PAULO HENRIQUE FERREIRA LOZ

Avaliação multiescala da rugosidade de agregados graúdos naturais

São Paulo

2021

PAULO HENRIQUE FERREIRA LOZ

Avaliação multiescala da rugosidade de agregados graúdos naturais

Versão Corrigida

Dissertação apresentada ao do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Engenharia de Construção Civil e Urbana

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Cirelli Angulo

São Paulo

2021

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 16 de fevereiro de 2021

Assinatura do autor: Paulo Henrique Ferreira Loz

Assinatura do orientador: Ingrid Angeli

Catálogo-na-publicação

Loz, Paulo Henrique Ferreira

Avaliação multiescala da rugosidade de agregados graúdos naturais / P.

H. F. Loz – versão corr. -- São Paulo, 2021.

100 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil.

1. Rugosidade 2. Agregados graúdos 3. Interferômetro 4. Scanner 3D
5. Microestrutura I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica.
Departamento de Engenharia de Construção Civil II. t.

PAULO HENRIQUE FERREIRA LOZ

Avaliação multiescala da rugosidade de agregados graúdos naturais

Dissertação apresentada ao do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Engenharia de Construção Civil e Urbana

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Cirelli Angulo

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Sérgio Cirelli Angulo (Orientador)
Universidade de São Paulo – USP

Prof. Dr. Sandro Marden Torres
Universidade Federal da Paraíba – UFPB

Dr. Markus Samuel Rebmann
Universidade de São Paulo – USP

São Paulo

2021

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, por ter me abençoado durante toda minha, sempre me ajudando a fazer as melhores escolhas, ensinando-me a superar as dificuldades e dando-me as melhores oportunidades.

Agradeço aos meus pais, por serem os pais mais dedicados, amorosos e solidários que eu e meu irmão poderíamos ter, oferecendo-nos com todo sacrifício, tudo que seria necessário para nossa educação e felicidade.

Agradeço aos amigos que fiz durante o curso, com quem pude partilhar as dificuldades e alegrias proporcionadas durante o mestrado.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Sérgio Angulo, por toda a orientação, paciência e apoio no desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço a todos os professores e técnicos do Programa de Construção Civil e Urbana da Universidade de São Paulo, por todo o conhecimento, ajuda, incentivos e dedicação passados durante esses anos.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001 e da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) processo nº 2017/25826-0. As opiniões, hipóteses e conclusões ou recomendações expressas neste material são de responsabilidade do autor e não necessariamente refletem a visão da CAPES ou FAPESP.

Por fim, um trabalho de pós-graduação nunca é executado sem apoio, então agradeço a todos que de alguma forma tiveram alguma contribuição, mesmo que mínima, nessa trajetória.

RESUMO

LOZ, P. H. **Avaliação Multiescala da Rugosidade de Agregados Graúdos Naturais**. 2021. Dissertação (mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.

A rugosidade dos agregados influencia o desempenho do concreto no estado fresco e no endurecido. Agregados com elevadas rugosidades melhoram as propriedades na interface pasta-agregado, mas aumentam a viscosidade do concreto, devido ao aumento do atrito entre as partículas. Apesar da importância da rugosidade, não há estudos que realizem uma análise multiescala (macro e micro), impedindo uma melhor compreensão dos seus efeitos no concreto. Diante disto, esse trabalho propõe um estudo multiescala da rugosidade de diferentes agregados. Para tanto, a rugosidade dos agregados foi medida através da interferometria óptica, que fornece dados quantitativos em 3D. Seis tipos de agregados foram analisados e apresentaram rugosidades distintas entre si, em ambas escalas (macro e micro). As análises petrográficas mostraram que a rugosidade pode estar relacionada com o tamanho e quantidade dos grãos da microestrutura da rocha. O escaneamento 3D foi utilizado para caracterizar o formato das partículas e complementar os dados de rugosidade considerando o volume, permitindo a determinação da área superficial volumétrica (ASV) dos agregados, na microescala de observação. A medida física da área superficial (AS) obtida pela técnica de adsorção de azul de metileno obteve indícios de boa correlação com a AS obtida pelo interferômetro.

Palavras-chave: rugosidade, agregados graúdos, interferômetro, scanner 3D, microestrutura

ABSTRACT

LOZ, P. H. **Multiscale Analysis of Roughness of Coarse Natural Aggregates**. 2021. Dissertation (master's degree) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.

The roughness of aggregates influences the performance of the concrete in the fresh and hardened state. Aggregates with high roughness improve the properties at the paste-aggregate interface but increase the viscosity of the concrete due to the increased friction between the particles. Despite the importance of roughness there are no studies that perform a multiscale analysis (macro and micro), preventing a better understanding of its effects on concrete. Therefore, this work proposes a multiscale study of the roughness of different aggregates. For this purpose, the roughness of the aggregates was measured through optical interferometry, which provides quantitative data in 3D. Six types of aggregates were analyzed and presented different roughness in both scales (macro and micro). Petrographic analyses showed that the roughness may be related to the size and quantity of the grains in the microstructure of the rock. The 3D scanning was used to characterize the particle shape and complement the roughness data with the volume, allowing the determination of the volumetric surface area (VSA) of the aggregates at the microscale of observation. The physical measurement of the specific surface area (SSA) obtained by the methylene blue adsorption technique obtained evidence of good correlation with the interferometer SSA.

Keywords: roughness, coarse aggregates, interferometer, 3D scanner, microstructure

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Perfil de rugosidade (azul) separado em macroescala (vermelho) e em microescala (verde).....	17
Figura 2 – Três tipos de cascalho encontrados no estado de São Paulo, Brasil. (a) granodiorito, (b) monzodiorito, (c) quartzito. Observe o tamanho do grão e a rugosidade de cada rocha. Cada quadrado ao fundo possui 10 x 10 mm.	19
Figura 3 - Diferenciação dos perfis de rugosidade de um bloco cerâmico alterando a escala de observação, utilizando interferômetro ótico.	19
Figura 4 – Rugosidade superficial medida através de perfilometria de stylus. O perfil e grau de rugosidade dependem das dimensões da ponta, velocidade da medida e irregularidade da superfície.....	21
Figura 5 – Da esquerda para a direita, a reflexão do feixe de luz em uma superfície completamente lisa é especular, mas com o aumento da rugosidade, torna-se dispersa e é refletida de forma difusa.....	23
Figura 6 - (a) Interferômetro ótico utilizados na caracterização da rugosidade de agregados. (b) Funcionamento do interferômetro ótico NPFlex Bruker, equipado com uma objetiva do tipo Mirau.	23
Figura 7 – (a) Franjas de interferência causadas pela diferença entre o feixe de referência e o feixe de medição. (b) Topografia obtida a partir das franjas.	24
Figura 8 – Detalhes da execução do ensaio. (a) – partícula posicionada para o escaneamento. (b) – detalhe da área de 5x5 mm ² (fora de escala).	29
Figura 9 – Operações realizadas no software Visio64 para a obtenção dos parâmetros Sq e SI.	30
Figura 10 – Exibição em 3D do (a) Surface Index (SI) e da (b) raiz quadrada da rugosidade média (Sq).	32
Figura 16 – Exemplo de partícula de agregado de cada tipo (A1 a F1) e sua respectiva imagem petrográfica (A2 a F2).	36
Figura 17 – Variação do Sq da rugosidade na macroescala com a aplicação de filtros em relação à superfície original. Em destaque a região com variação de Sq menor que 5%..	39
Figura 18– Variação do SI da rugosidade na microescala com a aplicação de filtros em relação à superfície original. Em destaque a região com variação de Sq menor que 5%..	40

Figura 19 – Efeito da aplicação do filtro gaussiano de 0,25 mm no parâmetro SI.	40
Figura 20 – Efeito da aplicação do filtro gaussiano de 0,25 mm no parâmetro Sq.	41
Figura 21 – SI da rugosidade na microescala com valores destacados, de cima para baixo: máximo, 3º quartil, mediana, 1º quartil e mínimo. A média está destacada com um X do lado esquerdo do boxplot.	42
Figura 22 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do basalto. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.	43
Figura 23 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do meta-carbonato de baixo grau. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.	44
Figura 24 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do calcário. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.	44
Figura 25 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do quartzito. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.	45
Figura 26 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do gnaíse. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.	45
Figura 27 – Sq da rugosidade na macroescala com valores destacados, de cima para baixo, de máximo, 3º quartil, mediana, 1º quartil e mínimo. A média está destacada com um X do lado esquerdo do boxplot.	46
Figura 28 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor Sq do basalto.	49
Figura 29 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor Sq da meta-carbonato de baixo grau.	49
Figura 30 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor Sq do calcário.	50
Figura 31 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do quartzito.	50
Figura 32 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor Sq do gnaíse.	51
Figura 40 – Correlação entre SI da partícula e Dimensão Média dos maiores grãos da amostra.	52

Figura 41 - Ilustração dos diferentes protocolos para a medida de a , b e c . a. Método da NBR 5564 [73]. b. Método MBB de Blott e Pye [72].	58
Figura 42 – Representação 3D de uma partícula de agregado em diferentes resoluções.	59
Figura 43 – (a) Ilustração do modo de rastreamento inverso no sistema de coordenadas 3D. (b) Reconstrução 3D de uma partícula exibindo os voxels superficiais.	60
Figura 44 – Ilustração de como as listras são capturadas pela câmera. (a) Vista superior da projeção de listras na superfície de um objeto esférico. (b) Perspectiva de como o objeto distorce as linhas de luz.	63
Figura 45 – Maestro 3D Scanner (a) e detalhe do escaneamento da partícula (b).	66
Figura 46 – Detalhe do escaneamento da partícula. (a) a base gira 360° em torno de seu eixo. (b) a base inclina até 90°.	66
Figura 47 – Nuvem de pontos do lado superior (a) e inferior (b) da partícula. Processo de união dos lados da partícula (c). Partícula após o pós-processamento (d).	68
Figura 48 – Malha (a) e distância mínima entre pontos (b).	69
Figura 49 – Ex. 1 do processo de aplicação dos ciclos de suavização em partícula e variação do volume (ΔV).	71
Figura 50 – Ex. 2 do processo de aplicação dos ciclos de suavização em partícula e variação do volume (ΔV).	71
Figura 51 – (a) Equipamento utilizado para a medida da área superficial pelo método BET (Autosorb iQ da Anton Paar). (b) Macro cell capaz de acomodar amostras de até aproximadamente 100 mm.	72
Figura 52 – Área específica e os valores de adsorção de azul de metileno para as misturas.	73
Figura 53 – (a) agregados em mistura de solução de AM com concentração de 0,50 %. (b) Cubeta com solução diluída de AM retirada da figura (a).	74
Figura 54 – Regressão linear das medidas de área superficial e volume de esferas com escaneamento 3D e paquímetro.	76
Figura 55 – Regressão linear das medidas de volume pelo método submerso e pelo scanner 3D.	76
Figura 56 – Distribuição de probabilidade acumulada da esfericidade (a) e índice de alongamento e lamelaridade (b) de 60 partículas de gnaiss e dolomita.	77
Figura 57 – Classificação das partículas de gnaiss, dolomita e quartzito quanto ao alongamento e lamelaridade.	78

Figura 58 – Curvas de área superficial do scanner vs. volume das partículas.	79
Figura 59 – Curvas de área superficial do scanner vs. largura. Destaque para a área superficial de algumas partículas de dolomita.....	80
Figura 60 – Curvas de área superficial volumétrica do scanner vs. largura. Destaque para a lamelaridade de algumas partículas de gnaiss (azul) e dolomita (laranja).	81
Figura 61 – Curvas de área superficial volumétrica do scanner vs. lamelaridade, separadas por faixa granulométrica, do gnaiss (a) e dolomita (b).....	82
Figura 62 – Curvas de área superficial do interferômetro vs. volume das partículas.....	83
Figura 63 – Curvas de área superficial do interferômetro vs. largura.	84
Figura 64 – Curvas de área superficial volumétrica do interferômetro vs. largura. Destaque para o SI de algumas partículas de gnaiss (azul) e dolomita (laranja).	85
Figura 65 – Área superficial do interferômetro vs. área superficial do scanner 3D. Ambas as retas foram configuradas para cruzar no eixo.....	86
Figura 66 – Área superficial volumétrica do interferômetro vs. área superficial volumétrica do scanner 3D. Ambas as retas foram configuradas para cruzar no eixo.	87
Figura 67 – Espectros de AM no UV-visível das suspensões contendo gnaiss, dolomita, quartzito e referência, com concentrações iniciais de AM de 0,125%, 0,25% e 0,50%.	88
Figura 68 – Comparação da adsorção de AM e ASV do interferômetro.	89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição e Granulometria de todas as amostras. Fonte: Autor.	35
Tabela 2 – Teste de Tukey para comparação de médias dois a dois do SI da rugosidade na microescala. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.....	42
Tabela 3 – Teste de Tukey para comparação de médias dois a dois do Sq da rugosidade na macroescala. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.....	48
Tabela 5 – Desvios de Área Superficial e Volume de esferas escaneadas em 3D em relação à medição manual com paquímetro. Fonte: Autor.....	75
Tabela 6 – Desvio encontrado na medida de volume no scanner 3D em relação ao método submerso.	76
Tabela 7 – Adsorção de AM e ASV dos agregados de gnaiss, dolomita e quartzito (seixo) com diferentes concentrações iniciais de AM.....	89

LISTA DE SIGLAS

AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i>
AIMS	<i>Aggregate Imaging System</i>
AM	Azul de Metileno
ANOVA	Análise de Variância
A	Área
AP	Área Projetada
AS	Área Superficial
ASE	Área Superficial Específica
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ASV	Área Superficial Volumétrica
BAS	Basalto
BET	Brunauer, Emmett e Teller
CCD	<i>Charged Coupled Device</i>
D	Desvio
DP	Desvio Padrão
FAPESP	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
GNS	Gnaisse
LAS	<i>Leica Application Suite</i>
LME	Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência
MAR	Meta-Arenito
MBB	<i>Minimum Bounding Box</i>
MC-LG	Meta Carbonato de Baixo Grau Metamórfico (<i>Low Grade</i>)
MC-MG	Meta Carbonato de Médio Grau Metamórfico (<i>Medium Grade</i>)
micro-CT	<i>Micro-computed Microtomography</i>
NBR	Norma Técnica Brasileira
POLI	Escola Politécnica
PSI	<i>Phasing Shifting Interferometry</i>
QTZ	Quartzito
SI	Surface Index
Sq	Rugosidade Quadrática (<i>Root mean square height</i>)
SSD	Saturada com Superfície Seca (<i>Saturated Surface Dried</i>)
UIAIA	<i>University of Illinois Aggregate Image Analyzer</i>
USP	Universidade de São Paulo
UV	Ultravioleta
V	Volume
VIS	Visível
VSI	<i>Vertical Scanning Interferometry</i>

SUMÁRIO

1. Introdução	13
1.1. Objetivos.....	14
1.2. Organização do Texto	14
Capítulo 2 – Rugosidade de Agregados Graúdos Naturais com Interferometria e Análise de sua Microestrutura Interna.....	16
2.1. FUNDAMENTAÇÃO	16
2.1.1. A Textura dos Agregados.....	17
2.1.2. Métodos de Avaliação da Rugosidade dos Agregados.....	20
2.1.3. Aplicação dos Métodos em Agregados	25
2.2. MATERIAIS E MÉTODOS.....	27
2.2.1. Coleta do Material e Identificação Macroscópica	27
2.2.2. Análise da Rugosidade por Interferometria	28
2.2.3. Análise da Microestrutura dos Agregados com Microscopia.....	32
2.3. RESULTADOS E ANÁLISE	33
2.3.1. Identificação Microscópica das Amostras	33
2.3.2. Separação da Rugosidade na Macroescala e Microescala	38
2.3.3. Rugosidade dos Agregados e Variabilidade	41
2.3.4. Análise Petrográfica.....	51
2.4. CONCLUSÕES DO CAPÍTULO	53
Capítulo 3 – Área Superficial Volumétrica de Agregados Graúdos Naturais com Scanner 3D e Interferometria.....	55
3.1. FUNDAMENTAÇÃO	55
3.1.1. Formato de Partículas	56
3.1.2. Escaneamento 3D de partículas de agregado	58
3.2. MATERIAIS E MÉTODOS.....	65
3.2.1. Seleção das partículas	65

3.2.2. Escaneamento das partículas	65
3.2.3. Formato das partículas	70
3.2.4. Cálculo Área Superficial no Interferômetro	70
3.2.5. Medidas Físicas de Área Superficial	72
3.3. RESULTADOS E ANÁLISE	74
3.3.1. Acurácia do scanner 3D	75
3.3.2. Formato das partículas	77
3.3.3. Escaneamento 3D das partículas.....	79
3.3.4. Área Superficial Volumétrica com Dados da Interferometria.....	82
3.3.5. Comparação de Dados entre Scanner 3D e Interferômetro	85
3.3.6. Medidas Físicas de Área Superficial	87
3.4. CONCLUSÕES DO CAPÍTULO	90
Conclusões Gerais.....	92
Referências	93

1. Introdução

Há certo consenso na literatura que o aumento da rugosidade das partículas de agregados aumenta a força de ligação na zona de transição entre a pasta de cimento (geralmente fluída) e agregado, ocasionando aumento de resistência do concreto no estado endurecido [1]–[5].

Por outro lado, sabe-se que o aumento da rugosidade aumenta o atrito das partículas no estado fresco, diminuindo a fluidez e elevando a viscosidade do compósito [1], [6], [7]. Sem o uso de técnicas reológicas capazes de compensar as perdas de trabalhabilidade, falhas no processo de moldagem podem ocorrer, levando à formação de macrodefeitos na interface, pouco perceptíveis pelas técnicas de controle de qualidade do concreto. Assim, os efeitos da rugosidade dos agregados nas propriedades do concreto precisam ser melhor investigados.

Além disso, a redução de trabalhabilidade causada pelo aumento da rugosidade pode resultar na necessidade do aumento do teor de água, ocasionando também a redução da resistência [7], ou aumento no consumo de cimento, para se manter a resistência. Tal aspecto pode piorar a ecoeficiência dos concretos. Hoje, há uma grande diversidade de famílias de concretos (concretos secos, auto-adensáveis, etc.), empregando pastas de cimento com viscosidades muito distintas. Pastas de cimento com elevada viscosidade podem não ter a capacidade de envolver partículas rugosas de agregados, podendo eventualmente contribuir com a formação de macrodefeitos na interface pasta de cimento-agregado. Esse tópico é pouco discutido na literatura e carece de pesquisas; principalmente, quando o enfoque é a otimização de desempenho ou melhoria de ecoeficiência desse tipo de material.

Os poucos métodos quantitativos de caracterização de rugosidade de agregados geralmente só quantificam a rugosidade na macroescala, aquela perceptível na escala milimétrica. Há poucos estudos de caracterização que determinem a rugosidade dos agregados, por análise multiescala (macro e micro). Outro ponto não levado em consideração é o efeito do volume específico de cada partícula na rugosidade. Partículas com mesma faixa granulométrica podem ter volumes e áreas superficiais completamente diferentes, alterando sua interação com o concreto.

Apesar da importância da rugosidade dos agregados, os estudos de caracterização são escassos. Em alguns casos, a rugosidade é estudada em conjunto com outras características

dos agregados, como a forma e/ou granulometria, dificultando a compreensão do seu efeito específico no comportamento do concreto [3], [8]. Quando estudada de maneira isolada, a rugosidade é muitas vezes definida pela observação tátil e visual, tornando-se impossível a quantificação dessa variável ou os efeitos causados no concreto [6], [9]–[12].

Nos trabalhos que efetivamente quantificam a rugosidade, seu estudo é continuamente realizado sem levar em consideração a natureza multiescala [2], [13], [14]. Partículas visualmente lisas que aparentam ter a mesma rugosidade na macroescala podem apresentar distintas rugosidades na microescala e ter efeitos diferentes no compósito [1].

1.1. Objetivos

O presente trabalho tem intuito de quantificar a rugosidade de agregados grãos naturais, por análise multiescala (macroescala e microescala). Para tanto, os seguintes objetivos específicos deverão ser atingidos:

- Avaliar de forma multiescalar a rugosidade superficial de agregados grãos naturais com a técnica de interferometria, e sua relação com a microestrutura dos agregados descritas por análise petrográfica;
- Analisar como aspectos morfológicos dos agregados afetam a rugosidade na macroescala, e adicionar parâmetros volumétricos à análise de rugosidade na microescala, através do escaneamento 3D;

1.2. Organização do Texto

O texto está dividido em dois capítulos. Cada capítulo serviu de base para o desenvolvimento de um artigo. O capítulo 2 trata da rugosidade dos agregados medidas com a técnica da interferometria. Essa rugosidade foi estudada de forma multiescalar, dividindo-a em macroescala e microescala. Os seis tipos de agregados testados apresentaram diferenças entre si. Por fim, uma análise petrográfica da microestrutura interna de partículas selecionadas mostrou que as dimensões e tipos dos cristais tinha boa correlação com os dados de rugosidade na macroescala.

