



Rem: Revista Escola de Minas

versão impressa ISSN 0370-4467

Rem: Rev. Esc. Minas v.55 n.2 Ouro Preto abr. 2002

doi: 10.1590/S0370-44672002000200010

# Estudo por microscopia óptica e lupa das características mineralógicas e microestruturais do clínquer aplicado ao processo de moagem e qualidade do cimento

Vlândia Cristina Gonçalves Souza

Laboratório de Processamento Mineral - UFRGS

Av. Bento Gonçalves, 9500, Sala 224, Porto Alegre, RS, Brasil. E-mail: [zuca@ct.ufrgs.br](mailto:zuca@ct.ufrgs.br)

Carlos Hoffmann Sampaio

Laboratório de Processamento Mineral - UFRGS

Av. Bento Gonçalves, 9500, Sala 224, Porto Alegre, RS, Brasil. E-mail: [sampaio@ufrgs.br](mailto:sampaio@ufrgs.br)

Luis Marcelo Marques Tavares

Departamento de Engenharia Metalúrgica - UFRJ - Centro de Tecnologia, Bloco F, Sala 210

Cidade Universitária, RJ, Brasil. E-mail: [tavares@metalmat.ufrj.br](mailto:tavares@metalmat.ufrj.br)

## Serviços

- Serviços customizados
- Artigo em XML
- Referências do artigo
- Curriculum ScientI
- Como citar este artigo
- Acessos
- Citado por SciELO
- Similares em SciELO
- Tradução automática
- Enviar este artigo por email

## Resumo

Tem sido largamente estudada a influência das características mineralógicas e microestruturais do clínquer sobre a sua moabilidade, devido ao alto custo dessa etapa na fabricação de cimento e às exigências de qualidade do mercado. Nesse trabalho, usaram-se o microscópio óptico e a lupa para descrever e analisar as amostras de partículas de diversos tamanhos de clínquer, provenientes de uma fábrica situada no sul do Brasil. Através desse estudo, foi constatada, nas amostras coletadas, a ocorrência de um alto grau de corrosão dos minerais de alita e belita. Foi igualmente observado que o tamanho das partículas não influencia na quantidade de microfissuras, por serem essas de origem físico-química e não mecânica. Portanto pôde ser concluído que a corrosão originou uma extensa rede porosa, facilitando a formação de microfissuras, o que aumentará, por sua vez, a moabilidade do clínquer, mas às custas de uma redução considerável na qualidade do cimento.

**Palavras-chave:** Clínquer; Moagem; Cimento; Microscopia óptica.

## Abstract

*Have been widely studied influence clinker's micro structural and mineralogical characteristics on its grinding behaviour, due to high cost of this stage at the end of the fabrication process and the requirements of market quality. In this work, one used the optical microscope and the magnifying glass to describe and analyze the samples of particles of various sizes of clinker, deriving from a factory at south of Brazil. Through this study, it was evidenced, in the samples collected, the occurrence of a high degree of corrosion the minerals of alite and*

*belite. It was even observed that the size of particles do not influence the quantity of microcracks, because that is of physical-chemical origin and it do not mechanical. Therefore, it was concluded that corrosion lead to formation of a large quantity of pores and many channels, make easy the formation of microcracks, that increase, in turn, the grinding behaviour of cement clinker, but at expenses of a considerable reduction in the cement quality.*

**Keywords:** *Clinker; Grinding; cement, Optical microscopy.*

## 1. Introdução

Clínquer, basicamente, resulta de um processo de calcinação e sinterização a elevadas temperaturas (1350-1500°C) de compostos químicos de uma mistura de matérias-primas naturais, tais como calcários, margas, argilas, areias ou, minoritariamente, compostos de ferro e alumínio, devidamente dosificados e moídos até alcançar tamanho adequado (mais que 85% inferior a 88µm). Trata-se do principal constituinte do cimento após um processo de moagem.

No presente estudo, foi analisado o clínquer de cimento de uma fábrica situada em Candiota, sul do Brasil, onde se adicionam, ao clínquer, gesso (em torno de 3%) e cinzas (40%). As cinzas, provenientes da termoelétrica situada ao lado da fábrica, agregam qualidade ao cimento, ao mesmo tempo que desempenha o papel de "economizador" da matéria-prima principal e de maior custo para a empresa, que é o clínquer propriamente dito.

