

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE – UNESC
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS - PPGCEM
DOUTORADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ANDERSON AUGUSTO MÜLLER

**ESTUDO DO EFEITO DE ADITIVOS NA ESTABILIZAÇÃO DE ARGAMASSAS
COM PÓS FINOS DE SUBPRODUTOS INDUSTRIAIS**

CRICIÚMA, SC

2023

ANDERSON AUGUSTO MÜLLER

**ESTUDO DO EFEITO DE ADITIVOS NA ESTABILIZAÇÃO DE ARGAMASSAS
COM PÓS FINOS DE SUBPRODUTOS INDUSTRIAIS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano Raupp Pereira

CRICIÚMA

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

M958e Müller, Anderson Augusto.

Estudo do efeito de aditivos na estabilização de argamassas com pós finos de subprodutos industriais / Anderson Augusto Müller. - 2023. 172 p. : il.

Tese (Doutorado) - Universidade do Extremo Sul Catarinense, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Criciúma, 2023.

Orientação: Fabiano Raupp Pereira.

1. Argamassa estabilizada. 2. Argamassa - Aditivos. 3. Indústrias - Subprodutos. 4. Calorimetria. I. Título.

CDD 23. ed. 620.135

Bibliotecária Eliziane de Lucca Alosilla - CRB 14/1101

Biblioteca Central Prof. Eurico Back - UNESC

Anderson Augusto Müller

Estudo do Efeito de aditivos na estabilização de argamassas com pós finos de subprodutos industriais.

Esta Tese de Doutorado – TD foi julgada adequada à obtenção do grau de Doutor(a) em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - PPGCEM (Área de concentração: Tecnologia de Materiais) da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC.

Criciúma, SC, 27 de outubro de 2023.

Banca Examinadora:

Documento assinado digitalmente



SABRINA ARCARO

Data: 09/02/2024 12:02:48-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof^a Dr^a Sabrina Arcaro

Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC

Documento assinado digitalmente



OSCAR RUBEM KLEGUES MONTEDO

Data: 30/10/2023 06:38:08-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Oscar Rubem Klegues Montedo

Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC

Assinado por: **Manuel Joaquim Peixoto Marques Ribeiro**

Num. de Identificação: 05403140

Data: 2023.10.30 09:05:15+00'00'

Prof. Dr. Manuel Joaquim Peixoto Marques Ribeiro

Instituto Politécnico de Viana do Castelo, Portugal

Assinado por: **Aires Fernando Fernandes Leite Camões de Azevedo**

Num. de Identificação: 07345354

Data: 2023.10.30 06:26:58+00'00'

Prof. Dr. Aires Fernando Fernandes Leite Camões de Azevedo

Universidade do Minho, Portugal

Dedico este trabalho aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

A construção de uma tese exige a participação de muitas pessoas, de várias instituições e de muitas parcerias. São muitas pessoas queridas que hora ou outra estenderam a mão e se disponibilizaram a ajudar no que fosse preciso, obrigado de coração.

Agradeço primeiramente as instituições envolvidas diretamente e que viabilizaram esta pesquisa, UNESCO/PPGCEM, IFSC, CAPES e a FAPESC.

Devo um agradecimento proporcional ao seu tamanho, obrigado ao Prof. Dr. Fabiano Raupp Pereira, meu orientador que virou um amigão e que sempre esteve presente e de fato colaborou imensamente para que eu pudesse chegar até aqui.

Foi um período de muito aprendizado, agradeço todos os professores do PPGCEM/UNESC. Mas creio que caibam alguns agradecimentos especiais, Professores Dr. Oscar R. K. Montedo e Dr. Sabrina Arcaro, que agradeço por sempre se disponibilizarem em colaborar.

Falando em disponibilidade, muito obrigado à toda equipe do CerTec. Em especial para a Dr. Juliana Acordi Monsani, Dr. Tiago Wermuth, Eduarda F. Olivo e a Laura Rosa que colaboraram muito. Ao pessoal do LabValora, em especial ao Fabio e a Mariani agradeço a disponibilidade e grande ajuda.

Agradeço aos colegas do IFSC, tem uma galera aí pra agradecer e alguns se destacaram nesse apoio. Começando pelo pessoal da fábrica, agradeço a grande ajuda e apoio dos colegas e amigos Lucas Ranakovski, Lucas Fernandes, Marcio Adams, Gustavo Borba e Daniel Maximo. Falando em amizades, temos os colegas da empreitada doutorado, Cleidson Rosa Alves e Diego Haltiery dos Santos, valeu por mais essa parceria. Agradeço também a Prof. Marleide Coan e ao Eduardo Ribeiro pelas colaborações.

Agradeço aos amigos de longe, Daniel Pagnussat, Mauro Mario, Caroline Giordani, Marlon Longhi e Angela Masuero pela disponibilidade e ajuda.

Tem os de perto, que quanto mais perto, mais merece agradecimentos, Assim agradeço minha esposa Morgana Bonfante, em especial pela paciência e carinho, além da grande ajuda principalmente quando as coisas não davam certo. Obrigado Morgana, te amo!

For fim, agradeço a toda minha família que é a base necessária para chegar até aqui. Obrigado aos meus pais, Antonio Müller e Silvia Müller. Agradeço também à minha irmã, Candida Müller, pelo apoio e ajuda.

“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê.”

Arthur Schopenhauer

RESUMO

O desempenho do sistema de argamassas de revestimentos está fortemente relacionado com as propriedades no estado fresco e ao estado endurecido. O uso de argamassas estabilizadas tem se tornado cada vez mais frequente em razão da diminuição das etapas e estoques em obra. Estes materiais são fornecidos por centrais dosadoras e o sistema composicional deve atender o tempo de uso estabelecido (geralmente até 72 h), durante este período as propriedades devem ser mantidas. O teor e as características dos finos presentes na mistura, são fatores determinantes para a obtenção e manutenção do sistema reológico e, conseqüentemente, das propriedades das argamassas. Neste contexto, como parte da composição de finos – componente regulador do sistema reológico, busca-se a valorização de minerais finos subprodutos industriais em argamassas estabilizadas a partir da substituição do cimento Portland (CPII-Z-40). A substituição foi realizada em massa, 25% de pó de rocha basáltica (PRB), 25% de cinza de casca de arroz (CCA) e 25% de cal hidratada (CH-I). Com o objetivo de verificar a potencialidade e o desempenho das adições minerais, por meio da calorimetria semi-adiabática, os perfis calorimétricos e os tempos de início de pega foram determinados. Foram analisadas as interações entre os aditivos incorporador de ar (AIAr), estabilizador de hidratação (AEH) e hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) em função das adições minerais (PRB, CCA e CH-I), primeiramente em pastas e por fim em argamassas. A utilização da cal promoveu as maiores alterações dos tempos de estabilização, promovendo uma redução de até 85%. Foi observado que as temperaturas de início da mistura alteram o tempo de estabilização. Em relação ao sistema reológico em pastas, a substituição parcial do cimento por PRB promoveu uma redução da viscosidade aparente média de 60%. No caso da Cal e da CCA, a substituição promoveu um aumento médio da viscosidade aparente do sistema de 48 e 61%, respectivamente. A utilização dos aditivos AEH e AIAr, reduziu a viscosidade aparente média em 46% para cada sistema composicional. O comportamento observado no sistema reológico das pastas apresentou correlação com o sistema argamassas, sendo possível obter indicativos de comportamento das argamassas com estudos em pastas.

Palavras-chave: Argamassa estabilizada; sistema reológico; subprodutos minerais; calorimetria semi-adiabática.

ABSTRACT

The performance of building coating systems made with mortars are strongly related to the fresh and subsequently in the hardened state properties of these mortars. The use of ready mix mortars has been increasing, to improve the production and optimize of time costs. The ready mix mortars are produced in mixed central and supplied ready-to-use, and can be used for up to 72 h. The maintenance of the rheological properties of the mortars during the period of use is a main factor. The fine particle content in the mixture is an important factor for a suitable rheological system for coating mortars. In this context, as part of the fine composition - a regulating component of the rheological system, the aim is to enhance the value of fine mineral industrial by-products in stabilized mortars through the substitution of Portland cement (CPII-Z-40).

The substitution was carried out by mass, with 25% of basaltic powder (PB), 25% of rice husk ash (RHA), and 25% hydrated lime (HL-I). With the aim of verifying the potential and performance of mineral additions, through semi-adiabatic calorimetry, the calorimetric profiles and initial setting times were determined. The interactions between the air-entraining admixture (AEA), hydration stabilizer (HS), and HPMC were analyzed in relation to the mineral additions (BRP, RHA, and HL-I), first in pastes and finally in mortars. The use of lime resulted in the greatest changes in stabilization times, reducing them by up to 85%. It was observed that the initial mixing temperatures affect the stabilization time. Regarding the rheological system in pastes, partial substitution of cement with BRP led to an average reduction of 60% in apparent viscosity. In the case of lime and RHA, the substitution led to an average increase in apparent viscosity of 48% and 61%, respectively. The use of HS and AEA additives reduced the average apparent viscosity by 46% for each compositional system. The behavior observed in the rheological system of pastes correlated with the mortar system, making it possible to obtain indications of mortar behavior through studies on pastes.

Keywords: Ready mixed mortars; rheological properties; mineral by-products; semi-adiabatic calorimetry

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1: Imagem ilustrativa do processo de britagem de agregado graúdo de basalto.....	26
Figura 2-2: Produção de agregados entre 2000 e 2014, com as perspectivas de crescimento para o setor.....	27
Figura 2-3: Formação Serra Geral, demonstrando a extensão e grande disponibilidade para exploração.....	28
Figura 2-4: Classificação modal das rochas ígneas, apresentando a composição e características conforme a tipologia.....	29
Figura 2-5: Principais características das rochas vulcânicas em função da localização e profundidade.....	30
Figura 2-6: Representação circular da sistemática CPQvA para a valorização de resíduos.....	36
Figura 2-7: Estrutura química do hidroxipropilmetilcelulose.....	48
Figura 2-8: a) Efeito da forma do agregado e teor de agregado miúdo b) Efeito dos constituintes das argamassas em suas propriedades reológicas.....	57
Figura 2-9: a) Representação da taxa de deformação de um fluido provocada pela aplicação de uma tensão de cisalhamento b) Curva de fluxo de fluidos Newtoniano e de Bingham.....	61
Figura 2-10: Curva de fluxo para fluidos Herschel – Bulkley ($n \neq 1$) e Bingham ($n=1$).....	63
Figura 2-11: Principais períodos da hidratação do cimento Portland: sendo de interesse a região entre o período de indução e o período de aceleração para a determinação do início de pega.....	66
Figura 3-1: Fluxograma simplificado das etapas experimentais A, B, C e D.....	69
Figura 3-2: Imagem da secagem do agregado miúdo em estufa a 100 °C.....	73
Figura 3-3: Aditivo estabilizador de hidratação (AEH): a) armazenamento em frascos hermeticamente fechados e com proteção à luz; b) Aspecto visual do aditivo AEH.....	74
Figura 3-4: Aditivo incorporador de ar (AIAr): a) Armazenamento em embalagens hermeticamente fechadas e com proteção à luz; b) Aspecto visual do AIAr.....	75

Figura 3-5: HPMC: a) Estrutura química típica do HPMC utilizado; b) Aspecto visual do aditivo; c) Efeito do aditivo misturado com água.	76
Figura 3-6: Conjunto de peneiras utilizadas: 1,18 mm, 600 μ m, 425 μ m, 300 μ m, 150 μ m, 75 μ m e fundo.	78
Figura 3-7: Etapa experimental B: Detalhamento das variáveis analisadas com a calorimetria semi-adiabática.	81
Figura 3-8: Representação esquemática do calorímetro semi-adiabático desenvolvido.	83
Figura 3-9: Imagens do calorímetro semi-adiabático utilizado: a) cápsulas; b) detalhe das cápsulas inseridas nas células; c) colocação da manta de isolamento interna; d) tampa superior de cada célula; e) sondas tipo espeto utilizadas; f) aspecto do equipamento fechado em operação.	84
Figura 3-10: Representação simplificada do processo de mistura e início das leituras calorimétricas: a) misturador utilizado; b) processo de mistura; c) preenchimento das capsulas; d) adensamento das capsulas; e) equipamento em operação.	86
Figura 3-11: Aparato para redução de volume da amostra: a) imagem do artefato redutor de volume; b) artefato instalado na capsula; c) capsula preenchida com pasta.	86
Figura 3-12: Representação da determinação gráfica do tempo de início de pega considerando o teorema do valor médio.	88
Figura 3-13: Estudo detalhado em pastas: Teores de substituição mineral (PRB, CCA e CH-I) e teores de aditivos utilizados (AEH, AIAr e HPMC).	89
Figura 3-14: Efeito das interações entre os aditivos (AEH, AIAr e HPMC) em função dos diferentes sistemas composicionais propostos.	90
Figura 3-15: Matriz proposta para análise dos efeitos específicos da CH-I em função dos aditivos HMPC e AEH.	90
Figura 3-16: Representação detalhada das dimensões geométricas do mini-slump e detalhe do registro dos espalhamentos observados.	91
Figura 3-17: Matriz do sistema composicional adotado para a etapa experimental D.	92
Figura 3-18: Imagens do reômetro e do sistema de medição desenvolvido para a realização dos ensaios reológicos.	95

Figura 3-19: a) Misturador utilizado na preparação das misturas para a caracterização reológica; b) Representação do sistema geométrico formado por recipiente e haste de quatro pás tipo vane utilizado nos ensaios de reometria.	96
Figura 3-20: Perfil experimental de ensaio da reometria rotacional utilizada.	96
Figura 4-1: Difração de Raios X para identificação de fases presentes: PRB, CCA, Cal e CII-Z-40.	99
Figura 4-2: TG e DTG: CCA, PRB, CII-Z-40 e Cal	100
Figura 4-3: Distribuição granulométrica por peneiramento do agregado miúdo.	102
Figura 4-4: Gráficos da distribuição granulométrica da CCA, PRB, CII-Z-40 e Cal determinados com o ensaio de granulometria a laser.	102
Figura 4-5: Volume ocupado por 50 g dos materiais sólidos utilizados: a) CII-Z-40; b) CCA; c) PRB; d) Cal; e) Areia.	104
Figura 4-6: Imagens MEV das pastas preparadas com cinza de casca de arroz (CCA) para verificação da reatividade: a) 0,0%, b) 12,5%, c) 25,0% e d) 50,0% em substituição do cimento.	105
Figura 4-7: Calorimetria CII-Z-40 em função da variação da relação água/cimento.	107
Figura 4-8: Calorimetria ajustada do CII-Z-40 em função da variação da relação água/cimento.	107
Figura 4-9: a) Determinação dos tempos de pega do cimento CII-Z-40 em função da variação da relação água/cimento; b) cápsula preparada para o preenchimento; c) preenchimento da cápsula com massa fixa.	108
Figura 4-10: a) Calorimetria do CII-Z-40 com diferentes teores de HPMC; b) Tempo de pega em função do teor de HPMC.	109
Figura 4-11: Calorimetria CII-Z-40 em função do AEH.	110
Figura 4-12: Tempo de pega em função do teor de AEH. a) todos os teores analisados; b) teores até 0,80% de AEH.	111
Figura 4-13: a) Calorimetria CII-Z-40 em função do teor de AlAr; b) Tempo de pega em função do teor de AlAr.	112
Figura 4-14: Calorimetria da pasta com CII-Z-40, a/c de 0,5, 0,50% de AEH em função de diferentes teores de HPMC.	113

Figura 4-15: Tempos de estabilização em função do teor de HPMC combinado com 0,50% de AEH.....	114
Figura 4-16: Interação entre aditivo incorporador de ar (AIAr) e estabilizador de hidratação (AEH).....	115
Figura 4-17: Interação do AEH em função do AIAr.....	115
Figura 4-18: Efeito da temperatura inicial da mistura no tempo de estabilização de pastas produzidas (CPII-Z-40): a) 0,00% de incorporador de ar, 0,00% de estabilizador e 0,00% de HPMC; b) 0,10% de incorporador, 0,50% de estabilizador e 0,00% de HPMC.....	116
Figura 4-19: Tempo de estabilização em função da temperatura inicial de ensaio em pastas estabilizadas.....	117
Figura 4-20: Distribuição de tamanho de partículas das misturas de finos preparadas: 100% CPII-Z-40, 75% CPII-Z-40 + 25% PRB, 75% CPII-Z-40 + 25% CCA e 75% CPII-Z-40 + 25% CH-I.....	118
Figura 4-21: Calorimetrias das pastas sem o uso de aditivos aplicado em pastas: 0,00% de incorporador de ar, 0,00% de estabilizador e 0,00% de HPMC..	119
Figura 4-22: Efeito do aditivo estabilizador de hidratação aplicado em pastas sobre a calorimetria: 0,00% de AIAr, 0,50% de AEH e 0,00% de HPMC.....	120
Figura 4-23: Efeito dos diferentes teores de cal hidratada sobre a calorimetria das pastas com 0,00% de AEH.....	121
Figura 4-24: Efeito dos diferentes teores de cal hidratada sobre a calorimetria pastas com 0,50% de AEH.....	122
Figura 4-25: Tempos de início de pega em função do teor de cal com e sem estabilizador de hidratação.....	122
Figura 4-26: Calorimetria variando o teor de AEH em função do uso da cal.....	123
Figura 4-27: Análise do tempo de estabilização em função do teor de AEH para pastas de cimento e cimento e cal.....	123
Figura 4-28: Análise do efeito do uso de AEH (0,50%), AIAr (0,10%) e sem HPMC (0,00%) sobre a calorimetria.....	124
Figura 4-29: Análise do efeito do AEH (0,50%), sem AIAr (0,00%) e o aditivo HPMC 0,10%) sobre a calorimetria.....	125

Figura 4-30: Análise do efeito dos aditivos AIAr (0,10%), AEH (0,50%) e HPMC (0,10%) sobre a calorimetria.	125
Figura 4-31: Análise comparativa dos tempos de início de pega para as diferentes composições estudadas.	126
Figura 4-32: Análise do efeito do uso de 0,10% de teor de AIAr, sem AEH (0,00%) e sem aditivo HPMC (0,00%) sobre a calorimetria.	127
Figura 4-33: Análise do efeito do uso de 0,20% de teor de AIAr, sem AEH (0,00%) e sem aditivo HPMC (0,00%) sobre a calorimetria.	127
Figura 4-34: Tempos de início de pega em função dos teores de AIAr (0,00, 0,10 e 0,20%).	128
Figura 4-35: Calorimetria em função do das diferentes adições com a utilização de 0,10% de aditivo HPMC, sem o aditivo estabilizador (0,00%) e sem aditivo incorporador de ar (0,00%).	129
Figura 4-36: Calorimetria em função do das diferentes adições com a utilização de 0,20% de aditivo HPMC, sem o aditivo estabilizador (0,00%) e sem aditivo incorporador de ar (0,00%).	129
Figura 4-37: Tempos de pega relativos ao uso do aditivo HPMC (0,00, 0,10, e 0,20%) em função das adições analisadas.	130
Figura 4-38: Calorimetria: análise do efeito da adição de HPMC (0,00 a 0,40%), sem AEH (0,00%) e AIAr (0,00%) para pasta produzida apenas com CPII-Z-40 (100% Cimento).	132
Figura 4-39: Calorimetria: análise do efeito da adição de HPMC (0,00 a 0,40%), sem AEH (0,00%) e AIAr (0,00%) para pasta produzida com 75% de CPII-Z-40 e 25% Cal.	132
Figura 4-40: Tempo de pega para pastas 100% cimento e 25% Cal com 75% cimento em função de diferentes teores de HPMC (0,00% EAH e 0,00% AIAr).	133
Figura 4-41: Efeitos dos AEH (a), AIAr (b) e HPMC (c) sobre a fluidez das pastas (mini-slump).	134
Figura 4-42: Comportamento médio das pastas em função do AIAr.	135
Figura 4-43: Calorimetria isotérmica (TAM Air) nas composições propostas sem uso de aditivos (0,00% AIAr, 0,00% AEH e 0,00% HPMC).	136

Figura 4-44: Calorimetria isotérmica (TAM Air) nas composições propostas com uso de aditivos incorporador de ar e estabilizador de hidratação (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC).	137
Figura 4-45: Calorimetrias de argamassas preparadas sem utilização de aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).....	138
Figura 4-46: Calorimetrias das argamassas preparadas com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC)	139
Figura 4-47: Índices de consistência obtidos para as argamassas (1 (finos) / 5 (areia); a/c=1,1) com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC) e sem aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).....	140
Figura 4-48: Curvas de fluxo de Pastas sem aditivos (a/c=0,50): 0,00% EAH, 0,00%AIAr e 0,00%HPMC.....	141
Figura 4-49: Curvas de fluxo de Pastas com aditivos (a/c=0,50): 0,50% EAH, 0,10%AIAr e 0,00%HPMC.....	142
Figura 4-50: Curvas de fluxo de argamassas sem aditivos (1 (finos) / 5 (areia); a/c=1,10): 0,00% EAH, 0,00%AIAr e 0,00%HPMC.	143
Figura 4-51: Curvas de fluxo de argamassas com aditivos (1 (finos) / 5 (areia); a/c=1,10): 0,50% EAH, 0,10%AIAr e 0,00%HPMC.	144
Figura 4-52: a) Curva de correlação entre a viscosidade aparente (Pa.s) e abertura obtida no mini-slump (mm); b) curva de correlação entre a viscosidade aparente (Pa.s) e índice de consistência (mm).	147
Figura 4-53: Correlação entre o índice de consistência das argamassas em função do mini slump das pastas as e as argamassas produzidas com estas pastas.	147
Figura 4-54: Resistência à compressão das argamassas produzidas: com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC) e sem aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).	148
Figura 4-55: Resistência à tração na Flexão das argamassas produzidas: com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC) e sem aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).	149

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1: Teores máximos e mínimos dos principais elementos, em termos de óxidos, que compõe quimicamente as diferentes camadas da formação Serra Geral.	30
Tabela 2-2: Tipos de cimentos Portland de acordo com o tipo de adição e seus limites (percentual em massa) de acordo com a NBR 16697.....	42
Tabela 4-1: Composição química apresentada em óxidos presentes obtidos por meio da FRX para a CCA, PRB, CII-Z-40 e Cal.....	98
Tabela 4-2: Área de superfície específica e diâmetro médio a 10, 50 e 90% dos <i>fillers</i> utilizados: CCA, PRB, CII-Z-40 e CH-I.	103
Tabela 4-3: Massa específica e massa específica aparente: CCA, PRB, CII-Z-40, Cal e Areia	103
Tabela 4-4: Valores de viscosidade aparente e abertura mini-slump (Kantro) das pastas analisadas nesta etapa.	145
Tabela 4-5: Valores de viscosidade aparente e índice de consistência das argamassas analisadas nesta etapa	146

