

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL**

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE ASPECTOS  
MICROESTRUTURAIS NO COMPORTAMENTO DE SOLOS  
DERIVADOS DA CINZA VULCÂNICA**

**OISY HERNÁNDEZ MENÉNDEZ**

**ORIENTADOR: MANOEL PORFÍRIO CORDÃO NETO, DSc.**  
**CO-ORIENTADOR: BERNARDO CAICEDO HORMAZA, DSc.**

**TESE DE DOUTORADO EM GEOTECNIA**

**PUBLICAÇÃO: G.TD-127/16**

**BRASÍLIA / DF: OUTUBRO/ 2016**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL**

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE ASPECTOS  
MICROESTRUTURAIS NO COMPORTAMENTO DE SOLOS  
DERIVADOS DA CINZA VULCÂNICA**

**OISY HERNÁNDEZ MENÉNDEZ**

**TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL DA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A  
OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR.**

**APROVADA POR:**

---

**MANOEL PORFÍRIO CORDÃO NETO, DSc. (UnB)  
(ORIENTADOR)**

---

**JOSÉ CAMAPUM DE CARVALHO, PhD (UnB)  
(EXAMINADOR INTERNO)**

---

**JUAN FÉLIX RODRÍGUEZ REBOLLEDO, PhD (UnB)  
(EXAMINADOR INTERNO)**

---

**ANALICE FRANÇA LIMA AMORIM, PhD (UFPE)  
(EXAMINADOR EXTERNO)**

---

**MARTA PEREIRA DA LUZ, DSc. ( FURNAS/PUC-GO)  
(EXAMINADOR EXTERNO)**

**DATA: BRASÍLIA/DF, 28 de Outubro de 2016.**

## FICHA CATALOGRÁFICA

HERNANDEZ MENÉNDEZ, OISY

Análise da influência de aspectos microestruturais no comportamento de solos derivados da cinza vulcânica [Distrito Federal] 2016. xii, 140 p., 297 mm (ENC/FT/UnB, Doutor, Geotecnia, 2016)

Tese de doutorado - Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia. Departamento de Engenharia Civil

- |                             |                                |
|-----------------------------|--------------------------------|
| 1. Cinza vulcânica          | 2. Comportamento hidromecânico |
| 3. Comportamento estrutural | 4. Haloisita                   |
| I. ENC/FT/UnB               | II. Título (série)             |

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

HERNANDEZ, O (2016). Análise da influência de aspectos microestruturais no comportamento de solos derivados da cinza vulcânica. Tese de Doutorado, Publicação G.TD-127/16, Departamento de Engenharia Civil, Universidade de Brasília, Brasília- DF, 140 p.

## CESSÃO DE DIREITOS

NOME DO AUTOR: Oisy Hernández Menéndez

TÍTULO DA TESE DE DOUTORADO: Análise da influência de aspectos microestruturais no comportamento de solos derivados da cinza vulcânica.

GRAU / ANO: Doutor/ 2016

É concedida à Universidade de Brasília a permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta tese de doutorado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.

---

Oisy Hernández Menéndez

CLN 407 Bloco C Apto 102.

CEP: 70855530 – Brasília/ DF- Brasil

oisymenendez@gmail.com

*A meu querido esposo Elier*

## **Agradecimentos**

Agradeço a meu esposo por seu carinho, apoio incondicional, a paciência, dedicação e por estar presente na minha vida;

A os meus pais Odalys e Otto pelo, amor, carinho e apoio emocional nestes duros quatro anos;

A Chabe e Cuqui, meus avôs e minha cunhada pelo amor e pela força para seguir adiante;

A meu orientador Manoel por acreditar em mim, por seu apoio, seus conselhos, pela amizade, pelo incentivo nos momentos difíceis e pelos conhecimentos transmitidos nestes quatro anos;

A meus tios e primos pelo carinho e apoio emocional;

A meu co-orientador o professor Bernardo pelo apoio na pesquisa e pela realização de todos os ensaios na Universidade dos Andes;

Ao professor Camapum por suas colaborações, orientações e discussões dos resultados desta pesquisa;

A Yari, Noe por sua amizade sincera, apoio e por sempre estar disponível;

A Eli e Ray pelo apoio e incentivo desde antes de chegar ao Brasil;

A la tutis e Nelson pela parceria, a energia positiva transmitida e apoio incondicional ;

A Ivonne, Camila, Yovanka, Jaime, Yanet, Maria Claudia pelo carinho e apoio, e por todos os bons momentos que passamos juntos;

A Ângela, Leonardo, Iván, aos técnicos de laboratório Thiago e Jonas por sua ajuda e companhia no laboratório;

A Julieth, Eduardo, Jairo da UNIANDÉS pelo carinho e ajuda no laboratório de Geotecnia da Universidade dos Andes;

Aos professores do programa de Pós- graduação em Geotecnia pelos ensinamentos recibidos;

Aos laboratórios de física, química e biologia da Universidade de Brasília pela disponibilização dos equipamentos laboratoriais para execução dos ensaios;

Ao projeto GREAT - Geotechnical and geological Responses to climate change: Exchanging Approaches and Technologies on a world-wide scale (FP7-PEOPLE-2013- IRSES-612665);

Ao professor Alessio pela orientação durante o período sanduíche e pela realização dos ensaios de cisalhamento e adensamento na EPFL;

Ao laboratório da ELETROBRAS Furnas em especial ao Renato, pela realização de ensaios de MEV;

Ao CNPq pelo auxílio financeira na realização desta pesquisa

Enfim, a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para realização deste trabalho.

## RESUMO

Na Colômbia os solos derivados de cinzas vulcânicas representam 11,6% dos solos do país e são utilizados em construção de terraplenagem, rodovias e taludes naturais. Apresentam uma grande variabilidade nas propriedades hidromecânicas e estruturais que dependem do grau de pré-secagem das amostras. Para analisar a variabilidade destas propriedades foi realizado um estudo teórico experimental que avaliou como as alterações mineralógicas ocasionam mudanças no comportamento hidromecânico e estrutural deste tipo de solos. Foi escolhido um solo de origem vulcânica na região de Popayán. O estudo experimental contou com um trabalho detalhado de laboratório, estudando amostras indeformadas e compactadas (com energia correspondente ao Proctor normal) com diferentes formas de preparação das amostras (com e sem secagem prévia). Da confecção da curva de compactação foram escolhidos vários pontos de trabalho aos quais foram feitas as avaliações do comportamento hidromecânico e estrutural. O estudo do solo iniciou pela caracterização físico-química, que foi realizada por meio de ensaios tradicionais da geotecnia além de DRX, espectroscopia infravermelha, análise termogravimétrica e espectroscopia mossbauer. A avaliação do comportamento hidráulico foi feita por meio da construção de curvas de retenção com trajetória de secagem e logo molhagem, combinando as técnicas de: placa, translação de eixos e WP4C. O comportamento mecânico foi avaliado por meio de ensaios de compressão oedométrica e cisalhamento direto. Entretanto, o comportamento estrutural foi avaliado por meio da combinação de três técnicas de caracterização, a microscopia eletrônica de varredura para os microporos, a porosimetria por adsorção e dessorção de nitrogênio para os mesoporos e a microscopia por intrusão de mercúrio para os macroporos. O estudo experimental permitiu demonstrar que a secagem das amostras afeta a estrutura mineralógica do solo ocasionando mudanças na granulometria e plasticidade. As duas formas de preparação de amostras geraram duas curvas de compactação totalmente diferentes. O comportamento hidráulico das amostras sem secagem prévia apresentou uma histeresis elevada. A compressibilidade das amostras sem secagem prévia foi maior que as amostras com secagem prévia. Finalmente a análise da estrutura do solo mostrou que a compactação e secagem diminui os macroporos mas não afeta os mesoporos, e os microporos são mais visíveis na estrutura com secagem prévia.

**Palavras chaves:** cinzas vulcânicas, comportamento hidromecânico, comportamento estrutural, haloisita.

## ABSTRACT

In Colombia volcanic ash soils represent 11.6% of the country's and are used in construction of earthworks, roads and natural slopes. These soils show a great variability in hydromechanical and structural properties that depend on the degree of pre-drying of samples. To analyze the variability of these properties was realized an theoretical-experimental study that assessed how the mineralogical changes caused changes in hydromechanical and structural behavior. The local of the extraction of the sample was in Popayan region. The experimental study included a detailed laboratory work, for undisturbed and compacted samples (with energy corresponding to normal Proctor) with different forms of sample preparation (with and without drying). Two diferent compactation curves was constructed and which chosen several points for the evaluations of hydromechanical and structural behavior. For the physical and chemical characterization was used basic geotechnics tests and DRX, infravermelha spectroscopy, Mossbauer spectroscopy and thermogravimetric analysis. The hydraulic behavior was made by constructing retention curves with wetting and drying trajectories, combining different techniques: plate, translational axes and WP4C. The mechanical behavior was assessed by oedométrica compression tests and direct shear. However, the structural behavior was assessed by the combination of three characterization techniques, scanning electron microscopy for the micropores, the porosimetry adsorption and desorption of nitrogen to the mesoporous and microscopy by mercury intrusion to the macropores. The experimental study demonstrate that drying of the samples affects the mineralogical structure of the soil causing changes in particle size and plasticity. The two ways of preparation of samples generated two entirely different compactation curves. The hydraulic behavior of the samples without prior drying had a high hysteresis. The compressibility of the samples without prior drying was higher than the samples prior to drying. Finally, the analysis of the soil structure showed that compression and drying reduces the macropores but does not affect the mesopores, and micropores are more visible in the structure prior to drying.

**Keywords:** Volcanic ash, hydromechanical behaviour, structural behaviour, halloysite.

# ÍNDICE

1 -	INTRODUÇÃO .....	1
1.1 -	IDENTIFICAÇÃO DO PROBLEMA .....	2
1.2 -	JUSTIFICATIVA.....	2
1.3 -	HIPÓTESE .....	2
1.4 -	OBJETIVOS.....	2
1.5 -	METODOLOGIA DA PESQUISA .....	3
1.6 -	ESTRUTURA DO TRABALHO.....	3
2 -	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 -	LOCALIZAÇÃO DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS .....	5
2.2 -	ORIGEM E FORMAÇÃO DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS .....	6
2.2.1 -	Formação dos solos derivados de cinzas vulcânicas.....	7
2.3 -	MINERALOGIA DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS .....	8
2.3.1 -	Haloisita.....	9
2.3.1.1 -	Origem.....	9
2.3.1.2 -	Estrutura mineralógica.....	10
2.3.1.3 -	Morfologia.....	12
2.3.2 -	Outros minerais presentes nos solos de origem vulcânica.....	14
2.3.3 -	Técnicas utilizadas para a identificação mineralógica nos solos.....	15
2.3.3.1 -	Espectroscopia Infravermelha (FTIR).....	15
2.3.3.2 -	Análise Termogravimétrica (TG).....	18
2.3.3.3 -	Espectroscopia Mossbauer.....	19
2.4 -	PROPRIEDADES DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS.....	21
2.5 -	COMPACTAÇÃO DO SOLO DERIVADO DE CINZAS VULCÂNICAS.....	21
2.6 -	TÉCNICAS UTILIZADAS PARA A AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO HIDRÁULICO DO SOLO.....	24

2.6.1 -	Técnicas para o controle da sucção no solo.....	26
2.6.1.1 -	Translação de eixos.....	27
2.6.2 -	Técnicas para a medida da sucção no solo.....	29
2.6.2.1 -	Método do papel filtro.....	30
2.6.2.2 -	Psicômetros 31	
2.7 -	MODELAGEM DA CURVA DE RETENÇÃO .....	33
2.8 -	CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DO SOLO .....	34
2.8.1 -	Microscopia eletrônica.....	36
2.8.1.1 -	Microscopia eletrônica de varredura (SEM).....	36
2.8.1.2 -	Microscopia eletrônica de varredura ambiental (ESEM).....	37
2.8.1.3 -	Microscopia eletrônica de transmissão (TEM).....	37
2.8.2 -	Adsorção/dessorção de nitrogênio (Isotermas).....	38
2.8.3 -	Porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP).....	41
2.9 -	RESUMO DO CAPÍTULO.....	43
3 -	MATERIAIS E MÉTODOS .....	44
3.1 -	LOCAL DE COLETA DE AMOSTRAS .....	44
3.1.1 -	Clima e precipitações.....	45
3.2 -	PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	46
3.3 -	CARACTERIZAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DO SOLO .....	49
3.3.1 -	Caracterização física.....	49
3.3.2 -	Caracterização química.....	52
3.4 -	COMPACTAÇÃO DO SOLO DERIVADO DA CINZA VULCÂNICA DE POPAYÁN .....	55
3.5 -	COMPORTAMENTO ESTRUTURAL .....	56
3.6 -	COMPORTAMENTO HIDROMECHANICO .....	60
3.6.1 -	Comportamento hidráulico do solo (curva de retenção da água).....	60

3.6.2 -	Comportamento mecânico.....	63
3.7 -	RESUMO DO CAPÍTULO.....	64
4 -	ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS .....	65
4.1 -	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E CLASSIFICAÇÃO DO SOLO.....	65
4.1.1 -	Caracterização física.....	65
4.1.2 -	Caracterização química.....	71
4.1.3 -	Compactação do solo derivado de cinzas vulcânicas.....	78
4.2 -	CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL .....	80
4.2.1 -	Microscopia eletrônica de varredura.....	80
4.2.2 -	Porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP) e por adsorção e dessorção de nitrogênio.....	86
4.3 -	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO SOLO .....	94
4.3.1 -	Ensaio de compressibilidade.....	94
4.3.2 -	Resistência ao cisalhamento.....	97
4.4 -	CARACTERIZAÇÃO HIDRÁULICA.....	99
4.5 -	RESUMO DO CAPÍTULO.....	103
5 -	CONCLUSÕES.....	105
6 -	RECOMENDAÇÕES PARA PESQUISAS FUTURAS .....	108
7 -	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	109

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Transformação da cinza vulcânica em depósito de solo. (Modificada de - Lizcano <i>et al.</i> (2006)).	8
Figura 2.2 - a) Folha de tetraedros; b) Folha de octaedro (Teixeira-Neto e Teixeira-Neto, 2009); c) Diagrama de planos da estrutural mineral da haloisita. (Modificada de - Singh, 1996).	10
Figura 2.3 - Diagramas esquemáticos de: a) Estrutura cristalina da haloisita- ( $10\text{\AA}$ ) e b) Estrutura de um nanotubo da haloisita. (Modificada de - Yuan <i>et al.</i> (2008)).	11
Figura 2.4 - Desenho esquemático do percurso de amadurecimento de haloisita. (Modificada de - Kogure <i>et al.</i> (2013)).	12
Figura 2.5 - Morfologia da haloisita. a) haloisita com forma tubular (Adamo <i>et al.</i> , 2001); b) haloisita com forma esférica (Adamo <i>et al.</i> , 2001); c) haloisita em forma de prisma (Kogure <i>et al.</i> , 2013).	13
Figura 2.6 - Mudanças morfológicas nas partículas de haloisita (De Oliveira <i>et al.</i> , 2007): haloisita tubular (A), tubos com faces planas com orifícios internos em forma cilíndrica (B), tubos com as faces planas internas e externas (C), tubos desenrolados (D, E, F).	14
Figura 2.7 - Região do espectro eletromagnético (Modificada de - Stuart (2004)).	16
Figura 2.8 - Espectro de absorbância e de transmitância do ácido láctico. (Modificada de - Stuart (2004)).	16
Figura 2.9 - TG/ DTG e DSC de uma amostra de haloisita. (Modificada de - Yuan <i>et al.</i> (2012)).	19
Figura 2.10 – a) Espectro Mossbauer (Modificada de - Komusinski <i>et al.</i> (1981)); b) Parâmetros hiperfinos $\delta$ e $\Delta\epsilon_Q$ (Modificada de - McCammon, 1995).	20
Figura 2.11 - Curva de compactação para solos derivados de cinzas vulcânicas em Java, Indonésia. (Modificada de - Wesley (2009)).	24
Figura 2.12 - a) Principais feições da curva de retenção de água. (Modificada de - Otálvaro (2013)); b) Forma da curva de retenção de água do solo segundo a distribuição do tamanho dos poros (Otálvaro (2013). Modificada de - Marinho, 2005).	25
Figura 2.13 - a) Equipamento completo da placa de sucção (Otálvaro, 2013); b) base da placa modificada (Grau, 2014).	28

Figura 2.14 - Tipos de fluxo do solo para o papel filtro (Marinho, 1995). .....	31
Figura 2.15 - a) Imagem e b) Esquema do WP4C (Mascarenha, 2008). .....	32
Figura 2.16 - Classificação da estrutura baseada nos tamanhos dos poros. (Modificada de - Romero <i>et al.</i> (2002)). .....	35
Figura 2.17 - Tipos de isotermas de acordo com a classificação de IUPAC (1997). .....	39
Figura 2.18 - Curvas de intrusão e extrusão de mercúrio (Mascarenha, 2008). .....	42
Figura 3.1 - Localização da área de amostragem. (Mapa Alcaldia de Popayán, 2008). .....	44
Figura 3.2 - Bloco indeformado de cinza vulcânica. ....	45
Figura 3.3- a) Precipitação média anual; b) Temperatura média anual; c) Umidade relativa média anual de Popayan. ....	46
Figura 3.4 - Programa experimental desta pesquisa. ....	47
Figura 3.5 - Equipamento Pentapyc 5200e. ....	49
Figura 3.6 - Granulômetro laser Microtrac S3500. ....	50
Figura 3.7 – Granulometria: a) Por peneiramento e b) Por sedimentação. ....	50
Figura 3.8 - Matéria orgânica. ....	50
Figura 3.9 - a) Difratômetro RIGAKU – ULTMA IV; b) Centrifuga. ....	51
Figura 3.10 - a) Amostra natural; b) Lâmina com separação de argila para a amostra seca ao ar. ....	51
Figura 3.11 - Equipamento DTG-60H. ....	53
Figura 3.12 - a) Equipamento VERTEX 70 para a espectroscopia infravermelha; b) Prensa para confecção da pastilha de KBr. ....	53
Figura 3.13 - a) Equipamento Zetasizer, medidor do Potencial Zeta (pZ); b) Preparação das amostras. ....	54
Figura 3.14 - Compactação do solo utilizando energia estática (prensa de CBR e amostra compactada). ....	56
Figura 3.15 - Distribuição das diferentes técnicas utilizadas para a caracterização estrutural do solo. ....	56
Figura 3.16 - Microscópio eletrônico de varredura (SEM). ....	57

Figura 3.17- Preparação de amostras compactadas para o ensaio de SEM.....	57
Figura 3.18 - Características do porosímetro por adsorção e dessorção de nitrogênio Nova 2200e da Quantachrome Instrument (Farias, 2012).....	58
Figura 3.19 - Porta-amostras utilizado para os ensaios de adsorção e dessorção de nitrogênio. ....	59
Figura 3.20 - Equipamento AutoPore IV 9500 Micromeritics Instrument Corporation da Universidade dos Andes.....	59
Figura 3.21- Estufa de vácuo.....	60
Figura 3.22 - Distribuição dos métodos para as diferentes sucções.....	60
Figura 3.23 - a) Oedómetro com controle de sucção; b) Base do equipamento de translação de eixos. ....	61
Figura 3.24 - a) Potencial metter WP4C; b) Porta amostras com as amostras.....	62
Figura 3.25 – a) Equipamento de adensamento; b) Equipamento de cisalhamento direto. ....	64
Figura 4.1 - Análise do teor de umidade a diferentes temperaturas.....	65
Figura 4.2 - Curvas granulométricas por sedimentação e peneiramento com água e com defloculante.....	67
Figura 4.3 - Granulometria por sedimentação para diferentes formas de preparação das amostras.....	67
Figura 4.4 - Valores de limite de liquidez e plasticidade do estudo e os obtidos por vários autores. ....	69
Figura 4.5 - Difratogramas das amostras e tipos de minerais que compõem o solo. a) Amostras indeformadas, secas ao ar, secas na estufa e compactada seca ao ar; b) Amostra indeformada úmida. H: Halosita, G: Gibbsita, C: cristobalita, Q: quartzo e K: Caulinita.....	70
Figura 4.6 - Índice de vazios durante a sedimentação como função do pH da amostra. (Modificada de - Lopes (2016)) .....	71
Figura 4.7 - Curva de TG/DTG. a) Amostra indeformada; b) Amostra compactada com secagem até 65,3%; c) Amostra compactada com secagem até a umidade higroscópica.....	74
Figura 4.8 - Curva de TG da amostra indeformada com os pontos de inflexão.....	75
Figura 4.9 - FTIR espectro para a amostra indeformada.....	76

Figura 4.10 - Espectroscopia Mossbauer. a) Amostra indeformada seca ao ar; b) Amostra indeformada seca 105°C; c) Amostra seca após compactação (reuso).....	78
Figura 4.11 - Curvas de compactação para proctor normal. ....	79
Figura 4.12- Imagem obtida no SEM. a) Amostra CH38 com 10.000x de aumento e b) Amostra CH38 com 20.000x de aumento. ....	81
Figura 4.13 - Identificação da composição química para as amostras. a) CH38 (três pontos); b) CH42 (dois pontos). ....	82
Figura 4.14 - Imagem obtida no SEM para amostra CH38.8 seca ao ar na lâmina com orientação. a) 30.000x de aumento; b) 50.000x de aumento.....	82
Figura 4.15 - Imagem obtida no SEM. a) Amostra CH42 com 10.000x de aumento; b) Amostra CH42 com 20.000x de aumento e c) Amostra CH42 com 30.000x de aumento. ....	83
Figura 4.16 - Imagem obtida no SEM. a) Amostra CN64 com 10.000x de aumento; b) Amostra CN64 com 20.000x de aumento. ....	83
Figura 4.17- Identificação da composição química para a amostras. a) CN64 (dois pontos); b) CN72 (três pontos). ....	84
Figura 4.18 - Imagem obtida no SEM para amostra CN65.3, com separação de argila e secagem ao ar. a) 5.000x de aumento; b) 10.000x de aumento; c) 20.000 de aumento e d) 30.000x de aumento. ....	84
Figura 4.19- Imagem obtida com o SEM. a) Amostra CN72 com 10.000x de aumento, b) Amostra CN72 com 20.000x de aumento e c) Amostra CN72 com 30.000x de aumento. ....	85
Figura 4.20- Imagem obtida com o SEM para a amostra Indeformada com 10.000x de aumento. ....	85
Figura 4.21 - Imagem obtida no SEM para amostra indeformada. a) 20.000x de aumento; b) 30.000x de aumento e c) 50.000x de aumento. ....	86
Figura 4.22 - PSD para os pontos CN64 e CH38. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste das curvas. ....	88
Figura 4.23 - PSD para os pontos CN65.3 e CH38.8. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste da Curva. ....	89

Figura 4.24 - PSD para os pontos CN72 e CH42. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste da Curva. ....	90
Figura 4.25 - PSD para a amostra indeformada. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste da Curva. ....	91
Figura 4.26 - Distribuição do tamanho dos poros. a) amostras indeformada e amostras compactadas sem secagem prévia; b) amostras compactadas com secagem prévia. ....	92
Figura 4.27 - Isotermas de adsorção e dessorção de nitrogênio. a) Amostras compactadas CN72 e CH42; b) Amostras compactadas CN65.3 e CH38.8; c) Amostras compactadas CN64 e CH38 e d) Amostra indeformada. ....	93
Figura 4.28 - Distribuição do tamanho dos poros das amostras adensadas na condição indeformada e compactadas com e sem secagem prévia. ....	94
Figura 4.29 - Curvas de compressibilidade dos pontos. a) CN64 e CH38; b) CN65.3 e CH38.8; c) CN72 e CH42; d) Da amostra indeformada; e) CH38.8 com 24 e 48h de carregamento; f) CN65.3 com 24 e 48h de carregamento; g) amostra indeformada com 24 e 48h de carregamento. ....	95
Figura 4.30 - Resultados dos ensaios de cisalhamento direto na condição saturada. a) Amostra CH38.8, c) Amostra CN64; e) Amostra CN65.3; g) Amostra indeformada. ....	98
Figura 4.31 - Curvas de retenção da água para. a) Pontos CN64 e CH38 trajetória de secagem e logo molhagem; b) Ajuste realizado para a trajetória de secagem dos pontos CN64 e CH38; c) Pontos CN65.3 e CH38.8 trajetória de secagem e logo molhagem; d) Ajuste realizado para a trajetória de secagem dos pontos CN65.3 e CH38.8; e) Pontos CN72 e CH42 trajetória de secagem e logo molhagem; f) Ajuste realizado para a trajetória de secagem dos pontos CN72 e CH42.....	101
Figura 4.32 - a) Amostra indeformada trajetória de secagem, molhagem e ajuste para a trajetória de secagem; b) Ajuste realizado para a trajetória de secagem da amostra indeformada; c) Curva de retenção dos pontos CN65.3 e CH38.8 utilizando o papel filtro; d) Curva de retenção das amostras CH38.8, CN65.3 e a indeformada. ....	102
Figura 4.33- Curvas de retenção em função da saturação.....	103

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1- Posição das bandas do espectro de absorvância. (Modificada de - Yuan <i>et al.</i> , 2012).....	17
Tabela 2.2 - Deslocamento isomérico e desdobramento quadrupolar da haloisita. (Modificada de - Stevens <i>et al.</i> (2002)). .....	20
Tabela 2.3 - Propriedades e índices dos solos derivados de cinzas vulcânicas. (Atualizada e modificada de - Herrera (2005)).....	22
Tabela 2.4 – Vantagens e desvantagens das técnicas de controle e medida da sucção.....	26
Tabela 2.5 – Técnicas utilizadas para o controle da sucção. (Modificada de - Romero (2001)). .....	27
Tabela 2.6 – Técnicas para a medida da sucção. (Modificada de - Murray e Sivakumar, 2010). .....	29
Tabela 2.7 - Sugestão do tempo de equilíbrio para medição de sucção total em função do nível de sucção (Marinho, 1995).....	30
Tabela 2.8 - Especificações dos psicrômetros SMI e WP4C (Modificada e atualizada de - Cardoso <i>et al.</i> (2007)).....	33
Tabela 2.9 - Técnicas para o estudo microestrutural do solo. (Modificada de - Ferrari (2015)). .....	35
Tabela 3.1 - Descrição do perfil dos solos derivados da cinza vulcânica. (Modificada de - Lizcano e Herrera (2006)). .....	45
Tabela 3.2 - Técnicas e equipamentos utilizados para a caracterização físico-química, hidromecânica e estrutural do solo.....	48
Tabela 4.1 - Percentuais de argila, silte e areia das amostras com diferente grau de secagem.	68
Tabela 4.2 - Valores de limite de liquidez e plasticidade.....	68
Tabela 4.3 - Composição química do solo. ....	72
Tabela 4.4 - Porcentagem de perda de massa para as diferentes variações de temperatura....	75
Tabela 4.5 - Parâmetros do espectro Mossbauer obtido dos ajustes dos espectros.....	78
Tabela 4.6 - Características dos pontos de trabalho e a forma de preparação das amostras. ...	80
Tabela 4.7 - Propriedades do solo de trabalho. ....	80
Tabela 4.8 - Compostos químicos das amostras CH38 e CH42.....	82
Tabela 4.9- Compostos químicos das amostras CN64 e CN72.....	84
Tabela 4.10 - Variação do índice de vazio para as amostras estudadas no MIP. ....	87
Tabela 4.11 - Parâmetros de ajuste para as curvas de distribuição dos poros.....	88
Tabela 4.12 – Superfície específica.....	93
Tabela 4.13 - Características das amostras adensadas. ....	96
Tabela 4.14 - Índice de compressão e tensão de pré-adensamento. ....	97
Tabela 4.15 - Parâmetros de resistência das amostras compactadas e indeformadas. ....	99

Tabela 4.16 - Parâmetros de ajuste para as curvas de retenção da água. ....	100
Tabela 4.17 – Medida da contração volumétrica do solo nas diferentes condições.....	103

## LISTA DE SÍMBOLOS, NOMENCLATURA E ABREVIACÕES

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Al	Alumínio
$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Haloisita
$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	Alofana
$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	Caulinita
ASTM	American Society for Testing and Materials
BET	Brunauer Emmett e Teller
BJH	Barrett, Joyner e Halenda
CBR	Índice de Suporte Califórnia
Cc	Índice de compressão no trecho virgem
Ce	Índice de compressão no trecho de descarregamento
CH38	Compactada com secagem prévia até umidade higroscópica e umidade de 38%
CH38.8	Compactada com secagem prévia até umidade higroscópica e umidade de 38,8%
CH42	Compactada com secagem prévia até umidade higroscópica e umidade de 42%
CN64	Compactada sem secagem prévia e o solo com umidade de 64%
CN65.3	Compactada sem secagem prévia e o solo com umidade de 65,3%
CN72	Compactada sem secagem prévia e o solo com umidade de 72%
CNU	Coefficiente de não uniformidade
D	Diâmetro do poro
DRX	Difração de raios X
DTG	Derivada do TG
e	Índice de vazios
$e_m$	Índice de vazios dos microporos
$e_M$	Índice de vazios dos macroporos
$e_{\max}$	Índice de vazios máximo
$e_{\min}$	Índice de vazios mínimo
$e_{\text{nw}}$	Índice de vazios intrudido
$e_w$	Índice de água
ESEM	Microscopia eletrônica de varredura ambiental

Fe	Ferro
FRX	Fluorescência de raios X
FTIR	Espectroscopia Infravermelha
Gs	Gravidade específica
IP	Índice de Plasticidade
HK	Horvath e Kawazoe
kPa	Quilo Pascal
KCl	Cloruro de potássio
LL	Limite de liquidez
LP	Limite de Plasticidade
MH-OH	Silte de alta plasticidade
MIP	Mercury Intrusion Porosimetry (Porosimetria por Intrusão de Mercúrio)
Mw	Massa molecular da água
n	Porosidade
NBR	Norma Brasileira
nm	Nanômetros
$n_m$	Parâmetro de ajuste associados com a uniformidade do tamanho dos microporos
$n_M$	Parâmetro de ajuste associados com a uniformidade do tamanho dos macroporos
N <sub>2</sub>	Nitrogênio
O	Oxigênio
P	Pressão absoluta aplicada
pH	Potencial hidrogeniônico
Po	Pressão de vapor de saturação do gás
PEG	Polietileno glicol
PSD	Pore size distribution (Densidade do tamanho de poros)
pZ	Potencial Zeta
R	Constante do gás
RH	Umidade relativa
R <sup>2</sup>	Regressão
s	Sucção

SEM	Microscopia eletrônica de varredura
Si	Silício
SMI	Psicrômetro
SiO <sub>2</sub>	Cristobalita
SiO <sub>4</sub>	Silicato
SiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.5H <sub>2</sub> O	Imogolita
Sr	Saturação
SUCS	Sistema Unificado de Classificação de Solos
SW	Areia bem graduada
T	Temperatura absoluta
TG	Análise Termogravimétrica
TEM	Microscopia eletrônica de transmissão
$u_a - u_w$	Sucção
$u_v / u_{v0}$	Umidade relativa
VEA	Valor de entrada de ar na curva de retenção de água do solo
w	Umidade do solo
WP4C	Dewpoint Potential Meter
$w_{res}$	Umidade residual
Zr	Zircônio
Å	Amstrong
$\alpha$	Ângulo de contato da interface fluido-ar para o sólido
$\alpha_m$	Parâmetro de ajuste relacionado com tamanho de poro dominante na micro
$\alpha_M$	Parâmetro de ajuste relacionado com tamanho de poro dominante na macro
$\beta$	Ângulo de contato
$\gamma_s$	Peso específico dos sólidos
$\gamma_d$	Peso específico seco
$\gamma_{hg}$	Tensão superficial do mercúrio
$\theta_s$	Teor de umidade volumétrico saturada
$\theta_r$	Teor de umidade volumétrico residual
$\lambda_s$	Razão de variação da umidade com a sucção
$\lambda_w$	Tensão superficial da água

$\phi_{hg}$	Ângulo de contato entre o mercúrio e a amostra
$\phi_w$	Ângulo de contato entre a água e a amostra
$\Psi$	Sucção total
$\rho_w$	Densidade da água
$\mu m$	Micrômetro
$\Delta e$	Varição do índice de vazio
$\tau$	Tensão de cisalhamento
$\sigma$	Tensão normal
$\sigma'_{pa}$	Tensão de pré-adensamento

## 1 - INTRODUÇÃO

Os solos derivados de cinzas vulcânicas representam 0.84% dos solos a nível mundial (Leamy, 1984). Estes são de origem sedimentar, vulcânico, apresentam uma alta porosidade (Wesley, 1973; García, 2003), elevada capacidade de retenção de água e alta quantidade de matéria orgânica (Nanzyo *et al.*, 1989a; Broquen *et al.*, 1995; Colombo *et al.*, 2014).

Na Colômbia este tipo de solos representam 11,6% do total de solos do país (Forero-Dueñas *et al.*, 1999). As pesquisas realizadas por Arango (1993) e IGAC (1996) mostraram a origem e localização dos mesmos. Segundo Lizcano *et al.* (2006), este tipo de solos se encontram em regiões de elevado crescimento demográfico e econômico do país. Forero-Dueñas *et al.* (1999) identificaram que, os minerais predominantes nos solos de origem vulcânica da Colômbia são haloisita e alofana.

Terlien (1997) realizou um estudo sobre a ruptura dos taludes com inclinações elevadas e mostrou que, para grandes regimes de chuva os taludes naturais neste tipo de solos tornam-se instáveis, o que demonstra que o aumento da saturação pode levar a mudanças no comportamento mecânico do mesmo. Este fato foi comprovado também por Betancur *et al.* (2013), mostrando que o grau de saturação proporciona uma variação na coesão do solo. Herrera (2005) e Lizcano *et al.* (2006) estudaram o comportamento mecânico e hidráulico do solo em estado natural, concluindo que é necessário reanalisar as técnicas de caracterização para otimizar o desempenho destes solos em aplicações de engenharia.

Outro ponto relevante observado é que a pré-secagem do solo de origem vulcânica pode mudar a mineralogia, gerando uma grande variabilidade nas suas propriedades física especificamente nos limites de Atterberg e na granulometria (Wesley, 1973; Arango, 1993). Para os solos na condição natural a mudança mineralógica gera comportamentos mecânicos e hidráulicos diferentes (Wesley, 1973, 2009; Herrera, 2005; Lizcano *et al.*, 2006; Betancur *et al.*, 2013; Ferrari *et al.*, 2013)

Por outro lado, observa-se que existe uma grande variabilidade nas propriedades físicas deste tipo de solos e no comportamento hidromecânico do mesmo, dependendo das variações de umidade. Além disso, percebe-se que os resultados dos estudos nos solos de origem vulcânica não foram realizados para o solo em estado compactado sendo este o estado do solo comumente utilizado em pavimentos, taludes, aterros e fundações.

## 1.1 - IDENTIFICAÇÃO DO PROBLEMA

Como explicar a variabilidade do comportamento hidromecânico e estrutural de solos derivados de origem vulcânica com a secagem do solo?

## 1.2 - JUSTIFICATIVA

A grande variabilidade das propriedades físicas do solo derivado de cinzas vulcânicas e as mudanças no comportamento hidromecânico e estrutural do mesmo produto das variações de umidade e do grau de compactação, causa inúmeros problemas quando este tipo de solo é utilizado como material de construção de aterros, camadas de pavimentos, dentre outras. Entre os problemas mais comuns se encontra: instabilidade de taludes (Bommer *et al.*, 2002), erosões (Cerdeira *et al.*, 1996; Bommer *et al.*, 2002), dificuldade no processo de compactação pelos métodos tradicionais (Wesley, 2009; Almazán, 2013), etc.

A mudança mineralógica do material é uma das principais variáveis que poderia estar relacionada com os problemas anteriores. Deste modo, surge a necessidade de estudar como as alterações mineralógicas poderiam ocasionar mudanças no comportamento físico, hidromecânico e estrutural dos solos derivados de cinza vulcânica.

## 1.3 - HIPÓTESE

O estudo de aspectos microscópicos de solos derivados de cinzas vulcânicas, no estado natural e compactado, permitirá uma melhor compreensão do seu comportamento e posteriormente melhor utilização destes solos na construção de camadas de pavimentos, terraplanagens e aterros, uma vez que seu comportamento é fortemente influenciado pela mineralogia e microestrutura.

## 1.4 - OBJETIVOS

O objetivo geral desta pesquisa é avaliar a influência de aspectos microestruturais de um solo derivado de cinzas vulcânicas no comportamento hidromecânico.

Como **objetivos específicos** têm-se:

- Avaliar como as variações dos teores de umidades influenciam nas propriedades físicas do solo;

- Analisar a mudança da mineralogia com a variação dos teores de umidades e a condição do solo (amostra indeformada e compactada);
- Estudar o comportamento mecânico saturado para amostra indeformada e compactada com diferentes formas de preparação das amostras;
- Realizar a caracterização hidráulica de amostras indeformadas e compactada por meio de curvas de retenção da água;
- Avaliar o comportamento estrutural do solo para amostras indeformadas, compactadas e adensadas, combinando várias técnicas de caracterização.

## **1.5 - METODOLOGIA DA PESQUISA**

Para alcançar o objetivo geral e os objetivos específicos propostos na pesquisa foram definidas quatro etapas de trabalho:

- Na primeira etapa de trabalho se realiza uma recopilación de informação, revisão bibliográfica e coleta de dados da região de estudo.
- A segunda etapa começa pela coleta de amostras indeformadas e deformadas e continua com o planejamento do trabalho experimental que compreende a realização de ensaios de laboratório para caracterizar físico-química, hidromecânica e estruturalmente o solo.
- Na terceira etapa se realiza a análise e interpretação dos resultados obtidos.
- A última etapa são as conclusões e redação da tese.

## **1.6 - ESTRUTURA DO TRABALHO**

A pesquisa estará composta por cinco capítulos.

### Capítulo 1- Introdução

Apresenta-se uma breve descrição dos solos de origem vulcânica, justificativa e objetivos propostos para o desenvolvimento da pesquisa.

### Capítulo 2- Revisão bibliográfica

Apresenta uma revisão bibliográfica dos principais temas abordados na pesquisa. A revisão inclui uma breve panorâmica da localização das cinzas vulcânicas a nível mundial, a descrição das técnicas mais utilizadas para a caracterização mineralógica e para a avaliação do

comportamento hidromecânico e estrutural deste tipo de solos e os principais resultados obtidos nas pesquisas científicas.

### Capítulo 3- Materiais e métodos

Neste Capítulo apresenta-se uma descrição da cinza vulcânica da região de Popayán, na Colômbia e a metodologia empregada para o trabalho experimental. São descritos os métodos utilizados para a caracterização físico-química, mineralógica e para a avaliação do comportamento hidromecânico e estrutural do solo.

### Capítulo 4- Análise e apresentação dos resultados

Este Capítulo apresenta os resultados da caracterização físico-química e mineralógica do solo e da avaliação do comportamento hidromecânico e estrutural do solo indeformado e compactado com diferentes formas de preparação das amostras (com e sem secagem prévia). São discutidos os resultados de cada ensaio e a influência da mineralogia do solo no comportamento do mesmo.

### Capítulo 5- Conclusões

São apresentadas as principais conclusões das avaliações e análises realizadas, além de sugestões para pesquisas futuras.

## **2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

Neste Capítulo se apresenta a situação geral das principais cinzas vulcânicas, a sua formação, origem, e mineralogia, além de serem apresentadas algumas técnicas de caracterização hidromecânica e estrutural do solo.

### **2.1 - LOCALIZAÇÃO DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS**

Os solos derivados de cinzas vulcânicas cobrem aproximadamente 124 milhões de hectares, o que representa 0,84% dos solos a nível global (Leamy, 1984). Segundo Soil Survey Staff (1998) estes solos se encontram em áreas com vulcões ativos ou recentemente inativos, e aproximadamente 60% desses solos estão localizados em regiões com clima tropical e de alto crescimento demográfico (Shoji e Nanzyo, 1993).

As principais regiões onde são distribuídos os solos de origem vulcânica por continentes são resumidas em (Leamy, 1984):

1. Na Europa: Itália, Sicília, Sardenha, França (Massif - Central).
2. Na África e no Oceano Índico: Quênia, Ruanda, Tanzânia, Etiópia, Camarões, Madagáscar, Reunião, Ilhas Canárias, Uganda, Sudão, Zaire.
3. Na América: Alaska, British Columbia, Washington, Oregon, Califórnia, México, Costa Rica, Panamá, Honduras, Guatemala, Salvador, Nicarágua, West Indies, Equador, Colômbia, Peru, Chile, Argentina, Bolívia.
4. Na Ásia e no Pacífico: Hawaii, Ilhas Aleutas, Kamchatka, Japão, Coréia, Micronésia, Filipinas, Indonésia, Papua Nova Guiné, Ilhas Salomão, Vanuatu, Fiji, Samoa, Tonga, Nova Zelândia.

Em países como o Japão, as cinzas cobrem 18% dos solos do território, e ocupam 27% dos solos dedicados à agricultura (Tadashi e SHoji, 2002). Na Costa Rica estes solos ocupam 14%. (Mata R. *et al.*, 2012). No Chile representam mais do 50% do solo dedicado à agricultura (Peralta, 1979).

Na Colômbia os solos de origem vulcânica representam 11,6% dos solos do país, distribuídos de forma aleatória, sem apresentar um padrão bem definido. Localizados em regiões de

elevado crescimento demográfico e econômico, nos estados de Antioquia, Caldas, Risaralda e Quindío, Tolima, Cauca e Nariño (Lizcano *et al.*, 2006).

Pesquisas realizadas por Wesley (1973, 2009, 2014) em solos da Nova Zelândia, identificaram que com a pré-secagem das amostras a granulometria, limite de liquidez e plasticidade mudam.

As investigações feitas na Itália por Colombo *et al.* (2014) e De Vita *et al.* (2012) estudaram a influência da mineralogia, permeabilidade, e analisaram o comportamento hidráulico do solo quando submetido a fortes chuvas.

Como foi observado anteriormente existem vários países com solos de origem vulcânica e vários pesquisadores comentam que a origem e formação deste tipo de solos é produto de diferentes mecanismos. A seguir se realiza uma breve revisão sobre estes aspectos.

## **2.2 - ORIGEM E FORMAÇÃO DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS**

As cinzas vulcânicas surgem a partir da fragmentação do magma solidificado e de materiais das paredes do cráter de erupções antigas. Existem vários mecanismos que levam à produção das cinzas vulcânicas (Wohletz e Krinsley, 1982; Büttner *et al.*, 1999):

1. Ruptura do magma solidificado devido à vesiculação: esta ruptura ocorre devido à bolhas de ar presentes no magma que se expandem, explodem e fraturam o magma.
2. Fragmentação do magma solidificado devido aos esforços térmicos e acústicos elevados: se produz quando o magma interage com a água.
3. Pulverização da lava existente nas paredes da chaminé do vulcão durante a erupção.

Segundo Wohletz e Krinsley (1982) a morfologia e a textura das cinzas vulcânicas variam desde a sua formação até a sua deposição devido aos efeitos do transporte. Algumas das causas desta mudança são a forma e a superfície que podem afetar a velocidade, e a distância de deposição.

Esta deposição é controlada pelas propriedades físico-químicas dos elementos que formam a nuvem de piroclásticos. Por outro lado, os fluidos da erupção do vulcão, e a movimentação da

nuvem, tem papel fundamental nas propriedades superficiais das cinzas, e conseqüentemente nas propriedades dos sedimentos que formam (Büttner *et al.*, 1999).

A cinza vulcânica é convencionalmente classificada de acordo com sua composição, baseada particularmente na quantidade de sílica. Com a diminuição da quantidade de sílica as cinzas são classificadas em riolíticas, dacíticas, andesíticas, basalto-andesítico (Shoji e Nanzyo, 1993). A maior parte das cinzas que levaram à formação dos solos na Colômbia é do tipo andesítica, ricas em feldspato plagioclásio, vidro vulcânico, anfíbolios, piroxênio e pobres em quartzo (Arango, 1993).

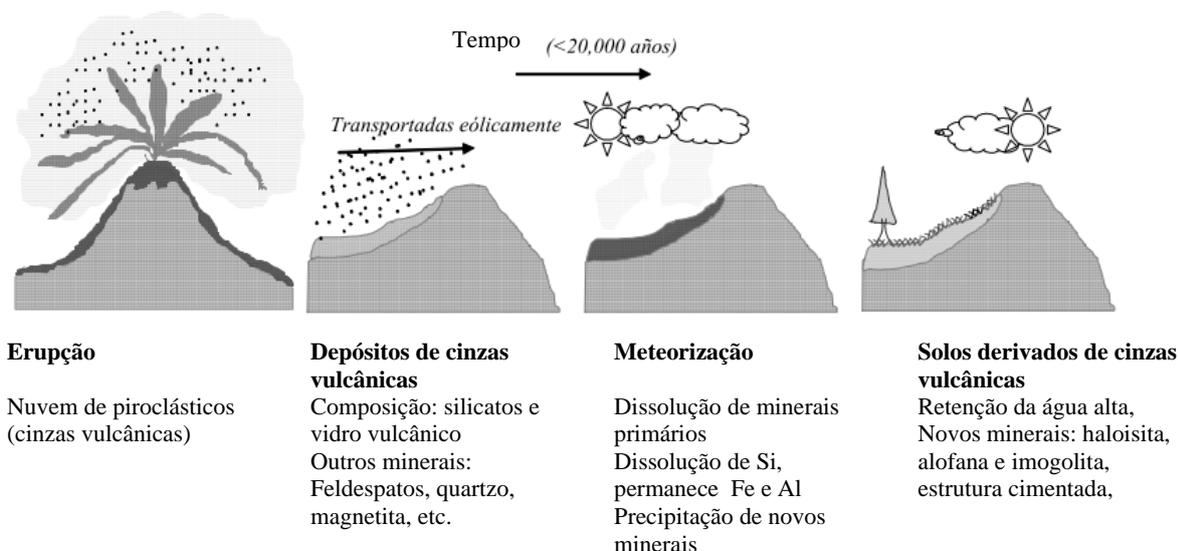
### **2.2.1 - Formação dos solos derivados de cinzas vulcânicas**

Solos residuais derivados das cinzas vulcânicas se desenvolvem a partir de processos de alteração física e química dos depósitos de cinzas vulcânicas (dissolução, lixiviação e precipitação de compostos). Estes processos alteram os minerais, a forma e o tamanho das partículas, além de terem forte influência sobre a estrutura e a porosidade. Além disso, estes processos têm muita influência nas características físicas e no comportamento hidromecânico do solo (Lizcano *et al.*, 2006).