O capítulo 3 não estava previsto no projeto original, mas foi adicionado devido à necessidade que surgiu durante o trabalho de associar os resultados de rugosidade obtidos com o volume das partículas. Partículas na mesma faixa granulométrica podem ter variação na área de

contato (área superficial) de até 200%. Para isso, foi utilizado um scanner 3D, que é capaz de escanear as partículas por completo e fornecer dados de volume, impossíveis de obter no interferômetro. Com isso, a alta resolução do interferômetro acoplada aos dados do scanner 3D nos permite obter dados numa maior escala, que podem descrever melhor a influência nas propriedades da interface entre pasta de cimento e agregados.

Capítulo 2 – Rugosidade de agregados graúdos naturais determinada por interferometria e análise de sua microestrutura interna

Apesar da influência da rugosidade nas propriedades do concreto, poucos estudos a avaliam quantitativamente e de forma multi-escalar, tampouco utilizam técnicas avançadas em 3D, como o interferômetro. Pouco também se sabe da relação entre a microestrutura interna das rochas utilizadas em agregados e sua rugosidade superficial. Dessa forma, os objetivos desse capítulo são:

- Avaliar quantitativamente a variabilidade da rugosidade de diferentes tipos de agregados graúdos com a utilização do interferômetro;
- Analisar resultados de forma multiescalar: rugosidade na macroescala e na microescala;
- Relacionar parâmetros de rugosidade superficial com a microestrutura interna dos agregados graúdos.

2.1. FUNDAMENTAÇÃO

Agregados graúdos naturais são geralmente obtidos da britagem de rochas; as mais comumente utilizadas no Brasil para concreto são: granito/gnaiss (85%), calcário/dolomito (10%), e basalto/diabásio (5%) [15]. Os agregados graúdos exercem influência nas propriedades e desempenho do concreto, uma vez que ocupam cerca de 45% do volume do compósito [1], [16]–[19]. As principais características dos agregados que podem influenciar na produção de concreto são a porosidade/absorção de água, granulometria/forma, textura superficial/rugosidade, resistência e módulo de elasticidade [17]. A rugosidade exerce influência tanto no estado fresco quanto no estado endurecido do concreto.

Em países de clima tropical como o Brasil, a frente de intemperismo atinge mais de 50 metros de profundidade [20], o que afeta a durabilidade das escavações subterrâneas [21]. Portanto, os efeitos da alteração nos agregados também são uma característica para sua seleção e utilização. Para um determinado grupo de rochas, como por exemplo o granito, a qualidade do agregado pode variar muito de um lugar para outro devido a mudanças na estrutura e formação da rocha parental [19].

No caso de agregados graúdos encontrados naturalmente, sem qualquer necessidade de processo de britagem, como seixo (ou cascalho) de rio, a forma arredondada é causada pelo intemperismo, erosão e transporte das rochas; portanto, o intemperismo é o fator chave. Há diversos tipos de seixo, variando de sua rocha mãe (granito, gnaiss, diorito, quartzito, etc.), até onde as partículas são transportadas e há quanto tempo elas passaram por intemperismo e erosão; causando, portanto, rugosidades superficiais diferentes.

2.1.1. A Textura dos Agregados

A textura superficial dos agregados é definida como o grau de quão lisa ou rugosa é a superfície da partícula. A propriedade geométrica que a descreve é a rugosidade [1]. A textura superficial depende da dureza, tamanho do grão, da estrutura da rocha mãe e da natureza das forças (compressão, impacto, cisalhamento, etc.) que agiram na partícula durante o processamento, tornando-a mais lisa ou rugosa [1], [17]–[19].

Para avaliar a rugosidade é importante notar que não existe um valor único para cada superfície, pois a rugosidade pode ser definida em diferentes escalas de precisão: macroescala e microescala (Figura 1). Em agregados graúdos, a rugosidade em macroescala pode estar ligada ao processo de fabricação, intemperismo, etc., numa escala de observação milimétrica. Já a rugosidade em microescala pode estar ligada a microestrutura e composição cristalina da rocha, numa escala de observação micrométrica.

Figura 1 – Perfil de rugosidade (azul) separado em macroescala (vermelho) e em microescala (verde).

Fonte: Autor.

Além do tamanho do grão, a rugosidade da superfície é influenciada pelo processo de britagem. Zhang et al. [22] realizaram um trabalho sobre como a velocidade de carga interfere na fratura das rochas (gabro e mármore). Os autores observaram que a rugosidade na escala micrométrica da superfície da fratura aumentou com a maior velocidade de carga. Neste caso, as fissuras foram intragranulares, orientadas pelos planos de clivagem do cristal [23]. A fratura também pode ser intergranular, onde os contornos dos grãos guiarão a propagação da fratura (entre os grãos). O tipo de fratura depende da intensidade e da velocidade da carga.

Em alguns casos, há coalescência de fissuras intragranulares e intergranulares, causando fraturas transminerais. Nestes casos, a existência de fissuras anteriores na microestrutura da rocha determinará a rugosidade em microescala das superfícies fraturadas das partículas do agregado.

Da mecânica da fratura, é sabido que sua propagação ocorrerá no caminho que requer menos energia [22], [23]. Nas rochas afaníticas, onde os cristais são invisíveis a olho nu, a fratura tem muitas opções para crescer dentro da rocha, sem necessidade de romper a estrutura interna de qualquer cristal, desenvolvendo-se principalmente de forma intermineral (entre os grãos). Por outro lado, nas rochas faneríticas, onde os cristais são maiores e visíveis a olho nu, a fratura pode quebrar um cristal ao invés de contorná-lo, causando fraturas transminerais. Ambos estes mecanismos podem ter um impacto significativo na rugosidade da superfície.

Para agregados graúdos encontrados naturalmente (sem necessidade de britagem), quanto mais antigo o cascalho, mais ele teria sido transportado e gasto, tornando-se redondo e liso, onde normalmente apenas o núcleo de minerais sem alteração é preservado. No caso do cascalho de quartzito, formado apenas por quartzo, que tem alta resistência à alteração química e mecânica, o cascalho pode ser transportado por longas distâncias e tempo, tornando-se ainda mais liso.

A Figura 2 mostra três tipos de cascalho encontrados no estado de São Paulo, Brasil. O quartzito (Figura 2c) tem uma superfície muito mais lisa ao toque. O granodiorito (Figura 2a) e o monzodiorito (Figura 2b), por outro lado, tem uma composição mista (feldspato plagioclásio, feldspato ortoclásio, quartzo etc.), sendo mais suscetível a intemperismo na superfície, e ao transporte.

Figura 2 – Três tipos de cascalho encontrados no estado de São Paulo, Brasil. (a) granodiorito, (b) monzodiorito, (c) quartzito. Observe o tamanho do grão e a rugosidade de cada rocha. Cada quadrado ao fundo possui 10 x 10 mm.

Fonte: Autor.

A rugosidade também depende da forma como é realizada sua medição, uma vez que diferentes métodos de determinação da rugosidade resultam em diferentes perfis de rugosidade, de acordo com a escala que o equipamento pode fornecer. Uma superfície pode aparentar ser plana em baixa resolução (macroescala), mas, ao se ampliar a escala de observação, pode ser mais rugosa (microescala), conforme a Figura 3. Compreender a rugosidade é mais simples com a utilização de perfis em vez de superfícies, uma vez que a adição da terceira dimensão pouco altera os princípios aplicados.

Figura 3 - Diferenciação dos perfis de rugosidade de um bloco cerâmico alterando a escala de observação, utilizando interferômetro ótico.

Fonte: Autor.

2.1.2. Métodos de Avaliação da Rugosidade dos Agregados

A descrição de textura superficial das partículas é geralmente classificada em métodos com contato e métodos sem contato. O contato direto com a superfície da partícula pode causar dano (ou não) sobre a mesma [24], [25].

A textura superficial das partículas pode ainda ser classificada por métodos qualitativos (comparativos) e métodos quantitativos (paramétricos) [25], [26]. Os métodos qualitativos são baseados apenas numa avaliação visual e tátil da superfície da partícula, em comparação com superfícies de referência, em termos de graus variantes entre lisa ou rugosa. Esses métodos são ainda muito utilizados para a caracterização de agregados, entretanto, não possibilitam mensurar a rugosidade e os resultados podem ser influenciados pelo operador.

Os métodos quantitativos usam diferentes dados de rugosidade da superfície, tais como altura, espaçamento e posição de picos, vales, crateras, ranhuras, ondulações e degraus, alcançando as escalas micrométrica e nanométrica [26], [27]. No Quadro 1 é apresentado um resumo das características e limitações dos principais métodos quantitativos de medida de rugosidade (que podem ser utilizados em agregados). Existem ainda diversos outros métodos menos habituais na caracterização de agregados ou rochas que são utilizados nas áreas de engenharia, metrologia, tribologia, biologia, medicina, etc.

A perfilometria mecânica é ainda um método muito utilizado devido a sua simplicidade, entretanto, devido às suas limitações (ver Quadro 1 e Figura 4), vem sendo substituído por técnicas modernas utilizando aquisição de imagens e métodos que fornecem dados em 3D. As informações estatísticas que podem ser obtidas através de uma análise em 3D são muito mais robustas e confiáveis que aquelas obtidas através de perfilometria mecânica (1D) ou aquisição de imagens (2D). Além disso, possibilitam o uso de parâmetros de área, conseguindo uma melhor representação quantitativa da rugosidade da superfície [28].

Figura 4 – Rugosidade superficial medida através de perfilometria de stylus. O perfil e grau de rugosidade dependem das dimensões da ponta, velocidade da medida e irregularidade da superfície.

Fonte: Elton [27].

Al-Rousan et al. [29], Masad et al. [30] e Wang et al. [31] fizeram estudos comparativos de métodos desenvolvidos para caracterizar agregados, entretanto, a maioria dos métodos analisam a textura superficial dos agregados em conjunto com outras características, como angularidade e forma, impossibilitando conclusões sobre a influência específica da rugosidade nas propriedades do concreto. Não existe uma definição ou distinção clara entre a forma e a rugosidade das partículas, podendo ocorrer sobreposições de informações entre as medidas.

Segundo os estudos dos autores citados, considerando aspectos como precisão, repetitividade, reprodutibilidade e aplicabilidade, os métodos desenvolvidos exclusivamente para medida de rugosidade dos agregados mais indicados foram o *University of Illinois Aggregate Image Analyzer* (UIAIA) e o *Aggregate Imaging System* (AIMS). Contudo, ambos os métodos utilizam uma série de câmeras para definir a forma, angularidade e textura dos agregados, limitando-se a resolução máxima da câmera (escala milimétrica) e conseguindo quantificar apenas a rugosidade em macroescala.

Quadro 1 - Resumo das características e limitações dos principais métodos quantitativos de medida de rugosidade que podem ser utilizados em agregados.

Método	3D *	Contato	Agreg. **	Escala	Técnica	Limitações
Perfilometria Mecânica (Stylus) [24], [27], [32]–[34]	-	X	-	Macro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mais antiga e simples; ▪ Agulha stylus arrastada na superfície em linha reta. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Pode danificar amostra; ▪ Dimensões da ponta e velocidade de movimento alteram os resultados.
Atomic Force Microscopy (AFM) [24], [28], [34]	X ***	X	-	Nano	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Semelhante a perfilometria de stylus, mas em dimensões muito menores; ▪ Fina ponta de sonda, acoplada a uma viga flexível, que varre a superfície. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Limitado a superfícies muito pequenas e planas.
Microscopia eletrônica [24], [25]	X	-	-	Nano	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Varre a superfície com um feixe de elétrons e mede quantos elétrons são dispersos. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dificuldade em obter dados quantitativos; ▪ Campo de visão limitado.
Interferometria [24], [28], [35], [36] (Ver seção 2.1.2.1)	X	-	-	Nano Micro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Família de técnicas que se utiliza da dispersão de um feixe de luz refletido numa superfície; ▪ Interferômetro de caminho duplo é o mais usual. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dificuldade em medir superfícies com grandes irregularidades; ▪ Campo de visão limitado; ▪ Áreas com descontinuidades superficiais.
Visão Estéreo [24], [25], [37]	X	-	-	Macro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Relativamente simples e de fácil execução; ▪ Captura pares de imagens em posições distintas que geram ângulos de incidência com alguns graus de diferença. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Dificuldade em identificar pontos em comum dos pares de imagens; ▪ Áreas com superfícies pouco detalhadas.
Projeção de Franjas [37], [38] (Ver seção 3.1.2.4)	X	-	-	Macro Micro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Muito pesquisada na metrologia ótica devido à flexibilidade na escala (métrica a micrométrica); ▪ Projeção de um padrão de franjas na superfície do objeto e captadas por uma câmera. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Sombras e reflexões não uniformes; ▪ Objetos com descontinuidades superficiais; ▪ Superfícies isoladas espacialmente.
University of Illinois Aggregate Image Analyzer (UIAIA) [39], [40]	-	-	X	Macro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Aplica técnica de erosão-dilatação em projeções da partícula; ▪ Diferença das projeções antes e depois está relacionada com as microirregularidades da superfície. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Mede a rugosidade em apenas 3 projeções por partícula; ▪ Dados de rugosidade fora das bordas são perdidos; ▪ Escala limitada à resolução da câmera.
Aggregate Imaging System (AIMS) [41], [42]	-	-	X	Macro Micro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Captura imagens da superfície da partícula e avalia a rugosidade pela variação da intensidade de cinza dos pixels; ▪ Pode ser analisada em multiescala com o uso da teoria de wavelets, que decompõe a imagem em diferentes escalas de rugosidade. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Partículas com grande concentração de determinado mineral apresentam pouca variação da intensidade de cinza (ex. basalto ou calcário).
Projeção da superfície [19], [32], [43]	-	X	X	Macro	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Primeiro método desenvolvido para agregados; ▪ Seções delgadas das partículas ampliadas com projetor; ▪ Diferença do perfil e do comprimento de uma linha irregular desenhada por uma série de cordas com diferentes tamanhos. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Técnica trabalhosa e de difícil reprodutibilidade; ▪ Resultados são confiáveis apenas após um número considerável de amostras.

* fornece informações em 3D da superfície; ** método desenvolvido unicamente para agregados; *** limitado a uma faixa de 100 µm.

Fonte: adaptado de Masad [30] and Bhusan [24].

2.1.2.1. Interferometria ótica

Dentre as técnicas utilizadas em agregados, destaca-se a interferometria ótica, pois além de fornecer dados em 3D, apresenta a capacidade de quantificar a rugosidade na macro e microescala de agregados graúdos e miúdos. Numa superfície completamente lisa, um feixe de luz é refletido de forma especular, mas à medida que a rugosidade da superfície aumenta, a luz se dispersa e é refletida de forma difusa, conforme a Figura 5 [24], [27]. A luz que é refletida é captada e gera dados para a caracterização da superfície. A interferometria é uma família de técnicas que utilizam esse princípio.

Figura 5 – Da esquerda para a direita, a reflexão do feixe de luz em uma superfície completamente lisa é especular, mas com o aumento da rugosidade, torna-se dispersa e é refletida de forma difusa.

Fonte: adaptado de Elton [27].

O uso do método tem crescido na área de medição de rugosidade de superfícies, em escala microscópica. A técnica baseia-se no fenômeno da interferência, onde as franjas (irregularidades) presentes na superfície geram uma interferência na reflexão do feixe de luz oriundo do interferômetro. O interferômetro (Figura 6a) usado utiliza a configuração de Michelson, exibida na Figura 6b, que é a mais popular para pequenas magnificações [35].

Figura 6 - (a) Interferômetro ótico utilizados na caracterização da rugosidade de agregados. (b) Funcionamento do interferômetro ótico NPFlex Bruker, equipado com uma objetiva do tipo Mirau.

(a)

(b)

Fonte: (a) Autor, (b) adaptado de Petzing et al. [44].

O feixe de luz originado de uma única fonte é dividido em dois pelo divisor de feixe: um se comporta como referência e segue para o detector; o outro é direcionado para a amostra e então reflete em direção ao detector. Por possuírem dois caminhos óticos diferentes, a diferença desse trajeto e a interferência causada pela superfície da amostra no feixe de luz causa o surgimento de franjas de interferência (Figura 7a). O número de franjas e seu espaçamento depende da forma da amostra e da inclinação relativa entre a amostra e o espelho de referência. Se a amostra for muito plana, as franjas são retas e paralelas. A partir do espaçamento e inclinação das franjas de interferência, a imagem é convertida na topografia da superfície (Figura 7b) [45].

Figura 7 – (a) Franjas de interferência causadas pela diferença entre o feixe de referência e o feixe de medição.
(b) Topografia obtida a partir das franjas.

Fonte: Autor.

O equipamento apresenta dois métodos de operação: o PSI (interferometria de mudança de fase), que possui uma resolução vertical $<0,1\text{nm}$, e altíssima velocidade de medida de aproximadamente 1s e é indicado para medir rugosidade de superfícies lisas, com rugosidade menor que 30 nm; o VSI (interferometria de escaneamento vertical), que permite a medição em 3D de áreas superficiais, com a capacidade de medir superfícies não especulares e rugosas com resolução vertical $<0,15\text{nm}$, resolução ótica máxima de 40 nm (utilizando lente de 115x e zoom de 2x) e velocidade de até $80\mu\text{m/s}$, permitindo que seja possível medir formas e rugosidade de superfícies que tradicionalmente estariam fora do alcance da interferometria [46]. No caso dos agregados graúdos, por apresentar superfícies com um elevado grau de irregularidade, é indicado o VSI.

2.1.3. Aplicação dos Métodos em Agregados

A maioria dos trabalhos que aplicaram métodos de medida de rugosidade em agregados são feitos com perfilometria mecânica, e nesse caso utilizam o parâmetro R_a , que é o correspondente do parâmetro S_a para perfis em vez de superfícies (ver seção 2.2.2.1). Quando técnicas mais modernas são empregadas, os parâmetros geralmente utilizados são o S_a e S_q , que são tradicionais da metrologia de superfícies. Os poucos trabalhos encontrados na literatura que utilizam o parâmetro S_l em materiais cimentícios, o fazem apenas em superfícies de concreto [47], [48].

Vários outros trabalhos [2], [6], [10], [12], [13] avaliam a influência da rugosidade na performance do concreto, mas utilizam superfícies preparadas mecanicamente (polidas, lixadas, entalhadas, etc.). Nessas situações, não é possível saber se a rugosidade superficial é oriunda da rocha ou do acabamento dado na superfície. Estes trabalhos são significativos para avaliar a rugosidade dos agregados ou sua influência sobre os materiais cimentícios, com pouco efeito prático. A superfície natural dos agregados e sua rugosidade provém do processo de fraturamento da rocha.

Um perfilômetro mecânico foi usado por Tasong et al. [14] para comparar a rugosidade de três tipos de agregado utilizados em concreto (Basalto, calcário e quartzito). Os autores compararam as rugosidades através do parâmetro R_a (μm). Em superfícies fraturadas com $l = 30$ cm, o basalto tinha R_a 56% maior que o calcário e 66% maior que o quartzito.

Também trabalhando com a perfilometria mecânica, Fic et al. [49], avaliaram o impacto da rugosidade superficial de 3 tipos de agregado (granito, basalto e cascalho) na adesão da zona de transição. Eles estudaram agregados de 4-16 mm. O perfilômetro utilizado tem uma tecnologia mais moderna que os tradicionais, pois faz a varredura de várias faixas da superfície, obtendo uma área. O granito possuía maior S_q (73,5 μm), seguido pelo basalto (24,9 μm) e cascalho (2,59 μm). Vale destacar que os autores mediram a rugosidade em apenas um ponto em cada partícula, portanto esses resultados devem ser considerados com cautela.

Usando o método AIMS [41], [42] que aplica análise de imagem, Masad et al. [50] avaliaram agregados de basalto, calcário e cascalho, com dimensão de 9,5-12,5 mm, analisando parâmetros desenvolvidos pelo método para avaliar rugosidade e angularidade. O basalto foi

considerado mais rugoso e angular, seguido pelo calcário e pelo cascalho, nessa ordem. O cascalho era claramente mais esférico que as demais amostras. Os autores compararam os resultados com os obtidos por micro-CT, e obtiveram boa correlação. Entretanto, eles concluíram que técnicas 3D apresentam uma grande vantagem, pois possibilitam o uso do objeto 3D em simulações computacionais de concreto.

Resultados similares foram encontrados por Pan et al. [51], também usando um método baseado em análise de imagem, o UIAIA [39], [40]. Basalto, calcário e cascalho (mistura de quartzito e calcário), com dimensão de 19-38 mm, foram analisados quanto a rugosidade e angularidade. O basalto teve rugosidade 43% maior que o calcário e 49 % maior que o cascalho. Na angularidade, basalto e calcário eram praticamente iguais, mas o cascalho era muito mais arredondado.

Na literatura é possível encontrar algumas aplicações da interferometria em agregados, mas estas não aplicam a técnica em concreto ou tampouco avaliam a rugosidade de forma multiescalar. Dunford et al. [52] aplicaram a interferometria para avaliar as alterações de rugosidade da superfície de agregados de calcário usados em pavimentação, simulando o desgaste causado pelo tráfego. Os autores concluíram que a técnica possui diversas vantagens em relação a perfilometria 1D, com maior resolução e capacidade de captar alterações na superfície que técnicas 1D não conseguem. Qian e Meng [53] também aplicaram a interferometria no estudo da rugosidade de agregados com dimensão máxima de 13,2 mm e sua relação com a resistência a frenagem em pavimentação. A resolução do interferômetro era de 7 μm . O basalto teve a maior rugosidade (parâmetro S_q) e foi estatisticamente diferente do calcário e arenito, que foram considerados iguais (os autores não forneceram os resultados numéricos, apenas testes estatísticos comparando os agregados).