As análises microscópicas de seções polidas de clínquers fornecem a possibilidade de observarem-se o tamanho dos cristais, sua morfologia, abundância e distribuição nos grãos dos mais variados tamanhos, bem como o seu padrão microestrutural. Tais análises também permitem diferenciar as fases principais constituintes do clínquer: a)  $(\text{SiO}_2)(\text{CaO})_3$  ou  $\text{C}_3\text{S}$ , a alita; b)  $(\text{SiO}_2)(\text{CaO})_2$  ou  $\text{C}_2\text{S}$ , belita; c) a matriz, união de dois aluminatos,  $(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{CaO})_3$  ou  $\text{C}_3\text{A}$ , aluminato tricálcico e  $(\text{Al}_2\text{O}_3)(\text{Fe}_2\text{O}_3)(\text{CaO})_4$  ou  $\text{C}_4\text{AF}$ , aluminato de ferro tetracálcico. Nota-se que podem estar presentes outros elementos como cal livre, CaO, óxidos de magnésio, MgO e sulfatos.

A Microscopia óptica (MO) é mais largamente difundida e menos custosa, mas, em geral, necessita de apoio de programas específicos para analisar as imagens e/ou de ataque químico (ácido nítrico a 3% ou água), devido ao reduzido tamanho dos cristais. Apesar disso, o clínquer estudado nesse trabalho pôde ser analisado, não somente através do microscópio óptico de luz refletida (MO), mas de lupa. Também pôde-se verificar a importância da microestrutura na moagem, relacionando-a com a composição química e mineralógica do clínquer, sem que fosse necessário o uso de quaisquer reagentes sobre as lâminas.

## 2. Metodologia

Foram realizadas amostragens, em dias diversos, da alimentação nova do circuito de moagem de cimento da fábrica, com duração em torno de 5 horas. A cada 15 minutos era coletado cerca de 1kg de material (clínquer) diretamente sobre a correia de alimentação do moinho. As amostras foram enviadas para separação por peneiramento, devidamente identificadas pelo dia e intervalo granulométrico ao qual pertenciam e, em seguida, foram confeccionadas lâminas segundo a técnica de Insley [5].

Essa técnica consiste em preparar uma seção delgada de clínquer impregnada de uma resina de elevado índice de refração. Uma face, a que fica descoberta, é deixada, propositadamente, sem proteção (laminula), para que possa ser aplicada a técnica do polimento por ataque químico, caso isto seja necessário. Logo após a confecção, as lâminas foram levadas para serem analisadas em MO. A maioria das partículas menores foram inseridas em material acrílico, não volátil, passíveis de serem introduzidas, portanto, no microscópio eletrônico de varredura, à semelhança da técnica metalográfica. A camada superior de acrílico era lixada até que a superfície das partículas ficasse exposta o suficiente para análise em lupa. Na maioria das vezes, as amostras não mostraram necessidade de serem lixadas, devido ao fato de as partículas já se encontrarem na superfície do material de embutimento. Foi tomado especial cuidado com todas as outras, a fim de não provocar muito mais sulcos e microfissuras além dos já existentes, já que constava como um dos objetivos da análise verificar o padrão microestrutural das mesmas, pós-sinterização e pré-moagem.

A partir do preparo desse material, as amostras puderam então ser analisadas em MO e lupa. As imagens foram obtidas através de câmaras fotográficas acopladas a esses instrumentos e foram processadas das mais diversas formas, usando-se o programa "imagetool".

### 2.1 Composição química do clínquer

A seguir encontra-se a composição química realizada por análise on-line de fluorescência de raios x (exceto cal livre) das amostras coletadas na fábrica de cimento. Sabe-se que essa composição química possui estreita relação com a mineralogia e serve de base para o cálculo potencial Bogue. Os dados são apresentados nas [Tabelas 1 e 2](#).

**Tabela 1** - Composição química média (%) do clínquer.

CaO	60 a 62
SiO <sub>2</sub>	20 a 21,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,0
SO <sub>3</sub>	0,9 a 1,25
MgO	7,3
K <sub>2</sub> O	1,3 a 1,5
Na <sub>2</sub> O	0,25
CaO livre	1 até 5

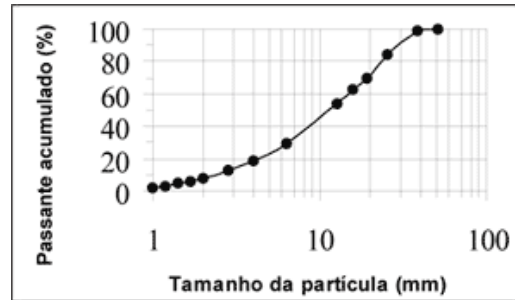
**Tabela 2** - Constituição mineralógica potencial Bogue média (%).

