



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

DEPARTAMENTO DE GEOTECNIA
Núcleo de Túneis

Proc. 506/11/16680

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE UMA BENTONITE CÁLCICA ADITIVADA

Lisboa • Dezembro de 2007

OAC&T GEOTECNIA

RELATÓRIO 382/2007 – NT

ÍNDICE DE TEXTO

1.	INTRODUÇÃO	1
2.	PROGRAMA DE ENSAIOS	3
3.	MATERIAL ENSAIADO	4
4.	RESULTADOS DOS ENSAIOS	5
4.1.	ANÁLISE GRANULOMÉTRICA.....	5
	EQUIPAMENTO	5
	PROCEDIMENTO.....	5
	RESULTADO	6
4.2.	MASSA VOLÚMICA DAS PARTÍCULAS.....	7
	PROCEDIMENTO.....	7
	RESULTADO	8
4.3.	PERDA AO RUBRO OU PERDA POR CALCINAÇÃO.....	8
	PROCEDIMENTO.....	8
	RESULTADO	8
4.4.	TEOR EM MATÉRIA ORGÂNICA	9
	PROCEDIMENTO.....	9
4.5.	ANÁLISES QUÍMICA E TEXTURAL.....	10
	EQUIPAMENTO	10
	PROCEDIMENTO (Análise textural e EDX)	10
	RESULTADOS.....	11
4.6.	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	14
	PROCEDIMENTO.....	14
	RESULTADOS.....	14
4.7.	CAPACIDADE DE TROCA IÔNICA.....	14
	PROCEDIMENTO.....	14
	RESULTADO	15
4.8.	ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA.....	16
	EQUIPAMENTO	16
	PROCEDIMENTO.....	17
	RESULTADO	17
4.9.	DETERMINAÇÃO DA SUPERFÍCIE ESPECÍFICA PELO MÉTODO BET	18
	EQUIPAMENTO	18
	PROCEDIMENTO.....	18
	RESULTADO	19
4.10.	DETERMINAÇÃO DA SUPERFÍCIE ESPECÍFICA DE ACORDO COM A NORMA NF P 94-068.....	19
	PROCEDIMENTO.....	19
	RESULTADO	19
	COMPARAÇÃO DE RESULTADOS DA DETERMINAÇÃO DA SUPERFÍCIE ESPECÍFICA	20
4.11.	DETERMINAÇÃO DO PH/POTENCIAL REDOX (EH)	20
	EQUIPAMENTO OU ACESSÓRIOS	20
	PROCEDIMENTO.....	20
	RESULTADO	20
4.12.	DETERMINAÇÃO DOS LIMITES DE CONSISTÊNCIA	21
	EQUIPAMENTO	21
	PROCEDIMENTOS	21
	RESULTADOS.....	21
4.13.	ENSAIOS DE EXPANSIBILIDADE	22
	EQUIPAMENTO	22
	PROCEDIMENTO.....	22
	RESULTADOS.....	23
	AGRADECIMENTOS.....	26
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	27

ÍNDICE DE TABELAS

- Tabela 1- Ensaios realizados
- Tabela 2- Distribuição granulométrica da bentonite
- Tabela 3- Resultados do ensaio de perda ao rubro
- Tabela 4- Resultados da determinação do teor em matéria orgânica
- Tabela 5- Composição química (elementos maiores)
- Tabela 6- Composição em minerais
- Tabela 7- Quantidade de catiões na amostra
- Tabela 8- Limites de liquidez e de plasticidade

ÍNDICE DE FIGURAS

- Figura 1 – Amostra após recepção
- Figura 2 – Imagem do equipamento [<http://www.malvern.com>]
- Figura 3 - Fase de calibração do equipamento Mastersizer 2000 utilizado no ensaio
- Figura 4 – Curva granulométrica da bentonite sódica
- Figura 5 - Aspecto da amostra ao longo da sequência de ensaio
- Figura 6 - Vista geral do microscópio Jeol JSM-T330A
- Figura 7 – Execução de agregados orientados
- Figura 8 - Banho a ouro da amostra
- Figura 9 – Composição comparativa em óxidos
- Figura 10 – Imagem ampliada da bentonite (amostra integral), após moagem
- Figura 11 – Imagem ampliada da bentonite (amostra integral), após moagem
- Figura 12 - Início da lavagem da amostra com álcool etílico
- Figura 13 - Destilação da amostra
- Figura 14 - Titulação do destilado através da adição de HCL
- Figura 15 - Equipamento de espectrometria utilizado
- Figura 16 - Quantidade de catiões na amostra
- Figura 17 – Amostras saturadas no final do ensaio
- Figura 18 - Vista geral do equipamento de ensaio
- Figura 19 – Posicionamento da bentonite na Carta de Plasticidade
- Figura 20 – Aspecto do aparelho com a alonga em posição
- Figura 21 – Aspecto da montagem experimental de ambos os ensaios
- Figura 22 – Curvas cronológicas de expansão
- Figura 23 – Curvas cronológicas de expansão relativa

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo – Boletins de Ensaio

1. INTRODUÇÃO

As bentonites representam um elemento fundamental na prática corrente em Geotecnia. A sua utilização, mesmo se em pequena quantidade, no melhoramento de terrenos tem vindo a tornar-se corrente, porque vantajosa, na preparação de caldas de diversas naturezas.

A sua utilização criteriosa – quer do ponto de vista do respectivo desempenho, quer do ponto de vista financeiro e, ainda, do ponto de vista ambiental – depende fundamentalmente da adequação das suas características ao papel para elas idealizado.

A avaliação da sua adequação é, no entanto, frequentemente dificultada pela exiguidade de informação técnica disponibilizada sobre as bentonites comerciais.

Antevê-se que o processo de selecção, em primeiro lugar, da composição das caldas e, depois, dos parâmetros vigentes na sua aplicação, evolua tecnologicamente, por forma a que a caracterização prévia da bentonite seja muito vantajosa.

Neste Relatório apresentam-se os resultados da caracterização duma bentonite cálcica aditivada, industrialmente conhecida por “Bentonite 2S”, proveniente de Beijing, na China. Esta bentonite era fornecida pela firma A. Agostinho, Químicos e Minerais Unipessoal, Lda. Esta amostra foi recolhida aquando da execução da Barragem de St^a Justa e apresentava-se num saco de 50 kg. Não se pretende analisar nem fundamentar os métodos experimentais utilizados na caracterização desta bentonite, o que será efectuado em Relatório posterior.

Naquela caracterização seguiram-se diversos critérios mineralógicos e físico-químicos através de um programa laboratorial amplo. Este programa foi idealizado como primeiro passo para futuros trabalhos de caracterização laboratorial e de campo de caldas de cimento-bentonite, sob os pontos de vista da avaliação dos ganhos nas propriedades hidráulicas e mecânicas dos terrenos e do controle de técnicas de execução.

O programa de ensaios só foi possível graças à participação conjunta de diversos Laboratórios, de que se destacam especialmente os exteriores ao LNEC:

- Laboratório do Departamento de Ciências da Terra (DCT) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL), com a colaboração do Engenheiro Carlos Galhano;

- Laboratório do Departamento de Geologia da Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, com a colaboração da Professora Isabel Moitinho de Almeida e da técnica Sandra.

- Laboratório de Caracterização de Geomateriais do Departamento de Geotecnia do LNEC;

- Laboratório de Geotecnia Ambiental do Departamento de Geotecnia do LNEC;

- Laboratório de Rochas Ornamentais do Departamento de Materiais do LNEC;

- Laboratório de Ensaaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos do Departamento de Materiais do LNEC;

- Laboratório de Ensaaios de Betões e Cimentos do Departamento de Materiais do LNEC;

2. PROGRAMA DE ENSAIOS

O programa de ensaios cujos resultados se apresentam, visou a caracterização textural, química e mineralógica da bentonite. Desse programa constam os ensaios apresentados na Tabela 1, na qual se listam ainda as normas utilizadas e os respectivos objectivos.

Tabela 1 - Ensaios realizados

Ensaio	Norma(s) utilizada(s)	Resultado
Análise Granulométrica	*	Distribuição granulométrica.
Massa volúmica das partículas	LNEC E 64 -1979 NP 83 - 1965	Massa volúmica das partículas.
Microscópio Electrónico de Varrimento (EDS)	*	Análise Textural e Análise Química
Difracção de raios-X (DRX)	*	Quantificação percentual dos minerais presentes.
Perda ao Rubro	*	Percentagem em carbonatos presentes.
Matéria orgânica	*	Teor em matéria orgânica
Ensaio de pH	*	pH / Potencial Redox
Limites de Consistência	LNEC NP 143 -1969 BS 1377:Part2:1990	Limite de Liquidez Limite de Plasticidade Índice de Plasticidade
Expansibilidade	LNEC E 200 - 1967	Variação de volume por absorção de água.
Superfície Específica por Absorção de Azul Metileno	*	Obtenção da Superfície Específica.
Superfície Específica pelo Método BET	*	
Superfície Específica pela Norma Francesa	NF P 94-068	
Capacidade de Troca Iónica por Acetato de Amónio.	*	Capacidade de troca iónica.
Espectrometria de Absorção Atómica	*	Saber quais os iões (catiões) mais trocados e respectiva quantidade.

* Procedimentos internos inerentes aos equipamentos utilizados, ensaios comuns para solos desta natureza

3. MATERIAL ENSAIADO

Conforme mencionado, neste Relatório apresentam-se os resultados da caracterização laboratorial duma bentonite cálcica comercial, “Bentonite 2S”, proveniente de Beijing, na China. Esta bentonite era fornecida, à data da recolha da amostra, pela firma A. Agostinho, Químicos e Minerais Unipessoal, Lda.

A fórmula química empírica das bentonites é $\text{Na}_{0.2}\text{Ca}_{0.1}\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_{10}$. Na Figura 1 apresenta-se uma fotografia de parte da amostra após a sua recepção. Trata-se de uma bentonite de cor branca.

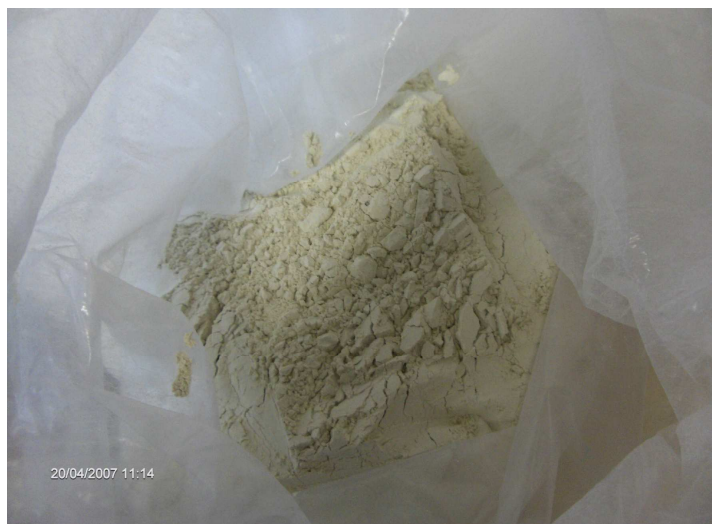


Figura 1 – Amostra após recepção

4. RESULTADOS DOS ENSAIOS

4.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Após diversas tentativas de análise granulométrica da bentonite por sedimentação baseada na lei de Stokes, foi concluído não ser viável o recurso a este método, dada, por um lado, a dificuldade de dispersão da amostra e da consequente dificuldade da sua estabilização para aplicação daquela lei e, por outro, a reduzida dimensão típica das partículas da amostra. De facto, por a amostra se apresentar já moída e as dimensões das partículas serem maioritariamente inferiores a 2 μm , optou-se pelo recurso a uma técnica de ensaio por difracção de raios laser.