Sandeep e Senetakis [54]–[56] aplicaram a técnica de interferometria em agregados miúdos (solos e areia), com tamanho até 1-3 mm, mostrando a grande versatilidade e potencial de aplicações da técnica. Verificou-se que o coeficiente de atrito entre as partículas estava inversamente relacionado com o módulo de Young e a rugosidade superficial. Estes resultados são especialmente importantes para o comportamento de materiais geológicos e granulares, tais como solos, interfaces rochosas ou grãos artificiais. Foi utilizado um interferômetro com resolução vertical de 0,1 nm, ampliação de 100x, medindo uma área de 20 μm x 20 μm . Nesta

escala, os solos vulcânicos, como o basalto ($S_q = 1100$ nm), tinham superfícies muito mais ásperas que as areias de quartzo (250 nm). O granito completamente decomposto (1350 nm) teve resultados equivalentes aos do basalto, e a areia calcária (670 nm) foi intermediária. Os autores atribuem a maior rugosidade dos solos decompostos, como o basalto e o granito, ao efeito do intemperismo.

Como pode ser visto dos resultados da literatura, não há consenso entre os autores de qual agregado é o mais ou menos rugoso. Em algumas situações o granito ou calcário foi considerado o mais rugoso, em outras, o basalto. Quando presente nos estudos, o cascalho aparenta ser o mais liso e arredondado, possivelmente devido ao intemperismo que as partículas sofreram. Entretanto, sem especificar o tipo de cascalho, é difícil traçar paralelos com os outros trabalhos. O quartzito também foi considerado o mais liso em um dos trabalhos. A grande variação de técnicas, escalas de observação, intemperismo e origem das rochas tem forte influência nos resultados, tornando muito difícil comparar os resultados de diferentes estudos.

2.2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.2.1. Coleta do Material e Identificação Macroscópica

Foram coletados seis tipos de agregados graúdos, identificados por seus nomes comerciais: basalto, calcário, dolomita, granito, quartzito e seixo de diferentes fornecedores e localidades, a fim de obter amostras com características mineralógicas diferentes e, conseqüentemente, rugosidade.

Foi realizada uma caracterização visual e petrográfica para cada tipo de rocha, utilizando conceitos e informações de Pellant e Pellant [57]. Em cada seção fina, as principais características mineralógicas, ou seja, composição mineral, estrutura, textura e tamanho do grão, foram descritas buscando elucidar sua influência na rugosidade dos agregados e no seixo. A composição modal dos minerais foi obtida pela contagem de pontos nas seções finas, totalizando seis seções, uma para cada amostra submetida à medida de rugosidade. A partir da caracterização petrográfica foi observado que a maioria destes agregados eram comercializados com nomes técnicos incorretos. As propriedades e nomenclatura dos agregados serão detalhadas na seção 2.3.1.

A metodologia da coleta foi adaptada, para manter o processo produtivo similar (uso de três estágios de britagem, todos com britadores de mandíbula ou giratórios, que fraturam as partículas pelo mecanismo de compressão). Mineração de agregados não empregam britadores de impacto em suas linhas; exceto, na produção de areia de britagem (fora do escopo do estudo).

As coletas foram feitas em transportadores de correia, coletando quantidades mínimas de partículas para realizar o estudo, sem boa representatividade temporal da amostragem. A exceção foi o seixo, coletado do leito de um rio, sem qualquer processamento ou trituração. Após a coleta, os materiais graúdos foram lavados, secos em estufa, e quarteados, para garantir a representatividade das diferentes alíquotas, peneirados e divididos em alíquotas de massa reduzidas de acordo com os ensaios a serem realizados.

2.2.2. Análise da Rugosidade por Interferometria

O método utilizado para a determinação da rugosidade de partículas de agregados graúdos foi previamente desenvolvido pelo grupo de pesquisa do Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (LME-POLI/USP), a partir da técnica de interferometria, com metodologia definida por Santos [58], projeto FAPESP 2013/14307-0.

A técnica utiliza um interferômetro óptico (NPFLEX – Bruker), disponível no LME-POLI/USP (Figura 6a e Figura 8a). A configuração selecionada utilizava lentes objetivas com magnificação de 5x e multiplicador de 1x. Com essa configuração, a resolução obtida é de 3,642 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. O escaneamento foi realizado com software Vision64, que acompanha o equipamento.

Para o ensaio de rugosidade foram escolhidas 15 partículas aleatórias (tamanho entre 19 mm e 25 mm) de cada material. Foram ensaiadas quatro regiões com 5x5 mm² da superfície de cada partícula (Figura 8b). O campo de visão das lentes na configuração usada era de 1,2 x 1,0 mm². Portanto, para conseguir escanear uma área de 5x5 mm², foi utilizada a função *stitching*, que captura 30 regiões da superfície, com sobreposição configurada em 15%. A resolução lateral nessa configuração é de 2 μm e a resolução vertical é de 50 nm. Essa resolução indica até qual tamanho os detalhes da superfície serão capturados.

As amostras foram fixadas numa placa de vidro com um adesivo plástico multiuso (Figura 8a). A superfície a ser medida então foi manualmente nivelada, facilitando o processo de medição. Superfícies altamente irregulares, como cantos e bordas, foram evitadas, pois nestes pontos os valores de rugosidade eram muito altos devido aos ângulos agudos, sendo mais relacionados com parâmetros de forma ou angularidade. Devido à área relativamente grande de leitura e a irregularidade da superfície dos agregados, cada escaneamento durou em média meia hora.

Figura 8 – Detalhes da execução do ensaio. (a) – partícula posicionada para o escaneamento. (b) – detalhe da área de 5x5 mm² (fora de escala).

(a)

(b)

Fonte: Autor.

Após o escaneamento, os dados originais (Figura 9a) passavam por um tratamento, antes da captura dos dados, no mesmo software utilizado no Vision 64. Inicialmente, as superfícies eram niveladas, subtraindo as alturas de cada ponto para um plano de mínimos quadrados (Figura 9b). Esse procedimento não altera o valor de nenhum parâmetro calculado posteriormente, mas facilita a visualização das irregularidades. Em seguida, era aplicado um filtro gaussiano, que limita os comprimentos de onda curto e longo, separando a superfície em duas escalas: rugosidade na microescala (Figura 9c) e macroescala (Figura 9d).

Deste modo, cada superfícies escaneada gerou duas novas superfícies em diferentes escalas, fornecendo dois conjuntos de dados. Esse procedimento é importante devido à característica multiescala da rugosidade dos agregados. O tamanho do filtro irá definir o tamanho do comprimento de onda da rugosidade na macro e microescala e tem forte influência nos

resultados. No exemplo da Figura 9 foi utilizado um filtro gaussiano de 0,25 mm. Consultas à literatura [59], [60] e um breve estudo ajudaram a definir o valor do filtro a ser utilizado.

Nas configurações utilizadas no equipamento e com o filtro gaussiano de 0,25 mm, o comprimento de onda da rugosidade na macroescala é de 0,25-50 mm (limitado pelo filtro e pela largura da amostra), com amplitude de 200-1500 μm entre os pontos mais altos e mais baixos. A rugosidade na microescala tem comprimento de onda de 0,002-0,25 mm (limitado pela resolução lateral do equipamento e pelo filtro) e amplitude de 1-200 μm . Esses valores são coerentes aos apresentados por Leach [60] para rugosidade de agregados em pavimentação.

Figura 9 – Operações realizadas no software Visio64 para a obtenção dos parâmetros Sq e Sl.

Fonte: Autor.

Os parâmetros de rugosidade de cada tipo de agregado serão testados quanto à normalidade e terão suas médias comparadas (análise de variância, testes do tipo t), para verificar se os conjuntos de diferentes agregados apresentam rugosidades na macro e microescala estatisticamente diferentes.

2.2.2.1. Parâmetros de Rugosidade

Existe uma grande variedade de parâmetros, sendo separados em quatro principais grupos: altura, espaciais, híbridos e funcionais. Mais detalhes dos parâmetros utilizados para medir rugosidade podem ser encontrados em [60]–[63]. Para o caso de superfícies de agregados, dois parâmetros podem ser destacados.

- *Surface Index* ou Índice de superfície (SI), também chamado de *Roughness Number* na literatura de materiais cimentícios [47], [48]: é obtido através do encaixe de triângulos entre os pontos medidos que, quando somados suas áreas, fornecem a área superficial (A_s). Posteriormente, essa área é dividida por uma área de projeção plana da mesma superfície (A_p), formando então o *Surface Index*, representado pela Figura 10a e equação (1). Seu valor é adimensional e maior que 1. Valores iguais a 1 representam uma superfície completamente lisa. Este parâmetro diferencia superfícies com amplitudes e rugosidades médias semelhantes. Quanto maior a complexidade espacial da superfície, maior será o parâmetro, sendo afetado tanto pela altura dos pontos, como pelo espaçamento entre picos e vales [63], [64].
- Raiz quadrada da rugosidade média (S_q) – representa o desvio padrão do parâmetro mais utilizado nas avaliações de superfície, a rugosidade média (S_a), representada pela Figura 10b e equação (2). Ambos não fazem distinção entre picos, vales e o espaçamento entre eles, mas em S_q , grandes variações na rugosidade apresentam uma maior significância [63], [65], [66]. É um dos parâmetros mais tradicionais para análise de rugosidade em todas as áreas e pode ser interpretado com a altura média da rugosidade.

Figura 10 – Exibição em 3D do (a) Surface Index (SI) e da (b) raiz quadrada da rugosidade média (Sq).

Fonte: (a) Autor e (b) Olympus Corporation [67].

$$SI = \frac{A_R}{A_P} \quad (1)$$

$$Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A Z^2(x, y) dx dy} \quad (2)$$

Além das características mencionadas, cada um destes parâmetros será mais influenciado por uma das escalas de rugosidade. O Sq tem valores muito maiores na rugosidade na macroescala (200-1500 μm), pois as alturas dos picos e vales são elevadas ao quadrado e, portanto, o valor de Sq torna-se muito maior. Já o SI é mais influenciado pela rugosidade na microescala, pois praticamente toda área superficial é desenvolvida nessa escala (1-200 μm). Essa separação das escalas será melhor explicada na seção 2.3.2.

2.2.3. Análise da Microestrutura dos Agregados com Microscopia

A microestrutura de uma rocha é formada por um conjunto de grãos. Cada grão tem uma direção preferencial para o crescimento da fase cristalina. Os grãos, quando têm faces bem definidas, são chamados de cristais. A fase cristalina é constituída por um único mineral cuja composição química é bem definida [68]. Existem rochas monominerais, como o quartzito, que consistem em quase um único mineral. Ou rochas polimineriais, como o granito, que tem uma mistura de minerais, como quartzo, feldspato e mica.

Para manter a representatividade, algumas partículas representativas de cada um dos seis tipos de agregados foram selecionadas por observação tátil-visual e enviadas para preparar as lâminas para a análise petrográfica. A análise petrográfica busca complementar a análise tátil-visual reconhecendo detalhadamente as propriedades mineralógicas da rocha. A análise foi realizada no laboratório do Instituto de Geociências da USP, no microscópio Carl Zeiss, modelo Axioplan 2, com recursos de luz polarizada e charriot de precisão de 0,5 mm, platina móvel e aumentos de 2,5x a 100x. As fotomicrografias foram obtidas por meio da câmera Leica

MC170HD acoplada ao microscópio e o tratamento das imagens pelo software LAS – Leica Application Suite.

As principais propriedades mineralógicas, composição mineralógica, estrutura, textura, granulometria e produtos secundários foram descritos e organizados na seção 2.3.1. A composição modal dos constituintes mineralógicos foi obtida através da contagem de pontos no software *JMicroVision* seguindo uma malha aleatória. A contagem terminou quando as proporções entre os constituintes se mantiveram constante, normalmente logo após 2000 pontos.

Os resultados da análise petrográfica foram usados para explicar por que alguns agregados são mais rugosos que outros, e para verificar a correlação da microestrutura com a rugosidade superficial. O tamanho médio do grão foi calculado com a composição modal e a granulometria da análise petrográfica. A quantidade de cada mineral foi multiplicada por sua granulometria média, e somada, obtendo-se uma granulometria média estimada para toda a rocha. As amostras que tinham fenocristais também foram proporcionalmente multiplicadas por seu tamanho e quantidade. Fenocristais são cristais macroscópicos, grandes, maiores que a dimensão dos cristais da matriz.

Quantificar a quantidade de fenocristais em uma rocha não é uma tarefa fácil. Neste trabalho, apenas uma lâmina de cada rocha foi analisada. A quantificação dos fenocristais em apenas uma amostra não é estatisticamente suficiente para estimar a quantidade total para toda a rocha. Assim, para calcular o tamanho médio dos grãos nas amostras que tinham fenocristais, a proporção de fenocristais foi estimada, com base nos resultados encontrados por Fener e Ince [69].

2.3. RESULTADOS E ANÁLISE

2.3.1. Identificação Microscópica das Amostras

A partir da análise petrográfica, foram identificadas diversas divergências nas nomenclaturas comerciais das amostras. O basalto era o único comercializado com a nomenclatura correta. O granito na verdade é um gnaiss, o quartzito é um meta-arenito, e o calcário e a dolomita são ambos meta-carbonatos, com diferentes graus de metamorfismo. O seixo de rio é um quartzito, sendo a única amostra sem nenhum processamento ou britagem. O quartzito

(seixo) foi escolhido para mostrar quantitativamente as diferenças de rugosidade entre os agregados britados e os agregados naturalmente intemperizados.

Dessa forma, os agregados serão chamados por seus nomes obtidos a partir da petrografia: basalto (BAS), meta-carbonato baixo grau (MC-LG), meta-carbonato médio grau (MC-MG), meta-arenito (MAR), gnaiss (GNS) e quartzito (QTZ). Vale destacar que na literatura, são comuns a utilização de nomenclaturas comerciais, o que pode dificultar a comparação dos resultados com os obtidos por outros trabalhos.

Quanto à morfologia das partículas, uma análise visual e tátil indicou que os quartzitos (Figura 11-F1) eram bastante diferentes dos outros, com uma aparência arredondada e lisa, devido a serem encontrados no leito de um rio, o Basalto (Figura 11-A1) e o meta carbonato LG (Figura 11-B1) eram mais suaves ao toque do que as outras amostras. O basalto era a amostra com cantos mais angulares, seguido de perto pelo meta-carbonato LG. O meta-carbonato MG (Figura 11-C1) e o Gnaiss (Figura 11-E1) tinham cantos arredondados e o meta-arenito tinha uma angularidade intermediária.

A aparência das amostras, as imagens petrográficas e os resultados da análise petrográfica são apresentados na Figura 11 e na Tabela 1. A porcentagem de fenocristais foi estimada pela área de fenocristais em relação à área total da imagem. Esta estimativa foi feita a partir dos resultados da literatura [69] e da experiência do geólogo. Mais de uma imagem foi obtida em uma mesma lâmina, mas apenas a mais ilustrativa foi apresentada aqui.

Tabela 1 - Composição e Granulometria de todas as amostras. Fonte: Autor.

Rocha	Composição Modal da Matriz			Granulometria			
	Mineral	Quant.	Faixa	Min (mm)	Max (mm)	Fenocristais (mm)	Dim Méd do Grão (mm)
Basalto (BAS)	Vidro Vulcânico (Gls)	2.61%	0 - 5 %	-	< 0.01	-	0.15
	Plagioclásio (Pl)	27.83%	15 - 45%	0.01	0.40	1.3 - 1.8 (5%)	
	Piroxênio (Px)	25.22%	10 - 35%	0.01	0.10	-	
	Min. Opacos (Op)	43.91%	25 - 55%	-	< 0.01	-	
	Argilominerais (Arg)	< 0.50 %	0.1 - 1%	-	< 0.01	-	
Meta-carbonato baixo grau (MC-LG)	Quartzo (Qz)	10.00%	5 - 15%	0.01	0.10	-	0.23
	Dolom/Calcita (Dlm)	87.00%	85 - 95%	0.01	0.50	-	
	Min. Opacos (Op)	3.00%	0.1 - 5%	0.01	0.05	-	
Meta-carbonato médio grau (MC-MG)	Biotita (Bt)	7.59%	5 - 10%	0.05	0.20	-	0.84
	Calcita/Dolom. (Cal)	92.41%	90 - 95%	0.25	1.55	-	
Meta-arenito (MAR)	Quartzo (Qz)	95.00%	-	0.10	0.50	2 - 4 (35%)	1.24
	Moscovita (Msc)	5.00%	-	-	-	-	
	Min. Opacos (Op)	< 1.00%	-	-	-	-	
Gnaiss (GNS)	Quartzo (Qz)	37.25%	25 - 55%	0.10	1.50	> 3 (25%)	1.63
	Feldspato Potássico (Fk)	21.51%	5 - 35%	0.20	1.50	> 3 (25%)	
	Plagioclásio (Pl)	17.98%	5 - 25%	0.10	0.50	-	
	Biotita (Bt)	9.74%	0 - 15%	0.10	1.50	-	
	Hornblenda (Hbl)	6.41%	0 - 10%	0.30	1.65	-	
	Epidoto (Ep)	< 3.00%	-	-	-	-	
	Min. Opacos (Op)	< 3.00%	-	-	-	-	
	Outros	< 2.00%	-	-	-	-	
Quartzito (QTZ) seixo	Quartzo (Qz)	99.00%	-	0.10	5.00	-	2.53
	Impurezas	1.00%	-	-	-	-	

Figura 11 – Exemplo de agregado de cada tipo (A1 a F1) e sua respectiva imagem petrográfica (A2 a F2).

Basalto – BAS (Figura 11-A1 e A2): rocha vulcânica, estrutura maciça, textura afanítica e granulação muito fina a fina. Em lâmina a rocha é composta basicamente por cristais de piroxênio e plagioclásio imersos em uma matriz muito fina de opacos e vidro vulcânico ($< 0.01\text{mm}$), apresenta textura intersertal e inequigranular microporfirítica dado por fenocristais de Plagioclásio (1.3 – 1.8mm).

Meta-carbonato de baixo grau – MC-LG (Figura 11-B1 e B2): rocha metamórfica, com baixo grau de metamorfismo, carbonática, originada do metamorfismo da rocha calcário. Apresenta feições de rocha sedimentar devido à pouca cristalização de suas fases. Tem coloração cinza esbranquiçada, granulação fina, composto principalmente de dolomita, calcita e quartzo. Possui faces retas e textura lisa ao toque. Na petrografia (Figura 11-B1) é possível observar a alternância de bandas, com coloração (composição) e granulometrias diferentes. Nas venulações há presença de cristais de quartzo.

Meta-carbonato de médio grau – MC-MG (Figura 11-C1 e C2): rocha metamórfica (médio grau de metamorfismo) carbonática originada do metamorfismo da rocha calcário. Tem grau metamórfico mais alto que o meta-carbonato de baixo grau, com cristalização das fases bem definidas. Tem coloração esbranquiçada, estrutura orientada, textura fanerítica e granulação fina a média, composta predominantemente por calcita e dolomita, porém é notável alguns grãos finos de quartzo em algumas porções da amostra. A alternância de cores da amostra é proveniente da rocha sedimentar que a originou. Nos interstícios da rocha pode-se observar a presença de biotita.

Meta-arenito – MAR (Figura 11-D1 e D2): rocha metamórfica (baixo/médio grau) composta majoritariamente de quartzo, formada a partir do metamorfismo do arenito em altas temperatura e pressão. O baixo grau de metamorfismo é destacado pelo aspecto dourado da muscovita, indicando processo inicial de alteração. Tem estrutura orientada, textura fanerítica e granulação fina a média. Nas áreas em destaque, pode-se observar a mudança de interface entre os grãos devido ao aumento da granulometria: o contato entre os dois grãos maiores de quartzo é bem definido, enquanto o contato destes com a matriz apresenta muitas reentrâncias.

Gnaiss – GNS (Figura 11-E1 e E2): rocha metamórfica (alto grau), que pode ser derivada de rochas ígneas ou metamórficas, como o próprio granito, sendo chamados de ortognaiss, ou

derivados de rochas sedimentares, como o arenito, sendo chamados de paragnaisse. Após a britagem, granito e gnaisse são facilmente confundíveis. Ambos geralmente têm uma cor cinza-esbranquiçada, mas a diferença permanece em características mineralógicas inerentes, tais como o bandamento da rocha gnáissica (alternância de minerais formadores de rocha ao longo da massa rochosa). Possui coloração cinza-esbranquiçada, com bandamento, alternância de minerais ao longo da rocha. Tem estrutura bandada e foliada, textura fanerítica, lepidó-granoblástica e granulação fina a grossa. Há veios centimétricos de quartzo cortando a amostra. Nestes locais a superfície tem textura mais lisa que o resto da partícula.