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas
AEH Aditivo Estabilizador de Hidratação
AIAr Aditivo Incorporador de Ar
ANEPAC Associação Nacional das Entidades De Produtores de Agregados para Construção
CCA Cinza da Casca de Arroz
CH Cal Hidratada
CH-I Cal Hidratada tipo I
CP Cimento Portland
CPII–Z–40 Cimento Portland tipo II e Classe de resistência 40 MPa
CONAMA Conselho Nacional do Meio Ambiente
DNIT Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DRX Difração de raios X
DSC Calorimetria diferencial de varredura
EPS Poliestireno expandido
FRX Fluorescência de raios X
IBGE Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IPT Instituto de Pesquisas Tecnológicas
HPMC Hidróxipropil-metil-celulose
MEV Microscópio eletrônico de varredura
NBR Norma brasileira
PIB Produto Interno Bruto
PRB Pó de Rocha basáltica
TG Termogravimetria

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
1.1	OBJETIVO GERAL.....	25
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	25
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	26
2.1	MINERAÇÃO DE ROCHA (AGREGADOS)	26
2.2	GERAÇÃO DE RESÍDUOS AGRÍCOLAS.....	31
2.3	GERAÇÃO DE SUBPRODUTOS	32
2.4	ANÁLISE DE POTENCIALIDADES DOS MATERIAIS CANDIDATOS (SISTEMÁTICA CPQvA)	34
2.5	ARGAMASSAS	37
2.5.1	Argamassas estabilizadas	38
2.5.2	Composição das argamassas	38
2.5.2.1	Agregado miúdo	39
2.5.2.2	Ligantes.....	40
2.5.2.3	Cimento Portland.....	41
2.5.2.4	Cal hidratada	44
2.5.2.5	Água de amassamento.....	46
2.5.2.6	Adições minerais	46
2.5.2.7	Aditivos do sistema reológico de argamassas.....	47
2.5.2.8	Aditivo retentor de água (HPMC).....	47
2.5.2.9	Aditivo incorporador de ar (AIAr)	50
2.5.2.10	Aditivo estabilizador de hidratação (AEH)	51
2.5.3	Propriedades do estado fresco (sistema reológico)	51
2.5.3.1	Índice de consistência	58
2.5.3.2	Mini slump – Kantro.....	58
2.5.3.3	Reometria rotacional	58
2.5.4	Propriedades do estado endurecido	64
2.6	CALORIMETRIA.....	65
3	MATERIAIS E MÉTODOS	68

3.1	CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS – ETAPA EXPERIMENTAL “A”	70
3.1.1	Cimento Portland (CPII-Z-40)	71
3.1.2	Pó de rocha basáltica (PRB)	71
3.1.3	Cinza de casca de arroz (CCA)	71
3.1.4	Cal hidratada (CH-I)	72
3.1.5	Agregado miúdo (areia)	72
3.1.6	Água	73
3.1.7	Aditivo estabilizador de hidratação (AEH)	73
3.1.8	Aditivo incorporador de ar (AIAr)	74
3.1.9	Aditivo retentor de água e modificador de viscosidade (HPMC)	75
3.1.10	Densidade real e densidade aparente	76
3.1.11	Área de Superfície Específica – BET	77
3.1.12	Distribuição de tamanhos de partículas	77
3.1.12.1	Distribuição de tamanhos de partículas – Granulometria a laser	77
3.1.12.2	Distribuição de tamanhos de partículas – Peneiramento	78
3.1.13	Espectrometria de Fluorescência de raios X (FRX)	78
3.1.14	Difratometria de raios X (DRX)	79
3.1.15	Termogravimetria (TG)	79
3.1.16	Reatividade da CCA	79
3.2	DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS E PROPORÇÕES DE ESTUDO POR MEIO DE CALORIMETRIA SEMI-ADIABÁTICA – ETAPA EXPERIMENTAL “B”	80
3.2.1	Calorimetria semi-adiabática	82
3.2.2	Determinação do tempo de pega a partir da calorimetria	87
3.3	APLICAÇÃO DA MATRIZ RACIONALIZADA – ETAPA EXPERIMENTAL “C”	88
3.3.1	Mini-slump - Kantro	90
3.4	ESTUDO COMPARATIVO ENTRE PASTAS E ARGAMASSAS – ETAPA EXPERIMENTAL “D”	91
3.4.1	Calorimetria Isotérmica	93
3.4.2	Resistência à compressão axial e resistência à tração na flexão	93
3.4.3	Índice de consistência	94
3.4.4	Reometria rotacional	94

4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	97
4.1	RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÕES DOS MATERIAIS – ETAPA EXPERIMENTAL “A”	97
4.1.1	Caracterização química, mineralógica e térmica.....	97
4.1.2	Distribuição granulométrica e área de superfície específica (BET)...	101
4.1.3	Densidade real e densidade aparente.....	103
4.1.4	Cinza de Casca de Arroz (CCA).....	104
4.1.5	Caracterização da água (potável).....	105
4.2	RESULTADOS OBTIDOS NA FASE EXPLORATÓRIA – ETAPA EXPERIMENTAL “B”	106
4.2.1	Calorimetria em função da relação a/c	106
4.2.2	Calorimetria do CII-Z-40 em função do teor de HPMC	108
4.2.3	Calorimetria CII-Z-40 em função do aditivo estabilizador de hidratação (AEH)	109
4.2.4	Calorimetria CII-Z-40 em função da adição de incorporador de ar (AIAr)	112
4.2.5	Calorimetria do cimento CII-Z-40 com a interação entre AEH e HPMC	113
4.2.6	Calorimetria do cimento CII-Z-40 com a interação entre AEH e AIAr	114
4.2.7	Efeito da variação de temperatura sobre a calorimetria	116
4.3	RESULTADOS OBTIDOS COM A APLICAÇÃO DA MATRIZ RACIONALIZADA – ETAPA “C”	118
4.3.1	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) sem utilização de aditivos sobre a calorimetria.....	119
4.3.2	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AEH sobre a calorimetria	120
4.3.3	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AEH e da interação com o AIAr e com HPMC sobre a calorimetria. ...	124
4.3.4	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AIAr sobre a calorimetria.....	126

4.3.5	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do aditivo HPMC sobre a calorimetria	128
4.3.6	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) e dos aditivos sobre a fluidez das pastas estudadas sobre a calorimetria.	133
4.4	RESULTADOS OBTIDOS NAS ARGAMASSAS ESTUDADAS - ETAPA EXPERIMENTAL "D"	135
4.4.1	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AIAr e AEH aplicado na calorimetria isotérmica TAM.....	135
4.4.2	Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AIAr e AEH aplicado em argamassas sobre a calorimetria.	137
4.4.3	Avaliação do índice de consistência	139
4.4.4	Caracterização do comportamento reológico das pastas e argamassas estudadas.....	140
4.4.5	Caracterização das argamassas por meio da resistência à compressão e tração na flexão	148
5	CONCLUSÃO	151
6	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	154
	REFERÊNCIAS.....	155
	PUBLICAÇÕES RELACIONADAS AO DOUTORAMENTO:.....	170
	ITINERÁRIO DA PESQUISA	172

1 INTRODUÇÃO

A construção civil ainda possui diversos sistemas que beiram os processos artesanais, de tal forma que há uma dificuldade no processo de industrialização da cadeia produtiva de fornecimento de materiais de construção. Neste contexto, a produção de concretos e argamassas em centrais dosadoras é um passo importante para o desenvolvimento do setor. A utilização de argamassas estabilizadas cresce com a manutenção em obra de produtos de propriedades prontas para o uso em um maior tempo de trabalho. Para tal, torna-se necessário utilizar aditivos incorporadores de ar e estabilizadores de hidratação, fazendo com que estas argamassas desenvolvam um tempo de uso de até 72 h (ANTONIAZZI *et al.*, 2020).

De maneira geral, o fornecimento de argamassas estabilizadas é realizado costumeiramente pelas empresas fornecedoras de concreto. Contudo, dificilmente há a instalação de silos específicos para insumos relativos à produção de argamassas e de concretos para viabilizar a adequação deste processo de preparação e fornecimento. Pois mesmo que a argamassa e o concreto, estejam inseridos no grupo de materiais cimentícios, as propriedades demandadas de um produto e outro se diferem essencialmente em capacidade de carga e capacidade de deformação. Um dos principais constituintes responsáveis por promover capacidade de deformação das argamassas, além de outras propriedades de interesse, é a cal (CARASEK, 2017; CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017; PAVÍA; ALY, 2016; SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003; TSIMAS; RAIKOS, 1995). De forma geral, concretos são produzidos sem adições nas usinas produtoras e a inserção de adições minerais, como por exemplo a cal, na linha de produção de argamassas estabilizadas se torna complexa.

O uso da cal, muitas vezes por questões culturais, pouco é desejado em diversas regiões do país, como no sul do estado de Santa Catarina. Nesta região, como medida compensatória, utiliza-se normalmente diferentes aditivos, como o retentor de água e incorporador de ar para desenvolver propriedades de trabalhabilidade destes materiais (PAVÍA; ALY, 2016; SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003). Neste cenário, encontrar alternativas minerais com potencial de utilização em argamassas estabilizadas, com viabilidade técnica e disponibilidade de

fornecimento dentro da região produtora, passa a ser uma ação setorial de grande relevância.

Assim, a sistemática CPQvA para a valorização de resíduos (ALMEIDA DE OLIVEIRA; RAUPP PEREIRA, 2017a; RAUPP PEREIRA, 2006) apresenta-se como uma abordagem interessante. Com base nas suas potenciais características, a utilização destes subprodutos (materiais finos) das indústrias de mineração/britagem e agrícola no setor da construção civil como forma de contribuição de avanços de fluxos circular de materiais assume papel importante.

O pó de rocha basáltica (PRB) é um material classificado (C) com alta potencialidade em termos de contaminações no meio ambiente. Sua composição, com aproximadamente 50% de SiO_2 e sua elevada finura, com um diâmetro médio de 33,05 μm , fazem com que o material tenha uma elevada potencialidade (P) de uso como material fino na composição de argamassas, sem necessidade de processamentos adicionais, além do devido acondicionamento. O consumo crescente de agregados para a produção de concretos e o fato da origem do produto no mesmo processo, vinculam a quantidade e a viabilidade (Q_v) de uso em centrais dosadoras. Desta forma, objetiva-se nesta pesquisa verificar a capacidade de aplicação (A) deste material/subproduto industrial em argamassas estabilizadas.

Assim, ressalta-se que os agregados graúdos obtidos por processos de britagem são amplamente utilizados na produção de concretos, sendo o pó de rocha basáltica (PRB), por exemplo, um subproduto industrial. A sua utilização na produção de concretos é indesejada em função da elevada finura e possível comprometimento de desempenho em resistência à compressão do produto final. Este fato torna o material passível de subutilização ou até mesmo encaminhado para disposição em aterros industriais controlados como resíduo sólido

Neste contexto, a cinza de casca de arroz é considerada como um material candidato com grande disponibilidade na região sul de Santa Catarina. A casca de arroz é um material classificado como subproduto, com origem no beneficiamento do arroz e possui um elevado poder calorífico. É utilizada geralmente como biomassa no processo de beneficiamento do arroz. No processo de queima, há uma redução de aproximadamente 80% da massa, restando a cinza (TONIOLO; BOCCACCINI, 2017) com elevado teor de sílica de característica pozolânica (THOMAS *et al.*, 2021). Neste

sentido, a cinza de casca de arroz irá compor o sistema de finos considerando seu efeito *filler* e seu potencial como material cimentício suplementar.

Desta forma, foram analisados como possíveis substitutos minerais ao cimento, o pó de rocha basáltica (PRB), a cinza de casca de arroz (CCA) e a cal hidratada (CH-I). Analisou-se, a partir da composição de referência - 100% cimento CII-F 40, como substituição em massa da fração ligante, três composições minerais, 25% de cal hidratada, 25% de cinza de casca de arroz e 25% de pó de rocha basáltica. A cal hidratada compõe a matriz experimental pois seu uso como modificador reológico em argamassas é consolidado e amplamente difundido.

1.1 OBJETIVO GERAL

Analisar o efeito de aditivos na estabilização de argamassas com a adição de pós finos de subprodutos industriais

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

A partir da busca pelo desenvolvimento de propriedades adequadas para a manutenção da capacidade de estabilização de argamassas estabilizadas, listam-se os seguintes objetivos específicos:

- i. Estabelecer materiais candidatos como fontes alternativas minerais por meio da sistemática CPQvA para exercer a função de agente composicional capaz de desenvolver propriedades de estabilização reológica de argamassas;
- ii. Estabelecer parâmetros composicionais relevantes em função das características físico-químicas das adições minerais e das propriedades das matrizes cimentícias propostas;
- iii. Avaliar o efeito dos sistemas composicionais desenvolvidos e das interações com os aditivos utilizados sobre as reações de hidratação por meio de ensaios caloriméricos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A abordagem desta pesquisa foi estabelecida com base em revisão literária para a fundamentação do tema de caráter inovador voltado ao uso adequado dos recursos minerais, em particular de fontes secundárias, como materiais de construção.

2.1 MINERAÇÃO DE ROCHA (AGREGADOS)

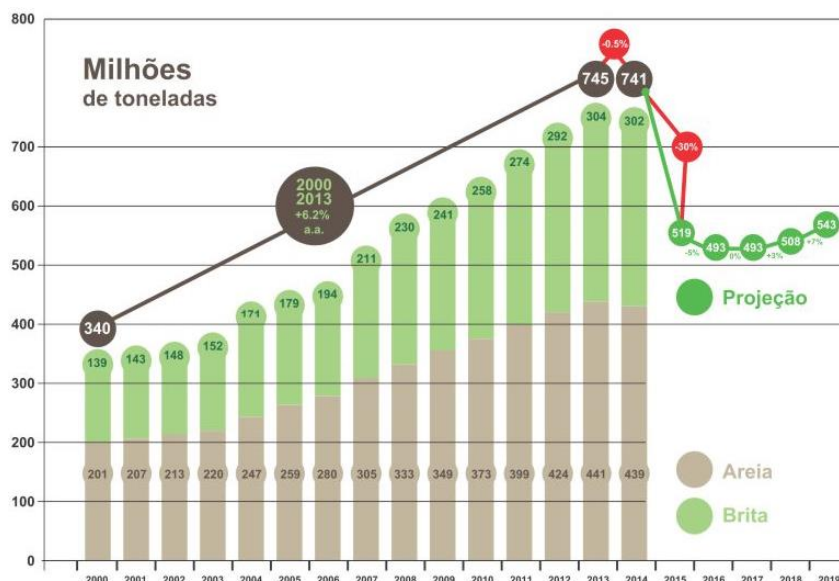
A mineração do basalto encontra-se particularmente relacionada com as demandas da construção civil, principalmente para o uso como agregados; a Figura 2-1 apresenta uma pedreira produtora de agregados de origem basáltica. Segundo a ANEPAC (ANEPAC, [s. d.]), em 2014 o Brasil demandou cerca de 740 milhões de toneladas de agregados. O setor possuía, à época, pouco mais de 3 mil empresas responsáveis por esta oferta. Em 2015, o setor apresentou uma queda na produção, retornando à patamares de 2008, como pode ser observado na Figura 2-2. Esta redução drástica na produção de agregados certamente está relacionada com a situação econômica nacional no período, conforme os dados observados na série histórica do IBGE relativos ao PIB nacional (SISTEMA DE CONTAS NACIONAIS TRIMESTRAIS - SCNT | IBGE, [s. d.]).

Figura 2-1: Imagem ilustrativa do processo de britagem de agregado graúdo de basalto.



Fonte: (ANEPAC, [s. d.]).

Figura 2-2: Produção de agregados entre 2000 e 2014, com as perspectivas de crescimento para o setor.



Fonte: (ANEPAC, [s. d.]).

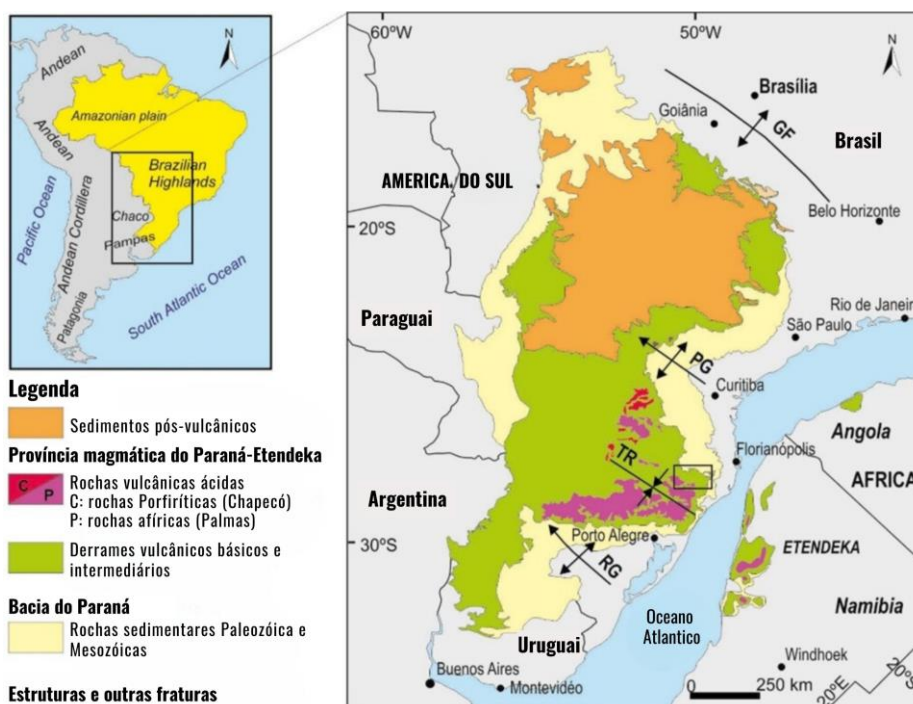
A média mundial de consumo per capita anual é de 6 toneladas por habitante; em 2019, o Brasil teve uma média de 2,5 toneladas por habitante, menor que em 2013, quando a média foi de 3,7 toneladas (VALVERDE, 2020). Ainda, segundo o mesmo autor, o baixo consumo registrado representa uma demanda reprimida de agregados, indicando que haverá um potencial para aumento da demanda de produção no setor.

Segundo a NBR 9935 (ABNT, 2011), os agregados constituem um material granular devendo possuir propriedades e dimensões adequadas para o seu uso. A mesma Norma ainda considera a origem deste material granular para sua classificação, entre outras, como natural, artificial ou reciclado. De acordo com a mesma Norma, brita é um agregado graúdo, obtido por um processo de cominuição mecânica de rochas. Para a obtenção deste material, busca-se sempre rochas com disponibilidade e as propriedades condizentes com o produto que se deseja.

A formação Serra Geral recobre entorno grande parte da Bacia do Paraná, com espessuras próximas de 2000 m (NORONHA, 2010). Trata-se de um dos maiores conjuntos de derramamento vulcânico do mundo (PINTO; HARTMANN, 2011). Além da ocorrência volumosa, apresentam rochas com propriedades de grande interesse para o uso como agregados na construção civil. Na ilustração apresentada pela Figura

2-3, é possível observar a extensão desta formação geológica e as principais características das rochas encontradas em cada região.

Figura 2-3: Formação Serra Geral, demonstrando a extensão e grande disponibilidade para exploração.



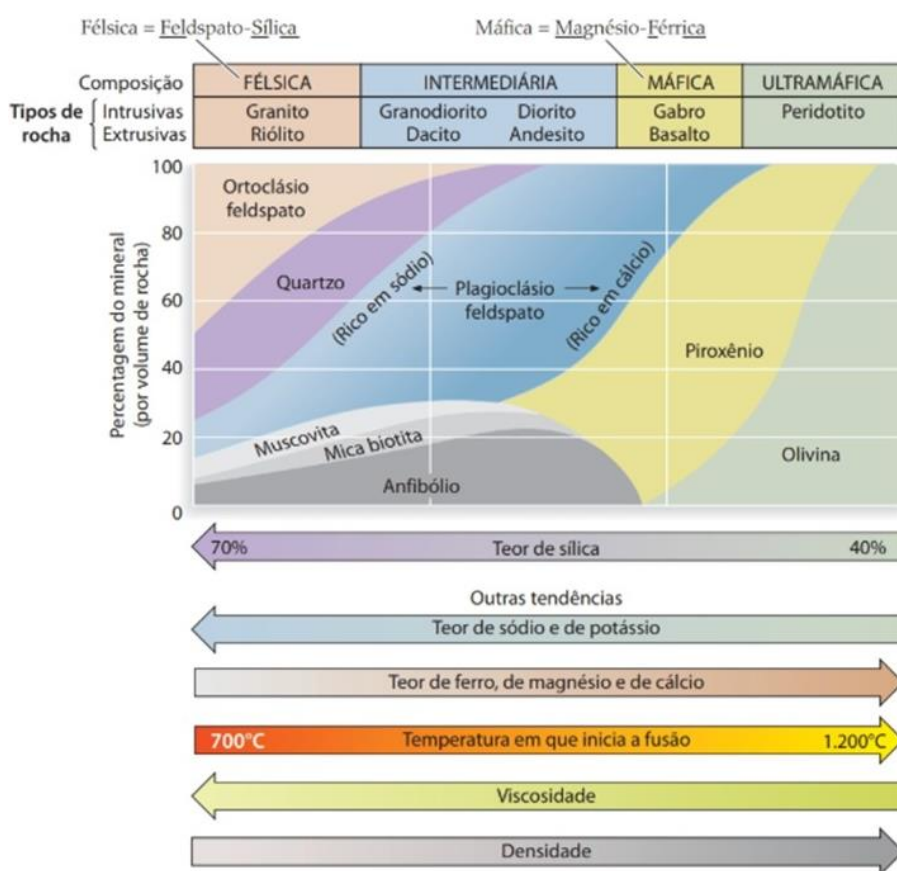
Fonte: Adaptado de (BESSER; VASCONCELLOS; NARDY, 2018).

Dadas as propriedades e composições químicas da Serra Geral, decorrente de seu processo de formação, cabe breve apresentação sobre o tópico. A formação Serra Geral é fruto de atividades vulcânicas que precedem a abertura do oceano Atlântico, Gondwana (BESSER; VASCONCELLOS; NARDY, 2018). Esta formação é predominantemente composta por basaltos e basaltos andesíticos (rochas básicas) que contrastam com rochas de caráter ácido formadas por riolitos e riodacitos. Em função das características específicas dos sucessivos derrames vulcânicos, as bases e encostas (com menor cota) são caracterizadas por derrames basálticos, primeiros derrames. Nas regiões com maiores altitudes, encontra-se predominantemente riolitos dácitos, últimos derrames (HOLZ; ROS, 2000).

As diferenças entre as rochas que compõem a formação Serra Geral, riolito, dacito e basalto estão relacionadas com a composição química das rochas em questão, onde os riolitos são as rochas mais ácidas, os basaltos mais básicos e os

dacitos ocupam posição intermediária. A Figura 2-4 visa demonstrar de forma qualitativa a composição química das formações citadas, desta forma, pode-se prever o potencial de utilização conforme a tipologia de rocha explorada. Cabe salientar que a formação Serra Geral é uma formação rochosa de origem extrusiva, portanto de granulação fina (GROTZINGER; JORDAN, 2013).

Figura 2-4: Classificação modal das rochas ígneas, apresentando a composição e características conforme a tipologia.



Fonte: (GROTZINGER; JORDAN, 2013).

