

PROTOCOLO RECICLOS #9

MÉTODO DE BLAINE

Autores:

DSc. Guilherme Jorge Brigolini Silva

MSc. Fernando da Silva Souza

Mariana Magalhães



RECICLOS
Grupo de Pesquisa em Resíduos Sólidos

Grupo de Pesquisa em Resíduos Sólidos

Outubro de 2017

1. INTRODUÇÃO

Este protocolo de operação, se aplica à orientação da utilização do permeabilímetro de Blaine, no que se refere à determinação da finura, ou seja, superfície específica (superfície referida à massa) pelo método de permeabilidade ao ar (Método de Blaine).

2. OBJETIVO

O objetivo deste protocolo é apresentar, de forma simplificada e direta, os procedimentos de configuração e operação do Permeabilímetro de Blaine Solotest, afim de tornar segura e instruída, a utilização da permeabilímetro, garantindo assim, o perfeito funcionamento deste, a segurança do operador e dos demais membros do laboratório.

A superfície específica (superfície referida à massa) é medida pela comparação com uma amostra de cimento de referência através do método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). A determinação da superfície específica serve principalmente para checar a uniformidade do processo de moagem de uma fábrica. Este método somente permite uma determinação limitada das propriedades do cimento em uso. O método de permeabilidade ao ar pode não fornecer resultados significativos para cimentos contendo materiais ultrafinos.

3. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

O Método de Blaine toma como referência normativas:

- NBR NM 76:1998 - Cimento Portland - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método de Blaine);
- NM 23:1994 - Cimento portland - Determinação de massa específica;
- ISO 383:1976 - Laboratory glassware -Interchangeable conical ground joints;
- ISO 4803:1978 - Laboratory glassware – Borosilicate glass tubing.

4. FUNDAMENTO DO MÉTODO

A finura do cimento é determinada como superfície específica, observando-se o tempo requerido para uma determinada quantidade de ar fluir através de uma camada de cimento compactada, de dimensões e porosidade especificadas.

Sob condições normalizadas, a superfície especificada do cimento é proporcional a t , onde t é o tempo para determinada quantidade de ar atravessar a camada compactada de cimento.

O número e a faixa de tamanho dos poros individuais em uma camada especificada são determinados pela distribuição dos tamanhos das partículas de cimento, que também determina o tempo para um dado fluxo de ar.

O método é mais comparativo que absoluto e, portanto, requer uma amostra de superfície específica conhecida para calibração do aparelho.

5. VERIFICAÇÕES PRELIMINARES

Antes de iniciar os ensaios com o permeabilímetro de Blaine, faz-se necessário seguir alguns procedimentos de verificação do equipamento:

- I. Verifique se as condições ambientais estão compatíveis com as condições de operação do equipamento. A temperatura deve estar de $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, e a umidade relativa não pode ser superior a 65%;
- II. Verifique se o líquido manométrico está nivelado na linha mais baixa do tubo de vidro borossilicato em forma de U;

6. APARELHAGEM

Para a realização do ensaio pelo método de Blaine são necessários:

- Aparelho permeabilímetro de Blaine (figura 1);
- Discos de papel filtro de porosidade média (diâmetro médio dos poros de 7 mm);
- Cronômetro;
- Balança com capacidade de resolução de 1 mg ;
- Óleo mineral leve, Graxa Leve e Mercúrio (este somente para calibração).



Figura 1 - Permeabilímetro de Blaine

O aparelho permeabilímetro de Blaine é composto por:

- Tubo de vidro borossilicato em forma de U (figura 1);
- Termômetro (figura 1);
- Célula de permeabilidade e êmbolo (figura 2);
- Disco perfurado para êmbolo (figura 2);
- Vasador para cortar papel filtro (figura 3);
- Bulbo aspirador (figura 3).



Figura 2 – Célula, êmbolo e disco perfurado

Figura 3 – Vasador e Bulbo aspirador

7. OPERAÇÃO

Feitas as verificações preliminares, inicia-se então a preparação para o uso do permeabilímetro de Blaine. A sequência a seguir instrui a preparação para o uso.

7.1. Preparação da amostra de cimento

- I. Quartear a amostra e secar completamente em estufa ou no infravermelho;
- II. Agitar a amostra de cimento a ser ensaiada por 2 min em um pote para dispersar os aglomerados;
- III. Aguardar 2 min, e mexer o pó delicadamente usando uma haste seca e limpa, de maneira a homogeneizar a amostra;
- IV. Determinar a densidade, ρ , de acordo com a NM 23;

7.2. Formação da camada compactada

Para a formação da amostra de cimento de porosidade $\varepsilon = 0,500$

- I. Determinar a massa m_1 (g), da alíquota de teste a ser colocada na célula de permeabilidade através da fórmula

$$m_1 = 0,500 \cdot \rho \cdot V$$

Onde:

ρ é a massa específica da cimento (g/cm^3);

