

# **POROSIMETRIA POR INTRUSÃO DE MERCÚRIO VERSUS MICROSCOPIA ÓTICA: UMA ANÁLISE PARA DETERMINAÇÃO DE POROSIDADE EM MATERIAIS COMPACTADOS**

## **POROSIMETRY MERCURY'S INTRUSION VERSUS OPTIC MICROSCOPY: AN ANALISYS FOR DETERMINATION POROSITY IN COMPACTED MATERIALS**

Martinez, Gioconda Santos e Souza, *Universidade Federal de Roraima, Boa Vista, Brasil, gssmartinez@prpdi.ufr.br*

Flores, Juan Antonio Altamirano, *Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil, juan.flores@ufrgs.br*

### **RESUMO**

Vários ensaios de laboratório têm sido utilizados visando determinar os vazios do solo, com importantes análises da porosidade. Em solos compactados esta determinação toma uma dimensão maior visando-se controlar os parâmetros de deformabilidade e também avaliar o desenvolvimento dos mecanismos da sucção. Entre os ensaios utilizados para este fim destacam-se a porosimetria por intrusão de mercúrio e a microscopia óptica, sendo que o primeiro tem oferecido resultados bastante satisfatórios na determinação do tipo de poro. Este trabalho apresenta um estudo realizado com três solos residuais do Estado da Paraíba, nordeste do Brasil, em três condições de compactação. Os ensaios utilizados foram os ensaios de porosimetria por intrusão de mercúrio e microscopia ótica. Este trabalho apresenta alguns resultados obtidos, que mostram a razoável concordância entre os dois métodos empregados.

### **ABSTRACT**

Several laboratory's tests, with important porosity's analysis, have been use in order to determine soils void. In compacted soils this task takes a greater dimension, looking for the control of deformability parameters and also trying to evaluate suctions mechanism's development. Among the tests used for this purpose stands out the porosimetry for mercury's intrusion and the optic microscopy. The fist one had offered enough satisfactory results in the determination of the type of pore. This work presents some results with three tropical residual soils sampled in mines of the State of Paraíba, northeast of Brazil, in three compaction's conditions. In this work we present some results obtained that show a reasonable concordance between the two used methods.

### **1 INTRODUÇÃO**

A formação de um determinado tipo de estrutura de solo é determinada em função do tipo de solo, teor de umidade, intensidade e forma de aplicação da energia de compactação, sendo a estrutura um dos fatores de maior importância na determinação do comportamento de um solo (Mitchell, 1993). A estrutura de um solo foi tema de várias pesquisas importantes que formaram os conceitos básicos para o desenvolvimento das nomenclaturas utilizadas atualmente. Algumas destas referências

clássicas são: Leroueil e Vaughan (1990), Lambe (1958), Seed et al (1960), Mitchel (1993), Horta da Silva (1969). Atualmente, a estrutura de um solo residual deve ser analisada em dois níveis de escala, o microestrutural e o macroestrutural. Nos solos não saturados, a estrutura é especialmente importante devido à influência na interação das três fases constituintes do solo e no fenômeno de transferência de sucção. Entre as várias técnicas disponíveis usadas para estudar a microestrutura do solo, a porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM), a microscopia ótica em lâminas delgadas (MO), a microscopia eletrônica de varredura (SEM) e a microscopia eletrônica de transmissão (TEM) são as mais frequentemente utilizadas pelos engenheiros geotécnicos. Autores como Al-Mukar (1995), Gens *et al* (1995), Sato e Kuwayama (1995) e Wan *et al* (1995) têm usado principalmente a porosimetria por intrusão de mercúrio. Outros autores, como Araki e Camapum de Carvalho (1995) e Kulikova (1995) têm usado a microscopia eletrônica (Delage *et al*,1996). A microscopia ótica tem sido um importante instrumento na determinação da microestrutura dos solos, especialmente no que diz respeito à determinação dos materiais constituintes e dos seus vazios. Possui vantagens na determinação do diâmetro dos poros e nas suas distribuições. Por outro lado, a porosimetria por intrusão de mercúrio apresenta-se como uma ferramenta bastante utilizada, pois através de seus resultados determina-se a pressão necessária para intrusão dos poros e em decorrência os diâmetros dos mesmos, poros maiores terão menores pressões necessárias para seus preenchimentos completos. Os resultados podem revelar o tipo de mineral, além dos padrões de cimentação e arranjo de grãos. Para solos compactados, Vilar *et al* (1995) observaram através de ensaios de porosimetria com solos compactados em diferentes densidades (mesmo teor de umidade), variações dos macroporos, permanecendo inalterado o volume de poros de menores dimensões. Este trabalho faz parte de um estudo maior sobre solos residuais brasileiros na condição compactada desenvolvido por Martinez (2003).