Segundo Lizcano *et al.* (2006) a formação dos solos derivados de cinzas vulcânicas inclui processos químicos que são chaves para transformar as cinzas vulcânicas em depósitos de solos. Os fatores que mais afetam a estrutura mineralógica são o tempo e o clima. O clima atua na meteorização das cinzas e o tempo afeta a distribuição dos tamanhos das partículas.

Nos comentários da Figura 2.1 pode-se observar que na medida que progride a alteração química, o Si, Ca e Na são dissolvidos e o Al permanece na composição dos novos minerais (Nanzyo, 2002). Nas regiões áridas o Si e os cátions base são dissolvidos e os componentes menos solúveis como o Al não são alterados, e nas regiões úmidas os elementos químicos são dissolvidos e o Si, os cátions bases e o Al são progressivamente reduzidos (Ziegler *et al.*, 2003). Neste último caso a formação da gibbsita e aluminossilicatos diminuem pela presença de matéria orgânica que tende absorver o Al (Shoji *et al.*, 1993).

Estes solos têm uma estrutura cimentada muito porosa, elevada capacidade de retenção de água e alta quantidade de matéria orgânica (Nanzyo *et al.*, 1989; Broquen *et al.*, 1995; Colombo *et al.*, 2014), sendo formado por agregações aleatoriamente distribuídas, com tamanho de silte e minerais da fração argila.



**Figura 2.1-** Transformação da cinza vulcânica em depósito de solo. (Modificada de - Lizcano *et al.* (2006)).

### 2.3 - MINERALOGIA DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS

Estudos sobre a formação das cinzas vulcânicas e os depósitos vulcânicos que visam caracterizar a mineralogia destes solos tem sido extensivamente realizados em todo o mundo. A alta variabilidade espacial é uma consequência dos padrões dispersos, do regime de deposição das cinzas e dos processos de meteorização. A distância entre os vulcões e o grau de meteorização são fatores que determinam a ampla variação de minerais, textura, morfologia e espessura que caracterizam estes solos (Nagasawa, 1978; Sudo e Shimoda, 1978; Dixon, 1989; Wada, 1989) apud por Herrera (2005).

A composição mineralógica dos solos derivados de cinzas vulcânicas está caracterizada pela presença de minerais de argila desenvolvidos a partir da meteorização do vidro vulcânico e outros minerais primários como feldspatos, anfibólio e piroxênio. Os minerais resultantes se separam em dois grupos: o primeiro que inclui a alofana, imogolita, haloisita e ferridrita e o segundo grupo inclui os complexos de Al/Fe e sílica opalina. Estes grupos se diferenciam pelas condições de acidez e matéria orgânica: o primeiro grupo se forma em ambientes com baixas quantidades de matéria orgânica e pH entre 5 e 7; o segundo grupo se forma em ambientes ácidos (pH<5) e ricos em matéria orgânica (Ugolini e Dahlgren, 2004).

Em uma sequência típica de meteorização o vidro vulcânico se transforma em alofana, haloisita, metahaloisita, caulinita e montmorillonita. Esta sequência é um indicador do predomínio de alofana em solos novos e de haloisita em solos antigos. A presença de montmorillonita e caulinita é quase nula em solos de cinzas vulcânicas mais novos, porque

eles comumente surgem na última fase de meteorização e geralmente se localizam em estratos profundos (Murray *et al.*, 1977; Fisher, 1984).

### **2.3.1 - Haloisita**

A haloisita, com composição química  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  é um dos minerais presentes nos solos derivados de cinzas vulcânicas, a morfologia varia dependendo do processo de formação e do ambiente de origem (Nagasawa, 1978) e sua presença tem sido reportada em zonas profundas de saprolitos, meteorização de rochas graníticas, feldspatos e biotita como minerais parentais (Mitchell, 1993).

#### **2.3.1.1 - Origem**

Segundo Bates *et al.* (1959) a formação da haloisita ocorre a partir da meteorização das cinzas vulcânicas e a transição de caulinita (composição química -  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) para haloisita ( $4\text{H}_2\text{O}$ ) é a primeira parte que conduz à formação de metahaloisita ( $2\text{H}_2\text{O}$ ) e alofana (composição química  $\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) com o aumento da hidratação.

Pesquisadores como Nagasawa (1978); Arango, (1993) e Shoji *et al.* (1993) dentre outros, afirmam que a meteorização do vidro vulcânico conduz primeiramente à formação da alofana e posteriormente se formam a haloisita e a caulinita.

O tempo de meteorização necessário para a formação da haloisita depende da composição das cinzas vulcânicas. Segundo McIntosh (1979) e Hay (1960) apud por Herrera (2005) este tempo pode ser de 2.500 a 4.000 anos, Bleeker e Parfitt (1975) afirmam que, para regiões úmidas com clima tropical este período pode variar de 300 a 2.000 anos e para a transição de alofana metaestável para haloisita estável em condições úmidas o tempo deve ser maior do que um milhão de anos (Torn *et al.*, 1997; Chadwick e Chorover, 2001). Em ambientes áridos o tempo seria muito menor, e a formação da haloisita ocorre por molhagem e secagem que desidratam e desestabilizam à alofana (Chadwick *et al.*, 2003).

Segundo Tari *et al.* (1999) a transformação de caulinita em haloisita ocorre devido a processos hidrotérmicos levando a um aumento da hidratação e diminuição da relação atômica Al/Si. A substituição de Si por Al na camada tetraédrica produz um desequilíbrio da carga elétrica e alteração nas propriedades superficiais.

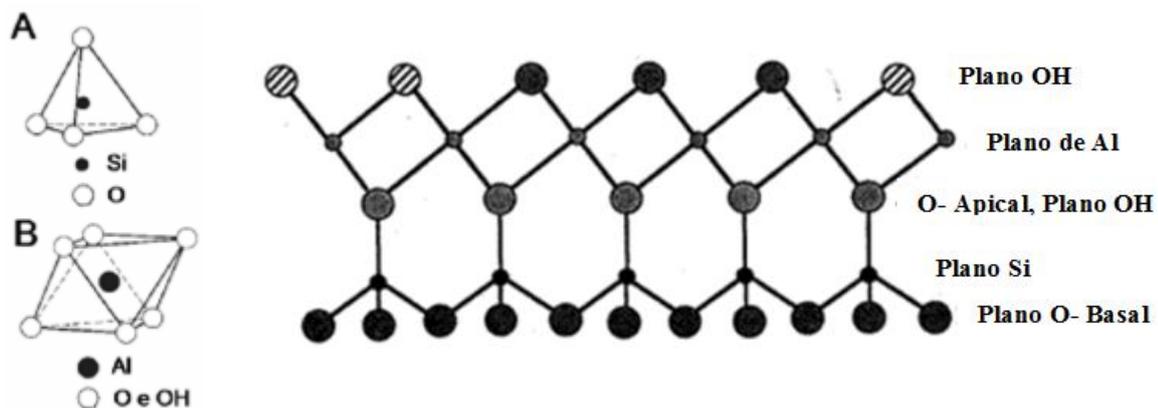
A transformação de caulinita em haloisita ocorre em três etapas: na primeira etapa ocorre uma hidratação e a esfoliação das camadas da caulinita; na segunda etapa, ocorre a expansão do espaço intercamadas devido ao enfraquecimento das ligações de hidrogênio e na última etapa, ocorre a substituição dos íons de Si por íons de Al que produz a deformação na camada levando à morfologia tubular que a haloisita apresenta.

### 2.3.1.2 - Estrutura mineralógica

A estrutura mineralógica da haloisita é composta por uma camada tetraédrica de íons Si e outra camada octaédrica de cátions (Figura 2.2), de maneira semelhante à caulinita, mas difere desta última por apresentar uma camada interior de moléculas de água (Velde, 1992; Shoji S., Nanzyo M., 1993). Em alguns casos apresenta também altas quantidades de  $Fe_2O_3$  em posição octaédrica, variando entre 0,5% e 12,8% (Bailey, 1990).

A presença ou inexistência da camada de água define a forma hidratada ou desidratada da haloisita. A haloisita hidratada possui espaço interplanar basal de 10,1 Å e a haloisita desidratada tem espaçamento interplanar basal de 7,2 Å (Grim, 1968).

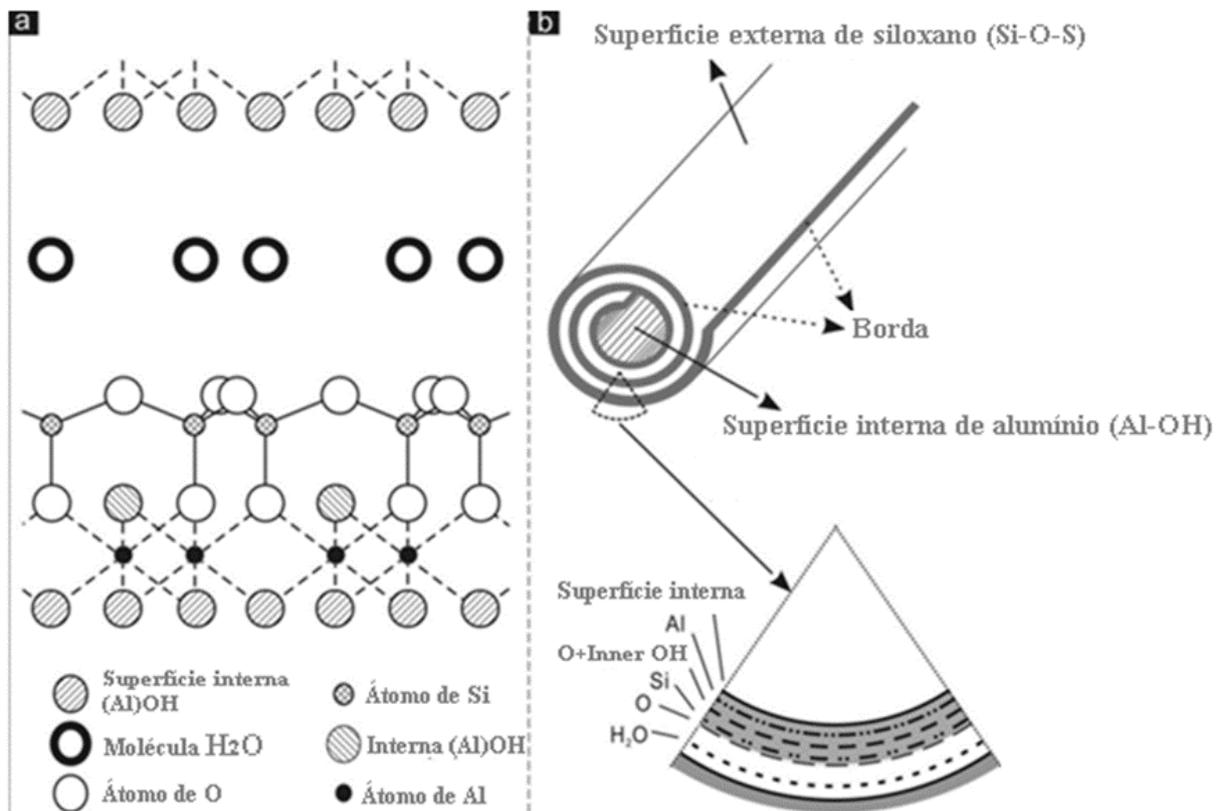
A alteração de metahaloisita para haloisita desidratada vai depender do grau de hidratação da estrutura 1:1 e a morfologia varia de acordo com o grau de meteorização.



**Figura 2.2** - a) Folha de tetraedros; b) Folha de octaedro (Teixeira-Neto e Teixeira-Neto, 2009); c) Diagrama de planos da estrutural mineral da haloisita. (Modificada de - Singh, 1996).

A haloisita tubular tem uma superestrutura meso/macrocópica pouco comum, o que resulta do envolvimento das camadas de argila sobre si mesmas para formar cilindros ocos sobre condições geológicas favoráveis. Este processo de embalagem é impulsionado por uma incompatibilidade na periodicidade entre os oxigênios que compartilham a folha de tetraedros  $SiO_4$  e a folha octaédrica  $AlO_6$  adjacentes na camada 1:1 (Bates *et al.*, 1959).

Segundo Yuan *et al.* (2008) cada superfície externa dos nanotubos de haloisita está composto por grupos siloxano (Si-O-Si) enquanto, a superfície interna está composta por gibbsita e grupos aluminol (Al-OH). A representação desta estrutura cristalina se mostra na Figura 2.3.

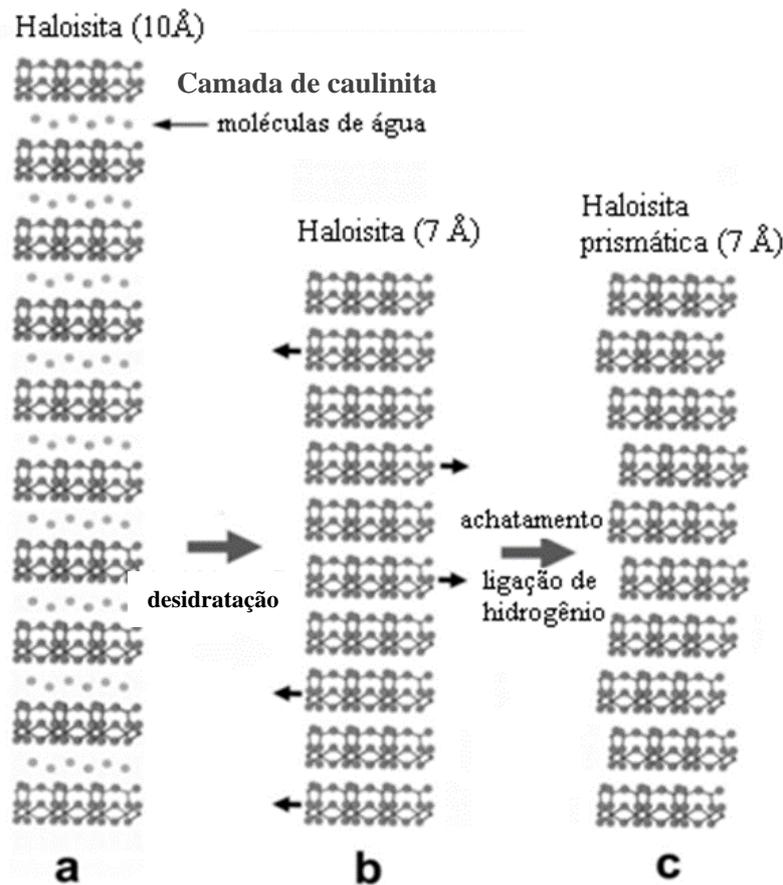


**Figura 2.3** - Diagramas esquemáticos de: a) Estrutura cristalina da haloisita- (10Å) e b) Estrutura de um nanotubo da haloisita. (Modificada de - Yuan *et al.* (2008)).

Kogure *et al.* (2013) relatam que, a haloisita inicialmente tem uma natureza hidratada (Å), sem ligações de hidrogênio entre a camada de oxigênio basal e a hidroxila. Embora não se tenha nenhuma evidência, suspeita-se que, a camada dioctaédrica 1:1 pode dobrar mais facilmente ao longo da direção lateral para relaxar o desajuste entre a camada tetraédrica e octaédrica (Figura 2.4a). Em seguida, as moléculas de água são removidas da camada intermédia para formar haloisita desidratada (7Å) (Figura 2.4b). Nesta fase, as camadas não são planas, passam a ser cilíndricas e não se conhece a posição específica delas, mas, existe um empilhamento da haloisita em forma cilíndrica.

Durante o amadurecimento é muito provável que a longo prazo a haloisita cilíndrica mude para a forma prismática. Durante a deformação, cada camada se movimenta em relação à camada adjacente por  $\pm b/3$  ou  $\pm b/6$  ao longo do eixo do tubo (setas pretas na Figura 2.4c),

para formar uma configuração de intercamada com a ligação de hidrogênio como na caulinita. Neste momento para minimizar a deformação externa da haloisita os deslocamentos devem ser pequenos. Além disso, realizam-se frequentes trocas ao longo do empilhamento, como pode ser visto nas setas da Figura 2.4c.



**Figura 2.4** - Desenho esquemático do percurso de amadurecimento de haloisita. (Modificada de - Kogure *et al.* (2013)).

### 2.3.1.3 - Morfologia

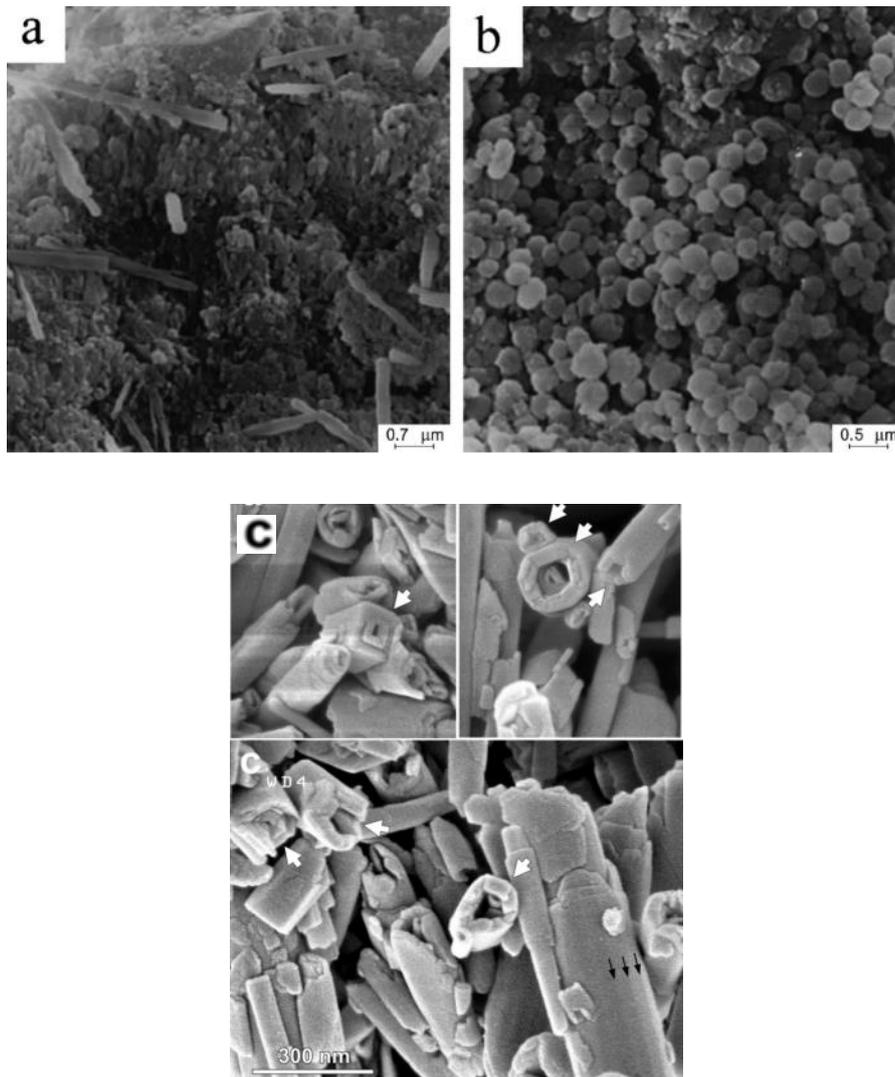
Kirkman (1981) sugere que a haloisita em forma de esfera pode surgir da alteração da alofana e do vidro vulcânico e a forma tubular se desenvolve dos feldspatos e das rochas graníticas.

Os estudos realizados por Adamo *et al.* (2001) nos solos de origem vulcânica apresentam haloisita com morfologia esférica e tubular (Figura 2.5 a e b) e estabelecem que não há grande diferença mineralógica e química entre estas duas morfologias. A haloisita em forma de esfera tem maior quantidade de Al e Fe que a haloisita tubular e é muito provável que as

diferenças encontradas sejam resultado das condições de meteorização do solo e não da natureza do material.

Estudos realizados por Shoji S. e Nanzyo M. (1993) reportam a existência de morfologias lamelares e rugosas.

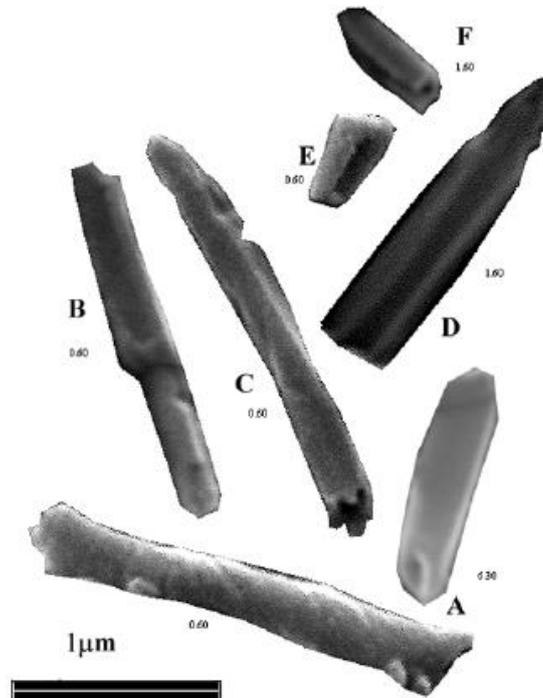
Pesquisas realizadas por Kogure *et al.* (2013) falam da existência de outro tipo de haloisita que teria forma de prisma. Estes resultados foram baseados na análise da microscopia eletrônica de varredura e transmissão (ver Figura 2.5c).



**Figura 2.5** - Morfologia da haloisita. a) haloisita com forma tubular (Adamo *et al.*, 2001); b) haloisita com forma esférica (Adamo *et al.*, 2001); c) haloisita em forma de prisma (Kogure *et al.*, 2013).

Pesquisas realizadas por De Oliveira *et al.* (2007) observaram as mudanças na morfologia da haloisita (Figura 2.6) e estabelecem que existem diferenças dentro da própria forma tubular da

haloisita. Relatam ainda que podem existir tubos com faces planas e orifícios cilíndricos, tubos com faces planas e orifícios com paredes planas desenroladas e tubos em forma de placa. Todas as morfologias ocorrem ao longo do perfil de intemperismo e as maiores diferenças foram encontradas nas amostras próximas da superfície. Afirmam também que não existe uma correlação linear entre a forma da haloisita e a profundidade.



**Figura 2.6** - Mudanças morfológicas nas partículas de haloisita (De Oliveira *et al.*, 2007): haloisita tubular (A), tubos com faces planas com orifícios internos em forma cilíndrica (B), tubos com as faces planas internas e externas (C), tubos desenrolados (D, E, F).

O diâmetro das partículas esféricas da haloisita varia entre 0,04 e 1  $\mu\text{m}$  (Quantin *et al.*, 1988; Lowe, 1986; Wada, 1987; Wada K., 1990). Para o caso da haloisita com morfologia tubular os diâmetros podem variar entre 0,1 e 1  $\mu\text{m}$  (Singh, 1996) ou 0,04 e 0,2  $\mu\text{m}$ , com uma espessura de 20 nm (Yong e Warkentin, 1975).

### 2.3.2 - Outros minerais presentes nos solos de origem vulcânica

Estudos mineralógicos realizados nos solos derivados das cinzas vulcânicas mostram que, além da haloisita ou alofana existem outros minerais.

Para solos alofânicos os principais minerais são: imogolita ( $\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$ ), caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) e apresenta minerais primários como cristobalita ( $\text{SiO}_2$ ) e plagioclase ( $\text{SiO}_4$ ). (Parfitt e Furkert, 1980; Mackenzie *et al.*, 1991; Ilieva *et al.*, 2007)

Os solos haloisíticos tem uma variação mineralógica respeito aos solos alofânicos, existem minerais com grande influência neste tipo de solos como a gibbsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), cristobalita ( $\text{SiO}_2$ ) e caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) (Adamo *et al.*, 2001; Herrera, 2005; Lizcano *et al.*, 2006; Kogure *et al.*, 2013; Falcón *et al.*, 2015).

### **2.3.3 - Técnicas utilizadas para a identificação mineralógica nos solos**

A técnica de Difração de Raios X (DRX) é a mais utilizada mundialmente para realizar a identificação mineralógica dos solos. Não entanto, devido à complexidade mineralógica de alguns tipos de solos, é necessário a utilização de outras técnicas a modo completar do DRX. Com este objetivo, vários pesquisadores das áreas de geologia, agronomia e geotecnia vêm utilizando as técnicas de Espectroscopia Infravermelha (FTIR), Análise Termogravimétrica (TG), Espectroscopia Mossbauer e Microscopia Eletrônica de Varredura ou Transmissão (MEV, TEM).

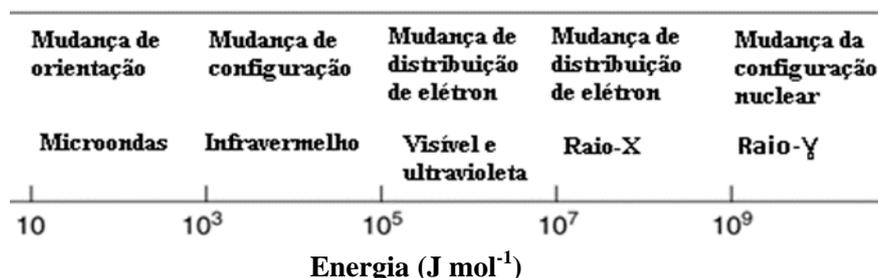
Para os solos derivados das cinzas vulcânicas, o estudo mineralógico é bem mais complexo e a técnica do DRX não é suficiente porque o pico da haloisita desaparece com a pré-secagem da amostra, daí que muitos pesquisadores (Adamo *et al.*, 2001; Joussein *et al.*, 2005; Espinoza e Meléndez, 2012; Falcón *et al.*, 2015) tem combinado várias técnicas para a melhor compreensão da estrutura mineralógica, a susceptibilidade ao processo de secagem e o comportamento mecânico e estrutural.

#### **2.3.3.1 - Espectroscopia Infravermelha (FTIR)**

É uma técnica utilizada desde os anos 1940, em que o espectro trabalha em faixas de energia muito baixas (Figura 2.7). É baseada nas vibrações de moléculas e átomos, e os espectros infravermelhos são obtidos passando a radiação infravermelha (entre dois feixes) através de uma amostra, que determina que fração da radiação incidente é absorvida e a que energia é feito. A interferência da radiação origina um interferograma, que produz um sinal que gera mudança do comprimento da trajetória entre os dois feixes (Griffiths, P. R. e de Haseth, J. A.1986) apud por Stuart, (2004).

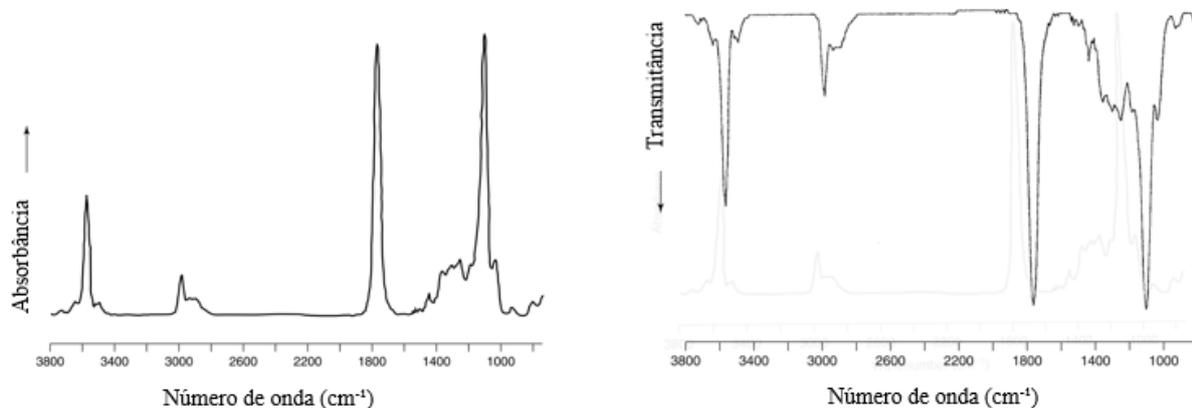
A radiação que emerge da fonte passa através do interferômetro para a amostra antes de atingir um detector. Após a amplificação do sinal, as contribuições de alta frequência são eliminadas por um filtro e os dados são convertidos a formato digital por um conversor

análogo-digital. A energia na qual qualquer pico no espectro de absorção aparece, corresponde à frequência de vibração de parte de uma molécula da amostra (Stuart, 2004).



**Figura 2.7** - Região do espectro eletromagnético (Modificada de - Stuart (2004)).

O espectro infravermelho (Figura 2.8) pode ser dividido em três regiões principais: o infravermelho distante (<400cm<sup>-1</sup>), o infravermelho médio (4.000- 400 cm<sup>-1</sup>) e o infravermelho próximo (13.000- 4.000cm<sup>-1</sup>). Muitas aplicações infravermelhas empregam a região do infravermelho médio, mas as regiões curta e longa dos infravermelhos também fornecem informações importantes sobre determinados materiais. A escala das ordenadas pode ser apresentada em percentagem de transmitância ou absorbância, as quais definem a intensidade da banda.



**Figura 2.8** - Espectro de absorbância e de transmitância do ácido láctico. (Modificada de - Stuart (2004)).

A Espectroscopia Infravermelha tem sido frequentemente utilizada para investigar as propriedades estruturais dos minerais de argila usando um disco de KBr (Parfitt e Furkert, 1980; Lindner *et al.*, 1998; Gafurl *et al.*, 2004; Joussein *et al.*, 2005; Ilieva *et al.*, 2007; Acevedo-Sandoval *et al.*, 2008; Yuan *et al.*, 2008; Espinoza e Meléndez, 2012).

O espectro obtido para os minerais de argila se diferencia do resto dos minerais pelas bandas de vibração dos grupos O-H e Si-O. Na região entre 3.800-3.400 cm<sup>-1</sup> se observa certo

número de bandas que correspondem com ligações O-H. Os grupos hidroxilo no interior das folhas tetraédricas e octaédricas resultam em uma banda perto de  $3.620\text{ cm}^{-1}$ . Os outros três grupos O-H na forma de superfície octaédrica tem pontes de hidrogênio fracas com os átomos de oxigênio das ligações Si-O-Si na camada seguinte, resultando em bandas de vibração entre  $3.669$  e  $3.653\text{ cm}^{-1}$ . Na região de  $1.300- 400\text{ cm}^{-1}$ , minerais de argila mostram nas ligações Si-O certo alongamento e uma curvatura nas ligações O-H (Figura 2.4). A forma e a posição das bandas dependem muito do arranjo entre as camadas (Stuart, 2004).

Parfitt e Furkert (1980) estudaram dois tipos de haloisita, identificando no espectro bandas de transmitância em  $1.020$  to  $1.040\text{ cm}^{-1}$ . As bandas em  $840$ ,  $940$ , e  $950\text{ cm}^{-1}$  são atribuídas a ligações Al-OH, Si-OH e na região de  $1.300- 4.000\text{ cm}^{-1}$  representam as bandas do grupo estrutural OH.

Adamo *et al.* (2001) realizaram uma análise química da haloisita localizada em Roccamonfina ao Sul da Itália, e afirmam que, este tipo de solo apresenta bandas de absorção em  $1.400\text{ cm}^{-1}$  que corresponde com pequenas quantidades de amônio, e em  $348\text{ cm}^{-1}$ , aparecem as bandas fundamentais das alofanas e as imogolitas (Shoji S. e Nanzyo M., 1993).

Acevedo-Sandoval *et al.* (2008) avaliaram propriedades químicas do solo de Hidalgo em México, e encontraram bandas de absorção no espectro de FTIR entre  $2.800$  e  $3.800\text{cm}^{-1}$  devido a ligações OH. As bandas bem definidas em  $796$ ,  $693$ ,  $540$  e  $471\text{ cm}^{-1}$  pertencem aos grupos Si-O-Al, indicando a presença de filiosilicatos (haloisita, caulinita e nacrite). As bandas em  $1.035\text{cm}^{-1}$ , atribuem-se as diferenças no grau de ligação entre a alumina e sílica na alofana.

Yuan *et al.* (2012) estudou as mudanças na estrutura, a morfologia, porosidade, e a atividade superficial dos nanotubos de haloisita submetidas a diferentes temperaturas de aquecimento e encontrou diferentes valores de bandas no espectro de absorbância correspondentes a ligações existentes nos solos com haloisita. A Tabela 2.1 mostra o posição no espectro das diferentes ligações encontradas.

**Tabela 2.1-** Posição das bandas do espectro de absorbância. (Modificada de - Yuan *et al.*, 2012).

Posição ( $\text{cm}^{-1}$ )	Atribuições
3745	O-H alongamento de silanóis na sílica amorfa
3700	O-H alongamento da superfície interna dos grupos hidroxilo <sup>a</sup>
3673	O-H alongamento da superfície interna dos grupos hidroxilo <sup>b</sup>
3663	O-H alongamento do alumínio em alumina
3626	O-H alongamento interno dos grupos hidroxilo
3250	O-H alongamento da água

2933	CH <sub>2</sub> alongamento
1102	Alongamento perpendicular de Si-O
1028-1096	Alongamento no plano Si-O
912	Al-O-H deformação interna dos grupos hidroxilo
906	Al-O Vibração associada com os quatro Al coordenados
816	Al-O Vibração associada com os seis Al coordenados
756	Alongamento perpendicular de Si-O
738	Al-O Vibração associada com os quatro Al coordenados
690	Alongamento perpendicular de Si-O
672	Al-O Vibração associada com os cinco Al coordenados
556/560	Al-O alongamento e vibração associada com os seis Al coordenados
546	Deformação de Al-O-Si
470	Deformação de Si-O-Si

<sup>a</sup> Vibração com um momento de transição quase perpendicular ao plano (001).

<sup>b</sup> vibração com um momento de transição paralelo ao plano (001) (Farmer, 1998).

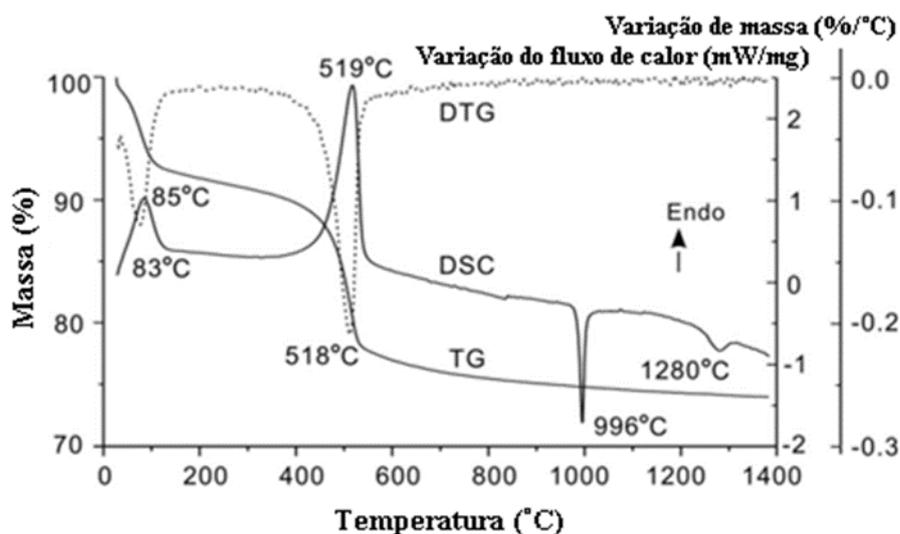
### 2.3.3.2 - Análise Termogravimétrica (TG)

Desde os anos 1960 PerkinElmer utiliza esta técnica para caracterização de materiais. Ela analisa o que acontece com a massa do material quando é aquecido (a temperaturas e atmosfera controladas).

Os equipamentos utilizam o gás de purga da amostra que controla o ambiente. A utilização dos equipamentos Pyris 1 TGA ou TGA 4000, além de quantificar a perda de água, permitem quantificar a: perda de solvente, perda de plastificante, descarboxilação, pirólise, oxidação, decomposição, percentagem em peso de filler, a quantidade de resíduo catalítico metálico restante de nanotubos de carbono, e percentagem em peso de cinzas (PerkinElmer, 2010).

A amostra é aquecida e a velocidade de varredura e a temperatura do aquecimento dependem do tipo de material analisado e da precisão que se quer alcançar na análise. Vários pesquisadores recomendam utilizar 10 ou 20°C por minuto (Singer *et al.*, 2004; Joussein *et al.*, 2006; PerkinElmer, 2010).

A curva de perda de massa obtida tem o formato mostrado na Figura 2.9 (curva TG), e a derivada do TG (curva de DTG) é calculada para determinar a existência de reações exotérmicas ou endotérmicas na amostra (endo seta para baixo e exo seta para cima). Nesta mesma figura Yuan *et al.* (2012) mostra também a curva de diferencial de calor (curva DSC) que não será objeto de estudo deste trabalho.



**Figura 2.9** - TG/ DTG e DSC de uma amostra de haloisita. (Modificada de - Yuan *et al.* (2012)).

Cada inflexão encontrada na curva do TG corresponde com a ocorrência de algum fenômeno no material. Para os solos, Joussein *et al.* (2006); Yuan *et al.* (2012) e Falcón *et al.* (2015) afirmam que na faixa de temperaturas entre 50 e 150°C ocorre a desidratação do solo e a 500°C ocorre a desidroxilação da haloisita. Frost *et al.* (2010); Liu *et al.* (2013) e Carrillo *et al.* (2014) apud por Falcón *et al.* (2015) atribuem às faixas entre 150 e 380°C a remoção da água estrutural, também conhecida como água de ligação e ampliam a faixa de desidroxilação da haloisita e outros minerais como a caulinita na faixa de temperatura entre 450 e 600°C.

Na curva de DTG Iyoda *et al.* (2012) comentam que, para solos derivados de cinzas vulcânicas uma reação exotérmica em 270°C corresponde com a desidratação e decomposição da gibbsita.

### 2.3.3.3 - Espectroscopia Mossbauer

A espectroscopia Mossbauer é uma técnica muito útil no estudo da mineralogia, pois permite identificar os diferentes estados de oxidação, valência e características estruturais de minerais magnéticos como o ferro (Brady *et al.*, 1965 apud por Mackenzie (1969)).

É uma técnica ressonante que utiliza o fato de que um fóton  $\gamma$  pode ser emitido ou absorvido por um núcleo sem perda de energia. O ferro (Fe) é o elemento mais favorável para ser observado no Mossbauer sendo o componente constituinte natural de compostos químicos, inorgânicos, biológicos, minerais, ligações amorfas, cristalinas e não cristalinas. Como todas as espectroscopias o estudo dos minerais é feito por comparação com espectros de materiais

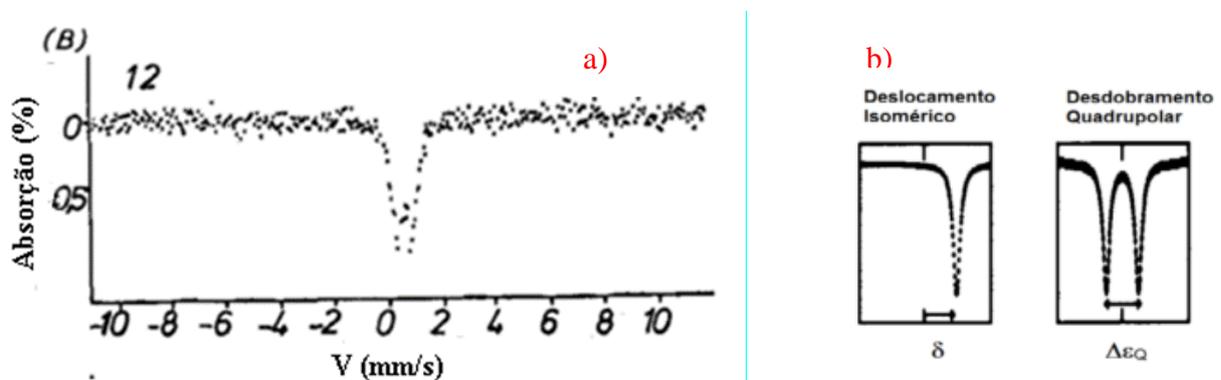
conhecidos. O espectro do ferro magnético geralmente é utilizado como calibração (Mackenzie, 1969).

Os aspectos fundamentais obtidos de um espectro Mossbauer (Duncan e Golding, 1965) são os parâmetros hiperfinos: deslocamento isomérico ( $\delta$ - medida do deslocamento do centro do espectro em relação ao valor zero da escala de velocidade da fonte), desdobramento quadrupolar ( $\Delta\epsilon_Q$ - acoplamento entre o momento quadrupolar nuclear e um gradiente de campo elétrico ao redor do núcleo), o fator f, o deslocamento Doppler de segunda ordem e a área espectral. Dessa forma, apenas com a informação no espectro Mossbauer é possível diferenciar minerais magnéticos que ficaram impossíveis identificar utilizando a técnica de DRX (Carmen Silva de Moya Partiti, 2005).

Segundo Mackenzie (1969) é possível realizar o estudo de impurezas nos minerais de argila. Stevens *et al.* (2002) apresentam diferentes estudos realizados com o espectro de Mossbauer para a haloisita. A Tabela 2.2 mostra os valores encontrados no estudo de Stevens e a Figura 2.10 mostra a forma do espectro encontrado por Komusinski *et al.* (1981) para a haloisita.

**Tabela 2.2** - Deslocamento isomérico e desdobramento quadrupolar da haloisita. (Modificada de - Stevens *et al.* (2002)).

Mineral	Referência	Deslocamento isomérico	Desdobramento quadrupolar
Haloisita	(Roy <i>et al.</i> , 1981)	1,53 (0,06)	1,09 (0,08)
		0,72 (0,01)	0,55 (0,02)
		0,76 (0,03)	1,34 (0,06)
	(Roy <i>et al.</i> , 1981)	1,37 (0,07)	1,08 (0,09)
		0,70 (0,01)	0,57 (0,02)
		0,76 (0,03)	1,23 (0,06)
(Komusinski <i>et al.</i> , 1981)	0,01 (0,01)	0,60 (0,01)	
(Komusinski <i>et al.</i> , 1981)	0,03 (0,01)	0,54 (0,01)	
(E.Murad <i>et al.</i> , 1991)	0,347 (0,02)	0,543 (0,003)	



**Figura 2.10** – a) Espectro Mossbauer (Modificada de - Komusinski *et al.* (1981)); b) Parâmetros hiperfinos  $\delta$  e  $\Delta\epsilon_Q$  (Modificada de - McCammon, 1995).

## **2.4 - PROPRIEDADES DOS SOLOS DERIVADOS DE CINZAS VULCÂNICAS**

Como foi mencionado em itens anteriores os solos de origem vulcânica tem uma mineralogia variável, o que traz como consequência uma grande variação nas propriedades geotécnicas do solo (Shoji S., Nanzyo M., 1993).

A Tabela 2.3 mostra exemplos das propriedades e índices dos solos de origem vulcânica da Colômbia e outros países. É possível observar que, independente da região ou país onde foi realizada a pesquisa os resultados encontrados são bem diferentes.

Começando a análise da Tabela 2.3 pelo valor do índice de vazios das amostras, os valores ficam na faixa de 1 até 7 (Van Rants *et al.*, 2002; Wesley, 2001; So, 1998 apud por Herrera (2005), o que indica a existência de solos muito porosos. A umidade inicial também é muito diferente e varia de 16 até 200%, o limite líquido e plástico pode ser menor do que 50 e chegar até 150, a densidade seca do solo podem ser menor do que 5 e chegar a valores próximos aos  $14\text{kN/m}^3$ , a saturação para todos os casos é maior do que 50%.

Para os solos do mesmo país (Colômbia) as pesquisas também permitem identificar propriedades bem diferentes o que permite concluir que o comportamento deste tipo de solos muda de região para região.

## **2.5 - COMPACTAÇÃO DO SOLO DERIVADO DE CINZAS VULCÂNICAS**

Segundo Wesley (2009) o processo de compactação de solos derivados da cinza vulcânica tem causado dificuldades para os engenheiros. Essa dificuldade está relacionada com dois aspectos:

- a) A variabilidade de solos derivados de cinza vulcânica pode significar uma variação grande e rápida da umidade ótima, o que é prejudicial quando se necessita recorrer a empréstimo de material para obras em construção.
- b) Algumas curvas de compactação de solos derivados de cinza vulcânica não mostram picos indicando densidades secas máximas e umidades ótimas.