V é o volume da camada compactada em (cm^3) obtida na calibração do equipamento;

- II. Amostrat e pesar três alíquotas de teste com a massa determinada pela fórmula;
- III. Limpar bem a célula de permeabilidade de forma a não deixar resíduos;
- IV. Verificar se crivo metálico que é colocado na parte inferior da célula esteja sem nenhuma obstrução nos furos da mesma;
- V. Colocar o disco perfurado no fundo da célula e sobre ele um disco de papel filtro novo, pressionando com uma haste seca e limpa;
- VI. Colocar a quantidade de cimento m_1 , na célula, evitando perdas;
- VII. Dar pancadas leves na célula para nivelar o cimento;
- VIII. Colocar um segundo filtro sobre o cimento nivelado;
- IX. Introduzir o êmbolo, pressionando-o suave, mas firmemente até que a face inferior da cápsula esteja em contato com a célula;
- X. Vagarosamente, retirar o êmbolo cerca de 5 mm, girar a célula 90° e pressionar firmemente a camada mais uma vez;
- XI. A camada agora está compactada e pronta para o ensaio de permeabilidade, devendo o êmbolo ser retirado vagarosamente;

7.3. Procedimento/Ensaio

- I. Inserir a superfície cônica da célula já com a camada compactada no topo do manômetro, usando uma camada fina de graxa para garantir a estanqueidade, ou seja, prevenir vazamentos de ar;
- II. Fechar o topo do cilindro com um tampão;
- III. Abrir o registro e, por meio da aspiração, elevar o nível do líquido manométrico para a marca mais alta;
- IV. Fechar o registro e observar se o nível permanece constante. Se o nível cair, refazer a junta célula/manômetro e verificar o registro; Repetir até que o nível do líquido não desça;
- V. Abrir o registro e, por aspiração, ajustar o nível do líquido à linha mais alta; Fechar o registro;
- VI. Remover o tampão do topo do cilindro, com isto o líquido começará a fluir;
- VII. Marcar o tempo de escoamento entre a segunda e a terceira marca, localizadas na parte intermediária do tubo; Registrar o tempo t , com aproximação de 0,2s e a temperatura com aproximação de $1^\circ C$;

- VIII. Repetir o procedimento por no mínimo três vezes na mesma camada e registrar os novos valores de tempo e de temperatura;
- IX. Calcular as médias das medidas e registrar;
- X. Repetir as operações descritas anteriormente para as outras duas alíquotas de testes pesadas, registrando os tempos e as devidas temperaturas;
- XI. Calcular a média dos valores das alíquotas e registrar os resultados.
- XII. Se ocorrer uma diferença maior do que 10% entre as médias das medidas das três alíquotas de teste pesar outra alíquota de teste e repetir a medida.

7.4. Determinação da Superfície Específica

A superfície específica, S , em cm^2/g é obtida pela expressão abaixo:

$$S = \frac{K}{\rho} \cdot \frac{\sqrt{\varepsilon^3}}{(1 - \varepsilon)} \cdot \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{0,1\eta}}$$

Onde:

K é a constante de calibração do aparelho;

ε é a porosidade da camada (sempre igual a 0,500 nos cálculos);

t é o tempo medido, em segundos;

ρ é a massa específica do cimento, em gramas por centímetro cúbico;

η é a viscosidade do ar à temperatura do ensaio, tomada da tabela 1, em pascal x segundo.

Com a porosidade de $\varepsilon = 0,500$ e a temperatura de $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

Tabela 1 - Massa específica do mercúrio e viscosidade do ar em função da temperatura

Temperatura °C	Massa específica do mercúrio, ρ_H / <i>Densidad del mercurio, ρH</i> g/cm^3	Viscosidade do ar Pa.s/ <i>Viscosidad del</i> <i>aire</i>	$\sqrt{0,1 \eta}$
16	13,560	0,000 018 00	0,001 342
17	13,560	0,000 018 05	0,001 344
18	13,550	0,000 018 10	0,001 345
19	13,550	0,000 018 15	0,001 347
20	13,550	0,000 018 19	0,001 349
21	13,540	0,000 018 24	0,001 351
22	13,540	0,000 018 29	0,001 353
23	13,540	0,000 018 34	0,001 354
24	13,540	0,000 018 39	0,001 356

NOTA - Valores intermediários podem ser obtidos por interpolação linear/
Se pueden obtener valores intermedios por interpolación lineal.

8. CALIBRAÇÃO

8.1. Determinação do volume da camada

A determinação do volume da camada compactada deve ser estabelecida para uma dada folga célula-êmbolo. Esse volume é determinado da maneira descrita a seguir.