A formação Serra Geral é formada por treze derrames vulcânicos na região Sul do Brasil e sua composição possui, em média, 50% de SiO_2 (PINTO; HARTMANN, 2011). Segundo os mesmos autores, cada derrame pode ser identificado conforme sua composição química.

Os agregados graúdos, chamados comercialmente de brita, são genericamente chamados de basaltos, quando possuem origem de rochas ígneas extrusivas. Estas rochas vulcânicas, conhecidas como basaltos, são muito abundantes na natureza em

todo o planeta, resultante de extensos derrames vulcânicos (SCHIAVON; REDONDO; YOSHIDA, 2007). Os mesmos autores afirmam que a constituição consiste principalmente de óxidos de silício, alumínio, ferro, magnésio, cálcio, potássio e sódio.

TURNER *et al.* (1999), realizaram uma pesquisa buscando identificar a composições químicas das diferentes camadas da formação Serra Geral. Baseado nestes dados apresenta-se a Tabela 2-1, a variação composicional encontrada para cada um dos óxidos identificado pelos autores na análise da fluorescência de raios X.

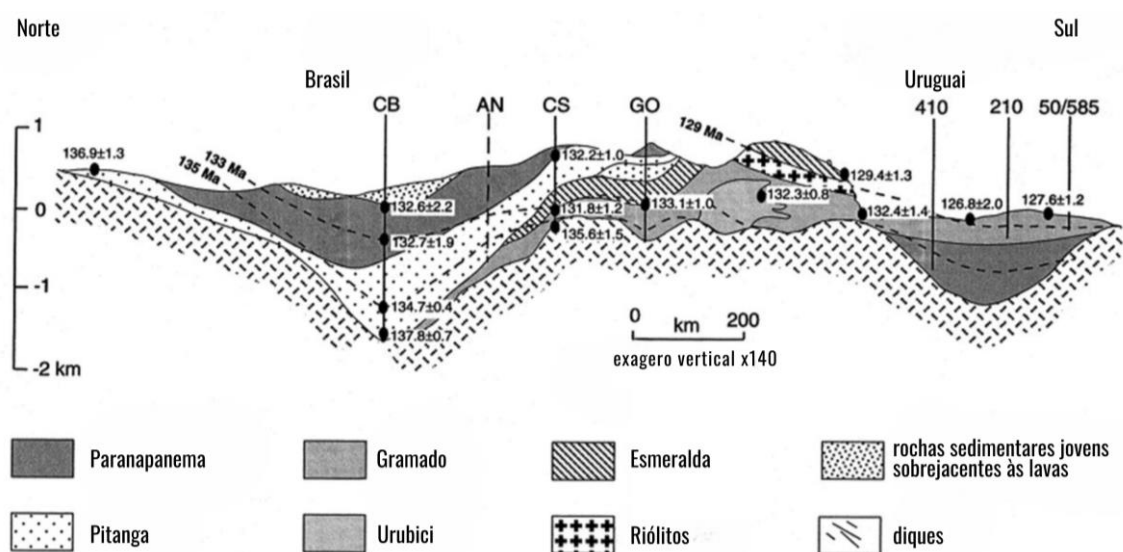
Tabela 2-1: Teores máximos e mínimos dos principais elementos, em termos de óxidos, que compõe quimicamente as diferentes camadas da formação Serra Geral.

%	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	MnO	P ₂ O ₅	TiO ₂
Min	50,2	12,86	10,22	6,15	2,36	0,65	1,83	0,15	0,12	0,9
Máx	57,8	16,18	15,40	11,44	7,43	2,46	2,72	0,22	0,27	2,34

Fonte: elaborado pelo autor com base em (TURNER *et al.*, 1999).

TURNER *et al.* (1999) buscaram conhecer as composições químicas dos diferentes derrames vulcânicos que formam a província de basalto de inundação continental do Paraná. Na Figura 2-5 os autores apresentam as diferentes camadas e as respectivas profundidades observadas.

Figura 2-5: Principais características das rochas vulcânicas em função da localização e profundidade.



Fonte: Turner *et al.* (1999).

Com base nos dados observados, pode-se afirmar que abordar de forma genérica, considerando rochas vulcânicas como basaltos, pode levar a erros de análise e/ou manifestações patológicas indesejadas, uma vez que diferentes proporções destes óxidos, por exemplo, são observadas. Essa problemática é maior quando se trata de materiais finamente moídos, em função do aumento considerável da área de superfície destes sólidos.

2.2 GERAÇÃO DE RESÍDUOS AGRÍCOLAS

De forma geral, todo resíduo ou subproduto industrial ou agrícola com elevado teor de sílica tem tido grande aproveitamento em matrizes cimentícias. Pode-se citar como casos de sucesso a cinza volante, a sílica ativa, a cinza de casca de arroz, mais recentemente, a cinza do bagaço de cana-de-açúcar, cinzas de queima de madeira e outros materiais utilizados como biomassa tem sido utilizados como materiais pozolânicos (THOMAS *et al.*, 2021).

Em países como China, Estados Unidos e Brasil, grandes produtores agrícolas, há grandes quantidades de resíduos de biomassa provenientes da produção. Esta biomassa tem sido aproveitada como fonte de energia renovável, seja na produção de cimentos, termoelétricas ou até mesmo pela própria agroindústria. Em muitos casos, é possível o aproveitamento das cinzas geradas como fertilizantes, dependendo dos teores de fósforo, potássio e cálcio presentes, as cinzas não aproveitáveis geralmente são destinadas para aterros sanitários (THOMAS *et al.*, 2021).

Outro aspecto relevante, em relação a utilização de biomassas como fonte de energia, é comum em países com grande potencial agrícola; no entanto, geram grandes preocupações ambientais, em especial relacionadas com a qualidade do ar (ZHANG. *et al.*, 2017). Apesar disso, a utilização destas cinzas, provenientes da queima das biomassas, pode ser considerada uma ação sustentável, em razão do balanço energético considerado. Isto se deve à capacidade de atuar como material cimentício suplementar, substituindo parcialmente o cimento Portland (MILLER; CUNNINGHAM; HARVEY, 2019). O desempenho da cinza dependerá da concentração de sílica reativa, o que é diretamente relacionado com o processo de queima e a origem da biomassa (THOMAS *et al.*, 2021).

O estado de Santa Catarina (região Sul do Brasil) é um dos grandes produtores de arroz do país; a safra 2022/2023 foi recorde, atingindo 1,27 milhões de toneladas (BAVARESCO, 2023). A maior parte desta produção é processada localmente, restando seu subproduto, a casca de arroz. O processo de combustão desta casca, além de reduzir o volume de 75 a 80%, pela remoção da matéria orgânica, permite o aproveitamento desta energia, considerada de baixo custo, e a sílica presente nas cinzas. No caso da cinza de casca de arroz, obtém-se bons desempenhos com processos de queima com temperaturas de 600 a 700° C em um período de 6 h (TONIOLO; BOCCACCINI, 2017). Após o processo de queima da casca de arroz, a massa restante corresponde a aproximadamente 4% da produção do arroz. Neste sentido, em 2023, o potencial de produção, somente em Santa Catarina, atingiu aproximadamente 50 mil toneladas de CCA. A cinza de casca de arroz gerada na região sul de Santa Catarina apresenta um teor de 89% de sílica em sua composição e com a produção concentrada, a CCA produzida na região possui potencial para aplicação em materiais cimentícios (MULLER *et al.*, 2023). Os mesmos autores observaram que com maior controle do processo, limitando a temperatura e ajustando o tempo de queima, é possível obter uma cinza com maior potencial reativo.

2.3 GERAÇÃO DE SUBPRODUTOS

Em qualquer processo industrial, deve-se considerar o objetivo de produção da empresa (o produto) e possíveis subprodutos gerados. Dentre estes, deve-se considerar que uma parcela será classificada como um resíduo sólido industrial. Neste caso, segundo a Resolução CONAMA nº 313, deve ser considerado como resíduo o material com especificidades que o impossibilitem de ser lançado na rede pública de esgoto ou em corpos d'água, ou ainda que necessite de soluções técnicas economicamente inviáveis para seu lançamento (CONAMA, 2002).

O *status* adquirido de resíduo exige classificações e demanda abordagens técnicas que por muitas vezes inviabilizam a utilização de um material como um simples subproduto, ainda que este possa ser considerado como um material com potencial de uso (MÄKELÄ *et al.*, 2012). Segundo os mesmos autores, uma vez estabelecida a classificação do material como um resíduo, este deve seguir determinados fluxos estabelecidos pelas normativas ambientais, tornando-se mais um

desafio a ser superado, além do desenvolvimento tecnológico necessário para sua aplicação.

No Brasil há uma Política Nacional de Resíduos Sólidos, Lei nº 12.305/2010, que ressalta a diferença estabelecida entre resíduo e rejeito. No caso do rejeito, não há outra opção de tratamento que não seja a disposição adequada. Já no resíduo, ficam abertas as possibilidades de tratamento, recuperação e utilização com o uso de tecnologias economicamente viáveis (BRASIL, 2010). Ainda que um determinado subproduto possa ser considerado como um material potencial, é importante que a demanda seja suficiente para que haja viabilidade econômica na aplicação; em contrário, considera-se sua classificação como rejeito.

Na União Europeia, por exemplo, o aproveitamento de resíduos é fortemente incentivada pela política ambiental adotada; no entanto, o uso dos materiais que possuam o status de resíduo, apresentam uma série de limitações e regulamentações em comparação aos materiais sem este rótulo (MÄKELÄ *et al.*, 2012). Os mesmos autores consideram ainda como fatores relevantes e dificultadores da valorização destes materiais, os custos de viabilização relacionados e o preconceito na utilização de um material, que é comumente tido como um material de qualidade inferior. Neste contexto, considerar subprodutos e resíduos como sinônimos, ainda que seja uma abordagem comumente adotada na maioria das pesquisas, relacionadas com valorização de materiais, é equivocada e pode inviabilizar a valorização de um determinado material.

Segundo o Fórum Econômico Mundial, a geração de resíduos está aumentando mundialmente e com perspectivas ainda maiores para o ano de 2050 (SOUSA, 2019). Pode-se perceber que as repercussões e estudos estão vinculados principalmente nos resíduos sólidos urbanos. Principalmente pelo fato que países em desenvolvimento não estarem mais dispostos a importar os resíduos dos países desenvolvidos (KOH; RAGHU, 2019). Resíduos podem ser considerados como subprodutos inevitáveis de qualquer tipo de operação ou processos industriais (SCHOEMAN; OBERHOLSTER; SOMERSET, 2021). Segundo os mesmos autores, geralmente temos diferentes tipos de resíduos, que incluem o lixo produzido nas cidades, águas contaminadas, materiais perigosos, lamas de tratamento de esgoto e ou escórias, entre outros. Os resíduos resultantes de processos industriais devem ser

classificados e destinados de forma adequada sob a responsabilidade dos geradores (BRASIL, 2010).

No processamento mineral, para produção de agregados, são obtidos agregados graúdos e agregados miúdos. Na britagem podem ser obtidas uma ampla faixa de dimensões de agregados, produzidas conforme a aplicação à que se destina (FARIAS; PALMEIRA; BEJA, 2017). Segundo a NBR 9935 (ABNT, 2011), considerando o uso de agregados para concretos e argamassas, considera frações de agregado graúdo ($75 \text{ mm} > \phi > 4,75 \text{ mm}$), agregado miúdo ($4,75 \text{ mm} > \phi > 150 \mu\text{m}$), os finos ($150 \mu\text{m} > \phi$), por fim, frações com diâmetro (ϕ) menores que $75 \mu\text{m}$ são classificadas como materiais pulverulentos.

Esta classificação possui variantes, relativas às normativas específicas para cada aplicação. Segundo o manual de pavimentação, por sua vez, agregado graúdo é considerado todo agregado com diâmetro maior que 2 mm (retido na peneira nº 10); agregado miúdo, os agregados com diâmetro menor do que 2 mm mas maiores que $75 \mu\text{m}$ (retido na peneira nº 200), materiais também comumente chamados de pó de pedra ou areia (DNIT- DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRA-ESTRUTURA DE TRANSPORTES, 2006). O mesmo manual também estabelece o conceito de material ou agregado de enchimento (*filler*), onde pelo menos 65% do material deve possuir diâmetro menor que $75 \mu\text{m}$. Estes finos, quando se trata de pavimentação, são utilizados para alterar a reologia do ligante asfáltico (FARIAS; PALMEIRA; BEJA, 2017).

A NBR 7211 (ABNT, 2009) estabelece inclusive limites para a presença da fração de material pulverulento (passante na peneira $75 \mu\text{m}$). Onde considera o limite de 5% em massa do agregado, para produção de concretos protegidos do desgaste superficial e 3% para concretos submetidos ao desgaste superficial.

2.4 ANÁLISE DE POTENCIALIDADES DOS MATERIAIS CANDIDATOS (SISTEMÁTICA CPQVA)

No processo de britagem de rochas, além das frações de agregados graúdos desejadas, obtém-se o pó de rocha. Este material fino possui algumas aplicações, porém com baixa demanda e/ou valor menor do que as demais frações classificadas. Trata-se de um subproduto do processo de britagem, que constantemente é tratado

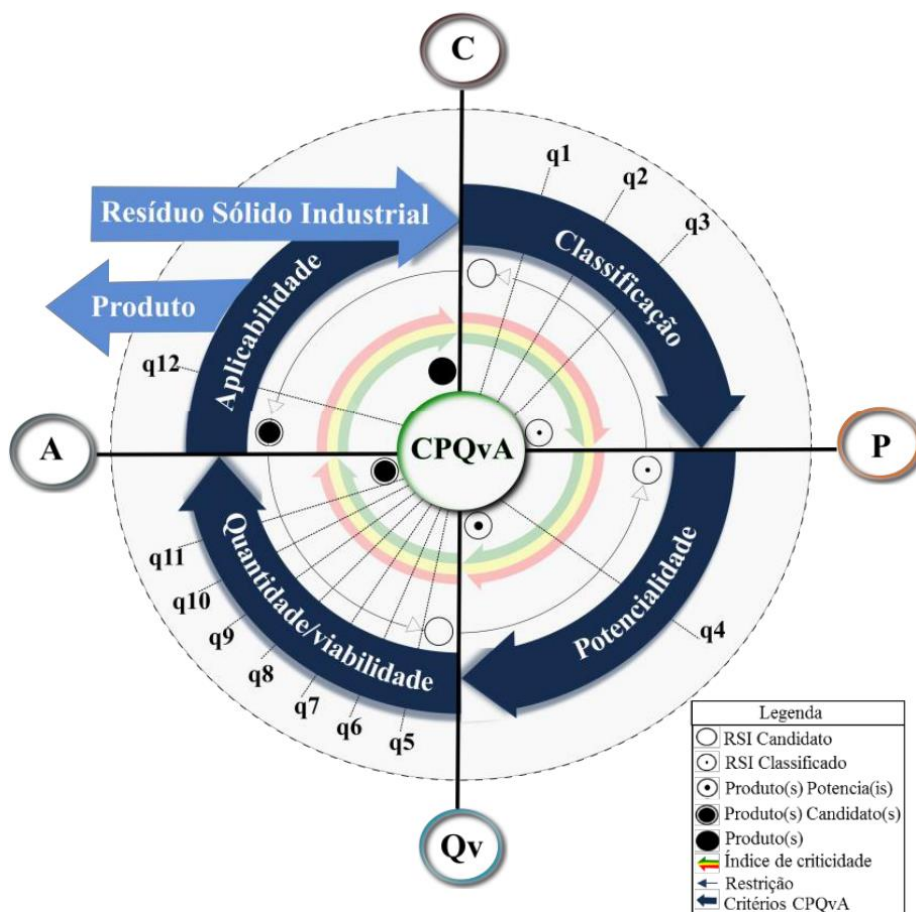
como um resíduo. De forma geral, pode-se afirmar que, até o momento, não há viabilidade comercial para o pó de rocha basáltica (PRB), o que gera custos relacionados ao destino adequado e possíveis impactos ambientais indesejados (LOCKS, 2020).

No processo de produção do arroz, a casca de arroz torna-se um subproduto do produto do beneficiamento para a comercialização deste arroz. Em razão da quantidade gerada e de seu elevado poder calorífico, geralmente são aproveitadas como biomassa, resultando em 20 a 25% de cinza de casca de arroz (CCA) (TONIOLO; BOCCACCINI, 2017). Estas cinzas possuem em sua composição um elevado teor de sílica, com grande capacidade para serem utilizadas como materiais cimentícios suplementares, em razão de sua reatividade (THOMAS *et al.*, 2021).

Trata-se de dois materiais, que em virtude de sua grande disponibilidade regional, ainda que classificados como subprodutos, possuem potencial para serem descartados como resíduos. Neste sentido, faz-se necessário a adoção de estudos e metodologias sistêmicas adequadas para a valorização potencial destes subprodutos como materiais a serem inseridos num ciclo de reutilização. A sistemática CPQvA (RAUPP PEREIRA, 2006) apresenta-se como forma adequada no direcionamento de estudos relacionados à valorização de materiais potenciais, para sua utilização em diversas aplicações de engenharia.

O primeiro critério da sistemática refere-se à classificação (C) do material, seguida de uma análise de potencialidade (P). Com estes dados, inicia-se uma análise referente ao critério de quantidade de viabilidade (Qv) do material. Por fim, realizar estudos considerando o critério de aplicabilidade (A). A representação esquemática, apresentada da Figura 2-6, desenvolvida por Almeida de Oliveira (ALMEIDA DE OLIVEIRA; RAUPP PEREIRA, 2017b) sintetiza e organiza a aplicação do caminho decisório para a viabilidade da valorização de resíduos com base na potencialidade dos materiais.

Figura 2-6: Representação circular da sistemática CPQvA para a valorização de resíduos.



Fonte: (ALMEIDA DE OLIVEIRA; RAUPP PEREIRA, 2017b); (RAUPP PEREIRA, 2006).

Neste contexto, aplicando-se a metodologia CPQvA, observa-se que, tanto a CCA e o PRB, são materiais não devem ser classificados como resíduos. A CCA, para ser utilizada, necessita passar por um processo de moagem. No caso do PRB, este já é disponibilizado numa condição de *filler*. Em razão disso, somado às composições mineralógicas, foi observado um potencial destes materiais para aplicação em argamassas. Considerando-se o consumo das demais frações e a correlação entre as produções e gerações de produtos e subprodutos, observou-se um grande potencial também em termos de quantidade e viabilidade.

2.5 ARGAMASSAS

Argamassas são materiais de construção constituídos por uma mistura de pelo menos um ligante, agregado miúdo, água, adições e aditivos, sendo os dois últimos não obrigatórios (CARASEK, 2017). Segundo a mesma autora, as argamassas devem ser capazes de desenvolver propriedades de endurecimento e aderência. As principais aplicações das argamassas são como revestimentos, assentamento de alvenaria, contrapisos, assentamento de revestimentos e rejuntas (CARASEK, 2017).

Nas argamassas mais antigas, o ligante mais comum observado é a cal. Nestes casos, a cal era utilizada como principal ligante e pode ser encontrada em argamassas desde 10 mil anos a.C. (ARIZZI; CULTRONE, 2021). Desta forma, argamassas a base de cal fazem parte da história das edificações até o final do século XIX (VEIGA, 2017). Após meados do século XIX, com o desenvolvimento dos ligantes hidráulicos, o uso da cal como principal ligante foi reduzido gradualmente (VEIGA, 2017).

No contexto atual, as argamassas ditas modernas, geralmente são compostas por uma combinação específica de diferentes ligantes (geralmente contendo cimento Portland), agregados miúdos (com granulometrias específicas, areia média, fina e grossa), água, adições (pozolânicas, *fillers*, fibras entre outros) e aditivos orgânicos (plastificantes, incorporadores de ar, retentores de água, controlador de pega, entre outros). A combinação e o uso de cada um dos diferentes materiais empregados está relacionado com as propriedades desejadas para cada tipo de argamassa, seja no estado fresco ou endurecido (CARASEK, 2017). O objetivo é atender o desempenho especificado em uso. O conceito de estado fresco e endurecido é amplamente difundido na área da construção civil; a definição de cada estado é desenvolvida neste capítulo.

Segundo Carasek (2017), já no final do século XIX iniciou-se a oferta de argamassas industrializadas. A partir de então, as argamassas podem ser dosadas na obra, fornecidas pré-dosadas em sacos ou silos, necessitando apenas da adição de água na mistura (CARASEK, 2017; KHALDI; BELACHIA; BENOUIS, 2020).

2.5.1 Argamassas estabilizadas

Quando se trata de argamassas, especialmente destinadas para o uso como revestimento, é importante considerar suas propriedades, tanto no estado fresco como no estado endurecido. Com o desenvolvimento da indústria química, relacionada ao desenvolvimento dos aditivos, é possível que a argamassa seja fornecida pronta para o uso, podendo ser utilizada por períodos de até 72 h após a mistura (CARASEK, 2017; SCHACKOW *et al.*, 2019). Trata-se de uma argamassa industrializada utilizando o cimento Portland como principal ligante, entregue pronta para o uso, sem a necessidade de qualquer adição, incluindo a água na mistura/sistema composicional. Para permitir que esta argamassa permaneça em condições adequadas de trabalho por períodos de até 72 h, são utilizados aditivos incorporadores de ar e controladores de pega (CASALI *et al.*, 2020; SCHACKOW *et al.*, 2019).

O objetivo do uso de argamassas estabilizadas está relacionado com a busca pelo aumento da produtividade e a racionalização dos processos construtivos (CASALI *et al.*, 2020). Ainda, segundo os mesmos autores, este tipo de argamassa é dosada em central e o tempo de estabilização, ou de uso, de forma dependente do teor de aditivo estabilizador utilizado. Assim, estes sistemas composicionais tornam-se uma alternativa aos sistemas convencionais de preparo em canteiro de obras, para execução de alvenarias e revestimentos de argamassa (CARASEK, 2017).

2.5.2 Composição das argamassas

As argamassas de cimento Portland são compostas basicamente por ligante, agregados miúdos e água. Além da composição básica, buscando-se promover propriedades de interesse, são utilizados diferentes tipos de aditivos e adições.

Os ligantes mais comuns são o cimento Portland (ligante hidráulico) e a cal hidratada (ligante aéreo). O tipo de cimento Portland (CP), tipo de cal hidratada (CH) e suas proporções podem variar conforme os requisitos de desempenho da argamassa, tanto para o estado fresco como para o estado endurecido. Além destes, algumas adições minerais (como cinza volante, sílica ativa e cinza de casca de arroz (CCA), por exemplo) são utilizadas como materiais cimentícios suplementares,

considerando além do efeito *filler*, também suas funções ligantes. Outras adições minerais (como pó de rocha ou *filler* calcário, por exemplo), podem ser adicionadas, considerando somente sua função como *filler*, sem função ligante. A necessidade da utilização de finos está vinculada com a aplicação da argamassa dosada; no caso de uma argamassa para revestimento, necessita-se de um teor mais elevado de finos, promovendo maior plasticidade e coesão na mistura.