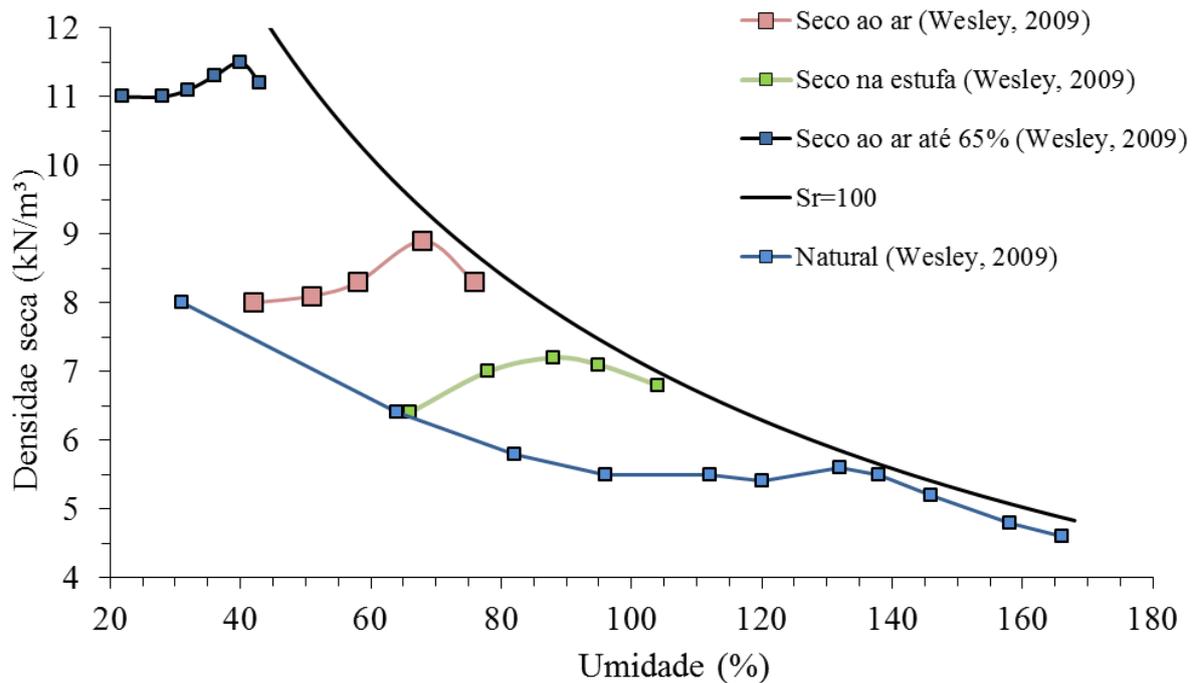
A origem do problema está na avaliação dos solos e na escolha do método utilizado para especificar e controlar a compactação. Muitos solos de cinzas vulcânicas podem ser efetivamente compactados com umidade na faixa de 100% a 180%, fato que pode levar a dúvidas durante a execução do projeto.

**Tabela 2.3** - Propriedades e índices dos solos derivados de cinzas vulcânicas. (Atualizada e modificada de - Herrera (2005))

Propriedades	Estudos na Colômbia	Autores	Outros países		Autores	Valores mínimos e máximos
pH	4,5- 6,2	Benavides (1982)	6	Índia	Rao (1995)	3,6- 6,8
	6,1- 6,3	Forero <i>et al.</i> , (1999)	4,6- 5,2	USA	Johnson-Maynard <i>et al.</i> (1997)	
	5,1- 5,8	IGAC (1996)	3,6- 8	Japão	So (1998)	
			4,8- 7,2	Nova Zelândia	Parfitt e Kimble (1989)	
			5,7- 6,2	Java	Van Ranst <i>et al.</i> (2002)	
			5,8- 6,7	Havaí	Wada (1990)	
			6,5- 6,8	Itália	Adamo <i>et al.</i> (2001)	
		4,0- 6,2	Itália	Colombo <i>et al.</i> (2014)		
Gs	2,47- 2,65	IGAC (1996)	2,58- 2,59	Equador	O'Rourke e Crespo (1988)	1,92- 2,74
	1,92- 2,67	Arango (1993)	2,67- 2,74	Japão	Moroto (1991)	
	2,5- 2,67	Herrera, M.C (2005)	2,28- 2,65	Fiji	Knight (1986)	
	2,51- 2,62	Betancur <i>et al.</i> (2013)	2,4- 2,48	Italy	De Vita <i>et al.</i> (2012)	
			2,61	Costa Rica	Ferrari <i>et al.</i> (2013)	
e	2,0- 7,0	Forero <i>et al.</i> , (1999)	2,4- 5,3	Indonésia	Wesley (1977)	0,88- 7,0
	1,1- 1,9	Terlien (1997)	1,5- 8,0	Indonésia	Wesley (2003)	
	2,0- 2,7	IGAC (1996)	1,9- 4,1	Índia	Rao (1996)	
	0,88- 3,62	Arango (1993)	3,0- 5,7	Japão	Kitazono <i>et al.</i> (1987)	
	1,3- 3,8	Herrera, M.C (2005)	1,0- 6,1	Japão	Miura (2003)	
			1,8- 6,6	Java	Van Ranst <i>et al.</i> (2002)	
			1,14- 1,65	Itália	De Vita <i>et al.</i> (2012)	
w(%)	80- 200	Forero <i>et al.</i> (1999)	50- 300	Indonésia	Wesley (2003)	16- 300
	16- 90	Arango (1993)	50- 100	Índia	Rao (1995)	
	29- 119	Herrera, M.C (2005)	102- 205	Japão	Kitazono <i>et al.</i> (1987)	
	60- 107	Betancur <i>et al.</i> (2013)	40- 50	Japão	Moroto (1991)	
			27- 184	Japão	Moroto (1991)	
			22- 24	Costa Rica	Ferrari <i>et al.</i> (2013)	

<b>LL</b>	52- 64 120- 250 37- 117 66,1- 134,6	IGAC (1996) Rivera J.D. (2003) Herrera, M.C (2005) Betancur <i>et al.</i> (2013)	70- 190 95-165 80- 213 72- 159 105-107 31-40 30,6- 39,3 26	Indonésia Nova Guiné Índia Japão Equador Japão Itália Costa Rica	Wesley (1977) Moore e Styles (1988) Rao (1995) So (1998) Mendoza (1985) Moroto (1991) De Vita <i>et al.</i> (2012) Ferrari <i>et al.</i> (2013)	26- 250
<b>LP</b>	27- 33 70- 150 25- 90 60- 105,8	IGAC (1996) Rivera J.D. (2003) Herrera, M.C (2005) Betancur <i>et al.</i> (2013)	55- 150 65- 129 139- 149 40- 100 60 17- 20 20	Indonésia Nova Guiné Indonésia Japão Equador Japão Costa Rica	Wesley (1977) Moore e Styles (1988) Wesley (2003) So (1998) Mendoza (1985) Moroto (1991) Ferrari <i>et al.</i> (2013)	17- 150
<b>Sr</b>	65- 88 70- 97	Herrera, M.C (2005) Betancur <i>et al.</i> (2013)	50- 80 ≥ 95	Índia Japão	Rouse <i>et al.</i> (1986) Kitazono <i>et al.</i> (1987)	50- 97
<b><math>\gamma_d</math> (KN/m<sup>3</sup>)</b>	8,7 10,7 7,0- 8,4 4,5- 13,8 5,7 13,8 5,8 -9,3	Arango (1993) Terlien (1997) Terlien (1997) IGAC (1996) Herrera, M.C (2005) Betancur <i>et al.</i> (2013)	4,0- 7,2 3,8- 12,7 7,9- 9,8 4,3- 7,6 4,3- 11,2 9,2- 10,2 5,1- 9,0	Japão Japão Fiji Java Indonésia Costa Rica Itália	Kitazono <i>et al.</i> (1987) Miura (2003) Knight (1986) Van Ranst <i>et al.</i> (2002) Wesley (2009) Ferrari <i>et al.</i> (2013) Colombo <i>et al.</i> (2014)	3,8- 13,8
<b><math>\phi</math> (°)</b>	26- 43 29- 39 22- 29 20-40	Forero <i>et al.</i> , (1999) Terlien (1997) Terlien (1997) Betancur <i>et al.</i> (2013)	30- 40 38- 40	Indonésia Índia	Wesley (2003) Rao (1995)	20- 43

A Figura 2.11 representa as curvas de compactação realizadas com diferentes formas de preparação das amostras para um solo poroso, com elevada capacidade de retenção da água e alta plasticidade da Nova Zelândia. Pode-se observar que a curva obtida para o solo em sua condição natural é muito plana e que a secagem prévia do solo muda suas propriedades de umidade e densidade seca máxima. Pode-se concluir que, qualquer valor de teor de umidade ótimo pode ser obtido através da variação do grau de pré-secagem (Wesley, 2009).



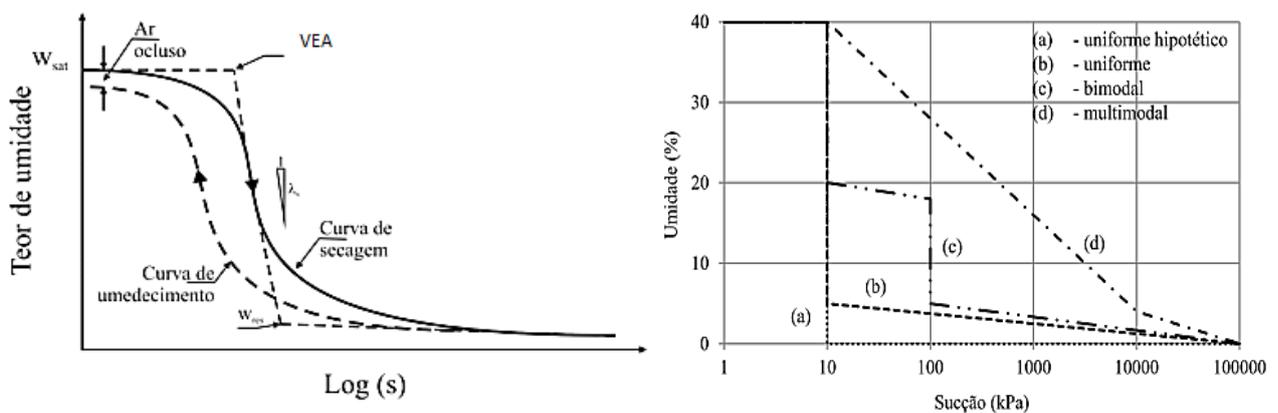
**Figura 2.11** - Curva de compactação para solos derivados de cinzas vulcânicas em Java, Indonésia. (Modificada de - Wesley (2009)).

## 2.6 - TÉCNICAS UTILIZADAS PARA A AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO HIDRÁULICO DO SOLO

A determinação da sucção no solo é importante para a caracterização hidráulica e mecânica do mesmo (Marinho, 2012), e segundo Cordão-Neto (2005) o comportamento hidráulico está relacionado à capacidade de armazenamento e à facilidade de transporte de fluidos através do elemento de solo. A relação entre a capacidade de armazenamento da água e a sucção é conhecida como curva de retenção da água. Essa quantidade de água armazenada pode ser expressa em termos de umidade gravimétrica ( $w$ ), umidade volumétrica ( $\theta_w$ ), grau de saturação ( $S_r$ ) ou índice de água ( $e_w$ ).

Fredlund *et al.* (1994) comentam que a forma matemática que se representa a curva de retenção da água do solo é de tipo hiperbólica. A Figura 2.12 representa as principais características desta curva.

Segundo Marinho (2005) a curva possui formato em “S”. A Figura 2.12a apresenta o formato da curva de retenção de água onde:  $s$  é a sucção, VEA o valor da sucção onde surgem os primeiros vazios não preenchidos totalmente por água,  $W_{sat}$  a umidade saturada e  $W_{res}$  a umidade residual. O formato da curva é influenciado diretamente pela distribuição de poros do material e existem três condições em que os poros podem ser encontrados: tamanho dos poros uniforme (a, b); dois tamanhos predominantes, também chamados de bimodal (c); e, presença de vários tamanho, multimodal (d) (Figura 2.12b).



**Figura 2.12** - a) Principais feições da curva de retenção de água. (Modificada de - Otálvaro (2013)); b) Forma da curva de retenção de água do solo segundo a distribuição do tamanho dos poros (Otálvaro (2013). Modificada de - Marinho, 2005).

Gallipoli *et al.* (2003) afirmam que, as variações no índice de vazios produzem alterações nos poros do solo e em suas interconexões, modificando consequentemente o grau de saturação.

Logo depois, Wheeler *et al.* (2003) acrescentam a influência da histerese hidráulica, que é a dependência entre  $S_r$  e o caminho de tensão seguido (molhagem/secagem) na curva de retenção de água do solo.

Segundo Mascarenha (2008), os diversos métodos de controle e medida de sucção apresentam suas vantagens e limitações específicas, sendo que a melhor técnica a ser utilizada depende do intervalo de valores de sucção e do tipo de sucção a medir (matricial ou total).

A seguir (Tabela 2.4) são apresentadas algumas vantagens e desvantagens dos métodos de controle e medida de sucção utilizados nesta pesquisa.

Tabela 2.4 – Vantagens e desvantagens das técnicas de controle e medida da sucção

Método	Técnica	Vantagens	Desvantagens	Referências
Controle de sucção	Placa de sucção	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mede valores de sucções baixos;</li> <li>- Simples;</li> <li>- Corpos de prova pequenos.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mede só sucção matricial;</li> <li>- Dificuldade de medir poropressões negativas;</li> <li>- As amostras tem que ser indeformadas ou compactadas.</li> </ul>	(Presa, 1988) (Otálvaro, 2013)
	Oedométrico com controle de sucção	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Faz translação do origem de referência;</li> <li>- Os corpos de provas são pequenos;</li> <li>- O equipamento mais utilizado na geotecnia.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mede só sucção matricial;</li> <li>- Para solos muito porosos o tempo de equilíbrio é elevado;</li> <li>- Não realiza medidas de sucções menores que 10kPa.</li> </ul>	(Richards, 1941) (Soto, 2004) (Delage., <i>et al</i> 2008)
Medida da sucção	Papel filtro	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mede sucções matricial e total;</li> <li>- Medida de sucções elevadas;</li> <li>- Os corpos de prova são pequenos.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- O tempo de equilíbrio é elevado;</li> <li>- Os resultados dependem do manuseio e experiência do executor;</li> <li>- A eficiência da técnica depende da curva de calibração do papel utilizado.</li> </ul>	(Marinho, 1995) (Borges, 2010) (Marinho, 2012)
	Psicrômetro WP4C	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Método rápido;</li> <li>- Mede sucções elevadas;</li> <li>- Trabalha com amostras pequenas em qualquer estado (deformada e indeformada).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Tem que estar localizado em ambiente com temperatura controlada;</li> <li>- Pouca precisão nas medidas de sucções menores que 500kPa;</li> <li>- Mede só sucção total.</li> </ul>	(Cardoso, 2007) (Mascarenha, 2008) (Decagon Devices, 2010)

### 2.6.1 - Técnicas para o controle da sucção no solo

Romero (2001) realizou um resumo das técnicas que se utilizam para o estudo do comportamento hidromecânico dos solos não saturados, e fez uma separação baseada fundamentalmente em técnicas que realizam a imposição da sucção e outras que medem a sucção do solo (Tabela 2.5).

**Tabela 2.5** – Técnicas utilizadas para o controle da sucção. (Modificada de - Romero (2001)).

Método	Técnica	Componente de sucção	Tempo de equilíbrio
Transferência de vapor	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ <b>Solutos não voláteis (sucções 4-400MPa)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Solução parcialmente saturada</li> <li>• Solução saturada</li> </ul> </li> <li>➤ <b>Solutos voláteis (sucções 20-400MPa)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Solução aquosa de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></li> </ul> </li> </ul>	Total	1 até 2 meses
Transferência e equilíbrio de fluxos	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ <b>Osmótica com PEG 20000 (sucções 0.1-1.5MPa)</b></li> <li>➤ <b>Translação de eixos</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pedra cerâmica com alto valor de entrada de ar (VEA) (sucções 0,01- 1,5MPa)</li> <li>• Membrana celulose de acetato (sucções 0,01- 7MPa)</li> </ul> </li> </ul>	Matricial	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Maior que 2 meses</li> <li>➤ Minutos- Horas</li> </ul>

As técnicas de translação de eixos e osmótica estão relacionadas à medida de sucção matricial, por meio de transferência e equilíbrio de fluxos de água líquida. No método de equilíbrio de vapor, a sucção é imposta por transferência de vapor e fornece medidas de sucção total. A seguir se descrevem as técnicas empregadas neste trabalho para impor e medir a sucção do solo.

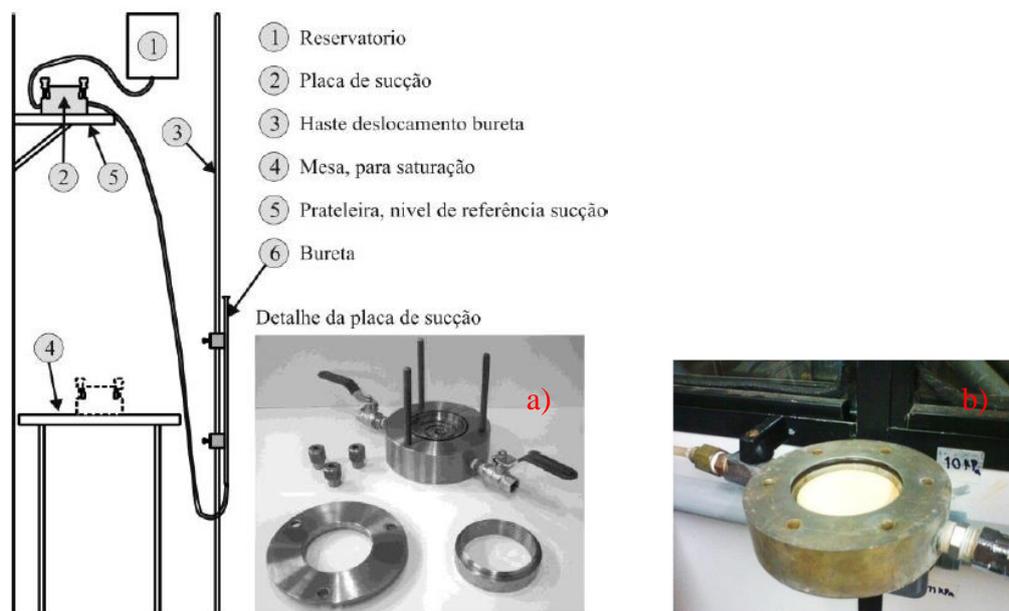
### 2.6.1.1 - Translação de eixos

Existem diferentes técnicas que utilizam o princípio de translação de eixos.

#### a) Placa de sucção

Presa (1988) descreve o método da placa de sucção, que consiste no estabelecimento de uma diferença de pressão em uma placa porosa, mediante a aplicação direta de uma sucção à parte inferior do sistema, enquanto a parte superior mantém-se à pressão atmosférica. Como a placa é permeável aos íons dissolvidos na água, essa técnica determina apenas a sucção matricial do solo e só pode ser utilizada para baixas sucções.

A Figura 2.13a apresenta o equipamento desenvolvido por Otálvaro (2013) com base no funil de Haines, e a Figura 2.13b apresenta uma modificação feita por Grau (2014) à base da placa de sucção. Essa nova base é composta por uma cerâmica com valor de entrada de ar baixo, da ordem de 50kPa, sendo suficiente para valores de sucções menores que 20kPa, a placa possui duas entradas de água, uma vai para o reservatório e a outra para a bureta graduada (Grau, 2014).



**Figura 2.13** - a) Equipamento completo da placa de sucção (Otálvaro, 2013); b) base da placa modificada (Grau, 2014).

O princípio de funcionamento do ensaio consiste na aplicação direta de uma carga hidráulica negativa na amostra, mantendo a pressão de ar sob condições atmosféricas, a amostra entra em contato com a placa porosa, saturada, cujo valor de entrada de ar deve ser superior à sucção que se deseja medir. Após o tempo necessário para atingir o equilíbrio hidráulico, retira-se a amostra e determina-se a umidade.

Um dos problemas desse método é a dificuldade na determinação de pressões negativas na água, já que esta tende a cavitatar quando as pressões estão próximas a  $-1$  atm. Para resolver esse problema, utiliza-se um disco cerâmico de alto valor de entrada de ar e se aplica a técnica da translação de eixos, sendo esse método denominado de célula de pressão (Presa, 1988). A fim de aumentar ao máximo o valor de sucção a ser medido no ensaio, pode-se substituir o disco cerâmico por uma membrana de celulose (Murrieta e Camapum De Carvalho, 1995). Segundo Gens e Romero (2000), apesar das membranas de celulose permitir a aplicação de maiores valores de sucção, elas são mais compressíveis, menos resistentes aos ataques químicos e biológicos e apresentam maior difusão de ar.

#### **b) Sistema oedométrico com controle de sucção- translação de eixo**

Este método é bem sucedido e de ampla aplicação na geotecnia (Richards, 1941), sendo uma das técnicas mais utilizadas atualmente para a determinação das propriedades de retenção de água no solo (Delage *et al.*, 2008).

O princípio do ensaio é fazer uma translação do origem de referência, retirando o ar da condição de pressão atmosférica para uma condição de ar pressurizado dentro da célula (Soto, 2004).

O corpo de prova (diâmetro 6.5 com altura de 2.5cm) se encontra em contato direto com uma placa porosa, sendo que tanto o corpo de prova como a placa, encontram-se saturadas (processo de secagem). Em seguida, para cada estágio de sucção, a pressão de ar equivalente à sucção desejada é imposta dentro da câmara, assim, depois da eliminação parcial da água da amostra através da placa porosa é atingido um equilíbrio de sucção no solo. Variações de umidade em cada estágio de sucção são registradas pela medida de volume de água expulsado para uma bureta graduada (Soto, 2004).

Uma das limitações do equipamento é que não é recomendável para fazer medições de sucções menores que 10 kPa. (Soto, 2004)

## 2.6.2 - Técnicas para a medida da sucção no solo

Existem diferentes equipamentos e técnicas para realizar a medida da sucção no solo (total ou matricial), tanto no laboratório quanto no campo, os quais podem ser divididos em métodos diretos e indiretos. Os métodos diretos medem a umidade relativa do solo e os indiretos utilizam diferentes fenômenos físicos associados ao teor de umidade em um meio poroso em contato ou não com o solo (Mascarenha, 2008).

Murray e Sivakumar (2010) realizaram um resumo das técnicas que existem para a medida da sucção do solo (Tabela 2.6), tipo de sucção (matricial ou total), intervalo ou faixa e o tempo de estabilização.

**Tabela 2.6** – Técnicas para a medida da sucção. (Modificada de - Murray e Sivakumar, 2010).

Método	Equipamento	Componente da sucção	Faixa medida (kPa)	Tempo de equilíbrio
Direto	Câmara de pressão	Matricial	0- 1.500	Algumas horas ou dias
	Tensiômetros	Matricial	0- 1.500	Minutos
Indireto	Sensor de condutividade térmica	Matricial	1-1500	Algumas horas ou dias
	Sensor de condutividade elétrica	Matricial	50- 1.500	Algumas horas ou semanas
	Papel filtro de contato	Matricial	0- 10.000	2- 57 dias
	Psicrômetros termopares	Total	100- 8.000	Alguns minutos ou horas
	Psicrômetros transistor	Total	100- 70.000	Perto de 1 hora
	Psicrômetro espelho resfriado	Total	1- 60.000	3- 10 minutos
	Papel filtro sem contato	Total	1.000- 10.000	2- 14 dias

Pode- se observar que a faixa de medida da sucção é muito variável e existem técnicas que podem demorar até 2 meses para se estabilizar. A seguir são descritos os princípios de alguns dos métodos que serão os utilizados nesta pesquisa.

### 2.6.2.1 - Método do papel filtro

O método do papel filtro consiste em colocar o solo em contato com um papel filtro, de curva característica conhecida, em um ambiente hermeticamente fechado. O potencial de água será transferido entre a amostra e o papel filtro, até atingir equilíbrio de sucção. Tendo-se a relação entre a sucção e a umidade do material poroso, a sucção do solo pode ser obtida referindo-se à curva de calibração. O estado de equilíbrio fornece a mesma sucção no solo e no material poroso, porém com umidades diferentes (Marinho, 1995).

O tempo de equilíbrio é um fator de extrema importância para a obtenção da sucção correta. A Tabela 2.7 apresenta sugestões para o tempo de equilíbrio em função do nível de sucção para o papel filtro Whatman N° 42.

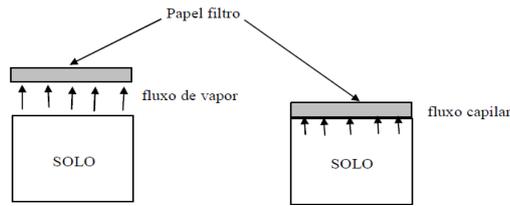
**Tabela 2.7** - Sugestão do tempo de equilíbrio para medição de sucção total em função do nível de sucção (Marinho, 1995)

<b>Nível de sucção total (kPa)</b>	<b>Tempo de equilíbrio sugerido</b>
0-100	Não determinado, mas certamente maior que 30 dias
100-250	30dias
250-1000	15dias
1000-30000	7dias

Outro fator importante para a eficiência dessa técnica é a acurácia da curva de calibração do papel filtro utilizado e, por isso, tem sido investigada por vários pesquisadores como Houston *et al.*, (1994); Leong *et al.* (2002) e Borges *et al.* (2010), dentre outros.

Essa técnica permite medir a sucção matricial, quando o solo está em contato direto com o papel filtro, ou a sucção total, quando o papel não está em contato direto com a amostra (Figura 2.14). Nesse último caso, a medida é feita por meio do fluxo de vapor, onde as moléculas de água são expulsas do solo vencendo as forças capilares e as forças osmóticas.

Na situação com contato, o fluxo de sais é livre e a única força a ser vencida para o fluxo da água é a força capilar.



**Figura 2.14** - Tipos de fluxo do solo para o papel filtro (Marinho, 1995).

Esse método tem como vantagens o grande intervalo de medidas, além de ser o único método que permite medir valores de sucção total e matricial. No entanto, apresenta como desvantagens a necessidade de um manuseio muito delicado do papel filtro e o fato que cada medida de sucção é feita em amostras de solo distintas. Marinho (2012) comenta também que essa técnica tem diferentes comportamentos quando o papel não está em contato direto com o solo, e com a porosidade do mesmo.

Borges *et al.* (2010) após realizar um estudo sobre o papel filtro Quanty, afirmam que este pode ser empregado para medição de sucção pelo método de papel filtro. No estudo, anteriormente mencionado, se apresenta a calibração para o Quanty com as Equações 2.1 e 2.2:

$$\text{Sucção (kPa)} = e^{[(161,44-w)/24,07]}, \text{ para } w > 55\% \quad (2.1)$$

$$\text{Sucção (kPa)} = e^{[(79,782-w)/6,26]}, \text{ para } w \leq 55\% \quad (2.2)$$

Onde,  $w$  é a umidade do papel filtro.

### 2.6.2.2 - Psicrômetros

Segundo Fredlund e Rahardjo (1993) os psicrômetros são dispositivos de medição da umidade relativa, que trabalham sobre o princípio de medir a umidade relativa do ar dentro de uma pequena câmara selada. A Equação 2.3 relaciona a sucção total com a umidade relativa.

$$\Psi = -\frac{RT\rho_w}{M_w} \ln(RH) \quad (2.3)$$

Onde:

R - constante do gás (8,314 J/(molK));

T - temperatura absoluta;

$M_w$  - massa molecular da água (18,016 Kg/Kmol);

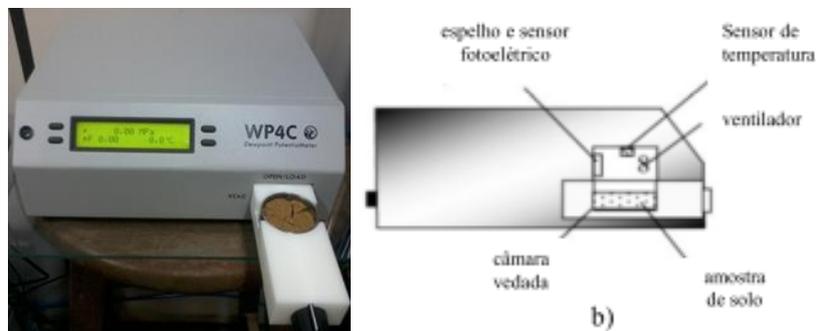
$\rho_w$  – densidade da água ( $998\text{Kg/m}^3$  a  $293\text{K}$ );

RH- umidade relativa.

Cardoso *et al.* (2007) mencionam que, nos psicrômetros existem variáveis que podem afetar as medidas da sucção, uma das mais importantes é a temperatura que induz variações nas leituras da umidade (porque depende da saturação da pressão de vapor) e pode adicionar um efeito da histerese no solo, além de proporcionar mudanças na calibração e no período de estabilização das leituras.

Os psicrômetros bastante utilizados atualmente são: o psicrômetro de transistor e psicrômetro *chilled-mirror*.

O dispositivo *chilled-mirror* (WP4C - Figura 2.15 ) tem uma câmara selada constituída de um espelho, um sensor fotoelétrico, um par termoeletrico, um termômetro infravermelho e um ventilador. Uma amostra de solo em equilíbrio com o ar é colocada dentro da câmara. A presença de água condensada no espelho é detectada pelo sensor fotoelétrico, devido à redução de reflexão do espelho.



**Figura 2.15** - a) Imagem e b) Esquema do WP4C (Mascarenha, 2008).

Um par termoeletrico determina a temperatura em que ocorreu a condensação, enquanto um termômetro infravermelho determina a temperatura da amostra. A diferença entre essas duas temperaturas fornece a umidade relativa do solo e, conseqüentemente, o valor da sucção. A função do ventilador é simplesmente circular o ar dentro da câmara para reduzir o tempo de equilíbrio (Decagon Devices, 2010).

O WP4C deve estar localizado em um ambiente com temperatura controlada, devido a sua grande sensibilidade a variações de temperatura. Esse equipamento fornece rapidamente valores de sucção total, geralmente em um tempo inferior a 10 minutos (Mascarenha, 2008).

A Tabela 2.8 mostra as especificações dos psicrômetros SMI e WP4C descritas por Cardoso *et al.* (2007) e Decagon Devices (2010). É possível observar que, o WP4C tem maior precisão e permite medir sucções mais altas que o SMI. Uma recomendação que realiza Decagon Devices (2010) é utiliza-lo para sucções maiores que 0,5MPa, porque para sucções menores a presição do equipamento desce para 50%.

**Tabela 2.8** - Especificações dos psicrômetros SMI e WP4C (Modificada e atualizada de - Cardoso *et al.* (2007)).

<b>Equipamento</b>	<b>Psicrômetro SMI</b>	<b>Psicrômetro WP4C</b>
Faixa da sucção (MPa)	1 até 70	0 até 300MPa
Leituras	Voltagem e sucção	Sucção e temperatura
Precisão	< $\pm 0.05\text{pF}$ $\pm 0.01\text{pF}$ (repetitividade)	$\pm 0.05\text{MPa}$ from 0 to -5 MPa 1% from -5 to -300 MPa
Tempo de leitura	Usualmente uma hora	10 até 15min
Calibração	Múltiplos pontos de calibração	Um ponto de calibração
Geometria da amostra	$\phi = 15\text{mm}$ , $h = 12\text{mm}$	Capacidade 15ml (recomendado 7ml) $\phi = 37\text{mm}$ , $h = 7\text{mm}$

Uma observação que realizam Cardoso *et al.* (2007) que seria uma desvantagem do WP4C é que quando o equipamento realiza a medida de sucção para a obtenção de curvas de retenção (realizando trajetórias de secagem) do solo, este sofre uma pequena secagem dentro da câmara no período de estabilização, que poderia trazer uma pequena histerese na curva obtida.

## 2.7 - MODELAGEM DA CURVA DE RETENÇÃO

Os modelos de ajuste para as curvas de retenção são utilizados para representar os dados obtidos em laboratório, visto que estes se apresentam originalmente de forma discreta. A necessidade de se utilizar tais ajustes vai além da representação gráfica, pois é também uma exigência quando se deseja aplicar modelagem numérica para extrapolar e interpolar os resultados experimentais (Queiroz, 2015).

As equações de ajuste geralmente são do tipo hiperbólicas, podendo ser lineares ou não lineares. Elas reproduzem parte das feições da curva de retenção, incluindo a forma e alguns parâmetros de referência, como umidade de saturação ( $w_{\text{sat}}$ ), valor de sucção onde surgem os primeiros vazios não preenchidos totalmente por água (VEA), teor de umidade residual ( $w_{\text{res}}$ ) e razão de variação da umidade com a sucção ( $\lambda_s$ ) (Otálvaro, 2013).

As equações de ajuste variam quanto ao número de parâmetros envolvidos, e pode-se dizer que, geralmente, quanto maior o número de parâmetros de ajuste, maior a flexibilidade e capacidade de ajuste da equação (Borges, 2010). Porém, em alguns casos a existência de muitos parâmetros pode levar a falta de significado físico desses parâmetros.

A escolha pela utilização de determinada equação se dá mediante a análise de dois critérios: disponibilidade dos parâmetros requisitados pelo modelo de ajuste e adequação desse modelo ao solo em estudo.

Durner (1994) apresentou uma extensão para a equação proposta por van Genuchten (1980), que era originalmente destinada a curvas unimodais, e foi modificada para curvas bi e multimodais. A Equação 2.4 representa a modificação realizada por Durner.

$$W = \frac{w_M}{[1+(\alpha_M \cdot s)^{n \cdot M}]^{1-\frac{1}{n_M}}} + \frac{w_m}{[1+(\alpha_m \cdot s)^{n \cdot m}]^{1-\frac{1}{n_m}}} \quad (2.4)$$

Onde, os índices  $M$  e  $m$  são utilizados para diferenciarem a macro e a microestrutura, respectivamente;  $w$  é a umidade,  $s$  é a sucção  $\alpha$  e  $n$  são parâmetros de ajuste relacionado ao valor de entrada de ar e à inclinação da reta que relaciona a sucção com a umidade.

Este método tem sido muito utilizado e bem sucedido na modelagem de solos tropicais por vários pesquisadores Otálvaro (2013); Borges (2014); Grau (2014) e Queiroz (2015).

## 2.8 - CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DO SOLO

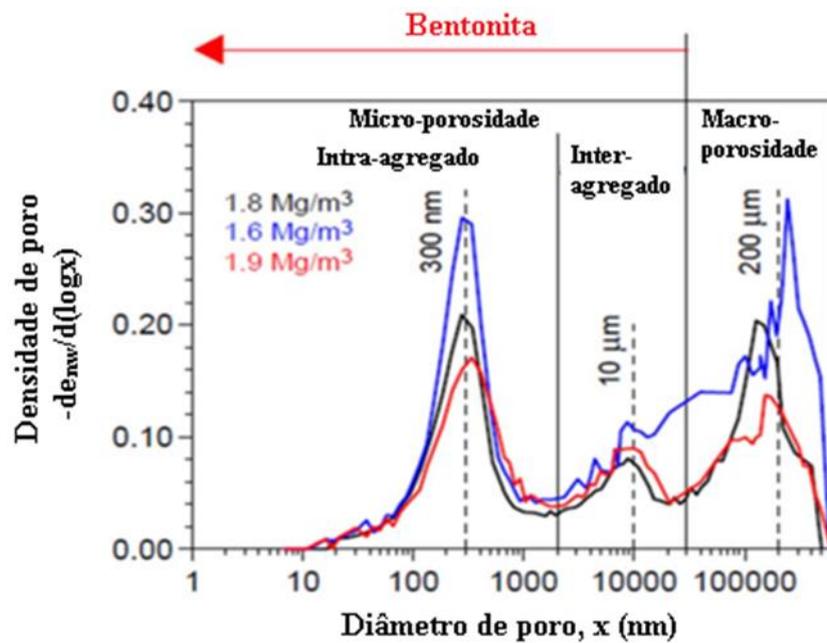
Nos últimos anos o estudo da microestrutura do solo tem ganhado espaço (Mašín, 2013) e de acordo com Delage *et al.* (1996) estes estudos ajudam na definição de propriedades do material e no melhor entendimento do comportamento do solo submetido a diferentes condições e estado de tensão.

IUPAC (1997) propõe que os poros existentes na estrutura do material sejam classificados em três tipos:

1. Microporos: poros com diâmetro que não excedem 0,002  $\mu\text{m}$ ,
2. Mesoporos: poros com diâmetro entre 0,002 e 0,05  $\mu\text{m}$ .
3. Macroporos: poros com diâmetro maior do que 0,05  $\mu\text{m}$ .

Os microporos apresentam maior energia de adsorção que os mesoporos e macroporos devido à sobreposição dos potenciais de adsorção nas paredes dos poros (interação adsorvente/adsorbato) e nos mesoporos e macroporos ocorre o fenômeno de condensação capilar (Sing *et al.*, 1985).

Romero *et al.* (2002) propõem outra classificação baseada na porosidade (Figura 2.16). Para poros menores que 30µm se considera microestrutura, para maiores que 30µm é macroestrutura e os interagregados se encontram entre 2 e 30 µm.



**Figura 2.16** - Classificação da estrutura baseada nos tamanhos dos poros. (Modificada de - Romero *et al.* (2002)).

Baseada na classificação anterior, Ferrari (2015) realiza um resumo das diferentes técnicas que podem ser utilizadas para a caracterização micro e macroestrutural do solo. (Tabela 2.9)

**Tabela 2.9** - Técnicas para o estudo microestrutural do solo. (Modificada de - Ferrari (2015)).

Técnica	Propriedades físicas a escala microestrutural	Propriedades físicas a escala macroestrutural	Referências
<ul style="list-style-type: none"> <li>• N<sub>2</sub> adsorção e dessorção isotermas (N<sub>2</sub>- BJH, N<sub>2</sub>- BET)</li> <li>• Absorção de azul de metileno</li> </ul>	<p>Técnica de avaliação quantitativa</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Microporosidade (0,0003 até 0,3 µm)</li> <li>• Superfície específica em condições secas/úmidas</li> </ul>	<p>Câmbios na PSD devido às trajetórias químico-hidráulica</p>	<p>Webb e Orr (1997) Santamarina <i>et al.</i> (2002) Chiappone <i>et al.</i> (2004)</p>
<p>Porosimetria por intrusão de mercúrio</p>	<p>Técnica de avaliação quantitativa</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Microporosidade (0,007µm até 400 µm)</li> <li>• Superfície específica</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Câmbios na PSD devido às trajetórias hidro-mecânicos</li> <li>• Propriedades da curva de retenção (baixas faixas de sucção)</li> <li>• Permeabilidade da água não saturada</li> </ul>	<p>(Cui e Delage, 1996) (Romero, 1999) (Giesche, 2006) (Romero e Simms, 2008) (Hoffmann <i>et al.</i>, 2007) (Runigo <i>et al.</i>, 2009)</p>
<p>ESEM SEM Campo de emissões FESEM</p>	<p>Técnica de avaliação qualitativa (quantitativa com processamento de imagem)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Câmbios na porosidade devido às diferentes trajetórias hidromecânicas.</li> </ul>	<p>(Zhang e Xiao, 2013) (Runigo <i>et al.</i>, 2009) (Nowamooz e Masrouri, 2010)</p>

TEM	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Micro e Macroporosidade</li> <li>• Discernir nível estrutural</li> <li>• Interação sólido/água</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ensaio de comportamento com diferentes condições hidromecânicas</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tomografia por impedância elétrica, implementada em uma célula oedométrica</li> <li>• Sonda de aguja elétrica</li> </ul>	Variabilidade espacial do grau de saturação/porosidade, superfície específica, concentração de cations	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Detenção de padrões uniformes</li> <li>• Monitoramento de processos hidro-químico- mecânico</li> </ul>

(Koliği *et al.*, 2010)

Pode-se observar que existem diversas técnicas de ensaios de laboratório que são capazes de caracterizar a estrutura do solo, sendo necessária a utilização de várias técnicas em conjunto de modo a caracterizar todos os tamanhos de poros (Adamo *et al.*, 2001).

A seguir é apresentada uma breve descrição das técnicas de caracterização estrutural mais utilizada atualmente e algumas das aplicações.

### 2.8.1 - Microscopia eletrônica

Como foi observado anteriormente existem diversas técnicas qualitativas de caracterização estrutural do solo, entre as mais conhecidas e com maiores aplicações em solos de origem vulcânica se encontram: Microscopia eletrônica de varredura, Microscopia eletrônica de varredura ambiental e Microscopia eletrônica de transmissão.

#### 2.8.1.1 - Microscopia eletrônica de varredura (SEM)

SEM é uma técnica utilizada para a caracterização de solos que facilita a descrição da forma da partícula, a textura, ocorrência de alterações superficiais de materiais secundários e determina o tamanho das partículas (Heiken e Wohletz, 1992; Ersoy *et al.*, 2006). Em alguns equipamentos existe um analisador de raios X que se acopla ao SEM e ajuda na identificação semi-quantitativa dos componentes químicos e minerais presentes no solo (Adamo *et al.*, 2001).

Esta técnica apresenta como inconveniente que as amostras tem que estar secas, além de precisar de metalização, com ouro ou platina, processo que as vezes compromete a estrutura do solo (Mascarenha, 2008; Ruggieri *et al.*, 2010).

Segundo Heiken e Wohletz (1992) esta técnica analítica, é amplamente utilizada para solos derivados de cinzas vulcânicas. Algumas das aplicações desta técnica podem ser observadas nos trabalhos realizados por: Adamo *et al.* (2001), observaram a morfologia do solo da Itália

encontrando haloisita em forma de esfera, Nanzyo (2002) avaliou a porosidade e identificou minerais dentro do solo, Herrera (2005) mostrou a existência de vidro vulcânico e de trincas por retração na cinza vulcânica de Manizales na Colômbia e Yuan *et al.* (2012) estudaram as mudanças na estrutura, textura e superfície específica da haloisita quando é aquecida. Iyoda *et al.* (2012) e Vingiani *et al.* (2013) avaliaram a morfologia, textura, cor e composição química utilizando SEM e SEM/EDS. Asano e Wagai (2014) estudaram a composição dos agregados de um solo alofânico em Tsukuba, Japão, além da distribuição de partículas e agregações a microescala.

### **2.8.1.2 - Microscopia eletrônica de varredura ambiental (ESEM)**

ESEM é a técnica mais popular de caracterização microscópica e permite estudar os arranjos estruturais dos solos não saturados (Romero e Simms 2008). ESEM se diferencia do SEM por trabalhar sobre condições ambientais controladas e permite visualizar amostras com alguma quantidade de água nos poros (Delage *et al.*, 1996; Colmenares, 2002; Mascarenha, 2008; Romero e Simms, 2008).

Diversos pesquisadores utilizam a técnica de ESEM na caracterização microestrutural. Mascarenha (2008) avaliou amostras submetidas a colapso para diferentes valores de sucção e Colmenares (2002) estudou o comportamento microestrutural para diferentes trajetórias de tensão e diferentes trajetórias hidráulicas. Casini *et al.* (2012) estudou a microporosidade e o arranjo estrutural entre partículas para diferentes trajetórias hidráulicas. Outros exemplos da aplicação desta técnica de caracterização microestrutural, para solos não saturados encontram-se na revisão feita por Romero e Simms (2008).

Além das aplicações citadas anteriormente, esta técnica também tem sido utilizada para solos de origem vulcânica tais como os trabalhos de: Kohyama *et al.* (1978) que observou a estrutura tubular da haloisita, García (2003) que estudou as agregações das esferas de alofana existente no solo na região de Quindío, e Ferrari *et al.* (2013) que avaliaram a mudança na estrutura de amostras submetidas a colapso para diferentes valores de sucção.

### **2.8.1.3 - Microscopia eletrônica de transmissão (TEM)**

TEM é outra técnica analítica que se utiliza para a caracterização microestrutural. Segundo Churchman *et al.* (1995), Adamo *et al.* (2001) e Kogure *et al.* (2013) é uma técnica que mostra claramente a forma tubular ou esférica de minerais como a haloisita e alofana,

permitindo observar partículas de argila finas menores que 0,5  $\mu\text{m}$  e alguns elementos químicos do material.

Existem vários estudos que aplicam esta técnica para a caracterização estrutural de solos derivados de cinzas vulcânicas, tais como: Joussein *et al.* (2005) que realizou uma revisão das diferentes morfologias das partículas de haloisita, que aparecem por condições de cristalização ou alteração geológica na Nova Zelândia. Outros autores demonstraram que, utilizando o TEM pode-se observar partículas de haloisita esféricas ou tubular e esses tubos podem ser curtos ou cumpridos.

Além disso, Nanzyo (2002) realizou a identificação de minerais dentro do solo, a determinação da morfologia e do diâmetro das partículas de alofana e haloisita existentes no solo. Woignier *et al.* (2008) estudou a morfologia e a preservação das agregações das partículas de alofana quando são submetidas a um processo de secagem supercrítico. Yuan *et al.* (2012) utilizaram esta técnica para delimitar o diâmetro dos nanotubos, a morfologia e mudanças na estrutura com o aquecimento, evidenciando que a haloisita passa de forma cilíndrica a tubular quando é aquecida. Iyoda *et al.* (2012) encontrou a alofana em forma de esfera, aglomeração de partículas, além de detectar, com as imagens de alta resolução, a presença de impurezas no solo.

Levard *et al.* (2012) e Inoue *et al.* (2012) encontraram alofana em forma de esfera e realizaram a identificação semi- quantitativa de elementos químicos do solo da França.