Quartzito – QZ (Figura 11-F1 e F2): rocha metamórfica (alto grau) composta praticamente somente de quartzo. Se forma a partir do metamorfismo do arenito. Assemelha-se ao Meta-arenito, mas tem grau de metamorfismo muito maior. A continuidade do processo metamórfico (tempo e pressão) do meta-arenito unirá a interface entre os grãos como o quartzito. A rocha é fanerítica, inequigranular seriada, granoblástica e granulação média a grossa. Diferente das demais amostras que eram britadas, essas partículas foram retiradas da foz de um rio, possuindo formato arredondado devido ao intemperismo sofrido.

2.3.2. Separação da Rugosidade na Macroescala e Microescala

A norma ISO 4288-1996 [70] define a dimensão do comprimento de onda do filtro gaussiano com valores entre 0,025 mm a 8 mm, e recomenda a utilização de 0,25 mm, 0,8 mm e 2,5 mm, pois esses são os mais utilizados na prática. Entretanto, a sua escolha deve ser realizada de acordo com o tamanho da amostra e a irregularidade da superfície analisada. Sendo assim, foram testados os seguintes filtros: 0,025 mm, 0,08 mm, 0,25 mm, 0,5 mm, 0,8 mm e 2,5 mm.

Foram utilizadas as superfícies escaneadas de 10 partículas, sendo duas de cada tipo de agregado, com exceção do quartzito, que foi adicionado após a realização desse estudo. Cada partícula foi medida em 4 pontos, e a média desses valores foi utilizada para cada partícula. Para a definição do filtro ideal, foi analisada a variação dos parâmetros Sq da macroescala (Figura 9d) e do SI da microescala (Figura 9c) em relação à superfície original (Figura 9a). Da definição dos parâmetros (ver seção 2.2.2.1), espera-se que o Sq da macroescala e o SI da microescala sejam o mais semelhante possível à esses mesmos parâmetros medidos na superfície original, visto que o processo de filtragem apenas deve separar as escalas, sem alterar os resultados.

Dessa forma, foi definido que qualquer filtro que alterasse o Sq e o SI em menos de 5% em todas as partículas em relação à superfície original, poderia ser o filtro utilizado. Os gráficos foram construídos com escala logarítmica, para facilitar a visualização das alterações. No Sq (Figura 12), qualquer valor de filtro menor que 0,25 mm se encaixou nessa condição.

Figura 12 – Variação do Sq da rugosidade na macroescala com a aplicação de filtros em relação à superfície original. Em destaque a região com variação de Sq menor que 5%.

Fonte: Autor.

Em relação à variação de SI (Figura 13), qualquer valor de filtro maior que 0,08 mm poderia ser utilizado. Então, unindo ambas as condições, apenas os filtros de 0,08 mm (variação média de $1,48\% \pm 1,34\%$) e 0,25 mm (variação média de $1,61\% \pm 0,39\%$) poderiam ser utilizados. Ambos os filtros tiveram médias semelhantes, mas o filtro de 0,25 mm teve desvio padrão muito menor, e por isso foi escolhido. Essa dimensão de filtro está de acordo com o sugerido por [59], que realizou estudos aplicados da dimensão ideal para superfícies de agregados.

Figura 13– Variação do SI da rugosidade na microescala com a aplicação de filtros em relação à superfície original. Em destaque a região com variação de Sq menor que 5%.

Fonte: Autor.

Como resultado desse estudo, na Figura 14 e Figura 15 são exibidos as médias de SI e Sq, respectivamente, bem como seus valores após a aplicação do filtro. Observe que no SI, o filtro praticamente não alterou os valores da rugosidade na microescala, com redução média de apenas 0,46%. Lembrando que os valores de SI são sempre maiores que 1. Já em Sq, a rugosidade na macroescala é que praticamente não teve alterações, tendo uma redução média de apenas 1,67%. Note que em ambos os casos os valores de variação ficaram abaixo do previsto no estudo da dimensão do filtro ($1,61\% \pm 0,39\%$).

Figura 14 – Efeito da aplicação do filtro gaussiano de 0,25 mm no parâmetro SI.

Fonte: Autor.

Figura 15 – Efeito da aplicação do filtro gaussiano de 0,25 mm no parâmetro Sq.

Fonte: Autor.

2.3.3. Rugosidade dos Agregados e Variabilidade

2.3.3.1. Rugosidade na microescala

Inicialmente os dados de SI para as 15 partículas de cada tipo (4 medidas por partícula) foram testados quanto à presença de outliers pelo teste de Grubb, no software Origin 2017. Nenhum outlier foi encontrado. Então a média do SI foi calculada para cada partícula, e o teste de outliers foi novamente realizado. Novamente, nenhuma partícula foi considerada um outlier. Os dados foram então testados quanto à normalidade com o teste de Shapiro-Wilk. Todas as distribuições foram consideradas normais.

Os resultados do SI (Figura 16), apresentados em forma de boxplot, mostram diferenças consideráveis entre os tipos de agregados. O basalto foi o agregado que apresentou o menor valor médio (1,54) e a menor variação entre máximo e mínimo (1,67 a 1,44), sendo bastante homogêneo. O meta-carbonato de baixo grau também teve um valor médio baixo (1,72), mas teve uma maior variação dos valores (2,06 a 1,47). Essa maior variabilidade possivelmente se justifica pela presença de alternância de bandas nas amostras.

O gnaiss apresenta o maior SI médio (2,09), mas com média semelhante ao meta-carbonato de médio grau (2,01), ao meta-arenito (2,06) e surpreendentemente, o quartzito (2,07). Era esperado que o quartzito tivesse a superfície mais lisa, mas na micro escala, o oposto ocorreu. Parece que o intemperismo só afeta a rugosidade da superfície até uma certa escala, onde na micro escala os resultados não foram afetados. Deste grupo (SI acima de 2,00), o meta-carbonato de médio grau teve maior variabilidade (2,36 a 1,65), tendo valores tão baixos quanto o basalto e o maior valor de SI de todas as amostras. As partículas do meta-carbonato

de médio grau apresentavam alta variação de textura e cor, indicando a presença de diferentes minerais acessórios nas partículas, possivelmente justificando a alta variabilidade.

Figura 16 – SI da rugosidade na microescala com valores destacados, de cima para baixo: máximo, 3º quartil, mediana, 1º quartil e mínimo. A média está destacada com um X do lado esquerdo do boxplot.

Fonte: Autor.

Uma análise de variância (ANOVA) para comparação das distribuições foi realizada e confirmou que as amostras eram diferentes. Então um teste de Tukey para comparação de médias dois a dois foi realizado para comparar as amostras dois a dois (Tabela 2). Os resultados confirmaram as conclusões tiradas a partir das distribuições da Figura 16. Gnaiss, meta-arenito, Meta-carbonato de médio grau e quartzito não apresentaram diferença estatística entre si. Meta-carbonato de baixo grau e basalto foram considerados diferentes dos demais e entre si, mas com pouca diferença em suas médias.

Tabela 2 – Teste de Tukey para comparação de médias dois a dois do SI da rugosidade na microescala. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

Fator	N	Média	Agrupamento
Basalto	15	1,54	A
Meta-carbonato de baixo grau	15	1,72	B
Meta-carbonato de médio grau	15	2,01	C
Meta-arenito	15	2,06	C
Gnaiss	15	2,09	C
Quartzito	15	2,07	C

Fonte: Autor.

Para ilustrar a aparência da superfície de cada agregado, os pontos de SI mais alto (esquerda) e mais baixo (direita) são apresentados sequencialmente da Figura 17 a Figura 21. Apenas o seixo não foi analisado pois sua análise foi realizada posteriormente. As imagens superiores são as geradas pelo interferômetro. As inferiores são de fotos de câmera digital com alta aproximação. Ambas possuem 5x5 mm². Os pontos em azul nas fotos marcam os locais onde a superfície foi escaneada, porém estes não estão precisamente centralizados e não indicam a orientação. O ajuste da área das fotos que corresponde à superfície escaneada foi feito manualmente.

As diferenças da superfície das partículas com maior e menor SI é claro em alguns tipos de agregados, e mais discreta em outros. No basalto praticamente não há diferença visual entre as partículas, na superfície ou na foto, demonstrando a uniformidade de suas partículas. No caso do meta-carbonato de baixo grau, as diferenças são apresentadas claramente, com a superfície com alto SI tendo uma imagem com maior variação de cores e tamanhos dos cristais, contando com um veio de calcita.

Figura 17 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do basalto. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.

(a) BAS P02_3 – Filtro 0,25mm – SI = 1,71

(b) BAS P08_4 – Filtro 0,25mm – SI = 1,43

Fonte: Autor.

Figura 18 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do meta-carbonato de baixo grau. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.

(a) MC-LG P55-2 - Filtro 0.25mm - SI = 2,22

(b) MC-LG P28-1 - Filtro 0,25mm - SI = 1,39

Fonte: Autor.

Figura 19 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do meta-carbonato de médio grau. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.

(a) MC-MG P06_2 – Filtro 0,25mm – SI = 2,68

(b) MC-MG P20_1 - Filtro 0.25mm – SI = 1,58

Fonte: Autor.

Figura 20 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do meta-arenito. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.

(a) MAR P12_1 – Filtro 0,25mm – SI = 2,24

(b) MAR P15-1 – Filtro 0.25mm – SI = 1,69

Fonte: Autor.

Figura 21 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor SI do gnaiss. Pontos em azul são marcações para identificar os locais escaneados na superfície da partícula.

(a) GNS P08-4 – Filtro 0.25mm – SI = 2,36

(b) GNS P01-1 – Filtro 0,25mm – SI = 1,85

Fonte: Autor.

No meta-carbonato de médio grau, as fotos indicam que os agregados são parecidos, sem diferenças perceptíveis, mas na superfície é possível notar uma maior presença de picos e vales da partícula com alto SI.

O meta-arenito apresenta claramente nas fotos as diferenças apresentadas na superfície. Na partícula com maior SI, é possível ver os grãos a olho nu, já na partícula com menor SI, os grãos são muito menores e a superfície é mais homogênea. A partícula de meta-arenito P-15 destoava do restante da amostra por possuir grãos muito menores. Isso indica um diferente nível de metamorfismo nas partículas.

Por fim, no gnaiss, é difícil notar a diferença do SI nas imagens, devido à alta variação dos tipos de cristais, porém a presença de picos e vales é evidente na superfície escaneada.

2.3.3.2. Rugosidade na macroescala (parâmetro Sq)

O mesmo procedimento de análise foi repetido para a rugosidade na macroescala, mas desta vez o parâmetro Sq foi o analisado. Todas as distribuições foram consideradas normais e nenhum outlier foi encontrado. O Sq é um parâmetro fortemente dependente das alturas dos picos e vales e, portanto, tem valores altamente influenciados pela rugosidade na macroescala. Os resultados são novamente apresentados como boxplot.

Figura 22 – Sq da rugosidade na macroescala com valores destacados, de cima para baixo, de máximo, 3º quartil, mediana, 1º quartil e mínimo. A média está destacada com um X do lado esquerdo do boxplot.

Fonte: Autor.

Com a mudança da escala de observação, algumas variações nos resultados foram encontradas em relação aos resultados da microescala. O quartzito (seixo) tem agora valores muito menores do que todas as outras amostras. Isto era esperado devido ao aspecto arredondado de sua superfície, sem a presença de picos e vales que pudessem elevar o valor do parâmetro S_q .

Basalto e meta-carbonato de baixo grau, tem pouca diferença entre suas distribuições, porém o meta-carbonato de baixo grau chega a possuir valores tão altos quanto o gnaiss. Novamente o aspecto mais liso de sua superfície, com faces retas e cantos angulosos, justifica essa semelhança, uma vez que os cantos foram evitados no processo de escaneamento e não interferiram nos resultados.

Meta-arenito e meta-carbonato de médio grau são bastante semelhantes, em média e variabilidade. A alta variabilidade do meta-carbonato de médio grau na rugosidade da microescala não foi observada com a mesma dimensão na macroescala, mostrando uma maior uniformidade. Já o gnaiss não foi comparável a nenhum outro tipo de agregado, apresentando média maior que os demais e o maior valor absoluto.

Como indicado na seção 2.2.2.1, o parâmetro S_q da macroescala depende da irregularidade da superfície da partícula, ou seja, partículas elipsoidais como o quartzito (cascalho) têm superfície sem grandes irregularidades e têm baixa rugosidade na macroescala. Por outro lado, partículas que, apesar de terem cantos angulares, têm superfícies relativamente planas, como o basalto e o meta-carbonato LG, têm rugosidade média na macroescala. Meta-carbonato MG, meta-arenito e gnaiss são altamente irregulares e, portanto, têm valores altos de rugosidade na macroescala.

Comparando os resultados com os obtidos por outros trabalhos, não é possível garantir que os tipos de agregados utilizados por outros autores tenham sido corretamente nomeados, como realizado neste trabalho.

O gnaiss (granito) e o meta-carbonato de médio grau (calcário) foram os agregados mais rugosos deste estudo, como encontrado por Fic et al. [49] e Gan [71]. Nestes trabalhos, o basalto era menos rugoso que ambos, mas diversas ocasiões o basalto era mais rugoso que o calcário [14], [50], [51], [53]. Isto é especialmente contraditório com os resultados

encontrados aqui e nos estudos mencionados [53,65], onde o basalto é mais liso que os outros. Alguns trabalhos podem considerar a angularidade do basalto como parte da rugosidade, o que, neste caso, tornaria o basalto muito mais rugoso.

O quartzito foi considerado menos rugoso que o calcário (MC-MG) e basalto por Tasong et al. [14], mas aqui a média era semelhante à do granito e do calcário. Todos estes trabalhos avaliaram a rugosidade na macroescala, já que na seção 2.3.3.1 foi mostrado que o quartzito (seixo) era semelhante a vários outros agregados na microescala, mas tinha uma rugosidade muito menor na macroescala.

A ordem de grandeza dos resultados está de acordo com o encontrado por Fic et al. [49], que usaram um perfilômetro para definir os parâmetro Sq em áreas de 4,5 x 4,5 mm de superfícies de agregados. O granito possuía Sq = 73,5 μm , e o basalto, Sq = 24,9 μm . Apesar dos valores encontrados aqui serem um pouco maiores, a simples alteração da técnica utilizada e da origem dos agregados é suficiente para causar essa diferença.

A comparação emparelhada novamente confirma as conclusões baseadas no gráfico (Tabela 3). Calcário e quartzito, e meta-carbonato de baixo grau e basalto não tiveram diferença estatística significativa. O gnaiss, porém, não foi semelhante a nenhum outro tipo de agregado.

Tabela 3 – Teste de Tukey para comparação de médias dois a dois do Sq da rugosidade na macroescala. Médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes.

Fator	N	Média	Agrupamento
Basalto	15	62,78	A
Meta-carbonato de baixo grau	15	77,80	A
Meta-carbonato de médio grau	15	112,81	B
Meta-arenito	15	109,23	B
Gnaiss	15	134,28	C
Quartzito	15	37,49	D

Fonte: Autor.

Uma análise da rugosidade na macroescala (Sq) em relação a imagens da superfície também foi realizada (Figura 23 a Figura 27). No caso da rugosidade na macroescala, é possível notar mais claramente as semelhanças entre superfície escaneada e a foto da superfície. Ambas as imagens têm 5 mm x 5 mm de dimensão. Nessas amostras, a marcação em azul que indicava a superfície medida foi parcialmente removida antes da captura das imagens. O ajuste da área das fotos que corresponde a superfície escaneada foi feito manualmente.

Figura 23 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor S_q do basalto.

Fonte: Autor.

Figura 24 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor S_q da meta-carbonato de baixo grau.

Fonte: Autor.

Figura 25 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor Sq do meta-carbonato de médio-grau.

(a) MC-MG P05-2 - $f=0.25\text{mm}$ - $Sq=168,12\mu\text{m}$ (b) MC-MG P16-3 - $f=0.25\text{mm}$ - $Sq=63,44\mu\text{m}$
Fonte: Autor.

Figura 26 – Rugosidade na microescala dos pontos com maior e menor Si do meta-arenito.

(a) MAR P17-3 - $f=0.25\text{mm}$ - $Sq=156,46\mu\text{m}$ (b) MAR P01-4 - $f=0.25\text{mm}$ - $Sq=60,46\mu\text{m}$
Fonte: Autor.

Figura 27 – Rugosidade na macroescala dos pontos com maior e menor S_q do gnaíse.

Fonte: Autor.

Em todas as imagens é possível notar padrões que se repetem nas superfícies e nas fotos. Mesmo a olho nu, alguns destes detalhes podem ser observados. Nota-se que mesmo as superfícies em geral tendo aspectos semelhantes, aquelas onde os picos eram mais altos e os vales mais profundos tem valores de S_q muito maiores. Como discutido, o S_q é fortemente influenciado pelas alturas dos maiores picos e vales, sendo um parâmetro inerente da rugosidade na macroescala.

2.3.4. Análise Petrográfica

Dos dados de granulometria e composição modal de cada amostra, foi possível obter uma dimensão média dos grãos e verificar a correlação entre a microestrutura e a rugosidade (Figura 28). O quartzito (seixo, sem britagem), formado praticamente apenas de quartzo, que devido à grande resistência química e mecânica do mineral, é capaz de suportar longos processos de intemperismo e distâncias de transporte, promovendo seu aspecto arredondado e liso, como a amostra utilizada neste trabalho. No entanto, o intemperismo e transporte afetam apenas a superfície até um certo ponto, influenciando apenas a macroescala. Na microescala, a rugosidade do quartzito não foi alterada e era comparável a outros agregados

altamente rugosos, como o gnaiss e o meta-arenito, e era mais rugoso que o basalto. A rugosidade da microescala parecia estar mais relacionada ao tamanho médio dos grãos das rochas, ao invés da rugosidade ou angularidade das partículas.

Complementando os resultados encontrados neste trabalho, Sandeep e Senetakis [54]–[56] aplicaram a interferometria em agregados miúdos e solos, em escala nanométrica, com uma ampliação de 100x, 20 vezes maior do que a ampliação de 5x utilizada neste estudo. Os autores descobriram que solos completamente intemperizados, como o basalto e o granito, tinham superfícies muito mais ásperas do que as areias de quartzo, atribuindo a maior rugosidade ao efeito extensivo do intemperismo e à superfície mais macia dos grãos vulcânicos.

Portanto, parece que o intemperismo pode afetar tanto a macroescala, afetando a angularidade e a circularidade das partículas, quanto a nanoescala, afetando a rugosidade dos próprios grãos, sendo dependente da dureza do mineral. Em uma escala intermediária, a microescala, o tamanho médio dos grãos pode ser o fator determinante.

Figura 28 – Correlação entre SI da partícula e Dimensão Média dos maiores grãos da amostra.

Fonte: Autor.

Grãos com menores dimensões, tendem a formar rochas com menores rugosidades. Isso pode estar relacionado ao mecanismo de fratura nessas rochas, ocorrendo entre os grãos

(intermineral). No caso de grãos maiores, a fratura pode ter dificuldade de contornar o grão, escolhendo o caminho de menos energia, atravessando o grão, como minerais de clivagem – micas, formando fraturas transminerais. Aparentemente, fraturas intraminerais ou transminerais geram superfícies mais irregulares, e por sua vez, mais rugosas.

2.4. CONCLUSÕES DO CAPÍTULO

- Os seis tipos de agregados analisados apresentaram diferenças estatísticas entre si em ambas escalas de rugosidade, com exceção do meta-carbonato de médio grau e do meta-arenito que não apresentaram diferenças estatísticas em ambas as escalas. Ambos têm em comum o baixo grau de metamorfismo sofrido.
- Na rugosidade na microescala, basalto foi considerado o mais liso, seguido pelo meta-carbonato de baixo grau. Meta-carbonato de médio grau, meta-arenito, gnaiss e surpreendentemente, quartzito, foram os mais rugosos, e não tiveram diferença estatística entre si. Apesar de possuir superfície lisa ao toque, o quartzito possuía os maiores grãos observados na petrografia, chegando a até 5mm, possivelmente elevando a rugosidade. Rochas que possuíam alternância de bandas (gnaiss), venulações (meta-carbonato de baixo grau), grau de intemperismo não uniforme (quartzito) e presença de diferentes minerais acessórios (meta-carbonato de médio grau), tiveram as maiores variabilidades dos resultados.
- Na rugosidade na macroescala, alguns comportamentos se alteraram. O quartzito (seixo) foi o mais liso, devido sua superfície desgastada e lisa ao toque. Basalto e meta-carbonato de baixo grau foram considerados iguais. O tamanho dos grãos reduzido de ambas as rochas causa o aspecto mais liso de suas superfícies, com faces retas e cantos angulosos, justificando essa semelhança. Meta-carbonato de médio grau e meta-arenito também foram considerados iguais, porém o primeiro que era o mais variável na microescala, se tornou mais uniforme nessa escala. Gnaiss teve a maior rugosidade na macroescala e não foi estatisticamente igual a nenhuma outra amostra.
- A dimensão média dos grãos dos agregados parece ter boa correlação com a rugosidade superficial na microescala (SI). Grãos com menores dimensões tendem a formar rochas com menores rugosidades superficiais. Esses resultados podem estar relacionados com o mecanismo de fratura das rochas. Em rochas afanítica (grãos invisíveis a olho nu), a fratura é intermineral (entre os grãos) e gera uma superfície de

baixa rugosidade. Em rochas faneríticas (grãos visíveis a olho nu), a fratura é intramineral (dentro do grão) ou transmineral (entre e dentro dos grãos) e gera superfícies com alta rugosidade.