## 2 MÉTODOS DE ANÁLISE

### 2.1 Materiais Utilizados

Os solos estudados são provenientes de jazidas de solos residuais tropicais situadas na cidade de Areia (ARPB), João Pessoa (JPPB) e Sapé (SAPB) no Estado da Paraíba, nordeste do Brasil. O Quadro 1 apresenta as características gerais de tais solos:

### 2.2 Preparação das Amostras e Programas de Ensaios

Os corpos de prova foram confeccionados através de compactação estática, tomando como base os parâmetros de compactação obtidos no ensaio de compactação dinâmica (NBR 7182, 1986). O Quadro 2 apresenta as características físicas das amostras, nas várias condições de compactação.

Quadro 1 - Características geotécnicas dos solos estudados

Solo	pedregulho(%)	areia(%)	silte(%)	argila(%)	LL(%)	LP(%)	IP(%)	r
ARPB	15,2	53,8	18,0	13,0	47	32	15	1,56
JPPB	16,5	55,5	8,0	20,0	32	19	13	1,55
SAPB	24,0	55,0	9,0	12,0	37	25	12	1,59

Onde: r=Relação sílica-sesquióxidos da fração  $d < 2,0\text{mm}$

Quadro 2 - Características físicas das amostras nas três condições de compactação

SOLO	Condição seca				Condição ótima				Condição úmida			
	$\gamma_d$	w	$e_i$	S	$\gamma_d$	w	$e_i$	S	$\gamma_d$	w	$e_i$	S
ARPB	15,0	15,9	0,79	53,8	16,9	17,9	0,60	81,2	15,0	22,4	0,79	75,7
JPPB	15,8	18,4	0,71	70,1	16,8	20,4	0,61	90,7	15,8	22,4	0,71	85,3
SAPB	16,5	16,9	0,64	71,6	17,0	18,9	0,59	86,6	16,5	20,9	0,64	88,5

Onde: w= teor de umidade (%); S= Grau de saturação inicial(%) e  $\gamma_d$ = peso específico seco ( $\text{kN/m}^3$ )

### 2.2.1. Porosimetria por Intrusão de Mercúrio (PIM)

Os ensaios foram realizados nos dois solos nas três condições de compactação, seguindo a norma técnica inglesa BS-7591 (1992). A intrusão do mercúrio ocorreu sob pressão crescente em amostras de solo previamente secas em estufas e submetidas a vácuo. Ao mesmo tempo foi efetuada a medição do volume de mercúrio penetrado em função da pressão aplicada. O porosímetro utilizado (*modelo poremaster*) permitiu aplicar um procedimento contínuo de intrusão, sendo este efetuado em duas etapas:

- Aplicação de pressões no intervalo de 6,89kPa a 344kPa, preenchendo os macroporos;
- Aplicação de pressões no intervalo entre 137,8kPa a 277MPa, preenchendo os mesoporos.

### 2.2.2 Microscopias óticas

Para o estudo fotomicrográfico foram confeccionadas 9 lâminas delgadas, correspondentes aos três solos nas três condições de compactação. A confecção das lâminas seguiu as etapas de compactação dos corpos de prova, secagem em estufa por 24horas a 105°C, impregnação com resina e corante (objetivando colorir e destacar os diâmetros e diferenças nos tipos de poros), corte no sentido transversal ao diâmetro do corpo de prova, colagem e lixação das lâminas até atingir a espessura de 0,3mm de espessura. O estudo fotomicrográfico consistiu da observação destas lâminas em microscópio ótico de luz transmitida.