C <sub>3</sub> S	69,0
C <sub>2</sub> S	16,5
C <sub>3</sub> A	5,1
C <sub>4</sub> AF	9,0

Para melhor análise frente ao problema da obtenção da qualidade desejada, usam-se os denominados módulos de trabalho. No caso, esse clínquer apresenta fator de saturação em cal (FSC) igual a 92 - 99,5 %; módulo de silicatos (MS) igual a 3,0% e módulo de alumina (MA) igual a 1,30% em média.

## 2.2 Distribuição granulométrica do clínquer

Para se determinar se havia alguma relação entre o tamanho das partículas (distribuição granulométrica da alimentação do moinho de cimento - [Figura 1](#)) e um determinado padrão microestrutural, foram escolhidas, de forma aleatória, 4 partículas representantes de cada um dos cinco intervalos de tamanho (ver [Tabela 3](#)), tendo sido cada uma das partículas coletada em dia diferente. Com esse material, foram feitas 20 lâminas, procurando-se representar a distribuição de tamanhos da alimentação do moinho de clínquer, conforme [Tabela 3](#). Além destas, duas lâminas adicionais foram confeccionadas, representantes dos dois intervalos granulométricos: "+19.05" e "-19.05+15.9".



**Figura 1**- Distribuição granulométrica do clínquer.

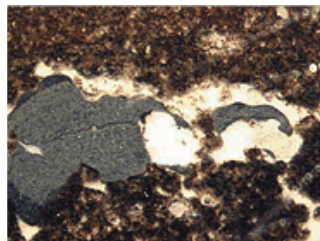
**Tabela 3** - Intervalos de tamanho das partículas de clínquer.

Intervalo de tamanho (mm)	Retido (%) na alimentação do moinho de cimento
+19.05	15.00
-19.05+15.9	6.84
-15.9+12.7	10.00
-12.7+6.35	24.34
-6.35+4	11.06

Essa metodologia foi utilizada, pois "os defeitos físicos" existentes nas partículas, a exemplo das falhas de Griffith [2], apresentam menor probabilidade de estarem presentes, à medida que o tamanho das mesmas diminui.

### 2.3 Microscópio óptico à luz refletida

Na [Figura 2](#), realizada em microscópio óptico, pode-se observar um enorme (comparativamente) grão de alita de coloração cinza-clara, circundado por uma região mais escura, constituída de cristais de belita; em torno do mesmo grão, há uma enorme região vazia, que é, na verdade, um dos muitos poros existentes. O grão encontra-se inserido em meio a uma massa pardacenta, constituída por cristais muito menores que o restante da alita e belita. Essa massa é denominada fase intersticial ou matriz, formada basicamente por aluminatos ( $C_3A$  e  $C_4AF$ ).



**Figura 2** - Lâmina nº 1, partícula +19,05 mm.

Na [Figura 2](#), observa-se, ainda, à esquerda do grão de alita, uma reentrância, que, provavelmente, em conjunto com a região porosa do entorno do grão e um pequeno poro situado no meio, iria ajudar na divisão da partícula pela metade quando no processo de moagem. Esse detalhe do grão é uma característica deveras interessante no processo de formação do microfissuramento, uma vez que está relacionado com a formação e alargamento do poro em si, que, como se sabe, não se trata de um "defeito físico", mas, se é que é possível falar dessa forma, de um defeito "físico-químico", oriundo das condições de formação do clínquer.

Quanto à mineralogia, pode-se dizer que os cristais de alita costumam aparecer com o tamanho de 10 a 90 $\mu$ m, com forma prismática hexagonal, constituindo grãos ainda maiores que variam de 400 até 800  $\mu$ m, rodeados de cristais de belita arredondados com tamanho em torno de 20  $\mu$ m, podendo aparecer até mesmo com 30 ou 40  $\mu$ m. Estes últimos também costumam aparecer como inclusões nos grãos de alita.