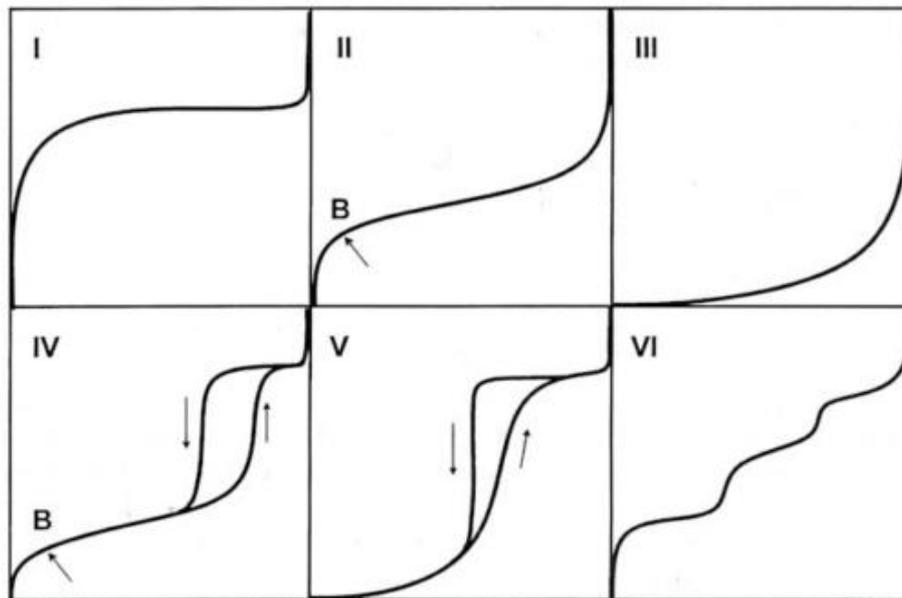
### **2.8.2 - Adsorção/dessorção de nitrogênio (Isotermas)**

A técnica de adsorção/dessorção de nitrogênio a 77K é uma das técnicas utilizadas para a caracterização dos poros do solo (Sing, 2001) e permite determinar com relativa precisão a superfície específica dos grãos, o volume total de poros e seus diâmetros médios predominantes (Quantachrome Instruments, 2008).

A primeira informação importante sobre a superfície e a porosidade do solo é obtida através da interpretação das isotermas (Storck *et al.*, 1998), elas são função da quantidade de  $\text{N}_2$  adsorvida em equilíbrio com a sua concentração ou pressão (razão da pressão de gás aplicada no material pela pressão de saturação) na fase gasosa a temperatura constante.

Bruneaur, em 1938, classificou as isotermas em cinco tipos e Sing *et al.* (1985) acrescentou uma sexta. A Figura 2.17 apresenta o esquema das isotermas, no eixo das ordenadas se

encontra o volume de  $N_2$  adsorvido e no eixo das abscissas a pressão relativa ( $P/P_0$ ). Sendo  $P$  a pressão de trabalho e  $P_0$  a pressão de vapor de saturação do gás.



**Figura 2.17** - Tipos de isothermas de acordo com a classificação de IUPAC (1997).

A isoterma do tipo I é dada para sólidos microporosos tendo superfície externa relativamente pequena sendo também obtida quando a adsorção forma apenas uma monocamada. Como o processo de adsorção coincide com o processo de dessorção, esta isoterma é considerada reversível.

Isothermas do tipo II são características de adsorventes não porosos ou macroporosos. Isothermas do tipo III não são comuns, mas se originam sobre condições nas quais as moléculas do gás têm maior afinidade umas pelas outras do que pela superfície do adsorvente.

Isothermas do tipo IV são obtidas com adsorventes mesoporosos. Esta isoterma, na maioria dos casos, exibe uma região na qual a pressão relativa varia pouco e o volume adsorvido aumenta bruscamente. Associado com o processo secundário de condensação capilar está o circuito de histerese, que traz como resultado o preenchimento completo dos mesoporos em pressão relativa menor que 1 ( $P/P_0 < 1$ ). Nos casos mais simples, a parte inicial da curva segue o mesmo perfil que aquele do tipo II. Quando o ponto B está bem definido possivelmente se obtém a capacidade da monocamada. Esta isoterma serve como uma impressão digital da geometria específica da estrutura dos poros, na qual esses fenômenos ocorrem. Sua posição determina o tamanho do poro característico do material e dá sinais do volume de poro. Quanto menor sua inclinação mais homogênea é a distribuição de tamanho de poros.

Isotermas do tipo V são incomuns e podem aparecer com certos adsorventes porosos. Elas estão relacionadas às isotermas do tipo III em que a interação adsorvente-adsorvato é fraca, mas o preenchimento dos poros também ocorre, levando o valor limite de adsorção para altos valores de  $P/P_0$ .

Isotermas do tipo VI representam a adsorção gradual da multicamada e estão associadas à adsorção sobre superfície não porosas uniformes. Estas isotermas são uma variante do tipo II. A altura do degrau representa a formação de uma monocamada completa e para casos mais simples, permanece constante para duas ou três camadas adsorvidas.

Como foi observado na Figura 2.17, isotermas IV e V apresentam histerese na absorção/dessorção que poderia estar condicionada à forma do poro. Este tipo de isotermas são características de solos mesoporosos e macroporosos (Teixeira *et al.*, 2001).

Partindo dos dados obtidos das isotermas se pode calcular a área específica. A primeira equação formulada para tal fim foi de Langmuir, que era baseada na hipótese que a adsorção das moléculas ocorre apenas em monocamadas; o calor de adsorção independe da extensão da superfície que é recoberta pelo adsorbato; o processo de adsorção é pontual. Logo em 1938 Brunauer, Emmett e Teller propuseram uma evolução da teoria de Langmuir, comumente conhecido como método BET, que engloba a sorção em multicamadas sobre superfícies sólidas não porosas e considera o equilíbrio entre as velocidades de evaporação e condensação para as várias camadas moleculares adsorvidas.

A distribuição de mesoporos e o tamanho médio dos poros podem ser determinados utilizando o método de Barrett, Joyner e Halenda (método BJH), determinado a partir dos picos das curvas de distribuição de tamanho de poro. Este método pode ser aplicado na faixa 0,42 até 0,995  $P/P_0$  da isoterma e não se aplica aos microporos. O método determina a distribuição de tamanho de mesoporos, assumindo o esvaziamento progressivo dos poros cheios de líquido com o decréscimo da pressão e que os poros estão totalmente preenchidos quando  $P/P_0 \approx 1$ . O poro perde quantidade de adsorvato líquido condensado (núcleo do poro), a uma pressão relativa particular relacionada com o radio do núcleo pela equação de Kelvin (Alvarez e Rocha, 2013).

Deste modo pode se relacionar para cada ponto o volume de poro com seu diâmetro, obtendo-se o gráfico de distribuição de tamanhos de poro. É comumente aplicado no trecho da isoterma de dessorção (Farias, 2012).

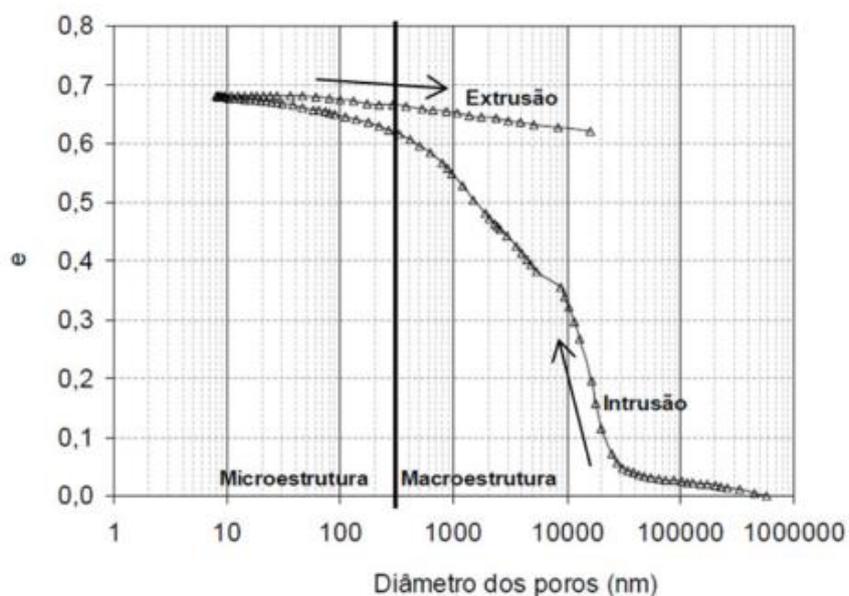
Para a determinação dos microporos existem vários métodos para sua modelação. Horvath e Kawazoe (1983) apresentam um método simbolicamente chamado de HK que calcula a distribuição dos microporos sem depender da equação de Kelvin, a qual descreve o fenômeno da condensação capilar, que é muito utilizada na maioria dos modelos. Saito e Foley (1991) fazem uma analogia ao método HK, exceto que a modelagem assume uma geometria cilíndrica do microporo, e é comumente conhecido como método SF.

Atualmente esta técnica é muito utilizada para caracterizar a mudança na estrutura. Sokolowska *et al.* (2002) e Hajnos *et al.* (2006) avaliaram a mudança na microestrutura do solo devido à compactação, Nowamooz e Masrouri (2010) estudaram a mudança da estrutura com a sucção, Figueiredo *et al.* (2004); Farias (2012) e Asano e Wagai. (2014) utilizaram esta técnica para avaliar a porosidade do solo. Ishiguro *et al.* (2006) determinou a área superficial de um solo derivado da cinza vulcânica. Yuan *et al.* (2012) estudou a mudança na mesoestrutura da haloisita quando é aquecida a diferentes temperaturas.

### **2.8.3 - Porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP)**

A porosimetria por injeção de mercúrio tem sido extensivamente utilizada como uma técnica experimental para a determinação da distribuição e estrutura dos solos porosos (Delage E Lefebvre, 1984; Prapaharan e Dempsey, 1985; Delage *et al.*, 1996; Romero e Simms, 2008; Buenfil, 2007).

O procedimento de ensaio consiste em colocar a amostra em um recipiente que é preenchido com mercúrio. Ao aumentar a pressão sobre o líquido a altura da coluna reduz na proporção em que este penetra nos poros da amostra. Com os valores do volume de poros do solo penetrado pelo mercúrio e com as respectivas pressões aplicadas, uma curva é obtida (Giesche, 2006). A Figura 2.18 apresenta a caracterização da curva obtida (Mascarenha, 2008).



**Figura 2.18** - Curvas de intrusão e extrusão de mercúrio (Mascarenha, 2008).

Segundo Romero e Simms (2008), o volume de vazios de um solo estimado pelo MIP não coincide com o valor real da amostra devido a limitações do equipamento. As principais limitações dessa técnica são: a) poros que são acessíveis apenas por meio de poros menores não são detectados até que esses últimos sejam penetrados, superestimando os valores de poros microestruturais; b) a máxima pressão do equipamento pode não ser suficiente para penetrar nos menores poros da amostra; c) a mínima pressão prática do aparato limita o máximo diâmetro a ser detectado.

Pesquisas têm sido desenvolvidas para a utilização dessa técnica na determinação da curva de retenção (Prapaharan e Dempsey, 1985; Hajnos *et al.*, 2006; Hwang *et al.*, 2011) e da condutividade hidráulica do solo (Juang, 1987; Lapierre *et al.*, 1990). Além desses trabalhos citados existem outros mais recentes que estudam também a influência da compactação e o adensamento na estrutura do solo (Otálvaro, 2013; Borges, 2014; Queiroz, 2015)

Para os solos de origem vulcânica as pesquisas encontradas não foram muitas. Ferrari *et al.* (2013) estudaram o solo de origem vulcânica da Costa Rica e relatam que não apresenta mudança na porosidade quando se compacta.

Segundo menciona Borges (2014) em seu trabalho, as curvas de distribuição de poros apresentam dificuldades na hora de analisar os efeitos de carregamentos ou mudanças nos índices de vazios na distribuição dos poros na macroestrutura. Neste sentido Durner (1994) realiza uma modificação que permite analisar de forma adequada aspectos da macro e a

microestrutura do solo. Para este caso a quação de índice de vazios intrudido ( $e_{nw}$ ) pode ser apresentada na equação 2.5:

$$e_{nw} = e_{wM} \left[ \frac{1}{1 + (\alpha_M * (u_a - u_w))^{n_M}} \right]^{m_M} + e_{wm} \left[ \frac{1}{1 + (\alpha_m * (u_a - u_w))^{n_m}} \right]^{m_m} \quad (2.5)$$

onde  $e_{wM}$  é o índice de vazios dos macroporos;  $\alpha_M$  está relacionado ao valor de entrada de ar dos macroporos,  $n_M$  é a inclinação da reta que relaciona umidade e sucção nos macroporos,  $m_L$  é a inclinação da reta que relaciona umidade e sucção na transição,  $e_{wm}$  é o índice de vazios dos microporos;  $\alpha_m$  está relacionado ao valor de entrada de ar dos microporos,  $n_S$  é a inclinação da reta que relaciona umidade e sucção nos microporos e  $m_S$  é a inclinação da reta que relaciona umidade e sucção após o valor de umidade higroscópica do solo. Vale ressaltar que  $m_m$  e  $m_S$  podem ser obtidos a partir de  $n_L$  e  $n_S$ , respectivamente, por meio das Equações 2.6 e 2.7.

$$m_M = 1 - 1/n_M \quad (2.6)$$

$$m_m = 1 - 1/n_m \quad (2.7)$$

## 2.9 - RESUMO DO CAPÍTULO

Neste Capítulo foi apresentada uma revisão bibliográfica dos solos derivados da cinza vulcânica. Foram abordados temas relacionados com: origem, formação, caracterização dos principais minerais que compoem estes solos assim como a sua morfologia. Técnicas mais utilizadas atualmente para a caracterização mineralógica de solos tais como: DRX, FTIR, TG e Espectroscopia Mossbauer, além de identificar algumas propriedades geotécnicas destes solos encontrados por vários pesquisadores em diferentes regiões do mundo.

São apresentados também estudos realizados com a compactação dos solos e as diferentes técnicas de caracterização hidromecânica. Para a análise do comportamento hidromecânico foram abordadas características de algumas das diferentes técnicas que existem tais como: papel filtro, translação de eixos, técnica osmótica e o WP4C, e para a análise do comportamento estrutural foram abordadas as técnicas de caracterização: adsorção e dessorção de nitrogênio, porosimetria por intrusão de mercúrio além da microscopia eletrônica fazendo ênfases na utilização de algumas delas para o estudo em solos derivados de cinzas vulcânicas.

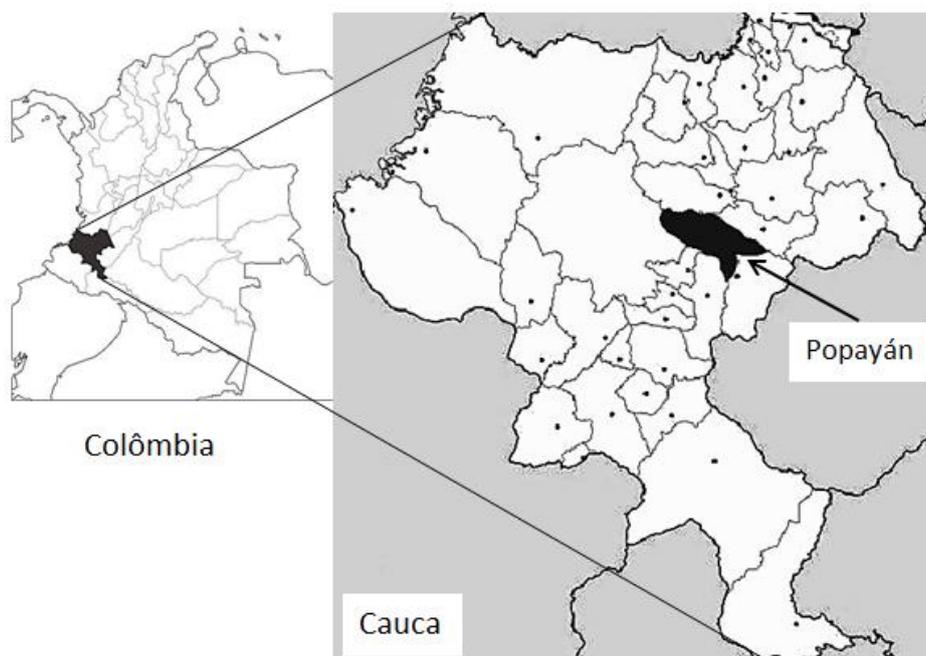
### 3 - MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritas as características do local de coleta das amostras, perfil estratigráfico do solo e a metodologia utilizada no programa experimental desta pesquisa. Comenta-se sobre a forma de preparação das amostras e se definem as técnicas e os equipamentos que serão utilizados para a realização dos ensaios de caracterização físico-químico e para a avaliação do comportamento hidromecânico e estrutural do solo.

#### 3.1 - LOCAL DE COLETA DE AMOSTRAS

O local de coleta da amostra estudada foi Popayán, capital do estado do Cauca na Colômbia (Figura 3.1). esta região pertence à cordilheira ocidental da Colômbia a menos de 80Km do vulcão de Puracé.

O vulcão Puracé teve sua última erupção em março de 1977, e se encontra em estado de repouso. Foi construído sobre rochas vulcânicas de composição intermediária a ácida do Terciário Superior Quaternário e segundo registros geológicos está constituído por intercalações de produtos de lava e piroclásticos de composição andesítica (Pulgarín *et al.*, 1994).



**Figura 3.1** - Localização da área de amostragem. (Mapa Alcaldia de Popayán, 2008).

Segundo Forero-Dueñas *et al.* (1999) a alteração das cinzas vulcânicas depositadas durante as erupções do vulcão na formação do solo em Popayán ocorrida nos últimos 20.000 anos levou

a observar duas sequências de meteorização, a) materiais ricos em Si, Al e Fe ⇒ alofana (horizonte B) ⇒ alofana (horizonte A) ⇒ haloisita hidratada (4H<sub>2</sub>O) ⇒ metahaloisita (2H<sub>2</sub>O) ⇒ caulinita ⇒ latossolo (solo rico em Si, Al e Fe desenvolvidas em regiões tropicais). b) Biotita ⇒ hidromica ⇒ vermiculita ⇒ caulinita ⇒ latossolo.

A descrição do perfil de solos típicos derivados da cinza vulcânica da Colômbia (Modificada de - Lizcano *et al.*, 2006) é apresentada na Tabela 3.1.

**Tabela 3.1** - Descrição do perfil dos solos derivados da cinza vulcânica. (Modificada de - Lizcano e Herrera (2006)).

Profundidade	Descrição do solo
0.0m	Solo amarelo claro, formado aparentemente por partículas de tamanho areia e silte. Têm muita plasticidade quando é remoldado. Apresenta betas de óxidos de ferro.
Poucos metros	Solo café amareladas composto por argilas de alta plasticidade, a partir de sedimentos de cinzas vulcânicas depositadas há mais de 4000 anos.
10-30m	Capas residuais de origem fluvio-vulcânico, meteorizadas dentro de uma matriz geralmente argilosa.

A coleta do solo foi realizada a uma profundidade de 2m no mês de novembro, e foram extraídos 120kg de solo solto, além de um bloco indeformado (Figura 3.2).

A coloração natural do solo é amarela e possui alta plasticidade. Este material pertence à segunda camada do perfil da Tabela3.1.



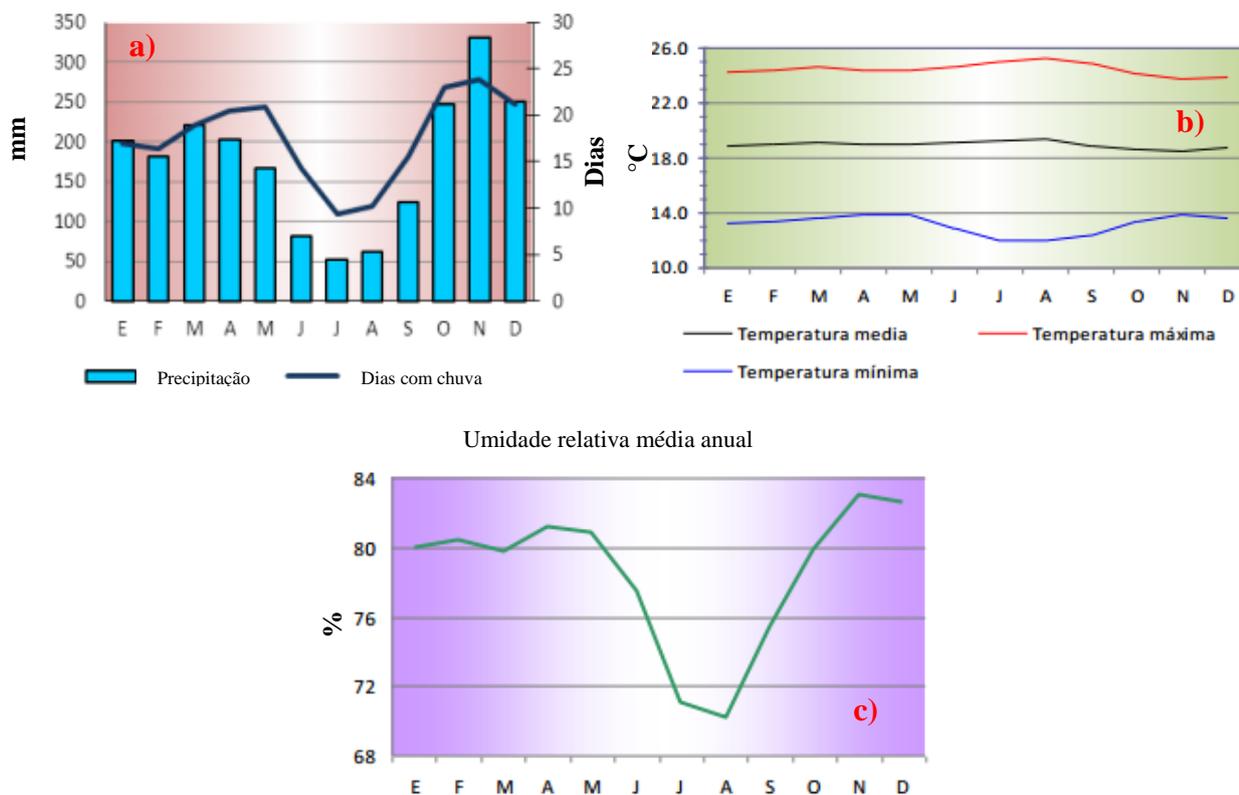
**Figura 3.2** - Bloco indeformado de cinza vulcânica.

### 3.1.1 - Clima e precipitações

Informações de clima e precipitações descritas por Hurtado (2014) mostram que o clima de Popayán é temperado e úmido. A média de chuva total é 2121 mm. Entre os meses de Junho e

Agosto existe uma temporada de seca (Figura 3.3), Novembro e Dezembro são os meses que registram as maiores chuvas (Figura 3.3a). Durante o primeiro semestre do ano chove entre 16 e 20 dias por mês, e os meses mais chuvosos a frequência de chuva pode chegar até 27 dias por mês.

A temperatura média do ano é 18.7 °C, no meio-dia a temperatura varia entre 24 e 25 °C e na manhã entre 12 e 14 °C (Figura 3.3b). A umidade relativa do ar varia entre 70 e 83% sendo maior na época de chuva no segundo semestre do ano (Figura 3.3c).

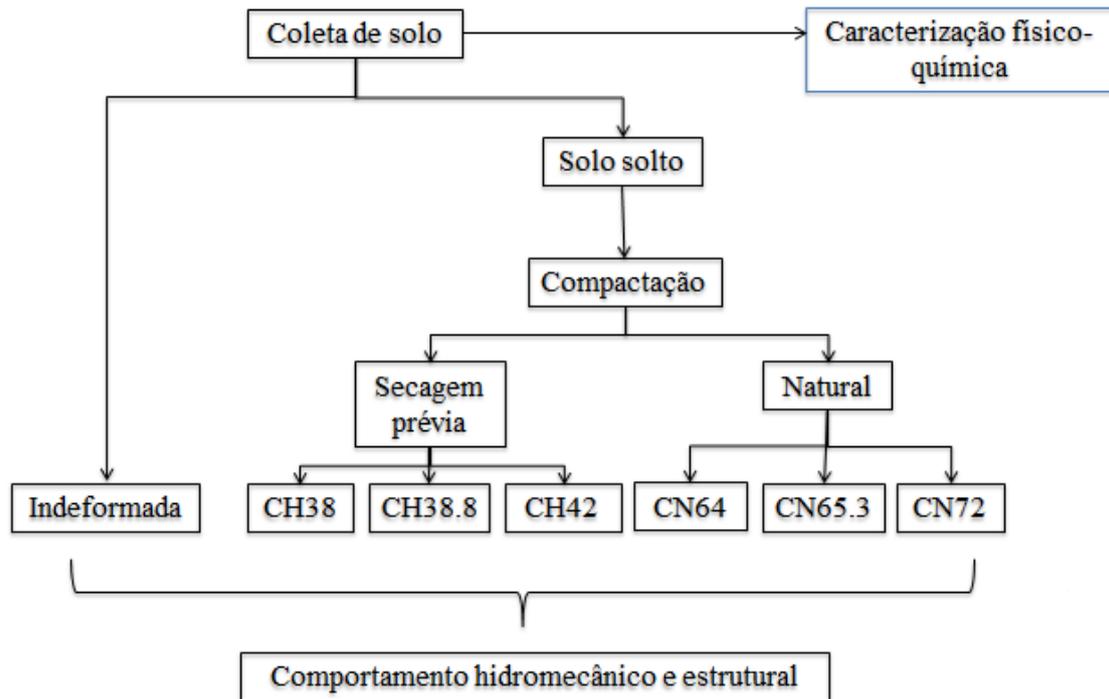


**Figura 3.3-** a) Precipitação média anual; b) Temperatura média anual; c) Umidade relativa média anual de Popayan.

### 3.2 - PROGRAMA EXPERIMENTAL

A Figura 3.4 apresenta o procedimento utilizado nesta pesquisa para a avaliação das propriedades físico-químicas do solo. Podem ser observadas diferentes formas de preparação das amostras para a compactação, assim como os diferentes pontos de trabalho onde será avaliado o comportamento hidromecânico e estrutural do solo.

Em posteriores itens serão explicados os critérios utilizados na definição das formas de preparação das amostras e dos pontos de trabalho.



**Figura 3.4** - Programa experimental desta pesquisa.

A Tabela 3.2 apresenta um resumo das técnicas e equipamentos utilizados na caracterização das amostras definidas na Figura 3.4.

**Tabela 3.2** - Técnicas e equipamentos utilizados para a caracterização físico-química, hidromecânica e estrutural do solo.

<b>Caracterização</b>	<b>Técnicas utilizadas</b>	<b>Equipamento ou utensílios utilizados</b>	<b>Indeformada</b>	<b>CH38</b>	<b>CH38.8</b>	<b>CH42</b>	<b>CN64</b>	<b>CN65.3</b>	<b>CN72</b>
<b>Física</b>	Granulometria (laser e sedimentação com peneiramento)	Granulômetro laser Microtrac S3500	x		x			x	
	LL e LP	Concha de Casagrande	x		x			x	
	Gs	Pentapyc 5200e	x	x	x	x	x	x	x
	DRX	Difratômetro RIGAKU – ULTMA IV	x		x			x	
	Matéria orgânica	Estufa e cápsulas	x						
<b>Química</b>	pH	Medidor de pH marca Thermo Orion	x		x			x	
	Condutividade elétrica	Coductimetro marca HACH sesion 5	x		x			x	
	Composição química	EDX- 720	x						
	TG/DTG	DTG-60H	x		x			x	
	FTIR	VERTEX 70	x		x			x	
	Espectroscopia Mossbauer	Espectrômetro Mossbauer do 57Fe	x		x			x	
	Potencial Z	Zetasizer da empresa Malvern	x		x			x	
<b>Mecânica</b>	Compactação	Cilindros de proctor pequenos	x	x	x	x	x	x	x
	Adensamento saturado	Oedômetros	x	x	x	x	x	x	x
	Cisalhamento direto	Equipamento de corte	x		x		x	x	
<b>Hidráulica</b>	Placa	Base metálica (com cerâmica) e bureta	x	x	x	x	x	x	x
	WP4C	WP4C da Decagon Devices	x	x	x	x	x	x	x
	Translação de eixos	Oedômetros com controle de sucção	x	x	x	x	x	x	x
	Papel filtro	Papel Quanty	x	x	x	x	x	x	x
<b>Estrutural</b>	MIP	Porosimetro de mercúrio marca AutoPore IV 9500	x	x	x	x	x	x	x
	Adsorção de nitrogênio	Porosimetro a gás da série Nova da Quantachrome Instruments	x	x	x	x	x	x	x
	SEM	Microscópio JSM 700 1F, LEICA s440i	x	x	x	x	x	x	x

### 3.3 - CARACTERIZAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DO SOLO

Foram realizados ensaios de caracterização geotécnica que serão divididos em físicos e químicos. A metodologia empregada nos ensaios seguiu as especificações das normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT); as especificações próprias de cada equipamento e a rotina de cada laboratório.

#### 3.3.1 - Caracterização física

Os ensaios de caracterização física foram realizados no Laboratório de Geotecnia e no Laboratório de Geociências da UnB. As propriedades avaliadas são apresentadas a seguir:

- a) Umidade natural e umidade higroscópica ( $w$ , %), realizados de acordo com a norma da NBR 6457/1986;
- b) Massa específica dos sólidos, determinado pela média de três ensaios de acordo com a NBR 6508/1984, sendo utilizados os grãos passados na peneira N° 10 (2mm);
- c) A Gravidade específica ( $G_s$ ), usando o equipamento Pentapyc 5200e do Laboratório de Geotecnia da UnB (Figura 3.5);



**Figura 3.5** - Equipamento Pentapyc 5200e.

- d) Peso específico aparente seco ( $\gamma_d$ ,  $\text{kN/m}^3$ ), calculado pela equação:  $\gamma_d = \gamma / (1+w)$ ;
- e) Índice de vazios ( $e$ );
- f) Grau de saturação ( $S_r$ , %);
- g) Porosidade ( $n$ ), calculada pela equação:  $n = e / (1+e)$ ;
- h) Limite de liquidez pelo método de Casagrande ( $w_L$ , %), determinado graficamente a partir da reta interpolada por 5 pontos, de acordo com a NBR 6459/1984;

- i) Limite de plasticidade ( $w_p$ , %), executando-se 5 determinações, de acordo com a NBR 7180/1984;
- j) Curvas granulométricas do solo por difração de raio laser e ultrassom, realizadas com o equipamento Microtrac S3500 (Figura 3.6);



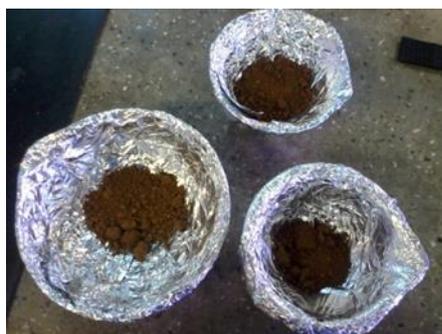
**Figura 3.6** - Granulômetro laser Microtrac S3500.

- k) Curvas granulométricas do solo por sedimentação e peneiramento com água e com defloculante, de acordo com a NBR 7181/1984 (Figura 3.7);



**Figura 3.7** – Granulometria: a) Por peneiramento e b) Por sedimentação.

- l) Determinação da matéria orgânica existente no solo, de acordo com a NBR 13600/1996 (Figura 3.8);



**Figura 3.8** - Matéria orgânica.

m) Identificação da mineralogia do solo utilizando a técnica de Difração de Raio X (DRX) com o difratômetro RIGAKU – ULTMA IV, operando com tubo de cobre e filtro de níquel, do Laboratório de Geociências (Figura 3.9);



**Figura 3.9** - a) Difratômetro RIGAKU – ULTMA IV; b) Centrífuga.

As análises de identificação mineralógica do solo foram realizadas no difratômetro RIGAKU – ULTMA IV, utilizando tubo de cobre e filtro de níquel. No ensaio foi utilizada uma onda com comprimento de  $1,54 \text{ \AA}$  e uma velocidade de varredura de  $0,05^\circ/\text{min}$ . A partir dos difratogramas, os minerais são identificados, com apoio do programa JADE 9.0 da MDI, que dispõem de rotinas de busca automática de espaçamentos interplanares basais e pesquisas de possíveis minerais no banco de dados mineralógicos do International Centre for Diffraction Data (ICDD).

As amostras foram preparadas seguindo o procedimento de Mendes (2013). Para este caso de estudo de amostras totais, o mesmo solo foi analisado em quatro condições diferentes: solo seco na estufa a  $105^\circ\text{C}$ , seco ao ar, solo compactado com secagem ao ar e solo indeformado na condição úmida (umidade 78%). Vale ressaltar que para o ensaio de DRX as amostras têm que estar na condição seca, trituradas e passadas pela peneira N<sup>o</sup>. 200. Porém, a amostra na condição natural úmida somente foi triturada para manter a condição encontrada em campo (Figura 3.10).



**Figura 3.10** - a) Amostra natural; b) Lâmina com separação de argila para a amostra seca ao ar.

O estudo das quatro amostras anteriormente mencionado foi realizado para identificar materiais que são susceptíveis ao processo de secagem como, por exemplo, a haloisita hidratada, alofana, dentre outros. Além disso, avaliar se a temperatura de secagem, ou a energia de compactação influenciam no resultado da caracterização do solo.

Além da análise da amostra total do solo foi realizada a separação de argila da amostra seca ao ar. Essa separação se realiza por dispersão em água destilada, seguida de decantação. Logo a lâmina obtida é submetida à solvatação com etileno-glicol por 12 horas para identificar minerais expansivos como as caulinitas e ilitas, e por último a mesma lâmina é aquecida a uma temperatura de 490°C, em mufla, por 3h 30min (Mendes, 2013).

### **3.3.2 - Caracterização química**

A caracterização química do solo está baseada na realização de ensaios de:

- a) A determinação do pH do solo em água e KCl foi realizada seguindo o procedimento descrito no Manual da EMBRAPA (1997) com o equipamento Thermo Orion, modelo 210.
- b) A condutividade elétrica foi medida com um conductímetro marca HACH sesión 5.
- c) A composição dos elementos químicos do solo foi determinada pelo ensaio de fluorescência de raio X (FRX), com o auxílio do equipamento EDX- 720, do Laboratório de Catálise (LAB-CAT) da Universidade de Brasília. O procedimento de preparação adotado foi similar ao desenvolvido no DRX para a análise de amostra total, os detalhes podem ser consultados em Borges (2011).
- d) A análise termogravimétrica do solo (TG) é uma técnica que mede a variação da massa quando é submetida ao processo de aquecimento em atmosfera (inerte) controlada. Para este caso de estudo essa perda de massa foi medida com o equipamento DTG-60H do Laboratório de Química da UnB (Figura 3.11), com temperatura de varredura de 25 até 900 °C, com razão de aquecimento de 10°C/min em atmosfera de nitrogênio. A partir da variação da perda de massa com o aquecimento são construídas curvas TG.

A amostra analisada foi extraída do bloco indeformado com umidade natural. Esta amostra não precisa de preparação prévia.



**Figura 3.11** - Equipamento DTG-60H.

e) Para complementar os ensaios de identificação mineralógica e para identificar nanopartículas decidiu-se realizar o ensaio de espectroscopia de infravermelho (FTIR), utilizando o equipamento VERTEX 70 do Laboratório de Física da UnB (Figura 3.12a).

A análise foi realizada com uma amostra extraída do bloco indeformado. A preparação dessa amostra começou pela secagem prévia do solo ao ar até atingir a umidade higroscópica. Em seguida foi destorroada e peneirada utilizando a peneira #200. Após esse procedimento 1g de solo foi misturado com 5g KBr para o preparo das pastilhas (Figura 3.12b).

O equipamento tem incorporado um programa que oferece os espectros de absorvância para cada número de onda, que identifica pela longitude da onda os diferentes minerais existentes.



**Figura 3.12** - a) Equipamento VERTEX 70 para a espectroscopia infravermelha; b) Prensa para confecção da pastilha de KBr.

f) As medidas de espectroscopia Mossbauer realizadas no Laboratório de física da UnB foram utilizadas para investigar as formas químicas do ferro presente nas amostras, o percentual de

cada fase, a cristalização das fases, e o estado de oxidação do ferro. Os espectros foram obtidos com um espectrômetro Mossbauer do  $^{57}\text{Fe}$ , realizados por Transmissão em espectrômetro, com uma fonte radioativa contendo o isótopo de  $^{57}\text{Co}$  inserido na matriz do ródio, com atividade da fonte de 15 mCi. As medidas foram feitas em temperatura ambiente. A velocidade do espectrômetro foi determinada tomando como referência o Fe metálico.

A análise foi realizada com uma amostra extraída do bloco indeformado, outra amostra indeformada seca ao ar, além de uma amostra compactada seca ao ar. A amostra além de sofrer o processo de secagem, foi passada pela peneira N<sup>o</sup>. 200.

g) O Potencial Zeta (pZ) representa a diferença de potencial da superfície da partícula e o potencial do fluido é utilizado para verificar a existência de nanopartículas no material. Este parâmetro foi determinado utilizando o equipamento Zetasizer da empresa Malvern, existente no Laboratório de Biologia da UnB (Figura 3.13a).

A análise foi realizada com uma amostra extraída do bloco indeformado, outra amostra indeformada seca ao ar, além de uma amostra compactada seca ao ar. A preparação da amostra começou pela secagem do solo na estufa a 105°C por 48h, peneiramento na peneira N<sup>o</sup>. 200. Em seguida 0,5g desse material foi misturado com 50mL de água destilada (Figura 3.13b), extraíndo o material diluído com uma pipeta que coloca a diluição no equipamento. Este equipamento tem incorporado um programa que oferece os resultados em folhas de Excel.



**Figura 3.13** - a) Equipamento Zetasizer, medidor do Potencial Zeta (pZ); b) Preparação das amostras.

### **3.4 - COMPACTAÇÃO DO SOLO DERIVADO DA CINZA VULCÂNICA DE POPAYÁN**

Como foi observado no Capítulo 2, os solos derivados de cinzas vulcânicas são sensíveis ao processo de secagem, por este motivo decidiu-se preparar as amostras de duas formas:

1) A primeira forma de preparação da amostra foi de acordo com o procedimento normalizado na NBR 6457 (1986), secando o solo ao ar e depois destorroando. Após a secagem do material o mesmo foi passado pela peneira #10 (2,0 mm) seguindo a metodologia proposta por Silva (2009), e realizou-se o umedecimento das amostras até atingir a umidade desejada. O material foi homogeneizado por 24h e logo compactado seguindo o procedimento descrito na NBR 7182 (1986), com a energia correspondente ao Proctor Normal nos moldes pequenos de 101,5mm de diâmetro e 116,43mm de altura.

2) A segunda forma de preparação das amostras consistiu na secagem do solo ao ar gradualmente, partindo da condição natural úmida (condição em campo) até atingir as umidades desejadas. Após a secagem, foi realizado o peneiramento na peneira #10 (2,0 mm) e compactado, utilizando a energia correspondente ao Proctor Normal (NBR 7182, 1986), nos mesmos moldes definidos anteriormente. Para realizar o controle da umidade das amostras foi determinada a umidade antes e depois do peneiramento. É importante ressaltar que, durante o peneiramento o solo perdeu aproximadamente 2% de umidade.

Dos resultados obtidos nas curvas de compactação, foram definidos os pontos de trabalho desta pesquisa. Serão utilizados três pontos por cada curva de compactação com o Proctor Normal: um ponto no ramo seco (95% da densidade seca ótima, CH38 e CN64), ponto com umidade ótima (CH38.8 e CN65.3), e outro ponto no ramo úmido (95% da densidade seca ótima, CH42 e CN72). As amostras com a mesma densidade seca terão o mesmo índice de vazio.

Para a preparação dos cilindros compactados foram reproduzidos os mesmos índices de vazio e densidades secas obtidas com a energia de Proctor Normal, utilizando a energia estática. A prensa utilizada para a compactação estática foi a do ensaio CBR Marshall existente no Laboratório, utilizando o cilindro pequeno de 1000cm<sup>3</sup> colocando o solo em três camadas. Foi utilizada a mesma velocidade e a mesma tensão de compactação para todas as amostras (Figura 3.14).

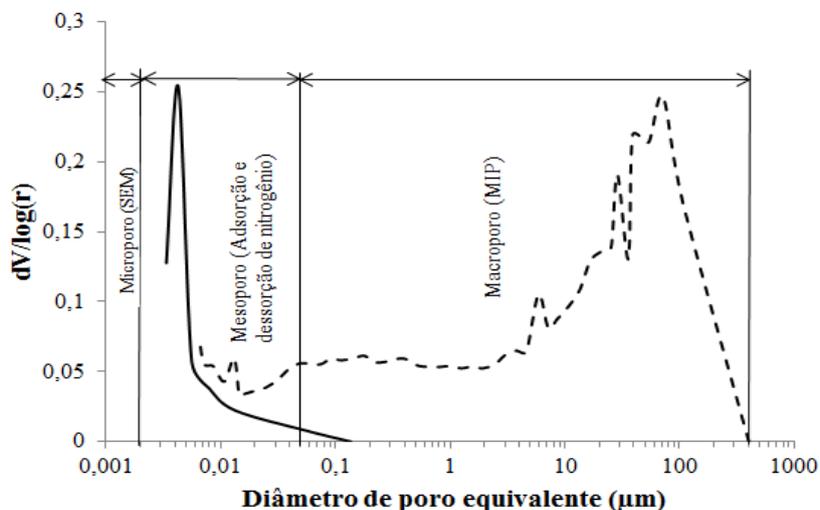


**Figura 3.14** - Compactação do solo utilizando energia estática (prensa de CBR e amostra compactada).

Segundo os estudos realizados por Camapum de Carvalho *et al.* (1987), a compactação estática proporciona uma maior repetitividade das propriedades dos solos e ainda se ajusta ao comportamento dos solos compactados em campo. Além disso, Queiroz (2015) em seu trabalho avalia os índices de vazios das diferentes amostras compactadas para o ensaio de papel filtro e as variabilidades dentro da amostra, e concluiu que, esse método é satisfatório porque apresenta coeficientes de variação menores de 10%.

### 3.5 - COMPORTAMENTO ESTRUTURAL

Como foi mencionado no Capítulo 2, IUPAC (1997) classificou os poros em macro, meso e microporos. Baseados nesta classificação, na Figura 3.15 são apresentadas as diferentes técnicas utilizadas nesta pesquisa para caracterizar quantitativa e qualitativamente cada faixa de tamanho de poro.



**Figura 3.15** - Distribuição das diferentes técnicas utilizadas para a caracterização estrutural do solo.

Os microporos foram identificados por meio de ensaios de microscopia eletrônica de varredura (SEM) no Laboratório da ELETROBRAS Furnas com o equipamento LEICA s440i e no Laboratório de Biologia da UnB com o equipamento JSM 700 1F (ver Figura 3.16), sendo este último um equipamento mais moderno, que oferece imagens com melhor qualidade.



**Figura 3.16** - Microscópio eletrônico de varredura (SEM).

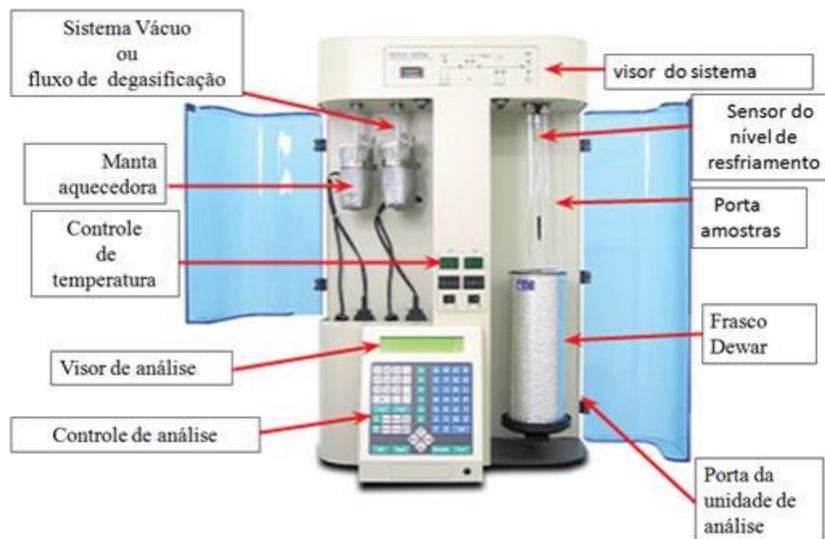
A preparação das amostras para a realização do SEM em Furnas (pontos com umidades ótimas das curvas de compactação) foi realizada com separação de argila e com secagem da amostra até a umidade higroscópica. Da separação de argila o material foi colocado em uma lâmina, com secagem ao ar e posterior metalização.

Os ensaios de SEM feitos no Laboratório de Biologia tiveram outra forma de preparação da amostra, 50g de solo seco de cada amostra compactada com os diferentes índices de vazios foram passadas pela peneira com abertura de malha de 0,075mm. O material obtido foi colocado em pequenos cilindros (ver Figura 3.17) e submetidos a um processo de metalização com cobre e colocadas dentro do equipamento para fazer o vácuo e posteriormente a análise. Este ensaio foi realizado para todos os pontos de trabalho.



**Figura 3.17**- Preparação de amostras compactadas para o ensaio de SEM.

Para avaliar a mesoestrutura foi empregada a técnica de adsorção e dessorção de nitrogênio, utilizando o porosímetro por adsorção e dessorção de nitrogênio Nova 2200e da Quantachrome instrument, existente no Laboratório de Geotecnia (ver Figura 3.18). Cabe ressaltar, que o aparelho da serie Nova da Quantachrome Instruments utilizado nesta pesquisa determina poros com diâmetro de 3,5 Å podendo chegar até 2.000 Å.