## 3 RESULTADOS OBTIDOS

O Quadro 3 apresenta os diâmetros correspondentes a 50% do volume de mercúrio intrudido ( $D_{50}$ ), para os solos nas três condições de compactação. O Quadro 4 apresenta os volumes totais intrudidos ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ), para os solos em cada teor de umidade de compactação e procedimento de intrusão. Sendo que neste estudo, resolveu-se denominar de macroporos, os preenchidos na primeira etapa do processo de intrusão (diâmetro de poros  $> 4\mu\text{m}$ ) e de mesoporos, os preenchidos na segunda etapa do processo de intrusão (diâmetro de poros  $< 4\mu\text{m}$ ).

Quadro 3 - Diâmetros correspondentes a 50% do volume de mercúrio intrudido ( $D_{50}$ ), para os macroporos nas três condições de compactação

Solo	$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )		
	SECA	ÓTIMA	ÚMIDA
ARPB	21,880	14,666	18,540
JPPB	11,226	10,136	15,920
SAPB	21,950	12,92	13,950

Quadro 4 - Volumes totais intrudidos ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) para macroporos e mesoporos em cada condição de compactação

SOLO	Volumes totais intrudido ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )					
	MACROPOROS			MESOPOROS		
	Condição seca	Condição ótima	Condição úmida	Condição seca	Condição ótima	Condição úmida
ARPB	0,085	0,034	0,039	0,138	0,144	0,148
JPPB	0,051	0,039	0,050	0,129	0,131	0,141
SAPB	0,066	0,025	0,049	0,128	0,136	0,124

### Solo ARPB

As Figuras 1 a, b e c apresentam as micrografias (LN, aumento 96x) referentes ao solo ARPB nas três condições de compactação. A Figura 2 apresenta as distribuições porosimétricas para as mesmas condições.

A Figura 1a, correspondente à condição ótima, apresenta vazios interagregados e intra-agregados. Os vazios interagregados aparecem nos contornos das agregações. As seguintes observações podem ser realizadas:

#### a) Condição ótima

Estes vazios constituem macroporos com diâmetros máximos de  $40\mu\text{m}$  e aparecem principalmente em formas de canais. Isto ocorre devido à densidade de compactação imposta que promove o preenchimento dos vazios interagregados circulares maiores.

Os vazios intra-agregados aparecem em formas circulares e apresentam o mesmo diâmetro máximo que para os vazios interagregados. A forma circular destes vazios ocorre devido à proteção externa pela cimentação existente ao redor do agregado.

#### b) Condições seca e úmida

Nas condições seca (Figura 1b) e úmida (Figura 1c) as micrografias apresentam vazios interagregados e intra-agregados bem definidos, circulares e em canais. Os vazios interagregados de maiores dimensões observados são circulares e constituem macroporos com diâmetro máximo de  $300\mu\text{m}$ .

Através da Figura 2, correspondente às distribuições dos macroporos para o solo nas condições secas, os macroporos com dimensões maiores que  $240\mu\text{m}$  representam apenas 2% do volume total intrudido.

Analogamente, na observação das lâminas, observou-se que os vazios maiores que  $240\mu\text{m}$  ocorrem com menor frequência com relação aos macroporos de menores dimensões (menores que  $60\mu\text{m}$ ).