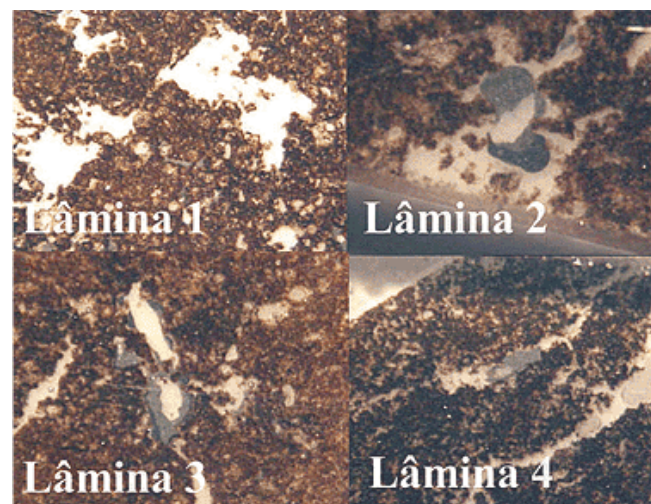
Quanto à microestrutura, salienta-se a forma dos poros, a qual apareceu todas às vezes em que foi observada, circundando os grãos de alita, formando ilhas os semiluas em meio a uma grande quantidade de cristais da fase intersticial clara e escura existentes no clínquer. Os poros com seus extensos canais cobrem vários mm da lâmina e, ainda, abraçam outros grãos, originando uma rede de canais que se interconectam.

A estrutura zonar e as inclusões de belita e C<sub>4</sub>AF e cal livre (aparecem como cristais pequeníssimos), tão comuns a este clínquer, são um sinal claro de que houve reações físico-químicas condicionadas aos processos de formação do clínquer.

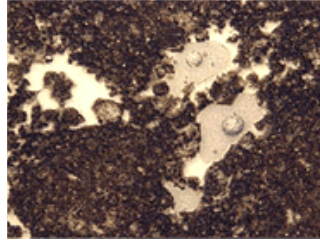
#### 2.4 Análise das amostras em embutimento (lupa)

Através das análises em lupa, desejou-se avaliar se as mesmas características que aparecem numa microescala (aumentos maiores em MO) poderiam ser observadas igualmente em aumentos menores. Para tanto, confeccionaram-se em torno de 5 amostras para cada intervalo granulométrico, à exceção dos dois primeiros intervalos da [Tabela 3](#) e adicionaram-se 5 amostras do intervalo -4 +2.83mm.

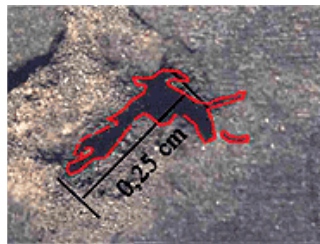
Os poros apresentam formas variadas, em grande parte, irregulares. O interessante são os poros "semipreenchidos", exatamente como se fossem formados a partir de uma reação de corrosão. Em torno de uma massa que ainda resiste, sulcos são formados e nestes podem ser visualizados alguns cristais de alita (ver [Figuras 5 e 6](#)). Os sulcos costumam ser profundos, tendendo a formar as já citadas redes de canais interconectados, percebidos com clareza num aumento de 50x, com bastante luz, focando e desfocando a imagem.



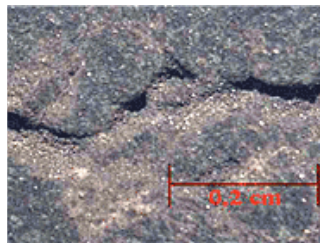
**Figura 3** - Lâmina n°1, seção em partícula +19,05mm; n°2, seção em -16+13mm; n°3, seção em -19+16mm; n°4, seção em -6+4mm.



**Figura 4** - Lâmina n° 5, partícula 12.7+6.35mm.



**Figura 5** - Amostra n°1, detalhe de uma das partículas de -15.9 + 12.7 mm em embutimento.



**Figura 6** - Amostra n°2, partícula -12.7+6.35mm.

### 3. Discussão dos resultados

#### 3.1 Microscópio óptico

As reações físico-químicas condicionadas aos processos de formação do clínquer acontecem tal como com as rochas vulcânicas. A estrutura zonar dos cristais de alita, no caso, assemelha-se à dos plagioclásios, os quais se

apresentam nas mais variáveis proporções de albita -  $6\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O}$  e anortita -  $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaO}$ . Essa estrutura zonar, especial de clínquers com alto coeficiente A/F e ricos em álcalis, seria, portanto, sinal de que estaria havendo alguma reação entre os cristais e a massa intersticial.