Capítulo 3 – Área superficial volumétrica de agregados graúdos naturais com scanner 3d e interferometria

Durante os ensaios de rugosidade dos agregados, percebeu-se pelos que partículas na mesma faixa de tamanho (19-25mm) podem ter grandes variações de volume. A medida da rugosidade pode ser expressa como área superficial, medida através do índice de superfície (m^2 de superfície/ m^2 de área plana projetada) [47], [48], [64]. Quando dividida pelo volume da partícula, permite estimar a área superficial volumétrica (m^2/cm^3); ou seja, por unidade específica de volume da partícula. Esse parâmetro é fundamental para verificar o efeito que as partículas tem no comportamento reológico das suspensões cimentícias [72].

O escaneamento da superfície com o interferômetro é capaz de conseguir resultados precisos da rugosidade (escala micrométrica), mas sofre com limitações da área de escaneamento, da velocidade do ensaio e da incapacidade de medir o volume da partícula. Devido a essas limitações foi introduzido escaneamento 3D da partícula, sendo a técnica capaz de medir o volume precisamente [37], [38], [73] e, a área superficial da partícula em sua totalidade, com velocidade mais elevada, porém numa menor resolução. Além disso, é capaz de fornecer dados para uma caracterização morfológica completa da partícula. Com isso, os objetivos desse capítulo são:

- Avaliar aspectos morfológicos das partículas de gnaiss, meta-carbonato de baixo grau (dolomita) e quartzito (seixo);
- Adicionar parâmetros volumétricos à análise de rugosidade na microescala;
- Comparar área superficial específica das partículas e definir fatores de conversão nas diferentes escalas.

3.1. FUNDAMENTAÇÃO

Para aplicar os dados de rugosidade no volume das partículas, devemos antes caracterizá-las quanto à sua morfologia. Essa caracterização será importante para explicar alguns aspectos das relações entre área superficial, volume e largura das partículas. Num segundo momento serão estudadas as técnicas capazes de obter parâmetros 3D das partículas, mostrando vantagens e desvantagens em relação à técnica utilizada nesse trabalho.

Alguns métodos fazem a caracterização de propriedades dos agregados com análise de imagem [30], [39]–[41], como discutido na seção 2.1.2. Esses métodos são automatizados, eliminando os erros de operação e aumentando a velocidade e eficiência. Porém, esses métodos usam captura de imagens (2D) para estimar a forma e geometria da partícula, recorrendo à reconstrução das partículas por projeções ortogonais [74] para alcançar parâmetros 3D como área superficial e volume.

Para a análise dos diferentes métodos para medir área superficial e volume de uma partícula, é necessário conceituar resolução, acurácia e precisão nesse trabalho. No geral, os fabricantes e os trabalhos que utilizam essa terminologia em scanners 3D por vezes divergem. Na apresentação dos dados de outros trabalhos, tentou-se normatizar as nomenclaturas para o definido a seguir:

- Resolução é a quantidade de detalhe que pode ser adquirido pelo scanner, ou seja, a distância entre pontos capturados pelo scanner. Uma melhor resolução resulta numa maior quantidade de polígonos. Detalhes menores que a resolução do scanner não são capturados;
- Acurácia (ou exatidão) indica quão bem os pontos escaneados se relacionam com a superfície real ou em relação a um valor normatizado. Se medirmos uma esfera com diâmetro conhecido, a acurácia representa quão próximo do diâmetro real seria o diâmetro dado pelo scanner;
- Precisão é a medida de repetibilidade de uma medida, ou seja, várias medidas do mesmo objeto produzem resultados iguais. Porém, ter precisão não garante que um scanner não possa produzir resultados não acurados, caso esteja descalibrado.

3.1.1. Formato de Partículas

Segundo Blott e Pye [75], morfologia é um termo que descreve a expressão externa de um objeto, e tem dois aspectos: formato e textura superficial. Formato é referente as características médias e grandes da partícula, enquanto textura superficial está relacionada com uma menor escala. No capítulo anterior o aspecto da textura superficial (rugosidade) foi amplamente estudado. Nesse capítulo, o formato das partículas será caracterizado e os dados de rugosidade serão relacionados com o volume das partículas.

Dessa forma, os quatro principais parâmetros relacionados ao formato das partículas são: forma, circularidade (ou angularidade), irregularidade e esfericidade. A forma descreve as características tridimensionais da partícula, com razões entre comprimento, largura e espessura. Circularidade (ou angularidade) se refere a quão angular são os cantos e bordas da partícula. Irregularidade é o desvio da partícula em relação a um objeto regular, seja ele uma esfera ou um cubo. Esfericidade é o grau que o formato da partícula se aproxima ao de um círculo ou esfera.

Todos esses parâmetros são definidos de acordo com projeções 2D da partícula e possuem diversas fórmulas elaboradas por inúmeros autores. Neste trabalho, apenas a forma e a esfericidade foram utilizadas. Com relação à forma, foram avaliados o alongamento e a lamelaridade das partículas. A esfericidade foi feita com a comparação do volume da partícula com o volume de uma esfera. Quando se possui apenas projeções 2D, a área de um círculo é utilizada.

Para definir a forma, as três dimensões da partícula devem ser medidas. Seguindo a metodologia adotada pela NBR 5564 [76] (Figura 29a), o comprimento máximo da partícula é chamado de a , a largura – maior dimensão perpendicular ao comprimento – é chamada de b , e a espessura – dimensão perpendicular à largura e ao comprimento – é chamada de c . Essa metodologia foi proposta por Krumbein (1941) [77] e é adotada também pela norma americana ASTM D4791 [78].

Outra metodologia de medida é com a utilização da *minimum bounding box* (MBB), ou seja, a mínima caixa imaginária que comportaria a partícula [75]. Esse método utiliza a sequência oposta da NBR 5564, orientando a partícula inicialmente pela menor projeção de b e c , então a é medido perpendicular a este plano imaginário. Se levarmos em consideração que no peneiramento de agregados, as partículas estão sob vibração, elas vão tender à melhor posição que elas passariam pela malha (a segunda maior dimensão da partícula é determinante nesse processo [79], [80]), e a metodologia da MBB parece mais coerente.

Independente do protocolo utilizado, essas medidas são muito subjetivas e são completamente dependentes do operador. Entretanto, nesse trabalho foi utilizado um scanner 3D, que não sofre com problemas de precisão ou acurácia que os métodos

tradicionais (paquímetro) possuem. Dessa forma, para a definição dos parâmetros de formato da partícula foram utilizados os valores de a , b e c da MBB (Figura 29b).

Figura 29 - Ilustração dos diferentes protocolos para a medida de a , b e c . a. Método da NBR 5564 [76]. b. Método MBB de Blott e Pye [75].

Fonte: Bagheri et al. [81].

3.1.2. Escaneamento 3D de partículas de agregado

Seguindo a classificação adotada por Zhang et al. [82], as técnicas atuais para caracterização de agregados que envolvem observação visual podem ser divididas em três áreas: microtomografia computadorizada de raios-X (Micro-CT), processamento de imagem (*charged coupled device image processing* – CCD) e tecnologia de escaneamento com laser. A técnica de escaneamento com luz estruturada, que foi utilizada nesse trabalho, poderia ser classificada como uma variação do escaneamento a laser. Essa técnica ainda é pouco utilizada em agregados, mas tem alta utilização nas áreas de ortodontia, escaneamento humano, escaneamento de esculturas, engenharia reversa, controle de qualidade, entre outras [38].

3.1.2.1. Microtomografia computadorizada de raios-X (Micro-CT)

A microtomografia de raios-x é uma técnica de imagem em 3D que usa uma série de imagens radiográficas de diferentes ângulos, para construir um mapa de absorção de raios X de determinado material. Como diferentes materiais apresentam diferentes níveis de absorção, é possível identificar cada fase. A resolução espacial das imagens ou mapas 3D gerados pode chegar a $1\mu\text{m}$ [83], [84].

A representação 3D oriunda da micro-CT pode ser interpretada como uma sequência de imagens paralelas através de um objeto 3D. Essas imagens são formadas por pixels com forma de quadrado, e a distância entre cada imagem é a mesma da largura do pixel. Dessa forma, a representação 3D da partícula será da forma de cubos, chamados de voxels. Um exemplo de representação de um agregado escaneado por micro-CT em duas resoluções diferentes é exibido na Figura 30. Fica claro como essa forma de representação limita o uso da micro-CT para a avaliação de curvatura e área superficial [85], dependendo da escala disponível no equipamento. Além dessas limitações, apresenta um alto custo de utilização e sua operação deve ser realizada por profissionais capacitados. Ainda assim, a micro-CT é a técnica mais utilizada para o escaneamento de agregados.

Figura 30 – Representação 3D de uma partícula de agregado em diferentes resoluções.

Fonte: Rypl [85].

Yang et al. [86] utilizaram a micro-CT para determinar parâmetros 3D de caracterização da angularidade e textura superficial de agregados, baseados em operações morfológicas realizadas em projeções 2D, utilizadas nos equipamentos AIMS [29], [42] e UIAIC [39], [40]. Para contornar o problema dos voxels, foi utilizada uma operação que cria um gradiente dos voxels da superfície. Os autores concluíram que os resultados de angularidade e textura superficial em 3D eram mais confiáveis que os em 2D. Projeções 2D capturam apenas uma porção do agregado e, conseqüentemente, porções angulares ou lisas podem ser omitidas em algumas projeções, reduzindo a confiabilidade dos resultados. Isso causou um maior coeficiente de variação dos dados 2D, devido à mudança do ângulo de visão das projeções.

Kutay et al. [87] fizeram um estudo semelhante, comparando diversos parâmetros 2D com 3D. Porém, para contornar o problema dos voxels, foram utilizadas funções harmônicas

esféricas localizadas. Parâmetros de forma tiveram boa correlação, mas parâmetros de angularidade tiveram correlações fracas com dados 2D.

3.1.2.2. Processamento de imagem

As técnicas que envolvem processamento de imagem utilizam projeções 2D da partícula para obter parâmetros de forma. Entretanto, apenas UIAIA [39], [40], já mencionada na seção 2.1.2 e Quadro 1, é capaz de estimar o volume e área superficial das partículas [31]. A técnica utiliza projeções ortogonais com baixa resolução de 0,16 mm/pixel para reconstruir a partícula em 3D.

Utilizando o UIAIA, Pan e Tutumluer [74] fizeram a reconstrução 3D da partícula num modo de rastreamento inverso, conforme ilustrado na Figura 31a. Cada voxel do agregado terá um pixel correspondente nas três projeções ortogonais. Os pixels pertencentes a partícula tem valor 255 na escala de cinza, e o fundo (preto) tem valor 0. O rastreamento inverso se dá pela checagem da escala de cinza dos pixels de cada voxel, nas três projeções. Cada voxel que pertencer a partícula terá que ter três pixels com intensidade de 255. Os voxels que possuírem ao menos um pixel com intensidade 0 serão eliminados. A reconstrução 3D da partícula tem aparência similar à observada na micro-CT (Figura 31b).

Figura 31 – (a) Ilustração do modo de rastreamento inverso no sistema de coordenadas 3D. (b) Reconstrução 3D de uma partícula exibindo os voxels superficiais.

Fonte: Pan e Tutumluer [74].

A verificação dos resultados foi realizada comparando os valores de área superficial com dados de um scanner à laser, que possuía resolução de 0,1 mm/pixel, ou seja, semelhante à resolução do UIAIA. O desvio médio absoluto encontrado foi de 3,12% em diversos tipos de agregados graúdos (9,5 - 25 mm), com valores de até 5,23% em agregados de cascalho. Uma reconstrução 3D a partir de projeções 2D de um agregado pode não conseguir representar todos os picos, vales e angularidade da superfície, além de possuir as mesmas limitações da micro-CT devido ao aspecto cúbico dos voxels que, devido à baixa resolução, são ainda mais influentes nos resultados. Apesar disso, é um método que tem alta eficiência e repetibilidade, sendo capaz de escanear centenas de partículas em algumas horas [29], [30].

3.1.2.3. Tecnologia de escaneamento com laser

O escaneamento com laser é baseado no princípio da triangulação [37]. A fonte de laser gera um feixe que toca a partícula em um ponto na superfície e, de acordo com a posição que esse feixe é refletido no plano da imagem, gera um ponto com coordenadas (x, y, z). A partir da nuvem de pontos é gerado o objeto 3D. O laser é uma luz de altíssima intensidade e energia focada em um espaço muito pequeno, e por isso apresenta riscos, principalmente à visão.

O uso de escaneamento com laser em agregados é reportado desde 1998 por Illerstrom [88], mas com as mesmas limitações da análise de imagem, limitando-se a forma, tamanho e textura. Desde o início do uso do escaneamento a laser, as técnicas foram aprimoradas. Anochie-Boateng et al. [67]-[68] utilizaram um scanner capaz de escanear a partícula por completo, fazendo uma completa caracterização morfológica de parâmetros 2D e 3D de agregados. A precisão e acurácia do equipamento foi avaliada em relação à área superficial de objetos conhecidos (esferas e cubos), com desvio médio absoluto de apenas 0,21%. A resolução do scanner utilizado era de 0,1 mm e o tempo de escaneamento chegava a 50 min para partículas de $d = 26,5$ mm.

Bagheri et al. [81] realizaram uma caracterização do tamanho e forma de partículas irregulares, com métodos manuais (paquímetro), análise de imagem, scanner à laser e micro-CT. O desvio do scanner 3D na medida de uma bola de tênis com $d = 40$ mm foi de 0,5%. A resolução do escaneamento era de 0,1 mm e cada partícula levava em torno de 2h. Diversos parâmetros de forma, circularidade e esfericidade foram avaliados, comparando a eficiência de variáveis 1D (comprimento, largura e espessura) e variáveis 2D (projeção de perímetro e

área) em estimar parâmetros 3D (volume, área superficial e esfericidade). Os autores concluíram que a melhor estratégia para estimar parâmetros 3D indiretamente é com o uso de equações de regressão baseadas em parâmetros 2D, com desvios médios de 4,6%. Se apenas parâmetros 1D estiverem disponíveis, os desvios máximos podem chegar a 50%.

Apesar de dados 1D e 2D serem capazes de estimar valores de área superficial e volume, a confiabilidade e precisão dos resultados em relação a um escaneamento 3D ainda são limitadas. Para garantir a qualidade e certeza dos dados, o escaneamento 3D deve ser utilizado. Como discutido, técnicas que usam projeções 2D acabam descartando vários aspectos angulares e lisos que não caíram nas bordas das imagens. Partículas altamente irregulares serão mais afetadas por esses problemas

3.1.2.4. Escaneamento 3D por luz estruturada

A técnica de escaneamento por luz estruturada segue os princípios da triangulação ativa do escaneamento a laser, porém, em vez de escanear a superfície, ela projeta listras de diversas dimensões na superfície do objeto [37], [38], [91]. O escaneamento a laser analisa cada ponto uma vez, à medida que a linha passa pelo objeto, enquanto a luz estruturada captura milhões de pontos simultaneamente e mais de uma vez, em questão de segundos. Isso garante uma melhor precisão e uma velocidade maior de escaneamento. Além disso, diferente do laser, a luz estruturada utiliza luz branca (ou azul) e não apresenta riscos de segurança [73].

Para a utilização da técnica são necessários apenas um projetor e uma ou duas câmeras. Lanman e Taubin [92] mostram como é possível construir um scanner 3D apenas com esses equipamentos. Além do projetor e da câmera, os scanners comerciais de luz estruturada possuem geralmente uma mesa giratória, que permite o escaneamento do objeto de diferentes pontos de vista automaticamente.

A distorção das listras projetadas é capturada pelas câmeras e gera a nuvem de pontos, originando o objeto 3D. Na Figura 32a é exibida a vista superior do escaneamento de um objeto esférico. A distância entre o projetor e a câmera é pré-configurada e é necessária para a triangulação dos pontos. Na perspectiva (Figura 32b) é possível notar a distorção que a curvatura da superfície causa nas listras. Essa distorção é capturada pela câmera e é usada para calcular a profundidade, estrutura e detalhe do ponto.

Figura 32 – Ilustração de como as listras são capturadas pela câmera. (a) Vista superior da projeção de listras na superfície de um objeto esférico. (b) Perspectiva de como o objeto distorce as linhas de luz.

Fonte: FLIR Integrated Imaging Solutions [91].

A elaboração de imagens contendo a deformação das listras permite a extração de informações da forma do objeto. O resultado do escaneamento é uma imagem de profundidade, também chamada de *rangemap*, que contém as coordenadas dos pontos da superfície do objeto. O processo de criação do modelo digital 3D consiste na aquisição de descrições parciais do objeto a partir de vários pontos de vista, gerando vários *rangemaps*. Esses *rangemaps* são então unidos automaticamente através de técnicas avançada de elaboração 3D, formando uma única nuvem de pontos que, após o pós-processamento, gera o objeto 3D [73]. Para mais detalhes, AST Inc. [93] explica de forma detalhada e ilustrativa como o escaneamento com luz estruturada com duas câmeras é realizado.

Liu et al. [94] fez um estudo comparando o escaneamento com um scanner de luz estruturada com a micro-CT. A resolução do scanner era de 0,02 mm, e a velocidade de escaneamento de uma partícula era de 44s. A micro-CT foi utilizada com resolução de 0,11 mm, ou seja, cada *voxel* cúbico tinha 0,11 mm de lado. Partículas circulares tiveram diferenças de apenas 4% no volume e 3% na área superficial, entretanto, em partículas finas e alongadas diferenças de até 14% no volume e 20% na área superficial foram encontradas. No geral, os resultados do scanner de luz estruturada sempre eram menores que os de micro-CT. Os autores atribuíram essa grande diferença a angularidade das partículas, porém não levaram em consideração a diferença de resolução dos equipamentos nem a presença de *voxels* cúbicos na superfície dos objetos escaneados pelo micro-CT, que poderiam elevar tanto a área superficial como o volume.

Bhattacharya et al (2020) [95] usaram um scanner de luz estruturada para estabelecer uma relação entre área superficial e volume de partículas de agregados graúdos, estimando a esfericidade 3D apenas medindo o volume. Os desvios na área superficial e volume de uma esfera de referência foram em torno de 2,5%. A metodologia proposta pelos autores permitiu uma análise rápida e sistemática da forma das partículas, podendo acelerar a avaliação de campo dos agregados, com desvios de até 6% na estimativa da esfericidade 3D.

Nos últimos anos (2019-2020), outros autores [96]–[98] também aplicaram um scanner de luz estruturada para estimar parâmetros 3D de agregados, mas limitaram-se a escanear apenas metade da partícula. Essa metodologia tem a vantagem de poder digitalizar as partículas em grande velocidade, mas perde precisão quando comparado ao escaneamento completo, com desvios de até 10% na estimativa da área superficial e até 5% na esfericidade 3D.

Apesar da qualidade do escaneamento e da velocidade, a técnica de luz estruturada apresenta algumas limitações, relacionadas com problemas de contraste das listras na superfície [99]. Esses problemas podem ser originados de várias fontes:

- Luz ambiente: o escaneamento em um ambiente muito iluminado causará problemas de ondulações, falhas, rugosidade excessiva e buracos na superfície. Scanners que buscam uma maior resolução e acurácia tem a luz controlada em um ambiente fechado;
- Reflexos: superfícies brilhantes, polidas ou reflexivas irão refletir as projeções no objeto, e os pontos não serão escaneados ou apresentarão uma rugosidade excessiva na superfície. Esse problema pode ser resolvido com o uso de sprays de revestimento profissional ou até mesmo um pó muito fino, como talco;
- Transparência: a luz passará pelo objeto e não criará o contraste entre as listras. Também pode ser resolvido com spray ou talco;
- Superfícies pretas: a luz projetada poderá ser completamente absorvida e as câmeras não conseguirão capturar os dados da superfície, criando um ruído excessivo no objeto 3D ou a não captura dos pontos.

No escaneamento de agregados, os principais problemas estão relacionados com minerais reflexivos, como o feldspato ou quartzo, e rochas pretas, como o basalto. Rochas com minerais

reflexivos por vezes apresentam rugosidade excessiva ou buracos na superfície. Já com o basalto, o scanner praticamente não é capaz de capturar nenhum ponto.

3.2. MATERIAIS E MÉTODOS

3.2.1. Seleção das partículas

A partir dos resultados do capítulo anterior, foram selecionados três tipos de agregados graúdos para a realização do escaneamento 3D: gnaiss, o quartzito (seixo) e meta-carbonato de baixo grau. Visualmente, há grande diferença entre esses três tipos de agregados. O gnaiss tem cantos arredondados, mas sua superfície é muito áspera e por vezes sofre fragmentação durante o manuseio, por possuir granulação inequigranular seriada (grãos de diversos tamanhos). Já a dolomita (meta-carbonato de baixo grau), tem granulação equigranular e fina, com cantos e arestas angulares, e superfície lisa. O quartzito (seixo) possui formato arredondado, devido ao intemperismo que sofreu, e grãos visíveis a olho nu. Mais detalhes da caracterização visual das amostras foram comentados na seção 2.3.1.