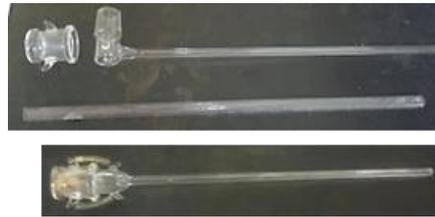


**Figura 3.18** - Características do porosímetro por adsorção e dessorção de nitrogênio Nova 2200e da Quantachrome Instrument (Farias, 2012).

Para a realização do ensaio as amostras (indeformada, compactadas e adensadas) foram preparadas fora do equipamento extraindo pequenos cubos de aproximadamente 7mm, do cilindro compactado, colocado na estufa por 7 dias, a uma temperatura de 105 °C. Em seguida foi realizado o processo de congelamento com nitrogênio líquido (-195° C) e secagem em estufa a vácuo (Figura 3.21), processo semelhante ao realizado para o ensaio de MIP.

Os porta-amostras (Figura 3.19) são inseridos na unidade de adsorção (lado direito do equipamento), imersos em nitrogênio líquido, mantidos em um frasco Dewar (isolante térmico), que os resfria, a uma temperatura de 77 K até o final da análise. O equipamento é conectado a um computador e com o programa NovaWin é determinada a porosidade e a superfície específica dos solos. Esse programa gera automaticamente duas curvas: uma de adsorção e outra de dessorção em função da variação de pressão; com base nessas curvas o próprio programa faz os cálculos pelo método de Brunauer, Emmett e Teller (BET) para a obtenção da superfície específica. Para determinar a porosidade dos intra-agregados, foi

empregado o método de Barrett, Joyner e Halenda (BJH) que modelam considerando a geometria cilíndrica dos poros (Quantachrome Instruments, 2008; Farias, 2012).



**Figura 3.19** - Porta-amostras utilizado para os ensaios de adsorção e dessorção de nitrogênio.

Com a porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP) é possível avaliar a macroestrutura e também a mesoestrutura. Para esta pesquisa o porosímetro de intrusão de mercúrio utilizado foi AutoPore IV 9500 Micromeritics Instrument Corporation, disponível no Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da Universidade dos Andes, mostrado na Figura 3.20.



**Figura 3.20** - Equipamento AutoPore IV 9500 Micromeritics Instrument Corporation da Universidade dos Andes.

As amostras foram extraídas dos cilindros compactados e do bloco indeformado, moldadas em formato cúbico de aproximadamente 1cm de lado. As amostras foram secas utilizando o processo com nitrogênio líquido ( $-195^{\circ}\text{C}$ ), e estufa a vácuo (Figura 3.21), existente no Laboratório por 16h a  $60^{\circ}\text{C}$ . Este ensaio foi realizado para todos os pontos definidos no item 3.2.



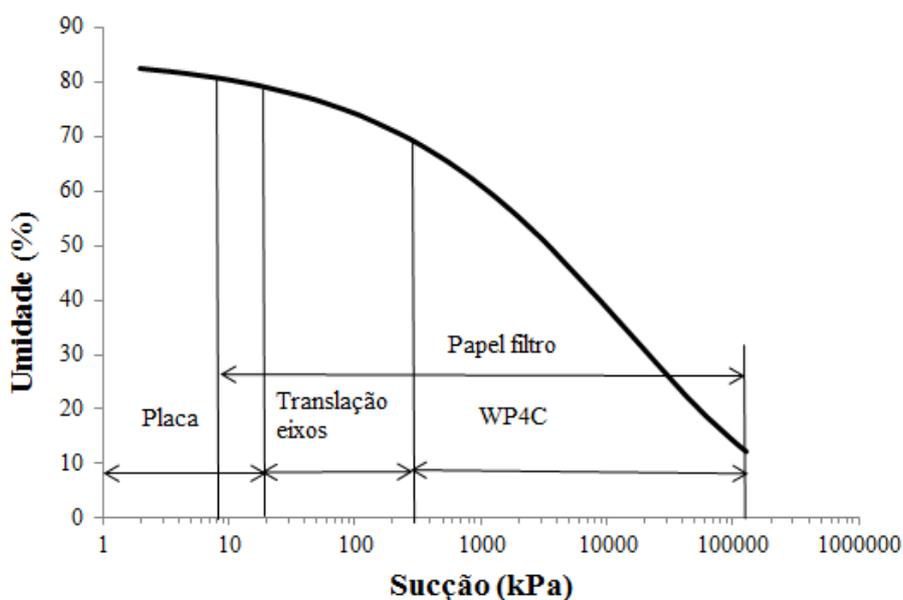
**Figura 3.21-** Estufa de vácuo.

### 3.6 - COMPORTAMENTO HIDROMECÂNICO

As curvas de retenção de água do solo auxiliam a definição do comportamento hidráulico do solo. A determinação destas curvas foi realizada utilizando diversos métodos tais como: placa de sucção, oedométricos com controle de sucção, WP4C e o ensaio do papel filtro, descritos no Capítulo 2. Para o estudo do comportamento mecânico foram realizados ensaios de adensamento saturados e cisalhamento simples.

#### 3.6.1 - Comportamento hidráulico do solo (curva de retenção da água)

Para a determinação da curva de retenção da água foram utilizados vários métodos. A Figura 3.22 apresenta a distribuição dos métodos para cada faixa de sucção.



**Figura 3.22 -** Distribuição dos métodos para as diferentes sucções.

O ensaio da placa de sucção para trajetórias de secagem, como foi observado em itens anteriores, foi realizado para medir as sucções entre 1 e 17 kPa. Um anel de aço de dimensões 2,5cm de diâmetro e 1,0cm de altura, foi cravado no cilindro compactado. A amostra é saturada e colocada na base da placa (previamente saturada). Então a altura relativa da bureta, com relação à placa, é ajustada para gerar estágios de sucção de 1, 3, 5, 7, 10, 12 e 15kPa.

A técnica de translação de eixos mencionada em itens anteriores, foi utilizada para as faixas de sucções entre 20 e 300kPa (Figura 3.23a). O solo foi moldado em um anel de aço de dimensões 6,5 de diâmetro por 2cm de altura saturado colocado na base (Figura 3.23b) para aplicação das sucções de 20, 50, 100, 150 e 200kPa.



**Figura 3.23** - a) Oedómetro com controle de sucção; b) Base do equipamento de translação de eixos.

O outro método utilizado para a caracterização hidráulica foi o WP4C (Figura 3.24a) mencionado em itens anteriores, que toma valores de sucções entre 40 e 300Mpa. Para esse caso foram feitas duas amostras para cada ponto de trabalho.

As amostras foram moldadas em um anel de 5cm por 0,5cm, colocadas no porta amostras (Figura 3.24 b) do equipamento, para realizar as leituras correspondentes, de acordo com o procedimento descrito por Decagon Devices (2010). A trajetória seguida para obter cada curva foi a de secagem, seguida por molhagem por gotejamento com o intuito de determinar a histerese do solo para cada ponto estudado.



**Figura 3.24** - a) Potencial meter WP4C; b) Porta amostras com as amostras.

Com a combinação dos métodos foram obtidas sete curvas de retenção, que serão apresentadas no capítulo dos resultados, que evidenciam como a mudança na umidade e no índice de vazios varia a capacidade de armazenamento da água no solo. As curvas obtidas foram ajustadas utilizando as equações propostas por Durner (1994) e mencionada no Capítulo 2.

Além dos métodos mencionados anteriormente se utilizou o ensaio do papel filtro empregando a metodologia da ASTM D5298/92 com as modificações sugeridas por Marinho (1995), e algumas alterações propostas por Grau (2014):

- As amostras foram retiradas do solo compactado utilizando-se cilindros vazados de aço com diâmetro de 50 mm e altura de 25 mm. Para evitar a perturbação da amostra, uma das extremidades do cilindro é biselada;
- Foram colocados os papéis filtros, três sobrepostos, para a determinação da sucção matricial. O primeiro deles colocado em contato direto com o corpo de prova. O papel filtro central é de diâmetro menor, e apenas o primeiro entra em contato direto com o solo e é passível de contaminação por este. Os outros dois papéis são usados para determinar a sucção do corpo de prova;
- O conjunto foi envolvido com uma camada de filme plástico e uma camada de papel alumínio, preso com fita adesiva colocado em uma caixa de isopor e levado para câmara úmida por um período mínimo de 15 dias;
- Após 15 dias, os papéis filtros foram removidos com uso de pinça e posteriormente pesados, sendo que para a sucção matricial pesou-se o papel filtro intermediário, pois o que estava em contato com a amostra apresentava fragmentos que poderiam interferir no peso e posteriormente no resultado do ensaio.

- Após a pesagem os papéis filtros foram colocados para secar em estufa a 105°C por cerca de 2 horas.

Para a determinação dos valores de sucção matricial foram utilizadas as Equações 2.1 e 2.2, porque o papel utilizado nesta pesquisa foi Quaty.

Este método de determinação da sucção foi utilizado somente para os pontos CN65.3 e CH38.8. Foram moldados 15 corpos de 50 mm e altura de 25 mm para a determinação de cada curva, esses corpos foram colocados com as umidades desejadas.

Além da determinação das diferentes curvas de retenção foram realizadas as medidas de contração volumétrica do solo com o objetivo de correlacionar o grau de saturação das amostras com a sucção medida. Foram moldadas as amostras indeformadas e compactadas em anéis de aço de dimensões 2,5cm de diâmetro e 1,0cm de altura. Secaram-se as amostras por uma hora diariamente e em seguida foram colocadas em um dessecador por 24h para estabilização da umidade. Posteriormente, com o auxílio de um paquímetro, foram feitas as medidas das dimensões das amostras e calculado a variação do volume.

### **3.6.2 - Comportamento mecânico**

O comportamento mecânico será definido por meio dos seguintes ensaios:

- a) Adensamento unidimensional saturado (NBR 12007, 1990);

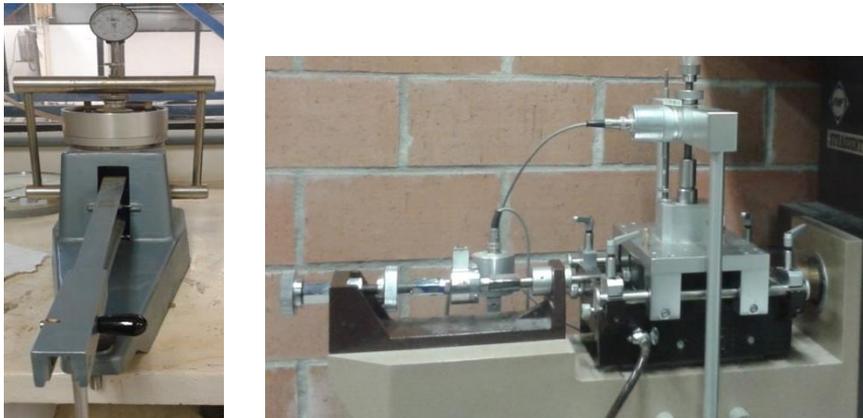
Foram realizados ensaios de adensamentos unidimensional (Figura 3.25a) para os pontos definidos anteriormente, utilizando as prensas convencionais do Laboratório de Geotecnia da UnB, carregando o solo por 24h nos diferentes estágios a seguir: 12.5, 25, 50, 100, 200, 400, 800 e 1200 kPa e descarregando em três etapas.

Além dos ensaios convencionais onde o carregamento é mantido por 24h foram realizados ensaios de adensamentos onde os carregamentos foram mantidos por 48h, de modo a verificar a existência de deformações secundárias.

- b) Cisalhamento direto.

Os ensaios de cisalhamento direto foram realizados no equipamento do Laboratório de Mecânica dos Solos da EPFL (Figura 3.25b), colocando tensões de 50, 100, e 150kPa com

uma velocidade de cisalhamento de 0,1mm/min, em uma caixa de 2cm de altura e 6cm de largura.



**Figura 3.25** – a) Equipamento de adensamento; b) Equipamento de cisalhamento direto.

### **3.7 - RESUMO DO CAPÍTULO**

Neste capítulo foram apresentadas as características do solo objeto de estudo, que é de origem vulcânica da região de Popayán na Colômbia. Se descreve a metodologia empregada na execução do programa experimental, que especifica os diferentes processos de preparação das amostras, a caracterização físico-química, a caracterização mecânica que compreendeu os ensaios de compactação do solo, adensamento e cisalhamento. Para a determinação da curva de retenção utilizou-se a placa de sucção, translação de eixos, WP4C e o papel filtro. A caracterização estrutural será realizada com o auxílio do MIP para os macroporos, adsorção e desorção de nitrogênio para os mesoporos e o SEM para os microporos.

## 4 - ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

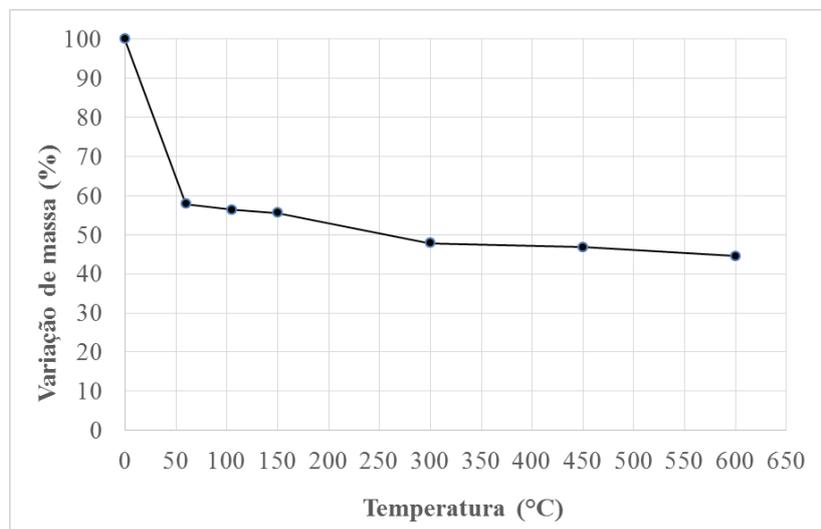
Neste Capítulo são apresentados os resultados da caracterização físico-química, hidromecânica e estrutural, sendo analisado e discutido o comportamento do solo em estado indeformado e para os diferentes pontos de solo compactado com as umidades correspondentes.

### 4.1 - CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E CLASSIFICAÇÃO DO SOLO

Os resultados da caracterização físico-química do solo foram divididos em duas partes, sendo a primeira a caracterização física, e a segunda a caracterização química. Em ambas se mostram os resultados dos procedimentos descritos no Capítulo 3.

#### 4.1.1 - Caracterização física

O primeiro teste realizado à cinza vulcânica foi a análise de umidades a diferentes temperaturas, para determinar possíveis mudanças na condição do material com o aumento da temperatura. Assim, a mesma amostra de solo foi colocada a diferentes temperaturas de secagem: 60°, 105°, 150°, 300°, 450° e 600°. Os resultados são apresentados na Figura 4.1.



**Figura 4.1** - Análise do teor de umidade a diferentes temperaturas.

Nota-se que, ocorre a perda de massa com o aumento da temperatura, o que pode indicar a presença de matéria orgânica e mudanças na estrutura do material. Isso dificulta a determinação da umidade do solo, uma vez que não é possível, a partir desse resultado saber se a água extraída pelo processo de aquecimento é água “livre” ou água da estrutura. Se for

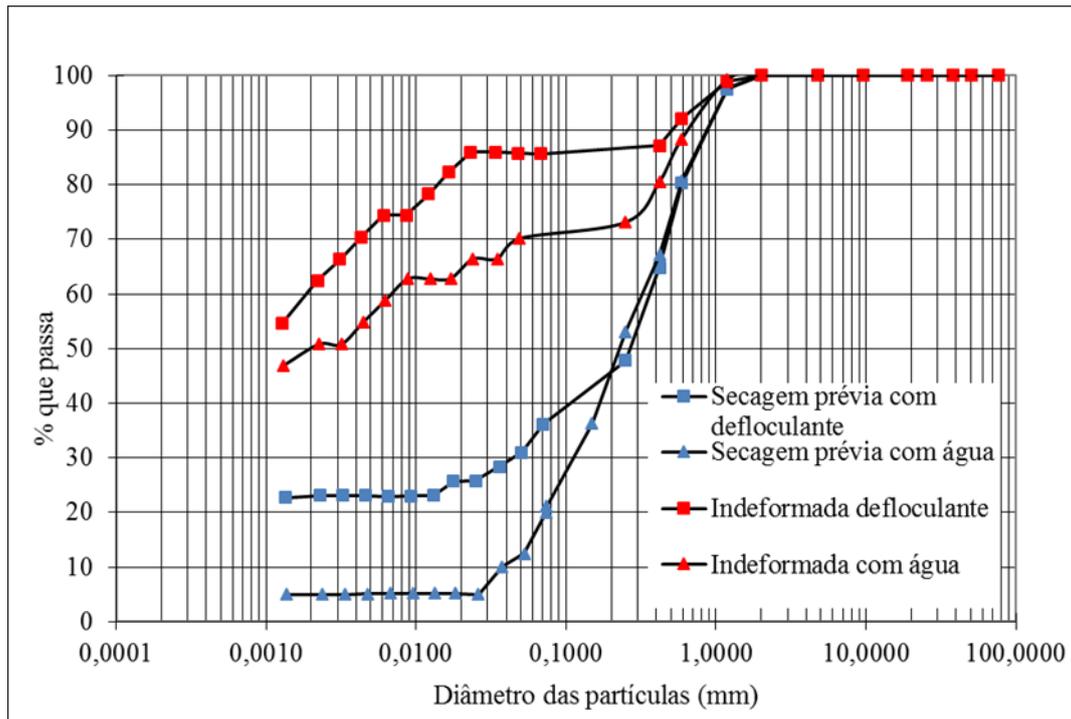
considerada a temperatura da norma (determinada para temperaturas de 105°C), a umidade natural do solo foi de 78%.

Foram realizadas também análises de teor de umidades mantendo a amostra com temperatura constante de 60° por quatro dias consecutivos. Foram medidas as umidades do primeiro, segundo e último dia, não havendo variação significativa da leitura (menos de 2%) ao longo dos quatro dias do ensaio. Assim concluiu-se que o tempo de exposição ao calor não levava a mudanças significativas da massa. Nestas condições, o valor de umidade obtido foi de 74,58%.

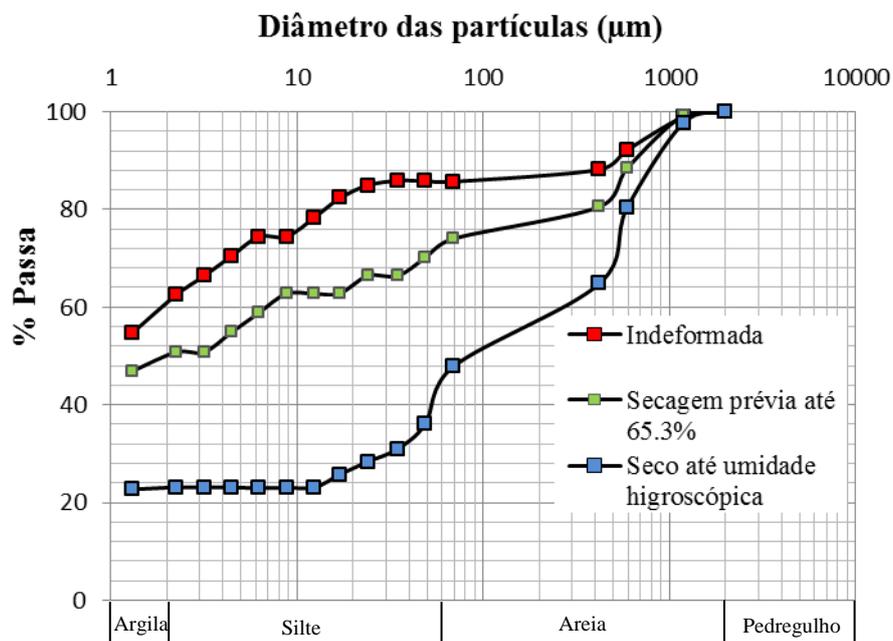
A massa específica dos sólidos foi obtida por meio dos procedimentos descritos na NBR 6508 (1984) sendo igual a 2,56 g/cm<sup>3</sup>. Além disso, a gravidade específica determinada no pentapícnometro foi de 2,59. Estes resultados foram similares aos obtidos por Forero-Dueñas *et al.* (1999) e Lizcano *et al.* (2006).

A Figura 4.2 apresenta as curvas granulométricas por ensaios de sedimentação (com água e com defloculante) e peneiramento do solo com diferentes formas de preparação das amostras, com secagem prévia até a umidade higroscópica e amostra úmida. E a Figura 4.3 mostra também a determinação da curva granulométrica por ensaios de sedimentação e peneiramento do solo para a amostra com secagem prévia até a umidade ótima de compactação 65,3% (posteriormente serão apresentados os resultados da compactação do solo). As distribuições apresentam uma diferença considerável quando é utilizado o defloculante. O processo de secagem prévia da amostra gera agregação das partículas em pacotes maiores. Quando comparados os resultados da amostra “Indeformada” e da amostra “Seco até umidade higroscópica”, observa-se que, enquanto na primeira há predomínio da fração silte, na última essa fração diminui e há predomínio da fração argila.

Estas curvas granulométricas permitem também classificar o solo pelo Sistema Unificado de Classificação de Solos (SUCS). Considerando a amostra que foi preparada com secagem prévia e sedimentação com água, o material é classificado como SW (areia bem graduada) e o material com sedimentação com defloculante é classificado como SM (areia com finos). Para as amostras indeformada e com secagem até a umidade de 65,3%, mais de 50% do solo passa pela peneira #200 indicando a presença de um solo fino. A classificação deste tipo de solo precisa além da granulometria dos limites de liquidez e plasticidade, resultados que serão apresentados posteriormente.



**Figura 4.2** - Curvas granulométricas por sedimentação e peneiramento com água e com defloculante.



**Figura 4.3** - Granulometria por sedimentação para diferentes formas de preparação das amostras.

A Tabela 4.1 apresenta as quantidades de argila, silte e areia das amostras ensaiadas. A diferença nas curvas é um indicativo da presença de agregações no solo, neste caso, devido à união de partículas com tamanho silte e argila para formar grãos com tamanho de areia.

É possível observar que na medida que aumenta a intensidade de pré-secagem da amostra, diminui a quantidade de argila e silte e aumenta significativamente a quantidade de areia. Esta variação na granulometria com a secagem da amostra foi observada também por Wesley (1973) para os solos de origem vulcânica da Nova Zelândia.

**Tabela 4.1** - Percentuais de argila, silte e areia das amostras com diferente grau de secagem.

<b>Técnica</b>	<b>Amostras</b>	<b>Argila (%)</b>	<b>Silte (%)</b>	<b>Areia (%)</b>
Sedimentação e peneiramento	Indeformada com água	50	22	28
	Indeformada com defloculante	62	24	14
	Secagem prévia até 65,3%	51	19	30
	Seco até umidade higroscópica com água	5	14	81
	Seco até umidade higroscópica com defloculante	23	22	52

Foram realizados ensaios de limites de liquidez e plasticidade seguindo os procedimentos descritos nas NBR 6459 (1984) e na NBR 7180 (1984), com o solo nas mesmas condições anteriormente mencionadas. Os resultados dos ensaios são apresentados na Tabela 4.2.

**Tabela 4.2** - Valores de limite de liquidez e plasticidade.

<b>Amostras</b>	<b>Característica</b>	<b>Valor (%)</b>
Indeformada (natural)	Teor de umidade inicial	78
	Limite de liquidez	100
	Limite de plasticidade	79
	Índice de plasticidade	21
Secagem prévia até 65,3%	Teor de umidade inicial	65,3
	Limite de liquidez	93
	Limite de plasticidade	83
	Índice de plasticidade	13
Seco até umidade higroscópica	Teor de umidade inicial	7,7
	Limite de liquidez	-
	Limite de plasticidade	-
	Índice de plasticidade	Não plástico

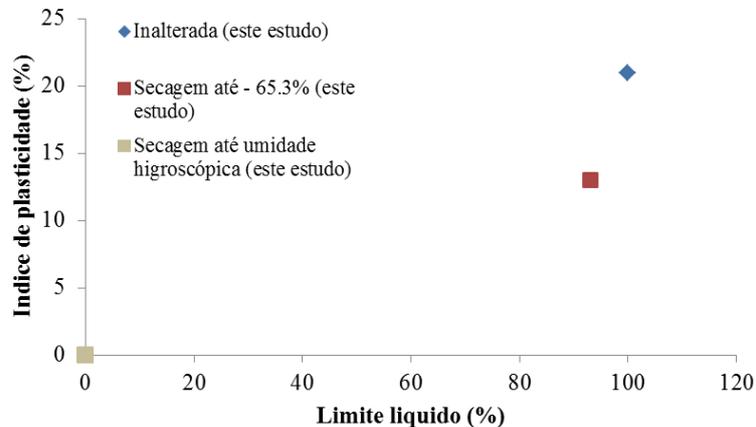
Segundo os resultados apresentados na Tabela 4.2, o solo em seu estado natural e com secagem prévia até a umidade de 65,3%, pode ser classificado como MH-OH (silte de alta plasticidade) pelo Sistema Unificado de Classificação de Solos (SUCS), enquanto os resultados da tabela também indicam uma mudança significativa na estrutura quando seco previamente, mudando de altamente plástico a não plástico. Posteriormente os resultados da análise mineralógica ajudarão a interpretar e entender melhor a grande mudança no solo.

As classificações apresentadas anteriormente mostram que a secagem das amostras até a umidade higroscópica afeta a granulometria mudando a classificação do solo, passando de um silte de alta plasticidade para areia bem graduada.

Uma hipótese sobre essa grande mudança nos índices de plasticidade e granulometria é que o processo de secagem pode levar a mudança nas características de algum mineral.

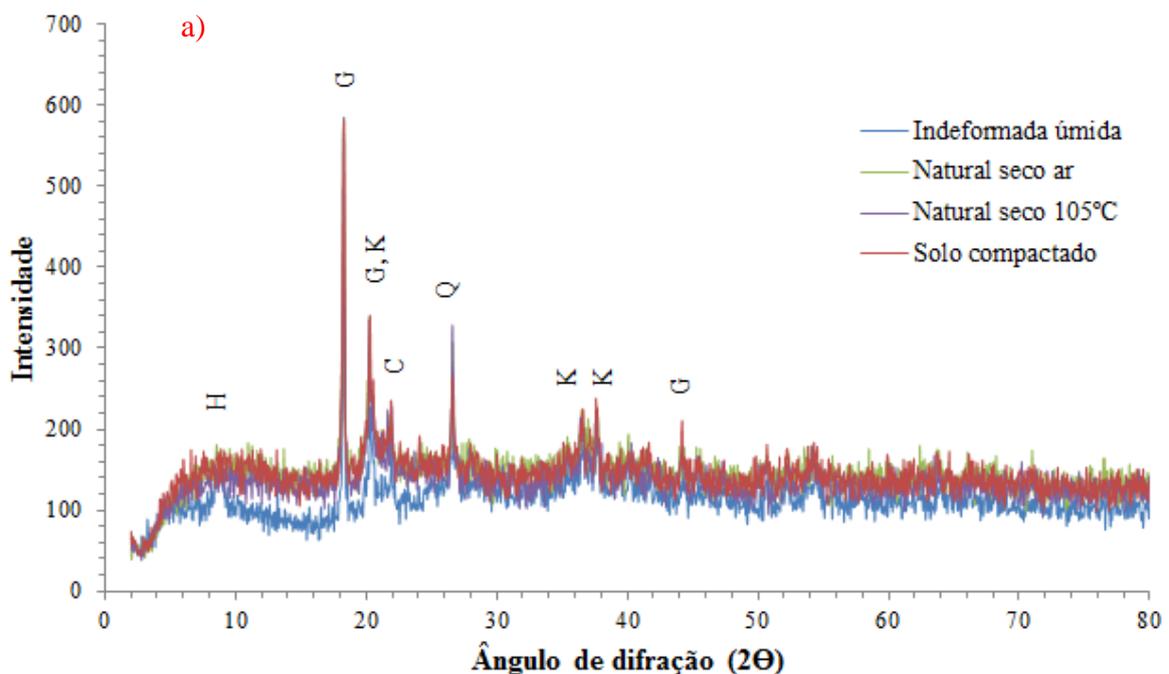
Posteriormente, os resultados da análise mineralógica serão apresentados e ajudarão a interpretar e entender melhor porque o comportamento do solo é tão afetado pela secagem.

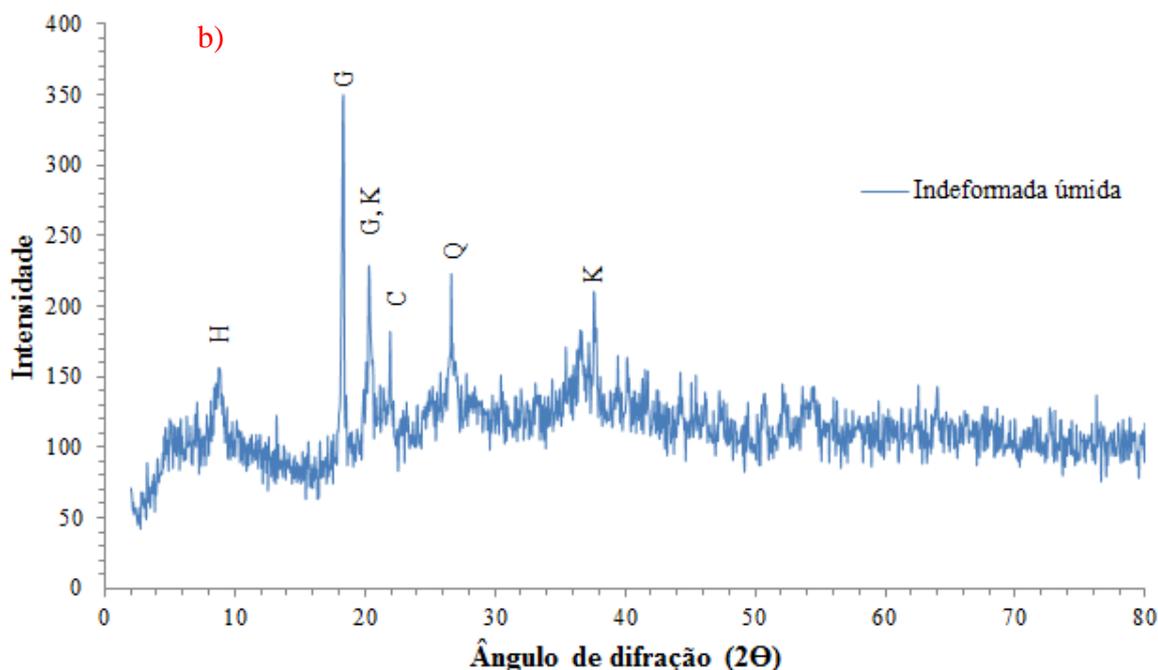
A Figura 4.4 mostra os valores de limites de liquidez e plasticidade obtidos neste estudo. Pode-se observar que o grau de pré-secagem da amostra diminui a plasticidade.



**Figura 4.4** - Valores de limite de liquidez e plasticidade do estudo e os obtidos por vários autores.

A caracterização mineralógica do solo, como foi mencionada no Capítulo 3, foi realizada utilizando a técnica de DRX. Na Figura 4.5a se apresentam os resultados das análises das amostras totais nas diferentes condições, e na Figura 4.5b foi separada a amostra indeformada úmida.





**Figura 4.5** - Difratomogramas das amostras e tipos de minerais que compõem o solo. a) Amostras indeformadas, secas ao ar, secas na estufa e compactada seca ao ar; b) Amostra indeformada úmida. H: Halóisita, G: Gibbsita, C: cristobalita, Q: quartzo e K: Caulinita.

Na amostra natural úmida aparece a halóisita hidratada ( $d=10\text{Å}$ ,  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), que desaparece quando passa da condição natural úmida para a condição seca. As amostras secas ao ar,  $105^\circ\text{C}$  de temperatura e compactadas secas ao ar, não apresentam diferenças nos difratogramas, concluindo-se que a pré-secagem das amostras é o que leva à mudança na estrutura mineralógica do solo.

Os minerais identificados neste estudo são: a gibbsita ( $d=4,84\text{Å}$ ,  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), quartzo ( $d=3,34\text{Å}$ ,  $\text{SiO}_2$ ), a cristobalita ( $d=4\text{Å}$ ,  $\text{SiO}_2$ ), e a caulinita ( $d=7,2\text{Å}$ ,  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ). A caulinita não mostra muita intensidade no seu pico principal ( $d=7,2\text{Å}$ ) o que indica que ela está mal cristalizada com desordem no eixo b (Hildebrando *et al.*, 2009). Estes resultados são semelhantes aos obtidos por Wesley (1973); Lizcano *et al.* (2006); Bordeepong *et al.* (2011); Yuan *et al.* (2012) e Falcón *et al.* (2015).

A desidratação da halóisita na cinza vulcânica pode ser a explicação da grande diferença nas propriedades físicas destes solos, como por exemplo, os limites de plasticidade e liquidez, a diferença na granulometria, a classificação do solo, além de afetar as fortes ligações entre partículas (Wesley, 1973, 2009, 2014; Nanzzyo *et al.*, 1989; Tadashi Akahashi e SHoji, 2002).

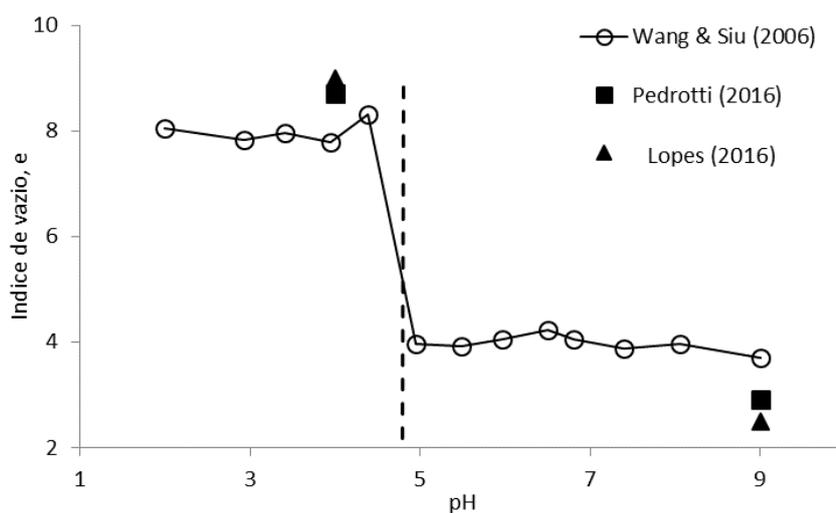
Porém, este fato deve ser melhor investigado, uma vez que outros fatores podem levar a fenômenos semelhantes, tais como a presença de matéria orgânica.

Este resultado ainda não é conclusivo, pois a haloisita não aparece na amostra seca e o pico em  $d=10 \text{ \AA}$  pode estar relacionado a outros minerais não identificáveis pela técnica de XRD. Muitos pesquisadores recomendam realizar ensaios de espectroscopia infravermelha (FTIR), análise termogravimétrica (TG) e Espectroscopia Mossbauer, para confirmar a presença da haloisita (Parfitt e Furkert, 1980; Parfitt *et al.*, 1983; Adamo *et al.*, 2001; Levard *et al.*, 2012).

#### 4.1.2 - Caracterização química

Os resultados da caracterização física, em especial a análise mineralógica, geraram dúvidas que tornaram necessária a realização de outros ensaios, alguns relacionados à caracterização química. A caracterização química começa com a determinação do pH do solo em água e em KCl, sendo que em água foi de 5,77 e em KCl foi de 4,92. Estes resultados são semelhantes aos obtidos por Hermelin (1992); Broquen *et al.* (1995) e Ortiz *et al.* (2006).

O delta pH, que é a diferença entre esses dois pH é negativo, o que indica que há uma predominância de cargas positivas. Por outro lado, Lopes (2016) apresenta resultados que demonstram que solos ricos em caulinita com pH baixos tendem a formar uma estrutura floculada enquanto solos com pH alto tendem a formar estrutura mais dispersas. Neste estudo, os valores de pH se encontram próximos ao limite de transição (Figura 4.6).



**Figura 4.6** - Índice de vazios durante a sedimentação como função do pH da amostra. (Modificada de - Lopes (2016))

Foi determinada a quantidade de matéria orgânica existente no solo resultando em 17,3%. Este resultado está relacionado com o delta pH, uma vez que a presença de matéria orgânica possibilita o predomínio de cargas positivas no solo e também a quantidade de matéria orgânica pode ser a responsável pelas agregações observadas nas análises granulométricas, aspecto já observado por Cardoso (2002).

Resultados similares de quantidade de matéria orgânica foram obtidos para solos derivados de cinzas vulcânicas na Colômbia (Hermelin, 1992; Ortiz *et al.*, 2006; Guevara *et al.*, 2008), na Argentina (Broquen *et al.*, 1995; Morales *et al.*, 2010), na Costa Rica (Guerrero, 1974), dentre outros.

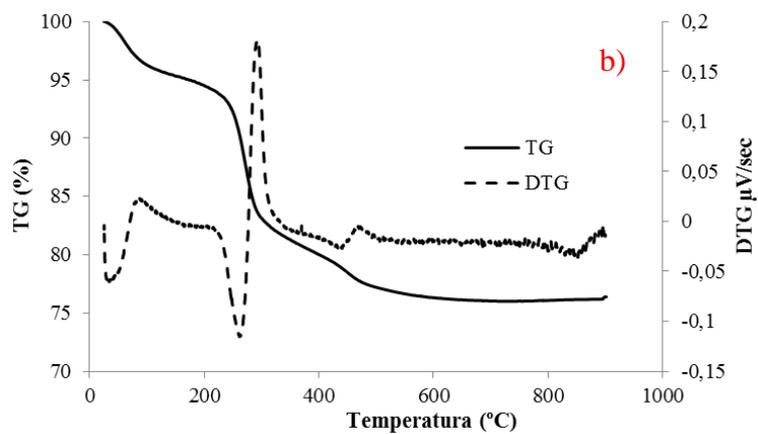
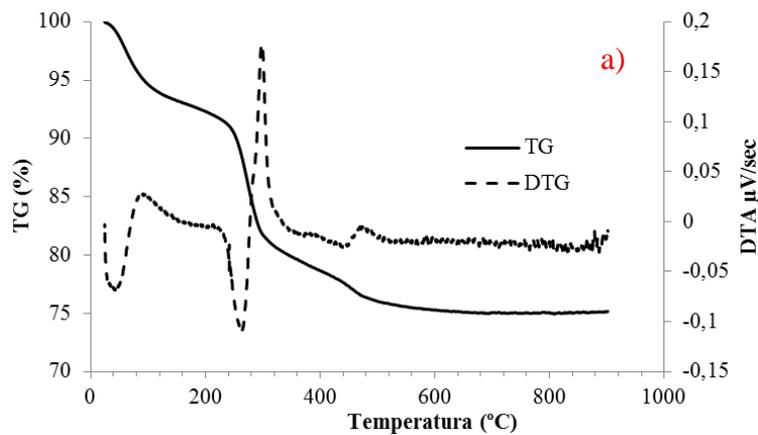
Determinou-se ainda a condutividade elétrica do solo, obtendo-se valores de 103.6  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Estes resultados são semelhantes aos obtidos por Hermelin (1992); Broquen *et al.* (1995) e Ortiz *et al.* (2006). Aparentemente esse valor não estaria relacionado a nenhuma das propriedades que ajudaria a explicar o processo de agregação existente no solo.

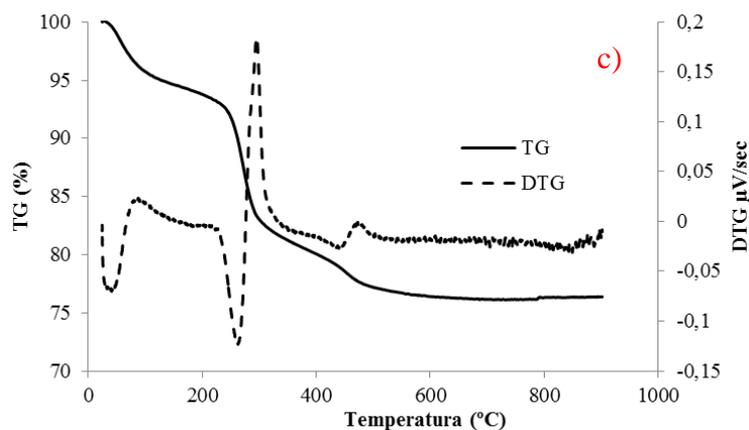
Por outro lado, a análise dos dados composicionais (Tabela 4.3), demonstra a presença de Al, Fe e Si, que indica que existem minerais de argila e quartzo (Bordeepong *et al.*, 2011). O alto teor de Fe indica a presença da haloisita no solo (Newman e Brown, 1987). Estes resultados confirmam a presença de minerais de argilas identificados no DRX.

**Tabela 4.3** - Composição química do solo.

<b>Elemento</b>	<b>%</b>	<b>Linha</b>	<b>Int. (cps/<math>\mu\text{A}</math>)</b>
Al	40,185	AlKa	2,8301
Fe	31,934	FeKa	180,8388
Si	22,735	SiKa	2,9129
Ti	2,456	TiKa	6,4578
Ba	1,31	BaLa	1,1221
Mn	0,536	MnKa	2,5072
S	0,182	S Ka	0,0829
Ta	0,16	TaLa	0,3289
K	0,149	K Ka	0,0478
Zr	0,147	ZrKa	2,8226
Ca	0,074	CaKa	0,0351
Cr	0,067	CrKa	0,307
Zn	0,037	ZnKa	0,2599
Sr	0,02	SrKa	0,3309
Ir	0,007	IrLa	0,0225

Conforme discutido no Capítulo 2, uma outra técnica alternativa para determinar a composição mineralógica do solo é a análise termogravimétrica (TG/DTG) da amostra indeformada (Figura 4.7 e Figura 4.8), seguindo o procedimento descrito no Capítulo 2. Analisando a curva correspondente ao TG e DTG das três amostras estudadas (Figura 4.7 a, b, c) pode-se observar que as curvas são semelhantes, porém será feita a análise de uma curva só (amostra indeformada). Este comportamento similar em todas as amostras estudadas se deve à forma de preparação, na qual todas levam uma pré-secagem inicial, ou seja, essa técnica não permite identificar a mudança mineralógica devido ao processo de preparação da amostra.

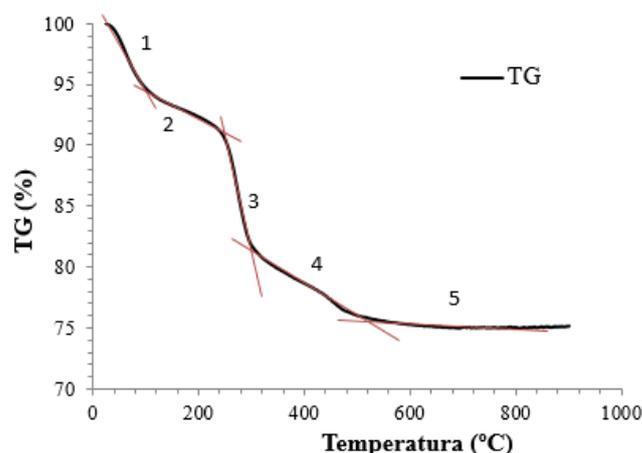




**Figura 4.7** - Curva de TG/DTG. a) Amostra indeformada; b) Amostra compactada com secagem até 65,3%; c) Amostra compactada com secagem até a umidade higroscópica.

Na Figura 4.8 e a Tabela 4.4 pode-se observar que existem quatro pontos de inflexão diferentes, que correspondem com 5 inclinações que marcam diferentes processos de perda de massa. Da temperatura 25 até 150 °C (inclinação 1) perde a água absorvida, de 120 até 250 °C (inclinação 2) existe uma perda de massa do solo produto da perda de água estrutural da haloisita, de 250 até 340 °C (inclinação 3) ocorre a perda de massa e a degradação de componentes orgânicos aprisionados em estruturas inorgânicas (Falcón *et al.*, 2015). Para temperaturas de 320 a 600°C (inclinação 4) ocorre a desidroxilação produto da degradação de argilas como haloisita (Bordeepong *et al.*, 2011; Falcón *et al.*, 2015). Finalmente para as temperaturas entre 600 e 800°C ocorre a perda de massa devido à desidroxilação do grupo AL-OH da estrutura dos hidróxidos (Gibbsita) (Joussein *et al.*, 2006).

A análise desses resultados leva a dois pontos que merecem ser destacados. O primeiro diz respeito ao fato da técnica demonstrar que a haloisita está presente em todas as amostras, mesmo não havendo sido detectada nos ensaios de algumas amostras no DRX. Outro ponto é a presença de componentes orgânicos aprisionados em estruturas inorgânicas. Assim, a quantidade de matéria orgânica presente no solo pode ser maior que a determinada inicialmente e isso pode levar a mudanças no pH do solo e conseqüentemente, as forças entre partículas. Porém, isso requer que sejam realizados mais estudos para detectar se isso poderia levar à mudança nos limites de plasticidade e surgimento de agregações.



**Figura 4.8** - Curva de TG da amostra indeformada com os pontos de inflexão.

A Tabela 4.4 mostra que a maior perda de massa foi nas faixas de temperaturas entre 250 e 600°C, resultado que confirma a grande perda de umidade do solo quando foi submetido a diferentes temperaturas de secagem (análise realizada no item 4.1.1).