Nas rochas eruptivas e também no clínquer de cimento Portland, segundo Coronas [6], a composição mineralógica final depende, entre outros fatores, das condições físico-químicas que regem o processo da solidificação; de uma mesma mescla original podem resultar materiais com distinta composição mineralógica e estrutura, ao apenas mudar as condições de pressão ou de temperatura. Por esses motivos, freqüentemente, os compostos cristalinos que se originam nas zonas altas de temperatura do processo ficam em desequilíbrio com o material ainda fluido, o qual ainda não consolidou ao baixar a temperatura. Nesse caso, o cristal formado (idiomorfo) reage com a fase líquida, desaparecendo totalmente ou transformando-se em outro cristal de composição e natureza distinta. Na rocha, pois, resultante da cristalização completa desse magma, não se poderá observar indícios que permitam suspeitar da existência desses cristais naquelas primeiras fases de consolidação, já que terão sido completamente "digeridos". Porém, se a reação de resorção, que dissolve o cristal, é mais lenta que o processo de resfriamento, os cristais previamente formados ficarão preservados da dissolução total e poderão ser observados no produto consolidado.

Esses processos são denominados em Petrografia de corrosão magmática e são evidentes em muitas rochas filonianas ou vulcânicas. Portanto os produtos de reação entre as fases sólidas primeiramente formadas e as fases líquidas residuais (no caso, a fase intersticial dos clínquers) não são assimilados por esta última e, sim, permanecem rodeando o cristal atacado, formando, em sua borda, uma margem de reação de distinta natureza mineralógica. O interessante é que essas coroas de reação podem, segundo o mesmo autor, acabar por preservar o núcleo do cristal de ataques subseqüentes realizados pela fase líquida e também podem formar-se por reações no estado sólido entre minerais já formados depois que a rocha ou material tenham se consolidado.

Coronas [6] observou, em alguns tipos de clínquers espanhóis, corrosão evidente também nos cristais de silicato bicálcico, o que explicaria sua forma arredondada como sendo um fenômeno de dissolução parcial.

Já Tavasci [7] vai um pouco além, dizendo que essa orla de belita se deveria à instabilidade do silicato tricálcico, que se decomporia em cal livre (inclusões) e silicato bicálcico (orla). Também Brown [8] afirma que essa margem de pequenos cristais de belita se deve a reação da alita primária com o líquido residual do clínquer durante o período de resfriamento (ver [Figuras 2 e 3](#)).

### 3.2 Lupa

Conforme pode-se observar nas [Figura 5 e 6](#), o mesmo padrão microestrutural poroso manifestou-se em maior escala (escala de lupa). Isto aconteceu em todos os tamanhos de partículas.

Na superfície interna dos poros, existem inúmeros cristais de forma prismática bem formados. No entanto, para observar se realmente existe corrosão das bordas dos cristais, torna-se necessário equipamentos que forneçam aumentos ainda maiores e melhor poder de resolução (no caso MEV).

Com base nessas observações, não seria de todo impossível encontrar o mesmo padrão corrosivo até mesmo em calçamentos ou quaisquer materiais que levem o cimento na sua composição, como, por exemplo, concretos e argamassas. A propósito do que se está dizendo, cita-se a reação álcali-silica ou como também é conhecida álcali-agregado. Segundo Monterio et al. [11], trata-se do processo de expansão e fissuração, levando à perda da resistência, da elasticidade e da durabilidade do concreto, sendo uma das principais causas de deterioração de estruturas localizadas em ambientes úmidos, tais como barragens, estacas de pontes e estruturas localizadas em ambientes úmidos.

Assim, a reação entre os minerais de cimento e os minerais usados no agregado poderia causar o fissuramento de tais estruturas, mas a própria reação de corrosão da alita pela fase líquida poderia ser a causadora de tal fissuramento.

## 3. Conclusões

O grande volume de espaço capilar poroso é um indicativo de uma distribuição irregular da fase líquida. A natureza dentrítica dos poros e capilares e o zoneamento dos cristais mostram que estes podem facilmente ser dissolvidos pela fase líquida corrosiva ou ser desintegrados em grãos menores. Uma explicação para a alta instabilidade da alita, mostrada por esse tipo de clínquer, poderia ser o uso de alto conteúdo de metais, em especial de óxidos de alumínio e de ferro durante o processo de formação do clínquer. Isto coaduna com o alto coeficiente A/F apresentado pelas análises (A/F  $\approx 1,3$  - [Tabela 1](#)).