Este ensaio foi efectuado na Faculdade de Ciências de Lisboa, no Departamento de Geologia.

EQUIPAMENTO

Recorreu-se ao equipamento Mastersizer 2000 da Malvern Instruments, com uma unidade de dispersão via húmida, o Hydro 2000MU (cf. Figura 2). Este equipamento permite a caracterização granulométrica de suspensões de partículas com dimensão entre 20 nm e 2000 μm com base na aplicação da teoria da difracção de Mie [Kortum, 1969], segundo a Norma ISO13320-1 (1999).



Figura 2 – Imagem do equipamento [<http://www.malvern.com>]

PROCEDIMENTO

Em primeiro lugar, preparou-se uma solução de 0,6 g de bentonite em água desionizada, a qual foi agitada através de ultra-sons. Com o objectivo de desflocular a solução

foi-lhe adicionado hexametáfosfato de sódio, após o que se procedeu de novo à sua agitação. A solução permaneceu em repouso durante 24 h, previamente ao ensaio.

Adicionou-se num copo de vidro uma quantidade de água desionizada entre 700 a 800 ml para calibração do equipamento, conseguida pela difracção de raios laser na água desionizada (cf. Figura 3). De seguida, a solução foi colocada no copo para ensaio. Somente uma reduzida parte da amostra foi efectivamente analisada, após ser sugada para o interior de uma lamela na qual ocorre a difracção.

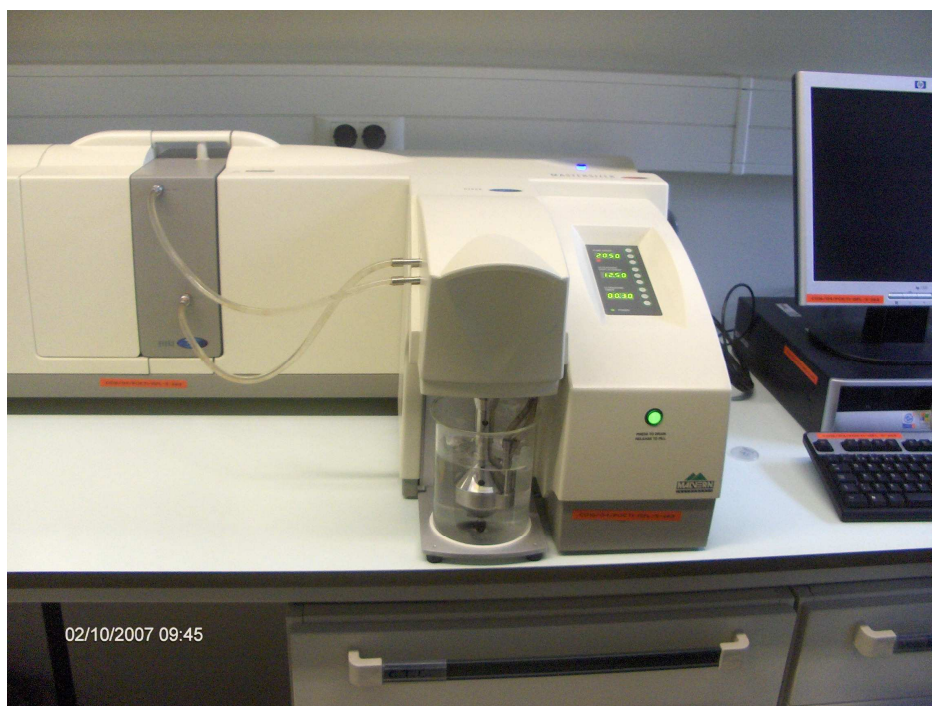


Figura 3 - Fase de calibração do equipamento Mastersizer 2000 utilizado no ensaio

RESULTADO

O resultado directo do ensaio é a média (cf. Figura 4) de cinco histogramas de dimensões das partículas que se apresentam no Anexo. O cálculo da curva cumulativa de frequências relativas constitui o resultado derivado do ensaio, isto é, a curva de distribuição granulométrica. As dimensões encontradas situam-se entre 0,5 μm e 800 μm . Os diâmetros notáveis da bentonite são os seguintes: $D_{10}=0,9 \mu\text{m}$, $D_{30}=2,4 \mu\text{m}$, $D_{50}=5,3 \mu\text{m}$ e $D_{60}=8,6 \mu\text{m}$. A incerteza máxima na estimativa do diâmetro mediano é de 1% (isto é, 0,053 μm), de acordo com o Manual de Instruções do dispositivo.

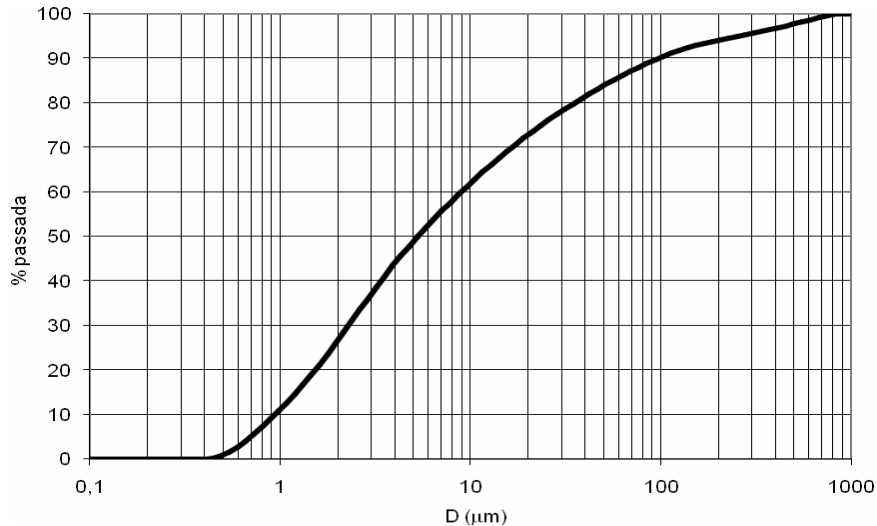


Figura 4 – Curva granulométrica da bentonite cálcica

As percentagens acumuladas correspondentes aos diâmetros definidos na Especificação LNEC E 196 - 1966, “Análise Granulométrica de Solos”, são apresentadas na Tabela seguinte.

Tabela 2 - Distribuição granulométrica da bentonite

Dimensão (mm)	% Passada	Dimensão (mm)	% Passada
0,001	0	0,105 (#140)	62,852
0,003	0	0,177 (#80)	72,121
0,007	5,557	0,250 (#60)	76,157
0,01	12,698	0,420 (#40)	82,033
0,014	18,878	0,841 (#20)	88,842
0,024	31,093	2,0 (#10)	94,183
0,038	43,47	4,76 (#4)	97,756
0,054	49,97	9,52 (#3/8)”	100
0,074 (#200)	57,637		

Apresenta-se no Anexo o resultado directo de cada determinação e o histograma médio obtido.

4.2. MASSA VOLÚMICA DAS PARTÍCULAS

PROCEDIMENTO

Recorreu-se inicialmente à norma NP-83 de 1965, mas os resultados assim obtidos suscitaram dúvidas devido à grande discrepância com os valores das densidades correntemente obtidos para estes materiais. Optou-se, por isso, por recorrer a um método alternativo. O método escolhido foi o da especificação LNEC “E 64-1979 – Cimentos – Determinação da Massa Volúmica”. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Ensaios de Betões e Cimentos do Departamento de Materiais do LNEC. Na aplicação da Especificação LNEC E 64-1979, importa referir que o líquido auxiliar utilizado foi o petróleo.

RESULTADO

O resultado obtido foi 2,43 g/cm³ para esta amostra. Apresentam-se no Anexo os respectivos boletins de ensaio.

4.3. PERDA AO RUBRO OU PERDA POR CALCINAÇÃO

Este ensaio foi realizado no Laboratório do Departamento de Ciências da Terra da FCT/UNL.

PROCEDIMENTO

A massa da amostra ensaiada foi de 12 g, repartida por três cadinhos. Seguiu-se o procedimento interno do Laboratório, segundo o qual as amostras foram previamente secas à temperatura de 110° C e, após pesagem, submetidas à temperatura de 1000° C durante três horas e posteriormente arrefecidas para determinação da perda de massa.

RESULTADO

Na Tabela 3 apresentam-se os resultados relativos a cada cadinho. O resultado do ensaio é o valor médio das determinações de cada cadinho, calculadas através da equação:

$$P.R.(%) = \frac{Massa_{110^{\circ}C} - Massa_{1000^{\circ}C}}{Massa_{1000^{\circ}C} - Tara} \times 100$$

O valor obtido de 6,5% (cf. Tabela 3) representa, em conjunto, o teor em carbonatos, o teor em matéria orgânica e a água intercrystalina presentes na amostra. Na Figura 5 pode ser observada a evolução do material entre o estado original e o estado final, após a perda ao rubro.

Tabela 3 – Resultados do ensaio de perda ao rubro

Cadinhos nº	Tara (g)	Massa a 110°(g)	Massa a 1000° (g)	Perda ao Rubro (%P.R.)
V	29,317	40,073	39,425	6,408
1	22,166	32,823	32,181	6,411
A4	56,628	67,397	66,735	6,554
Valor médio:				6,5

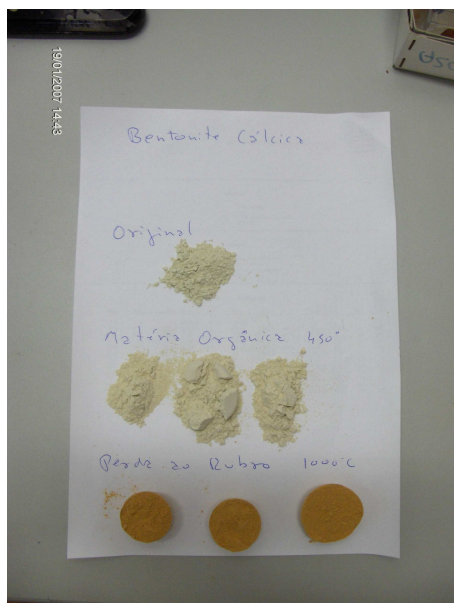


Figura 5 - Aspecto da amostra ao longo da sequência de ensaio

4.4. TEOR EM MATÉRIA ORGÂNICA

PROCEDIMENTO

A metodologia utilizada neste ensaio foi o método da queima. O procedimento deste ensaio é idêntico ao da determinação por perda ao rubro, pelo que apenas se referirá aqui somente o que é supletivo neste ensaio.

Resumidamente, após a secagem de 12 g de bentonite a 110° C e sua pesagem registaram-se os valores individuais dos cadinhos, colocando-os numa mufla regulada para a temperatura de 450° C. Após permanência de três horas sob esta temperatura seguiu-se um procedimento equivalente ao da perda ao rubro, nesta fase.

Tabela 4 – Resultados da determinação do teor em matéria orgânica

Cadinho	Tara (g)	Massa a 110°(g)	Massa a 450° (g)	Massa a 110°- Tara	Massa a 450°-Tara	Matéria Orgânica	% Matéria Orgânica
B1	33,218	44,204	44,113	10,986	10,895	0,091	0,828
51	26,715	37,414	37,325	10,699	10,610	0,089	0,832
12	37,36	48,047	47,966	10,687	10,606	0,081	0,758
						Valor médio :	0,8

O valor do Teor em Matéria Orgânica é dado pela seguinte expressão:

$$M.O(\%) = \frac{\text{Massa}_{450^{\circ}\text{C}}}{\text{Massa}_{110^{\circ}\text{C}}} \times 100$$

O Teor em Matéria Orgânica presente nesta bentonite é insignificante, aproximadamente 0,8%.