O agregado miúdo pode variar em função de sua distribuição granulométrica, sendo mais comum para argamassas de acabamento uma dimensão máxima de partícula menor. As argamassas estabilizadas geralmente são utilizadas com aplicação de camada única; portanto, devem promover o acabamento final do revestimento.

Em relação aos aditivos, os mais comumente utilizados em argamassas de revestimento são os aditivos incorporadores de ar (AIAr) e os aditivos plastificantes. No caso das argamassas estabilizadas, também são utilizados os aditivos estabilizadores de hidratação (AEH), que possuem a função de garantir o tempo de utilização. Este tempo de utilização dependerá da tipologia do aditivo estabilizador, de sua dosagem e de sua interação com os demais constituintes das argamassas estabilizadas. Além destes aditivos, pode ser observado a utilização de uma variedade de outros aditivos que visam colaborar na promoção de propriedades demandas, como aumento da retenção de água. O hidroxipropilmetilcelulose (HPMC), atuando como um agente viscosificante, colabora para aumentar a retenção de água das argamassas.

2.5.2.1 Agregado miúdo

Segundo a NBR 9935 (ABNT, 2011), entende-se por agregado material granular que possua dimensões e propriedades adequadas para produção de concretos e argamassas. A mesma Norma classifica como agregado miúdo, o agregado no qual os grãos passam na peneira de malha 4,8 mm e ficam retidos na peneira de malha 0,075 mm.

Os agregados podem ser caracterizados quanto a granulometria, textura, absorção de umidade, massa específica, resistência, forma, superfície específica,

mineralogia, grau de impurezas orgânicas, teor de material pulverulento e reatividade (FARIAS; PALMEIRA; BEJA, 2017).

Para a maioria das argamassas, os agregados representam aproximadamente 60 a 80% do volume de uma argamassa, tendo forte influência sobre as propriedades das argamassas, tanto no estado fresco como no estado endurecido (CARASEK, 2017; FERREIRA *et al.*, 2019). Deve-se considerar que a composição química e mineralógica, a granulometria e distribuição granulométrica, teor e natureza dos materiais pulverulentos presentes (CARASEK, 2017), textura e forma dos grãos podem influenciar diretamente no desempenho das argamassas (CARASEK *et al.*, 2016).

Deve-se considerar que quanto mais angulosa for o formato das partículas (distanciando-se do formato que tende ao esférico), haverá um menor grau de empacotamento de determinada distribuição granulométrica; isso se deve a uma tendência das partículas com as superfícies irregulares friccionarem-se entre si (CASTRO; PANDOLFELLI, 2009). Este atrito leva a uma dificuldade de rolagem e melhor acomodamento entre os grãos que formam a mistura, impedindo que o empacotamento ótimo seja obtido (CARASEK *et al.*, 2016). Conseqüentemente, quanto maior o distanciamento da forma esférica das partículas, há um aumento de viscosidade da mistura, considerando constante o volume de pasta empregada (CASTRO; PANDOLFELLI, 2009).

Carasek *et al.* (2016) observaram que agregados com menor empacotamento acarretam um aumento do teor de ar incorporado nas argamassas. Portanto, quanto mais angular for a forma dos agregados, haverá um maior teor de ar incorporado na mistura, evidenciando o efeito que as características dos agregados miúdos podem exercer sobre algumas propriedades das argamassas no estado fresco, como na densidade de massa e trabalhabilidade (CARASEK *et al.*, 2016).

2.5.2.2 Ligantes

Uma das propriedades mais importantes das argamassas no estado fresco é a sua plasticidade. A plasticidade de uma argamassa está diretamente relacionada com o tipo de ligantes e sua proporção em relação aos agregados (CARASEK, 2017). A

mesma autora pondera que tempo e intensidade de mistura e utilização de aditivos, como incorporador de ar, também influenciam nesta propriedade.

Nas argamassas modernas convencionais, o cimento do tipo Portland é o principal ligante utilizado, principalmente pela sua característica de conferir resistência com maior velocidade, quando comparado com um ligante do tipo aéreo, como a cal hidratada. No caso da cal hidratada, esta que historicamente era o principal ligante utilizado, passa a ter função secundária na mistura. A perda do protagonismo da cal como ligante decorre do surgimento do cimento Portland, principalmente em função de ganho de resistência considerado lento, para os parâmetros das obras atuais, em função do processo de carbonatação. Além disso, a resistência que se pode obter com argamassas a base de cal não consegue ser a mesma que em argamassas que utilizam cimento (CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017).

No entanto, apesar de seu efeito considerado secundário, a cal atribui grande influência nas propriedades do estado fresco da argamassa, como aumento da plasticidade e capacidade de retenção de água, sem acarretar conseqüentemente, em grande aumento da rigidez no estado endurecido, quando comparado com o aumento do teor de cimento, contribuindo para o aumento da durabilidade do sistema de revestimento (CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017).

Segundo Carasek (2017), dosagens de argamassas devem considerar como objetivo reunir as qualidades dos dois tipos de ligantes. É necessário que se considere os efeitos dos diferentes tipos de ligantes tanto no estado fresco como no estado endurecido (CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017).

2.5.2.3 Cimento Portland

Segundo a NBR 16697 (ABNT, 2018b), o cimento do tipo Portland é um ligante hidráulico obtido a partir da moagem do clínquer. No processo de fabricação podem ser adicionadas quantidades adequadas de diferentes formas de sulfato de cálcio e adições minerais, que de acordo com a mesma Norma, definem os diferentes tipos de cimento Portland, de acordo com a Tabela 2-2.

Tabela 2-2: Tipos de cimentos Portland de acordo com o tipo de adição e seus limites (percentual em massa) de acordo com a NBR 16697.

Designação normativa (tipo)	Sigla	Classe de resist. (MPa)	Clíquer + sulfato de cálcio	Escória granulada de alto-forno	Material pozolânico	Material Carbonático
Cimento Portland Comum	CP I CP I – S		95 – 100 90 – 94		0 – 5 0	
Cimento Portland Composto com Escória granulada de alto-forno	CP II – E		51 – 94	6 – 34	0	0 – 15
Cimento Portland Composto com material Pozolânico	CP II – Z	25, 32 ou 40	71 – 94	0	6 – 14	0 – 15
Cimento Portland Composto com material carbonático	CP II – F		75 – 89	0	0	11 – 25
Cimento Portland de alto forno	CP III		25 – 65	35 – 75	0	0 – 10
Cimento Portland Pozolânico	CP IV		45 – 85	0	15 – 50	0 – 10
Cimento Portland de alta resistência inicial	CP V CP V	ARI ARI – RS		0 90 – 100	0 0 – 10	0 – 10 0 – 10

Fonte: adaptado de NBR 16697 (ABNT, 2018b)

Considerando-se uma argamassa de revestimento, o tipo e as características físicas do cimento influenciam diretamente propriedades como a resistência de aderência da argamassa. Apesar que, de forma geral, o cimento do tipo CP V pode ser desaconselhado para o uso em argamassas de revestimento, em função de sua propensão à retração e à fissuração, este cimento, em razão de sua menor granulometria, tende a apresentar resistências de aderência maiores que os demais tipos de cimento (CARASEK, 2017). A mesma autora considera que qualquer um dos tipos de cimento pode ser utilizado em argamassas, tendo-se cuidado com sua finura

(maior área específica), que como já citado pode levar à uma maior retração plástica. Ponderações semelhantes são apontadas para cimento com maior classe de resistência, 40 MPa por exemplo, que também possuem área específica maior.

A hidratação do cimento é importante para o desenvolvimento das propriedades no estado endurecido da argamassa; ele será o principal responsável para que a argamassa adquira as propriedades mecânicas desejadas. No entanto, frequentemente manifestações patológicas são justificadas pelo uso em excesso deste tipo de ligante, levando a um aumento excessivo da rigidez, retração, fissuração e descolamento do revestimento de argamassa (CARASEK, 2017).

O principal constituinte de um cimento Portland é o clínquer e suas quatro principais fases são formadas por: duas fases de silicato de cálcio, alita (C_3S : $3CaO.SiO_2$) e belita (C_2S : $2CaO.SiO_2$), fase de aluminato de cálcio (C_3A : $3CaO.Al_2O_2$) e a fase ferro aluminado de cálcio (C_4AF : $4CaO.Al_2O_2.Fe_2O_3$). Tanto a morfologia quanto a proporção das diferentes fases são dependentes das matérias-primas e do processamento (KREPPELT *et al.*, 2002). Apesar de consolidado o entendimento que, de forma geral, o C_3A e o C_3S apresentarem maior reatividade ao se comparar com as fases C_2S e o C_4AF , os mesmos autores consideram ainda que as reações de hidratação dos cimentos são bastante complexas. Pois a reatividade das diferentes fases sofre forte influência de impurezas, que muitas vezes introduzem íons estranhos às fases, o que pode alterar a estrutura e a composição das fases. Outros fatores que influenciam e tornam-se variáveis são a área específica (função da granulometria obtida), condições ambientais, adições e aditivos utilizados (KREPPELT *et al.*, 2002).

Em dosagens atuais, tanto para concretos como para argamassas, os aditivos dosados, em função de sua interação, principalmente com os ligantes, possuem grande influência sobre as reações de hidratação (CASTRO; PANDOLFELLI, 2009). Os mesmos autores dividem o processo de hidratação do cimento em 5 estágios principais. O primeiro, considerado inicial, é chamada de pré-indução e ocorre nos 15 primeiros minutos da mistura. O segundo estágio, é chamado de período de indução e ocorre em um período de 15 a 240 min após o início da mistura. O terceiro estágio corresponde ao período de aceleração, que ocorre entre 4 e 8 h. Já o quarto estágio, período de desaceleração e endurecimento, após 8 até 24 h. Por fim, o quinto estágio, designado como período de reação lenta e contínua (difusão), inicia após 24 h e se estende para além dos 28 dias.

2.5.2.4 Cal hidratada

A cal é um ligante aéreo inorgânico, considerado o mais antigo utilizado pela humanidade (CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017). Ainda segundo os mesmos autores, este ligante é caracterizado por ter baixa resistência à exposição contínua da água, sendo utilizado com adições pozolânicas quando exposto às intempéries.

A cal hidratada consiste em um pó obtido a partir da hidratação da cal virgem, o que resulta em uma mistura formada essencialmente por hidróxido de cálcio e hidróxido de magnésio, podendo também apresentar em sua composição óxido de magnésio, NBR 7175 (ABNT, 2003)(ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2003). A mesma Norma estabelece exigências químicas e físicas que irão formar 3 grupos de cal hidratada, CH-I, CH-II e CH-III. Parâmetros como teores de anidrido carbônico, óxidos de cálcio e magnésio não hidratados e o total de óxidos não-voláteis são considerados. Além destes parâmetros químicos, são analisados também parâmetros físicos, como finura, retenção de água, incorporação de areia, estabilidade e plasticidade.

Considera-se o uso de dois tipos principais de cal na construção civil, a cal aérea (ou não hidráulica) e a cal hidráulica (ARIZZI; CULTRONE, 2021; INCE *et al.*, 2015). A cal hidráulica, em função de adições pozolânicas (ricas em sílica) desenvolvem sua resistência na presença da água. No caso da Cal hidratada, identificada em diferentes referências bibliográficas, como cal aérea, em função do tipo de reação que leva ao seu endurecimento, endurece em função de sua exposição ao ar, especificamente com o CO₂ presente na atmosfera (ARIZZI; CULTRONE, 2021; INCE *et al.*, 2015).

A cal hidratada é obtida a partir da queima de rocha carbonática, bastante pura, à uma temperatura de 600 a 800° C, sendo consideradas rochas do tipo calcário (CaCO₃) e dolomitos (CaCO₃.MgCO₃) para a calcinação. Deste processo obtém-se a cal virgem (predominantemente formada por CaO (óxido de cálcio) e MgO (óxido de magnésio)). Após a hidratação, se transforma na cal hidratada, hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂) e hidróxido de magnésio (Mg(OH)₂). Estes hidróxidos, por sua vez, quando expostos à atmosfera (CO₂) desenvolve resistência, formando o CaCO₃ (AGGELAKOPOULOU; BAKOLAS; MOROPOULOU, 2019; ARIZZI; CULTRONE, 2021; CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017; INCE *et al.*, 2015). Em função da

elevada finura da cal virgem, a reação de hidratação ocorre rapidamente com forte liberação de energia na forma de calor (reação exotérmica).

Portanto, o hidróxido de cálcio é o ligante da cal hidratada e sua capacidade ligante pode ser quantificada pelo teor de hidróxidos presentes. Este processo de endurecimento depende da difusão do CO₂, o que o torna lento, em comparação ao cimento Portland (AGGELAKOPOULOU; BAKOLAS; MOROPOULOU, 2019; CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017).

O endurecimento lento da cal, em função da carbonatação, a retração por secagem e as baixas resistências (tanto as iniciais quanto as finais), são consideradas desvantagens pertinentes as argamassas de cal hidratada. No entanto, seu uso se justifica em função de benefícios que são observados como compatibilidade química e física com sistemas de alvenaria, alta trabalhabilidade e retenção de água desenvolvidos nas argamassas (CARASEK, 2017; CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017; PAVÍA; ALY, 2016).

A contribuição ao aumento da capacidade de retenção de água (propriedade do estado fresco) da argamassa, é considerada como um dos maiores benefícios produzidos pelo uso da cal (SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003; TSIMAS; RAIKOS, 1995). A menor resistência desenvolvida pelas argamassas, em função da utilização da cal em sua mistura, também acarreta em uma menor rigidez, tornando o revestimento menos susceptível à fissuração, colaborando para aumento de sua durabilidade (CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017; SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003).

Além disso, outras propriedades e características podem ser atribuídas ao uso da cal. Em argamassas mistas, com utilização de cimento e cal, em função do aumento da alcalinidade do meio, provocado pelo uso da cal, pode haver uma alteração na sequência da hidratação (CINCOTTO; QUARCIONI; JOHN, 2017). Outro efeito do uso de cal em argamassas está relacionado com o desenvolvimento de uma maior extensão de aderência (aumento da área de contato da argamassa com o substrato) (CARASEK, 2017).

2.5.2.5 Água de amassamento

A água é importante componente de argamassas e concretos, além de necessária para as reações de hidratação, também é responsável por proporcionar fluidez ou trabalhabilidade às argamassas. A água de amassamento utilizada deve ser livre de impurezas, de forma a não prejudicar as reações de hidratação do cimento (PETRUCCI, 1993) ou ainda interagir de forma inesperada com aditivos e adições. A presença de sais solúveis na água de amassamento, pode gerar problemas relacionados à eflorescências nos revestimentos (CARASEK, 2017). A presença de sais pode acelerar a pega do cimento e a presença de matéria orgânica pode retardar a pega e também o endurecimento da argamassa (CARASEK, 2017; PETRUCCI, 1993). A quantidade de água na mistura influencia diretamente a trabalhabilidade da argamassa; pode-se dizer que é o principal meio de ajuste de consistência utilizado pelo construtor na obra. Controlando a fluidez da argamassa, pode-se obter uma argamassa seca, plástica ou fluida (CARASEK, 2017).

2.5.2.6 Adições minerais

As adições constituem materiais inorgânicos que podem ser naturais ou industriais adicionados para modificar propriedades, conforme NBR 13529 (ABNT, 2013a). As adições mais comuns são o saibro, filitos, pós de pedra (de origem calcária ou silicosa) (CARASEK, 2017). Segundo a mesma autora, em argamassas, as adições minerais são comumente utilizadas como substitutivas da cal hidratada, com o objetivo de promover plasticidade e redução de custo. As adições minerais geralmente são utilizadas para atuar no sistema composicional, promovendo propriedades reológicas demandadas no estado fresco. No entanto, dependendo de sua composição química, das fases presentes e de sua distribuição granulométrica (finura) também podem atuar como ligantes suplementares.

Considerando a presença de aditivos plastificantes, deve-se considerar que quanto mais a forma dos grãos da adição mineral incorporada se aproximar do formato esférico, melhor será as propriedades reológicas da mistura (CASTRO; PANDOLFELLI, 2009). Os efeitos reológicos provocados pelos finos adicionados são abordados no tópico referente ao assunto.

2.5.2.7 Aditivos do sistema reológico de argamassas

Os principais aditivos utilizados em argamassas estabilizadas são: incorporador de ar e controlador de e retentor de água. Descreve-se a seguir as principais características destes materiais componentes em termos de funcionamento (sistema reológico) e limites de uso (sistema composicional).

2.5.2.8 Aditivo retentor de água (HPMC)

Trata-se de um aditivo que promove maior retenção de água aumentando da viscosidade da mistura; por esta razão, também é utilizado como agente viscosificante. Com o desenvolvimento dos ligantes hidráulicos, século 19, houve uma redução significativa no consumo e utilização da cal na construção civil (SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003). Os ligantes hidráulicos, especialmente o Cimento Portland, apresentam-se como materiais mais ajustados às demandas atuais da construção civil, como a velocidade no desenvolvimento das propriedades mecânicas. O desenvolvimento lento de resistência em função da carbonatação da cal, gerando baixas resistências nas idades iniciais das argamassas, começou a ser observado como uma desvantagem ou até mesmo como um problema (PAVÍIA; ALY, 2016).

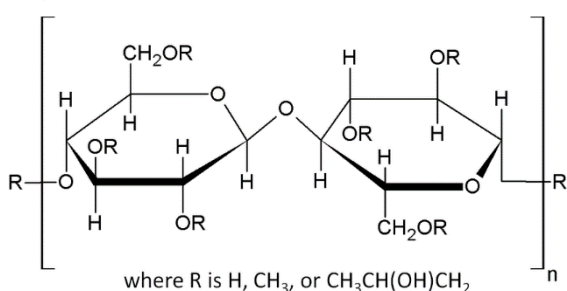
Nesta perspectiva, a resistência da argamassa atribuída ao uso da cal, passou a ter função secundária. A cal não é mais utilizada com o intuito de aumentar a resistência das argamassas de revestimento; sua grande contribuição está na capacidade de retenção de água (TSIMAS; RAIKOS, 1995 apud SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003). Propriedades como alta trabalhabilidade e boa capacidade de retenção de água das argamassas tornam as argamassas compatíveis com diferentes substratos, e tais características são atribuídas ao uso da cal (PAVÍIA; ALY, 2016). A perda rápida de água da argamassa, seja para o substrato ou para o ambiente, além de provocar uma maior retração do revestimento (consequentemente uma maior tendência à fissuração) pode levar à uma hidratação insuficiente do cimento, levando à redução da resistência mecânica da argamassa (SÉBAÏBI; DHEILLY; QUÉNEUDEC, 2003).

Desta forma, quando se deseja desenvolver uma argamassa de revestimento sem a utilização da cal em sua formulação, é necessário observar a necessidade do

uso de aditivos ou adições que supram as propriedades, especialmente no estado fresco, promovidas pela cal, como trabalhabilidade e retenção de água. É neste contexto que se desenvolveu o uso do hidroxipropil-metil-celulose (HPMC); trata-se de um éter de celulose (MARANI, 2015). Segundo o mesmo autor, a estrutura do HPMC é variável, sendo dependente da quantidade dos grupos metila (apolares) e hidroxipropoxila (polares) que estiverem inseridos na cadeia polimérica. Estes grupos são responsáveis por controlar a polaridade do polímero, o que é responsável pelas propriedades dos filmes poliméricos formados (MARANI, 2015).

A celulose tem tido grandes aplicações de interesse; dela obtemos diversos grupos hidroxila que, em função do reagente químico utilizado, é capaz de produzir inúmeros derivados. Estes derivados podem possuir propriedades que são importantes para diferentes áreas da indústria. Um dos compostos que podem ser obtidos é o grupo dos éteres de celulose. Fazem parte deste grupo, a metil-celulose, a etil-celulose, a hidroxipropil-celulose, a hidroxietil-metil-celulose e a hidroxipropil-metil-celulose (MARANI, 2015), sendo este último de interesse nesta pesquisa. Segundo o mesmo autor, a HPMC é obtida pela derivação da celulose com a utilização do cloreto de metila e o óxido de propileno. Diferentes autores apresentam a estrutura química da HPMC; a Figura 2-7 apresenta a estrutura química (CANO-BARRITA; LEÓN-MARTÍNEZ, 2016; DESHMUKH *et al.*, 2017; PAAVER *et al.*, 2019; QUINTEN *et al.*, 2011).

Figura 2-7: Estrutura química do hidroxipropilmetilcelulose



Fonte: Adaptado de Quiten *et al.* (2011)

O uso de HPMC é comum em argamassas produzidas na indústria (POURCHEZ *et al.*, 2006); este uso já era considerado comum por Pourchez *et al.* (2006). Os éteres de celulose são utilizados comumente com o objetivo de promover trabalhabilidade e retenção de água (CHEN *et al.*, 2020; POURCHEZ *et al.*, 2006).

Como efeito secundário, o éter de celulose é responsável por um retardo no tempo de pega do cimento (POURCHEZ; GROSSEAU; RUOT, 2010). O principal efeito da utilização do HPMC em argamassas está sobre a pasta, porém foi identificado que há também efeito sobre todos os componentes, formando uma espécie de “rede”, onde o colóide formado pelo HPMC adsorve também a superfície dos grãos de agregado, formando “pontes” entre os grânulos, que aumentam conforme o aumento do teor de HPMC adicionado, restringindo o movimento livre das partículas e alterando as propriedades da argamassa (CHEN *et al.*, 2020). O mesmo autor, observou que a retenção de água da argamassa aumenta conforme aumenta o teor de HPMC e isto acontece em função do aumento da viscosidade plástica da argamassa. A viscosidade plástica da argamassa é então controlada pela interação cimento, agregados, aditivos e água de amassamento (CHEN *et al.*, 2020).

O resultado da utilização do HPMC é a formação de uma rede coloidal 3D de pontes únicas, que são capazes de modificar tanto a capacidade de migração da água como a distribuição dos produtos de hidratação na matriz cimentícia (CHEN, N. *et al.*, 2020). Segundo o mesmo e apesar da quantidade de estudos relacionados com o uso de HPMC em argamassas, a dosagem ainda é baseada em empirismo (BRUMAUD *et al.*, 2013; CHEN, N. *et al.*, 2020; POURCHEZ *et al.*, 2006). O retardo no tempo de pega do cimento, em função do éter de celulose está relacionado com retardo da nucleação dos silicatos de cálcio (BRUMAUD *et al.*, 2014).

Considerando a otimização das propriedades obtidas em argamassas à base de cimento Portland, conforme o teor de HPMC é aumentado, as propriedades de retenção de água e viscosidade aumentam linearmente com uma boa correlação até um teor de 0,10% de adição (BRUMAUD *et al.*, 2014; CHEN, N. *et al.*, 2020), ambos autores observaram este pico limite de estabilidade. Foi observado, com a análise da plasticidade, que teores acima de 0,10% de adição (em função da massa total de materiais secos), que a plasticidade gerada inviabilizaria a utilização da argamassa de assentamento (OLIVEIRA *et al.*, 2015). Os mesmos autores também verificaram alguns efeitos secundários indesejados, como aumento excessivo do teor de ar incorporado e diminuição da aderência entre o bloco e a argamassa, em função do resultado apresentado, pode-se observar que os efeitos indesejados aumentam conforme o teor de HPMC adicionado.