Como se sabe, a moabilidade é influenciada pela temperatura, presença de substâncias ativas (SAS), pela formação e crescimento de microfissuras nas superfícies dos cristais minerais e pela presença de partículas metálicas durante a formação do clínquer. Se, por um lado, o alto conteúdo de belita e o alto conteúdo do

coeficiente A/F baixam a moabilidade, devido à alta resistência desses minerais, por outro, segundo Odigure [9], o aumento da quantidade de  $F_2O_3$  na mistura do cru pode causar desestabilização e desintegração da alita (conseqüente aparecimento do fenômeno de corrosão) e a inversão polimórfica da  $\beta$   $C_2S$  para  $\gamma$   $C_2S$ , com a conseqüente perda na resistência mecânica dos minerais de clínquer e na atividade de hidratação.

Portanto as amostras de clínquer analisadas nesse estudo apresentariam certamente uma grande facilidade no processo de moagem, mas às custas de uma perda da atividade de hidratação, da diminuição do conteúdo dos minerais de alita e belita e do aumento de cal livre, bem como de um maior potencial para o aparecimento da reação álcali-agregado.

A moagem é um processo que requer muita energia. Os custos numa fábrica de cimento nessa etapa são altíssimos, mas manter a qualidade do cimento é algo imprescindível, frente a um mercado competitivo, exigente de melhores produtos e de aprimoramento tecnológico incessante. A solução poderia ser encontrada em trabalhos do tipo de Odigure [9], o qual demonstrou que o uso de microimpurezas, tais como  $Cr_2O_3$  e  $MnO_2$ , pode ajudar na estabilização dos minerais de clínquer e no aumento da sua moabilidade. A presença de  $FeO$ ,  $Fe_2O_3$  e outras microimpurezas em quantidades ótimas poderia influenciar na estabilidade e fixação de microfissuras nas superfícies dos cristais de clínquer.

## Referências Bibliográficas

- [1] JOURLIM, M., ROUX, B., FAURE R.M. Recognition of clinker by automatic image analysis. *Cement & Concrete Composites*, n.23, p. 207-214, 2001. [ [Links](#) ]
- [2] GRIFFITH, A. A. Phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans Roy Soc*, London, 221A, p. 163-198, 1920. [ [Links](#) ]
- [3] GRIFFITH, A. A. The theory of rupture. *Proc. First Int. Cong. for Applied Mechanics*. Delft. 1924. [ [Links](#) ]
- [4] CONCHA, F. A., AUSTIN, L. G. Diseño y simulacion de circuitos de molienda y classificacion. CYTED - Programa Iberoamericano de ciência y tecnologia para el desarrollo - Subprograma de Tecnologia Mineral, 1993. p. 28-31. [ [Links](#) ]
- [5] INSLEY, H.J., MCMURDIE, H. F. *Res. Natl. Bur. Standard*. p. 20-173. 1938. [ [Links](#) ]
- [6] CORONAS, J. M. *Técnicas aplicadas a la investigación del cemento*. Madrid: p.137-140 e p. 159-167. 1950. (Curso de especialización en cemento, Consejo superior de investigaciones científicas.) [ [Links](#) ]
- [7] TAVASCI, B. G. *Chim. Ind. Aplicata*. p. 16-538, 1934. [ [Links](#) ]
- [8] BROWN, L. S., J. Am.Con. Ins., 44-889. 1948. [ [Links](#) ]
- [9] ODIGURE, J.O. Grindibility of cement clinker from raw mix containing metallic particles. *Cement and Concrete Research*. n. 29, p. 303-307, 1999. [ [Links](#) ]
- [10] BOGUE, R.H. *The chemistry of portland cement*. New York: Reinhold Publishing Corporation, 1955. [ [Links](#) ]
- [11] MONTEIRO, P. J. M., MEHTA, P. K., Concreto: estrutura, propriedades e materiais. São Paulo: Pini, 1994. p.161-166. [ [Links](#) ]
- [12] KORNEEV, V.I., CICHEV, M.M. J. Giprocement Moscow, *Bul. 86*. p.108-111, 1971. [ [Links](#) ]

Artigo recebido em 28/01/2002 e aprovado em 10/05/2002.



Todo o conteúdo do periódico, exceto onde está identificado, está licenciado sob uma [Licença Creative Commons](#)



Praça Tiradentes, 20  
35400-000 Ouro Preto MG - Brazil  
Tel: (55 31) 3551-4730



[editor@rem.com.br](mailto:editor@rem.com.br)