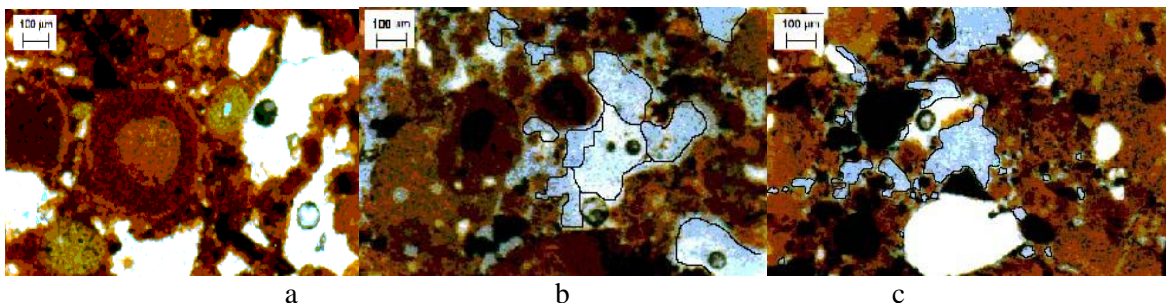


Figura 1. Imagem em microscopia do solo ARPB (LN, aumento de 96 x) na condição ótima (a), na condição seca (b) e na condição úmida (c)

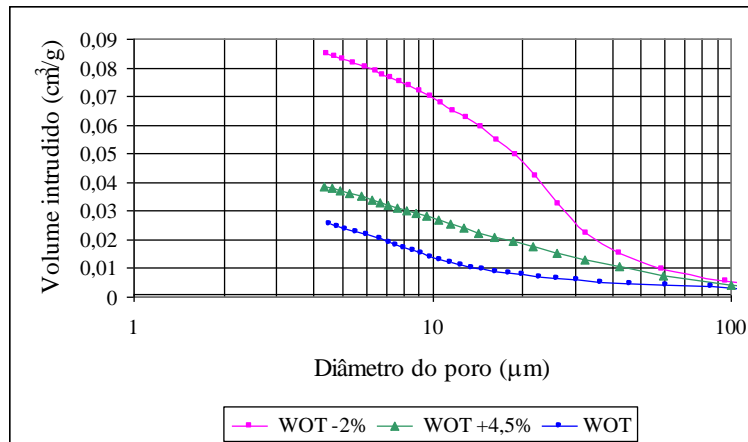


Figura 2. Distribuição do tamanho de macroporos para solo ARPB, nas três condições de compactação

Comparando-se as Figuras 2b e 2c correspondentes às condições seca e úmida respectivamente, observa-se o maior volume de macroporos para as condições secas em relação às condições úmidas. Este aspecto é coerente com a distribuição de macroporos apresentada pela Figura 2.

A observação das lâminas confirma os resultados de PIM nos quais as compactações nas condições seca e úmida promovem mais macroporos que a compactação na umidade ótima. Validando a relação apresentada nos resultados de PIM (Quadro 3):

Vol. de macroporos condição seca > Vol. de macroporos na condição úmida > Vol. de macroporos na condição ótima

### Solo JPPB

As Figuras 3 a, b e c apresentam as micrografias (LN, aumento 96x) referentes ao solo JPPB nas três condições de compactação. A Figura 4 apresenta as distribuições porosimétricas para as mesmas condições.

As seguintes observações podem ser realizadas:

#### a) Condição ótima

Na micrografia da Figura 3a observa-se que a compactação na condição ótima apresentou estrutura densa com cimentação dos minerais e ausência de poros interagregados bem definidos. Na análise das lâminas com objetiva de 10x, não foram identificados macroporos intra-agregados.

Através da DTP correspondente à Figura 4, confirma-se a ausência de macroporos maiores visto que a distribuição mostra-se pouco variável entre 20 μm e 200 μm.

Na condição úmida, os macroporos aparecem em sua maioria do tipo interagregados em canais (Figura 3c) e os vazios interagregados circulares estão presentes, porém em menor quantidade. Isto ocorre em função da estrutura mais deformável gerada sob condição úmida. Segundo dados de distribuição de tamanho de macroporos (Figura 4) e volume total intrudido (Quadro 4), 50% dos macroporos possuem diâmetro superior a 10 μm. Este resultado também foi observado através da análise das lâminas. Tanto para a condição seca quanto para a condição úmida (Figuras 3b e 3c), os macroporos intra-agregados praticamente não aparecem. Conforme indicado pelos valores dos diâmetros correspondentes a 50% do volume intrudido ( $D_{50}$ ) (Quadro 3), os diâmetros médios dos macroporos apresentados pelas micrografias do solo JPPB na condição úmida são superiores aos da

condição seca. Desta forma, para os macroporos apresentados para o solo JPPB através das micrografias para as três condições de compactação (Figuras 3 a,b e c para condições ótima, seca e úmida respectivamente) permite-se validar a seguinte relação (proveniente das DTP e Quadro 4).