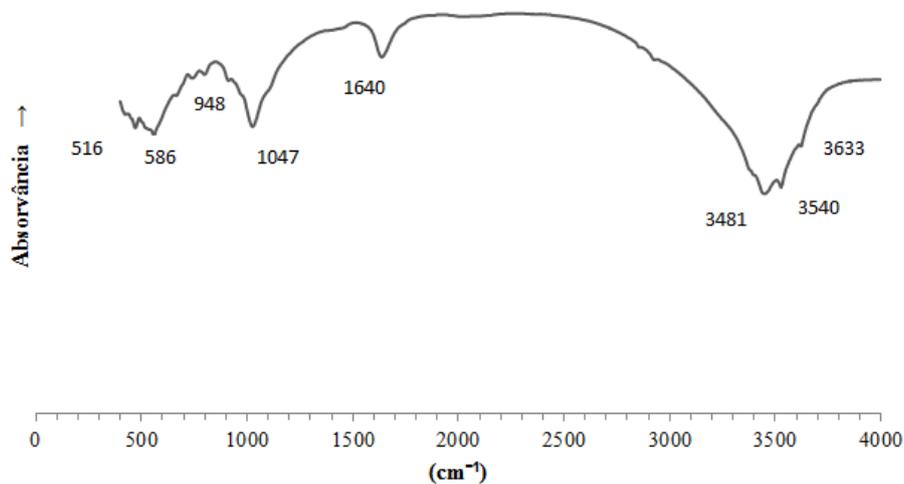
**Tabela 4.4** - Porcentagem de perda de massa para as diferentes variações de temperatura.

<b>Inclinação</b>	<b>Faixa de temperatura (°C)</b>	<b>Perda de peso (%)</b>
1	25- 120	5,2
2	120- 250	3,4
3	250- 320	10,2
4	320- 800	5,2

A análise feita a partir da curva DTG (Figura 4.7a) mostrou um primeiro pico em temperaturas menores que 70°C, produto da desidratação da haloisita e a perda da água absorvida. Um segundo pico perto dos 250°C que corresponde à desidratação e decomposição da gibbsita. Um terceiro pico em 290°C, que ocorre um desprendimento da matéria orgânica. Aos 470°C apresenta outro pico como resultado da desidroxilação da gibbsita (Falcón *et al.*, 2015) e o último pico aparece aos 850°C, produto da perda do carbonato de cálcio. Os resultados são semelhantes aos obtidos por Singer *et al.* (2004), Joussein *et al.* (2006), Iyoda *et al.* (2012) e Espinoza e Meléndez (2012).

Esse resultado difere dos apresentados na Tabela 4.3, onde não aparece o elemento carbono. Outro ponto que merece destaque é a caulinita que não aparece nesta análise, porque como foi observado na análise de DRX ela está mal cristalizada (Hildebrando *et al.*, 2009) e isso reflete no pequeno tamanho do seu pico principal. Porém, estes resultados permitem confirmar a presença de haloisita e gibbsita já identificadas na análise de DRX.

Foi realizada a espectroscopia infravermelha, ensaio que é complementar a análise de DRX. A Figura 4.9 mostra o espectro da amostra indeformada (seca ao ar e passada pela peneira #200).



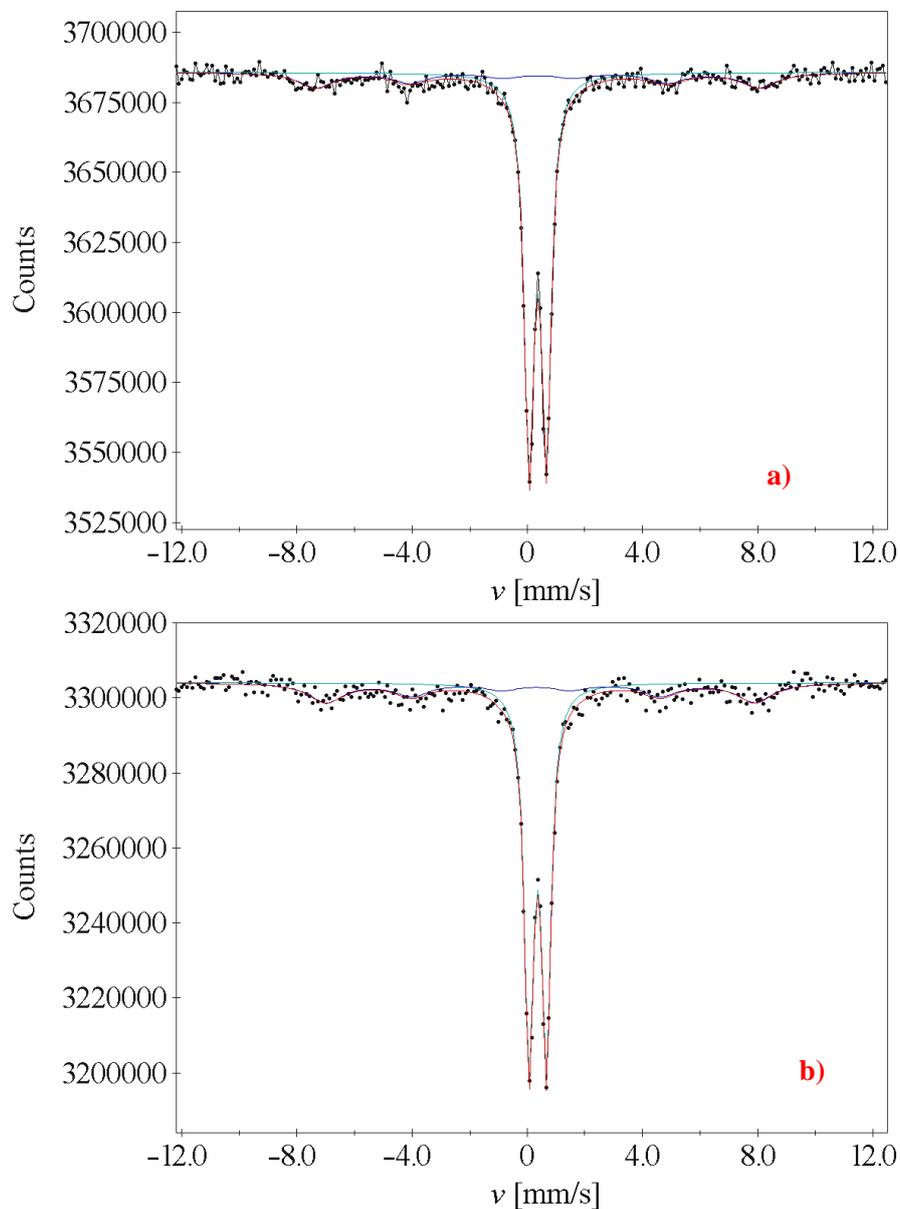
**Figura 4.9** - FTIR espectro para a amostra indeformada.

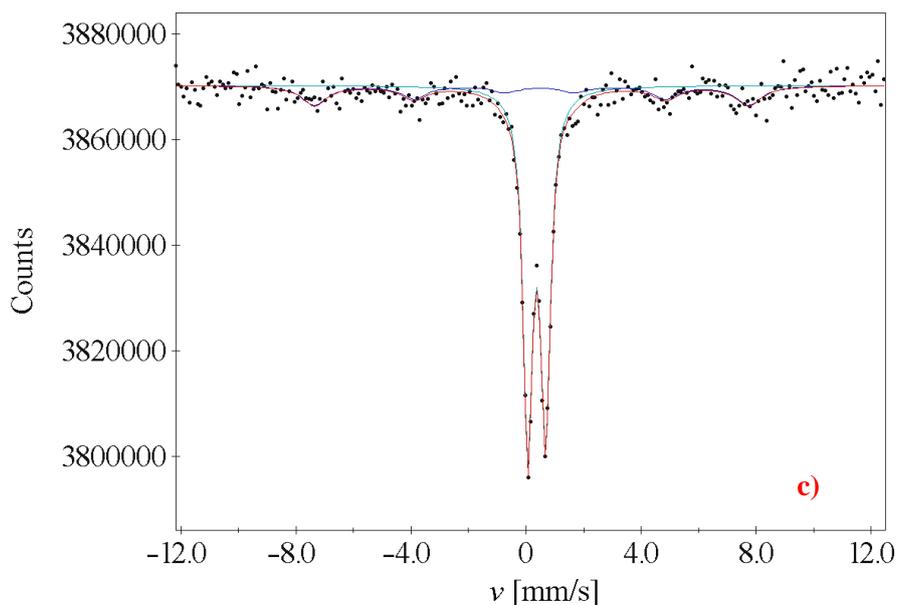
É possível observar que, o espectro tem bandas de absorção da haloisita em 3633, 1047, 948 $\text{cm}^{-1}$  (Singer *et al.*, 2004; Espinoza e Meléndez, 2012), a banda 3481, 3540 $\text{cm}^{-1}$  corresponde à gibbsita (Espinoza e Meléndez, 2012), a banda em 1640 $\text{cm}^{-1}$  pode ser devido à deformação das ligações Si-OH, a qual estaria relacionada a presença de caulinita (Espinoza e Meléndez, 2012). Novamente, com os resultados obtidos no FTIR é possível confirmar a existência dos minerais de gibbsita, caulinita e haloisita encontrada no DRX e nas análises termogravimétricas. Permite reafirmar também, pelo grande espectro de bandas de absorção identificadas no FTIR da gibbsita, que o processo de meteorização do solo em estudo permitiu a cristalização da gibbsita com alto grau cristalino (Espinoza e Meléndez, 2012). Pelas análises do FTIR, pode-se concluir a quase inexistência de óxidos, pela ausência de suas respectivas bandas de absorção.

Determinou-se o Potencial Zeta (pZ) para amostras secas ao ar, 105°C e para uma amostra compactada. O pZ médio foi de -7,6 mV, e de acordo com Malvern Instrument (2004) os pZ negativos indicam a presença de micelas coloides negativas. Garcia *et al.* (2009) conclui que, os valores obtidos nestes ensaios representam a existência de ácidos húmicos e fúlvicos no solo. Esses resultados estão em concordância com as medidas de pH em água.

A Figura 4.10 e a Tabela 4.5 mostram os resultados das análises feitas com Espectroscopia Mossbauer para as amostras secas ao ar, secas na estufa e compactada e seca ao ar. A análise

das amostras mostram valores de deslocamento isométrico típicos da haloisita (Mackenzie *et al.*, 1991; Stevens *et al.*, 2002) e o ferro presente nas amostras é  $\text{Fe}^{+3}$ . Mais uma vez, esses resultados confirmam que há mudanças na estrutura mineralógica do material devido à secagem o que explica a mudança de comportamento.





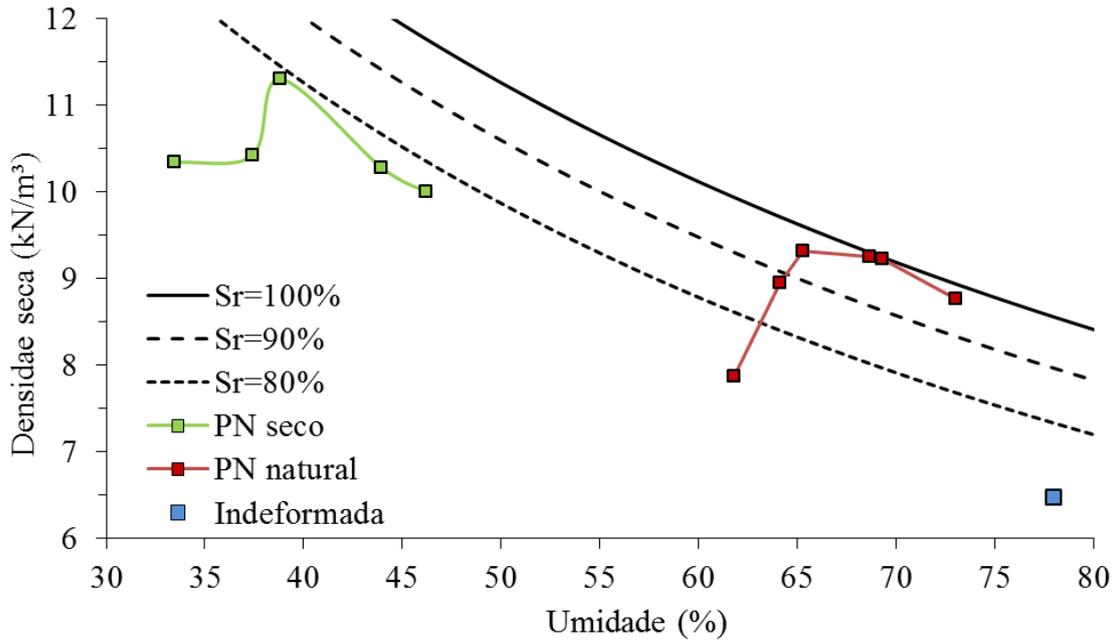
**Figura 4.10** - Espectroscopia Mossbauer. a) Amostra indeformada seca ao ar; b) Amostra indeformada seca 105°C; c) Amostra seca após compactação (reuso).

**Tabela 4.5** - Parâmetros do espectro Mossbauer obtido dos ajustes dos espectros.

<b>Parâmetros hiperfinos</b>	<b>AR</b>	<b>105°C</b>	<b>REUSO</b>
DOUBLET (1)	77.1 %	70.8 %	76.2 %
Deslocamento isomérico	0.36 (0.001)	0.35 (0.002)	0.36 (0.004)
Desdobramento quadrupolar	0.60 (0.002)	0.60 (0.003)	0.62 (0.006)

### 4.1.3 - Compactação do solo derivado de cinzas vulcânicas

A Figura 4.11 apresenta os resultados da compactação do solo realizada com energia correspondente ao Proctor Normal, para as diferentes formas de preparação das amostras citadas no Capítulo 3, ou seja, com e sem pré-secagem do solo.



**Figura 4.11** - Curvas de compactação para proctor normal.

Pode-se observar que, os pontos ótimos de compactação para as duas amostras são diferentes. Para o caso do solo com secagem prévia até a umidade higroscópica (curva PN seco) o teor de umidade ótima foi 38,82% e a densidade seca máxima foi 11,31 kN/m<sup>3</sup>. As amostras na condição natural, compactadas com o proctor normal (curva PN natural) tem umidade ótima de 65,3% e densidade seca máxima de 9,32 kN/m<sup>3</sup>. Os pontos no ramo úmido das curvas PN natural se encontram próximos à curva de saturação (Sr=100%). A amostra natural apresenta a umidade maior, e o valor de densidade seca menor do que as amostras compactadas, o que permite inferir que, a secagem da amostra melhora as características relacionadas à compactação.

Se esses resultados forem analisados em conjunto com os resultados das análises termogravimetria (TG/DTG), Figura 4.7, Figura 4.8 e Tabela 4.3, fica a dúvida sobre os reais valores de umidade. Essa dúvida surge, uma vez que seria necessária a definição de uma técnica que permitisse separar a água que influencia no processo de compactação da água estrutural. Posteriormente, as análises das curvas de retenção poderão ser utilizadas para esclarecer essa questão.

Estes resultados reafirmam que o processo de secagem tem influência no comportamento do solo, assim como já havia sido observado nas análises físicas (plasticidade e granulometria).

Alguns pontos da curva de compactação foram escolhidos de modo a realizar a caracterização hidromecânica e estrutural. Os pontos foram escolhidos segundo o descrito no Capítulo 3. A Tabela 4.6 mostra as características dos pontos de trabalho.

**Tabela 4.6** - Características dos pontos de trabalho e a forma de preparação das amostras.

<b>Amostras</b>	<b>Pontos</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Forma de Preparação</b>
CH38	Ramo seco	38	Compactada com secagem prévia até umidade higroscópica (CH)
CH38.8	Ótimo	38,8	
CH42	Ramo úmido	42	
CN64	Ramo seco	64	Compactada sem secagem prévia (CN)
CN65.3	Ótimo	65,3	
CN72	Ramo úmido	72	
Indeformada	-	78	-

É possível também, a partir dos resultados e levando em consideração o  $G_s$  de 2,59, calcular os índices físicos das amostras (Tabela 4.7): índice de vazio, densidade seca, saturação e a porosidade das amostras. Os valores de sucção foram obtidos a partir das curvas de retenção da água que serão apresentados posteriormente.

**Tabela 4.7** - Propriedades do solo de trabalho.

<b>Amostras</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b><math>\gamma_d</math> (KN/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Índice de vazio inicial</b>	<b>Sr (%)</b>	<b>n</b>	<b>Sucção (kPa)</b>
CH38	38	10,74	1,42	69,3	0,59	29
CH38.8	38,8	11,31	1,29	77,8	0,56	11
CH42	42	10,74	1,42	76,6	0,59	17
CN64	64	8,85	1,92	85,9	0,66	150
CN65.3	65,3	9,32	1,77	95,1	0,64	210
CN72	72	8,85	1,92	97,1	0,66	170
Indeformada	78	6,47	2,95	68,5	0,74	298

## 4.2 - CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL

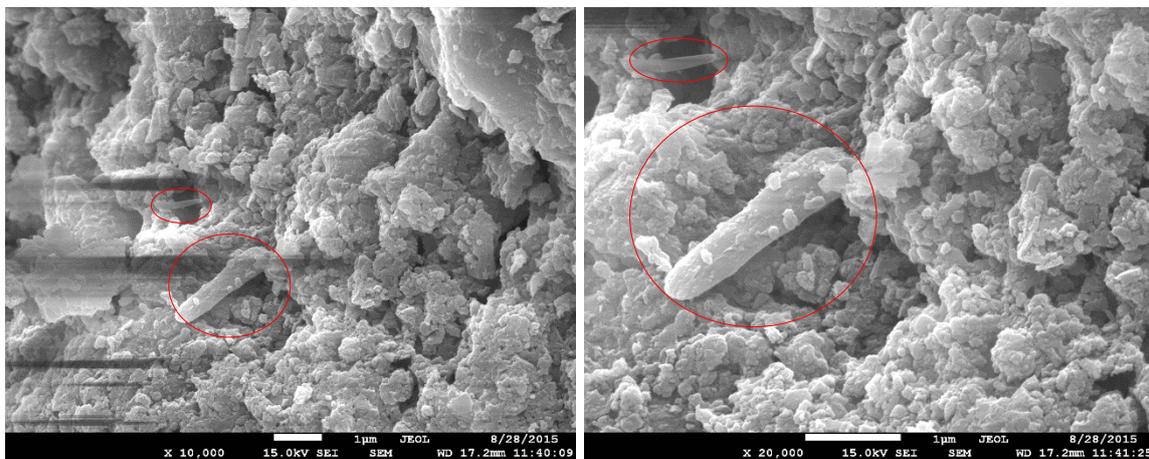
Para a caracterização estrutural do solo se adotou a classificação da IUPAC, sendo utilizadas três técnicas de caracterização: a microscopia eletrônica de varredura para os microporos, porosimetria por adsorção e dessorção de nitrogênio para os mesoporos e a porosimetria por intrusão de mercúrio para os macroporos. A combinação de todas essas técnicas permite varrer a maior quantidade de tamanhos de poros predominantes no solo.

### 4.2.1 - Microscopia eletrônica de varredura

Para a identificação da microestrutura do material foram realizados ensaios de microscopia eletrônica de varredura (SEM) para todos os pontos de trabalho. As amostras foram preparadas segundo relatado no Capítulo 3. Com auxílio do SEM também foi possível realizar

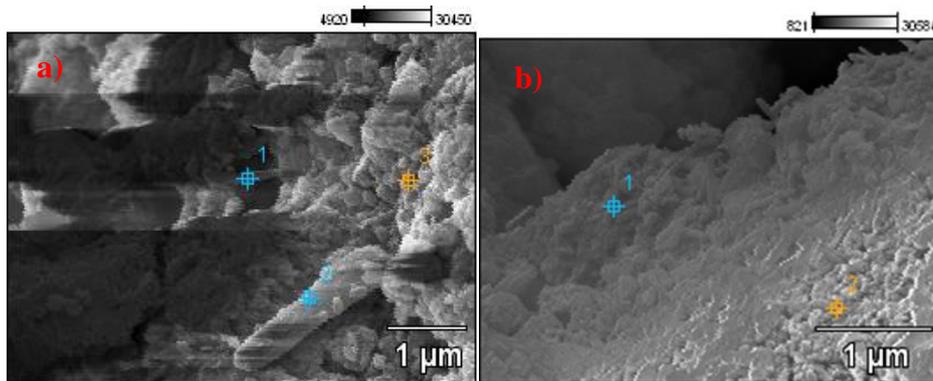
a identificação de forma aproximada dos componentes químicos existentes nas amostras de solo.

A Figura 4.12 a e b, mostram os resultados da análise qualitativa utilizando a técnica do SEM para a amostra CH38 com 10.000x e 20.000x de aumento. Observando-se as imagens é possível perceber um grau de desordem estrutural alto, estruturas em forma de tubo com comprimento do nanotubo de mais de 1  $\mu\text{m}$  e diâmetro entre 0,2 e 0,8  $\mu\text{m}$ . Segundo foi observado no Capítulo 2, muitos pesquisadores atribuem essa imagem ao mineral haloisita (Herrera, 2005; Yuan et al., 2012; Vingiani et al., 2013; Asano & Wagai, 2014).



**Figura 4.12-** Imagem obtida no SEM. a) Amostra CH38 com 10.000x de aumento e b) Amostra CH38 com 20.000x de aumento.

Além das imagens mostradas anteriormente foi estimada a composição química nos pontos apresentados na Figura 4.13a. A Tabela 4.8 mostra os dados dos componente químicos. Verifica-se a presença do Silício (Si), Alumínio (Al), Oxigênio (O) e Ferro (Fe), já identificados na caracterização química (item 4.1.2). Analisando a tabela é possível identificar no ponto 2 da amostra CH38 uma diminuição da quantidade de Fe, Al e Si e um aumento de O e Zircônio (Zr), o que indica a existência de uma estrutura oca ou mineral desidratado.

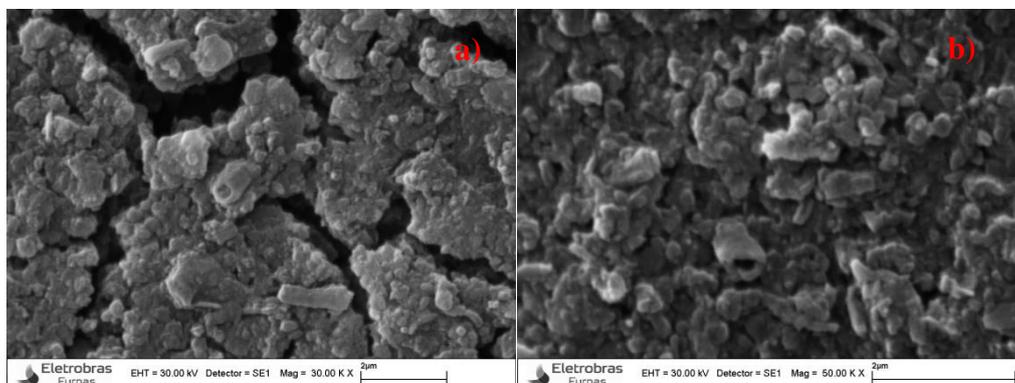


**Figura 4.13** - Identificação da composição química para as amostras. a) CH38 (três pontos); b) CH42 (dois pontos).

**Tabela 4.8** - Compostos químicos das amostras CH38 e CH42.

Amostras	Ptos	C	O	Al	Si	Fe	Zr
CH38	pt1	2,61	49,28	20,74	11,35	5,48	10,54
	pt2	2,48	50,97	18,60	9,01	3,32	15,62
	pt3	1,14	48,68	22,93	14,80	7,01	5,44
CH42	pt1	4,83	44,98	16,29	11,85	4,16	17,89
	pt2	1,58	45,03	21,37	18,89	2,22	10,91

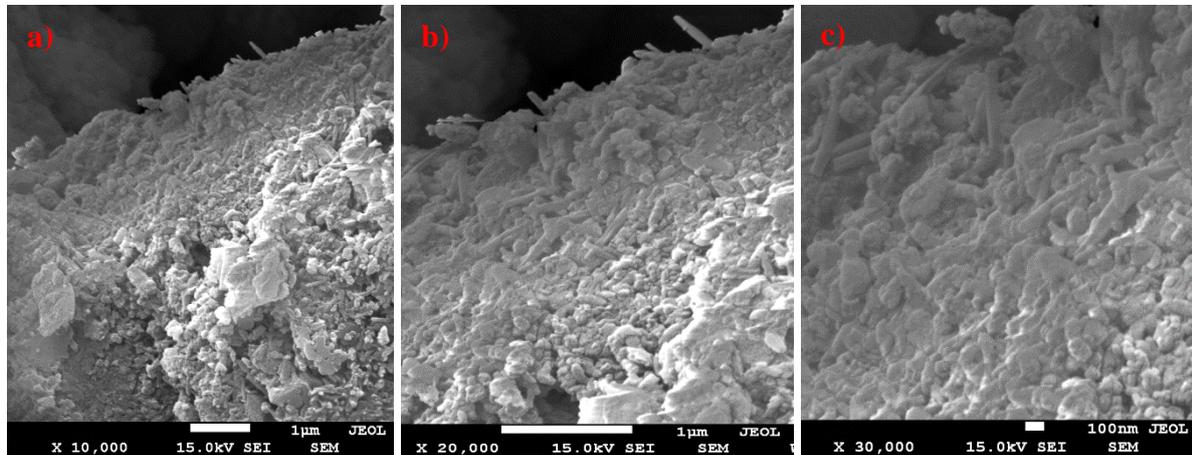
A Figura 4.14 a, b apresenta as imagens da fração de argila da amostra CH38.8 com aumentos de 30.000x e 50.000x. Também foi possível identificar os tubos da haloisita, além de poros e tamanhos de grãos bem menores do que 1µm.



**Figura 4.14** - Imagem obtida no SEM para amostra CH38.8 seca ao ar na lâmina com orientação. a) 30.000x de aumento; b) 50.000x de aumento.

A Figura 4.15 apresenta as imagens obtidas com o SEM para a amostra CH42 com 10.000x, 20.000x e 30.000x de aumento. É possível visualizar com melhor qualidade a estrutura tubular da haloisita. O comprimento e o diâmetro são similares aos identificados nas amostras CH38 e CH38.8. Além disso, é possível observar agregações de argilas, e são identificados poros menores que 1µm. Posteriormente, esses poros serão confirmados nos ensaios de porosimetria.

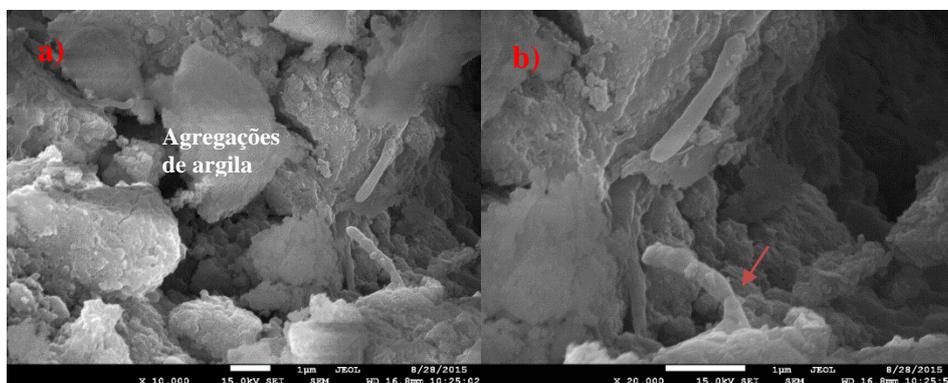
Na Figura 4.13b e na Tabela 4.8 são apresentados os resultados da análise da composição química da amostra CH42. O ponto 1 foi colocado sobre uma cavidade e o ponto 2 foi colocado sobre várias partículas de haloisita. Para este último ponto existe um aumento de Al, Si e diminuiu a quantidade de Fe e Zr.



**Figura 4.15** - Imagem obtida no SEM. a) Amostra CH42 com 10.000x de aumento; b) Amostra CH42 com 20.000x de aumento e c) Amostra CH42 com 30.000x de aumento.

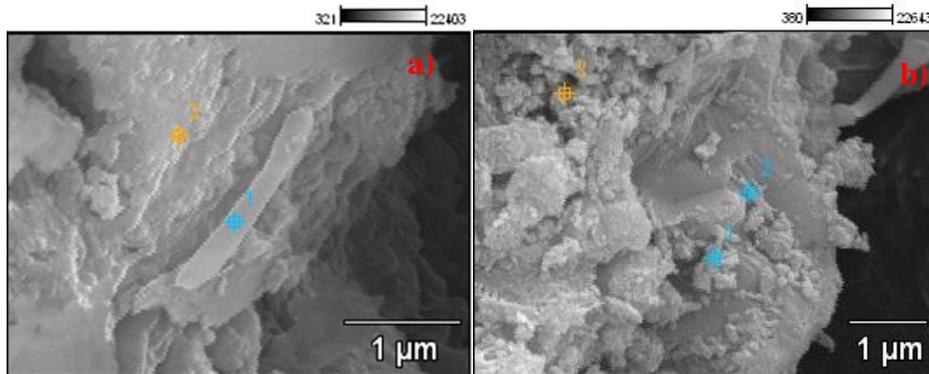
Na Figura 4.16a e b são apresentadas as imagens obtidas com o SEM para a amostra CN64 com aumentos de 10.000x e 20.000x, onde é possível visualizar maiores espaços vazios que nas amostras CH38 e CH38.8. Apesar de não conclusivo, uma vez que as análises de microscópio permitem apenas comparações qualitativas, esse resultado era esperado já que essa amostra (CN64) possui densidade menor que as outras.

Torna-se mais difícil a identificação de tamanhos de grãos e poros porque a estrutura está mais compacta. Observam-se agregações de argilas e uma leve quebra de partículas (seta vermelha) produto da compactação do solo (Yuan *et al.*, 2008).



**Figura 4.16** - Imagem obtida no SEM. a) Amostra CN64 com 10.000x de aumento; b) Amostra CN64 com 20.000x de aumento.

A Figura 4.17 e a Tabela 4.9 mostram os resultados da composição química do solo para as amostras CN64 e CN72. Para a primeira amostra, do ponto 2 para o ponto 1 existe uma diminuição da quantidade de Fe e aumento do Zr, aspecto encontrado também para a amostra CH38.

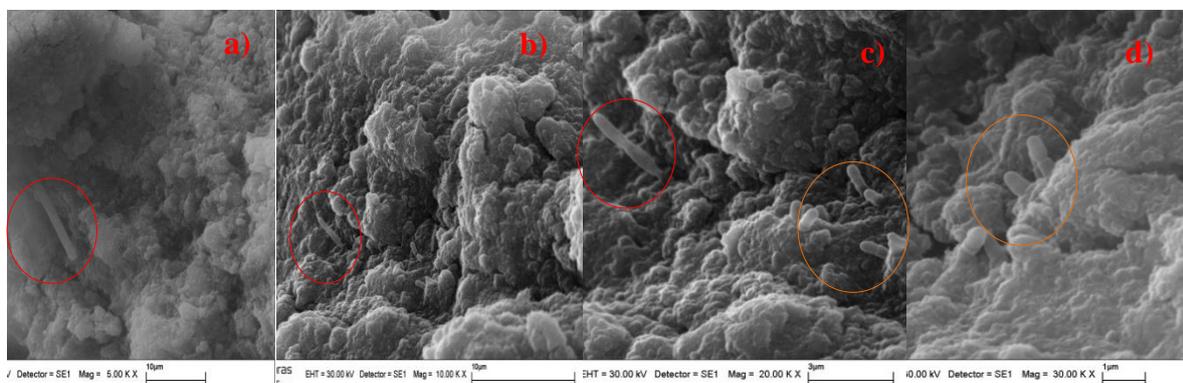


**Figura 4.17-** Identificação da composição química para a amostras. a) CN64 (dois pontos); b) CN72 (três pontos).

**Tabela 4.9-** Compostos químicos das amostras CN64 e CN72.

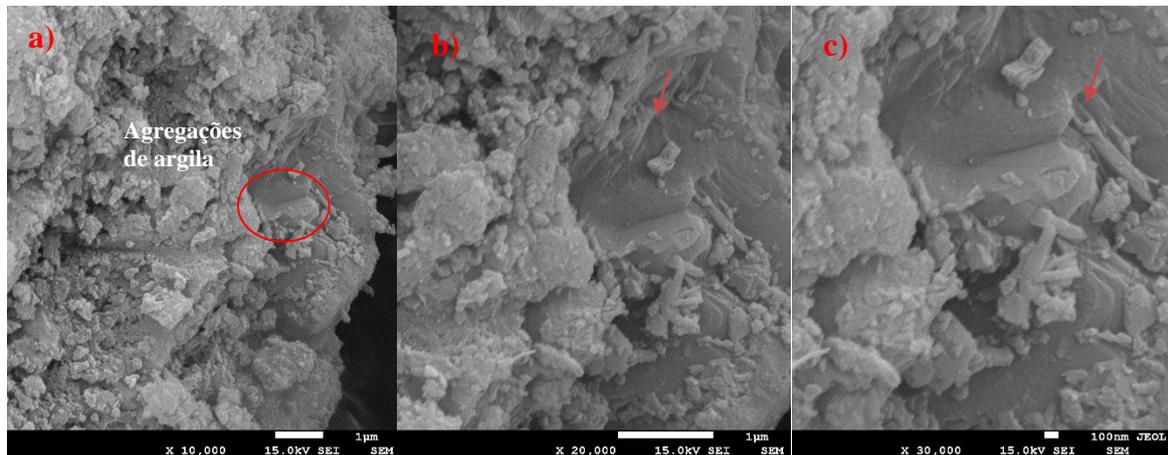
	Ptos	C	O	Al	Si	Fe	Zr
CN64	1	14,42	37,59	14,58	7,13	13,95	12,33
	2	1,59	38,43	14,11	5,77	31,66	8,44
CN72	1	6,69	30,83	24,29	6,05	-	32,14
	2	13,6	37,79	21,14	5,27	-	22,20
	3	4,39	23,18	29,97	7,97	12,67	21,81

Os resultados da amostra compactada CN65.3, com separação de argila e secagem ao ar, foram analisados no SEM com aumentos de 5.000x, 10.000x, 20.000x e 30.000x (Figura 4.18), onde é possível identificar a estrutura tubular da haloisita, e identificar tamanhos de poros e de grãos bem menores que 1µm. Vale ressaltar que estes resultados corroboram os resultados encontrados na porosimetria por adsorção de nitrogênio que demonstravam a existência de poros na microestrutura na faixa de 0,001- 0,01µm.



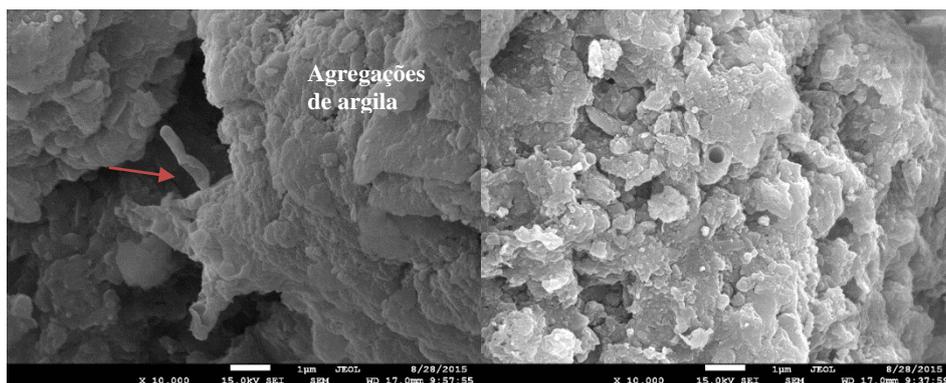
**Figura 4.18 -** Imagem obtida no SEM para amostra CN65.3, com separação de argila e secagem ao ar. a) 5.000x de aumento; b) 10.000x de aumento; c) 20.000 de aumento e d) 30.000x de aumento.

A Figura 4.19 mostra as imagens obtidas com o SEM para a amostra CN72 com aumentos de 10.000x , 20.000x e 30.000x. Observa-se o colapso da haloisita (seta vermelha) produto da desidratação e compactação do solo, e a existência de uma estrutura mais compacta formando agregações de argila. Ficou difícil identificar a estrutura tubular da haloisita já que os poros são menores.



**Figura 4.19-** Imagem obtida com o SEM. a) Amostra CN72 com 10.000x de aumento, b) Amostra CN72 com 20.000x de aumento e c) Amostra CN72 com 30.000x de aumento.

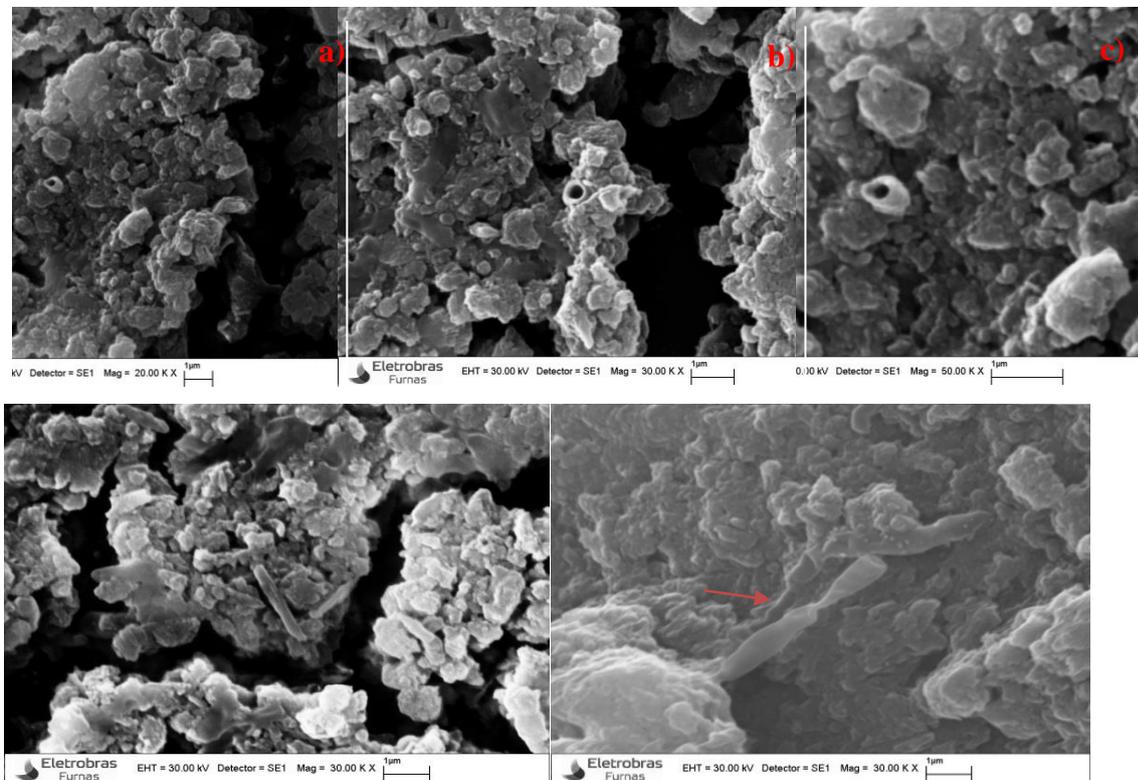
A Figura 4.20 mostra as imagens obtidas com o SEM para a amostra indeformada com aumentos de 10.000x. É possível observar agregações de argila, leve quebra de partículas de haloisita (seta vermelha) e muitos espaços vazios na amostra. Não foi possível identificar claramente tamanhos de poros ou graos.



**Figura 4.20-** Imagem obtida com o SEM para a amostra Indeformada com 10.000x de aumento.

Na Figura 4.21 são apresentadas as imagens obtidas com o SEM para a amostra indeformada, com aumentos maiores (20.000x, 30.000x e 50.000x). É possível identificar a quebra da estrutura da haloisita devido à secagem e metalização da amostra, persevem-se agregações e uma estrutura mais compacta.

Conforme dito anteriormente, as análises de microscópio têm caráter apenas qualitativo, sendo necessária a utilização de outras técnicas para o estudo da meso e macroestrutura do solo. Desta forma, no próximo item serão apresentados os resultados de porosimetria, que poderão confirmar parte das afirmações apresentadas neste item.



**Figura 4.21** - Imagem obtida no SEM para amostra indeformada. a) 20.000x de aumento; b) 30.000x de aumento e c) 50.000x de aumento.

#### **4.2.2 - Porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP) e por adsorção e dessorção de nitrogênio**

Para a análise da macroestrutura do solo (tamanhos de poros entre 0,007 e 300µm) foram feitos ensaios de porosimetria por intrusão de mercúrio. Para a análise da mesoestrutura (tamanhos de poros entre 0,003 e 0,14 µm) foram realizados os ensaios de porosimetria por adsorção e dessorção de nitrogênio, seguindo o procedimento descrito no Capítulo 3.

Romero e Simms (2008) relatam que, o volume de vazios de um solo obtido pelo MIP, não coincide com o valor real da amostra e que essa seria uma das limitações da técnica. A Tabela 4.10 corrobora esse argumento, mostrando que, os índices de vazio inicial da preparação das amostras ( $e_i$  na tabela), e o índice de vazio obtido após os ensaios de porosimetria ( $e_{nw}$  na tabela), são diferentes. Foi calculado o índice de variação mostrando que, o mercúrio não

conseguiu preencher o vazio total em nenhuma amostra analisada. A variação nos índices de vazio ( $\Delta e$ ) em todas as amostras foi maior de 20% e a amostra que apresenta maior variação foi a extraída do bloco indeformado. Desta forma, foi utilizada a técnica de adsorção de  $N_2$  para complementar a análise.

**Tabela 4.10** - Variação do índice de vazio para as amostras estudadas no MIP.

Amostras	$e_i$	$e_{nw}$	$\Delta_e = (e_i - e_{nw}) / e_i$
CH38	1,42	0,773	45%
CH38.8	1,29	0,808	37%
CH42	1,42	1,075	24%
CN64	1,92	1,04	46%
CN65.3	1,77	1,05	41%
CN72	1,92	1,16	40%
Indeformada	2,95	0,92	69%

As Figura 4.22 a Figura 4.25 apresentam os resultados de todas as amostras analisadas. Todas as curvas têm aspecto multimodal. Em todos os casos os mesoporos só foram detectados pela porosimetria por adsorção e dessorção de nitrogênio. Além disso, os resultados das porosimetria obtidas no MIP foram ajustadas matematicamente pela equação de Durner mencionada no Capítulo 2, os parâmetros do ajuste são apresentados na Tabela 4.11. O valor de  $R^2$  dos ajustes realizados foi em todas as curvas muito próximo a 1, o que indica que a modelagem das curvas permitiu capturar as principais características dos dados obtidos em laboratório.

Para a análise da Tabela 4.11 o parâmetro  $eM$  representa o índice de vazio da macro,  $1/\alpha M$  representa o diâmetro dominante na macro e  $nM$  representa a uniformidade dos poros. Os parâmetros em  $\mu m$ ,  $nm$  representariam as mesmas grandezas da microestrutura. Porém nesse caso, como a mesoestrutura somente foi obtida pelas curvas do  $N_2$ , cujos dados não estão sendo ajustados, o mais correto seria falar em primeiro modo e segundo modo de poros.

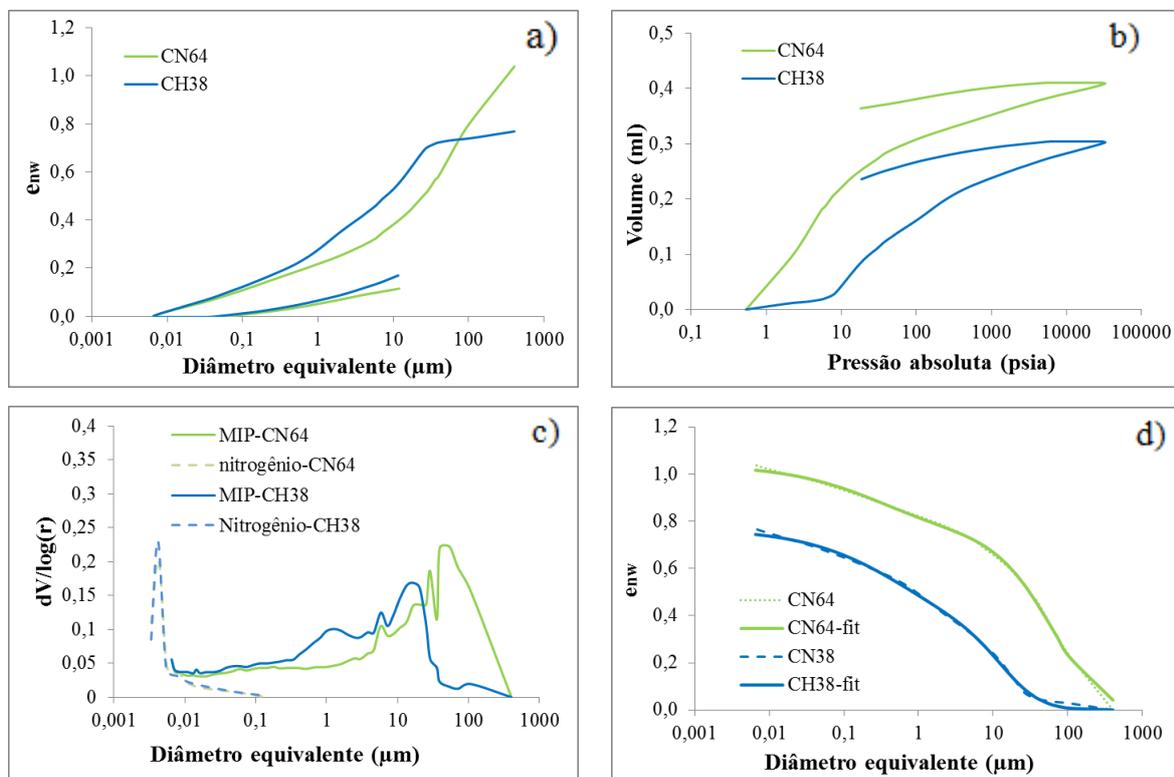
Fica evidente pela análise da Tabela 4.11 e também pela análise dos resultados das Figuras 4.22 a 4.25, que o solo possui pelo menos 3 modos distintos de tamanho de poros. O primeiro modo na faixa entre 20-100 $\mu m$ , um segundo na faixa entre 0,5-3 $\mu m$ , e o último que aparece na faixa com diâmetros menores que 0,01 $\mu m$ .