Chen *et al.* (2020) observaram que este comportamento linear é observado a partir de 0,03% de substituição em função da massa de cimento. Para esta pesquisa, considerando os efeitos indesejados que podem ser atribuídos ao uso do HPMC, será utilizada a quantidade mínima onde se observa um aumento da retenção de água da argamassa de 0,03% em relação aos materiais secos. Espera-se assim, não interferir os efeitos de retardo de pega, o qual é foco de estudo sobre aditivo específico.

2.5.2.9 Aditivo incorporador de ar (AIAr)

A incorporação de ar foi descoberta por acaso na década de 1930; concretos com elevados teores de ar incorporado passaram a ser utilizados em climas com gelo e degelo (DU; FOLLIARD, 2005). Segundo os mesmos autores, os aditivos incorporadores de ar são compostos orgânicos formados por uma mistura de vários surfactantes. Estes surfactantes são caracterizados por possuírem uma “cabeça” hidrofílica (polar) e uma “cauda” hidrofóbica (apolar), sendo que a classe do surfactante é dada em função da parte hidrofílica, que podem ser aniônicas, catiônicas, não iônico e anfotérica (DU; FOLLIARD, 2005). Assim, estes aditivos atuam diminuindo a tensão superficial da mistura, que com o processo de mistura (mecânico) conseguem incorporar microbolhas de ar na mistura (ANTONIAZZI *et al.*, 2020).

Segundo Carasek (2017), o aditivo incorporador de ar é um dos aditivos mais empregados em argamassas de revestimento e assentamento. As microbolhas formadas distribuem-se de forma homogênea, produzindo melhor trabalhabilidade e redução da demanda de água de amassamento (CARASEK, 2017). Segundo a mesma autora, para que os benefícios sejam mantidos, deve-se utilizar o aditivo com teores adequados, pois excessos podem levar à baixa resistência de aderência e baixa resistência superficial da argamassa, devendo-se evitar teores maiores que 20%. O uso em excesso também pode provocar um retardo das reações de hidratação do cimento, em função da camada tensoativa que envolve as partículas do ligante, repelindo a água localmente e inibindo portanto, a hidratação (ANTONIAZZI *et al.*, 2020).

2.5.2.10 Aditivo estabilizador de hidratação (AEH)

O objetivo com o uso de aditivos de estabilização de hidratação (AEH) é prolongar o tempo de uso dos materiais cimentícios. Estes aditivos atuam para ampliar significativamente o período de indução do cimento quando em contato com a água, assim, retardar o início da pega (GUINDANI, 2018). Existem diversas substâncias capazes de atuar desta maneira, açúcares, lignosulfonados, derivados de carboidratos ou sais com altos teores de fósforo, ácidos carboxílicos, por exemplo (CHEUNG *et al.*, 2011; GUINDANI, 2018). O processo inicial de hidratação do cimento Portland é denominado como o período de indução. Considera-se que assim que o cimento e a água da mistura entram em contato, inicia-se o processo de hidratação. As primeiras reações que ocorrem, de forma geral, são atribuídas às reações que ocorrem entre as fases sulfato de cálcio e os aluminatos tricálcicos (C_3A), estes serão responsáveis pela formação da etringita. Durante um período de até 10 h (3 a 6 h para cimentos brasileiros), estes hidratos crescem em torno do grão de Alita (C_3S). Após este período de indução, ocorre o início da pega e até esse período as fases C_3S ou C_2S permanecem em estágio dormente (SCRIVENER; JUILLAND; MONTEIRO, 2015).

Os Aditivos estabilizadores de hidratação podem atuar de duas formas principais, a primeira sobre o período de indução e a segunda sobre a hidratação dos silicatos de cálcio (CHEUNG *et al.*, 2011). No caso dos estabilizadores utilizados para argamassas estabilizadas, estes atuam sobre o período e indução, especificamente sobre a hidratação do aluminato tricálcico, os estabilizadores atuam para evitar a nucleação dos íons Ca^{+2} (CASALI *et al.*, 2020; CHEUNG *et al.*, 2011; PAOLINI; KHURANA, 1998). Baseado nos estudos destes autores, pode-se afirmar que o estabilizador irá inibir a formação da etringita, desta forma, prevenir a hidratação do C_3S .

2.5.3 Propriedades do estado fresco (sistema reológico)

No cenário da construção civil, o estado fresco dos materiais cimentícios refere-se ao período após a mistura, no qual o material ainda é trabalhável. Nas argamassas, o conceito de trabalhabilidade é considerado uma propriedade que, no

estado fresco, determina a facilidade com a qual pode-se misturar, transportar, aplicar, consolidar e dar acabamento no material (CARASEK, 2017). São vinculadas à essa propriedade, em sistemas de revestimento de argamassa, a qualidade e a produtividade. Segundo a mesma autora, são propriedades relacionadas à trabalhabilidade das argamassas:

- Consistência (facilidade com que a argamassa pode ser deformada);
- Plasticidade (tendência de a argamassa permanecer deformada);
- Retenção de água (capacidade da argamassa reter sua água quando sujeita à perda de água);
- Coesão (forças de atração existentes entre as partículas da argamassa);
- Exsudação (tendência de separação da água da argamassa);
- Densidade de massa (massa de determinado volume do material);
- Adesão inicial (capacidade de se manter unida ao substrato no estado fresco).

Trabalhabilidade pode ser considerado um parâmetro que se refere à fluidez, estabilidade, compatibilidade e plasticidade (DUAN *et al.*, 2020). Trata-se de uma simplificação do conceito de forma a ampliar seu entendimento. A determinação da trabalhabilidade de uma argamassa não é algo simples e estabelecer métodos de avaliar a argamassa de forma a obter valores que determinem o quão trabalhável encontra-se este material se torna algo complexo. Entende-se que o comportamento de uma argamassa não é possível de ser determinado a partir de um único valor, pois trata-se de um sistema reológico aplicado em determinada condição (CARASEK, 2017; DUAN *et al.*, 2020).

Neste contexto, a determinação da trabalhabilidade de uma argamassa está profundamente relacionada com a compreensão de seu sistema reológico. As argamassas são compostas por fração grossa (agregados), por pasta (água mais ligantes e adições finas), ar (relacionada com uso aditivos) e fibras, o que leva à uma classificação multifásica (CARASEK, 2017). Essa característica, somada com as diversas solicitações relacionadas com o processo de mistura, transporte e aplicação, fazem com que esta suspensão concentrada de sólidos em líquidos tenham um comportamento reológico complexo.

Os fatores que interferem na trabalhabilidade de uma argamassa podem ser separados em fatores internos e externos (BAUER *et al.*, 2007). Os fatores considerados internos referem-se principalmente aos constituintes da argamassa e suas proporções, como quantidade de água, razão entre ligante e agregados, distribuição granulométrica, forma e textura dos grãos dos agregados e, além disso, teores e tipos de aditivos utilizados. Os principais fatores considerados como externos relacionam o transporte, a aplicação, operadores e características do substrato.

Para além da natureza e da dimensão dos insumos orgânicos e inorgânicos presentes, também deve-se considerar a interação entre os constituintes e a alteração do comportamento em função do enrijecimento da mistura provocada pela hidratação dos cimento (JIAO *et al.*, 2017). O comportamento reológico das argamassas é descrito como pseudoplástico, viabilizando o espalhamento e acabamento, além de ter elevada tensão de escoamento, a fim de proporcionar estabilidade ao material (CARASEK, 2017; CARDOSO, 2009). De forma mais específica, trata-se de um fluido viscoplástico, que para escoar necessita que seja aplicada uma tensão de cisalhamento maior que a tensão limite de escoamento existente (NGUYEN *et al.*, 2006).

O concreto pode ser considerado como uma suspensão concentrada de sólidos dispersos em uma fase líquida (HU; LARRARD, 1996; JIAO *et al.*, 2017). É possível considerar o concreto como sendo formado por duas fases, a argamassa mais o agregado graúdo. No entanto, parece mais adequado considerar a presença de duas fases, sendo a primeira formada pela pasta (líquida) e a segunda pelos agregados (sólida) (JIAO *et al.*, 2017), conceito que pode ser estendido para argamassas. De forma geral, é possível estabelecer as principais influências de cada um dos constituintes das argamassas no comportamento reológico da mistura. Segundo o mesmo autor, a pasta tem essencial importância no comportamento reológico de concretos e argamassas, ela é responsável por preencher os espaços entre os agregados e fornecer fluidez à mistura.

O cimento é parte constituinte da pasta e pode afetar o desempenho reológico de materiais cimentícios no estado fresco. As propriedades reológicas são afetadas principalmente pela composição do cimento; a concentração de constituintes típicos do cimento podem alterar a demanda de água, além do efeito de íons, como SO_4^{2-} ,

OH^- , Na^+ , K^+ , dissolvidos que podem afetar a adsorção dos aditivos plastificantes (JIAO *et al.*, 2017). Segundo os mesmos autores, outro fator importante tem relação com a área específica do cimento, ou finura; quanto maior a finura, maior a demanda de água para uma mesma fluidez. Além disso, torna o cimento mais reativo. Considerando o uso de um cimento superfino, o efeito sobre as propriedades reológicas será dependente da relação água/cimento utilizada (CHEN; KWAN, 2012). Neste caso, o uso de partículas finas e uma menor quantidade de água, ocorre um efeito de enchimento, preenchimento dos vazios, o que aumenta a densidade de empacotamento, disponibilizando a água que fica no entorno das partículas de cimento (CHEN; KWAN, 2012; JIAO *et al.*, 2017).

As adições minerais, como cinzas volantes também possuem influência nas propriedades do sistema reológico. Dependendo do teor de SiO_2 , Al_2O_3 e CaO , a cinza volante pode ser considerada como um material pozolânico. A forma das partículas tem grande influência no efeito do uso da cinza volante, que pode apresentar partículas lisas e esféricas, pequenas e irregulares de baixa porosidade, carbono residual com maior porosidade, mas que de forma geral apresentam tamanho de partícula que varia entre 0,4 a 100 μm , com área superficial específica que varia de 300-500 m^2/kg , apresentando uma textura considerada leve (JIAO *et al.*, 2017; YAO *et al.*, 2015). Segundo os mesmos autores, a textura superficial da cinza volante possui importante efeito sobre as propriedades reológicas e a textura é fortemente influenciada pela classe da cinza, que pode se apresentar como irregular, celular a esféricas e superfície lisa.

O uso da cinza volante pode afetar o comportamento reológico melhorando a fluidez de materiais cimentícios, pois a forma esférica de suas partículas proporcionam um melhor rolamento das partículas; isto ocorre pois há uma diminuição das forças de atrito entre as partículas (BEYCIOGLU; ARUNTAS, 2014; JIAO *et al.*, 2017). O uso da cinza volante também pode proporcionar uma redução na tensão de escoamento. O aumento do teor de cinza volante na mistura pode aumentar a tensão de escoamento e viscosidade plástica (PARK; NOH; PARK, 2005). Assim como outros constituintes, a finura e a distribuição granulométrica das partículas da cinza volante utilizada também provoca efeito nas propriedades reológicas (JIAO *et al.*, 2017). Outras adições minerais, como escória de alto forno, sílica ativa, *filler* calcário, também

provocam alterações nas propriedades reológicas das misturas cimentícias no estado fresco. Os efeitos provocados estão vinculados com as interações com os demais constituintes, teor utilizado, finura, morfologia dos grãos e distribuição granulométrica (JIAO *et al.*, 2017).

Os agregados, que apesar de variar conforme o traço, correspondem a um percentual significativo das argamassas e concretos, também contribuem no comportamento reológico destas misturas. Agregados maiores com superfície que tendem à rugosa, diminuem a fluidez, aumentando a tensão de escoamento e viscosidade plástica. Como de forma geral busca-se agregados considerados inertes, sua composição química não apresenta grande influência (JIAO *et al.*, 2017). Segundo os mesmos autores, o empacotamento dos agregados, a fração volumétrica dos agregados na mistura, a distribuição granulométrica apresenta grande influência sobre o comportamento reológico.

A fundamentação aplicada ao sistema de um concreto, contendo um teor fixo de agregado graúdo, pode colaborar para um entendimento também do comportamento de argamassas, pois estabelecer relações gerais que apresente uma descrição completa do comportamento do efeito dos agregados sobre as propriedades reológicas de forma simultânea não é algo simples (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011). Neste sentido, os mesmos autores propuseram de forma gráfica a tendência de comportamento de um concreto com agregado graúdo fixo (brita) em relação ao teor total de agregados.

Conforme pode ser observado na Figura 2-8 – a, o aumento da fração agregado miúdo (areia) resulta em um aumento da tensão de escoamento e uma redução da viscosidade plástica. De forma contrária, reduzindo o teor de agregado miúdo há uma redução da tensão de escoamento e um aumento da viscosidade plástica. Quanto à forma dos agregados, o uso de agregados com formato arredondado provoca uma redução tanto da tensão de escoamento quanto da viscosidade plástica e o efeito contrário é observado quando o agregado possui uma forma mais angulosa. Os agregados britados tendem a apresentar forma mais angulosa e uma superfície mais rugosa; isto faz com que a área superficial específica aumente, reduzindo o teor de água livre. O próprio formato angular, assim como nos materiais finos, não propicia a fluidez das partículas, em função do aumento da resistência de atrito interna (JIAO *et al.*, 2017; WALLEVIK; WALLEVIK, 2011).

Além do efeito das partículas sólidas sobre o sistema reológico de uma argamassa, os aditivos químicos são responsáveis por grandes alterações e controle das propriedades. Os aditivos superplastificantes são comumente utilizados em concretos com objetivos técnicos e econômicos. Estes aditivos são responsáveis por grandes reduções da tensão de escoamento e da viscosidade (JIAO *et al.*, 2017). O superplastificante é adsorvido na mistura gerando forças repulsivas, dispersando as partículas de cimento, diminuindo a interação coloidal, o que aumenta a fluidez da mistura. Segundo Jiao *et al* (2017), o mecanismo que rege a tensão de escoamento de suspensões, com a presença de superplastificantes, em função da concentração, pode ser descrita pelo modelo de YODEL.

Este modelo baseia-se na ideia de identificar o número de partículas que ficam em contato umas com as outras, sem que a tensão de cisalhamento aplicada possa separá-las (FLATT; BOWEN, 2006). Segundo os mesmos autores, é esta interação entre as partículas que é responsável pelo limite de elasticidade da suspensão. Assim é possível prever a tensão de escoamento em função da concentração de partículas coloidais da suspensão. Desta forma, a distância média de separação entre as superfícies aumenta, conforme o aumento do teor do aditivo, levando a uma diminuição da interação coloidal entre as partículas, o que reduz a tensão de escoamento (PERROT *et al.*, 2012). Neste sentido, para obter-se uma melhor eficiência do sistema, faz-se necessária a utilização de uma quantidade mínima de partículas finas.

Outro aditivo muito utilizado para modificar a trabalhabilidade, propriedades reológicas de materiais cimentícios, são os modificadores de viscosidade. Estes aditivos são conhecidos como agentes modificadores de viscosidade e possuem a função de melhorar os parâmetros reológicos com maior uniformidade sem perda de coesão (JIAO *et al.*, 2017). Concretos e argamassas produzidas com estes agentes apresentam alta viscosidade plástica, alta taxa de escoamento e redução da viscosidade conforme a taxa de cisalhamento aumenta.

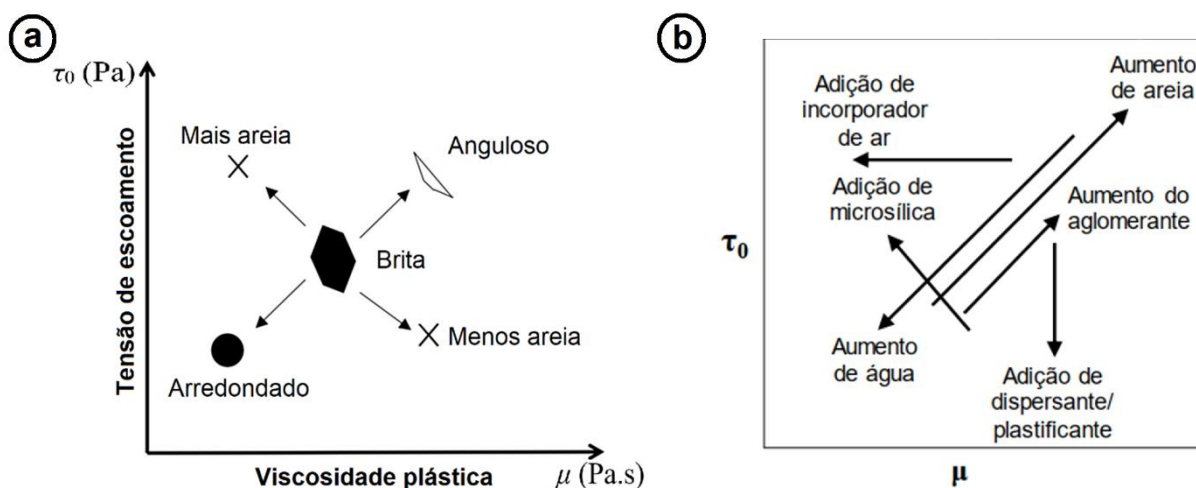
Geralmente os modificadores de viscosidade utilizados são produtos à base de celulose (JIAO *et al.*, 2017). O mesmo autor acrescenta que é comum que este tipo de aditivo seja combinado com o uso de superplastificantes, com o objetivo de melhoria das propriedades reológicas e da resistência mecânica, devendo-se considerar a possível incompatibilidade, que pode afetar significativamente as

propriedades desejadas. Portanto, a eficiência do aditivo modificador de viscosidade é dependente da concentração, da categoria do aditivo modificador, do tipo de superplastificante e da taxa de cisalhamento aplicada (JIAO *et al.*, 2017).

Com grande relevância para melhorar a durabilidade dos materiais cimentícios sujeitos a ciclos de gelo e degelo, o aditivo incorporador de ar, com suas bolhas de ar incorporadas na matriz cimentícia, possuem grande relevância no comportamento reológico (JIAO *et al.*, 2017). Os aditivos incorporadores de ar são compostos por uma mistura de vários surfactantes. Estes surfactantes são formados por parte hidrofílica (cabeça), responsável por exercer forte atração pelo solvente, que é a água. Já o restante da molécula é chamada de cauda hidrofóbica, pois possuem pouca atração pela água (DU; FOLLIARD, 2005). O aditivo incorporador de ar pode ter dois efeitos opostos na tensão de escoamento e na viscosidade plástica, isso acontece pois as bolhas de ar atraem as partículas de cimento, formando interações entre as bolhas e atuando como lubrificante na mistura (JIAO *et al.*, 2017).

A Figura 2-8 - b apresenta de forma resumida os efeitos dos diferentes constituintes da argamassa em suas propriedades reológicas (BANFILL, 2005) foi traduzida por Giordani (2017).

Figura 2-8: a) Efeito da forma do agregado e teor de agregado miúdo b) Efeito dos constituintes das argamassas em suas propriedades reológicas.



Fonte: a) Adaptado de (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011); b) (BANFILL, 2005; GIORDANI, 2017).

2.5.3.1 Índice de consistência

A trabalhabilidade das argamassas é de fato uma propriedade qualitativa e relativa ao uso, de certa forma empírica. Como já citado anteriormente, é uma propriedade reológica, que pode ser medida a partir de mais de um parâmetro de medida indireta. O ensaio de índice de consistência, descrito pela NBR 13276 (ABNT, 2016a), é um ensaio bastante difundido e amplamente relacionado à trabalhabilidade de argamassas, um dos ensaios mais consagrados no Brasil. Este método impõe à argamassa uma deformação por meio de impacto, gerando uma medida que consegue ao mesmo tempo medir consistência e plasticidade (CARASEK, 2017). O método de ensaio será descrito no capítulo metodologia.

Existem outros métodos normatizados e consolidados que buscam observar também parâmetros reológicos. Alguns testes utilizam-se da penetração de corpos na argamassa, costumam apresentar apenas dados sobre a consistência (maior ou menor fluidez), medindo basicamente a tensão de escoamento (CARASEK, 2017). O ensaio de Squeeze flow; busca avaliar a reologia de argamassas com a compressão uniaxial de uma amostra no estado fresco, resultando em uma relação força (N) e deslocamento (mm); este ensaio é descrito pela NBR 15839 (ABNT, 2010).

2.5.3.2 Mini slump – Kantro

Para avaliação da fluidez de pastas, é possível utilizar o ensaio de mini-slump. O mini-slump é utilizado por diversos autores para determinar parâmetros reológicos de pastas cimentícias, as dimensões dos tronco de cone utilizados para o mini-slump podem variar entre os diferentes autores (CAMPOS; CAETANO; MACIEL, 2022; CHOI *et al.*, 2016; ZHU *et al.*, 2022).

2.5.3.3 Reometria rotacional

A compreensão sobre o comportamento reológico de argamassas tem sido melhor desenvolvido com o uso da reometria rotacional. Trata-se de uma ferramenta com elevada eficiência para caracterizar a trabalhabilidade de materiais cimentícios, podendo com seus resultados, prever o comportamento de fluxo, a estabilidade,

capacidade de moldagem destes materiais (JIAO *et al.*, 2017). Basicamente, o ensaio consiste em aplicar uma taxa de cisalhamento controlada, em determinado período de tempo sobre uma amostra de argamassa no estado fresco, obtendo-se como resultado a viscosidade e tensão de escoamento (GIORDANI, 2017). Além destes dados, é possível obter a zona de histerese, inclinação de curvas, impor diferentes níveis de taxa de cisalhamento e de esforços (com o controle de torque)(CARASEK, 2017). Segundo a mesma autora, com a reometria rotacional é possível observar o efeito da origem dos materiais constituintes das argamassas sobre os parâmetros de fluxo medidos, como o limite de escoamento e a viscosidade plástica. A proporção e o empacotamento das partículas são os principais responsáveis por afetar a viscosidade plástica, que consiste na capacidade de impedir o escoamento de argamassas (JIAO *et al.*, 2017).

No contexto de análise reológica de argamassas, é importante apontar que geralmente apresentam (válido também para os concretos) um comportamento não linear entre a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento (DUAN *et al.*, 2020). Considerando o comportamento tixotrópico, geralmente observado em materiais cimentícios, os modelos que geralmente conseguem descrever o comportamento de uma argamassa em um reômetro são os Modelos de Bingham, Bingham Modificado e o Modelo de Hershel-Bulkey, ambos desenvolvidos para estudos com materiais cimentícios (DUAN *et al.*, 2020; JIAO *et al.*, 2017). Estes modelos possibilitam que sejam analisadas a tensão de escoamento, a viscosidade plástica e o comportamento tixotrópico das argamassas.

Argamassas e concretos tendem a apresentar um comportamento tixotrópico, apresentando uma redução da tensão de escoamento e da viscosidade em função da tensão de cisalhamento aplicada. A tensão de escoamento volta a aumentar com a retirada da tensão de cisalhamento (LOWKE, 2018). Conforme a tensão de cisalhamento aplicada aumenta com o tempo, não há fluxo até que a tensão de escoamento seja atingida e somente então ocorre o início do fluxo. Neste momento, a tensão de cisalhamento necessária para manter o fluxo é reduzida para a chamada tensão de escoamento dinâmica; esta propriedade é chamada de comportamento tixotrópico. Esta característica é de grande relevância para a aplicação de concretos e argamassas, permitindo o bombeamento e a utilização de argamassas no sistema de impressão 3D, por exemplo (JIAO *et al.*, 2017).