Conforme se pode observar na Figura 5, a amostra, após ter sido sujeita a uma temperatura de 450 °C (para obtenção da matéria orgânica), apresenta uma cor mais intensa que a amostra original e, após ter sido submetida a 1000 °C (obtenção da perda ao rubro), apresenta uma cor muito mais escura devido à sua calcinação.

4.5. ANÁLISES QUÍMICA E TEXTURAL

Este ensaio foi realizado no Laboratório do Departamento de Ciências da Terra da FCT/UNL.

EQUIPAMENTO

Foi utilizado um microscópio electrónico de varrimento (Jeol JSM-T330A, incluindo computador com software incorporado) para a realização da análise textural através de ampliação de imagem e, ainda, efectuar a análise química por energia dispersiva de raios-X, EDX. Trata-se de um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação (até 300.000 vezes) com resolução $\pm 0.01\%$ (cf. Figura 6). O EDX é um acessório essencial no estudo de caracterização microscópica de materiais. Permite a análise química de elementos maiores, e obter o teor e o tipo de óxidos constituintes de uma amostra.

Para efectuar o banho a ouro da amostra foi utilizada uma unidade Polaron Equipment LTD, SEM coating unit E5000 (cf. Figura 9).



Figura 6 - Vista geral do microscópio Jeol JSM-T330A

PROCEDIMENTO (ANÁLISE TEXTURAL E EDX)

Estes ensaios foram efectuados de duas formas distintas. Na primeira, utilizou-se a amostra integral e, na outra, utilizou-se a fracção mais fina através da preparação de uma lâmina delgada orientada.

Em primeiro lugar, para efectuar uma observação de uma amostra no microscópio de varrimento houve que previamente preparar as amostras a analisar. Esta preparação pode ser conseguida em lâminas (cf. Figura 7) ou no estado sólido (cf. Figura 8). No primeiro caso, quer a visualização quer a análise do EDX, são referentes apenas à fracção fina da amostra (< 2 μm).

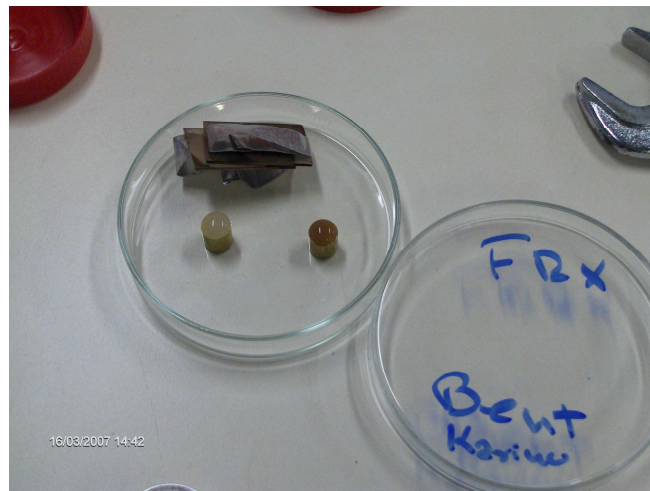


Figura 7 – Execução de agregados orientados

Antes de se iniciar a visualização/análise microscópica, a amostra foi banhada em ouro (Au) para obtenção de imagens com melhor definição (cf. Figura 8).



Figura 8 - Banho a ouro da amostra

RESULTADOS

A análise química dos elementos maiores, efectuada com a amostra integral e com a preparação de agregados orientados, conduziu às composições listadas na Tabela 5 e apresentadas na Figura 9.

Tabela 5 – Composição química (elementos maiores)

Fórmula	Am. Geral	Lâmina
	Ox%	
PR	6,5	-
Na ₂ O	3,62	2,48
MgO	3,13	3,52
Al ₂ O ₃	14	18,90
SiO ₂	66,18	65,35
P ₂ O ₅	1,01	0,19
SO ₃	1,72	-
K ₂ O	0,37	0,09
CaO	1,36	1,76
TiO ₂	0,58	0,47
MnO	0,65	0,51
Fe ₂ O ₃	0,81	6,49
ZrO ₂	0,5	0,23
Somatório	100,4	100,00

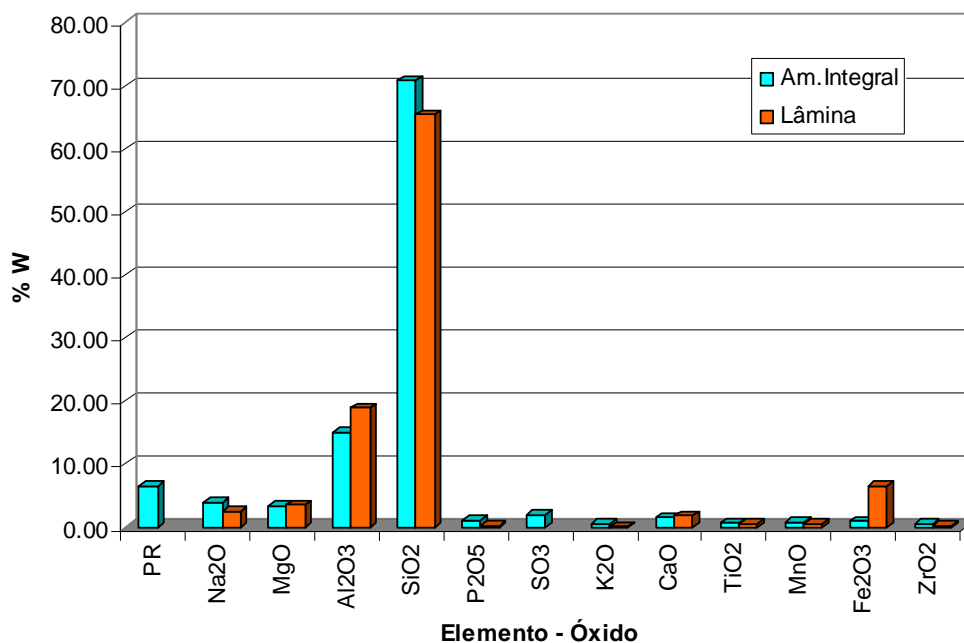


Figura 9 – Composição comparativa em óxidos

Na amostra integral verifica-se que em termos de elementos maiores nela presentes os mais abundantes são o SiO₂, o Al₂O₃, o Fe₂O₃, o MgO e o Na₂O. Verifica-se ainda, que a percentagem de sódio presente na amostra é superior à de cálcio, confirmando-se, assim, tratar-se de uma bentonite cálcica, aditivada com sódio. Da análise da fracção fina (lâmina), constata-se que os elementos maiores presentes em maior abundância são o SiO₂, o Al₂O₃, o

Fe_2O_3 , o MgO e o Na_2O . Nesta fracção, a preponderância dos óxidos de sódio relativamente aos óxidos de cálcio é praticamente a idêntica.

Pela análise das imagens obtidas pelo microscópio de varrimento a grande ampliação, verificamos que esta amostra apresenta uma textura homogénea, intermédia entre alveolar e foliada. Trata-se de uma textura típica das bentonites, em forma de flocos.

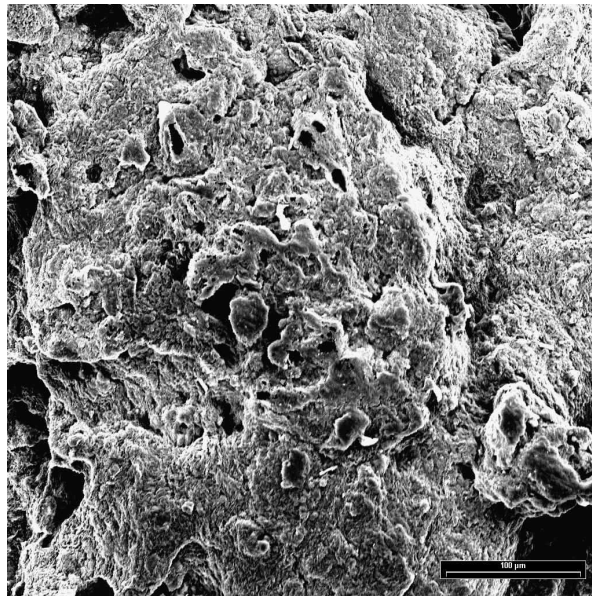


Figura 10 – Imagem ampliada da bentonite (amostra integral), após moagem.

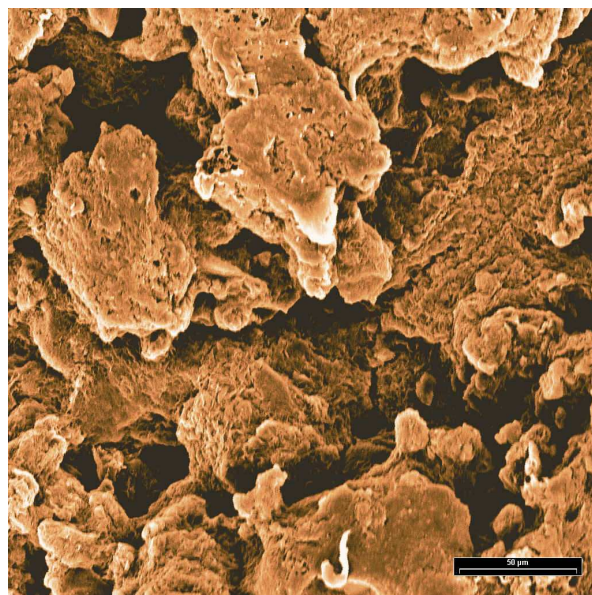


Figura 11 – Imagem ampliada da bentonite (amostra integral), após moagem

4.6. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos do Departamento de Materiais do LNEC e no Laboratório do Departamento de Geologia da FCL.

PROCEDIMENTO

Como descrito no boletim de ensaio incluído no Anexo.

RESULTADOS

Da análise dos difractogramas, obtiveram-se os resultados constantes na Tabela 6. Verifica-se que o mineral com maior representatividade na amostra pertence ao grupo das Esmectites (possivelmente Montmorillonite), seguindo-se a Anórtite e a Aloisite.

Tabela 6 – Composição em minerais

Bentonite Cálcica Aditivada				
Mineral	Área (cm ²)	Poder Reflector	Área corrigida (Área/Poder Reflector)	% de Mineral presente
Esmectite(E)	2,3	1	2,300	71,791
Aloisite	0,09	0,4	0,225	7,023
Anórtite (A n)	0,795	2	0,398	12,407
Quartzo (Q)	0,1725	2	0,086	2,692
Calcite (C)	0,06	1	0,060	1,873
Cristobalite (Cr)	0,27	2	0,135	4,214
Área total =			3,204	100

4.7. CAPACIDADE DE TROCA IÓNICA

Este ensaio foi realizado no Departamento de Ciências da Terra da FCT/UNL.

PROCEDIMENTO

Pesou-se 10 g de amostra e deixou-se saturar durante 24 h (mínimo) em acetato de amónio a 1N na quantidade de 200 ml, num copo de 300 ou 400 ml. A amostra foi misturada por diversas vezes ao longo do tempo de saturação. Colocou-se a amostra num funil de decantação, previamente revestido com papel de filtro MN64d e diâmetro de 12,5 cm.

Introduziu-se a ponta do funil numa rolha própria de vedação dum Erlenmeyer de sucção (ou frasco de Bucher) ligado a uma bomba. Humedeceu-se o papel de filtro com álcool e colocou-se a amostra sobre o papel e iniciou-se a lavagem com álcool (cf. Figura 12).

Foram recolhidas algumas gotas para uma pequena proveta e adicionadas umas gotas do reagente de Nessler. Após o produto da lavagem ter apresentado uma cor amarela clara translúcida (a cor do reagente) deu-se por terminada a lavagem da amostra.