Nesse capítulo, a faixa de dimensão das partículas foi ampliada para 4,75 mm a 37,5 mm. Em torno de 60 partículas de cada tipo de agregado foram escaneadas. Foi ampliado também o número de partículas escaneadas no interferômetro, para 35 partículas de cada tipo. Não foi possível medir no interferômetro todas as 60 partículas, pois o processo de medição é longo e trabalhoso. Mesmo com menos partículas, toda a faixa de dimensão foi coberta. Devido à dificuldade de encontrar 4 áreas de 5 mm x 5 mm na superfície de partículas menores que 9,5 mm, a metodologia do capítulo anterior foi alterada para 3 áreas de 2,5 mm x 2,5 mm. Os parâmetros de rugosidade não têm dependência alguma com a dimensão da área escaneada.

3.2.2. Escaneamento das partículas

O equipamento utilizado foi o Maestro 3D scanner (Figura 33a) e software *Maestro 3D Easy Desktop Scan version 7.0*, que acompanhou o produto. A amostra era posicionada na base de escaneamento com o auxílio de um adesivo reutilizável (Figura 33b).

Figura 33 – Maestro 3D Scanner (a) e detalhe do escaneamento da partícula (b).

Fonte: Autor.

A base gira em torno do eixo z em 360° (Figura 34a) e inclina num ângulo de até 90° (Figura 34b), permitindo escanear a partícula de diferentes eixos de observação. As listras são emitidas na partícula e são capturadas por triangulação pela câmera, formando a nuvem de pontos. Uma nuvem de pontos é uma grande coleção de pontos de dados individuais da superfície do objeto, disposta em um sistema tridimensional. As ilustrações da Figura 6 mostram como o processo considera diferentes direções de escaneamento, e não há interferência de luz externa.

Figura 34 – Detalhe do escaneamento da partícula. (a) a base gira 360° em torno de seu eixo. (b) a base inclina até 90° .

Fonte: Autor.

A tecnologia que o Maestro 3D scanner é baseado numa variante da luz estruturada por triangulação. As câmeras capturam centenas de imagens e os algoritmos identificam a mudança da listra de branco para o preto. Apesar de que a técnica funciona em luz ambiente, para identificar as bordas das listras com altíssima precisão, um contraste elevado deve ser obtido entre as listras e o objeto. Dessa forma, foi utilizado um scanner com área de escaneamento fechada, pois em luz ambiente, um scanner não alcançaria o mesmo contraste e, por consequência, a mesma resolução, precisão e acurácia.

A partícula deve ser escaneada de ao menos dois lados diferentes (Figura 35a e b), possibilitando que todos os pontos sejam escaneados, uma vez que a parte inferior da partícula fica coberta pelo adesivo. Em geral, dois lados foram suficientes, mas em casos que a partícula era muito angulosa ou tinha superfície muito reflexiva, uma terceira posição foi escaneada. O processo de união dos dois lados é semiautomático. O operador deve preparar as nuvens de pontos antes de obter o objeto 3D. O adesivo da base deve ser removido (Figura 35a e b), deixando apenas os pontos que fazem parte da partícula (Figura 35c). São marcados ao menos três pontos aproximadamente em comum entre as duas nuvens de pontos, e então o software aplica o ajuste fino. A marcação dos pontos em comum não necessita de alta precisão, foi notado que o software é capaz de fazer o ajuste fino sem muitos problemas.

Com as nuvens de pontos posicionadas, finalmente o pós-processamento é realizado, gerando um objeto 3D (Figura 35d). Este objeto pode ser exportado em formato *.STL, tradicional de objetos 3D, e pode ser analisado em qualquer software de edição 3D. O processo completo para cada partícula leva em torno de 10 minutos, do início do escaneamento a obtenção do objeto 3D.

Figura 35 – Nuvem de pontos do lado superior (a) e inferior (b) da partícula. Processo de união dos lados da partícula (c). Partícula após o pós-processamento (d).

Fonte: Autor.

Para a medição do volume e área superficial, os objetos 3D são importados em lote no software *Autodesk Netfab 2019*, que é capaz de gerar de forma rápida e prática uma tabela com volume, área superficial e as dimensões da caixa delimitadora mínima ou *minimum bounding box* (MBB). A função *minimize outbox* foi utilizada no software, com a opção de minimizá-la primeiro por sua área de base, da mesma forma que seria realizada caso a medida fosse manual. As dimensões dessa caixa (altura, largura e comprimento) serão utilizadas nas análises morfológicas da partícula.

Se observamos a superfície do objeto 3D de muito perto, podemos observar a malha. Essa malha é formada pela nuvem de pontos captada pelo scanner, gerando milhões de triângulos. A área superficial é calculada pela soma das áreas de todos os triângulos do objeto 3D (Figura 36a). A resolução, ou distância mínima entre cada ponto que o scanner é capaz de medir é de 0,001 mm ou 10 μm com acurácia de 8 μm [73] (Figura 36b); uma resolução superior a outras técnicas óticas utilizadas em agregados graúdos: análise de imagem – 0,1 mm ou 100 μm [74]; laser scanners – 0,1 mm ou 100 μm [81], [89] e luz estruturada – 0,02 mm ou 20 μm [94]. O interferômetro, na configuração utilizada nesse trabalho, tem resolução lateral de 2 μm e resolução vertical de 50 nm, tendo, portanto, resolução 5x maior que o scanner na resolução lateral e 2000x na resolução vertical.

Figura 36 – Malha (a) e distância mínima entre pontos (b).

Fonte: Autor.

A precisão do escaneamento 3D foi avaliada por esferas com dimensões conhecidas. Esferas de madeira e aço com diâmetros variando de 10 a 50 mm foram medidas por paquímetro em três direções ortogonais, para evitar qualquer irregularidade no diâmetro que afetasse os resultados. Em seguida, as esferas foram escaneadas para estimar e comparar os volumes e área superficial.

Os volumes das partículas obtidas pelo scanner 3D também foram comparados com uma técnica de referência (princípio do empuxo). A lei do empuxo foi usada para a determinação física do volume. De acordo com Webb [100], esta técnica é capaz de determinar o volume aparente de partículas. Um aparelho simples anteriormente utilizado por Silva [101] foi utilizado para este fim. As partículas foram deixadas submersas por 24 horas para preencher todos os poros externos abertos com água. As partículas eram saturadas e secas na superfície (SSD) e pesadas em uma balança de precisão. Em seguida, foram submersas em água e pesadas novamente. A diferença entre o SSD e o peso submerso é equivalente ao volume aparente da partícula. As áreas de superfície obtidas pelo escaneamento 3D também foram comparadas com as de objetos conhecidos (placa, cubóide, cubo, esfera, etc.) para observar se as partículas escaneadas tinham alguma semelhança com estes objetos.

3.2.3. Formato das partículas

Os parâmetros utilizadas são definidas na ASTM D4791 [102], Neville [103] e Mora e Kwan [104]. Foram analisados os índices de alongamento, de lamelaridade, de alongamento e lamelaridade e esfericidade:

- O índice de alongamento – equação (3) – indica quão longa é a partícula, quanto mais próximo de 1, mais proporcional são seu comprimento (a) e largura (b), e menos alongada é a partícula. Uma placa com face quadrada ou um cubo tem índice de alongamento igual a 1.
- O índice de lamelaridade – equação (4) – indica quão lamelar (ou fina) é a partícula, dada pela razão entre espessura (c) e largura (b). Um paralelepípedo de face quadrada tem índice de lamelaridade igual a 1.
- O índice de alongamento e lamelaridade – equação (5) – é uma mistura dos dois parâmetros e indica quão proporcional são as três dimensões de uma partícula. É a razão entre a espessura (c) e o comprimento (a). Quanto menor o valor, mais alongada e lamelar é a partícula.
- A esfericidade – equação (6) – indica a razão entre a área superficial de uma esfera com o mesmo volume da partícula em relação a área superficial da partícula. Uma esfera, por exemplo, tem valor igual a 1 e um cubo, tem valor 0,81.

alongamento		lamelaridade		alongamento e lamelaridade		esfericidade	
$\frac{b}{a}$	(3)	$\frac{c}{b}$	(4)	$\frac{c}{a}$	(5)	$\frac{\sqrt[3]{36\pi V^2}}{A}$	(6)

3.2.4. Cálculo Área Superficial no Interferômetro

A interferometria não é capaz de escanear uma partícula por completo como o scanner 3D, sendo limitada a apenas pequenas áreas da sua superfície, porém tem uma resolução muito maior. Sendo assim, é proposto um método para estimar a área superficial volumétrica da partícula com os dados do interferômetro, usando o volume e a área superficial suavizada oriunda do scanner 3D.

Para a manipulação dos objetos 3D, foi utilizado o software *MeshLab 2016.12*. Foi utilizado o comando *Laplacian Smooth*, que aplica ciclos de suavização até obter uma superfície lisa, mas mantendo a forma da partícula (Figura 37 e Figura 38). Foi realizado um estudo para definir o

número de ciclos a ser aplicado, observando a variação do volume da partícula, bem como seu aspecto visual. Definiu-se que a variação máxima de volume deveria ser de 3%. O número máximo de ciclos que poderiam ser aplicados sem alterar o volume acima desse valor foi de 500 ciclos. A ideia dessa aplicação é remover toda a informação de rugosidade da superfície, mantendo o volume da partícula similar.

Figura 37 – Ex. 1 do processo de aplicação dos ciclos de suavização em partícula e variação do volume (ΔV).

Figura 38 – Ex. 2 do processo de aplicação dos ciclos de suavização em partícula e variação do volume (ΔV).

No interferômetro, foram escaneadas 4 áreas da superfície da partícula, com área de projeção de 5 mm x 5 mm, obtendo a média do parâmetro *Surface Index* ($S_I = A_R/A_P$) da partícula (ver seção 2.2.2). Então um número n é calculado, dividindo a área superficial suavizada do scanner pela área de projeção (25 mm²) – equação (7). Esse número indica a quantidade de áreas de 5x5 mm² na superfície da partícula. Por outro lado, a área real é calculada multiplicando o S_I pela área de projeção (25 mm²) – equação (8). Finalmente, multiplicando o n pela área real (A_R), obtendo a área superficial do interferômetro – equação (9). Essa área superficial pode ser dividida pelo volume obtendo a área superficial específica do interferômetro – equação (10).

$$n = \frac{AS_{scan}}{25 \text{ mm}^2} \quad (7) \quad A_{real} = 25 \text{ mm}^2 * SI \quad (8) \quad AS_{interf} = n * A_{real} \quad (9) \quad ASV_{interf} = \frac{AS_{interf}}{V} \quad (10)$$

3.2.5. Medidas Físicas de Área Superficial

Duas técnicas foram utilizadas para tentar obter as medidas físicas da área superficial das partículas e compará-las com as obtidas pelo scanner 3D: BET e Azul de Metileno.

3.2.5.1. Área Superficial com Adsorptometria de Gases pelo Método BET

A partir de indicações de professor especialista em adsorptometria de gases, foram buscadas soluções para execução do ensaio com o uso do gás criptônio, em vez do tradicional nitrogênio. Segundo Dubois et al [105] o criptônio apresentou menor incerteza em determinações de área superficial específica de partículas centimétricas em relação ao nitrogênio. O criptônio também possui um menor limite de detecção ($\sim 0,0004 \text{ m}^2/\text{g}$) em comparação com o nitrogênio ($\sim 0,01 \text{ m}^2/\text{g}$), ideal para as partículas utilizadas nesse trabalho ($d > 4,75 \text{ mm}$) [105].

Com isso, amostras de três tipos de agregados (gnaisse, dolomita e quartzito - seixo) com dimensão de 4,75 mm a 9,5 mm foram enviadas para a sede do laboratório da *Anton Paar*, empresa que produz instrumentos de medição e análise para pesquisa e indústria. O equipamento utilizado foi o *Autosorb iQ* (Figura 39a) com a utilização de uma *macro cell* (Figura 39b), capaz de acomodar amostras de até aproximadamente 100 mm. Foram ainda realizados ensaios de densidade aparente, densidade real e porosidade via intrusão de mercúrio.

Figura 39 – (a) Equipamento utilizado para a medida da área superficial pelo método BET (Autosorb iQ da Anton Paar). (b) Macro cell capaz de acomodar amostras de até aproximadamente 100 mm.

(a)

(b)

Fonte: Anton Paar [106].

3.2.5.2. Área Superficial com Azul de Metileno

A metodologia utilizada foi inicialmente desenvolvida para determinar a presença de finos argilominerais na superfície de agregados. A adsorção de azul de metileno é maior quanto maior for a superfície específica das amostras [107]. Nesse ensaio, a alteração de cor azul para a condição incolor está relacionada às trocas de cargas entre as moléculas do corante e os cátions das argilas, e também à adsorção física do reagente nas partículas [108].

Resultados preliminares (Figura 40) indicam que há boa correlação entre área específica (m^2/g) obtida pelo método BET com o valor de adsorção do azul de metileno (mg/g). O procedimento aplicado está descrito em procedimento elaborado por pesquisadores do LME [109].

Figura 40 – Área específica e os valores de adsorção de azul de metileno para as misturas.

Fonte: Dados experimentais obtidos no LME-POLI USP [109].

O método consiste em colocar as partículas numa solução de azul de metileno, com concentração inicial de 0,50% (Figura 41a). O recipiente com as partículas é agitado por 60 segundos, deixado em repouso por 180 segundos, e novamente agitado por 60 segundos. Então, é retirado 130 μl da solução, diluindo em água, até a quantidade de $45 \pm 0,1$ g de mistura. Essa solução é então colocada em cubetas específicas (Figura 41b) para o Espectrofotômetro UV-VIS, onde são capturadas as curvas de absorção de luz.

Figura 41 – (a) agregados em mistura de solução de AM com concentração de 0,50 %. (b) Cubeta com solução diluída de AM retirada da figura (a).

Fonte: Autor.

O procedimento padrão desenvolvido no LME POLI USP [109] recomenda a utilização de $20 \pm 0,1$ g de agregados numa solução com concentração de 0,50 % de azul de metileno. No entanto, após diversas tentativas, foi utilizada $80 \pm 0,1$ g de agregados, em soluções com 0,50 % e 0,25 % de concentração de azul de metileno. Foram analisadas partículas de 4,75 mm a 9,5 mm de três tipos de agregados (gnaisse, dolomita e quartzito - seixo). Agregados com maior rugosidade devem absorver mais azul de metileno da solução.

3.3. RESULTADOS E ANÁLISE

A apresentação e análise dos resultados se dará inicialmente pela apresentação dos ensaios realizados para verificar a acurácia do scanner 3D. Em seguida, será apresentada a caracterização do formato das partículas, definindo a esfericidade e forma. Então, os dados de área superficial e volume obtidos com o scanner 3D serão detalhados e comparados entre si. Por fim, serão adicionados os dados do interferômetro na análise, e os dados das duas técnicas serão comparados, obtendo fatores de conversão entre as técnicas. São ainda apresentados resultados das tentativas de medidas físicas de área superficial realizados com BET e Adsorção com Azul de Metileno.

3.3.1. Acurácia do scanner 3D

A precisão dos resultados de área superficial e volume do scanner 3D foi confirmada pela medição de 8 esferas de madeira e aço, com diâmetros nominais de 10 mm a 50 mm. O desvio relativo médio da área superficial foi de 0,72% e do volume foi de -0,20%, mostrado em detalhes na Tabela 4.

Tabela 4 – Desvios de Área Superficial e Volume de esferas escaneadas em 3D em relação à medição manual com paquímetro.

Material	Paquímetro			3D Scanner		AS	V
	D ± DP (mm)	AS (cm ²)	V (cm ³)	AS (cm ²)	V (cm ³)	Desvio	Desvio
Madeira	20,83 ± 0,61	13,63	4.73	13.75	4.71	0.89%	-0.52%
Madeira	30,51 ± 0,21	29,25	14.88	29.37	14.88	0.42%	0.05%
Madeira	40,28 ± 0,29	50,98	34.23	51.24	34.38	0.51%	0.45%
Madeira	50,29 ± 0,11	79,44	66.58	79.56	66.39	0.14%	-0.29%
Aço	10,32 ± 0,04	3,35	0.58	3.41	0.58	2.04%	0.11%
Aço	15,77 ± 0,01	7,82	2.06	7.93	2.06	1.42%	0.07%
Aço	18,84 ± 0,01	11,15	3.50	11.23	3.48	0.70%	-0.52%
Aço	28,78 ± 0,01	26,02	12.48	25.93	12.36	-0.36%	-0.98%
Desvio relativo médio						0,72%	-0,20%

Fonte: Autor.

As dimensões das esferas foram medidas utilizando um paquímetro, obtendo-se 3 (três) diâmetros ortogonais e o desvio padrão. As esferas de madeira não eram completamente perfeitas, o que levou a desvios padrão de até 0,61mm de média. Além disso, as esferas de madeira não eram polidas, apresentado algum grau de rugosidade na superfície, que eram capturadas pelo scanner. Por outro lado, as esferas de aço apresentaram algum ruído na superfície dos objetos escaneados, devido às propriedades reflexivas de sua superfície. Esta situação poderia interferir nos resultados, principalmente na área superficial. Entretanto, foi obtida uma forte correlação, tanto no volume quanto na área superficial, com R² de 1,0000, como mostrado nas Figura 42a e b.

Figura 42 – Regressão linear das medidas de AS e V de esferas com escaneamento 3D e paquímetro.

Fonte: Autor.

Para confirmar a acurácia em agregados, 13 partículas de gnaiss com volumes conhecidos, variando de 0,76 cm³ a 7,15 cm³, foram medidas pelo método submerso e pelo escaneamento 3D. O desvio relativo médio foi de apenas -0,31% e com $R^2 = 0,9999$ na regressão linear, indicando a boa acurácia do scanner 3D (Tabela 5 e Figura 43).

Tabela 5 – Desvio encontrado na medida de volume no scanner 3D em relação ao submerso.

Part.	Volume submerso (cm³)	Volume scanner 3D (cm³)	Desvio (%)
1	7,09	7,15	0,85%
2	6,48	6,47	-0,15%
3	5,27	5,28	0,19%
4	4,80	4,81	0,21%
5	4,17	4,18	0,24%
6	3,62	3,60	-0,55%
7	2,90	2,91	0,34%
8	2,44	2,43	-0,41%
9	2,40	2,41	0,42%
10	2,02	2,02	0,00%
11	1,50	1,51	0,67%
12	1,09	1,10	0,92%
13	0,76	0,77	1,32%
Desvio médio absoluto			-0,31%

Fonte: Autor.

Figura 43 – Regressão linear das medidas de volume pelo método submerso e pelo scanner 3D.

Fonte: Autor.

A precisão das técnicas de escaneamento 3D também foi verificada por diferentes autores. Anochie-Boateng et al. [90] compararam a AS de esferas e cubos com objetos obtidas pelo escaneamento a laser, com dimensões de 5 a 63,5 mm. O desvio relativo médio foi de -0,13%. Resultados ainda melhores foram encontrados por Pan e Tutumluer [74], com desvio médio relativo de apenas 0,01%, mas comparando apenas esferas com 12,7 e 25,4 mm de diâmetro. Bagheri et al. [81] também encontraram desvios relativos de 0,50% em uma validação de AS de uma bola de tênis com 40 mm de diâmetro. Bhattacharya et al [95] obtiveram desvios de 2,5% na AS e V de uma esfera de referência. Os desvios do scanner utilizado nesse trabalho de 0,72% na AS e -0,20% no V das esferas de madeira e aço de 10 a 50 mm de diâmetro são similares aos relatados pelos estudos mencionados.

3.3.2. Formato das partículas

A caracterização do formato das partículas foi realizada devido à influência desses parâmetros nos resultados do escaneamento do scanner 3D e do interferômetro. A análise foi baseada nos parâmetros: alongamento, lamelaridade, alongamento e lamelaridade, e esfericidade. Na Figura 44 são exibidas as distribuições de probabilidade acumuladas dos dois parâmetros.

Figura 44 – Distribuição de probabilidade acumulada da esfericidade (a) e índice de alongamento e lamelaridade (b) de 60 partículas de gnaiss, dolomita e quartzito.

Conforme esperado, as partículas de quartzito (média de $0,85 \pm 0,05$) são bem mais esféricas que as restantes, bem como as mais lamelares e alongadas (média de $0,46 \pm 0,11$). As

partículas de gnaiss (média de $0,76 \pm 0,05$) são ligeiramente mais esféricas que as de dolomita (média de $0,74 \pm 0,05$), enquanto as de dolomita (média de $0,50 \pm 0,14$) têm aspecto mais lamelar e alongado que as de gnaiss (média de $0,57 \pm 0,14$).

Podemos adicionar as partículas numa classificação elaborada por Blott e Pye [75], que divide as partículas em níveis de alongamento e lamelaridade (Figura 45). Na NBR 5564 [76] há uma classificação semelhante, mas com menos categorias, dividindo as partículas em cúbica, alongada, lamelar e alongada-lamelar. É possível observar que as partículas de quartzito são as mais lamelares, a dolomita é a mais alongada e o gnaiss é o menos alongado e lamelar.

No índice de lamelaridade, 38% das partículas de quartzito se encaixam na categoria mediantemente lamelares, contra 24% de dolomita e 15% do gnaiss. Já no índice de alongamento, 35% das partículas de dolomita são mediantemente alongadas, contra 25% do quartzito e apenas 12 % do gnaiss. Isso indica que as partículas de quartzito (seixo) são mais arredondadas, mas tem formato mais próximo de uma elipse do que de uma esfera.