- I. Aplicar uma camada muito fina de óleo mineral no interior da célula;
- II. Colocar o disco perfurado sobre a borda, dentro da célula;
- III. Colocar dois discos de papel filtro novos sobre o disco perfurado e assegurar que estes cubram a base da célula;
- IV. Encher a célula com mercúrio e remover qualquer bolha de ar com um haste limpa e seca;
- V. Assegurar que a célula esteja cheia, pressionando uma placa de vidro sobre a superfície de mercúrio até nivelar com o topo da célula;
- VI. Esvaziar a célula, e pesar o mercúrio com aproximação de $0,01g$, registrando a massa m_2 , e a temperatura;
- VII. Remover um disco de papel filtro e fazer a camada compactada como descrito em 7.2 e colocar sobre ela um novo disco de papel filtro;
- VIII. Preencher a célula com mercúrio, removendo as bolhas de ar e nivelado ao topo como anteriormente;
- IX. Remover o mercúrio, pesar com aproximação de $0,01g$, registrando a massa m_3 , e a temperatura;

O volume da camada, V , da camada em cm^3 , é dado por:

$$V = \frac{m_2 - m_3}{\rho_H}$$

Onde:

ρ_H é a massa específica do mercúrio na temperatura do ensaio (Tabela 1);

Repetir o procedimento com camadas de cimento diferentes até que dois valores de V obtidos difiram menos do que $0,005 cm^3$. Registrar a média desses dois valores como V .

8.2. Determinação da constante de calibração do aparelho

- I. Preparar uma camada compactada de cimento de referência de superfície específica conhecida e medir sua permeabilidade através do ensaio de procedimento já descritos anteriormente (7.0 Operação);
- II. Registrar o tempo, t , e a temperatura do ensaio;

- III. Usando a mesma camada, repetir o procedimento duas vezes e registrar os outros dois valores de tempo e temperatura;
 - IV. Repetir todo o procedimento em mais duas amostras do mesmo cimento de referência.
 - V. Para cada uma das três amostras, calcular a média dos três tempos e temperaturas.
- Para cada amostra calcular:

$$K = S_0 \rho_0 \frac{(1 - \varepsilon_0) \sqrt{0,1 \eta_0}}{\sqrt{\varepsilon_0^3} \sqrt{t_0}}$$

Onde:

S_0 é a superfície específica da amostra de referência, em centímetros quadrados por grama;
 ρ_0 é a massa específica da amostra de referência, em gramas por centímetro cúbico;
 t_0 é a média dos três tempos determinados, em segundos;
 η_0 é a viscosidade do ar correspondente à média de três temperaturas, em pascal por segundo);
 ε_0 é a porosidade da camada da amostra de referência.

Com porosidade especificada $\varepsilon_0 = 0,500$. Tomar a média dos três valores de K como a constante, K , para o aparelho.

8.3. Recalibração

O uso repetitivo do equipamento pode causar alterações no volume da camada de cimento e na constante do aparelho (devido ao desgaste da célula, do êmbolo e do disco perfurado). As mudanças ocorridas podem ser determinadas com a ajuda de uma segunda amostra de referência, cuja superfície específica tenha sido determinada.

O volume da camada e a constante do aparelho devem ser recalibrados com o cimento de referência nos seguintes casos:

- a) depois de 1 000 ensaios;
- b) quando se utilizar:
 - outro tipo de fluido manométrico;
 - outro tipo de papel filtro;
 - um novo tubo manométrico;
- c) devido a desvios sistemáticos da amostra de referência secundária

9. CIMENTOS ESPECIAIS

Certos cimentos que apresentam distribuição pouco usual de tamanhos de partículas e, em particular, cimentos finos de alta resistência, podem acarretar dificuldades na obtenção de camada de porosidade $\varepsilon = 0,500$ pelo método definido em 7.2. A pressão do polegar no êmbolo é falha quando, após fazer o contato com o topo ou a célula, o êmbolo sobe, após o alívio da pressão. Nesse caso a porosidade $\varepsilon = 0,500$ é considerada inatingível.

Para tais casos, a porosidade requerida para uma camada bem compactada será determinada experimentalmente. A massa de cimento, m_4 , em gramas, pesada para constituir a camada como em 7.2 será:

$$m_4 = (1 - \varepsilon_1)\rho_1V$$

Onde:

ε_1 é a porosidade determinada experimentalmente.

10. OBSERVAÇÕES

10.1 Expressão dos resultados

A diferença de 1% entre as médias de dois ensaios efetuados com uma mesma amostra é aceitável.

O desvio-padrão da repetibilidade é $50 \text{ cm}^2/\text{g}$ e da reprodutibilidade $100 \text{ cm}^2/\text{g}$.

10.2 Limpeza e recomendações

- I. **Não** use abrasivos;
- II. **Use** sabão neutro e solução aquosa;
- III. **Evitar** derramamento de mercúrio e qualquer contato entre esse material e os olhos ou a pele do operador. Caso ocorra, procurar atendimento médico;
- IV. **Cuidados** ao manusear o material de ensaio contra acidentes mecânicos.