O comportamento tixotrópico de argamassas e concretos tem relação com a mudança microestrutural da suspensão cimentícia em função da tensão de cisalhamento aplicada. Esta energia externa aplicada provoca a destruição microestrutural progressiva, acarretando em uma diminuição da viscosidade e da tensão de escoamento (LOWKE, 2018). Dada as complexidades relativas à compreensão e a determinação numérica de propriedades no estado fresco de suspensões cimentícias, mostra-se necessária a utilização de sistemas de medida sensíveis e capazes de observar os parâmetros que regem o comportamento reológico.

Neste sentido, com a necessidade de descrever de forma mais completa as propriedades reológicas de concretos e argamassas, a reometria rotacional, com o uso de reômetros e viscosímetros, se apresenta como solução adequada. A reometria é utilizada para analisar o comportamento reológico de diferentes suspensões de partículas sólidas, em diferentes áreas e setores industriais. Considera-se tradicionalmente o estudo sob duas fases, formadas pela matriz e pelas partículas suspensas (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011).

Na reologia, fundamentada pelo Modelo Newtoniano generalizado, onde uma tensão de cisalhamento (τ) é aplicada sob um fluido, resultando em uma deformação, a taxa de deformação é conhecida como taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$), conforme pode ser observado na Figura 2-9 - a (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011).

A relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento é designada como viscosidade aparente (η), também designada como viscosidade de cisalhamento. Um fluido é chamado de newtoniano quando esta relação é constante, conforme Equação 2-1 (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011).

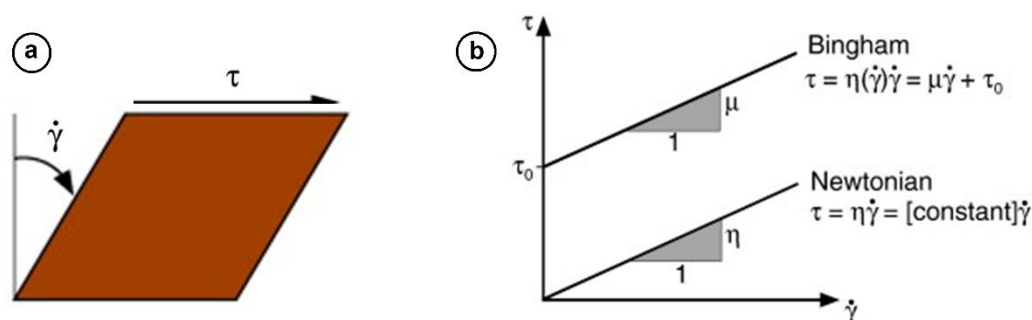
Equação 2-1: $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$

No entanto, de forma geral, a viscosidade aparente não é constante na maioria dos fluidos, sendo função da taxa de cisalhamento. Neste caso são classificados como não newtonianos. Nesta categoria são enquadrados também os materiais viscoplásticos, caracterizados por possuírem uma tensão de escoamento. Tensão esta que deve ser superada para que o fluxo inicie (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011). Segundo os mesmos autores, o sistema conhecido como Fluido de Bingham constitui um dos

modelos mais simples desta categoria de materiais. A Figura 2-9 demonstra a relação entre os dois sistemas.

O modelo de Bingham apresenta uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação de cisalhamento. O que permite definir a tensão de escoamento e a viscosidade plástica (DUAN *et al.*, 2020; JIAO *et al.*, 2017). A tensão de escoamento consiste na tensão mínima necessária para provocar o início do escoamento do estado estático inicial, a adesão e atrito entre as diferentes partículas que formam a mistura é que serão responsáveis por dificultar esse processo (DUAN *et al.*, 2020).

Figura 2-9: a) Representação da taxa de deformação de um fluido provocada pela aplicação de uma tensão de cisalhamento b) Curva de fluxo de fluidos Newtoniano e de Bingham.



Fonte: (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011).

A viscosidade plástica é resultado da razão entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento. O Modelo de Bingham é descrito pela Equação 2-2, onde τ corresponde à tensão de cisalhamento (Pa), τ_0 a tensão de escoamento (Pa), μ viscosidade plástica (Pa.s) e $\dot{\gamma}$ a taxa de deformação de cisalhamento ou simplesmente taxa de cisalhamento (1/s). Este modelo pode ser adotado enquanto a tensão de escoamento e a viscosidade plástica forem constantes no tempo (JIAO *et al.*, 2017).

$$\text{Equação 2-2: } \tau = \tau_0 + \mu \times \dot{\gamma}$$

O modelo Bingham é bastante difundido para descrever o comportamento reológico de materiais cimentícios, podendo ser utilizado para materiais cimentícios comuns, na faixa onde, conforme a taxa de cisalhamento aplicada, o material

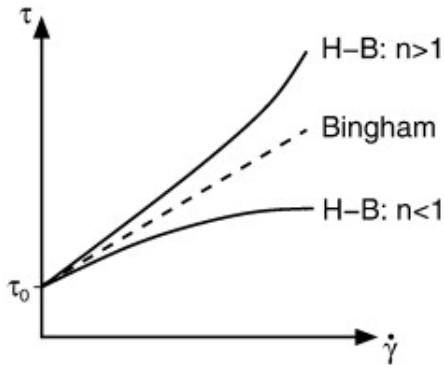
apresenta um comportamento viscoplástico de Bingham, que apresenta um comportamento viscoso linear acima da tensão de escoamento (FÉREC; PERROT; AUSIAS, 2015). Este modelo é adequado para determinar as propriedades reológicas no estado estacionário, onde a tixotropia e a perda de trabalhabilidade não são considerada (FEYS; VERHOEVEN; SCHUTTER, 2009).

No entanto, não consegue descrever relações não lineares entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento, estas devem ser descritas por uma curva, o que leva a mudança no grau da equação (ATZENIL; MASSIDDA; SANNA, 1985; DUAN *et al.*, 2020; JIAO *et al.*, 2017; NGUYEN *et al.*, 2006). Este problema é considerado significativo quando a taxa de cisalhamento aplicada é baixa (NGUYEN *et al.*, 2006; YAHIA; KHAYAT, 2001). Neste sentido, a literatura sugere o modelo de Herschel-Bulkey e o modelo de Bingham Modificado pode descrever melhor o comportamento das argamassas em situações onde o comportamento é descrito como não linear (DUAN *et al.*, 2020).

O modelo de Herschel-Bulkey foi apresentado em 1926, inicialmente utilizado em estudos de consistência de sistemas borracha/benzeno e posteriormente também utilizado em sistemas de pastas de cimento Portland (ATZENIL; MASSIDDA; SANNA, 1985). A Equação 2-3 apresenta a representação matemática do modelo de Herschel-Bulkey, onde τ corresponde à tensão de cisalhamento (Pa), τ_0 a tensão de escoamento (Pa), $\dot{\gamma}$ a taxa de cisalhamento(1/s), k e n são constantes. No caso de $n = 1$, o modelo apresentado segue o modelo anterior, de Bingham. A Figura 2-10 apresenta a relação entre as curvas de fluxo para fluidos de Herschel-Bulkey e Bingham.

Equação 2-3: $\tau = \tau_0 + k \times \dot{\gamma}^n$

Figura 2-10: Curva de fluxo para fluidos Herschel – Bulkley ($n \neq 1$) e Bingham ($n=1$).



Fonte: (WALLEVIK; WALLEVIK, 2011).

A constante k corresponde ao fator de consistência, enquanto o índice n corresponde ao índice de fluxo. O índice de fluxo pode ser menor que 1, indicando que a viscosidade diminui conforme a taxa de cisalhamento aumenta (comportamento não-newtoniano), enquanto que valores maiores que 1 indicam que haverá um espessamento da mistura, com que a viscosidade aumenta em função da taxa de cisalhamento (JIAO *et al.*, 2017). Segundo os mesmos autores; o modelo produz bons resultados nas faixas onde o Modelo de Bingham não se adequa, também é possível determinar a viscosidade plástica equivalente (μ'), dada em Pa.s, com o uso do método dos mínimos quadrados, conforme a Equação 2-4.

$$\text{Equação 2-4: } \mu' = \frac{3 \times a}{b+2} \times \dot{\gamma}_{max}^{b-1}$$

Apesar do modelo apresentar bons resultados, neste caso é necessário controlar um número maior de parâmetros, além do modelo de Bingham fornecer classificações mais simples (JIAO *et al.*, 2017). O que se propõe no Modelo Bingham Modificado é a inserção de um termo de segunda ordem na equação (FEYS; VERHOEVEN; SCHUTTER, 2008; JIAO *et al.*, 2017). O modelo é apresentado pela Equação 2-5, onde τ (Pa) corresponde à tensão de cisalhamento, τ_0 a tensão de escoamento (Pa), μ viscosidade plástica (Pa.s), $\dot{\gamma}$ a taxa de cisalhamento (1/s) e c representa do parâmetro de segunda ordem (Pa.s²).

$$\text{Equação 2-5: } \tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} + c \dot{\gamma}^2$$

Este modelo se justifica, pois o índice de fluxo (n) do Modelo de Herschel-Bulkey raramente é maior que 2, além de matematicamente se adequar na região de baixa taxa de cisalhamento (FEYS; VERHOEVEN; SCHUTTER, 2008).

A reometria rotacional é reconhecida em diversas pesquisas como sendo a metodologia experimental mais adequada para determinação dos parâmetros reológicos de materiais cimentícios (pastas, argamassas e concretos). Há um entendimento que o equipamento, a geometria da palheta e a rotina (taxa de cisalhamento e tensão de cisalhamento impostas) interferem de forma significativa nos resultados, existindo o sistema mais adequado para cada tipo de material, mas no caso das argamassas ainda não há estabelecido um padrão como adequado, o que dificulta a comparação e consequente evolução da técnica (BAUER *et al.*, 2007; GIORDANI, 2017).

O uso do spindle tipo Vane tem se consolidado para determinação dos parâmetros reológicos de argamassa, podendo ser observado em diversas pesquisas relacionadas (ASSAAD; HARB; MAALOUF, 2014; BAUER *et al.*, 2007; GIORDANI, 2017; STOLZ, 2015). Utilizando o método Vane teste, aplica-se um método simples e eficiente para obter medidas de tensão de escoamento em fluidos não newtonianos; este método é adequado, quando comparado a outros métodos, para obter o limite de elasticidade de pastas, géis, solos e suspensões concentradas (ASSAAD; HARB; MAALOUF, 2014; BAUER *et al.*, 2007). Segundo o mesmo autor, este método pode ser utilizado para determinação de propriedades reológicas de argamassas no estado fresco. A Figura 3-19 – b apresenta um modelo dos parâmetros que devem ser observados.

2.5.4 Propriedades do estado endurecido

De forma geral, estado endurecido considera-se como referência básica para análise das propriedades os 28 dias. O tempo considerado pode variar, podendo ser considerado a partir do momento em que a argamassa não é mais moldável. Argamassas de revestimento (interno e externo) e argamassas de assentamento deverão apresentar propriedades específicas distintas, sendo que as principais propriedades observadas são resistência de aderência, resistência à tração e compressão e módulo de elasticidade (CARASEK, 2017; DO *et al.*, 2013). As

argamassas de revestimento devem seguir os procedimentos da NBR 7200 (ABNT, 1998). Além disso, o revestimento de argamassa deve possuir resistência compatível com o acabamento e ser capaz de resistir as variações de temperatura e umidade do meio, conforme NBR 13749 (ABNT, 2013b). Segundo a mesma Norma, o revestimento de argamassa deve possuir resistência de aderência à tração, sendo considerado um mínimo de 0,20 e 0,30 MPa, interno e externo respectivamente, determinado por meio da NBR 13528 (ABNT, 2019a).

As principais características obtidas nas argamassas, como resistência à compressão e tração na flexão, foram avaliadas, conforme NBR 13279 (ABNT, 2005).

2.6 CALORIMETRIA

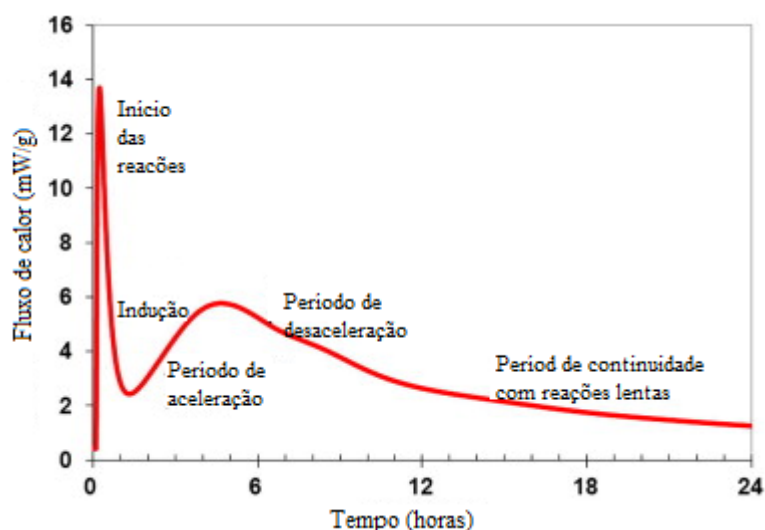
O calor de hidratação provém das reações exotérmicas provocadas pela interação do cimento Portland com a água. Este calor liberado será proporcional à quantidade de cimento anidro presente e a medida desta taxa de calor liberado ao longo do tempo, permitindo, assim, observar a reatividade do cimento e as possíveis variações que alteram a cinética das reações (NEVILLE; BROOKS, 2013). A composição e a presença das diferentes fases presentes no cimento Portland, interferem na intensidade e velocidade das reações e, conseqüentemente, podem ser observadas pelas análises calorimétricas.

Neste sentido, quando se trata de materiais preparados com cimento Portland, conhecer a intensidade e a velocidade das reações de hidratação, essencialmente exotérmicas, é de fundamental relevância. A Figura 2-11 apresenta de forma esquemática os principais períodos da hidratação do cimento. Tem-se que entre o fim do período de indução e o início da aceleração das reações o início da pega (HU; GE; WANG, 2014), ocorre um enrijecimento da pasta de cimento, acompanhado pelo aumento da temperatura (NEVILLE; BROOKS, 2013).

Sempre que é desejado observar a liberação de calor ou verificar as reações que ocorrem em uma amostra cimentícia, 3 metodologias principais são consideradas, calorimetria isotérmica, semi-adiabática ou calor de dissolução (ANDRADE, 2008). Duas metodologias têm sido utilizadas na Europa para a medição da geração de calor pelas reações exotérmicas durante o processo de hidratação de matrizes cimentícias, a calorimetria medindo o calor de dissolução e a semi-adiabática (SANDERSON;

CANN; PROVIS, 2017). As duas metodologias consideradas equivalentes e segundo os próprios autores, o primeiro método é mais complexo por utilizar misturas corrosivas, tornando o método perigoso.

Figura 2-11: Principais períodos da hidratação do cimento Portland: sendo de interesse a região entre o período de indução e o período de aceleração para a determinação do início de pega.



Fonte: adaptado de (HU; GE; WANG, 2014).

Neste sentido, Sanderson *et al.* (2017), propuseram uma pesquisa para comparar a eficiência dos resultados entre um calorímetro semi-adiabático e um calorímetro isotérmico. Os resultados obtidos indicam que a calorimetria por calorímetro do tipo semi-adiabático apresenta uma tendência de evidenciar alguns picos de calor. Segundo os próprios autores, isso pode estar relacionado com o tamanho da amostra, uma vez que na calorimetria isotérmica a amostra é muito pequena (na pesquisa dos autores 20 g de cimento) e em um calorímetro semi-adiabático, com uma amostra maior (500 g de cimento, no caso) há um maior efeito de superfície, mantendo a reatividade por mais tempo, o que levou os autores a sugerirem que um sistema semi-adiabático tende a representar melhor uma situação real. Para os autores, há uma boa correlação entre os resultados obtidos pelos dois modelos de calorímetros.

Segundo diversos autores, e normativas de diferentes países, o relevante controle do tempo de início de pega pode ser estabelecido por meio do ensaio de Vicat, sendo este a principal referência para a determinação das condições de uso.

Mas torna-se importante ressaltar que o ensaio depende do monitoramento da obtenção dos parâmetros, que indicam os tempos de início e fim de pega. Para pastas e argamassas estabilizadas, com grandes tempos para esta determinação, passa a ser necessária a utilização de técnicas diferenciadas. A partir da calorimetria semi-adiabática, podem ser determinados os tempos de início e fim de pega (JONAS *et al.*, 2018). Um dos métodos para determinar o início e fim de pega, da curva calorimétrica, é utilizar o método das frações diretas, que considera percentuais fixos em relação ao pico de calor liberado (WEAKLEY, 2009), sendo que a metodologia considera a derivada primeira e a derivada segunda para determinar o tempo de fim e início de pega uma metodologia adequada para esta determinação (HU; GE; WANG, 2014; JONAS *et al.*, 2018; KANG; LEI; XIA, 2020; PINTO, 2020). Em função dos resultados observados pelos diversos autores, a técnica foi considerada como adequada para as análises comparativas presentes nesta pesquisa.

Dentre as principais observadas estão os ensaios de calorimetria isotérmica ou semi-diabática (JONAS *et al.*, 2018; KANG; LEI; XIA, 2020; PINTO, 2020) podendo ser observados também, técnicas com uso de equipamentos de condutividade elétrica (AKRAM *et al.*, 2023) ou com a impedância (ZHANG *et al.*, 2020), mas não tão frequentes quanto as técnicas que utilizam a calorimetria.

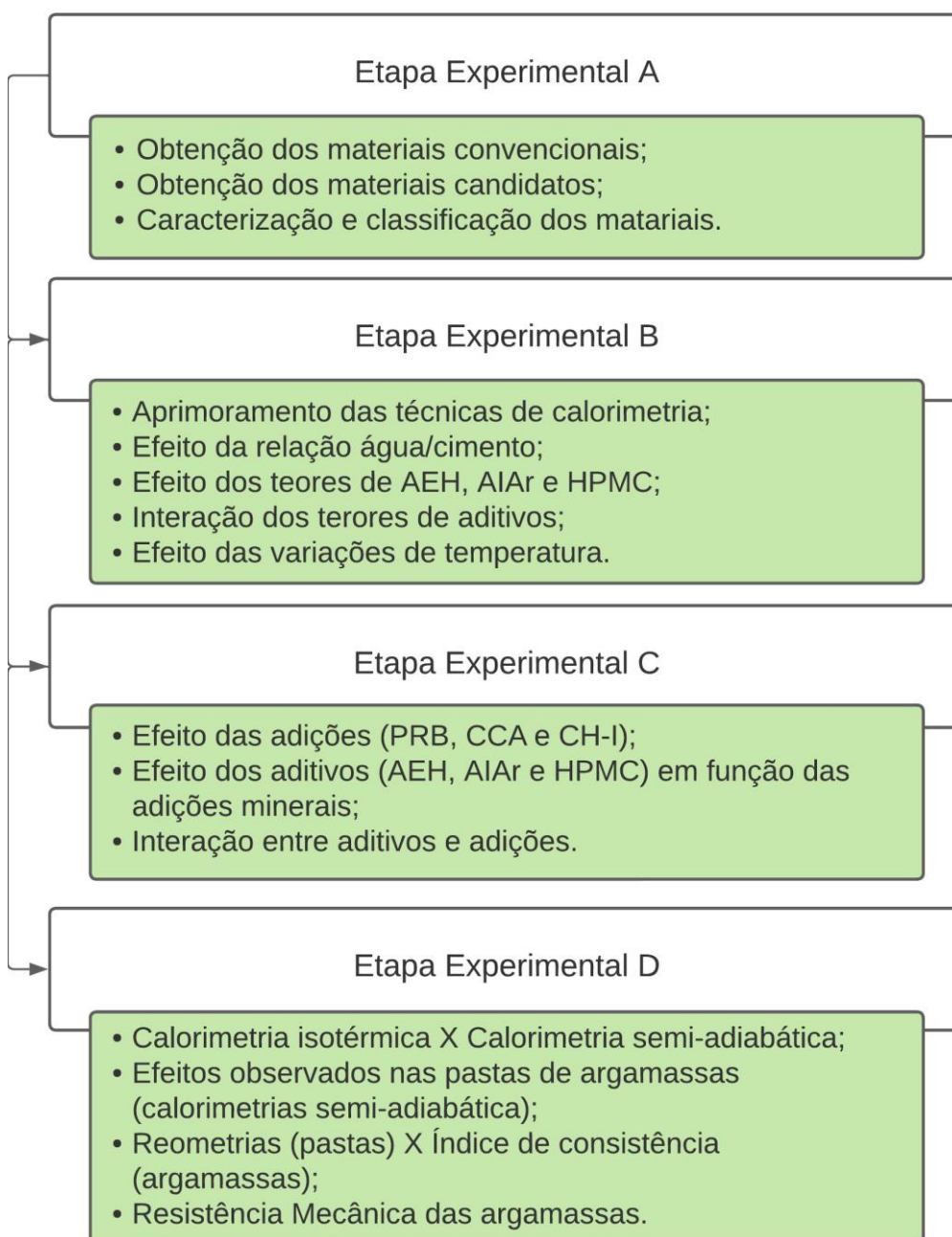
3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para promover um sistema reológico com plasticidade, coesão e trabalhabilidade em argamassas de revestimentos, há a necessidade de um elevado consumo de materiais finos. Neste sentido, em razão de as argamassas estabilizadas serem dosadas em centrais de concreto, geralmente esta demanda de finos é atendida por um elevado consumo de cimento Portland. O cimento Portland juntamente com a utilização de aditivos promove as propriedades necessárias no estado fresco das argamassas. No entanto, o aumento no consumo de cimento tende a promover um aumento excessivo da rigidez das argamassas no estado endurecido, o que é indesejado para revestimentos de argamassa.

Na região sul de Santa Catarina, as centrais dosadoras de argamassas estabilizadas utilizam no processo os mesmos materiais secos utilizados na composição de concretos, alterando-se somente os aditivos. Comumente, as dosagens de argamassas consideram o uso de cimento Portland (CPII-Z-40), agregado miúdo (areia fina), aditivo incorporador de ar (AIAr), aditivo estabilizador de hidratação (AEH) e aditivo retentor de água (HPMC).

Esta pesquisa foi desenvolvida em quatro etapas experimentais, que são apresentadas de forma simplificada na Figura 3-1.

Figura 3-1: Fluxograma simplificado das etapas experimentais A, B, C e D.



Fonte: O Autor.

Na etapa experimental A, identificou-se as fontes alternativas de minerais finos, com potencial de utilização em substituição parcial do cimento Portland nas argamassas estabilizadas. O pó de rocha basáltica (PRB), a cinza de casca de arroz (CCA) (subprodutos/resíduos industriais) e a cal hidratada (CH-I) apresentaram-se como materiais candidatos a participarem do sistema composicional.