Figura 45 – Classificação das partículas de gnaiss, dolomita e quartzito quanto ao alongamento e lamelaridade.

Adaptado de Blott e Pye [75].

3.3.3. Escaneamento 3D das partículas

Na Figura 46 são exibidas as curvas de área superficial (AS) do scanner em função do volume das partículas. Para um mesmo volume, o quartzito (seixo) tem menor área superficial que gnaíse e dolomita. Seu formato elipsoidal explica esse resultado, uma vez que quanto mais próximo do formato de uma esfera, menor será a área superficial de uma partícula. A pouca presença de cavidades, desníveis, cantos e bordas também faz com que a área superficial seja menor.

Já as partículas de dolomita possuem maior área superficial. Do formato das partículas, sabe-se que a dolomita, apesar de ser menos alongada e lamelar que o quartzito, tem arestas e cantos bem definidos. Isso se reflete na relação entre área superficial e volume. Uma partícula alongada terá maior área superficial que uma partícula com dimensões proporcionais (para um mesmo volume).

Figura 46 – Curvas de área superficial do scanner vs. volume das partículas.

Fonte: Autor.

Se traçarmos as curvas de área superficial do scanner vs. a largura das partículas, uma dispersão dos pontos muito maior é apresentada, especialmente na dolomita (Figura 47). Partículas de mesma largura podem ter volumes (em destaque) e áreas superficiais completamente diferentes. Na faixa de 12,5-19 mm a dolomita teve até 133% de diferença na área superficial. Na faixa de 19-25 mm a diferença foi de 70%. E na faixa de 25-37,5 mm a

diferença foi de até 200%. Isso demonstra que, mesmo que as partículas sejam classificadas na mesma faixa granulométrica, sua área de contato com a pasta poderá ser bastante diferente e, por consequência, a energia de fratura do compósito.

Figura 47 – Curvas de área superficial do scanner vs. largura. Destaque para a área superficial de algumas partículas de dolomita.

Fonte: Autor.

No gráfico de área superficial volumétrica (ASV) do scanner em relação à largura (Figura 48), vemos que em geral, as partículas têm comportamento semelhante. A ASV tem aspecto decrescente pois, da geometria, sabemos que quanto maior a partícula, menor será sua ASV, pois a área superficial aumenta com o quadrado da dimensão, mas o volume aumenta com o cubo, reduzindo a razão.

Figura 48 – Curvas de área superficial volumétrica do scanner vs. largura. Destaque para a lamelaridade de algumas partículas de gnaiss (azul) e dolomita (laranja).

Fonte: Autor.

O quartzito tem ASV sempre menor que gnaiss e dolomita. O gnaiss tem ASV discretamente maior nas partículas com largura menor que 15 mm, enquanto a dolomita tem ASV discretamente maior com larguras acima de 20mm. Isso coincidiu com a presença de partículas lamelares (em destaque) nessas regiões. A lamelaridade aparenta ter influência na ASV das partículas. Devido a isso, foi elaborado um gráfico da relação entre ASV do scanner com o índice de lamelaridade das partículas de gnaiss e dolomita, separadas por faixa granulométrica (Figura 49). A ASV foi colocada em escala logarítmica para facilitar a visualização.

Figura 49 – Curvas de área superficial volumétrica do scanner vs. lamelaridade, separadas por faixa granulométrica, do gnaiss (a) e dolomita (b).

Fonte: Autor.

Em ambos os gráficos, nota-se que, de forma geral, quanto mais lamelar a partícula, maior a ASV. Porém, nas partículas de 4,75 – 9,5 mm, essa tendência não é bem definida. A possível causa é que, nessa faixa de dimensão, a técnica de escaneamento 3D pode ter limitações, pois, partículas pequenas por vezes apresentaram buracos (falhas de escaneamento) na superfície, que podem comprometer os resultados.

Também é possível observar que as partículas de gnaiss mais lamelares têm dimensão inferior a 12,5 mm. Já as de dolomita são mais lamelares na faixa acima de 25 mm. Isso justifica o apresentado na Figura 48, onde o gnaiss tinha ASV discretamente maior até 15 mm, mas a dolomita tinha ASV discretamente maior acima de 25 mm.

3.3.4. Área Superficial Volumétrica com Dados da Interferometria

Conforme explicado na seção 3.2.4, o *Surface Index* obtido no interferômetro foi utilizado para calcular a área superficial das partículas, numa maior resolução. Lembrando que a resolução lateral do interferômetro é de 2 μm e a vertical é de 50 nm, enquanto no scanner, tanto lateral como vertical, é de 10 μm . A Figura 50 mostra as curvas de área superficial em relação ao volume das partículas.

Em comparação com a Figura 46, o comportamento se inverteu. Utilizando os dados do interferômetro, o gnaiss é que possui maior área superficial para um mesmo volume e o quartzito tem menor área superficial nos menores volumes, mas apresenta tendência de ter maior área com o aumento do volume da partícula, ultrapassando o gnaiss. O SI elevado do quartzito, semelhante ao do gnaiss, explica o aumento da área superficial.

Figura 50 – Curvas de área superficial do interferômetro vs. volume das partículas.

Fonte: Autor.

Esse comportamento acontece devido as partículas de gnaiss e quartzito terem maior SI que as partículas de dolomita. Assim, aumentando a escala de observação, a morfologia das partículas torna-se menos importante, pois os dados de rugosidade têm maior influência na área superficial. As poucas partículas de dolomita que tiveram valor de SI acima de 2, estão posicionadas acima da curva do gnaiss. Enquanto partículas que tem SI baixo (em torno de 1,5), mais próximo da média, ficam bem abaixo da curva.

Essa inversão de maior área superficial dos agregados de gnaiss em relação a área superficial dos agregados dolomíticos acontece também quando a comparamos com a largura (Figura 51). Diferente do que aconteceu com os dados do scanner (Figura 47), há uma menor dispersão das partículas em torno da curva de regressão. Como a área superficial medida com o scanner tem efeito muito maior nos resultados do que o formato da partícula, a dispersão é reduzida.

Figura 51 – Curvas de área superficial do interferômetro vs. largura.

Fonte: Autor.

Vale destacar também que nas partículas menores, a diferença entre as curvas era praticamente inexistente, mas se amplia com o tamanho da partícula. Como o SI não tem relação nenhuma com o tamanho da partícula, essa diferença entre curvas se dá pelo crescimento natural da AS do scanner com a largura das partículas que, quando multiplicados pelo SI, tem os valores praticamente dobrados. A exceção a essa regra parecem ser duas partículas de quartzito, que se destacaram muito da curva. Estas partículas apresentavam um desgaste superficial maior, tendo maior rugosidade, que por sua vez foi exacerbada na AS do interferômetro.

Um processo similar ocorre nas curvas de área superficial volumétrica (obtida com os resultados da interferometria) em relação com a largura (Figura 52); mas, em vez das curvas se distanciarem com as partículas maiores, isso ocorre nas menores partículas.

Como mencionado anteriormente, o volume é uma característica tridimensional; e a área superficial, bidimensional. Por isso, à medida que a largura da partícula aumenta, o volume aumenta mais rapidamente que a área superficial. Portanto, em partículas com largura (e volume) muito grande, a área superficial passa a ter menos influência, e as alterações causadas pelo SI do interferômetro são também praticamente irrelevantes. Apesar disso,

partículas com SI acima da média acabam se destacando das curvas, bem como partículas com SI muito abaixo da média.

Figura 52 – Curvas de área superficial volumétrica do interferômetro vs. largura. Destaque para o SI de algumas partículas de gnaiss (azul) e dolomita (laranja).

3.3.5. Comparação de Dados entre Scanner 3D e Interferômetro

Baseado na reta de regressão linear da AS do interferômetro em relação à AS do scanner 3D (Figura 53), podemos definir um fator k (médio), que multiplicado pela área superficial do scanner 3D poderá prever a área superficial média na resolução do interferômetro. Esse fator k foi definido de acordo com os coeficientes de inclinação das retas, que foram configuradas para passar na origem. Para o quartzito, foi utilizado $k = 2,08$, para o gnaiss, $k = 1,96$ e para a dolomita, $k = 1,64$.

Figura 53 – Área superficial do interferômetro vs. área superficial do scanner 3D. Ambas as retas foram configuradas para cruzar no eixo.

Fonte: Autor.

Ao aplicarmos esses fatores nos dados medidos no scanner para prever a área superficial do interferômetro, foi obtido um desvio médio absoluto de $7,34 \pm 6,41$ %, com desvio máximo absoluto de 26,3% no gnaisse. Na dolomita o desvio médio absoluto foi de $10,14 \pm 7,36$ %, com desvio máximo absoluto de 29,9%. Já o quartzito teve desvios muito maiores com média de $24,47\% \pm 25,43\%$ e desvio máximo absoluto de 104,9%. O desvio extremamente alto do quartzito ocorre por conta de partículas com SI muito distantes da média.

Da mesma forma, se compararmos a ASV do interferômetro com a ASV do scanner 3D (Figura 54), obtemos um fator f (médio), ligeiramente diferente do fator k . Para o gnaisse, $f = 1,81$ e para a dolomita, $f = 1,49$, e para o quartzito, $f = 1,43$. Aplicando esses fatores nos dados do scanner 3D, obtemos para o gnaisse, um desvio médio absoluto de $6,36 \pm 4,06\%$ e desvio máximo absoluto de 16,7%. Para a dolomita, o desvio médio absoluto foi de $8,45 \pm 6,44\%$, com desvio máximo absoluto de 19,8%. Para o quartzito, o desvio médio absoluto foi de $22,21 \pm 11,79\%$, com desvio máximo absoluto de 40,9%. Em todas as amostras, a previsão da ASV com o fator f obteve menores desvios absolutos. Isso novamente está relacionado com a presença do volume, que diminui a influência do SI e melhora a qualidade da regressão.

Figura 54 – Área superficial volumétrica do interferômetro vs. área superficial volumétrica do scanner 3D. Ambas as retas foram configuradas para cruzar no eixo.

Fonte: Autor.

Tanto na AS como na ASV, é possível estabelecer relações entre os valores de área superficial na escala de precisão do interferômetro. O interferômetro, apesar de possuir uma altíssima resolução, não é um equipamento portátil e de rápida utilização. Porém, pode ser mais rápido e prático do que o ensaio de determinação da área superficial por adsorção de gases (método BET), que requer mais de 24 horas de realização de ensaio. Com as definições desses fatores, é possível estimar a área superficial volumétrica de partículas através do scanner 3D, que realiza o escaneamento das partículas muito mais rapidamente. Entretanto, os desvios podem ser considerados elevados, indicando que uma maior amostra medida no interferômetro seja necessária para ajustar a regressão.

3.3.6. Medidas Físicas de Área Superficial

3.3.6.1. Área Superficial com Adsorção de Gases pelo Método BET

O laboratório especializado não conseguiu obter resultados confiáveis das amostras enviadas. Também não foi possível utilizar criptônio na execução do ensaio. Para a adsorção de gases pelo método BET com nitrogênio, geralmente não é possível testar nenhum material que esteja abaixo de 1 m² de área total de superfície. Então, por exemplo, se um material tem

apenas 0,1 m²/g, seriam necessários 10 g de amostra para obter 1 m² de área total de superfície. No caso das amostras enviadas, baseados nos resultados obtidos no scanner e no interferômetro, estima-se que as amostras tenham em torno de 0,001 m²/g, ou seja, seriam necessários 1 kg de material para conseguir 1 m² de área superficial necessária.

No entanto, a célula não é capaz de comportar uma quantidade tão grande de amostra, mesmo com a célula de câmara grande. Além disso, devido a área superficial específica (ASE) muito baixa, apareceriam sinais muito fracos que não dariam picos/resultados precisos. Dessa forma, não foi possível obter resultados confiáveis da análise de área superficial

3.3.6.2. Adsorção de Azul de Metileno

O espectro de AM adsorvido pela superfície dos agregados é apresentado na Figura 55, para três diferentes concentrações de AM iniciais: 0,125%, 0,25% e 0,50%. Quanto menor a área abaixo da curva, menor é a concentração de AM na solução, ou seja, mais AM foi absorvido pela superfície dos agregados.

Figura 55 – Espectros de AM no UV-visível das suspensões contendo gnaisse, dolomita, quartzito e referência, com concentrações iniciais de AM de 0,125%, 0,25% e 0,50%.

Com os dados da Figura 55 é possível calcular a concentração de AM, baseado na curva de referência, e em seguida calcular quantidade de AM em massa que foi adsorvido por grama de agregado. Sabendo que a massa inicial de AM era de 30g e a massa de agregado era de 80g. Com dados de densidade real das partículas, foi possível calcular a adsorção de AM em mg/cm^3 e comparar com os resultados de área superficial volumétrica do interferômetro (cm^2/cm^3), calculados a partir da média das partículas de 4,75 a 9,5 mm escaneadas no item 3.3.4 (Tabela 6 e Figura 56).

Tabela 6 – Adsorção de AM e ASV dos agregados de gnaiss, dolomita e quartzito (seixo) com diferentes concentrações iniciais de AM.

Rocha	Concentração Inicial de AM	Concentração Final de AM	Adsorção de AM (mg/g)	Densidade (g/cm^3)	Adsorção de AM (mg/cm^3)	ASV Interferômetro (cm^2/cm^3)
Gnaiss	0,13%	0,118%	0,027	2,7139	0,073	21,29
Dolomita	0,13%	0,124%	0,004	2,8549	0,013	16,93
Quartzito	0,13%	0,125%	0,000	2,6505	0,001	10,94
Gnaiss	0,25%	0,232%	0,069	2,7139	0,188	21,29
Dolomita	0,25%	0,244%	0,023	2,8549	0,065	16,93
Quartzito	0,25%	0,247%	0,011	2,6505	0,030	10,94
Gnaiss	0,50%	0,471%	0,109	2,7139	0,295	21,29
Dolomita	0,50%	0,486%	0,053	2,8549	0,150	16,93
Quartzito	0,50%	0,492%	0,031	2,6505	0,082	10,94

Fonte: Autor.

Figura 56 – Comparação da adsorção de AM e ASV do interferômetro.

Fonte: Autor.

Apesar da pequena amostra estudada, há indícios de boas correlações exponenciais entre a adsorção de AM e a ASV do interferômetro, mesmo utilizando diferentes concentrações iniciais de AM, evidenciando a relação entre um dado fisicamente obtido (absorção de AM) com um dado obtido por equipamentos óticos (ASV interferômetro).

Para a dimensão dos agregados utilizados, o método é extremamente sensível, pois devido à baixa quantidade de superfície por grama em agregados com as dimensões utilizadas (4,75 mm a 9,0 mm), a adsorção de AM em sua superfície é muito baixa. Além disso, apesar dos agregados estarem lavados e secos em estufa antes do ensaio, a presença de finos do próprio atrito entre as partículas pode afetar profundamente o resultado do ensaio. Finos elevariam consideravelmente a adsorção de AM; por isso, os agregados foram previamente lavados.

3.4. CONCLUSÕES DO CAPÍTULO

- O escaneamento 3D confirmou a inspeção visual prévia das partículas, reforçando que o quartzito (seixo) é mais esférico e lamelar, a dolomita é mais alongada e o gnaiss é intermediário;
- Na resolução do scanner 3D, a dolomita tem maior área superficial e maior área superficial volumétrica. Isso ocorre devido ao formato da partícula. Partículas finas e alongadas terão maior área superficial que uma partícula com dimensões proporcionais e mesmo volume. Apesar do quartzito ser também fino e alongado, sua forma elipsoidal reduz drasticamente sua área superficial;
- Na resolução do interferômetro e com a adição dos dados de SI, a situação se inverteu. O gnaiss e o quartzito (seixo) possuem maior área superficial que a dolomita. O efeito do SI da rugosidade na microescala parece ser muito maior que o efeito do formato das partículas nessa escala;
- Com a aplicação de regressão linear, foi possível definir fatores que ajustam os dados medidos no scanner a escala do interferômetro. Porém, o desvio em algumas partículas pode ser considerado elevado, indicando que uma maior amostra deve ser escaneada no interferômetro. Esse artifício, no entanto, só deveria ser aplicado, caso a caso, em função da heterogeneidade das rochas/agregados.
- As medidas físicas de área superficial não são comumente realizadas em agregados graúdos. Os métodos aplicados tiveram dificuldades de realização devido a baixa

sensibilidade dos ensaios. A adsortometria de gases pelo método BET e adsorção de azul de metileno são indicadas para pós finos, com área superficial específica acima de $1\text{m}^2/\text{g}$. Estima-se que as amostras utilizadas no trabalho tenham apenas $0,001\text{ m}^2/\text{g}$. Isso impossibilitou a realização do ensaio com o BET, e trouxe incertezas aos resultados do azul de metileno. Apesar disso, houve boa correlação da adsorção de AM com a ASV do interferômetro.

- O método proposto pela utilização de azul de metileno pode ser útil para se determinar a área superficial de partículas em escala micrométrica, uma vez que o método tradicional de adsortometria de gases se mostrou incapaz de obter área superficial de partículas de dimensões utilizadas nesse trabalho ($> 4,75\text{ mm}$).

Conclusões Gerais

O presente trabalho teve intuito de analisar a rugosidade de agregados graúdos naturais, por análise multiescala (macro e micro).

A interferometria foi capaz de determinar a rugosidade dos agregados na escala macro (centenas de μm) e micro (dezenas de μm), apresentando rugosidades distintas nas diferentes escalas de observação. O parâmetro SI apresentou boa correlação com a dimensão média dos grãos, obtidas por petrografia, indicando que a rugosidade superficial na microescala estaria ligada a granulometria da rocha. Rochas com grãos visíveis a olho nu, tenderiam a ser mais rugosa que rochas com grãos invisíveis a olho nu.

O escaneamento 3D é uma técnica rápida e precisa para determinar formato, volume e área superficial dos agregados, na macroescala de observação (mm, a centenas de μm). Nessa escala, partículas finas e alongadas possuem maior área superficial que partículas com dimensões proporcionais e mesmo volume. Acoplando o índice de superfície (SI) obtido pela técnica de interferometria ao volume e área superficial da partícula obtida pela técnica de escaneamento 3D, foi possível determinar a área superficial dos agregados também na microescala de observação, onde o SI é mais influente. As medidas físicas de área superficial com adsorção de azul de metileno obtiveram indícios de boa correlação com a ASV do interferômetro, indicando a boa confiabilidade física do método ótico.

A utilização de técnicas 3D para aferição de propriedades de agregados será cada vez mais utilizada, tendo em vista suas vantagens em relação as técnicas tradicionais. O desenvolvimento de um scanner 3D portátil capaz de rapidamente escanear agregados e fornecer dados de área superficial, volume e rugosidade em diferentes escalas de observação, pode ser muito útil para utilização nas indústrias de agregados e concreto.

Referências

- [1] M. G. Alexander e S. Mindess, *Aggregates in concrete*. London; New York: Taylor & Francis, 2008.
- [2] L. Hong, X. Gu, e F. Lin, "Influence of aggregate surface roughness on mechanical properties of interface and concrete", *Constr. Build. Mater.*, vol. 65, p. 338–349, 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.04.131.
- [3] S. S. Jamkar e C. B. K. Rao, "Index of Aggregate Particle Shape and Texture of coarse aggregate as a parameter for concrete mix proportioning", *Cem. Concr. Res.*, vol. 34, nº 11, p. 2021–2027, nov. 2004, doi: 10.1016/j.cemconres.2004.03.010.
- [4] P. N. Quiroga e D. W. Fowler, "The effects of the aggregates characteristics on the performance of Portland cement concrete", 2003. Acessado: set. 07, 2017. [Online]. Disponível em: <https://repositories.lib.utexas.edu/handle/2152/35333>.
- [5] G. A. Rao e B. K. R. Prasad, "Influence of interface properties on fracture behaviour of concrete", in *Sadhana: Academy Proceedings in Engineering Sciences*, 2011, vol. 36, p. 193–208.
- [6] B. M. Aïssoun, S.-D. Hwang, e K. H. Khayat, "Influence of aggregate characteristics on workability of superworkable concrete", *Mater. Struct.*, vol. 49, nº 1–2, p. 597–609, jan. 2016, doi: 10.1617/s11527-015-0522-9.
- [7] F. de Larrard, *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*. London ; New York: E & FN Spon, 1999.
- [8] L. Wang, X. Wang, L. Mohammad, e C. Abadie, "Unified method to quantify aggregate shape angularity and texture using Fourier analysis", *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 17, nº 5, p. 498–504, 2005.
- [9] M. G. Alexander, "Two experimental techniques for studying the effects of the interfacial zone between cement paste and rock", *Cem. Concr. Res.*, vol. 23, nº 3, p. 567–575, 1993.
- [10] M. G. Alexander, S. Mindess, S. Diamond, e L. Qu, "Properties of paste-rock interfaces and their influence on composite behaviour", *Mater. Struct.*, vol. 28, nº 9, p. 497–506, nov. 1995, doi: 10.1007/BF02473154.
- [11] A. G. Rao e B. K. R. Prasad, "Influence of the roughness of aggregate surface on the interface bond strength", *Cem. Concr. Res.*, vol. 32, nº 2, p. 253–257, 2002.
- [12] A. G. Rao e B. K. R. Prasad, "Influence of type of aggregate and surface roughness on the interface fracture properties", *Mater. Struct.*, vol. 37, nº 5, p. 328–334, jun. 2004, doi: 10.1007/BF02481679.
- [13] S. Erdem, A. R. Dawson, e N. H. Thom, "Influence of the micro- and nanoscale local mechanical properties of the interfacial transition zone on impact behavior of concrete

made with different aggregates”, *Cem. Concr. Res.*, vol. 42, nº 2, p. 447–458, fev. 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.11.015.