$$D_{50} \text{ condição úmida} > D_{50} \text{ condição seca} > D_{50} \text{ condição ótima}$$

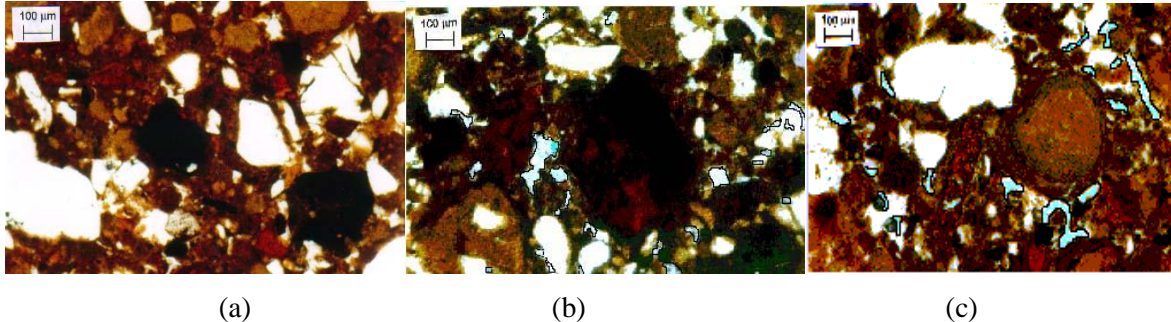


Figura 3 a, b e c. Imagem em microscopia do solo JPPB (LN, aumento de 96 x) na condição ótima (a), na condição seca(b) e na condição úmida (c)

#### b) Condições seca e úmida

Na condição seca, os maiores macroporos observados medem 100µm de diâmetro, tratam-se de vazios interagregados circulares e em canais. Estes últimos aparecem principalmente no contorno dos grãos de quartzo.

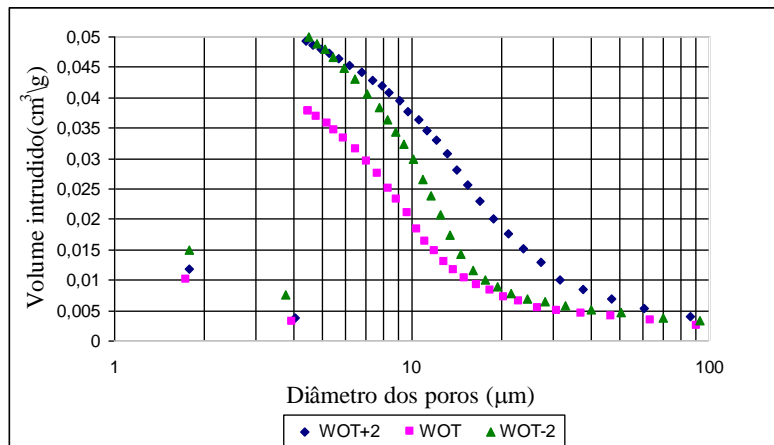


Figura 4 - Distribuição do tamanho de macroporos para solo JPPB, nas três condições de compactação