Numa primeira análise, acredita-se que os dois primeiros modos, 20-100 $\mu m$  e 0,5-3 $\mu m$ , estão associados ao espaço entre partículas. O modo na faixa menor de poros pode estar associado ao espaço entre partículas, mas também pode ser associado aos vazios existente dentro dos

tubos da haloisita. Porém, nenhuma das técnicas utilizadas nessa tese permite confirmar ou mensurar isso.

**Tabela 4.11** - Parâmetros de ajuste para as curvas de distribuição dos poros.

Amostras	Parâmetros da Macro			Parâmetros da Micro			ei	R <sup>2</sup>
	eM	$\alpha$ M	nM	em	$\alpha$ m	nm		
CH38	0,38	0,05	1,32	0,39	0,40	0,62	1,42	0,9986
CH38.8	0,55	0,05	1,02	0,28	0,53	0,57	1,29	0,9988
CH42	0,56	0,02	1,14	0,51	0,13	0,48	1,42	0,9965
CN64	0,77	0,01	1,01	0,27	0,77	0,63	1,92	0,9985
CN65.3	0,66	0,01	1,12	0,39	0,23	0,57	1,77	0,9990
CN72	0,80	0,01	1,07	0,36	0,88	0,65	1,92	0,9983
Indeformada	0,66	0,01	0,83	0,25	2,17	0,74	2,9	0,9982

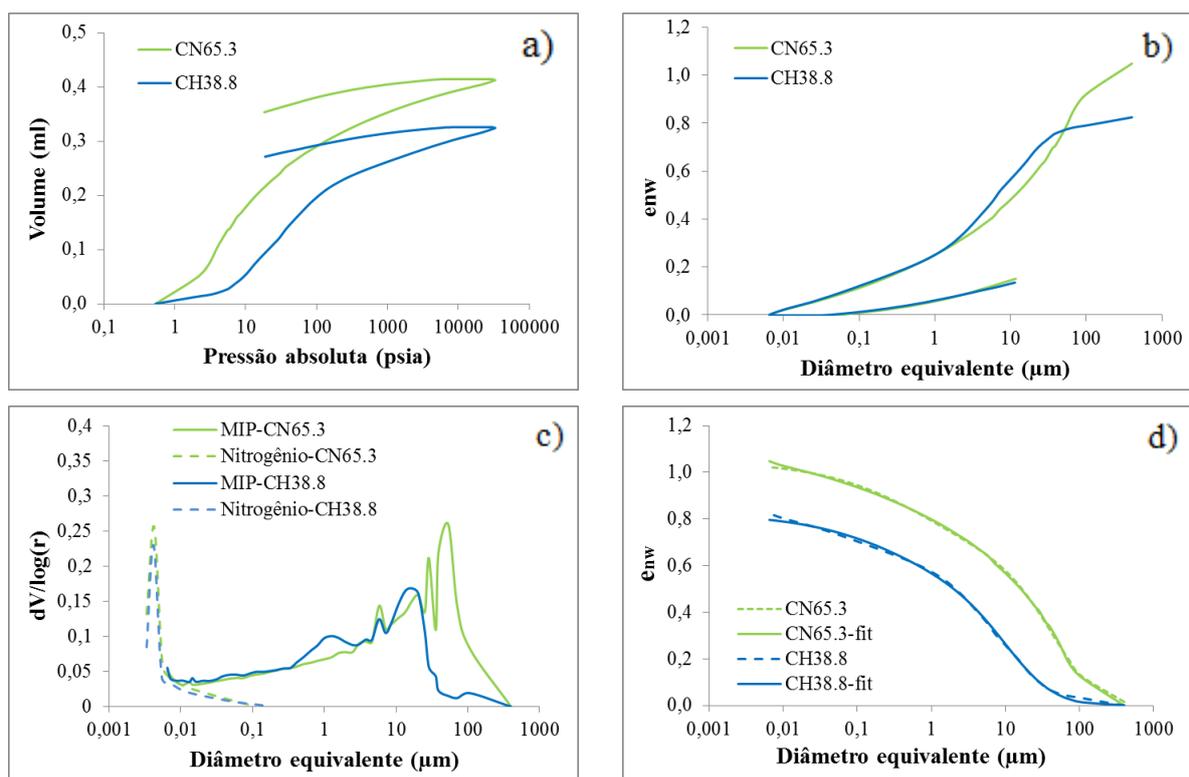


**Figura 4.22** - PSD para os pontos CN64 e CH38. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste das curvas.

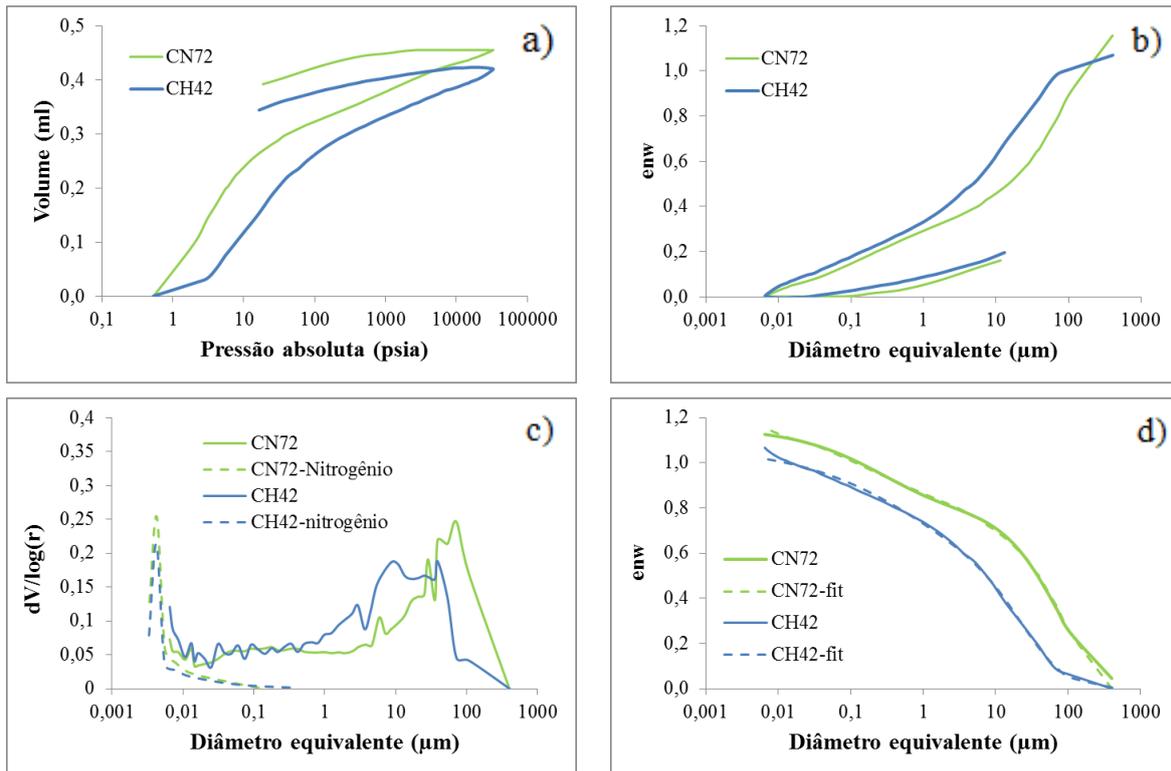
A Figura 4.22c mostra conjuntamente os resultados do MIP e adsorção e dessorção de nitrogênio e permite observar que, o ponto CN64 apresenta o tamanho de poro predominante na faixa de 30-80μm na macroestrutura, e o ponto CH38 na faixa de 10-20μm. Na faixa de 0,001- 0,01 μm se encontram os tamanhos de poros predominantes da mesoestrutura. Será

observado que em todas as amostras os mesoporos ficaram nessa faixa. Esses resultados estão de acordo com os resultados apresentados nas análises preliminares realizadas com o uso do SEM.

Comparando os resultados das amostras se observa que o processo de secagem do solo diminuiu o tamanho predominante dos poros na macroestrutura e com o aumento da umidade de 38% para 64% o tamanho máximo dos poros foi deslocado para a direita. Note-se que, para o caso do ponto CN65.3 (umidade ótima) (olhando na Figura 4.23c) também apresenta o tamanho de poros predominante na faixa de 30-80  $\mu\text{m}$ , e o ponto CH38.8 (umidade ótima) na faixa de 4-8  $\mu\text{m}$ . É possível dessa forma concluir que o processo de pré-secagem está associado ao processo de redução dos tamanhos de poros da macroestrutura. Por outro lado, em nenhum caso houve variação no tamanho dos poros da mesoestrutura, só teve variação no volume de nitrogênio instruído.



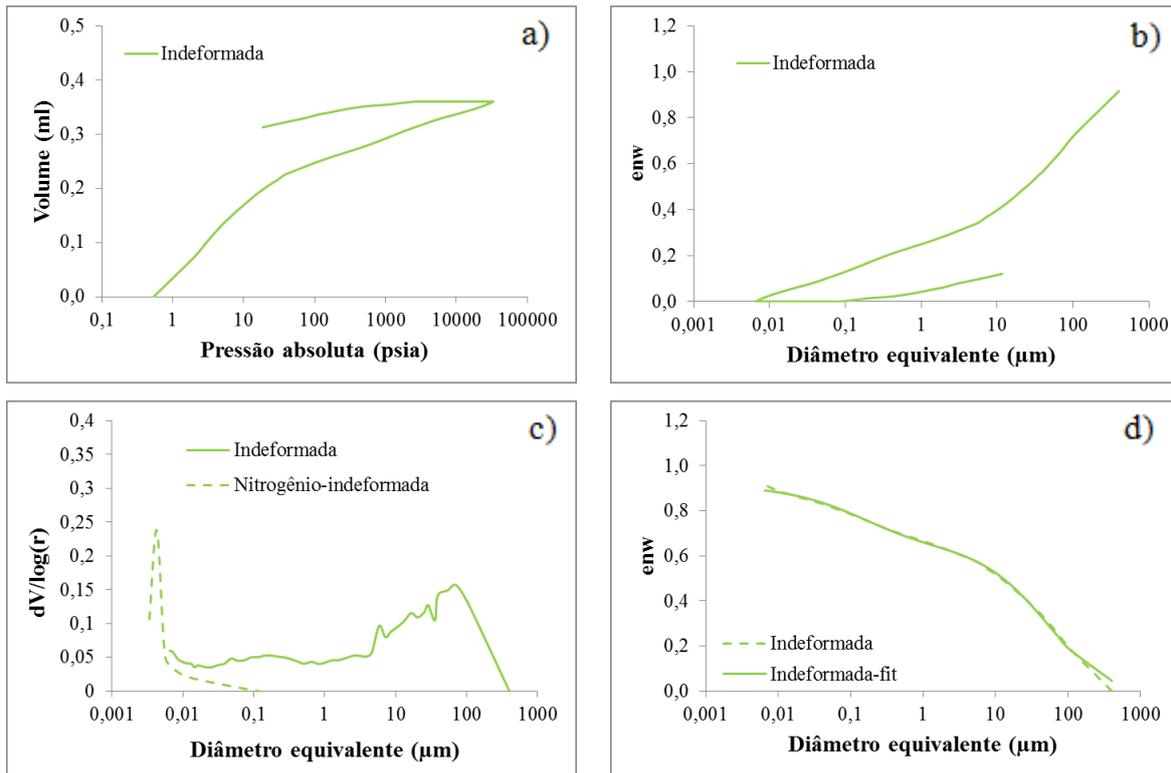
**Figura 4.23** - PSD para os pontos CN65.3 e CH38.8. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste da Curva.



**Figura 4.24** - PSD para os pontos CN72 e CH42. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste da Curva.

Da análise do comportamento das curvas de PSD dos ponto CN72 e CH42 é possível verificar que, o ponto CN72 apresenta o tamanho de poros predominante na faixa de 50-90 $\mu\text{m}$  e o ponto CH42 na faixa de 20-40 $\mu\text{m}$ . De um modo geral, os efeitos da variação de umidade ao longo da curva de compactação foram os mesmos. Além disso, aparentemente o efeito de pré-secagem é o mesmo em todos os pontos da curva.

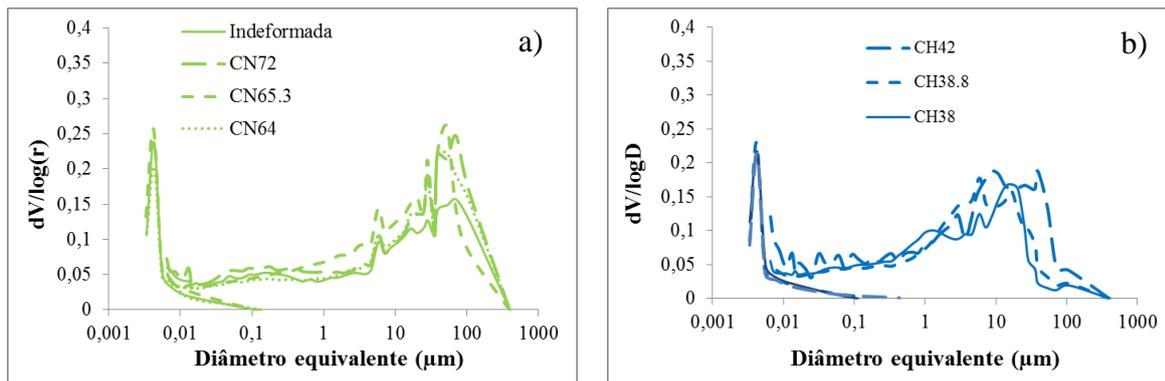
Na Figura 4.24 c, pode-se ver que existem também tamanhos de poros predominantes na faixa de 0,001-0,01 $\mu\text{m}$  coincidente com os tamanhos de poros predominantes na mesoestrutura das amostras estudadas até o momento.



**Figura 4.25** - PSD para a amostra indeformada. a) Curva de intrusão e extrusão acumulada; b) Representação alternativa da função de distribuição acumulada do tamanho dos poros; c) Distribuição do tamanho dos poros; d) Ajuste da Curva.

A amostra indeformada (Figura 4.25) apresenta o tamanho de poros predominante na faixa de 50-90μm, valores muito similares aos obtidos para o ponto CN72, que é o ponto que apresenta os valores de índice de vazios mais próximos à amostra indeformada. Na mesoestrutura o tamanho de poros predominantes fica também na faixa de 0,001-0,01μm.

Na Figura 4.26 a e b são apresentados todos os resultados comparando os pontos da mesma curva de compactação. Na Figura 4.26a foi adicionada a amostra indeformada. O primeiro ponto que chama a atenção é que não houve nenhum efeito significativo nos mesoporos (menores que 0,1μm) com a mudança de umidade ou com o processo de pré-secagem do solo. Além disso, as amostras sem pré-secagem se mostram menos sensíveis à variação da umidade. Apesar da amostra com pré-secagem ter apresentado uma maior variação nas PSDs, isso não é suficiente para explicar a grande diferença apresentada no comportamento mecânico e hidráulico que serão apresentados nos próximos itens.



**Figura 4.26** - Distribuição do tamanho dos poros. a) amostras indeformada e amostras compactadas sem secagem prévia; b) amostras compactadas com secagem prévia.

De um modo geral, os resultados demonstraram que, o mercúrio não consegue preencher todos os vazios, o volume de mercúrio instruído é menor nas amostras que tiveram a secagem prévia. Corrobora-se a factibilidade de utilizar a técnica de porosimetria por adsorção e dessorção de nitrogênio para cobrir faixas de tamanhos de poros menores nestes solos de origem vulcânica.

Além disso, pode-se concluir que o processo de secagem do solo e a compactação afetam a distribuição dos poros e diminui os tamanhos dos poros dominantes na macroestrutura, sendo mais evidente essa mudança nas amostras que tiveram a secagem prévia, mas não interfere com a distribuição nem com o tamanho dos poros da mesoestrutura, mantendo-se constante na faixa de 0,001-0,01 $\mu\text{m}$  para as sete amostras estudadas.

As curvas foram ajustadas matematicamente seguindo o procedimento descrito no Capítulo 2. A Tabela 4.11 apresenta os resultados dos parâmetros do ajuste da macroestrutura ( $eM$ ,  $\alpha M$ ,  $nM$ ) e os da microestrutura ( $e_m$ ,  $\alpha_m$ ,  $n_m$ ).

Do ensaio de adsorção e dessorção de nitrogênio foi obtida também a área superficial (método BET) das amostras indeformada e compactadas com as diferentes formas de preparação do solo, além das diferentes isotermas que mostram como a variação do índice de vazio das amostras diminui a quantidade de nitrogênio instruído.

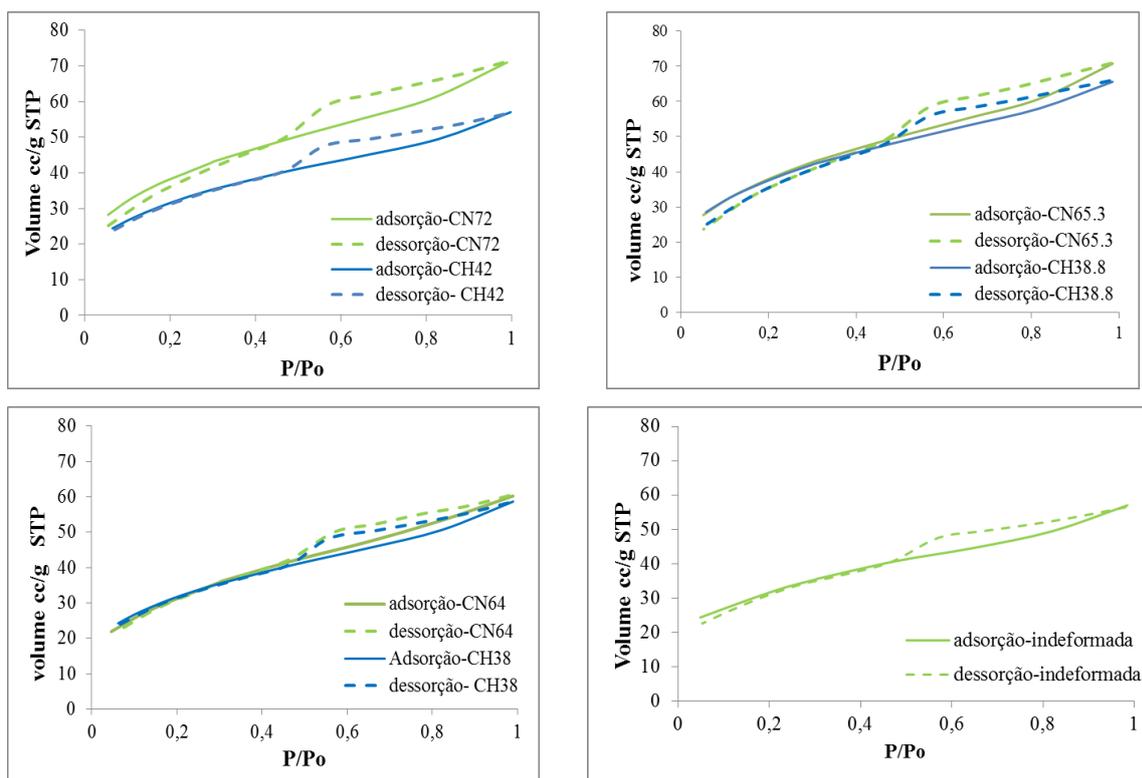
A Tabela 4.12 mostra os resultados da área superficial das amostras estudadas. Analisando os valores de área superficial obtidos é possível concluir que, para as amostras compactadas os maiores valores de área são encontrados nas amostras com umidades ótimas, e estes valores não distam muito da área superficial da amostra indeformada.

**Tabela 4.12** – Superfície específica.

Amostras	Superfície específica (m <sup>2</sup> /g)
CH38	108,06
CH38.8	128,24
CH42	107,58
CN64	109,07
CN65.3	130,22
CN72	119,14
Indeformada	126,04

A Figura 4.27 a, b, c e d, mostram as diferentes isotermas obtidas a partir do ensaio de adsorção e dessorção de nitrogênio. É possível observar em todos os casos que as isotermas apresentam uma histerese entre as curvas de adsorção e dessorção de nitrogênio que corresponde com a configuração tipo IV apresentada no Capítulo 2.

Segundo Yuan *et al.* (2012) a histerese apresentada nas curvas está associada com a condensação capilar que existe nos tubos de haloisita produto da adsorção e a dessorção do nitrogênio durante o ensaio.

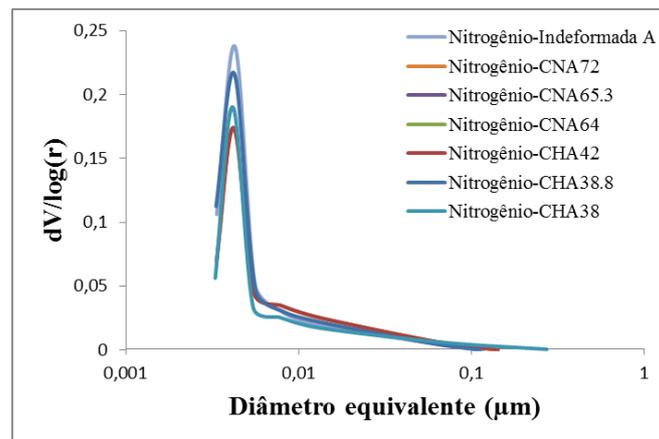


**Figura 4.27** - Isotermas de adsorção e dessorção de nitrogênio. a) Amostras compactadas CN72 e CH42; b) Amostras compactadas CN65.3 e CH38.8; c) Amostras compactadas CN64 e CH38 e d) Amostra indeformada.

Realizaram-se também ensaios de adsorção e dessorção de nitrogênio das amostras compactadas com diferentes umidades e formas de preparação e logo adensadas (CHA:

compactada com pré-secagem e adensada, e CNA: compactada sem pré-secagem e adensada) e verificou-se que o tamanho de poros predominantes na mesoestrutura se manteve na faixa de 0,001-0,01 $\mu\text{m}$ , o que permite concluir que, o adensamento do solo não muda a mesoestrutura (Ver Figura 4.28).

Não foi possível realizar ensaios semelhantes a estes para detectar o comportamento dos macroporos. Porém, é possível concluir que a variação do índice de vazios durante ensaios de compressão se dará, prioritariamente, pelo fechamento dos macroporos.



**Figura 4.28** - Distribuição do tamanho dos poros das amostras adensadas na condição indeformada e compactadas com e sem secagem prévia.

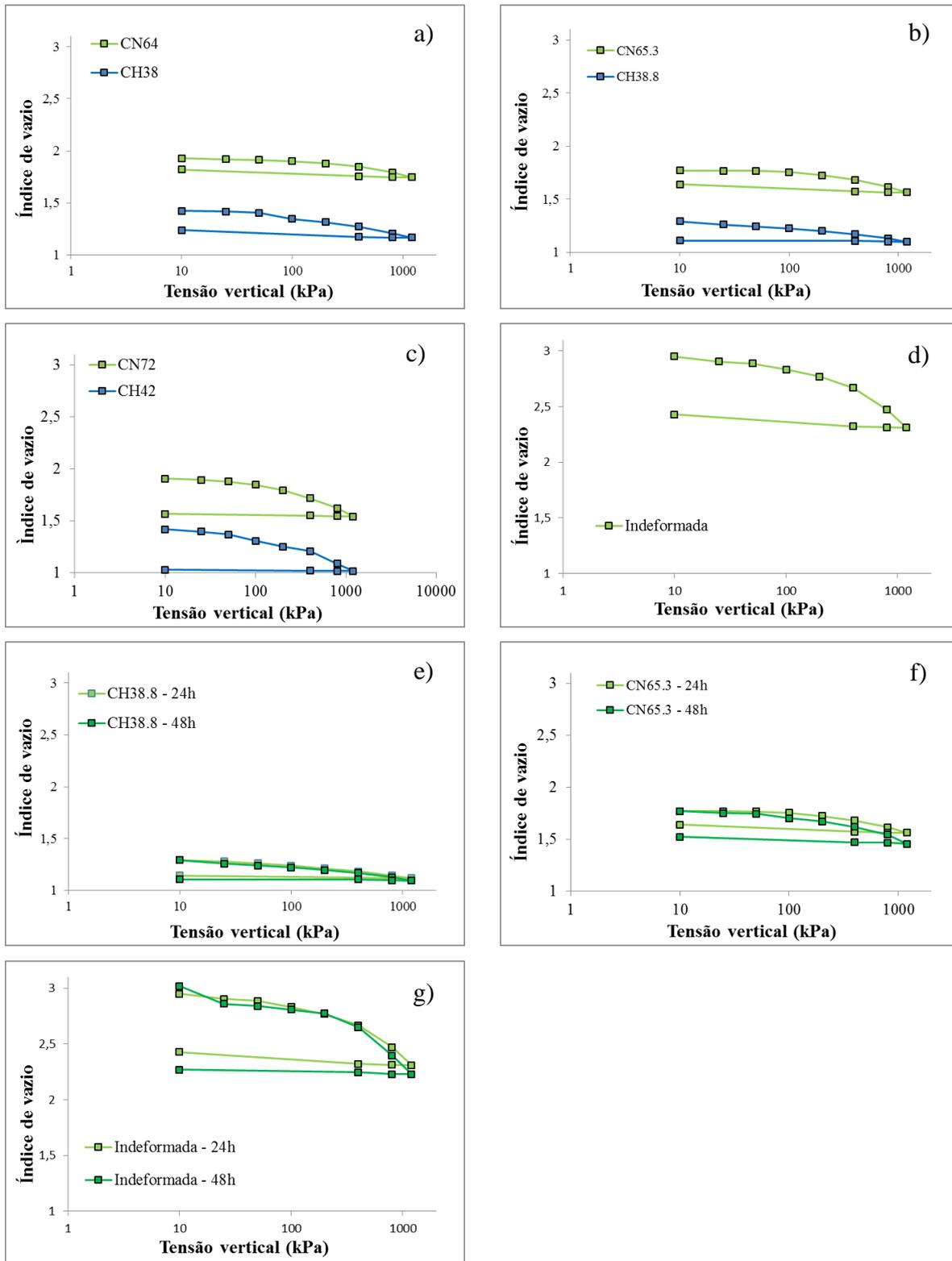
### 4.3 - CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO SOLO

A caracterização mecânica do solo foi realizada por meio de ensaios de compressibilidade e ensaios de cisalhamento segundo as especificações descritas no Capítulo 3. A seguir são apresentados e discutidos esses resultados.

#### 4.3.1 - Ensaios de compressibilidade

Como foi mencionado no Capítulo 3, foram realizados ensaios de compressão unidimensional para os pontos definidos na Tabela 4.6. As umidades inicial e final, duração de cada carga e os índices de vazio inicial e final são apresentados na Tabela 4.13, onde  $\Delta e$  é a variação do índice de vazio inicial e final das amostras estudadas.

Na Figura 4.29 (a, b, c, d) se apresentam as curvas de compressibilidade saturada dos pontos de trabalho com 24h de carregamento. Além disso, foram realizados ensaios mantendo a carga por 48h para avaliar a influência do tempo de aplicação da carga na resposta final das deformações, conforme apresentado na Figura 4.29 (e, f, g).



**Figura 4.29** - Curvas de compressibilidade dos pontos. a) CN64 e CH38; b) CN65.3 e CH38.8; c) CN72 e CH42; d) Da amostra indeformada; e) CH38.8 com 24 e 48h de carregamento; f) CN65.3 com 24 e 48h de carregamento; g) amostra indeformada com 24 e 48h de carregamento.

Foram observadas diferenças nos resultados de algumas amostras. Como se considera que a permeabilidade do material é elevada ( $10^{-5}$  m/s), devido a sua granulometria, deverão ser

realizados outros ensaios de modo a entender como o tempo influencia no comportamento desse material.

Na Tabela 4.13 se percebe que não há uma diferença significativa no comportamento das amostras quando se compara o resultado das deformações volumétricas ( $\epsilon_v$ ) das amostras com pré-secagem (CH38, CH38.8 e CH42) e sem pré-secagem (CH64, CH65.3 e CH72). As amostras compactadas no ramo seco tiveram as menores deformações volumétricas, enquanto as do ramo úmido apresentaram as maiores deformações. Cabe destacar ainda que a amostra que teve maior deformação foi a compactada no ramo úmido com pré-secagem, sendo superior inclusive à amostra indeformada.

Quanto aos resultados das amostras em que se esperaram dois (02) dias (48horas), percebe-se que não houve diferença significativa nas deformações volumétricas para a amostra com pré-secagem. Por outro lado, para amostra sem pré-secagem a deformação mais que dobrou. Resultado semelhante foi observado para a amostra indeformada, onde a deformação passou de 13% para 19%. Nos dois casos, o que diferencia as amostras é a existência de água constituinte do mineral, que aparentemente foi retirada com o processo de pré-secagem.

**Tabela 4.13** - Características das amostras adensadas.

Amostras	Umidade inicial (%)	Umidade final (%)	Índice de vazio inicial	Índice de vazio final	$\epsilon_v = (e_i - e_{nw}) / (1 + e_i)$
CH38	38	48,6	1,42	1,24	7%
CH38.8	38,8	48,0	1,29	1,11	8%
CH42	42	49,8	1,42	1,03	16%
CN64	64	63,4	1,93	1,82	4%
CN65.3	65,3	68,1	1,78	1,64	5%
CN72	72	74,1	1,92	1,57	12%
Indeformada	77,6	80,4	2,95	2,42	13%
CH38.8 (48h)	38,8	48,2	1,29	1,10	8%
CN65.3(48h)	65,3	66,4	1,78	1,53	9%
Indeformada (48h)	77,6	81,5	3,05	2,27	19%

Aparentemente a água constituinte do mineral também é responsável pela diferença no índice de vazios das duas curvas, uma vez que a diferença entre os índices de vazios das amostras sem pré-secagem e com pré-secagem é de aproximadamente 0,5. A razão para que a diferença seja constante ao longo das duas curvas seria o valor constante de umidade retirada dos minerais. Aparentemente a água que constitui os minerais, pode ser perdida por meio de secagem ou por carregamento, só que neste caso o processo continua a ocorrer mesmo depois de 24h.

A Tabela 4.14 mostra um resumo dos valores dos índices de compressão ( $C_c$  e  $C_e$ ) e tensão de pré-adensamento das amostras adensadas. Houve um comportamento inesperado nos valores da tensão de pré-adensamento das amostras, calculadas pelo método de Pacheco e Silva. As amostras com maior densidade tiveram valores menores de tensão de pré-adensamento. Isso pode estar associado ao fato das amostras não terem adensado completamente, com 24 horas ou mesmo com 48 horas.

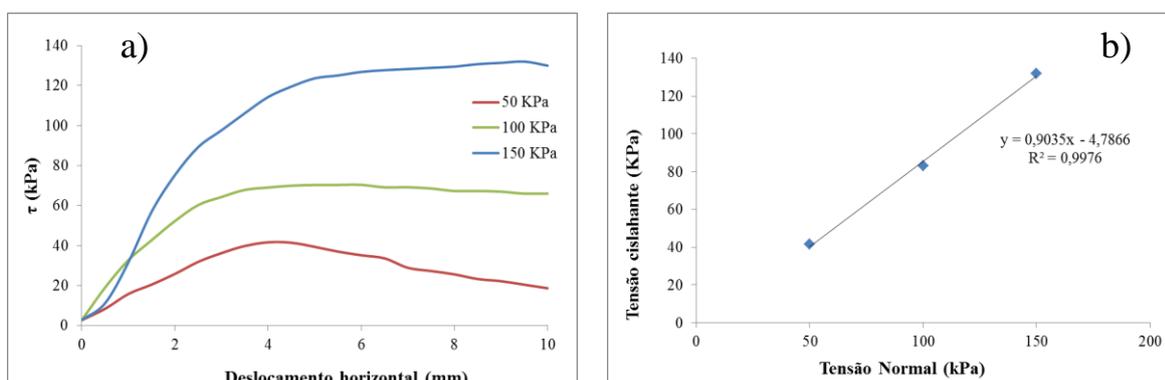
Tanto os índices de compressão, quando a permeabilidade foram pouco influenciadas pela umidade de compactação e pelo processo de pré-secagem. No caso da permeabilidade, o valor é da ordem de  $10^{-5}$  m/s, o que indica que o adensamento deveria ocorrer de forma rápida. Isso reforça a ideia de que a diferença entre as curvas de 24 horas e 48 horas deve estar associada a outros processos diferentes do adensamento.

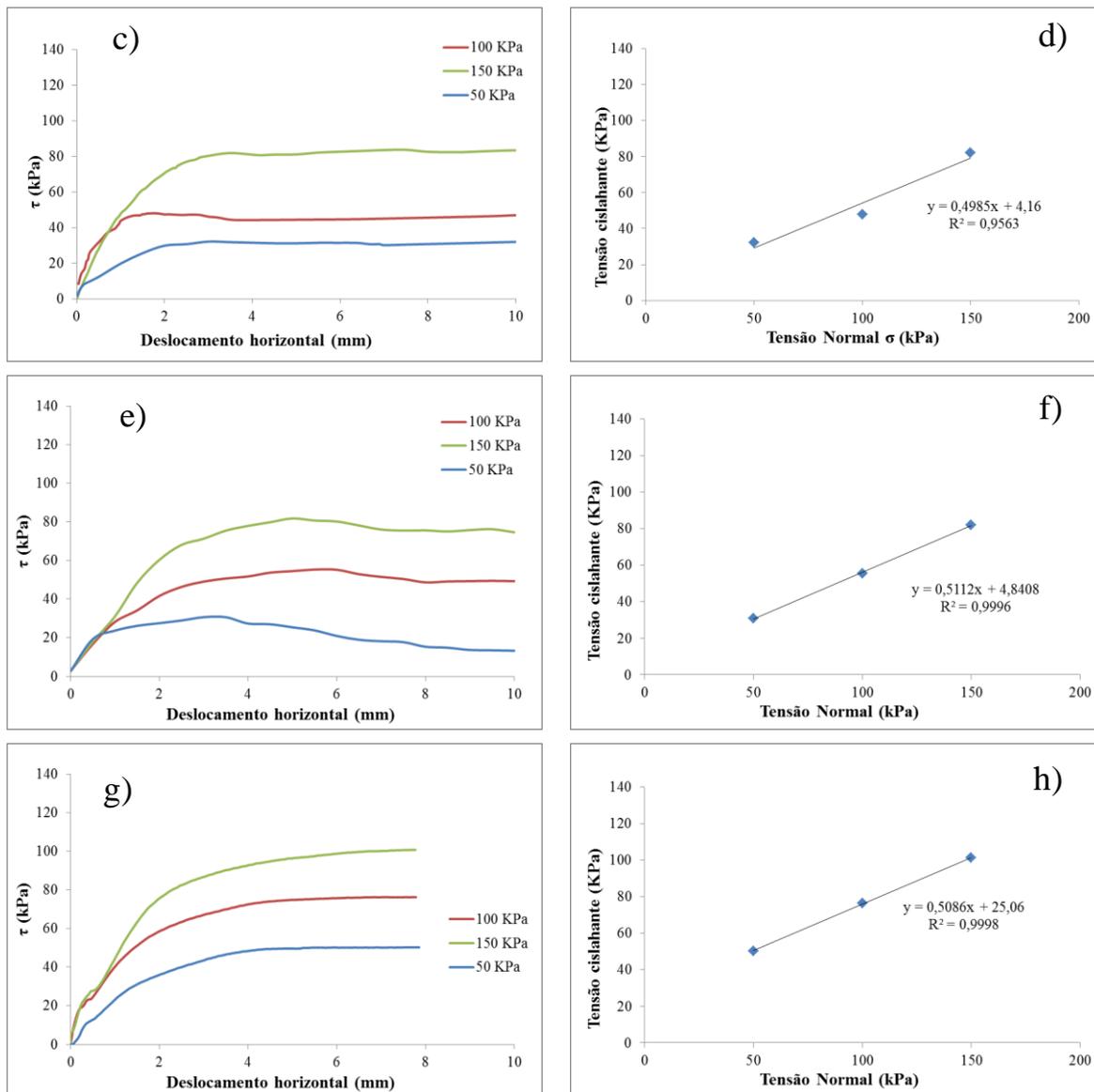
**Tabela 4.14** - Índice de compressão e tensão de pré-adensamento.

Amostras	$C_c$	$C_e$	$\sigma'_{pa}$ (kPa)
CH38	0,187	0,010	220
CH38.8	0,136	0,021	240
CH42	0,398	0,013	210
CN64	0,185	0,029	250
CN65.3	0,215	0,032	170
CN72	0,323	0,022	180
Indeformada	0,654	0,031	270
CH38.8 (48h)	0,133	0,011	240
CN65.3(48h)	0,242	0,013	170
Indeformada (48h)	0,850	0,057	320

### 4.3.2 - Resistência ao cisalhamento

São apresentados os resultados dos ensaios de cisalhamento direto na condição saturada, para as amostras indeformada e compactadas com as diferentes formas de preparação das amostras e diferentes umidades (CN65.3, CN64, CH38.8), segundo o procedimento descrito no Capítulo 3 (Figura 4.30).





**Figura 4.30** - Resultados dos ensaios de cisalhamento direto na condição saturada. a) Amostra CH38.8, c) Amostra CN64; e) Amostra CN65.3; g) Amostra indeformada.

É possível observar que, a resistência ao cisalhamento aumenta com o incremento da tensão normal. O deslocamento vertical foi baixo variando entre 2 e 5%. As amostras apresentaram um comportamento contrativo, e a maior tensão cisalhante foi obtida em aproximadamente 30% do deslocamento vertical máximo para todas as amostras.

Na Tabela 4.15 se apresenta um resumo dos parâmetros de resistência dos ensaios de cisalhamento anteriormente mencionados.

**Tabela 4.15** - Parâmetros de resistência das amostras compactadas e indeformadas.

Amostras	$\tau_{\max}$ (kPa)	$\Phi$ (°)	Coesão (kPa)
CH38.8	132	42,1	0
CN64	82,0	26,5	4,2
CN65.3	81,8	27,3	4,8
Indeformada	101,2	26,9	25,1

Pode-se observar que, a secagem prévia das amostras aumenta a tensão cisalhante máxima do solo, variando de 132 a 82 kPa. O ângulo de atrito para as amostras com secagem prévia também é maior, variando entre 26 e 42° aproximadamente. A coesão não apresenta muita variação entre as amostras sem secagem prévia e a amostra indeformada, mas na amostra com secagem prévia a coesão foi zero.

Para a mesma forma de preparação das amostras, os parâmetros de resistência: ângulo de atrito e coesão não apresentam muita variação. Mas na amostra com secagem prévia a diferença de comportamento foi significativa, diminuindo a zero o valor de coesão e aumentando o ângulo de atrito. Este comportamento mecânico observado dá prova da existência de uma estrutura ligeiramente cimentada quando se encontra em estado indeformado e compactado sem secagem prévia (Herrera, 2005; Lizcano *et al.*, 2006).

#### 4.4 - CARACTERIZAÇÃO HIDRÁULICA

Para a caracterização hidráulica do solo foram realizadas curvas de retenção da água, de acordo com o procedimento descrito no Capítulo 3, seguindo a trajetória de secagem e em seguida molhagem por gotejamento. Os resultados das curvas de retenção do solo foram obtidos por meio da técnica do papel filtro, da placa de sucção, de translação de eixos e do psicrômetro WP4C.

As curvas da Figura 4.31 (a, c, e) e Figura 4.32 (a, c) mostram os resultados das curvas de retenção obtidas e na Figura 4.31 (b, d, f) e Figura 4.32 (b, c) se encontram os ajustes realizados pela equação de Durner (1994) mencionada no Capítulo 2. A Tabela 4.16 apresenta os parâmetros de ajuste dos dados obtidos para trajetórias de secagem.

A análise dos parâmetros permite identificar o percentual de água retido nos micro e macro poros. Observa-se que para todas as amostras, o percentual retido nos micro poros é superior aos dos macro poros. Outro aspecto que merece destaque é que a amostra indeformada e a amostra CN64 têm os menores valores de água retido nos macroporos. O parâmetros  $n_M$ , que define a distribuição dos macroporos, tem valores distintos para as amostras preparadas com

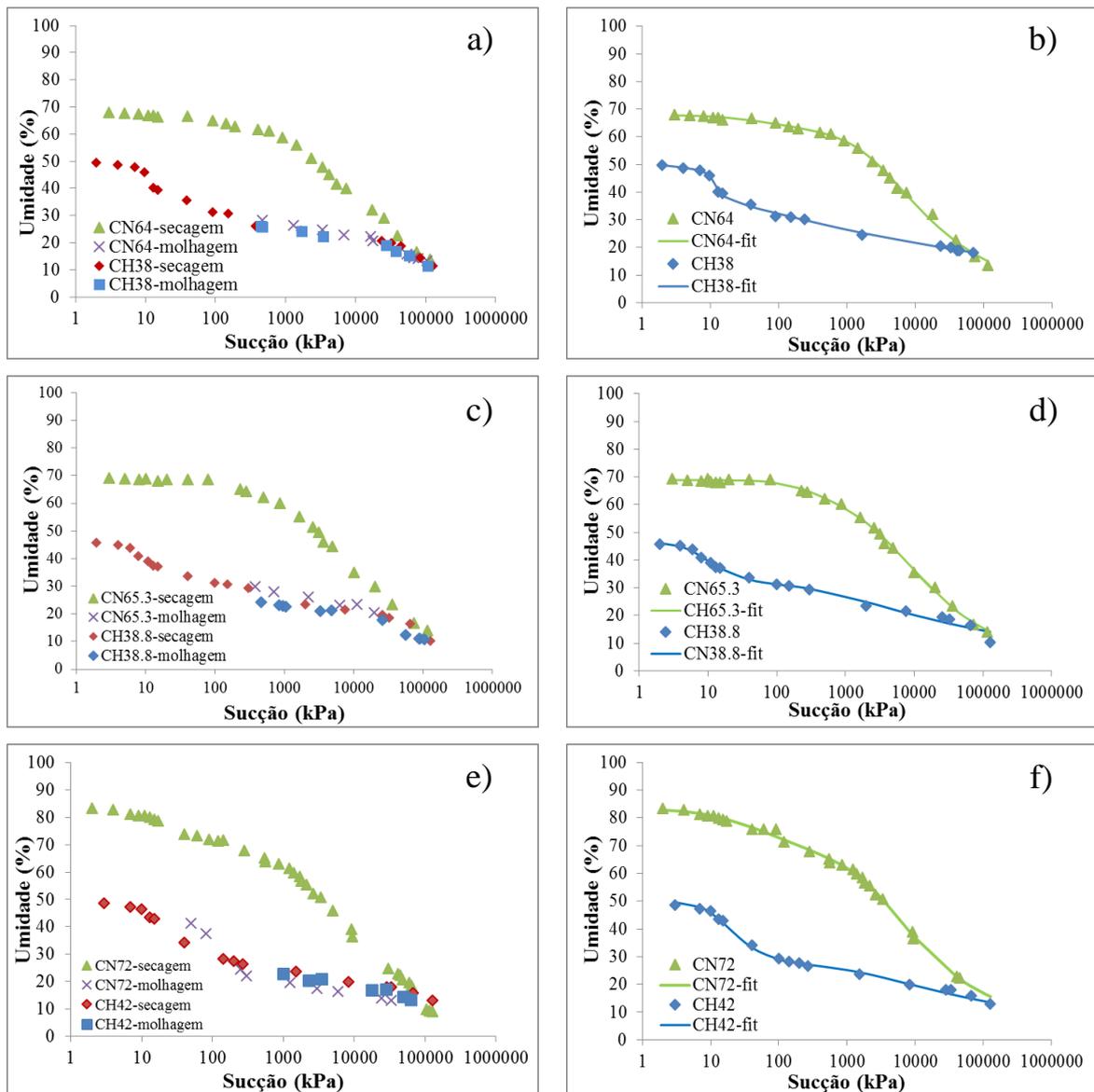
pré-secagem (2,2-2,3), sem pré-secagem (1,2-1,6) e Indeformada (3,3). Por outro lado o parâmetro  $n_m$ , relacionado com a distribuição dos micro poros, não sofre grandes variações. Esses resultados estão de acordo com os resultados obtidos nas análises de porosimetria, onde não foi observada nenhuma mudanças nos microporos. Outro ponto que deve ser destacado é que todos os ajuste tiveram valores de  $R^2$  próximo a 1.

