	0,15%	0,15%	-0,35%	-0,40%
2 h	0,20%	0,40%	0,30%	-0,35%	-0,40%
4 h	0,30%	0,55%	0,50%	-0,40%	-0,45%
8 h	0,35%	0,65%	0,55%	-0,40%	-0,45%
24 h	0,35%	0,75%	0,65%	-0,40%	-0,45%

Tabela B.8 - Dados do ensaio de expansão da mistura SC₅

Solo + 5% Cimento			
Carga	1 kPa		
Anel	062		
Tempo	Medido	Corrigido	Deformação
inicial	500	500	-
1/2 min	503	-3	-0,15%
1 min	504	-2	-0,10%
2 min	504	-2	-0,10%
4 min	504	-2	-0,10%
8 min	505	-1	-0,05%
15 min	505	-2	-0,10%
30 min	505	-2	-0,10%
1 h	505	-2	-0,10%
2 h	506	-1	-0,05%
4 h	506	-1	-0,05%
8 h	506	-2	-0,10%
24 h	506	-2	-0,10%

Tabela B.9 - Dados do ensaio de expansão da mistura SC₆E₆

Solo +6% Etringita + 6% cimento									
Carga	1 kPa		20 kPa	1 kPa		20 kPa	1 kPa		20 kPa
Anel	062	063	062	062	063	062	062	063	062
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 1	Curva 2	Curva 3
Tempo	Medido			Corrigido			Deformação		
inicial	500	500	481	500	500	481	-	-	-
1/2 min	502	502	481	-4	-4	-2	-0,20%	-0,20%	-0,10%
1 min	502	503	481	-4	-3	-2	-0,20%	-0,15%	-0,10%
2 min	503	505	480	-3	-1	-3	-0,15%	-0,05%	-0,15%
4 min	503	506	480	-3	-1	-3	-0,15%	-0,05%	-0,15%
8 min	504	506	479	-2	-1	-4	-0,10%	-0,05%	-0,20%
15 min	504	507	479	-3	0	-4	-0,15%	0,00%	-0,20%
30 min	505	507	478	-2	0	-5	-0,10%	0,00%	-0,25%
1 h	505	508	477	-2	1	-6	-0,10%	0,05%	-0,30%
2 h	506	508	476	-1	1	-7	-0,05%	0,05%	-0,35%
4 h	506	509	475	-1	2	-8	-0,05%	0,10%	-0,40%
8 h	507	510	475	-1	2	-8	-0,05%	0,10%	-0,40%
24 h	510	514	474	2	6	-9	0,10%	0,30%	-0,45%
30 h	511	515	-	3	7	-	0,15%	0,35%	-
48 h	515	519	-	7	11	-	0,35%	0,55%	-

Tabela B.10 - Dados do ensaio de expansão da mistura SC₅E₅

Solo +5% Etringita + 5% cimento									
Carga	1 kPa		20 kPa	1 kPa		20 kPa	1 kPa		20 kPa
Anel	062	063	063	063	062	063	063	062	063
Curva	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 1	Curva 2	Curva 3	Curva 1	Curva 2	Curva 3
Tempo	Medido			Corrigido			Deformação		
inicial	500	500	477	500	500	477	-	-	-
1/2 min	504	503	475	-2	-3	-4	-0,10%	-0,15%	-0,20%
1 min	504	504	475	-2	-2	-4	-0,10%	-0,10%	-0,20%
2 min	504	505	475	-2	-1	-4	-0,10%	-0,05%	-0,20%
4 min	505	506	474	-1	-1	-5	-0,05%	-0,05%	-0,25%
8 min	505	506	474	-1	-1	-5	-0,05%	-0,05%	-0,25%
15 min	505	507	474	-2	0	-5	-0,10%	0,00%	-0,25%
30 min	505	507	474	-2	0	-5	-0,10%	0,00%	-0,25%
1 h	506	507	474	-1	0	-5	-0,05%	0,00%	-0,25%
2 h	506	508	474	-1	1	-5	-0,05%	0,05%	-0,25%
4 h	507	509	474	0	2	-5	0,00%	0,10%	-0,25%
8 h	507	510	474	-1	2	-5	-0,05%	0,10%	-0,25%
24 h	512	513	474	4	5	-5	0,20%	0,25%	-0,25%
30 h	513	514	-	5	6	-	0,25%	0,30%	-
48 h	515	516	-	7	8	-	0,35%	0,40%	-