#### Solo SAPB

As Figuras 5 a, b e c apresentam as micrografias (LN,aumento 96x) referentes ao solo SAPB nas três condições de compactação. A Figura 6 apresenta as distribuições porosimétricas para as mesmas condições. A compactação na umidade ótima (Figura 5a) proporciona uma estrutura densa com agregações definidas. Poucos macroporos foram identificados na objetiva de 10x. Todavia, segundo resultados de volume total de poros intrudidos (macroporos e mesoporos), 15% dos poros medem mais de 10µm. Para a condição seca (Figura 5b) observam-se macroporos interagregados circulares e em canais. Para este solo ocorre uma porosidade intra-agregado na condição seca. Os

vazios intra-agregados constituem macroporos de diâmetro máximo de 100µm (sendo os maiores macroporos intra-agregados observados em relação aos três solos). Os vazios em canais aparecem principalmente ao redor dos grãos de quartzo e nos contornos dos agregados. Para a condição úmida (Figura 5c), foram observados macroporos de diâmetro de até 180µm, porém sem a mesma frequência que para a condição seca. Através da análise das lâminas pode-se validar a relação decorrente da DTP para as três condições de compactação:

$$D_{50} \text{ condição seca} > D_{50} \text{ condição úmida} > D_{50} \text{ umidade ótima}$$

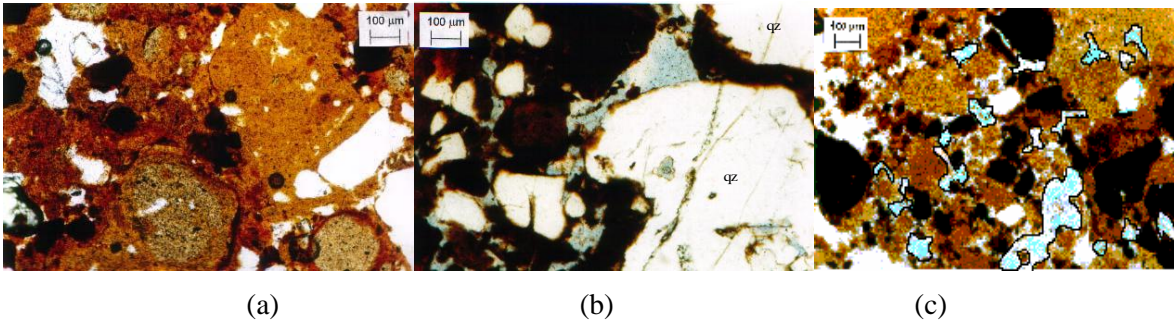


Figura 5 a,b e c. Imagem em microscopia do solo SAPB, LN (aumento de 96 x), compactado na condição ótima (a), na condição seca (b) e na condição úmida (c)

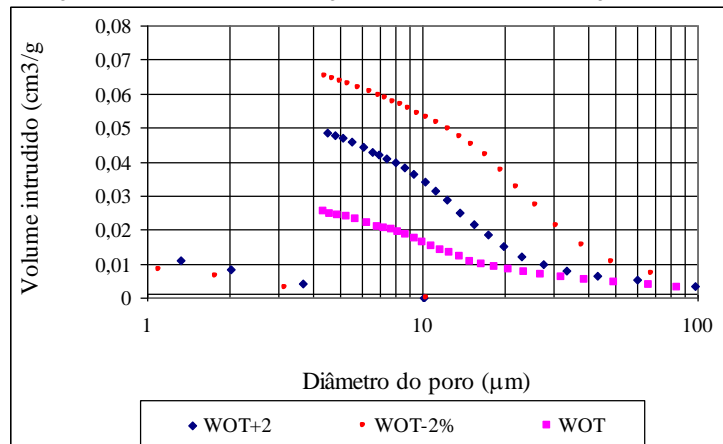


Figura 6 - Distribuição do tamanho de macroporos para solo SAPB, nas três condições de compactação

#### 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Diante dos dados apresentados, bem como dos dados referentes ao estudo de Martinez (2003), algumas observações devem ser registradas: o método de PIM apresenta-se vantajoso na determinação e quantificação dos mesoporos, no fornecimento de resultados como: volume total de poros e demais índices associados com a curva de distribuição do tamanho de poros e na medida dos poros intra-agregados menores. O método de microscopia ótica apresenta-se vantajoso na determinação do raio real do poro, identificação do tipo de poro e da sua distribuição na massa de solo (de importância na relação: tipo de poro x transmissão de sucção) e em relação ao menor custo.