Considerou-se a utilização do pó de rocha como um elemento composicional inerte, sem função ligante, em razão das características da rocha mãe. Como se trata de um material considerado fino, o PRB atua no sistema composicional das pastas e argamassas estudadas como um *filler*. Já a CCA foi utilizada como um material cimentício suplementar, considerando seu potencial pozolânico descrito na literatura.

O uso da cal hidratada (CH-I) foi considerado em razão deste material ser amplamente utilizado, em argamassas de revestimento convencionais, pela sua capacidade de colaborar na promoção de um sistema reológico de qualidade. A CH-I é um ligante aéreo com baixa capacidade ligante e seu uso é especialmente ligado ao estado fresco, promovendo plasticidade sem posterior grandes acréscimos de rigidez das argamassas no estado endurecido. Em argamassas convencionais, a cal hidratada é a adição mais comumente utilizada e amplamente difundida como promotora de plasticidade, coesão e retenção de água. Neste sentido, a cal (CH-I) foi considerada como um material candidato nas composições reológicas propostas.

Na segunda etapa experimental B, foi realizado um estudo exploratório para a definição dos parâmetros de ensaio e proporções composicionais a serem utilizadas e aprimoradas ao longo do desenvolvimento da pesquisa. Desta forma, na etapa experimental C, buscou-se compreender as relações entre os materiais candidatos, aditivos e tempos de estabilização por meio da matriz experimental desenvolvida em pastas cimentícias. Já na etapa experimental D, a matriz experimental desenvolvida na etapa anterior foi refinada e o estudo realizado numa base composicional de argamassas convencionais e de argamassas estabilizadas. A partir deste desenvolvimento, os resultados obtidos foram comparados e discutidos.

3.1 CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS – ETAPA EXPERIMENTAL “A”

Neste capítulo são apresentados os materiais utilizados juntamente com os detalhes de obtenção, armazenamento e beneficiamento. Também são apresentados os ensaios de caracterização abordados, que estão em consonância com a análise da potencialidade dos materiais utilizados neste estudo. Ensaios de caracterização físico-química, bem como as respectivas justificativas para sua utilização são também descritos neste capítulo.

3.1.1 Cimento Portland (CPII-Z-40)

O cimento CPII-Z-40 foi obtido pela doação de empresa especializada na produção de concretos e argamassas da região de Criciúma. O material foi coletado diretamente do silo e armazenado em embalagens hermeticamente fechadas, com o intuito de minimizar ao máximo o contato do material com a umidade do ar. Foram coletados aproximadamente 400 kg de material. Segundo a NBR 16697 (ABNT, 2018b), o cimento CPII-Z-40 é classificado como um cimento do tipo Portland Composto, com adição pozolânica e classe de resistência 40 MPa. Esta Norma indica que o teor de adição deve estar contido entre 6 a 14%, podendo conter também até 15% de material carbonático em sua composição.

O cimento com classe de resistência de 40 MPa não é considerado adequado para produção de argamassas de revestimento; no entanto, como as argamassas estabilizadas têm sido produzidas, em sua maioria por usinas de concreto, este cimento tem sido utilizado para produção de argamassas.

3.1.2 Pó de rocha basáltica (PRB)

O pó de rocha utilizado nesta pesquisa tem origem do processo de britagem para produção de agregados. A massa da amostra coletada foi de 2450 kg, aproximadamente 3,5 m³. O material caracteriza-se por uma rocha de origem vulcânica e tem origem no município de Maracajá/SC

3.1.3 Cinza de casca de arroz (CCA)

A cinza de casca de arroz utilizada nesta pesquisa teve origem na produção agrícola localizada na região sul de Santa Catarina. A cinza de casca de arroz foi fornecida após o processo de queima. Foi realizado um processo de moagem conforme afim de garantir a granulometria (80% das partículas menores que 45 µm) adequada para utilização como material pozolânico (CORDEIRO, 2009). A moagem foi realizada a seco em moinho de bolas, de forma padronizada, utilizando uma relação de 1:5 entre a massa de cinza e bolas de alumina; foram utilizadas bolas de

10 e 20 mm. Em cada ciclo de moagem foram moídas 300 g de cinza em uma rotação de 40 rpm durante 9 h.

3.1.4 Cal hidratada (CH-I)

Para esta pesquisa foi utilizada cal hidratada CH-I, obtida por doação. Imediatamente após o recebimento, a cal foi devidamente identificada e armazenada em embalagens plásticas sem contato com o ar. Este procedimento objetivou evitar qualquer forma de contaminação e/ou minimizar efeitos de armazenamento. Segundo a NBR 7175 (ABNT, 2003), a cal do tipo CH-I deve apresentar um teor de óxidos totais (óxidos de cálcio e magnésio) maior ou igual a 90%. Estes óxidos devem estar presentes na forma de hidratos, havendo uma tolerância máxima de 10% para a cal do tipo CH-I. A mesma Norma também estabelece parâmetros físicos, devendo o teor retido acima da peneira de 0,600 mm ser de no máximo 0,5% e acima da peneira 0,075 mm, máximo permitido é de 10%.

3.1.5 Agregado miúdo (areia)

Como a abordagem desta pesquisa está focada principalmente nas propriedades no estado fresco da argamassa, em condições ambientais convencionais, entende-se que os agregados não participam das reações químicas que ocorrem e considera-se como um material inerte. Sendo assim, apenas caracterizações físicas que interferem no comportamento reológico das argamassas produzidas com este agregado foram determinadas.

Para a preparação das argamassas, foi utilizada nesta pesquisa, como agregado miúdo, material comercialmente caracterizado como areia fina disponível na região sul de Santa Catarina (Jazida Eckert). O material foi armazenado úmido, conforme recebido da empresa, em caixa d'água fechada. Desta forma, entende-se que as características ao longo do tempo de armazenamento não foram alteradas pelas intempéries. Tanto para o uso como para a caracterização, o material foi previamente seco em estufa a 100 °C (Figura 3-2).

Figura 3-2: Imagem da secagem do agregado miúdo em estufa a 100 °C.



Fonte: O autor

Após resfriamento, a areia foi armazenada em recipiente hermeticamente fechado.

3.1.6 Água

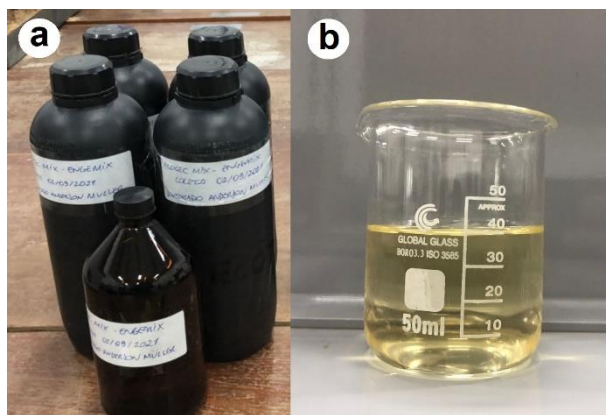
A água utilizada foi fornecida pela Companhia Catarinense de Águas e Saneamento e foram registrados o pH, o total de sólidos dissolvidos e a temperatura no momento de cada coleta. Considerando-se a água de amassamento de produtos cimentícios um importante componente do sistema composicional, podendo influenciar fortemente o comportamento reológico de argamassas e concretos, foram realizados ensaios para a determinação do total de sólidos dissolvidos (TDS), o pH e a temperatura da água no momento da utilização. Para a determinação do TDS e da temperatura, foi utilizado medidor portátil modelo TDS-100 da marca Instrutherm. O pH foi determinado com o auxílio do medidor portátil AK90 da marca Akso.

3.1.7 Aditivo estabilizador de hidratação (AEH)

O aditivo estabilizador ECO-TEC MIX produzido pela GCP Applied Technologies é o mesmo utilizado comercialmente em empresas produtoras de argamassas estabilizadas da região e foi armazenado em embalagens devidamente identificadas e protegidas da luz e mantido em ambiente arejado. Trata-se de um aditivo líquido orgânico apresentado em solução com cor amarelada (Figura 3-3 – b), composto por cadeias de carboidratos e polissacarídeos, isento de cloretos e destinado ao controle das reações de hidratação do cimento Portland. A Figura 3-3 –

a demonstra como o aditivo foi armazenado, em embalagem protegida da luz e hermeticamente fechada.

Figura 3-3: Aditivo estabilizador de hidratação (AEH): a) armazenamento em frascos hermeticamente fechados e com proteção à luz; b) Aspecto visual do aditivo AEH.



Fonte: O autor

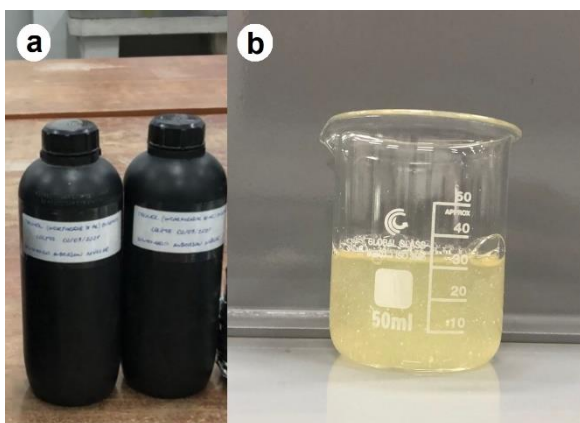
O aditivo também é capaz de melhorar a trabalhabilidade, reduzir a água de amassamento, reduzir a exsudação e aumentar a coesão no estado fresco. No estado endurecido, também pode melhorar o acabamento superficial, reduzir a retração e fissuração, além de reduzir a permeabilidade da argamassa. A dosagem do aditivo é baseada na quantidade total de ligantes utilizada e deve representar de 0,5 a 1,2% em massa. O aditivo apresenta massa específica variando de 1,18 a 1,22 g/cm³. O aditivo não deve ser misturado de forma direta sobre a mistura de materiais secos, devendo ser adicionado em conjunto com a água sobre a argamassa no estado fresco (GCP, 2020). Para garantir o perfeito funcionamento, o aditivo estabilizador foi adicionado previamente no volume de água total da mistura.

3.1.8 Aditivo incorporador de ar (AIAr)

O aditivo incorporador de ar GCP Applied Technologies - TEC-NOL foi armazenado em embalagens devidamente identificadas e protegidas da luz e mantido em ambiente arejado, conforme Figura 3-4 - a. Este aditivo, segundo o fabricante, destina-se a plastificar e incorporar ar em concretos e argamassas, sendo capaz de reduzir a demanda de água de amassamento da mistura, melhorar a trabalhabilidade, diminuir a exsudação e segregação, além de melhorar a coesão.

No estado endurecido, o desempenho deste aditivo pode reduzir a permeabilidade, a retração e a fissuração dos revestimentos cimentícios. A dosagem do aditivo varia de 0,05 a 0,20% da massa total de ligantes na mistura. O TEC-NOL possui aspecto marrom claro (tendendo ao amarelado), Figura 3-4 – b, com massa específica que varia de 1,04 a 1,10 g/cm³ (GCP, 2021).

Figura 3-4: Aditivo incorporador de ar (AIAr): a) Armazenamento em embalagens hermeticamente fechadas e com proteção à luz; b) Aspecto visual do AIAr.



Fonte: O autor

Segundo a orientação do fabricante, para utilização do aditivo, deve-se evitar adicioná-lo juntamente com os materiais secos, gerando a necessidade de reservar parte da água prevista na mistura para ser adicionada ao final da mistura juntamente com o aditivo.

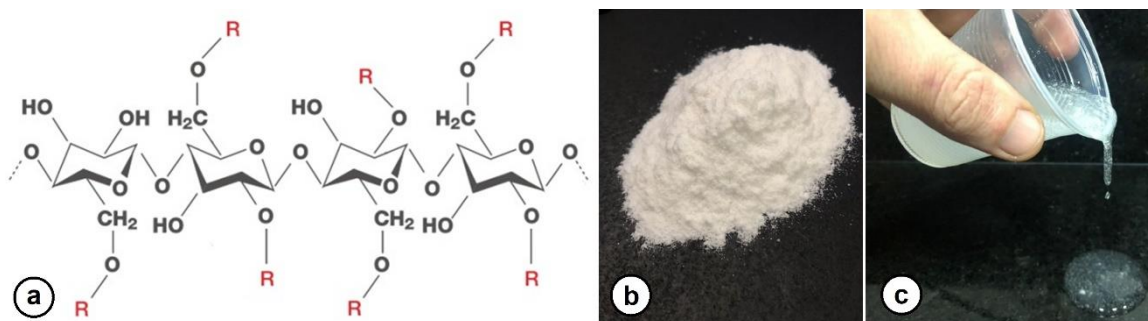
3.1.9 Aditivo retentor de água e modificador de viscosidade (HPMC)

Segundo o fabricante, o HPMC modifica a viscosidade da água e desta forma, promove em matrizes cimentícias uma maior retenção de água. O HPMC possui fácil dissolução, mesmo que em baixas temperaturas. Apesar de possuir estrutura estável em ambientes ácidos e alcalinos (em uma faixa de pH entre 3,0 e 11,0), sua solubilidade pode ser afetada com a variação do pH. A Figura 3-5 – a apresenta a estrutura química fornecida pelo fabricante; em seu radical “R” encontram-se o CH₂CHOHCH₃ ou o CH₃.

O HPMC foi obtido em saco de 25 kg, Meilose GMC-1150 - Shanghai Huiguang Fine Chemical Industry Co., Ltd. Trata-se de um pó fino de cor branca (Figura 3-5 - b)

e quando diluído em água forma uma mistura translúcida viscosa, conforme Figura 3-5 – c.

Figura 3-5: HPMC: a) Estrutura química típica do HPMC utilizado; b) Aspecto visual do aditivo; c) Efeito do aditivo misturado com água.



Fonte: (CHEMICALS, [s. d.]); O autor.

O HPMC também tem sido utilizado como espessante em outras indústrias, como produtos de limpeza, adesivos e no aumento de eficiência de outros aditivos utilizados na construção civil.

3.1.10 Densidade real e densidade aparente

Buscando-se a compreensão do volume ocupado por determinada massa de material presente nas misturas, bem como a transferência do traço de massa para volume, ensaios de densidade real e densidade aparente (massa unitária) do cimento Portland, do agregado miúdo, do pó de rocha basáltica, da cinza de casca de arroz e da cal, foram realizados.

A determinação da densidade real (massa específica) dos materiais finos se deu por meio da Norma NBR 16605 (ABNT, 2017). Para a determinação da densidade real do agregado miúdo, utilizou-se a NBR 16916 (ABNT, 2021a). A densidade aparente (massa unitária) pelo procedimento da Norma brasileira NBR 16972 (ABNT, 2021b), destinada à determinação de massa unitária de agregados, mas também foi adaptada para a realização dos ensaios dos demais materiais utilizados na presente pesquisa.

3.1.11 Área de Superfície Específica – BET

A determinação da área específica dos materiais sólidos utilizados (pós finos) foi realizada pelo método de BET por meio da medição da isoterma de adsorção. A superfície específica do material foi calculada com a área ocupada por moléculas que são adsorvidas na superfície do pó (DOLLIMORE; SPOONER; TURNER, 1976), utilizando um equipamento Nova Station QuantaChrome em uma atmosfera de nitrogênio na temperatura de 77,35 K.

3.1.12 Distribuição de tamanhos de partículas

Para a determinação da distribuição granulométrica, foram utilizadas 2 técnicas distintas. Para os materiais finos, foi realizada a granulometria a laser. No caso do agregado miúdo (areia), a distribuição granulométrica das partículas foi feita o peneiramento.

3.1.12.1 Distribuição de tamanhos de partículas – Granulometria a laser

Considerando-se a forma de pós finos dos principais componentes dos componentes de interesse desta pesquisa, bem como a possível interferência destes na cinética das reações de hidratação do cimento, todos os materiais sólidos foram submetidos a ensaios de distribuição de tamanhos de partículas por difração a Laser. Para tal, utilizou-se um equipamento CILAS 1064, o qual permitiu identificar partículas de 0,04 μm a 500 μm . Foi utilizado para todos os materiais analisados 60 s de Ultrassom. Em razão da natureza dos materiais, foi utilizado agente dispersante ou não. Para a cal e o PRB, o ensaio foi realizado em água com utilização de poliacrilato de sódio como dispersante. No caso da CCA, o ensaio foi realizado em água sem o uso de dispersante. Para o cimento, o ensaio foi realizado em álcool isopropílico sem utilização de agente dispersante.

3.1.12.2 Distribuição de tamanhos de partículas – Peneiramento

A distribuição granulométrica por peneiramento do agregado miúdo (areia) utilizado foi determinada segundo a NBR 17054 (ABNT, 2022). Para além do perfil de distribuição granulométrica da areia utilizada, também foram determinados o módulo de finura e a dimensão máxima característica. O conjunto de peneiras utilizadas é apresentado na Figura 3-6.

Figura 3-6: Conjunto de peneiras utilizadas: 1,18 mm, 600 μm , 425 μm , 300 μm , 150 μm , 75 μm e fundo.



Fonte: O autor.

Não foram utilizadas as peneiras de 2,4 e 4,8 mm, pois o agregado miúdo utilizado não possui partículas retidas na peneira com abertura de 1,18 mm.

3.1.13 Espectrometria de Fluorescência de raios X (FRX)

A caracterização química por fluorescência de raios X foi realizada com o objetivo de qualificar e, sobretudo, quantificar os diferentes materiais de estudo – constituintes composicionais das argamassas. Os ensaios foram desenvolvidos em um equipamento de FRX modelo EDX 7000 da marca Shimadzu, sendo o método

Semi-Quantitativo aplicado, complementado com ensaios de perda ao fogo conforme ASTM D7348-07.

3.1.14 Difratometria de raios X (DRX)

Com o intuito de verificar as principais fases cristalinas presentes nas diferentes amostras, ensaios de caracterização mineralógica por difratometria de raios X (DRX) foram realizados em um equipamento D-5000 da marca Siemens. Operacionalmente, o equipamento usou como fonte de emissão um tubo de ânodo fixo de cobre ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), sendo 40 kV e 30 mA no feixe primário e monocromador curvado de grafite no feixe secundário. A difração foi realizada em um intervalo angular de 3 a $75^\circ 2\theta$ com um passo de $0,05^\circ /s$.

3.1.15 Termogravimetria (TG)

A caracterização térmica do cimento Portland do pó de rocha basáltica, da cinza da casca de arroz e da cal, também para auxiliar na determinação da composição química dos materiais finos, foi realizada por termogravimetria. Foi utilizado equipamento NETZSCH STA 449. Medidas da perda de massa em função do aumento da temperatura foram obtidas. Para auxiliar na análise, foram determinadas as derivadas das funções de perda de massa (DTG).

3.1.16 Reatividade da CCA

Em razão da composição química e das estruturas amorfas presentes na CCA, observou-se o indicativo de que este material apresenta propriedades pozolânicas. Para um material ser considerado pozolânico, é necessário que mais de 80% do material tenha dimensão de partícula inferior a $45 \mu\text{m}$ e que possua um índice de desempenho com cimento Portland superior a 90%, entre a argamassa de referência e a argamassa com adição de CCA, conforme NBR 12653 (ABNT, 2014a).

O ensaio de pozolanicidade com cimento foi realizado conforme NBR 5752 (ABNT, 2014b), sendo duas argamassas preparadas: a primeira contendo somente

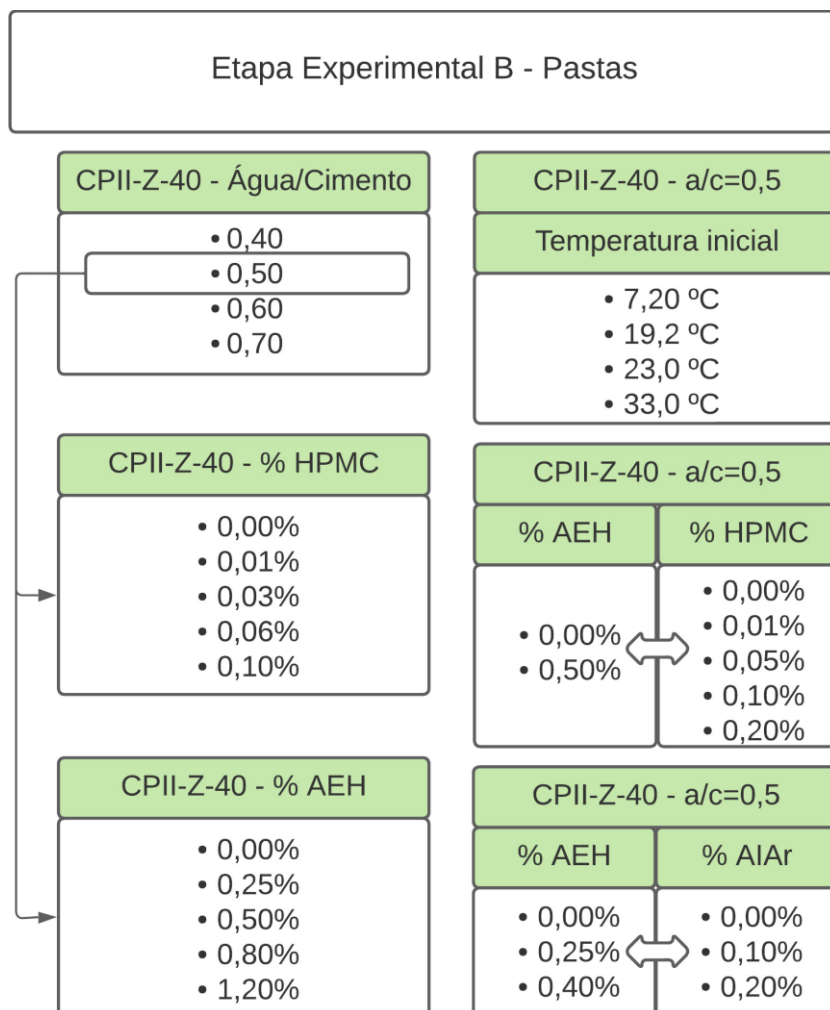
cimento Portland como ligante e a segunda com substituição parcial deste cimento pelo material candidato em 25%.

Complementarmente, observou-se por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), as alterações microestruturais das pastas com adição de CCA.

3.2 DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS E PROPORÇÕES DE ESTUDO POR MEIO DE CALORIMETRIA SEMI-ADIABÁTICA – ETAPA EXPERIMENTAL “B”

Nesta etapa, foram realizados estudos de desenvolvimento e aprimoramento das técnicas de caracterização utilizadas, visando alcançar os objetivos de pesquisa definidos. Desta forma, os resultados experimentais observados foram utilizados como referência para as metodologias, proporções, percentuais, massas e volumes utilizados na etapa de estudos composicionais de argamassas estabilizadas. Foram analisados os principais efeitos relativos ao uso do aditivo estabilizador (inibidor de hidratação), aditivo incorporador de ar e do aditivo hidróxi-propil-metil-celulose (HPMC, agente suspensor viscosificante). A Figura 3-7 apresenta, de forma resumida, o que foi avaliado nesta etapa. Observa-se as relações água/cimento testadas, as temperaturas de início de mistura, os teores utilizados dos aditivos HPMC, AEH e AIAr, além das interações estudadas.