Seguidamente, colocou-se cuidadosamente, de forma a não haver perdas, a amostra e o papel de filtro dentro do balão de destilação de 1000 ml. Adicionou-se 2 g de Óxido de Magnésio (MgO) (com máximo de 0,001% de SO₂) e 200 ml de água destilada.

Colocou-se 50 ml de Ácido Bórico e 4 ou 5 gotas de indicador verde de Bromocresol 0,1% num frasco Erlenmeyer de 250 ml. Montou-se o sistema de destilação (cf. Figura 15), ficando o balão de destilação ligado à serpentina por um cotovelo de vidro. Montou-se, na outra extremidade, uma saída de bico em vidro que foi introduzida no frasco Erlenmeyer.

Após ter-se atingido 150 ml de destilado, levou-se o frasco Erlenmeyer a uma bureta cheia de HCl e iniciou-se a titulação do destilado (vidé Figura 16), leu-se e registou-se o valor inicial, identificou-se o instante de mudança da cor de azul para verde, designado por ponto de viragem, e registou-se a quantidade em HCl recolhida no frasco Erlenmeyer. Esta quantidade é numericamente igual ao valor de CTC expresso em meq/100 g.

RESULTADO

O CTC médio obtido para esta amostra foi de 41,8 meq/100g.



Figura 12 - Início da lavagem da amostra com álcool etílico



Figura 13 - Destilação da amostra



Figura 14 - Titulação do destilado através da adição de HCL

4.8. ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO ATÓMICA

Este ensaio foi realizado no Laboratório do Departamento de Ciências da Terra da FCT/UNL.

EQUIPAMENTO

Foi utilizado um espectroscópio AAnalyst 300 da PerkinElmer Instruments (cf. Figura 15) acoplado a um computador pessoal com software específico.



Figura 15 - Equipamento de espectrometria utilizado

PROCEDIMENTO

O objecto do ensaio foi o produto da lavagem da bentonite com álcool. Colocou-se o produto da lavagem na estufa a 110°C até evaporar todo o álcool. Após a evaporação ao resíduo resultante adicionou-se água destilada para a diluição deste.

Após a calibração do equipamento (recta padrão do elemento a ensaiar), iniciou-se a análise da amostra. Assim, obteve-se a quantidade dos catiões (iões) trocados no ensaio de CTC anteriormente realizado.

RESULTADO

A quantidade (expressa em ppm) dos iões (catiões) trocados nesta amostra é representada na Tabela 7 e na Figura 16.

Tabela 7 – Quantidade de catiões na amostra

Catião	ppm
Si	15,45
Ca	65,64
Al	4,54
Mg	38,75
Na	< 0,01

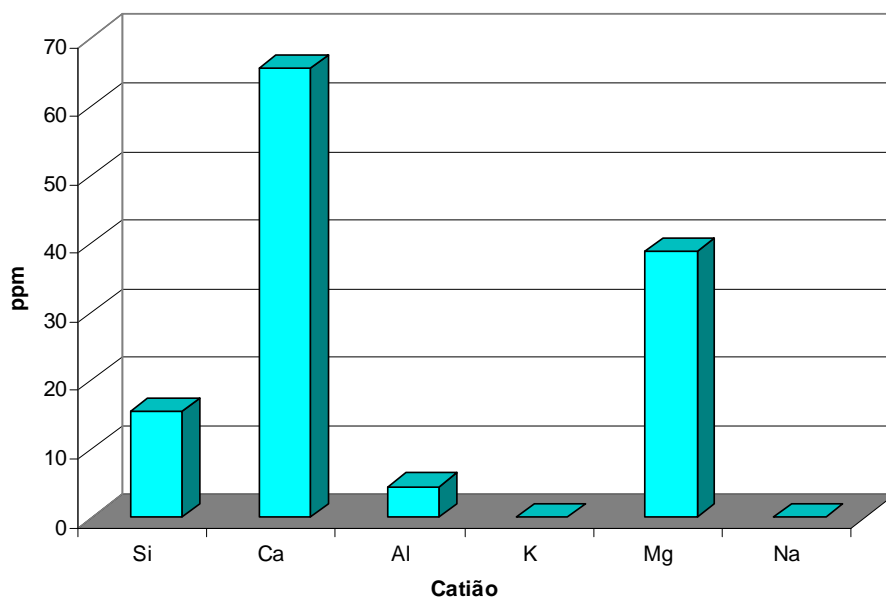


Figura 16 - Quantidade de catiões na amostra

4.9. DETERMINAÇÃO DA SUPERFÍCIE ESPECÍFICA PELO MÉTODO BET

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Ensaio de Rochas Ornamentais do Departamento de Materiais do LNEC.

EQUIPAMENTO

Foi utilizado um Equipamento BET (AUTOSORB-1) conectado a um computador com software específico (vidé Figura 18).

PROCEDIMENTO

Em primeiro lugar, secou-se a amostra e tomou-se 1 g de material o qual foi colocado no porta-amostra para aplicação de vácuo. Após a estabilização desta etapa, que nesta amostra foi morosa (possivelmente devido à elevada porosidade da amostra), foi então iniciada a adsorção de azoto líquido.



Figura 18 - Vista geral do equipamento de ensaio

RESULTADO

O valor médio da superfície específica obtido foi de 33,5 m²/g, como se documenta no boletim de ensaio apresentado no Anexo.

4.10. DETERMINAÇÃO DA SUPERFÍCIE ESPECÍFICA DE ACORDO COM A NORMA NF P 94-068

Esta determinação foi realizada no Laboratório de Geotecnia Ambiental do Departamento de Geotecnia do LNEC.

PROCEDIMENTO

As condições de ensaio e procedimentos estão descritos na Norma NF P 94-068.

RESULTADO

Conforme o boletim de ensaio apresentado em Anexo, obteve-se o valor de Superfície Específica de 688 m²/g de acordo com a expressão

$$SE = 20,93 \times VBS \text{ (m}^2 \text{ / g)}$$

onde VBS representa o valor de azul metileno do solo.

COMPARAÇÃO DE RESULTADOS DA DETERMINAÇÃO DA SUPERFÍCIE ESPECÍFICA

O cálculo da SE pelos dois métodos apresenta contraste significativo. Tal discrepância será alvo de interpretação num Relatório subsequente relativo à análise das metodologias experimentais.

4.11. DETERMINAÇÃO DO PH/POTENCIAL REDOX (EH)

Este ensaio foi realizado no Laboratório do Departamento de Ciências da Terra da FCT/UNL.

EQUIPAMENTO OU ACESSÓRIOS

Um agitador mecânico, um eléctrodo combinado de pH e registador de pH, e soluções padrão com pH conhecido para calibração do medidor de pH.

PROCEDIMENTO

O pH foi medido com um aparelho Crison-Hana (HI 8014) com a capacidade de medição do Potencial Redox, calibrado com soluções-padrão de valores de pH de 4,0 e 7,2. A temperatura ambiente era de 29 °C.

Em primeiro lugar, adicionou-se num copo de 100 ml de água desionizada e 10 g de bentonite previamente seca na estufa. A suspensão formada foi bem agitada durante alguns segundos. Realça-se que se permitiu a hidratação da amostra durante pelo menos uma semana e, só depois, se efectuou a leitura do pH.

Finda a hidratação, a amostra foi de novo agitada fortemente e deixada repousar durante poucos segundos, após o que o eléctrodo de vidro foi introduzido na suspensão para leitura do valor do pH.

RESULTADO

O pH obtido para esta amostra foi de 10,31 e o seu Eh foi de -218,7 mV. Estes resultados correspondem à média de várias leituras.

4.12. DETERMINAÇÃO DOS LIMITES DE CONSISTÊNCIA

Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Caracterização de Geomateriais do Departamento de Geotecnia do LNEC.

EQUIPAMENTO

Foram utilizados a concha de Casagrande e o cone penetrómetro (“fall cone”).

PROCEDIMENTOS

Os procedimentos seguidos nestes ensaios foram os estabelecidos na Norma LNEC NP-143 de 1969 e, no que concerne a determinação do limite de liquidez pelo método com recurso ao cone penetrómetro (“fall cone test”), na Norma BS 1377:Part 2:1990.

RESULTADOS

Na Tabela 8 apresentam-se os resultados obtidos através da utilização das duas normas. Por sua vez, na Figura 19 representam-se os resultados obtidos, na Carta de Plasticidade dos solos finos.

TABELA 8 – Limites de liquidez e de plasticidade

NORMA	LL (%)	LP (%)	IP (%)
LNEC NP-143	655	114,3	540,7
BS 1377:Part 2:1990	668,9		554,6

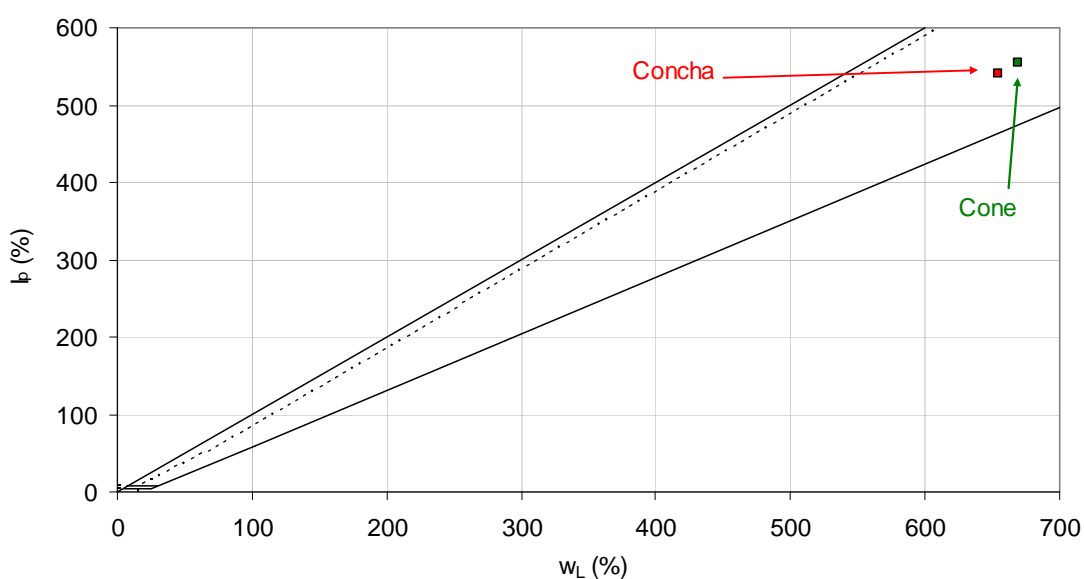


Figura 19 – Posicionamento da bentonite na Carta de Plasticidade

4.13. ENSAIOS DE EXPANSIBILIDADE

Os ensaios de expansibilidade decorreram no Laboratório de Caracterização de Geomateriais do Departamento de Geotecnia do LNEC.

EQUIPAMENTO

Para a realização deste ensaio foram utilizados dois aparelhos para determinação da expansibilidade e um pilão de compactação, de acordo com o prescrito na Especificação seguidamente indicada.

PROCEDIMENTO

O ensaio decorreu de acordo com a Especificação LNEC E 200 – 1967. Dada a expectável expansibilidade da bentonite foi colocada uma alonga no molde de modo a impedir o extravasamento do material do provete em fases adiantadas do ensaio (cf. Figura 20)



Figura 20 – Aspecto do aparelho com a alonga em posição

Com a preocupação de diminuir erros experimentais, optou-se por realizar dois ensaios em idênticas condições (vidé Figura 21), os quais decorreram ao longo de três meses.



Figura 21 – Aspecto da montagem experimental de ambos os ensaios

RESULTADOS

Representam-se nas Figuras 22 e 23 as curvas cronológicas de expansão de ambos os ensaios. A expansão média relativa atingida no final do ensaio é de 217%. A incerteza associada aos resultados é de cinco milésimas de milímetro, valor correspondente a meia divisão da escala dos deflectómetros.