- [14] W. A. Tasong, C. J. Lynsdale, e J. C. Cripps, “Aggregate-cement paste interface. II: Influence of aggregate physical properties”, *Cem. Concr. Res.*, vol. 28, nº 10, p. 1453–1465, 1998.
- [15] L. F. Quaresma, “Agregados para Construção Civil”, Ministério de Minas e Energia - MME, 30, 2009.
- [16] P. L. J. Domone e J. M. Illston, Orgs., *Construction materials: their nature and behaviour*, 4th ed. Milton Park, Abingdon, Oxon ; New York: Spon Press, 2010.
- [17] P. K. Mehta e P. J. M. Monteiro, *Concrete*. Blacklick, USA: McGraw-Hill Professional Publishing, 2005.
- [18] A. M. Neville e J. J. Brooks, *Concrete technology*, 2. ed. Harlow: Prentice Hall, 2010.
- [19] M. S. Shetty, *Concrete technology: theory and practice*. New Delhi: S. Chand & Company LTD., 2009.
- [20] E. B. Frazão, *Alteração de rochas como critério de seleção de agregados*, 2ª. São Paulo: Associação Brasileira de Geologia de Engenharia Ambiental, 2012.
- [21] J. P. Monticelli, “Weathering study of the gneissic rock mass from the Monte Seco tunnel region, southeastern Brazil.”, Mestrado em Engenharia Geotécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.
- [22] Z. X. Zhang, S. Q. Kou, L. G. Jiang, e P.-A. Lindqvist, “Effects of loading rate on rock fracture: fracture characteristics and energy partitioning”, *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, vol. 37, nº 5, p. 745–762, 2000.
- [23] R. L. Kranz, “Microcracks in rocks: A review”, *Tectonophysics*, vol. 100, nº 1–3, p. 449–480, dez. 1983, doi: 10.1016/0040-1951(83)90198-1.
- [24] B. Bhushan, Org., *Modern tribology handbook*. Boca Raton, FL: CRC Press, 2001.
- [25] P. M. D. Santos e E. N. B. S. Júlio, “A state-of-the-art review on roughness quantification methods for concrete surfaces”, *Constr. Build. Mater.*, vol. 38, p. 912–923, jan. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2012.09.045.
- [26] N. Myshkin e A. Y. Grigoriev, “Roughness and texture concepts in tribology”, *Tribol. Ind.*, vol. 35, nº 2, p. 97–103, 2013.
- [27] N. J. Elton, “An Introduction to the Surfoptic Imaging Reflectometer”, *Reflectometry Tech. Pap.*, nº 1, p. 1–10, 2004.
- [28] P. M. Lonardo, H. Trumpold, e L. De Chiffre, “Progress in 3D Surface Microtopography Characterization”, *CIRP Ann.*, vol. 45, nº 2, p. 589–598, 1996, doi: 10.1016/S0007-8506(07)60513-7.

- [29] T. Al-Rousan, E. Masad, E. Tutumluer, e T. Pan, "Evaluation of image analysis techniques for quantifying aggregate shape characteristics", *Constr. Build. Mater.*, vol. 21, n° 5, p. 978–990, 2007, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2006.03.005.
- [30] E. Masad, T. Al-Rousan, J. Button, e D. Little, *Test Methods for Characterizing Aggregate Shape, Texture, and Angularity*. Washington, D.C.: Transportation Research Board, 2007.
- [31] L. Wang, W. Sun, E. Tutumluer, e C. Druta, "Evaluation of Aggregate Imaging Techniques for Quantification of Morphological Characteristics", *Transp. Res. Rec. J. Transp. Res. Board*, vol. 2335, p. 39–49, dez. 2013, doi: 10.3141/2335-05.
- [32] R. Backsdale, W. Sheffield, M. Kemp, e J. Hubbard, "Measurement of Aggregate Shape, Surface Area, and Roughness", *Transp. Res. Rec.*, vol. 1301, 1991.
- [33] A. Ya. Grigoriev e N. K. Myshkin, "Comparing Surface Roughness and Texture Concepts", nov. 2015, doi: 10.15544/balttrib.2015.13.
- [34] T. V. Vorburger, H.-G. Rhee, T. B. Renegar, J.-F. Song, e A. Zheng, "Comparison of optical and stylus methods for measurement of surface texture", *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 33, n° 1–2, p. 110–118, maio 2007, doi: 10.1007/s00170-007-0953-8.
- [35] P. de Groot, "Principles of interference microscopy for the measurement of surface topography", *Adv. Opt. Photonics*, vol. 7, n° 1, p. 1, mar. 2015, doi: 10.1364/AOP.7.000001.
- [36] E. Pirard, "3D IMAGING OF INDIVIDUAL PARTICLES: A REVIEW", *Image Anal. Stereol.*, vol. 31, n° 2, p. 65, jun. 2012, doi: 10.5566/ias.v31.p65-77.
- [37] G. Sansoni, M. Trebeschi, e F. Docchio, "State-of-The-Art and Applications of 3D Imaging Sensors in Industry, Cultural Heritage, Medicine, and Criminal Investigation", *Sensors*, vol. 9, n° 1, p. 568–601, jan. 2009, doi: 10.3390/s90100568.
- [38] S. S. Gorthi e P. Rastogi, "Fringe projection techniques: whither we are?", *Opt. Lasers Eng.*, vol. 48, n° IMAC-REVIEW-2009-001, p. 133–140, 2010.
- [39] E. Tutumluer, T. Pan, e S. H. Carpenter, "Investigation of aggregate shape effects on hot mix performance using an image analysis approach", UIUC, Urbana, Technical Report UILU-ENG-2005-2003, 2005.
- [40] E. Tutumluer, C. Rao, e J. A. Stefanski, "Video image analysis of aggregates", 0197–9191, 2000.
- [41] E. Masad, "The rehabilitation of steel bridge girders using advanced composite materials", Transportation Research Board, Pullman, 2003.
- [42] E. Masad e T. Fletcher, "Aggregate imaging system (AIMS): Basics and applications", Texas Transportation Institute, Texas A & M University System, 2005.
- [43] P. J. F. Wright, "A method of measuring the surface texture of aggregate", *Mag. Concr. Res.*, vol. 7, n° 21, p. 151–160, nov. 1955, doi: 10.1680/mac.1955.7.21.151.

- [44] J. Petzing, J. Coupland, e R. Leach, “The Measurement of Rough Surface Topography using Coherence Scanning Interferometry”, Teddington, UK, 2010.
- [45] Bruker Corporation, *ContourGT 3D Optical Microscope Product Video*. 2013.
- [46] Bruker Nano Surfaces Division, “NPFLEX 3D Surface Metrology”. Bruker Corporation, 2014, Acessado: out. 27, 2017. [Online]. Disponível em: <http://cdn-ci34.actonsoftware.com/acton/cdna/9063/f-01cf/0/0>.
- [47] T. Ficker, D. Martišek, e H. M. Jennings, “Roughness of fracture surfaces and compressive strength of hydrated cement pastes”, *Cem. Concr. Res.*, vol. 40, nº 6, p. 947–955, jun. 2010, doi: 10.1016/j.cemconres.2010.02.002.
- [48] D. A. Lange, H. M. Jennings, e S. P. Shah, “Relationship between Fracture Surface Roughness and Fracture Behavior of Cement Paste and Mortar”, *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 76, nº 3, p. 589–597, mar. 1993, doi: 10.1111/j.1151-2916.1993.tb03646.x.
- [49] S. Fic, N. V. Lyubomirskiy, e D. Barnat-Hunek, “The Influence of the Natural Aggregate Roughness on the ITZ Adhesion in Concrete”, *Mater. Sci. Forum*, vol. 931, p. 564–567, set. 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.931.564.
- [50] E. Masad, S. Saadeh, T. Al-Rousan, E. Garboczi, e D. Little, “Computations of particle surface characteristics using optical and X-ray CT images”, *Comput. Mater. Sci.*, vol. 34, nº 4, p. 406–424, dez. 2005, doi: 10.1016/j.commatsci.2005.01.010.
- [51] T. Pan, Y. Liu, e E. Tutumluer, “Microstructural Mechanisms of Early Age Cracking Behavior of Concrete: Fracture Energy Approach”, *J. Eng. Mech.*, vol. 137, nº 6, p. 439–446, jun. 2011, doi: 10.1061/(ASCE)EM.1943-7889.0000243.
- [52] A. M. Dunford, A. R. Parry, P. H. Shipway, e H. E. Viner, “Three-dimensional characterisation of surface texture for road stones undergoing simulated traffic wear”, *Wear*, vol. 292–293, p. 188–196, jul. 2012, doi: 10.1016/j.wear.2012.05.010.
- [53] Z. Qian e L. Meng, “Study on micro-texture and skid resistance of aggregate during polishing”, *Front. Struct. Civ. Eng.*, vol. 11, nº 3, p. 346–352, set. 2017, doi: 10.1007/s11709-017-0409-7.
- [54] C. Pellant e H. Pellant, *Rocks and minerals*. Bloomsbury Publishing, 2014.
- [55] W. F. Santos, “Tratamento Superficial dos Agregados Reciclados de RCD com Hidrofugantes”, Dissertação (Mestrado em Ciências), Universidade de São Paulo, São Paulo, 2016.
- [56] A. Dunford, “Friction and the Texture of Aggregate Particles Used in the Road Surface Course”, PhD Thesis, University of Nottingham, Nottingham, 2013.
- [57] R. Leach, Org., *Characterisation of areal surface texture*. Heidelberg: Springer, 2013.
- [58] ISO 25178-2, *Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Areal - Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters*. 2012.

- [59] KEYENCE CORPORATION, “Area Roughness Parameters”, *Introduction to Roughness*, 2017.
<https://www.keyence.com/ss/products/microscope/roughness/surface/parameters.jsp> (acessado out. 27, 2017).
- [60] Michigan Metrology, “Surface Texture Parameters Glossary”, *Michigan Metrology, LLC*, 2014. https://www.michmet.com/texture_parameters_index_by_name.html (acessado nov. 28, 2017).
- [61] ASTM F1438, *Test Method for Determination of Surface Roughness by Scanning Tunneling Microscopy for Gas Distribution System Components*. 2012.
- [62] K. A. Alshibli e M. I. Alsaleh, “Characterizing Surface Roughness and Shape of Sands Using Digital Microscopy”, *J. Comput. Civ. Eng.*, vol. 18, nº 1, jan. 2004, doi: 10.1061/(ASCE)0887-3801(2004)18:1(36).
- [63] M. Zecchino, “Why average roughness it not enough”. 2003.
- [64] Olympus Corporation, “Roughness (3D) parameter”, *Olympus*, 2017. https://www.olympus-ims.com/en/knowledge/metrology/roughness/3d_parameter/ (acessado nov. 28, 2017).
- [65] R. H. Vernon, *A practical guide to rock microstructure*, Reprint. Cambridge: Cambridge Univ. Press, 2008.
- [66] M. Fener e I. Ince, “Influence of orthoclase phenocrysts on point load strength of granitic rocks”, *Eng. Geol.*, vol. 141–142, p. 24–32, jul. 2012, doi: 10.1016/j.enggeo.2012.05.003.
- [67] ISO 4288, *Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Rules and procedures for the assessment of surface texture*. 1996.
- [68] X. Gan, “Measurement and Characterization of Aggregate Surface Texture”, apresentado em 2017 International Conference on Manufacturing Engineering and Intelligent Materials (ICMEIM 2017), Guangzhou, China, 2017, doi: 10.2991/icmeim-17.2017.71.
- [69] X. Jiang, P. J. Scott, D. J. Whitehouse, e L. Blunt, “Paradigm shifts in surface metrology. Part II. The current shift”, *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 463, nº 2085, p. 2071–2099, set. 2007, doi: 10.1098/rspa.2007.1873.
- [70] AGE Solutions S.r.l., “MDS500 Dental Scanner”, *Maestro 3D*, 2019. <http://www.maestro3d.com/dental.scanner.aspx> (acessado maio 28, 2019).
- [71] T. Pan e E. Tutumluer, “Imaging-based direct measurement of aggregate surface area and its application in asphalt mixture design”, *Int. J. Pavement Eng.*, vol. 11, nº 5, p. 415–428, out. 2010, doi: 10.1080/10298436.2010.488734.
- [72] S. J. Blott e K. Pye, “Particle shape: a review and new methods of characterization and classification”, *Sedimentology*, nº 0, set. 2007, doi: 10.1111/j.1365-3091.2007.00892.x.
- [73] N. ABNT, “5564 - Via férrea - Lastro ferroviário - Requisitos e métodos de ensaio”. 2014.

- [74] W. C. Krumbein, "Measurement and Geological Significance of Shape and Roundness of Sedimentary Particles", *SEPM J. Sediment. Res.*, vol. Vol. 11, 1941, doi: 10.1306/D42690F3-2B26-11D7-8648000102C1865D.
- [75] ASTM D4791, "Test Method for Flat Particles, Elongated Particles, or Flat and Elongated Particles in Coarse Aggregate", ASTM International, 2010. doi: 10.1520/D4791-10.
- [76] A. K. H. Kwan, C. F. Mora, e H. C. Chan, "Particle shape analysis of coarse aggregate using digital image processing", *Cem. Concr. Res.*, vol. 29, n° 9, p. 1403–1410, 1999, doi: 10.1016/S0008-8846(99)00105-2.
- [77] C. F. Mora, A. K. H. Kwan, e H. C. Chan, "Particle size distribution analysis of coarse aggregate using digital image processing", *Cem. Concr. Res.*, vol. 28, n° 6, p. 921–932, 1998, doi: 10.1016/S0008-8846(98)00043-X.
- [78] G. H. Bagheri, C. Bonadonna, I. Manzella, e P. Vonlanthen, "On the characterization of size and shape of irregular particles", *Powder Technol.*, vol. 270, p. 141–153, jan. 2015, doi: 10.1016/j.powtec.2014.10.015.
- [79] S. Zhang, R. Li, e J. Pei, "Evaluation methods and indexes of morphological characteristics of coarse aggregates for road materials: A comprehensive review", *J. Traffic Transp. Eng. Engl. Ed.*, vol. 6, n° 3, p. 256–272, jun. 2019, doi: 10.1016/j.jtte.2019.01.003.
- [80] E. Gallucci, K. Scrivener, A. Groso, M. Stampanoni, e G. Margaritondo, "3D experimental investigation of the microstructure of cement pastes using synchrotron X-ray microtomography (μ CT)", *Cem. Concr. Res.*, vol. 37, n° 3, p. 360–368, mar. 2007, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.10.012.
- [81] E. N. Landis e D. T. Keane, "X-ray microtomography", *Mater. Charact.*, vol. 61, n° 12, p. 1305–1316, dez. 2010, doi: 10.1016/j.matchar.2010.09.012.
- [82] D. Rypl, "Using the spherical harmonic analysis and the advancing front technique for the discretization of 3D aggregate particles", *Adv. Eng. Softw.*, vol. 41, n° 1, p. 38–45, jan. 2010, doi: 10.1016/j.advengsoft.2008.12.002.
- [83] X. Yang, S. Chen, e Z. You, "3D Voxel-Based Approach to Quantify Aggregate Angularity and Surface Texture", *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 29, n° 7, p. 04017031, jul. 2017, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001872.
- [84] M. E. Kutay, H. I. Ozturk, A. R. Abbas, e C. Hu, "Comparison of 2D and 3D image-based aggregate morphological indices", *Int. J. Pavement Eng.*, vol. 12, n° 4, p. 421–431, ago. 2011, doi: 10.1080/10298436.2011.575137.
- [85] A. Illerstrom, "A 3-D laser technique for size, shape and texture analysis of ballast", Master's thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden, 1998.
- [86] J. K. Anochie-Boateng, J. J. Komba, e G. M. Mvelase, "Three-dimensional laser scanning technique to quantify aggregate and ballast shape properties", *Constr. Build. Mater.*, vol. 43, p. 389–398, jun. 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.02.062.

- [87] J. K. Anochie-Boateng, J. Komba, e E. Tutumluer, "Aggregate Surface Areas Quantified through Laser Measurements for South African Asphalt Mixtures", *J. Transp. Eng.*, vol. 138, nº 8, p. 1006–1015, 2012, doi: 10.1061/(ASCE)TE.1943-5436.0000416.
- [88] FLIR Integrated Imaging Solutions, "Structured Light 3D Scanning with Machine Vision Cameras", *YouTube*, out. 14, 2016. <https://www.youtube.com/watch?v=U0Q9QnYRsoU> (acessado maio 29, 2019).
- [89] D. Lanman e G. Taubin, "Build your own 3D scanner: 3D photography for beginners", in *ACM SIGGRAPH 2009 Courses on - SIGGRAPH '09*, New Orleans, Louisiana, 2009, p. 1–94, doi: 10.1145/1667239.1667247.
- [90] AST Inc., "How Does Structured Light Work?", *The AST Blog*, dez. 01, 2016. http://cdn2.hubspot.net/hubfs/2628864/Assets/Documents/Structured_Light.pdf (acessado maio 29, 2019).
- [91] Y. Liu, F. Gong, Z. You, e H. Wang, "Aggregate Morphological Characterization with 3D Optical Scanner versus X-Ray Computed Tomography", *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 30, nº 1, p. 04017248, jan. 2018, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002091.
- [92] S. Bhattacharya, S. Subedi, S. J. Lee, e N. Pradhananga, "Estimation of 3D Sphericity by Volume Measurement – Application to Coarse Aggregates", *Transp. Geotech.*, vol. 23, p. 100344, jun. 2020, doi: 10.1016/j.trgeo.2020.100344.
- [93] H. Liu, Z. Sun, W. Li, J. Huan, M. Guo, e X. Hao, "Evaluating Angularity of Coarse Aggregates Using the Virtual Cutting Method Based on 3D Point Cloud Images", *IEEE Access*, vol. 8, p. 143241–143255, 2020, doi: 10.1109/ACCESS.2020.3013901.
- [94] Y. Miao, W. Yu, J. Wu, S. Wang, e L. Wang, "Feasibility of one side 3-D scanning for characterizing aggregate shape", *Int. J. Pavement Res. Technol.*, vol. 12, nº 2, p. 197–205, mar. 2019, doi: 10.1007/s42947-019-0025-0.
- [95] J. Zheng, Q. Sun, H. Zheng, D. Wei, Z. Li, e L. Gao, "Three-dimensional particle shape characterizations from half particle geometries", *Powder Technol.*, vol. 367, p. 122–132, maio 2020, doi: 10.1016/j.powtec.2020.03.046.
- [96] Open Technologies Srl, "Guide to the Ideal 3D Scan", *Scan in a Box*, 2017. <https://www.scaninabox.com/guide-to-ideal-3d-scanning-part-1-general-considerations.html#> (acessado maio 30, 2019).
- [97] P. A. Webb, "Volume and Density Determinations for Particle Technologists", p. 16, 2001.
- [98] N. V. Silva, "Método de determinação de resistência à tração e módulo de elasticidade de partículas de agregados graúdos naturais", Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.
- [99] ASTM International, "Test Method for Flat Particles, Elongated Particles, or Flat and Elongated Particles in Coarse Aggregate", ASTM International, 2010. doi: 10.1520/D4791-10.

- [100] A. M. Neville, *Properties of concrete*, 5th ed. Harlow, England ; New York: Pearson, 2011.
- [101] C. F. Mora e A. K. H. Kwan, "Sphericity, shape factor, and convexity measurement of coarse aggregate for concrete using digital image processing", *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, nº 3, p. 351–358, 2000, doi: 10.1016/S0008-8846(99)00259-8.
- [102] I. E. Dubois, S. Holgersson, S. Allard, e M. E. Malmström, "Dependency of BET surface area on particle size for some granitic minerals", p. 8.
- [103] Anton Paar QuantaTec Inc., "Gas Sorption- Chemisorption- Catalyst Characterization autosorb iQ-C-AG, iQ-C-MP, iQ-C-XR", *Quantachrome Instruments*, 2018. http://www.quantachrome.com/chemisorption/autosorb_iq_c.html (acessado set. 07, 2020).
- [104] R. A. Sartori, L. C. Morais, N. Consolin-Filho, e D. D. Marques, "Adsorção do corante azul de metileno em partículas de argilominerais: análise dos tamanhos das partículas", *Quím. Nova*, vol. 34, nº 4, p. 584–588, 2011.
- [105] J. E. Giesecking e J. Hans, "Behaviour of polyvalent cations in base exchange", vol. 42, nº 4, p. 273–280, 1936.
- [106] T. R. S. Nobre, "PROCEDIMENTO DE ENSAIO DE AZUL DE METILENO PARA FINOS DE AGREGADOS E FÍLER MINERAL (ASTM C1777-15) UTILIZANDO O ESPECTROFOTÔMETRO UV-VIS". Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência de Materiais, dez. 18, 2017.