**Tabela 4.16** - Parâmetros de ajuste para as curvas de retenção da água.

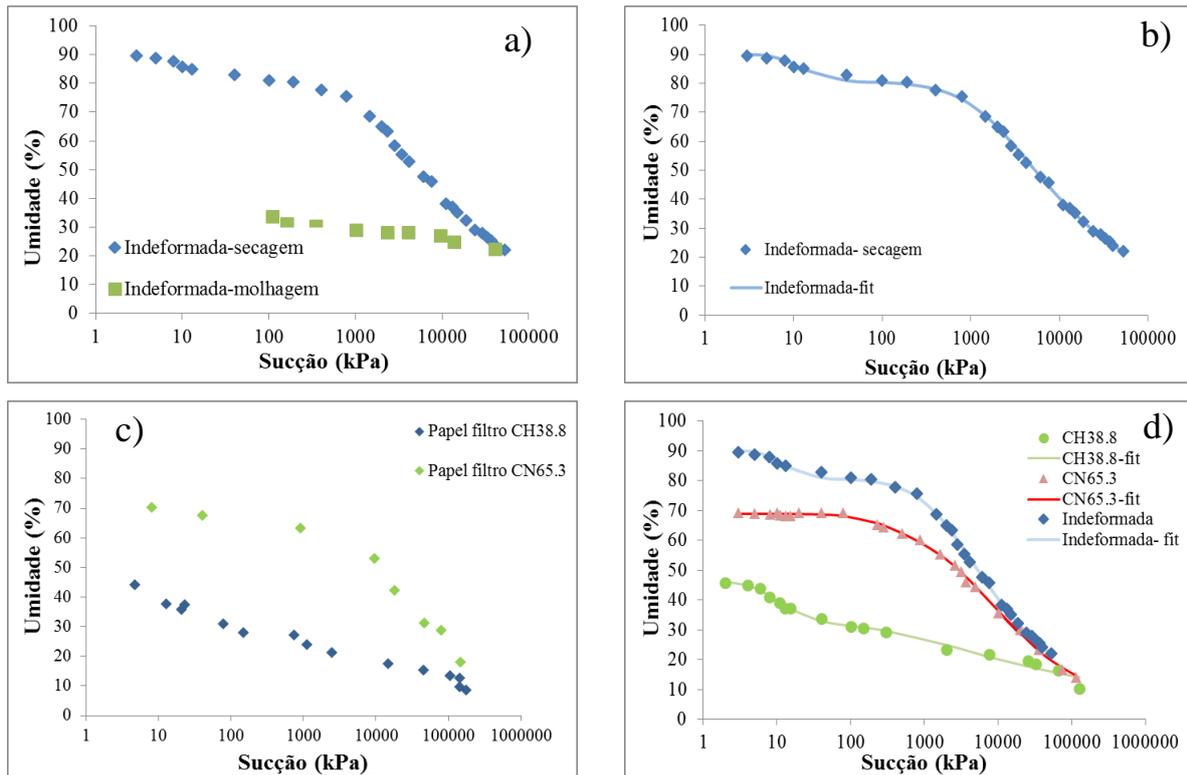
Amotras	Macro				Micro				$R^2$
	$w_M$	$\alpha_M$	$n_M$	$m_M=1-1/n_M$	$w_m$	$\alpha_m$	$n_m$	$m_m=1-1/n_m$	
CH38	0,21	0,08	2,3	0,6	0,29	5E-4	1,1	0,1	0,99
CH38.8	0,15	0,13	2,3	0,6	0,31	2E-3	1,1	0,1	0,99
CH42	0,23	0,07	2,2	0,6	0,27	8E-4	1,1	0,1	1,00
CN64	0,08	0,04	1,3	0,3	0,59	4E-4	1,4	0,3	0,99
CN65.3	0,14	4E-4	1,6	0,4	0,55	3E-4	1,4	0,3	0,99
CN72	0,37	0,06	1,2	0,1	0,46	3E-4	1,5	0,3	0,99
Indeformada	0,09	0,10	3,3	0,7	0,81	6E-4	1,4	0,3	0,99

Porém, apesar de o ajuste com curvas bi-modais ser satisfatório, visualmente as curvas relacionadas a amostra Indeformada e aos pontos CN64, CN65.3 e CN72 apresentam um comportamento unimodal e, em alguns casos (Indeformada e CN64), os valores dos macroporos obtidos nos ajustes são muito pequenos. Por outro lado, se as curvas de molhagem foram analisadas, percebe-se que estas têm aspecto bimodal, e as vezes trimodal, nítido. Conforme discutido no item sobre porosimetria, as curvas de distribuição de poros apresentam três modos distintos, ou seja, as curvas de retenção de água que conseguem reproduzir tal aspecto são as de molhagem e não as de secagem.

Esse aspecto chama a atenção, porque além do ciclo secagem-molhagem produzir um grande valor de histerese, aparentemente produz também uma mudança em como a água fica armazenada dentro do solo. Isso ocorre por que quando há saída de água de dentro da estrutura do mineral, essa água não poderá ser reconstituída num processo de molhagem. Além disso, isso produz mudanças na distribuição dos poros. Observa-se que as curvas de molhagem dos pontos com e sem pré-secagem correspondente às amostras no ramo seco (CN38 e CN64), ramo úmido (CN42 e CN72) e ótimo (CN38.8 e CN65.3) são coincidentes. Além disso, os pontos com pré-secagem não apresentam nenhuma histerese. Isso reforça a ideia de que a diferença entre as curvas de molhagem e de secagem se dá principalmente pela saída de água da estrutura do mineral e não somente pela saída da água dos poros.



**Figura 4.31** - Curvas de retenção da água para: a) Pontos CN64 e CH38 trajetória de secagem e logo molhagem; b) Ajuste realizado para a trajetória de secagem dos pontos CN64 e CH38; c) Pontos CN65.3 e CH38.8 trajetória de secagem e logo molhagem; d) Ajuste realizado para a trajetória de secagem dos pontos CN65.3 e CH38.8; e) Pontos CN72 e CH42 trajetória de secagem e logo molhagem; f) Ajuste realizado para a trajetória de secagem dos pontos CN72 e CH42.



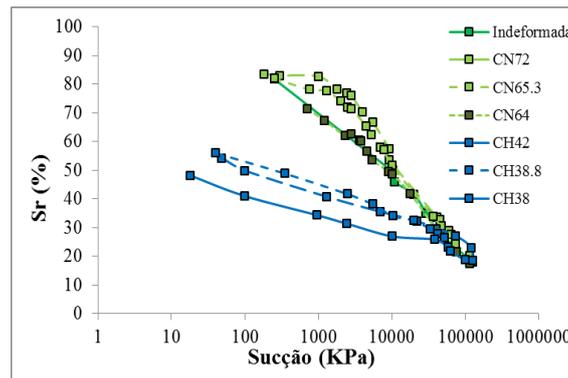
**Figura 4.32** - a) Amostra indeformada trajetória de secagem, molhagem e ajuste para a trajetória de secagem; b) Ajuste realizado para a trajetória de secagem da amostra indeformada; c) Curva de retenção dos pontos CN65.3 e CH38.8 utilizando o papel filtro; d) Curva de retenção das amostras CH38.8, CN65.3 e a indeformada.

Com relação às curvas de retenção, aparentemente todas quando chegam a sucções maiores que 30.000 kPa, com umidades perto de 20%, começam a convergir numa só, o que pode significar que o valor de entrada de ar dos microporos é constante. Outro ponto relevante é que apesar de apresentarem granulometria de silte e permeabilidade elevada ( $10^{-5}$  m/s) os valores de entrada de ar são elevados para as amostras sem pré-secagem e para a amostra Indeformada.

A presença de haloisita hidratada na cinza vulcânica pode ser a explicação da grande diferença nas propriedades hidráulicas do solo influenciando na capacidade de retenção da água e afetando as fortes ligações entre partículas (Wesley, 1973, 2009, 2014; Nanzyo *et al.*, 1989; Tadashi Akahashi e SHoji, 2002).

Para umidades menores que 20% poderiam ser realizados ensaios com soluções de sais conseguindo medir sucções maiores que 300MPa para determinar se a curva de retenção é realmente unimodal (Ferrari, 2013). Porém esses ensaios não foram realizados nesse trabalho.

De modo a obter as curvas de retenção em termos de grau de saturação,  $S_r$ , foram realizadas as medidas de deformação volumétrica das amostras Indeformada e compactadas. Os resultados são apresentados na Figura 4.33. Pode-se observar que, as amostras sem secagem prévia, têm uma grande diminuição da saturação na faixa de sucção entre 100- 10.000 kPa e a inclinação da curva é maior, mas nas amostras com secagem prévia a saturação foi diminuindo gradualmente.



**Figura 4.33-** Curvas de retenção em função da saturação.

Na Tabela 4.17 se apresentam os resultados da variação volumétrica inicial e final ( $\Delta$  volume), a variação na saturação inicial e final ( $\Delta$  saturação) e a variação dos índices de vazio inicial e final ( $\Delta e$ ) das amostras Indeformada e compactadas com as diferentes formas de preparação. As amostras sem secagem prévia tiveram maior deformação volumétrica e maior variação no índice de vazio que as que tiveram secagem prévia.

**Tabela 4.17** – Medida da contração volumétrica do solo nas diferentes condições.

Amostras	$\Delta$ volume (%)	$\Delta$ saturação (%)	$\Delta e$ (%)
CH38	5	61	7
CH38.8	1	53	1
CH42	4	66	6
CN64	7	75	11
CN65.3	9	75	13
CN72	12	67	18
Indeformada	17	78	23

#### 4.5 - RESUMO DO CAPÍTULO

Neste capítulo foram apresentados os resultados dos ensaios de caracterização físico- química, e da avaliação do comportamento hidromecânico e estrutural do solo de origem vulcânica de Popayán. Realizou-se uma análise da variabilidade do comportamento do solo com as diferentes formas de preparação das amostras, mostrando como a secagem das amostras gera

uma mudança na mineralogia do solo, que influencia diretamente nos resultados dos limites de Atterberg, na classificação do solo e na curva granulométrica.

O comportamento estrutural do solo também foi afetado com a pré-secagem das amostras diminuindo o diâmetro dos macroporos, e a estrutura encontra-se mais dispersa.

O comportamento hidromecânico do solo também difere com as diferentes formas de preparação das amostras (com e sem secagem prévia), as principais diferenças se encontram:

- Nas duas curvas de compactação obtidas (uma para cada forma de preparação das amostras);
- Se observa uma variação da porosidade, saturação, afetação da coesão além do aumento da resistência do solo;
- Na variação das curvas de retenção da água, mostrando para as amostras sem secagem prévia uma histerese elevada, além de ter um aspecto unimodal. Mas as amostras com secagem prévia não mostram histerese e o aspecto é bimodal.

## 5 - CONCLUSÕES

Neste capítulo se apresentam as principais conclusões do trabalho experimental realizado, que demonstram o comprimento dos objetivos geral e específicos propostos. As conclusões finais foram divididas por etapa de trabalho: Caracterização físico química, Avaliação do comportamento hidromecânico e Comportamento estrutural do solo.

Conclusões com respeito a caracterização físico-química do solo:

- A secagem das amostras e a diminuição da umidade agrega as partículas aumentando a quantidade de grãos com tamanho de areia;
- A secagem das amostras influencia diretamente os resultados dos limites de Atterberg. Quando a amostra se encontra úmida e sem secagem prévia é um silte de alta plasticidade e quando sofre secagem prévia é uma areia não plástica;
- A caracterização mineralógica realizada utilizando a técnica de DRX permitiu identificar a existência dos minerais haloisita (hidratada), gibbsita, quartzo, caulinita e cristobalita;
- A variação das umidades das amostras ocasiona mudanças na mineralogia do solo passando de haloisita hidratada (em estado indeformado e sem secagem prévia) para haloisita desidratada (secagem prévia do solo até a umidade higroscópica);
- A análise termogravimétrica, espectroscopia infravermelha e espectroscopia mossbauer permitiram corroborar a existência da haloisita, encontrada na análise de difração de raio X;
- A diferença entre o pH em água e KCl indica a predominância de cargas positivas;
- A análise da composição química do solo mostra altas percentagens de Fe, Al e Si, que corrobora a presença de minerais de argila além do quartzo;
- A mudança na granulometria e na plasticidade com a pré-secagem das amostras motivou o estudo do comportamento hidromecânico e estrutural do solo com duas formas de preparação das amostras, uma com secagem prévia e outra sem secagem prévia. As mudanças devido a pré-secagem são marcantes e pode-se afirmar que são dois solos distintos um silte de alta plasticidade e uma areia;
- Foram obtidas duas curvas de compactação diferentes para as duas formas de preparação das amostras, sendo que no caso com secagem prévia houve uma diminuição da umidade ótima (de 65,3 a 38,8%) e um aumento da densidade seca máxima (de 9,32 a 11,31kN/m<sup>3</sup>);

Com respeito a avaliação do comportamento estrutural:

- O estudo do comportamento estrutural do solo indica que o solo possui três modos distintos de tamanho de poros. O primeiro na faixa entre 20 e 100  $\mu\text{m}$ , o segundo na faixa entre 0,3 e 5  $\mu\text{m}$  e o último aparece na faixa com diâmetros menores que 0,01  $\mu\text{m}$ ;
- A análise da microestrutura utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura permitiu identificar a morfologia tubular da haloisita com diâmetros entre 0,2 e 0,8  $\mu\text{m}$ , a existência de um desordem estrutural e agregações de argila;
- A utilização da técnica de adsorção e dessorção de nitrogênio é viável para a análise da mesoestrutura nos solos de origem vulcânica;
- A mesoestrutura apresenta tamanhos de poros entre 0,001 e 0,01  $\mu\text{m}$  os quais não tiveram alteração com a pré-secagem, compactação ou adensamento nas amostras estudadas;
- A análise da macroestrutura mostrou que o nitrogênio não conseguiu preencher todos os vazios das amostras, sendo que em alguns casos a diferença é superior a 40%;
- A secagem e a compactação das amostras diminuíram o tamanho dos poros da macroestrutura;
- O ajuste dos dados experimentais da porosimetria por meio da equação proposta por Durner (1994) é viável para os solos de origem vulcânica;

Com respeito a avaliação do comportamento hidromecânico:

- As amostras compactadas com secagem prévia tiveram menor compressibilidade e menor contração volumétrica que as amostras sem secagem prévia;
- A diminuição da umidade das amostras produziu variações nos parâmetros de resistência do solo, diminui a coesão e aumenta o atrito;
- A análise do comportamento hidráulico mostrou que é viável combinar as técnicas de placa de sucção, translação de eixos e WP4C para obter as curvas de retenção de água;
- As curvas de retenção das amostras que não tiveram secagem prévia mostraram uma histerese elevada além de aspecto unimodal. Não entanto, as amostras submetidas a secagem prévia essa histerese não é visível, e o aspecto é bimodal;

- O ajuste dos dados experimentais da curva de retenção por meio da equação proposta por Durner (1994) é viável para os solos de origem vulcânica. Porém, neste trabalho foram utilizados apenas dois modos e a análise da porosimetria demonstra que o solo apresenta três modos;
- Todas as conclusões anteriores possibilitam afirmar que a desidratação da haloisita que ocorre com a pré-secagem das amostras afeta o comportamento hidromecânico e estrutural do solo de origem vulcânica.

## 6 - RECOMENDAÇÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

A partir dos resultados e das conclusões desta pesquisa são apresentadas várias sugestões para pesquisas futuras:

- Estudar a capacidade de troca catiônica dos solos de origem vulcânica;
- Determinação dos percentuais de cada um dos minerais presentes no solo de origem vulcânica de modo a definir se alguns deles tem papel determinante sobre o comportamento;
- Investigar como a presença de matéria orgânica influencia nas características químicas do solo, e como isso pode determinar ou não a mudança de comportamento com a pré-secagem do solo;
- Investigar como a mudança nas características da água utilizada na compactação pode interferir no processo de compactação dos solos de origem vulcânica;
- Realizar um estudo mais detalhado sobre a resposta mecânica, especialmente no que diz respeito à resistência ao cisalhamento.
- Realizar o estudo do comportamento hidráulico do solo compactado com diferentes umidades utilizando soluções de sais, verificando se as curvas de retenção realmente são unimodais ou bimodais;
- Realizar o estudo da microestrutura do solo em estado compactado utilizando a técnica de Microscopia Eletrônica de Transmissão;
- Estudar a influencia da energia de compactação modificada no comportamento hidromecânico e estrutural do solo de origem vulcânica;
- Realizar ensaios de cisalhamento em amostras de solos com secagem prévia.

## 7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Acevedo-Sandoval, O., Prieto-Garcia, F. & A. Gordillo-Martínez. (2008). Identificar las fracciones de aluminio en un andosol del estado de Hidalgo, México. *Rev. la Soc. Geológica España*, 21(3–4): 125–132.
- Adamo, P., Violante, P. & Wilson, M.J. (2001). Tubular and spheroidal halloysite in pyroclastic deposits in the area of the roccamonfina volcano (Southern Italy). *Geoderma*, 99: 295–316.
- Almazán, D. (2013). Experiencia en el empleo de cenizas para la construcción de terraplenes y explanadas en el enlace de acceso al Hospital Universitario de Asturias. *Carreteras*, 187: 95–104.
- Alvarez, N.. & Rocha, M. (2013). Determinação da área superficial específica e da porosidade de duas argilas provenientes da Bacia de Taubaté- São Paulo. I Congresso Fluminense de Engenharia, Tecnologia e Meio Ambiente - UFF, Niterói – RJ.
- Arango, J.D. (1993). Características generales y comportamiento geotécnico de las cenizas volcánicas en la Zona del Antiguo Caldas. Universidad de Los Andes.
- Asano, M. & Wagai, R. (2014). Evidence of aggregate hierarchy at micro- to submicron scales in an allophanic andisol. *Geoderma*, 216: 62–74.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 6459. (1984). Solo- Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 8p.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas.. NBR 12007. (1990). Solo- Ensaio de adensamento unidimensional. Rio de Janeiro, 13p.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 6457. (1986). Amostras de solo- Preparação para ensaios de compactação e caracterização. Rio de Janeiro, 9p.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 6508. (1984). Grãos de solos que passam na peneira de 4.8mm- Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 8p.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 7180. (1984). Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro, 3p.
- Bailey, S.. (1990). Halloysite – a critical assessment. *Proceedings of the 9th International Clay Conference*, . *Sci. Géol. Mém.*, 85, Strasbourg, 89–98.
- Bates, T., Hildebrand, F.. & Am, A.. (1959). Morphology and structure of endellite and halloysite. *Mineral*, 35: 463.
- Bommer, J.J., Rolo, R., Mitroulia, A. & Berdousis, P. (2002). Geotechnical properties and seismic slope stability of volcanic soils. *12th European Conference on Earthquake Engineering*, 695: .
- Bordeepong, S., Bhongsuwan, D., Pungrassami, T. & Bhongsuwan, T. (2011). Characterization of halloysite from thung yai district, nakhon si thammarat province, in southern thailand. *Songklanakarin J. Sci. Technol.*, 33(5): 599–607.
- Borges, C. (2014). Estudo microestrutural do comportamento hidromecânico do solo de Brasília-DF. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 131 p.

- Borges, C.R., N., G.G.F., Vargas, C.A.L. & Guimarães, R.C. (2010). Uso de um papel filtro de baixo custo na determinação de curvas características. XV Congr. Bras. Mecânica dos Solos e Eng. Geotécnica COBRAMSEG.
- Brady, P., Duncan, J. & Mork, K. (1965). No title. Proc. R. Soc., 287 A: 343.
- Broquen, P., Giardin, J. & Frugoni, P. (1995). Evaluación de algunas propiedades de suelos derivados de cenizas volcánicas asociadas con forestaciones de coníferas exóticas (so de la provincia de Neuquén - Argentina). Bosque, 16(2): 69–79.
- Buenfil, C.M.B. (2007). Caracterización Experimental del Comportamiento Hidromecánico de una Arcilla Compactada. Tesis de doctorado, Departamento de Engenharia de Terreno e Cartografia, Universidad Politécnica da Cataluña.
- Camapum De Carvalho, J., Crispel, J.J., Mieussens, C. & Nardone, A. (1987). Reconstituição de corpos de prova em laboratório – teoria e prática operacional. Relatório Pesqui. LPC nº 145, : 88.
- Cardoso, F.B.F. (2002). Propriedades e Comportamento Mecânico De Solos Do Planalto Central Brasileiro. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 407p.
- Cardoso, R., Romero, E., Lima, A. & Ferrari, A. (2007). A comparative study of soil suction measurement using two different high-range psychrometers. Exp. Unsaturated Soil Mech., 112: 79–93.
- Carmen Silva de Moya Partiti. (2005). Espectroscopia mossbauer na análise de óxidos e hidróxidos de ferro. XXX Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Recife, 21.
- Cerda, A., Calvo, A., Lavee, H. & Imeson, A.C. (1996). Erosionabilidad del suelo a lo largo del gradiente climático coll de rates. IV Reunión de Geomorfología, A Coruña.
- Chadwick, O. & Chorover, J. (2001). The chemistry of pedogenic thresholds. Geoderma, 100: 321–353.
- Chadwick, O. a, Gavenda, R.T., Kelly, E.F., Ziegler, K., Olson, C.G., Elliott, W.C. & Hendricks, D.M. (2003). The impact of climate on the biogeochemical functioning of volcanic soils. Chem. Geol., 202(3–4): 195–223.
- Churchman, G.J., Davy, T., Aylmore, A. & Gilkes, R. (1995). Characteristics of fine pores in some halloysites. Clay Miner., 30: 89–98.
- Colmenares, J. (2002). Suction and volume changes of compacted sand-bentonite mixtures. Thesis doctor, Imperial College of Science, Tecnology and Medicine, University of London, 407 p.
- Colombo, C., Sellitto, V.M., Palumbo, G., Di Iorio, E., Terribile, F. & Schulze, D.G. (2014). Clay formation and pedogenetic processes in tephra-derived soils and buried soils from central-southern apennines (Italy). Geoderma, 213: 346–356.
- Cordão-Neto, M.P. (2005). Análise hidro-mecânica de barragens de terra construídas com materiais colapsíveis. Tese de doutorado, Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 140 p.
- Cui, Y.J. & Delage, P. (1996). Yielding and plastic behaviour of an unsaturated compacted silt. Géotechnique, 46(2): 291–311.
- Decagon Devices, I. (2010). Dewpoint potentiometer. WP4C PotenciaMeter. Operator`s

- Manual, Version 2, . Decagon Devices, Inc., Pullman, USA.
- Delage, P. & Lefebvre, G. (1984). Study of the structure of a sensitive champlain clay and of its evolution during consolidation. *Can. Geotech. J.*, 21: 21–35.
- Delage, P., M., A., Cui, Y.J. & Howatt, M.D. (1996). Microstructure of a compacted silt. *Can. Geotech. J.*, 33: 150–158.
- Delage, P., Romero, E. & Tarantino, A. (2008). Recent developments in the techniques of controlling and measuring suction in unsaturated soils. Keynote Lecture, Proc. 1st Eur. Conf. on Unsaturated Soils, 3–52.
- Duncan, J. & Golding, R.. (1965). No title. *Rev. Chem. Soc.*, 19(36).
- Durner, W. (1994). Hydraulic conductivity estimation for soils with heterogeneous pore structure. *Water Resources Res*, 30: 211–223.
- E.Murad, U.Wagner & Jahrb., N. (1991). Mossbauer spectra of kaolinite, halloysite and the firing products of kaolinite:new results and a reappraisal of published work. *Mineral*, 162(3): 281–309.
- Ersoy, O., Chinga, G., Aydar, E., Gourgaud, A., Cubukcu, H.E. & Ulusoy, I. (2006). Texture discrimination of volcanic ashes from different fragmentation mechanisms: a case study, mount nemrut stratovolcano, eastern turkey. *Comput. Geosci.*, 32: 936–946.
- Espinoza, D. & Meléndez, W. (2012). Geochemical study of neoformed minerals present in the bauxite of los pijiguaos , venezuela. *Rev. la Fac. Ing. U.C.V*, 27(3): 39–52.
- Falcón, J.M., Sawczen, T. & Aoki, I.V. (2015). Dodecylamine-loaded halloysite nanocontainers for active anticorrosion coatings. *Front. Mater.*, 2(November): 1–13.
- Farias, W.M. (2012). Processos evolutivos de intemperismo químico e sua ação no comportamento hidromecânico de solos do planalto central. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 284 p.
- Ferrari, A. (2015). Microstructural investigation of porous materials (Classrom: Experimental geomechanics). EPFL Dr. Sch. EDOC – EDME Mech.,.
- Ferrari, A., Eichenberger, J. & Laloui, L. (2013). Hydromechanical behaviour of a volcanic ash. *Géotechnique*, 63(16): 1433–1446.
- Figueiredo, M. do A., Varajão, A.F.D.C. & José Domingos Fabris. (2004). Porosidade de solos do sul do complexo bação, quadrilátero ferrífero, minas gerais, obtida pelas técnicas n2 bet e intrusão de mercúrio. XIII Congresso da Associação Brasileira de Estudos do Quaternário ABEQUA, .
- Fisher, R.. (1984). *Pyroclastic rocks*. Springer-Verlag,.
- Forero-Dueñas, C., Gálvez, P. & Fino y Ulloa. (1999). Estudios de la estructura de las cenizas volcánicas de armenia y su relación con el comportamiento geotécnico. X Jornadas Geotécnicas la Ing. Colomb. *Boletín Colomb. Geotec. Soc. Colomb. Geotec.*,.
- Fredlund, D G, & Rahardjo, H. (1993). *Soil Mechanics for Unsaturated Soils*. Stress The International Journal on the Biology of Stress.
- Fredlund, D.G., Xing, A. & Huang, S. (1994). Predicting the permeability function for unsaturated soils using the soil-water characteristic curve. *Can. Geotech.*, 31.

- Gafurl, A., Koch, C.B. & Borsgaard, O.K. (2004). Weathering intensity controlling sustainability of ultisols under shifting cultivation in the chitagong hill tracts of bangladesh. *Soil Sci.*, 169(9): 663–675.
- Gallipoli, D., Gens, A., Sharma, R. & Vaunat, J. (2003). An elasto-plastic model for unsaturated soil incorporating the effects of suction and degree of saturation on mechanical behaviour. *Géotechnique*, 44(June).
- García, J.C. (2003). Efectos de los cambios de humedad en la resistencia de un suelo parcialmente saturado derivado de ceniza volcánica. 10.1024/0301-1526.32.1.54, Tesis de maestría, Departamento de Ingeniería Civil, Universidad Nacional de Colombia.
- Garcia, P., Prieto, J., Gutierrez, I. & Méndez, M. (2009). Correlación de potencial zeta y parámetros fisicoquímicos en extractos de saturación de suelos del distrito de riego-03, valle mezquital, hidalgo. *Trop. Subtrop. Agroecosystems*, 10(2): 161–167.
- Gens, A. & Romero, E. (2000). Simposio sobre geotecnia de las infraestructuras del transportes. Simp. sobre Geotec. las infraestructuras del Transp. Soc. Española del Mecánica del Suelo y Ing. Geotécnica, : 17–43.
- Giesche, H. (2006). Mercury porosimetry: a general (practical) overview. *Part. Part. Syst. Charact.*, 23(1): 9–19.
- Grau, E. (2014). Efeito da variação de umidade no cálculo do empuxo em solos tropicais. Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 122 p.
- Grim, R.E. (1968). *Clay Mineralogy*. 2da Ed. New York.
- Guerrero, J.. (1974). Influencia de la materia orgánica y materiales amorfos en la capacidad de intercambio catiónico de algunos suelos de la región del volcán IRAZU. Tesis maestria, Instituto Interamericano de ciencias agrícola de la OEA, Costa Rica, 152p.
- Guevara, A., de la Torre, E., Valencia, L., Gallegos, B., Criollo, E. & Mena, F. (2008). Estudio de suelos agrícolas afectados por la caída de ceniza del volcán tungurahua. XI Congreso Ecuatoriano de la Ciencia del Suelo, Ecuador, 29–31.
- Hajnos, M., Lipiec, J., Świeboda, R., Sokołowska, Z. & Witkowska-Walczak, B. (2006). Complete characterization of pore size distribution of tilled and orchard soil using water retention curve, mercury porosimetry, nitrogen adsorption, and water desorption methods. *Geoderma*, 135: 307–314.
- Heiken, G. & Wohletz, K.H. (1992). *Volcanic Ash*. second ed. University of California Press, Berkeley, California.
- Hermelin, M. (1992). Los suelos del oriente antioqueño un recurso no renovable. *Bull. Inst. fr. études Andin.*, 21: 25–36.
- Herrera, M.C. (2005). Suelos derivados de cenizas volcánicas en Colombia: Estudio fundamental e implicaciones en ingeniería. Tesis de doctorado, Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental, Universidad de Los Andes, 265 p.
- Hildebrando, E.A., Sheller, T., Ang, R.S. & Neves, R.F. (2009). Caracterização mineralógica de material argiloso proveniente do município de santa bárbara – pa. Congresso Brasileiro De Cerâmica, 1–8.
- Hoffmann, C., Alonso, E.E. & Romero, E. (2007). Hydro-mechanical behaviour of bentonite pellet mixtures. *Phys. Chem. Earth*, 32: 832–849.

- Horvath, G. & Kawazoe, K. (1983). Method for the calculation of effective pore size distribution in molecular sieve carbon. *Chem. Eng. Japan.*, 16(5): 470–475.
- Houston, S.L., Houston, W.R. & Wagner, A.M. (1994). Laboratory filter paper measurements. *Geotech. Test. J.*, 17(2): 185–194.
- Hurtado, G. (2014). Análisis del comportamiento promedio y tendencias de largo plazo de la temperatura máxima media para las regiones hidroclimáticas de Colombia.
- Hwang, S.I., Yun, E.Y. & Ro, H.M. (2011). Estimation of soil water retention function based on asymmetry between particle- and pore-size distributions. *Eur. J. Soil Sci.*, 62(2): 195–205.
- Ilieva, A., Mihailova, B., Tsintsov, Z. & Petrov, O. (2007). Structural state of microcrystalline opals: a raman spectroscopic study. *Am. Mineral.*, 92(8–9): 1325–1333.
- Inoue, A., Utada, M. & Hatta, T. (2012). Halloysite-to-kaolinite transformation by dissolution and recrystallization during weathering of crystalline rocks. *Clay Miner.*, 47(3): 373–390.
- Ishiguro, M., Makino, T. & Hattori, Y. (2006). Sulfate adsorption and surface precipitation on a volcanic ash soil (allophanic andisol). *J. Colloid Interface Sci.*, 300(2): 504–510.
- IUPAC. (1997). “IUPAC Compendium of Chemical Terminology” (Gold Book). Blackwell.
- Iyoda, F., Hayashi, S., Arakawa, S., Okamoto, M., Hayashi, H. & Yuam, G. (2012). Synthesis and adsorption characteristics of hollow spherical allophane nano-particles. *Appl. Clay Sci.*, 56: 77–83.
- Joussein, E., Petit, S., Churchman, J., Theng, B., Righi, D. & Delvaux, B. (2005). Halloysite clay minerals – a review. *Clay Miner.*, 40(4): 383–426.
- Joussein, E., Petit, S., Fialips, C.I., Vieillard, P. & Righi, D. (2006). Differences in the dehydration-rehydration behavior of halloysites: new evidence and interpretations. *Clays Clay Miner.*, 54(4): 473–484.
- Juang, H. & Holtz, R. (1986). Fabric, pore size distribution, and permeability of sandy soils. *J. Geotech. Eng.*, 112(9): 855–868.
- Kirkman, J. (1981). Morphology and structure of halloysite in new zealand tephras. *Clays Clay Miner.*, 29: 1–9.
- Kogure, T., Mori, K., Drits, V. a. & Takai, Y. (2013). Structure of prismatic halloysite. *Am. Mineral.*, 98(5–6): 1008–1016.
- Kohyama, N., Fukushima, K. & Fukami, A. (1978). Observation of the hydrated form of tubular halloysite by an electron microscope equipped with an environmental cell. *Clays Clay Miner.*, 26: 25–40.
- Koliji, A., Vulliet, L. & Laloui, L. (2010). Structural characterization of unsaturated aggregated soil. *Can. Geotech. J.*, 47: 297–311.
- Komusinski, J., Stoch, L. & Dubiel, S.. (1981). Application of electron paramagnetic resonance and mossbauer spectroscopy in the investigation of kaolinite-group minerals. *Clays Clay Miner.*, 29(1): 23–30.
- Lapierre, C., Leroueil, S. & Locat, J. (1990). Mercury intrusion and permeability of louisville clay. *Can. Geotech. J.*, 27: 761–773.

- Leamy, M. (1984). International Committee on the Classification of Andisols (ICOMAND) Circular Newsletter No. 6.
- Leong, E.C., He., L. & Rahardjo, H. (2002). Factors affecting the filter paper method for total and matric suction measurements. *J. Geotech. Test.*, 25(3).
- Levard, C., Doelsch, E., Basile-Doelsch, I., Abidin, Z., Miche, H., Masion, a., Rose, J., Borschneck, D. & Bottero, J.-Y. (2012). Structure and distribution of allophanes, imogolite and proto-imogolite in volcanic soils. *Geoderma*, 183–184: 100–108.
- Lindner, G.-G., Nakazawa, H. & Hayashi, S. (1998). Hollow nanospheres, allophanes “all-organic” synthesis and characterization. *Microporous Mesoporous Mater.*, 21(4–6): 381–386.
- Lizcano, A., Herrera, M.C. & Santamarina, J.. (2006). Suelos derivados de cenizas volcánicas en colombia. *Rev. Int. Desastr. Nat. Accid. e Infraestruct. Civ.*, 6(2): 167–198.
- lopes, B. de C.F.L. (2016). Microstructural based approach to the modelling of clays and transitional soils behaviour. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 133p.
- Mackenzie, K.J.D. (1969). A mossbauer study of the role of iron impurities in the high temperature reactions of kaolinite minerals. *Clay Miner.*, 8: 151–160.
- Mackenzie, K.J.D., Bowden, M.E. & Meinhold, R.H. (1991). The structure a n d thermal transformations of allophanes studied by si and al high resolution solid-state nmr. *Clays Clay Miner.*, 39(4): 337–346.
- Malvern Instrument, I. (2004). Un curso complete en cinco minutos. Ed. Malver Inst. Catálogo Zeta-Meter., : 1–11.
- Marinho, F.A.M. (1995). A técnica do papel filtro para medição de sucção. *Encontro sobre Solos Não Saturados*, 1: 112–125.
- Marinho, F.A.M. (2005). Nature of soil–water characteristic curve for plastic soils. *J. Geotech. Geoenvironmental Eng.*, 131(5): 654–661.
- Marinho, F.A.M. (2012). The effect of contact on the filter paper method for measuring soil suction. *Geotech. Test. J.*, 35(1).
- Mascarenha, M. (2008). Influência da microestrutura no comportamento hidro-mecânico de uma argila siltosa não saturada incluindo pequenas deformações. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 150 p.
- Mašín, D. (2013). Double structure hydromechanical coupling formalism and a model for unsaturated expansive clays. *Eng. Geol.*, 165: 73–88.
- Mata R., Vásquez A., A., R. & D., S. (2012). Proyecto mapa digital de suelos de costa rica. accs- cia-inta. VII Congreso Nacional de Suelos, Hotel Barceló, San José Palacio.
- Mendes, E. (2013). Curso: mineralogia de rochas e sedimentos por difração de raios-x Universidade de Brasília, 18.
- Mitchell, J.. (1993). *Fundamentals of soil bahavior*. 2nd ed. New York.
- Morales, D., La Manna, L. & Buduba, C. (2010). Propiedades químicas de suelos desarrollados sobre distintos materiales originales bajo bosques de austrocedrus chilensis. *Rev. la Fac. Ciencias Agrar.*, 42(9200): 185–200.

- Murray, H., Harvey, C. & Smith, J.. (1977). Mineralogy and geology of maungaparerua halloysite deposit in new zealand. *Clays Clay Miner.*, 25(1): 1–8.
- Murray, T. & Sivakumar, V. (2010). *Fundamental approach to interpretation of soil behavior*. Wiley-Blackwell Publishers, West Susset, UK.
- Murrieta, P.S.N. & Camapum De Carvalho, J. (1995). Método para medir sucção em solos não saturados. *encontro. Encontro Solos Não Saturados, Rio Gd. do Sul*, 1: 143–158.
- Nagasawa, K. (1978). Weathering of volcanic ash and other pyroclastic materials. *Clays and Clay Minerals of Japan*, Sudo, T., Shimoda, Ž.S. (Ed.), Amsterdam, pp. 105–145.
- Nanzyo, M. (2002). Unique properties of volcanic ash soils. *Glob. Environ. Res. Ed.*, 6(2): 99–112.
- Nanzyo, M., Shoji, S. & Dahlgren, R. (1989). Physical characteristics of volcanic ash soils (incollection). *Physical characteristics of volcanic ash soils, incollection*, pp. 189–207.
- NBR 7182. (1986). NBR 7182: Ensaio de compactação.
- Newman, A.. & Brown, G. (1987). The chemical constitution of clays. *Chemistry of Clays and Clay Minerals*, Newman, A.. (Ed.), Longman, Harlow, pp. 1–128.
- Nowamooz, H. & Masrouri, F. (2010). Influence of suction cycles on the soil fabric of compacted swelling soil. *Comptes Rendus Geosci.*, 342(12): 901–910.
- De Oliveira, M.T.G., Furtado, S.M.A., Formoso, M.L.L., Eggleton, R.A. & Dani, N. (2007). Coexistence of halloysite and kaolinite - a study on the genesis of kaolin clays of campo alegre basin, santa catarina state, brazil. *An. Acad. Bras. Cienc.*, 79(4): 665–681.
- Ortiz, M.E., Zapata, R.D. & Khalajabadi, S.S. (2006). Propiedades de la materia orgánica y capacidad complejante sobre el aluminio en algunos suelos ándicos en colombia. *Cenicafé*, 57(1): 51–57.
- Otálvaro, I. (2013). *Comportamento hidromecânico de um solo tropical compactado*. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 142p.
- Parfitt, R.. & Furkert, R.J. (1980). Identification and structure of two types of allophane from volcanic ash soils and tephra. *Clays Clay Miner.*, 28(5): 328–334.
- Parfitt, R., Russell, M. & Orbell, G.E. (1983). Weathering sequence of soils from volcanic ash involving allophane and halloysite, new zealand. *Geoderma*, 29: 41–57.
- Peralta, M. (1979). Los suelos forestales de chile. *Charlas y conferencias No. 5*. U., Facultad de ingeniería Forestal, 16–30.
- PerkinElmer. (2010). *Thermogravimetric Analysis (TGA ) A Beginner 's Guide*. Analysis,.
- Prapaharan, S., Altschaeffl, A.G. & Dempsey, B.J. (1985). Moisture curve of a compacted clay: mercury intrusion method. *J. Geotech. Eng.*, 111(9): 1139–1143.
- Pres. (1988). *Ensaio de laboratório em solos parcialmente saturados*. Simpósio Sobre Novos Conceitos Conceitos em Ensaio Campo e Laboratório em Geotec. Rio Janeiro,.
- Pulgarín, B., Monsalve, M., Arcila, M. & Cepeda, H. (1994). Actividad histórica y actual del volcán puracé. *Boletín Geológico INGEOMINAS*, 34(2–3): 39–53.
- Quantachrome Instruments. (2008). *Nova e series ® high-speed surface area e pore size analyzers*. Nova e series. High-speed surface area e Pore size analyzers, . Operation

manual. Part Numbre 05079 Rev L, 128.

- Queiroz, A. (2015). Estudo do comportamento microestrutural de solos tropicais compactados. Tese de doutorado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 127 p.
- Richards, L.A. (1941). A pressure membrane extraction apparatus for soil suction. *Soil Sci.*, 51(5): 377–386.
- Romero, E. (1999). Characterisation and thermo-hydro-mechanical behaviour of unsaturated boom clay: an experimental study. *Universitat Politècnica de Catalunya*.
- Romero, E. (2001). Controlled suction techniques. 4º Simpósio Brasileiro de Solos Não Saturados, Porto Alegre, Brasil, 535–542.
- Romero, E. & Simms, P.H. (2008). Microstructure investigation in unsaturated soils: a review with special attention to contribution of mercury intrusion porosimetry and environmental scanning electron microscopy. *Geotech. Geol. Eng.*
- Roy, G. d., I.Verhaert & and E.F.Vansant. (1981). Allophane and halloysite minerals. structural considerations. *Recl. Trav. Chim. Pays-Bas*, 100(102–106).
- Ruggieri, F., Saavedra, J., Fernandez-Turiel, J.L., Gimeno, D. & Garcia-Valles, M. (2010). Environmental geochemistry of ancient volcanic ashes. *J. Hazard. Mater.*, 183(1–3): 353–365.
- Runigo, B.L., Cuisinier, O., Cui, Y.J., Ferber, V. & Deneele, D. (2009). Impact of initial state on the fabric and permeability of a lime-treated silt under long-term leaching. *Can. Geotech. J.*, 46: 1243–1257.
- Saito, A. & Foley, H.C. (1991). Curvature and parametric sensitivity in models for adsorption in micropores. *AIChE J.*, 37: 429–436.
- Shoji S., Nanzyo M., D.R.A. (1993). Volcanic ash soils: genesis, properties and utilization.
- Silva, M.T.M.G. (2009). Metodologia para determinação de parâmetros para solos não saturados utilizando ensaios com umidade conhecida. Dissertação de mestrado, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 113 p.
- Sing, K. (2001). The use of nitrogen adsorption for the characterisation of porous materials. *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, 187–188: 3–9.
- Sing, K.S.W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquérol, J. & Siemieniewska, T. (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure Appl. Chem.*, 57: 603–619.
- Singer, A., Zarei, M., Lange, F.M. & Stahr, K. (2004). Halloysite characteristics and formation in the northern golan heights. *Geoderma*, 123(3–4): 279–295.
- Singh, B. (1996). Why does halloysite roll ? a new model. *Clays Clay Miner.*, 44(2): 191–196.
- Soil Survey Staff. (1998). *Keys to Soil Taxonomy*, 8th edition. USDA-NRCS. Soil Surv. Sta.,
- Sokolowska, Z., Borówko, M., Reszko-Zygmunt, J. & Sokolowski, S. (2002). Adsorption of nitrogen and water vapor by alluvial soils. *Geoderma*, 107: 33–54.
- Soto, M.A.A. (2004). Comparação entre métodos de imposição e controle de sucção. Tese de

- doutorado, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 233 p, São Paulo.
- Stevens, J., Khasanov, A., Miller, J., Pollak, H. & Li, Z. (2002). Mossbauer mineral handbook. Mossbauer.
- Storck, S., Bretinger, H. & Maier, W.F. (1998). Characterization of micro- and mesoporous solids by physisorption methods and pore-size analysis. *Appl. Catal. A Gen.*, 174: 137–146.
- Stuart, B.H. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications. Methods.*, 8.
- Tadashi, A. & SHoji, S. (2002). Distribution and classification of volcanic ash soils. *Glob. Environ. Res. Ed.*, 6(2): 83–97.
- Tari, G., Bobos, I., Gomes, C.S. & Ferreira, J.M. (1999). Modification of surface charge properties during kaolinite to halloysite-7 angstrom transformation. *J. Colloid Interface Sci.*, 210(2): 360–366.
- Teixeira, V.G., Coutinho, F.M.B. & Gomes, A.S. (2001). Principais métodos de caracterização da porosidade de resinas à base de divinilbenzeno. *Quim. Nova*, 24(6): 808–818.
- Teixeira-Neto, É. & Teixeira-Neto, Â.A. (2009). Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado. *Quim. Nova*, 32(3): 809–817.
- Torn, M., Trumbore, S., Chadwick, O., Vitousek, P. & Hendricks, D. (1997). Mineral control of soil carbon storage and turnover. *Nature*, 389: 170–173.
- Ugolini, F. & Dahlgren, R.A. (2004). Soil development in volcanic ash. *Glob. Environ. Res.*, 6(2).
- Velde, B. (1992). Introduction to clay minerals. chemistry, origins, uses and environmental significance.
- Vingiani, S., Terribile, F. & Adamo, P. (2013). Weathering and particle entrapment at the rock-lichen interface in italian volcanic environments. *Geoderma*, 207–208: 244–255.
- De Vita, P., Di Maio, R. & Piegari, E. (2012). A study of the correlation between electrical resistivity and matric suction for unsaturated ash-fall pyroclastic soils in the campania region (southern italy). *Environ. Earth Sci.*, 67(3): 787–798.
- Wesley, L. (1973). Some basic engineering properties of halloysite allophane clays in java , indonesia. *Géotechnique*, 23(4): 471–494.
- Wesley, L. (2009). Behaviour and geotechnical properties of residual soils and allophane clays. *Obras y Proy.*, (6): 5–10.
- Wesley, L.D. (2014). Classification and characterisation of tropical residual soils. XIV Congr. Colomb. Geotec., : 1–15.
- Woinier, T., Primera, J., Duffours, L., Dieudonné, P. & Raada, A. (2008). Preservation of the allophanic soils structure by supercritical drying. *Microporous Mesoporous Mater.*, 109(1–3): 370–375.
- Yong, R. & Warkentin, B. (1975). *Soil properties and behavior*. Elsevier,.
- Yuan, P., Southon, P.D., Liu, Z., Green, M.E.R., Hook, J.M., Antill, S.J. & Kepert, C.J.

- (2008). Functionalization of halloysite clay nanotubes by grafting with  $\gamma$ -aminopropyltriethoxysilane. *J. Phys. Chem. C*, 112(40): 15742–15751.
- Yuan, P., Tan, D., Nnabi-Bergaya, F., Yan, W., Fan, M., Liu, D. & He, H. (2012). Changes in structure, morphology, porosity, and surface activity of mesoporous halloysite nanotubes under heating. *Clays Clay Miner.*, 60(6): 561–573.
- Zhang, X. & Xiao, M. (2013). Using modified state surface approach to select parameter values in the barcelona basic model. *International J. Numer. Anal. methods Geomech.*, 37(June 2012): 1847–1866.
- Ziegler, K., Hsieh, J.C., Chadwick, O., Kelly, E., Hendricks, D. & Savin, S. (2003). Halloysite as a kinetically controlled end product of arid-zone basalt weathering. *Chem. Geol.*, 202(3): 461–478.