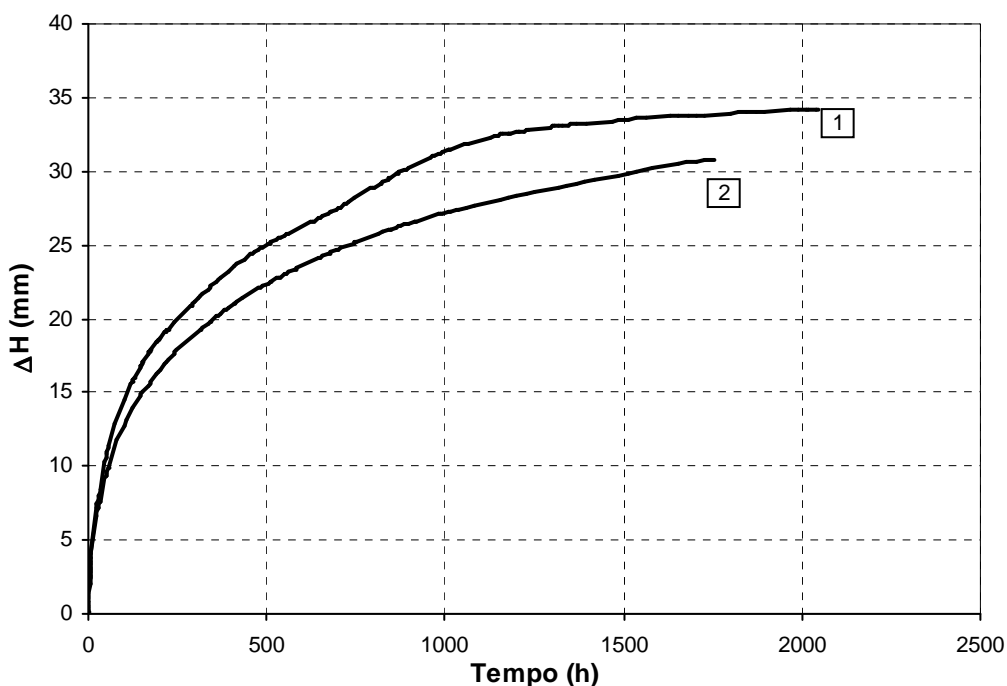


Figura 22 – Curvas cronológicas de expansão

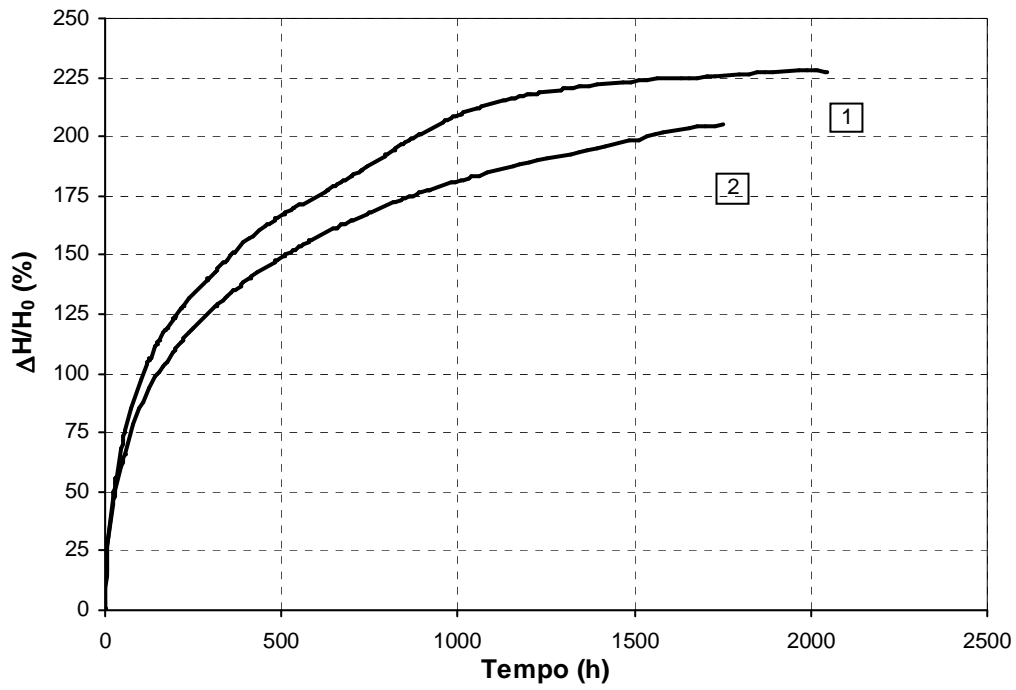


Figura 23 – Curvas cronológicas de expansão relativa

Agradecimentos

Para além da colaboração exterior mencionada no início do Relatório, cumpre mencionar e agradecer a colaboração dos técnicos do LNEC João Balsinha (DM/NB), António Cardoso (DG/NBOA), Susana Couto (DM/NMM), Amílcar Gonçalves (DG/NBOA), Luís Nunes (DM/NBC), Amélia Reis (DG/NBOA), do Estagiário Jair Rodrigues (DG/NBOA) e dos Investigadores António Roque (DG/NGEA) e Santos Silva (DM/NMM).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ESPECIFICAÇÕES OU NORMAS

Especificação LNEC E 64-1979, Cimentos – Determinação da Massa Volúmica.

Norma Portuguesa, NP-83 de 1965, Solos – Determinação da Densidade Partículas.

Norma Francesa NF P 94-068 de 1993 – Mesure de la quantité et de l'activité de la fraction argileuse.

Norma Portuguesa, NP-143 de 1963 – Limites de Consistência.

British Standard, BS 1377:Part 2:1990 - Liquid Limit Fall Cone.

Especificação LNEC E 200-1967 – Solos – Ensaio de Expansibilidade.

Norma ISO13320-1:1999 – Particle size analysis. Laser diffraction methods. General principles.

OBRAS BIBLIOGRÁFICAS

Bello, Jorge Alejo Pinzon (1997). “Superficie Especifica de una Bentonita mediante la adsorción de Azul de Metileno”. Revista Colombiana de Química(1997) Volume 26, nº 1.

Galhano, António Carlos (1999). “Relações entre as Propriedades Geotécnicas, Mineralógicas e Geoquímicas das Argilas e Lodos da Região de Aveiro”, Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade de Aveiro.

Gomes, Celso Figueiredo (1988). “Argilas o que são e para que servem”. Fundação Callouste Gulbenkian.

Kortum, G. (1969) “Reflectance Spectroscopy, Principles, Methods, Applications” Springer-Verlag, Berlin

Lapa, A.J.R. (1965). “A Bentonite”. Separata do Vol. 2, nº4, do Boletim de Minas.

Mineral Powder Diffraction File. Data Book. Published by the JCPDS. International Centre for Diffraction Data.

SÍTIOS NA INTERNET

Sítio, <http://www.webmineral.com> – Consulta efectuada entre Março e Outubro de 2007

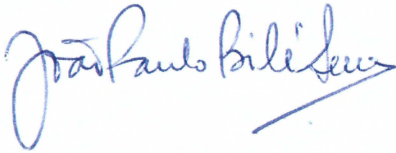
Sítio, <http://www.malvern.com> – Malvern Instruments

Lisboa e Laboratório Nacional de Engenharia Civil, em Dezembro de 2007

Vistos

Autoria

O Chefe do Núcleo de Túneis

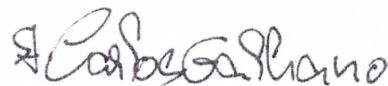


João Bilé Serra

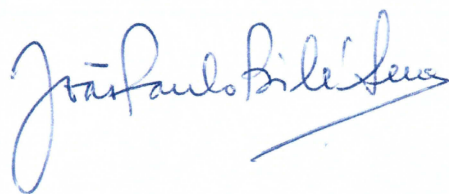


Karino Amade
Engenheiro Geólogo
Estagiário do Núcleo de Túneis

~~O~~ Director do Departamento de Geotecnia



A. Carlos Galhano
Engenheiro Geólogo
Assistente da
Faculdade de Ciências e Tecnologia da
Universidade Nova de Lisboa



João Bilé Serra
Investigador Principal

ANEXO

Boletins de Ensaio

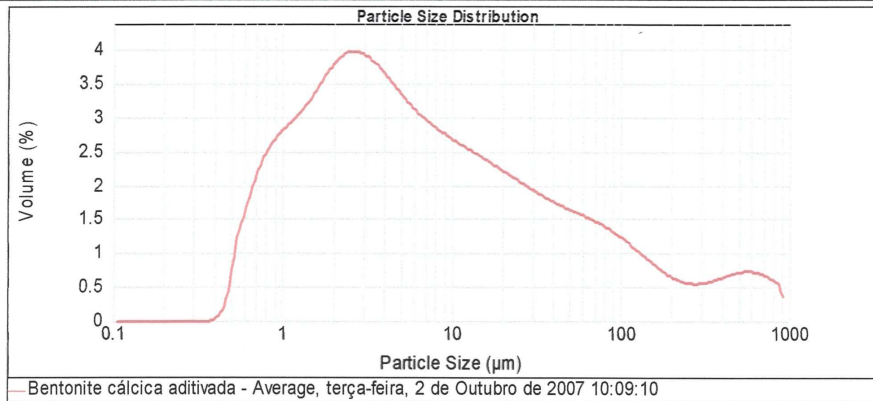
Página propositadamente em branco



Result Analysis Report

Sample Name: Bentonite cálcica aditivada - Average	SOP Name:	Measured: terça-feira, 2 de Outubro de 2007 10:09:10	
Sample Source & type:	Measured by: Administrador	Analysed: terça-feira, 2 de Outubro de 2007 10:09:11	
Sample bulk lot ref:	Result Source: Averaged		
Particle Name: Default	Accessory Name: Hydro 2000MU (A)	Analysis model: General purpose	Sensitivity: Normal
Particle RI: 1.520	Absorption: 0.1	Size range: 0.100 to 1000.000 um	Obscuration: 13.37 %
Dispersant Name: Water	Dispersant RI: 1.330	Weighted Residual: 1.294 %	Result Emulation: Off
Concentration: 0.0064 %Vol	Span : 18.255	Uniformity: 7.9	Result units: Volume
Specific Surface Area: 2.05 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 2.920 um	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 48.274 um	

d(0.1): 1.032 um d(0.5): 5.808 um d(0.9): 107.051 um



Bentonite cálcica aditivada - Average, terça-feira, 2 de Outubro de 2007 10:09:10

Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %	Size (µm)	Volume In %
0.100	0.00	0.538	0.89	2.900	2.55	15.614	1.52	84.081	0.86	452.768	0.45
0.110	0.00	0.596	1.11	3.202	2.49	17.240	1.48	92.835	0.82	499.903	0.47
0.122	0.00	0.656	1.34	3.535	2.42	19.035	1.44	102.499	0.76	551.945	0.47
0.135	0.00	0.725	1.52	3.903	2.34	21.016	1.39	113.170	0.71	609.406	0.46
0.149	0.00	0.800	1.65	4.309	2.25	23.204	1.35	124.952	0.65	672.848	0.44
0.164	0.00	0.884	1.75	4.758	2.17	25.620	1.30	137.960	0.58	742.894	0.40
0.181	0.00	0.976	1.83	5.253	2.08	28.287	1.26	152.322	0.53	820.233	0.35
0.200	0.00	1.077	1.90	5.800	2.01	31.232	1.21	168.179	0.48	906.623	0.12
0.221	0.00	1.189	1.97	6.404	1.94	34.483	1.17	185.688	0.43	999.903	0.00
0.244	0.00	1.313	2.05	7.070	1.88	38.073	1.14	205.019	0.39	1103.998	0.00
0.269	0.00	1.450	2.15	7.806	1.83	42.037	1.10	226.362	0.37	1218.929	0.00
0.297	0.00	1.601	2.27	8.619	1.78	46.413	1.07	249.927	0.36	1345.826	0.00
0.328	0.00	1.767	2.37	9.516	1.74	51.245	1.04	275.946	0.35	1485.933	0.00
0.362	0.00	1.951	2.47	10.507	1.69	56.580	1.01	304.673	0.34	1640.625	0.00
0.400	0.04	2.154	2.54	11.601	1.65	62.470	0.98	336.391	0.33	1811.422	0.00
0.442	0.13	2.379	2.57	12.809	1.61	68.973	0.94	371.411	0.40	2000.000	0.00
0.488	0.53	2.626	2.57	14.142	1.57	76.154	0.91	410.077	0.43		
0.538		2.900		15.614		84.081		452.768			

MasterSizer 2000 E Ver. 5.20
Malvern Instruments Ltd.
Malvern, UK
Tel : +44(1) 01684-892456 Fax +44(1) 01684-892789

Serial Number : MAL101288

File name: LNEC
Record Number: 12
02 Out 2007 10:14:01



Laboratório Nacional de Engenharia Civil, I.P.

