

Refinamento paramétrico de Rietveld aliado a dados de monitoramento *in-situ* da hidratação do gesso de construção por DRXP

H. C. F. Cordon^{a, b}, F. F. Ferreira^a.

^aCentro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, Santo André, Brasil.

^bInstituto Mauá de Tecnologia, São Caetano do Sul, Brasil.

A utilização do gesso na construção civil vem crescendo por fatores como baixo custo do material, disponibilidade e soluções construtivas mais rápidas. Por apresentar rápido endurecimento, o desperdício de gesso é um problema sério, uma vez que sua disposição em aterros pode gerar contaminação do solo e da água, além da formação de gases tóxicos e inflamáveis. Por outro lado, sua reciclagem é atrativa, através da calcinação do resíduo em temperaturas amenas (140 °C a 160 °C) ^[1]. Entretanto, as características do material reciclado devem ser bem avaliadas para que este processo se torne corriqueiro. Este trabalho tem como objetivo avaliar o impacto da reciclagem na reatividade do gesso. Para tanto, medidas de DRXP *in-situ*, para monitoramento da hidratação do gesso, serviram de base para os refinamentos sequencial e paramétrico em função do tempo, o que permitiu avaliar a reatividade do gesso reciclado em comparação com a amostra comercial.

Foram preparadas pastas de gesso com uma amostra comercial e reciclada obtida a partir da moagem e calcinação a 160 °C do gesso comercial hidratado, com relação água/gesso (*a/g*) igual a 60%. Os dados de DRXP foram coletados à temperatura ambiente em um equipamento da marca Stoe[®], modelo STADI-P, com radiação monocromática $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ (CuK α_1) operando a 40 kV e 40 mA, na geometria de transmissão, com as amostras acondicionadas em um porta-amostra contendo duas folhas de acetato-celulose, mantido em rotação durante a aquisição de dados. As intensidades difratadas foram coletadas por um detector linear, Mythen 1K, na faixa fixa de 10° a 28,9°, com tempo de integração de 300 s.

Com os dados de DRXP coletados durante a hidratação das amostras realizou-se o refinamento sequencial de Rietveld para a determinação das frações em massa dos compostos a base de sulfato de cálcio (anidrita, bassanita e gipsita) em função do tempo (Figura 1). Para cada amostra, foram refinados 11 parâmetros de rede (*a*, *b*, *c* e β das fases gipsita e bassanita e *a*, *b* e *c* da fase anidrita), totalizando 88 parâmetros refinados na amostra de gesso comercial e 66 parâmetros refinados na amostra de gesso reciclado. Observa-se que à medida que o teor de bassanita diminui, o teor de gipsita aumenta na mesma proporção, porém o comportamento da amostra comercial e reciclada é bastante distinto. Para a amostra comercial, a fase predominante no início é a bassanita, sendo que a fase gipsita só começa a aparecer a partir de 13 minutos. Entretanto, logo na primeira medida da amostra reciclada o teor de gipsita é de praticamente 50%, comprovando que a reação da bassanita com a água é instantânea, o que pode ser explicado pela maior área superficial específica da amostra de gesso reciclado, que foi obtida pelo método de BET^[2], cujos valores encontrados foram 2,45 m²·g⁻¹ para a amostra comercial e 3,46 m²·g⁻¹ para a reciclada. Para o tempo total do experimento, o teor de anidrita permaneceu praticamente constante nos dois casos, indicando que esta é uma fase de reatividade lenta. Com o intuito de melhorar o tratamento dos dados, aplicou-se o método de refinamento paramétrico de Rietveld^[3], que é uma ferramenta importante para a análise e tratamento dos dados de DRXP coletados em função do tempo, inclusive quando os dados utilizados não apresentam grande resolução, aos dados de difração coletados durante a hidratação das amostras de gesso comercial e reciclado (Figura 1) a partir da parametrização dos 11 parâmetros de rede das celas unitárias dos compostos (anidrita, bassanita e gipsita).

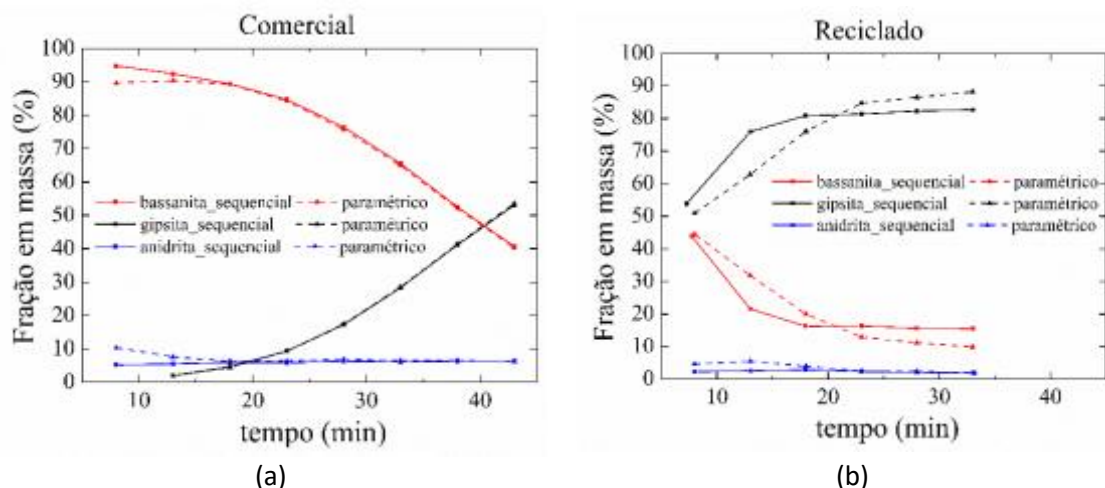


Figura 1: Frações em massa dos compostos a base de sulfato de cálcio (anidrita – símbolos azuis; bassanita – símbolos pretos; e gipsita – símbolos vermelhos) em função do tempo de hidratação das amostras de gesso comercial (a) e reciclado (b) obtidas pelos refinamentos sequencial – linhas contínuas – e paramétrico – linhas tracejadas – de Rietveld.

O estudo da hidratação do gesso com o auxílio do monitoramento *in-situ* realizado com medidas de DRXP em função do tempo permitiu concluir que há formação instantânea de gipsita assim que o material reciclado entra em contato com a água. Estes dados também confirmam que a formação dos compostos hidratados é muito mais rápida para a amostra de gesso reciclado por conta da maior área superficial específica.

- [1] PINHEIRO, S. M. M. Gesso reciclado: Avaliação de propriedades para uso em componentes. Tese de doutorado. Universidade Estadual de Campinas, 2011.
- [2] BRUNAUER, STEPHEN; EMMET, P. H.; TELLER, E. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society*, v. 60, n. 2, p. 309–319, 1938.
- [3] EVANS, J. S. O. Parametric Rietveld refinement. *Accuracy in Powder Diffraction IV - APD IV*. Anais...Gaithersburg: 2013 Disponível em: <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/mml/3-1_JEvans_APD_IV.pdf>. Acesso em: 9 jun. 2017.

Agradecimentos: Laboratório de Cristalografia e Caracterização Estrutural de Materiais (LCCEM) da Universidade Federal do ABC e Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência de Materiais de Construção (LME) da Escola Politécnica da USP.