Tabela B.11 - Dados do ensaio de expansão com a duração estendida

Carga		1 kPa				
Mistura	SC ₅ E ₅	SC ₆ E ₆	SC ₅ E ₅	SC ₆ E ₆	SC ₅ E ₅	SC ₆ E ₆
Anel	062	063	062	063	062	063
Curva	Curva 4A	Curva 4B	Curva 4A	Curva 4B	Curva 4A	Curva 4B
Tempo	Medido		Corrigido		Deformação	
inicial	500	500	500	500	-	-
1/2 min	503	504	-4	-2	-0,20%	-0,10%
1 min	504	504	-3	-2	-0,15%	-0,10%
2 min	504	505	-3	-2	-0,15%	-0,10%
4 min	504	506	-3	-1	-0,15%	-0,05%
8 min	505	507	-2	0	-0,10%	0,00%
15 min	505	508	-2	1	-0,10%	0,05%
30 min	505	508	-2	1	-0,10%	0,05%
1 h	506	509	-2	1	-0,10%	0,05%
2 h	506	509	-2	1	-0,10%	0,05%
4 h	506	510	-2	2	-0,10%	0,10%
8 h	507	511	-1	3	-0,05%	0,15%
24 h	509	513	1	5	0,05%	0,25%
2 dias	514	517	6	9	0,30%	0,45%
3 dias	518	520	10	12	0,50%	0,60%
4 dias	524	522	16	14	0,80%	0,70%
5 dias	527	526	19	18	0,95%	0,90%
6 dias	531	531	23	23	1,15%	1,15%
7 dias	535	534	27	26	1,35%	1,30%
8 dias	539	536	31	28	1,55%	1,40%
9 dias	542	538	34	30	1,70%	1,50%
10 dias	545	540	37	32	1,85%	1,60%
13 dias	554	547	46	39	2,30%	1,95%
14 dias	556	549	48	41	2,40%	2,05%
15 dias	558	551	50	43	2,50%	2,15%
16 dias	560	552	52	44	2,60%	2,20%
17 dias	562	554	54	46	2,70%	2,30%
18 dias	564	556	56	48	2,80%	2,40%
19 dias	566	557	58	49	2,90%	2,45%
20 dias	568	558	60	50	3,00%	2,50%
21 dias	570	559	62	51	3,10%	2,55%

APÊNDICE C – Índices físicos Corpos de Provas para MEV

Para os ensaios de microscopia eletrônica de varredura foram compactadas amostras das misturas S₀, SC₆, SE₆ e SC₆E₆ e secas em estufa para posteriormente serem fragmentadas nas lascas necessárias para a realização da MEV. Os valores de umidade da compactação de cada mistura estão presentes na Tabela C.1.

Tabela C.1 - Umidade dos CPs utilizados na MEV.

Mistura	MEV							
	SC ₆		SC ₆ E ₆		SE ₆		S ₀	
CAP	017	031	040	48	018	019	004	032
m CAP	17,04	16,29	16,78	18,5	19,79	17,03	16,04	17,06
m CAP + solo w	58,08	41,41	56,28	46,25	65,49	62,16	48,33	46,29
m CAP + solo d	53,65	38,7	52,22	43,39	60,76	57,43	45	43,28
m solo	36,61	22,41	35,44	24,89	40,97	40,4	28,96	26,22
m água	4,43	2,71	4,06	2,86	4,73	4,73	3,33	3,01
W	12,10%	12,09%	11,46%	11,49%	11,55%	11,71%	11,50%	11,48%