Departamento de Materiais

Núcleo de Betões

Data do boletim: 2007-10-23

Data do pedido: 2007-10-15

Requerente:

LNEC, I.P. – Laboratório Nacional de Engenharia Civil

Obra: DG/NT– Mod. 4 n.º 230200 de 2007-10-15

Boletim nº B1932NB07

Pág. 1 de 1

Pedido nº 1872NB 07

Visto

Adelino Pereira F. Rocha

LNEC, I.P. – Laboratório Nacional de Engenharia Civil
Av. do Brasil, 101

1700-066 LISBOA

MASSA VOLÚMICA

1 – INTRODUÇÃO

O DG/NT, entregou no DM/NB duas amostras de partículas sólidas para a realização de ensaio de Massa Volúmica.

2 – CONDIÇÕES DE ENSAIO

Os ensaios foram realizados de acordo com os seguintes documentos normativos:

Massa volúmica, LNEC E 64: 1979

3 – RESULTADOS OBTIDOS

Identificação da amostra	Determinações	Resultados
BENTONITE SÓDICA	massa volúmica (g.cm ⁻³)	2,67
BENTONITE CÁLCICA ADITIVADA		2,43

O Chefe de Núcleo

Eng. Arlindo Gonçalves

LNEC, I.P./DM
Av. do Brasil, 101 1700-066 LISBOA • Portugal
Tel. +351.21.844 32 21 Fax +351.21.844 30 23
Pess. Colectiva 501 389 660

Não é permitida a divulgação parcial dos resultados constantes deste Boletim na qual se faça referência ao LNEC, a não ser que seja obtida expressa autorização. Salvo indicação em contrário, os elementos identificadores das amostras ensaiadas são simples transcrição de informações recebidas ou de anotações apostas enviadas, não sendo por isso da responsabilidade do LNEC. Os resultados só são válidos para os itens ensaiados.

Boletim de ensaio da análise mineralógica por difractometria por raios X da amostra integral.

(Departamento de Materiais do LNEC)



LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL, I.P.

Departamento de Materiais

Núcleo de Materiais Metálicos

Laboratório de Ensaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos

Boletim nº B111NM07

Pág. 1/4

Pedido nº 013 NM 07

Visto
Álvaro Pereira F. Rocha

Ciente
DGINT
V.º Ref.º
Mod. 4 nº 230 1555 de 2007-01-26

(Este boletim anula e substitui o boletim 047NM07)

ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRACTOMETRIA DE RAIOS X

1 - AMOSTRAS

Para análise mineralógica por difractometria de raios X foram recebidas duas amostras de bentonites que vinham devidamente identificadas e que foram referenciadas por:

- Amostra 013NM07/01 – Bentonite sódica;
- Amostra 013NM07/02 – Bentonite cálcica.

2 – CONDIÇÕES DE ENSAIO

Foram efectuados os registos difractométricos de raios X (difractogramas) das amostras, antes e após tratamento com etilenoglicol, utilizando a radiação $K\alpha$ do cobalto produzida por uma unidade de difracção de raios X, nas seguintes condições de ensaio: varrimento entre 3 e 74° 2 θ ; velocidade de varrimento de 0,05° 2 θ /s; tensão e corrente de filamento, respectivamente, de 35 kV e 45 mA.

3 – RESULTADOS

Nas figuras 1 a 3 apresentam-se os registos difractométricos obtidos. Como se pode verificar da figura 1, as duas amostras são essencialmente constituídas por esmectite, possivelmente beidelite, $(Na_{0,3}Al_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2 \cdot 2H_2O)$. Para além da esmectite os minerais comuns às duas amostras são quartzo (SiO_2) e calcite ($CaCO_3$).

LNEC, I.P./DM
Av. do Brasil, 101, 1700-066 LISBOA • Portugal
Tel. +351.21.844 30 00 • Fax +351.21.844 30 23
Pess. Colectiva 501 389 660

Não é permitida a divulgação parcial dos resultados constantes deste Boletim na qual se faça referência ao LNEC, a não ser que seja obtida expressa autorização. Salvo indicação em contrário, os elementos identificadores das amostras ensaiadas são simples transcrição de informações recebidas ou de anotações apostas enviadas, não sendo por isso da responsabilidade do LNEC. Os resultados só são válidos para os itens ensaiados.

Boletim de Ensaios

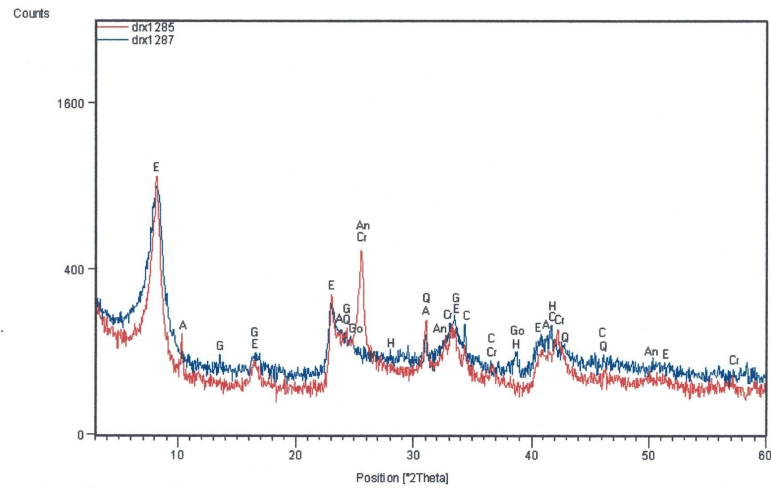


Figura 1 – Registos difractométricos das amostras 013NM07/01 (Azul) e 013NM07/02 (Vermelho). Notação: E – Esmectite; A – Aloisite; G – Gesso; Q – Quartzo; Go – Goetite; Cr – Cristobalite; H – Hematite; C – Calcite; An – Anortite.

Na amostra 013NM07/01, figura 2, foram ainda identificados os minerais gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), hematite (Fe_2O_3) e goetite ($\text{FeO} \cdot \text{OH}$). Na mesma amostra tratada com etilenoglicol apenas se verifica a expansão da esmectite, com valor inicial de $12,5\text{\AA}$ que passou para $16,5\text{\AA}$.

LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL, I.P.

Departamento de Materiais

Núcleo de Materiais Metálicos

Laboratório de Ensaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos

Boletim nº B111NM07

Pág. 3/4

Pedido nº 013 NM 07

Visto

Adília Pereira F. Rocha

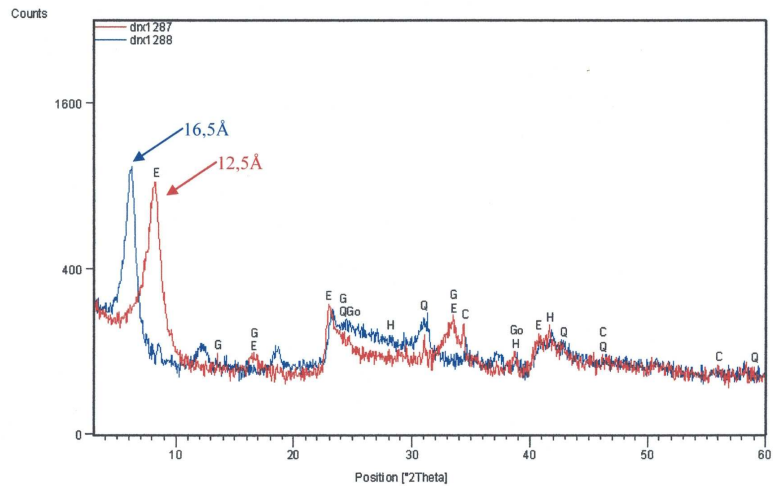


Figura 2 – Registos difractométricos da amostra 013NM07/01 (vermelho – tal qual; azul – glicolado)
 Notação: E – Esmectite; G – Gesso; Q – Quartzo; Go – Goetite; H – Hematite; C – Calcite.

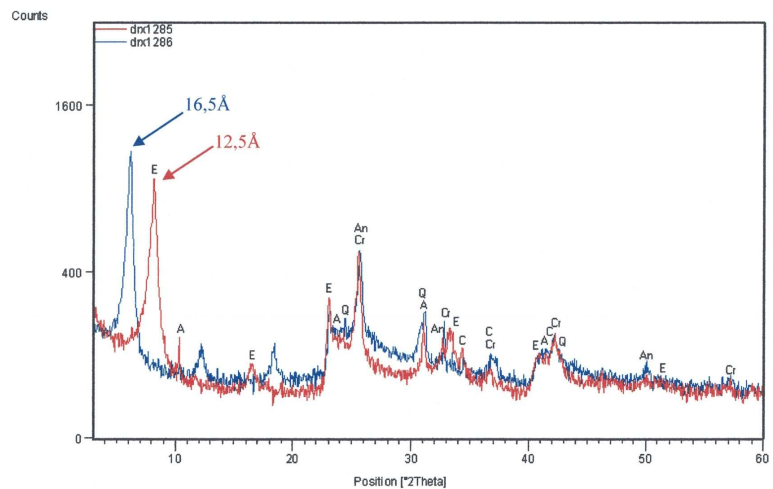


Figura 3 – Registos difractométricos da amostra 013NM07/02 (vermelho – tal qual; azul – glicolado). Notação: E – Esmectite; A – Aloisite; Q – Quartzo; An – Anortite; Cr – Cristobalite; C – Calcite.

LNEC, I.P./DM
 Av. do Brasil, 101, 1700-066 LISBOA • Portugal
 Tel. +351.21.844 30 00 • Fax +351.21.844 30 23
 Pess. Colectiva 501 389 660

Boletim de Ensaios

LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL, I.P.

Departamento de Materiais

Núcleo de Materiais Metálicos

Laboratório de Ensaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos

Boletim nº B111NM07

Pág. 4/4

Pedido nº 013 NM 07

Visto


António Pereira F. Rocha

Na amostra 013NM07/02, figura 3, foram ainda identificados os minerais aloisite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), cristobalite (SiO_2) e anortite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Na mesma amostra tratada com etilenoglicol apenas se verifica a expansão da esmectite, com valor inicial de 12,5Å que passou para 16,5Å.