Todavia, para uma análise efetiva dos vazios deve-se realizar uma análise conjunta com a utilização combinada dos dois métodos.

## REFERÊNCIAS

- Al-Mukhar, M. (1995). *Macroscopic behaviour and microstructural properties of a kaolinite clay under controlled mechanical and hydraulic state*. In: International Conference On Unsaturated Soils. 1., UNSAT'1995, sept. 6-8, Paris. Proceedings... Paris, v. II, p. 561-566.
- Araki, M.S.; Camapum de Carvalho, J. (1995). *Study of a collapsible porous soil of Brasil*. In: Int. Conference on Unsaturated Soils. UNSAT'1995, sept. 6-8, Paris. Proc, v. i, p. 12-21.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas: NBR 7182. Compactação. Rio de Janeiro, 1986.
- British Standard: BS 7591 - 1. Porosity and pore size distribution of materials. Method of evaluation by mercury porosimetry. 1992.
- Delage, P.; Graham, J. Mechanical behaviour of unsaturated soils: Understanding the behaviour of unsaturated soils requires reliable conceptual models. Unsaturated soils. Proceedings... Paris. 1995. Alonso e Delage (eds), 1996. Vol 3: 1223-1256.
- Gens, A. Alonso, E.E., Suriol, J., Loret, A. (1995). *Effect of structure on the volumetric behaviour of a compacted soil*. in: international conference on unsaturated soil. 1., UNSAT 95. Paris, proceedings..., vol 1, pp.83-88.
- Horta da Silva, J.A. Geology and engineering behaviour of expansive and collapsing soils of Angola. M.Sc. Thesis, Imperial College of Science and Tecnology, 1969. London In: JUCÁ, F.T.J. Comportamiento de los suelos parcialmente saturados bajo succion controlada. Tesis Doctoral. Universidad Politecnica de Madrid. Madrid. 1990.
- Kulikova, Z.V. (1995). *Microstructure influence on properties of gypsiferous soils*. in: Int. Conf. on Unsaturated Soil. 1., UNSAT' 95. Paris, 1995, proceedings..., v. 1, p. 129-132.
- Lambe, T.W. The structure of compacted clay. Journal of Soil Mechanics and Foundation Division. ASCE. 84. n. SM2, paper 1654. 1958.
- Leroueil, S., Vaughan, P.R. The general and congruents effects of structures in natural soils and weak rocks. Géotechnique. 40(3):467-488. 1990.
- Martinez, G.S.S. *Estudo do comportamento mecânico de solos residuais da Formação Barreiras*. Tese de Doutorado. UFRGS. Porto Alegre. Brasil. 2003.
- Mitchell, J. K. Fundamentals of soil behaviour. Univ.of California, Jonh Wiley and Sons, 1993.
- Sato, T.; Sakuragi, N.; Kunayama, T. Fabric of undisturbed and compacted volcanic soil estimated. Unsat. Soils. Proc. Paris. 1995. Alonso e Delage (eds), 1996. Pg: 1527-1540.
- Seed, H. B.; Mitchell, J. K.; Chan, C. K. The Strength of Compacted Cohesive Soils. In: Research Conf. on Shear Strength of Cohesive Soils. 1960. New York, Proceedings ... Boulder. NewYork: Proc.American Society of Civil Engineers - ASCE, v. 1, p.877-964, 1960.
- Vilar, O. M. Cintra, J.C.A., Paraguassu, A.B., Machado, S.L., Carvalho, J.F., Carneiro, B.J.I. (1995). *Ensaio de campo e laboratório em solos não saturados*. in: Encontro Sobre Sobre Solos Não Saturados. Porto Alegre, p. 18-20.
- Wan, A. W. L.; Gray, M. N.; Graham, J. 1995. On the relations of suctions moisture content and soil structure in compacted clays. In: Int. Conf. on Unsat. Soils, 1., Paris, Proc ... 6-8 sept. 1995, v. I, p. 215-222.