Lisboa, 2007 -10- 2 2

O Técnico



Susana Couto

O Coordenador da Unidade de
Análise Química e Microestrutural


A. Santos Silva

A Chefe do Núcleo de
Materiais Metálicos



M. Manuela Salta

LNEC, I.P./DM
Av. do Brasil, 101, 1700-066 LISBOA • Portugal
Tel. +351.21.844 30 00 • Fax +351.21.844 30 23
Pess. Colectiva 501 389 660

Boletim de Ensaios

Boletim de ensaio da análise mineralógica por difractometria por raios X da fracção fina da amostra. (Departamento de Materiais do LNEC)



LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL, I.P.

Departamento de Materiais

Núcleo de Materiais Metálicos

Laboratório de Ensaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos

Boletim nº B107NM07

Pág. 1/3

Pedido nº 094 NM 07

Visto

[Assinatura]
Ana Maria J. Rocha

Ciente

DGNT

V.º Ref.º

Mod. 4 nº 230 155 de 2007-01-26

ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRACTOMETRIA DE RAIOS X

1 - AMOSTRAS

Para análise mineralógica por difractometria de raios X foram recebidas duas amostras de bentonites devidamente identificadas e que foram referenciadas por:

- Amostra 094NM07/01 – Bentonite sódica;
- Amostra 094NM07/02 – Bentonite cálcica.

As amostras foram entregues num suporte de vidro cilíndrico com as dimensões do porta-amostras do difractoómetro.

2 – CONDIÇÕES DE ENSAIO

Foram efectuados os registos difractométricos de raios X (difractogramas) das amostras, antes e após tratamento com etilenoglicol, utilizando a radiação $K\alpha$ do cobalto produzida por uma unidade de difracção de raios X, nas seguintes condições de ensaio: varrimento entre 3 e 74° 2 θ ; velocidade de varrimento de 0,05° 2 θ /s; tensão e corrente de filamento, respectivamente, de 35 kV e 45 mA.

LNEC, I.P./DM

Av. do Brasil, 101, 1700-066 LISBOA • Portugal

Tel. +351.21.844 30 00 • Fax +351.21.844 30 23

Pess. Colectiva 501 389 660

Não é permitida a divulgação parcial dos resultados constantes deste Boletim na qual se faça referência ao LNEC, a não ser que seja obtida expressa autorização. Salvo indicação em contrário, os elementos identificadores das amostras ensaiadas são simples transcrição de informações recebidas ou de anotações apostas enviadas, não sendo por isso da responsabilidade do LNEC. Os resultados só são válidos para os itens ensaiados.

3 – RESULTADOS

Nas figuras 1 e 2 apresentam-se os registos difractométricos obtidos. Como se pode verificar das figuras 1 e 2, as duas amostras são essencialmente constituídas por esmectite do tipo cálcica ($\text{Ca}_{0,2}\text{Mg}_3(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Para além da esmectite o único mineral comuns às duas amostras é a calcite (CaCO_3).

Na amostra 094NM07/01, figura 1, foram ainda identificados os minerais: gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), caulinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) e hematite (Fe_2O_3). Na mesma amostra tratada com etilenoglicol apenas se verifica a expansão do mineral da família das esmectites, com valor inicial de $14,9\text{Å}$ que passou para $16,9\text{Å}$.

Na amostra 094NM07/02, figura 2, foram também ainda identificados os minerais: aloisite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), cristobalite (SiO_2), anortite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) e quartzo (SiO_2). Na mesma amostra tratada com etilenoglicol apenas se verifica a expansão do mineral da família das esmectites, com valor inicial de $14,8\text{Å}$ que passou para $16,9\text{Å}$.

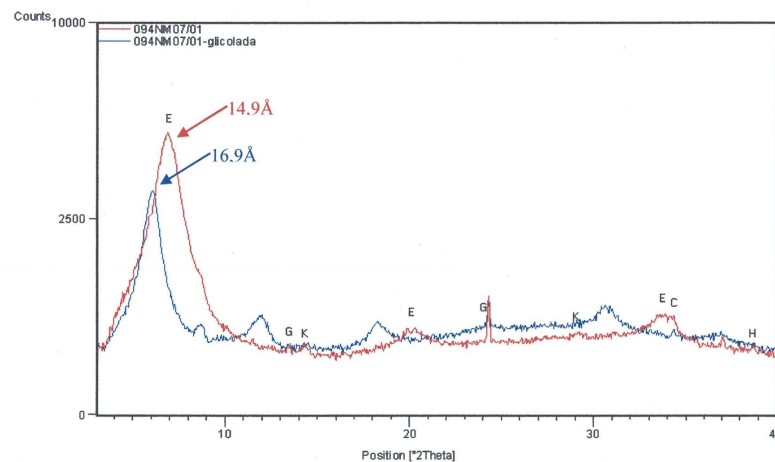


Figura 1 – Registos difractométricos da amostra 094NM07/01 (vermelho – tal qual; azul – glicolado).
Notação: E – Esmectite; G – Gesso; K – Caulinite; C – Calcite; H – Hematite.

LNEC, I.P./DMC
Av. do Brasil, 101, 1700-066 LISBOA • Portugal
Tel. +351.21.844 30 00 • Fax +351.21.844 30 23
Pess. Colectiva 501 389 660

LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL, I.P.

Departamento de Materiais

Núcleo de Materiais Metálicos

Laboratório de Ensaios de Materiais e Revestimentos Inorgânicos

Boletim nº B107NM07

Pág. 3/3

Pedido nº 094 NM 07

Visto

Adelino Pereira F. Rodrigues

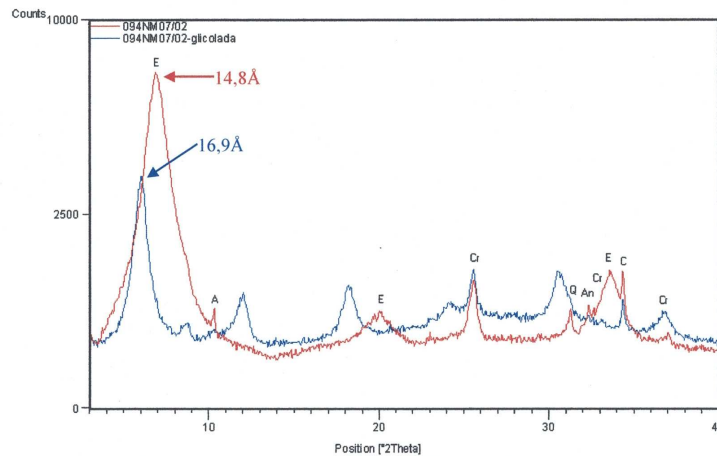


Figura 2 - Registos difractométricos da amostra 094NM07/02 (vermelho - tal qual; azul - glicolado).
Notação: E - Esmectite; A - Aloisite; Q - Quartz; An - Anortite; Cr - Cristobalite; C - Calcite.

Lisboa, 2007 -10- 16

O Técnico

Susana Couto

Susana Couto

O Coordenador da Unidade de
Análise Química e Microestrutural

António Santos Silva

A. Santos Silva

A Chefe do Núcleo de
Materiais Metálicos

M. Manuela Salta

M. Manuela Salta

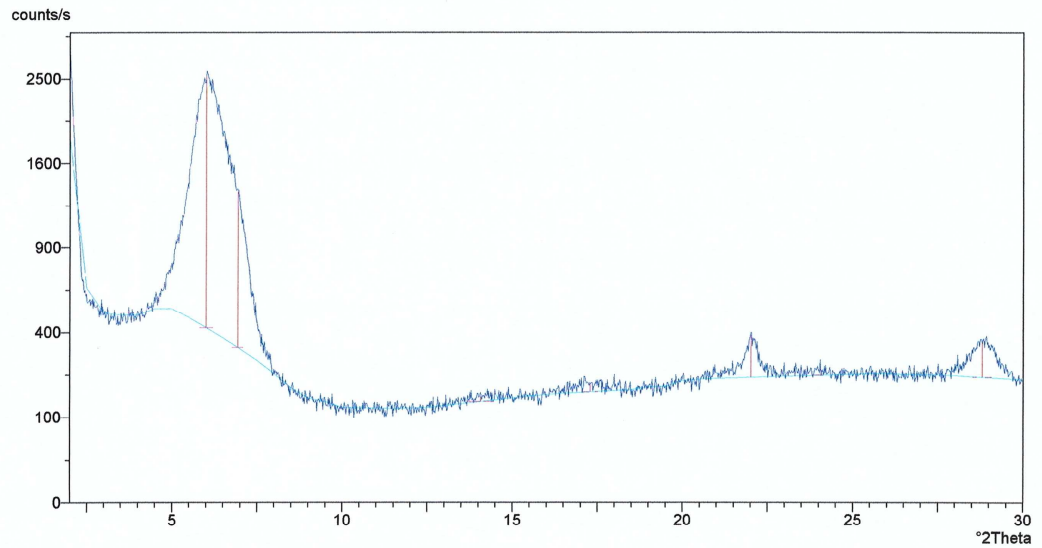
LNEC, I.P./DM
Av. do Brasil, 101, 1700-066 LISBOA • Portugal
Tel. +351.21.844 30 00 • Fax +351.21.844 30 23
Pess. Colectiva 501 389 660

Boletim de Ensaios

Boletim de ensaio da análise mineralógica por difractometria por raios X da fracção fina da amostra. (Departamento de Geologia da FC da UL)

X'Pert Graphics & Identify
Graph: BentonCaAdit_normal

Helder
08-10-2007 11:42



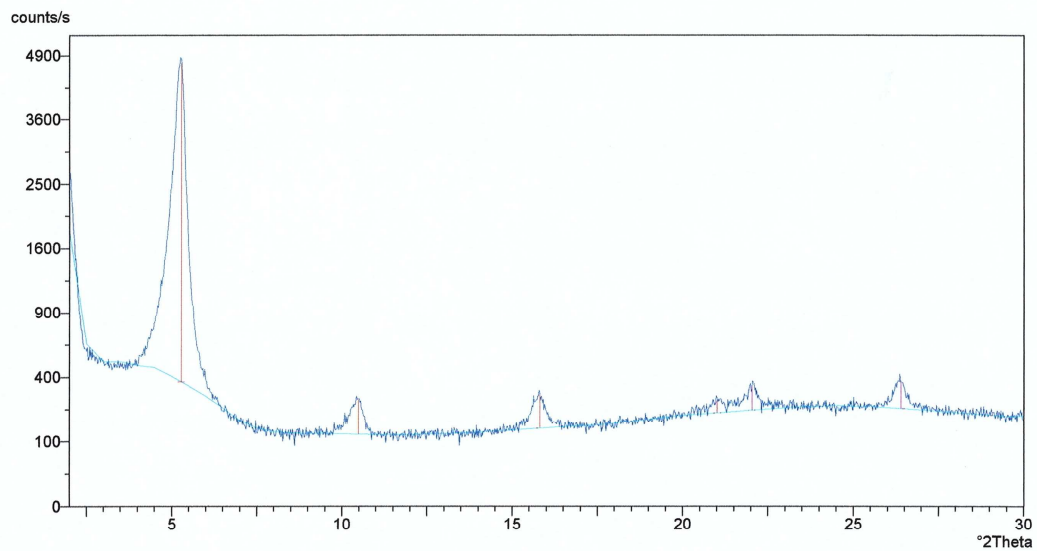
Philips Analytical

Original scan: BentonCaAdit_normal Date: 08-10-2007 10:59
Description of scan:

Used wavelength: K-Alpha1
K-Alpha1 wavelength (Å): 1,54056
K-Alpha2 wavelength (Å): 1,54439
K-Alpha2/K-Alpha1 intensity ratio : 0,50000
K-Alpha wavelength (Å): 1,54056
K-Beta wavelength (Å): 1,39222

Peak search parameter set: As Measured Intensities
Set created: 14-01-2000 11:20
Peak positions defined by: Minimum of 2nd derivative
Minimum peak tip width (°2Theta): 0,00
Minimum peak tip width (°2Theta): 1,00
Peak base width (°2Theta): 2,00
Minimum significance: 0,60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts/s)	Background (counts/s)	Tip Width (°2Theta)	Significance
14,69896	100,00	6,00777	2118,54	424,04	0,40000	9,42
12,73983	47,80	6,93270	1012,68	334,29	0,32000	1,63
6,29135	0,67	14,06529	14,13	142,58	0,80000	0,67
5,12701	1,30	17,28163	27,65	170,67	0,48000	0,85
4,03400	8,07	22,01610	171,07	218,18	0,24000	2,50
3,69413	0,97	24,07066	20,51	226,31	0,48000	1,01
3,09671	6,69	28,80611	141,70	219,53	0,56000	4,82



Original scan: BentonCaAdit_Glicolada Date: 10-10-2007 12:02
 Description of scan:

Used wavelength: K-Alpha1

K-Alpha1 wavelength (Å): 1,54056
 K-Alpha2 wavelength (Å): 1,54439
 K-Alpha2/K-Alpha1 intensity ratio : 0,50000
 K-Alpha wavelength (Å): 1,54056
 K-Beta wavelength (Å): 1,39222

Peak search parameter set: As Measured Intensities
 Set created: 14-01-2000 11:20
 Peak positions defined by: Minimum of 2nd derivative
 Minimum peak tip width (°2Theta): 0,00
 Minimum peak width (°2Theta): 1,00
 Peak base width (°2Theta): 2,00
 Minimum significance: 0,60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts/s)	Background (counts/s)	Tip Width (°2Theta)	Significance
16,69426	100,00	5,28918	4372,23	374,25	0,22000	27,39
8,43111	3,50	10,48389	153,17	124,35	0,24000	3,08
5,59895	3,52	15,81520	153,86	146,37	0,24000	2,13
4,22416	1,47	21,01344	64,37	211,36	0,24000	0,73
4,03060	3,02	22,03490	131,98	223,81	0,20000	1,77
3,37287	3,44	26,40283	150,41	232,25	0,24000	2,49
3,06713	0,27	29,09000	11,79	202,21	0,12000	0,65



Laboratório Nacional de Engenharia Civil

Departamento de Materiais

Núcleo de Cimentos e Materiais Cerâmicos
LERO - Laboratório de Ensaio de Rochas Ornamentais

Boletim nº B 14 CER 2007

Pág. 1/2

Pedido nº 13 CER 2007

Visto

Adélia Pereira J. Rocha

LNEC/DG/NT

Cliente
LNEC/DG/NT

Vª. Refª
Mod. 4 nº 230168 de 2007-05-10

1 – Identificação

Data de pedido: 2007-05-10

Data de recepção: 2007-05-15

Número de amostras recebidos: duas.

Identificação dos provetes: conforme Quadro 1.

Tipo de provetes: pó.

No Quadro 1 resumem-se os principais elementos referentes à identificação das amostras.

QUADRO 1 – Identificação das amostras

IDENTIFICAÇÃO DO CLIENTE	IDENTIFICAÇÃO DO LERO
Amostra A – bentonite natural	13/2007-A
Amostra B – bentonite aditivada (acrilato de sódio)	13/2007-B

2 - Ensaio realizados e resultados obtidos

Determinação da superfície específica pelo método BET

Data da realização do ensaio: 2007-05-22 a 2007-06-06.

As amostras foram previamente secas a 60°C±2°C até massa constante

O ensaio foi realizado segundo o procedimento de ensaio LERO PE-14, segundo a especificação LNEC E412-1993, usando cinco pontos para determinação da recta de BET. Os resultados apresentam-se no Quadro 2.

LNEC/DM
Av. do Brasil, 101 - P 1700-066 LISBOA - Portugal
Tel. +351.21.844 32 21 - Fax +351.21.844 30 23
Nº de Pessoa Colectiva: 501 389 660

Não é permitida a divulgação parcial dos resultados constantes deste Boletim na qual se faça referência ao LNEC, a não ser que seja obtida expressa autorização. Salvo indicação em contrário, os elementos identificadores das amostras ensaiadas são simples transcrição de informações recebidas ou de anotações apostas enviadas, não sendo por isso da responsabilidade do LNEC. Os resultados só são válidos para os itens ensaiados.

Boletim de Ensaios

Laboratório Nacional de Engenharia Civil

Departamento de Materiais

Núcleo de Cimentos e Materiais Cerâmicos
LERO - Laboratório de Ensaio de Rochas Ornamentais

Boletim nº B 14 CER 2007

Pág. 2/2

Pedido nº 13 CER 2007

Visto


João Manuel Mimoso

QUADRO 2 - Resultados obtidos


Amostra	Superfície específica BET (m ² g ⁻¹)
13/2007-A1	23,43
13/2007-A2	37,35
13/2007-A3	29,79
13/2007-B1	34,50
13/2007-B2	32,53

NOTA: Foi realizado um terceiro ensaio sobre a amostra A para esclarecer se a diferença entre os dois primeiros valores obtidos se deve à possível heterogeneidade da amostra.


In

Lisboa, 08 de Junho de 2007

O Responsável do LERO


Luís Nunes
Técnico Especialista Principal


O CHEFE DO NCMC


João Manuel Mimoso
Investigador Coordenador

Boletim de Ensaios

Determinação da superfície específica de acordo com a NORMA NF P 94-068.

(Departamento de Geotecnia do LNEC)

	Laboratório Nacional de Engenharia Civil Departamento de Geotecnia Núcleo de Geologia de Engenharia	LGAmb - Laboratório de Geotecnia Ambiental
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;"> Ensaio do Azul de Metileno NF P 94-068 </div>		
Ref.ª Amostra <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">18 (Ref.Ext:A)</div>	Data <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">23-07-2007</div>	
1. Teor em água (w) do solo (fracção 0/5mm)		
<i>m</i>	Peso da cápsula (g)	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">18,05</div>
<i>m</i> ₁	Massa húmida do solo+cápsula (g)	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">23,63</div>
<i>m</i> ₂	Massa seca do solo+cápsula (g)	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">23,08</div>
$w = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m}$		$w = $ <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">0,1093</div>
2. Massa seca (m₀) do solo (fracção 0/5mm)		
<i>m</i>	Peso da cápsula (g)	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">15,63</div>
<i>m</i> ₃	Massa húmida do solo+cápsula (g)	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">21,20</div>
$m_0 = \frac{m_3 - m}{1 + w}$		$m_0 = $ <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">5,02 g</div>
3. Massa do azul de metileno (B) introduzido		
<i>V</i>	Volume de azul de metileno (ml)	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">165,0</div>
$B = V \times 0,01$		$B = $ <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">1,65 g</div>
4. Valor do azul de metileno (VBS) do solo (fracção 0/5mm)		
$VBS = \frac{B}{m_0} \times 100$		$VBS = $ <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">32,86</div>
OBSERVAÇÕES: 1) Entidade requisitante: NBOA - Núcleo de Barragens e Obras de Aterro.		
2) V. Pedido: Processo Nº 506/01/16680, Modelo 4 Nº 230169 de 2007/06/12.		
3) Amostra total fornecida ao LGAmb: 75 g; O volume de água destilada exigida na NF P 94-068 é de 500 ± 10 ml. No ensaio realizado foi necessário utilizarem-se 800 ml de água destilada.		
Ensaiou: <u> <i>del</i> </u>	Verificou: <u> <i>Antonio Ref</i> </u>	

MINISTÉRIO DO EQUIPAMENTO SOCIAL E DO AMBIENTE
 LABORATORIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL
 II SERVIÇO
 SECÇÃO DE FUNDAÇÕES
 LIMITE DE LIQUIDEZ

BENTONITE STA JUSTA
 (BRANCA)
 Processo N° _____
 Amostra N° _____

Cápsula (N°)	A9	119	19A	A72
Amostra hum.+cápsula (g)	9,44	9,20	9,70	9,74
Amostra seca+cápsula (g)	4,09	4,08	4,13	4,06
Pêso da cápsula (g)	3,25	3,29	3,29	3,22
Pêso de água (g)	5,35	5,12	5,57	5,68
Amostra seca (g)	0,84	0,79	0,84	0,84
Teores de humidade (%)	636,9	648,1	663,1	676,2
N° de golpes	42	30	22	11

DIAGRAMA

LIMITE DE PLASTICIDADE

Cápsula (N°)		121	66
Amostra hum.+cápsula (g)		6,52	6,46
Amostra seca+cápsula (g)		4,84	4,69
Pêso da cápsula (g)		3,32	3,19
Pêso de água (g)		1,68	1,77
Amostra seca (g)		1,52	1,50
Teor de humidade (%)		110,5	118
Teor de hum. médio (%)		114,3	

LIMITE DE RETRACÇÃO

Cápsula (N°)		Volume da capsula	V	
Amostra hum.+cápsula (g)		Volume do solo seco	Vo	
Amostra seca+cápsula (g)		V - Vo		
Pêso da cápsula (g)		$A = \frac{V - V_o}{P_s} \times 100$		
Pêso de água (g)				
Amostra seca - Ps - (g)		Limite de retracção	W-A	
Teor de humidade - W - (%)		Razão de retracção	Ps/Vo	

RESUMO

LL (%)	655	LP (%)	114,3	IP	541	LR (%)	
--------	-----	--------	-------	----	-----	--------	--

Data 07/04/18 Ensaiou _____ Verificou _____

Determinação do limite de liquidez segundo a Norma BS 1377:Part 2:1990. (Departamento de Geotecnia do LNEC)

MINISTÉRIO DAS OBRAS PÚBLICAS, TRANSPORTES E HABITAÇÃO
Laboratório Nacional de Engenharia Civil
 DEPARTAMENTO DE GEOTECNIA
 NBOA

Limite de Liquidez - Cone de Penetração

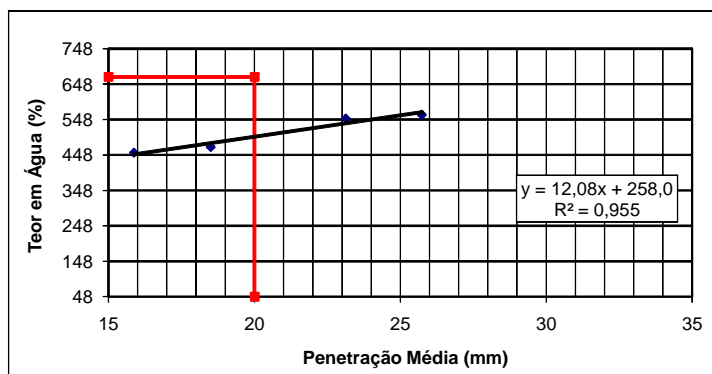
BS 1377: Part 2: 1990

Amostra N.º : Bentonite Cálcica

Data: 11.06.2007

Referência	Cápsula (g)	Cáp+Am Humida (g)	Cáp + Am Seca (g)	Teor em Água (%)
A 173	10,43	39,02	14,75	561,8
A 4	10,13	47,89	16,94	454,5
37	9,13	41,52	14,81	470,2
161	9,22	31,18	12,59	551,6

Penetrações	A 173	A 4	37	161
1ª	25,8	16,0	18,6	23,1
2ª	25,8	15,8	18,4	23,1
3ª	25,6	15,8	18,5	23,2
Média	25,7	15,9	18,5	23,1



Equação do gráfico

20,541 258,04

Limite de Liquidez (LL): **668,86**

Limite de Plasticidade (LP): **114,3**

Índice de Plasticidade (IP): **554,56**

Ensaiou: _____

Verificou: _____