Figura 3-7: Etapa experimental B: Detalhamento das variáveis analisadas com a calorimetria semi-adiabática.



Fonte: O Autor.

Para obtenção dos dados iniciais, utilizou-se um volume de material de aproximadamente 800 cm³. Com este volume, a massa de material ensaiada variou, nesta etapa, entre 1100 e 1200 g. Esta variação de massa, gerou a necessidade de equalizar as temperaturas registradas em função da quantidade de material reativo presente em cada cápsula. Para isso foi computado um fator de correção, que divide a variação de temperatura observada pela proporção de cimento presente. Estes fatores não foram considerados como variáveis de estudo, mas sim como parte do procedimento adotado.

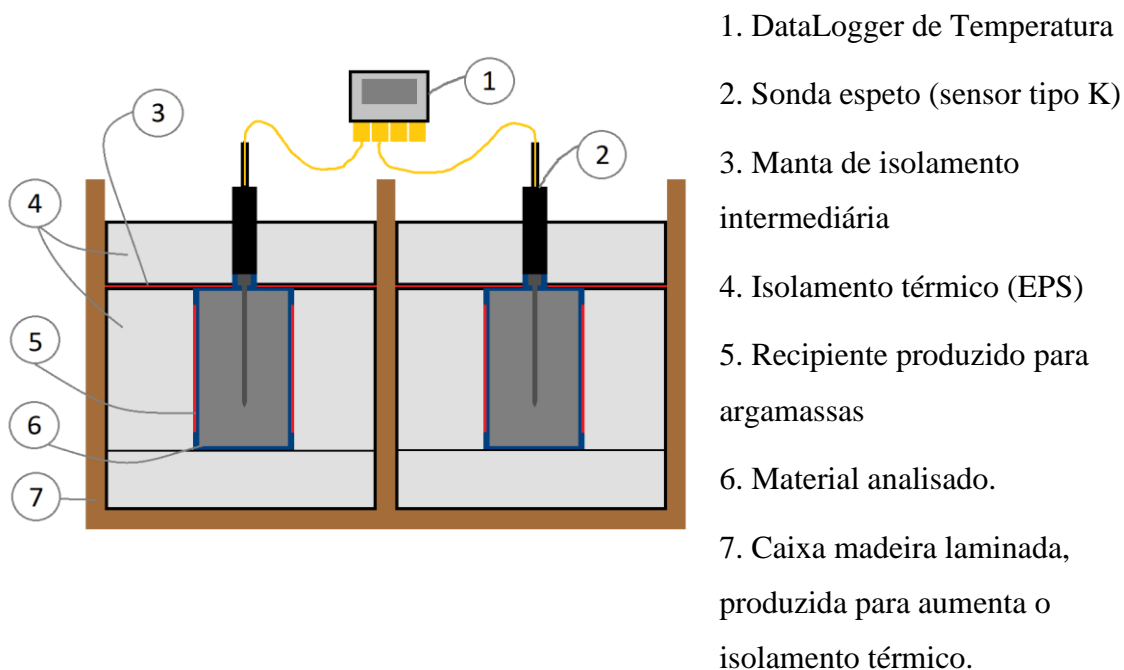
3.2.1 Calorimetria semi-adiabática

Em argamassas estabilizadas, a compreensão da cinética das reações possui ainda maior importância, uma vez que o tempo de endurecimento se torna o parâmetro a ser controlado, conforme o tempo de estabilização pretendido (em geral, até 72 h). Desta forma, a análise de diferentes materiais, residuais ou subprodutos industriais, como adições minerais com finura na mesma escala de grandeza do cimento em substituição parcial de CII-Z-40 para a produção de argamassas estabilizadas, ganha importância no sistema composicional e no sistema reológico a serem estabelecidos. Pois a observação e a manutenção da estabilização, em função das diferentes adições minerais, como a cal, a cinza de casca de arroz (CCA) e o pó de rocha basáltica (PRB) é definida pela utilização destes materiais finos.

Para os estudos de calorimetria, desenvolveu-se um equipamento do tipo semi-adiabático (Figura 3-8) com um Data Logger de 4 canais modelo UX120-014M e 4 termopares do tipo K com sonda tipo espeto. Todos os instrumentos utilizados foram devidamente calibrados. O isolamento externo foi construído em madeira laminada de 18 mm e o interno em poliestireno expandido (EPS) para as 4 células/cápsulas do calorímetro. O equipamento desenvolvido possui como resposta um perfil de temperatura desenvolvido pela amostra em função do tempo. Desta forma trata-se de uma resposta térmica, que neste estudo será abordado como calorimetria.

Cada célula/cápsula interna foi construída com 3 blocos de EPS, divididas da seguinte forma: bloco base inferior ou fundo ($350 \times 350 \times 90 \text{ mm}^3$), bloco intermediário ($350 \times 350 \times 210 \text{ mm}^3$), com furo cilíndrico central ($\Phi 75 \text{ mm}$) e função de envolver o recipiente com material cimentício, também por meio de uma manta elastomérica, para limitar o fluxo de calor pelas laterais do recipiente e, por fim, o terceiro bloco (móvel) de EPS ($350 \times 350 \times 90 \text{ mm}^3$) para promover o isolamento superior. As células, assim como o Data Logger, permaneceram no interior do equipamento. O recipiente utilizado para armazenar a argamassa foi construída em PVC e possui capacidade de 800 cm^3 . Para utilização de pastas, foi desenvolvido um acessório, utilizado conjuntamente com a cápsula de argamassa, que permite a redução do volume da amostra. Desta forma, obteve-se a variação de temperatura ($^{\circ}\text{C}$) ao longo do tempo (min) em cada célula do equipamento.

Figura 3-8: Representação esquemática do calorímetro semi-adiabático desenvolvido.



Fonte: O autor.

Na Figura 3-9, é possível observar a sequência de etapas para a utilização do sistema de calorimetria. Após o adensamento do material a ser analisado dentro da cápsula de PVC, ela foi fechada e inserida na célula correspondente (Figura 3-9 – a - b). Os blocos de EPS base e o bloco de encaixe foram colados em todas as arestas com silicone acético, evitando o fluxo de ar. Para minimizar os efeitos de fluxo de calor, foi inserida a manta de material isolante (Figura 3-9 - c) antes de colocar a tampa de EPS (Figura 3-9 - d). Com o sistema montado, a sonda tipo espeto foi inserida na amostra (Figura 3-9 - e) e, após os termopares devidamente conectados ao Data Logger pré-programado, a tampa do calorímetro foi fechada com o cabo USB deixado para fora da caixa semi-adiabática (Figura 3-9 - f). Assim, foram realizadas as leituras intermediárias de acompanhamento, sem a necessidade de abertura do equipamento e com a garantia de ausência de possíveis interferências externas ao sistema de medição desenvolvido.

Figura 3-9: Imagens do calorímetro semi-adiabático utilizado: a) cápsulas; b) detalhe das cápsulas inseridas nas células; c) colocação da manta de isolamento interna; d) tampa superior de cada célula; e) sondas tipo espeto utilizadas; f) aspecto do equipamento fechado em operação.



Fonte: o autor.

Na realização dos ensaios, as cápsulas foram devidamente preparadas para receber as misturas cimentícias com uma embalagem plástica e uma folha de EVA, com finalidade de viabilizar a desmoldagem após o término dos ensaios. A massa total da cápsula, incluindo a embalagem plástica e a folha de EVA, foi registrada para análise das massas totais dos materiais caracterizados. O procedimento de mistura foi baseado na NBR 16606 (ABNT, 2018a). Os materiais secos foram colocados na cuba da argamassadeira (Figura 3-10 – a) e depois adicionou-se a água (com dissolução prévia dos aditivos), sendo que após 60 s do momento da mistura

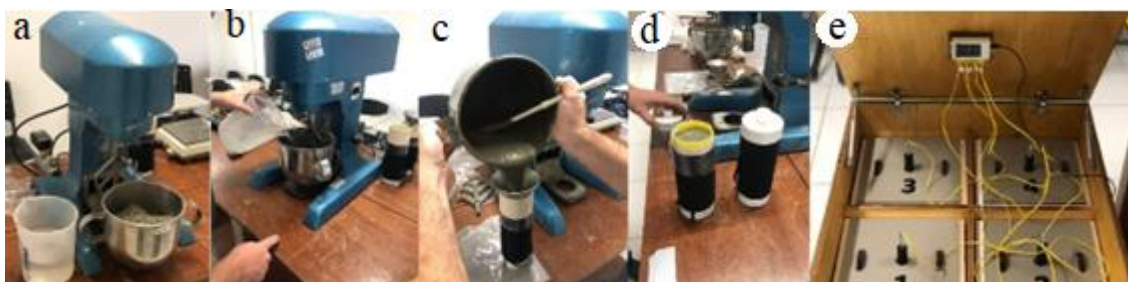
sólidos/líquido, foi dado início à mistura com velocidade lenta durante um tempo também de 60 s (Figura 3-10 – b). Um tempo de repouso de 60 s foi estabelecido após a primeira mistura para, logo após, agitar a pasta em velocidade lenta por mais 60 s. As adaptações em relação a NBR 16606 (ABNT, 2018a) foram necessárias em função das condições específicas das misturas, sendo que após as misturas, as cápsulas foram preenchidas com os materiais a ensaiar (Figura 3-10 – c), adensadas (Figura 3-10 - d), pesadas e inseridas no calorímetro (Figura 3-10 – e).

Considerando-se que em função de possíveis deposições de hidratos sobre a superfície da haste de aço inoxidável da sonda, as quais podem promover uma ancoragem mecânica e dificuldades na remoção dela, foi aplicada previamente vaselina sólida de forma a cobrir totalmente a haste. Contudo, ressalta-se que a utilização de desmoldantes podem promover diferentes níveis de isolamento (especialmente térmico), gerando alterações nas leituras e, conseqüentemente, variações nas temperaturas e taxas de incremento observadas. Neste sentido, foi estabelecido um padrão de leitura/ensaio para possibilitar a comparação entre as variáveis de estudo.

Para o preparo das pastas e argamassas, foram utilizados 1250 g de materiais secos por cápsula ensaiada. Na etapa de estudo das pastas, foi fixada uma relação água/materiais secos de 0,50. Durante o preparo, estabeleceu-se o padrão de 8 +/-2 min entre o início da mistura e o posicionamento da cápsula no calorímetro.

As medições de calorimetria semi-adiabática foram utilizadas em duas diferentes etapas, sendo a primeira exploratória e de aperfeiçoamento da técnica e a segunda de experimentação, considerando os objetivos desenvolvidos. Durante a primeira etapa, realizada somente em pastas, foram analisadas as interações entre as diferentes relações água/cimento, os efeitos isolados e combinados dos diferentes aditivos propostos.

Figura 3-10: Representação simplificada do processo de mistura e início das leituras calorimétricas: a) misturador utilizado; b) processo de mistura; c) preenchimento das capsulas; d) adensamento das capsulas; e) equipamento em operação.



Fonte: o autor.

A partir dos estudos exploratórios, foi possível observar que as temperaturas se aproximavam frequentemente de 100 °C. Em razão desta observação, foi necessário desenvolver um redutor de volume para estudos em pastas, pois assim as energias relacionadas com a mudança de fase da água (líquido-vapor) puderam continuar sendo desconsideradas nos diferentes ensaios. Assim, um acessório que permitiu a redução de volume e o controle de massa total de material presente em cada cápsula foi desenvolvido (Figura 3-11). Esta adaptação do artefato utilizado (Figura 3-11 - a) permitiu a redução de volume de 800 cm³ para um volume interno de 325 cm³ (Figura 3-11 - b), fixou-se uma massa de 500 g de pasta em cada cápsula (com pasta após calorimetria Figura 3-11 - c).

Figura 3-11: Aparato para redução de volume da amostra: a) imagem do artefato redutor de volume; b) artefato instalado na capsula; c) capsula preenchida com pasta.



Fonte: o autor.

Com a redução da massa de material, de aproximadamente 1200 g/800 cm³ para 500 g/325 cm³, houve uma redução na temperatura de pico observada,

adequando a massa às temperaturas na realização dos ensaios. Contudo, ressalta-se que a altura do preenchimento da amostra foi mantida, permitindo o amplo contato entre a matriz cimentícia e a haste da sonda.

Ainda na fase preliminar de desenvolvimento, observou-se grande variabilidade nos tempos de dormência e início do crescimento da temperatura das pastas. Após a análise das condições de contorno, observou-se que pequenas variações térmicas, que ultrapassassem ± 2 °C, geraram forte interferência nos tempos de estabilização. Neste sentido, para minimizar interferências externas, o acesso ao ambiente de ensaio foi restringido. Os materiais e equipamentos utilizados no ensaio permaneceram por pelo menos 24 h em sala climatizada, garantindo a ambientação constante para todas as amostras e variáveis de estudo analisadas. Após esta adequação, todos os materiais constituintes, cápsulas e sondas, permaneceram sempre em ambientação em câmara climatizada com temperatura de 23 °C (± 1 °C). Entre a retirada dos materiais da sala climatizada e o início da mistura, os materiais e a cápsula foram mantidos em caixa térmica, minimizando interferências de temperatura externa.

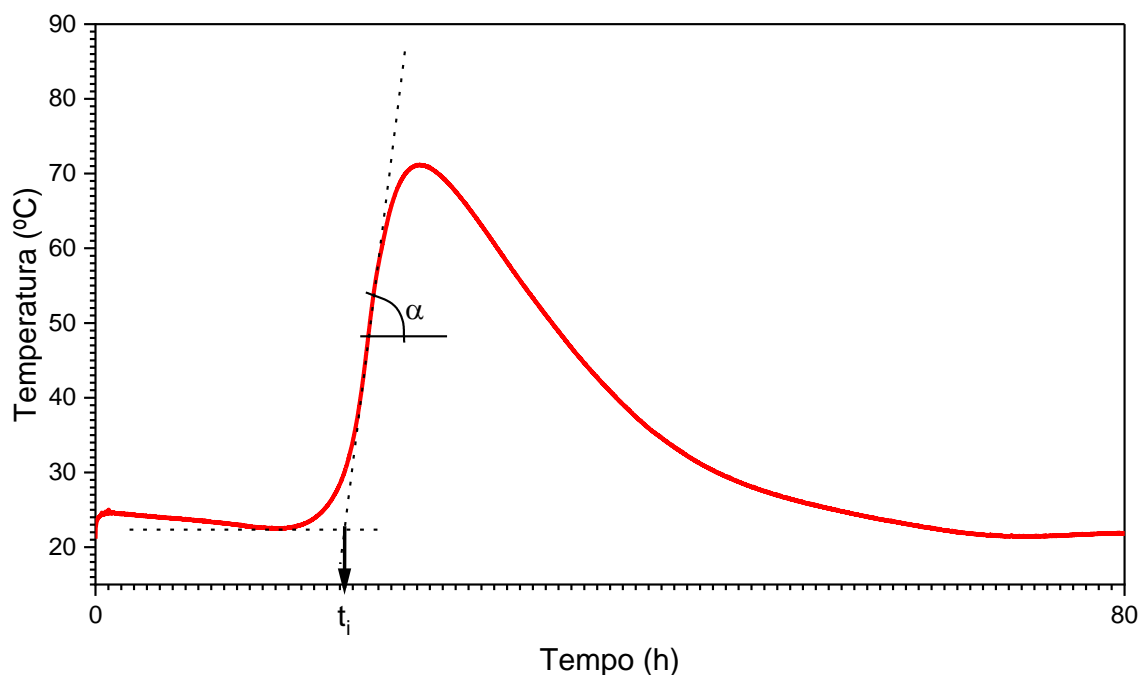
3.2.2 Determinação do tempo de pega a partir da calorimetria

Para determinação do tempo de início ou final de pega das argamassas estabilizadas, foi utilizado o método conhecido com método das derivadas.

O princípio deste método estabelece que o máximo da variação da temperatura ou taxa de liberação de calor determina o fim da pega. Matematicamente, este ponto é considerado máximo da função principal e pode ser determinado pela derivada primeira. Já o início de pega é estabelecido pelo ponto referente à máxima variação da taxa de aceleração da temperatura ou liberação de calor em função derivada primeira, obtido com a derivada segunda.

No presente estudo, o ponto de interesse que se refere ao início de pega foi determinado graficamente (ver Figura 3-12). Pois considerando o teorema do valor médio, a metodologia que utiliza a derivada primeira e derivada segunda, o início de pega pode ser assim determinado pela intersecção da reta tangente ao ponto de maior α e a reta horizontal traçada sobre a base da curva calorimétrica.

Figura 3-12: Representação da determinação gráfica do tempo de início de pega considerando o teorema do valor médio.



Fonte: o Autor.

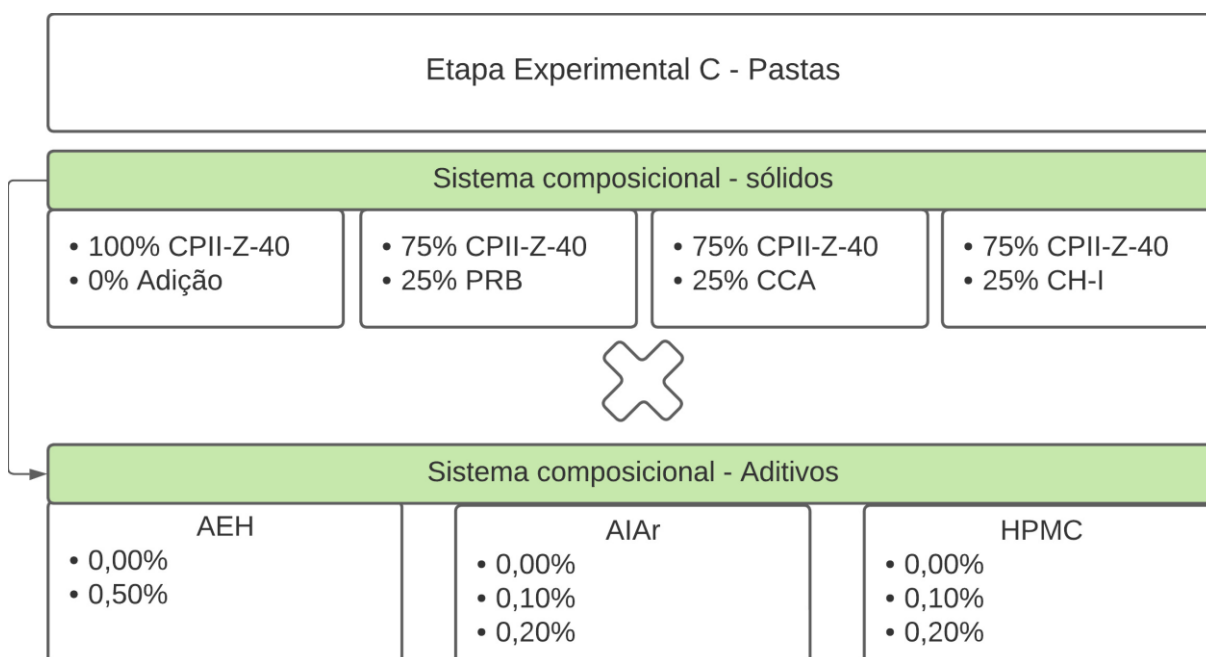
3.3 APLICAÇÃO DA MATRIZ RACIONALIZADA – ETAPA EXPERIMENTAL “C”

Nesta etapa, buscou-se refinar as interações dos materiais componentes de interesse cimento Portland (CPII-Z-40), as adições minerais propostas, pó de rocha basáltica (PRB), a cinza de casca de arroz (CCA) e a cal hidratada (CH-I) com os aditivos propostos, aditivo incorporador de ar (AIAr), aditivo viscosificante (HPMC) e o aditivo estabilizador de hidratação (AEH) para o uso em pastas estabilizadas. Para as variáveis de estudo desta etapa experimental, foram realizadas calorimetrias semi-adiabática e o ensaio de mini slump.

Para tal, foi utilizada como referência uma argamassa estabilizada com 100% cimento CPII-Z-40 sem qualquer substituição por finos ou cal, do tipo que é preparada e fornecida por centrais dosadoras de concretos. As adições minerais foram realizadas em 25% em massa com a substituição parcial do CPII-Z-40 e a relação água/cimento (a/c) de 0,50. A temperatura de ensaio foi estabelecida em 23 ± 1 °C, para reduzir as variabilidades dos resultados. As pastas foram moldadas nas cápsulas com a utilização do redutor de volume de pasta em cada cápsula para uma massa fixada em 500 g.

Com base nos teores e interações analisadas nas etapas anteriores, 4 diferentes misturas foram estabelecidas: 100% CPlI-Z-40; 75% CPlI-Z-40 + 25% PRB; 75% CPlI-Z-40 + 25% CCA; e 75% CPlI-Z-40 + 25% CH-I. Estes sistemas composicionais de sólidos foram analisados com os diferentes aditivos utilizados no presente estudo. Os teores utilizados foram baseados nos resultados obtidos nas etapas A e B, observando os tempos de estabilização máxima e os limites indicados pelos fabricantes e literatura: AEH (0,00 e 0,50%), AlAr (0,00; 0,10; e 0,20%) e HPMC (0,00; 0,10; e 0,20%). A matriz apresentada na Figura 3-13 apresenta os teores de substituição e os teores de aditivos analisados.

Figura 3-13: Estudo detalhado em pastas: Teores de substituição mineral (PRB, CCA e CH-I) e teores de aditivos utilizados (AEH, AlAr e HPMC).



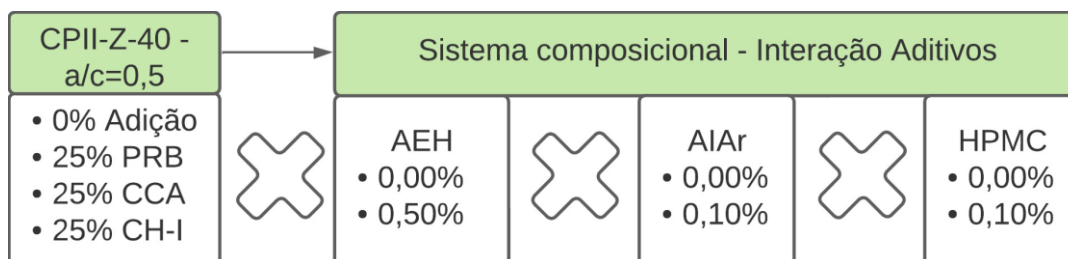
Fonte: O Autor.

Os teores de cada aditivo foram adicionados sobre a massa total de finos presentes na mistura. Com esta matriz, buscou-se compreender o efeito, de forma isolada dos aditivos AlAr, AEH e do HPMC em função das diferentes composições de finos (CPlI-Z-40, CPlI-Z-40 + PRB, CPlI-Z-40 + CCA e CPlI-Z-40 + CH-I).

Buscou-se compreender também os efeitos das combinações entre os aditivos HPMC, AEH e AlAr (Figura 3-14). As interações entre os aditivos foram analisadas

respeitando-se os teores ótimos previstos pelos fabricantes e os resultados obtidos na etapa anterior.

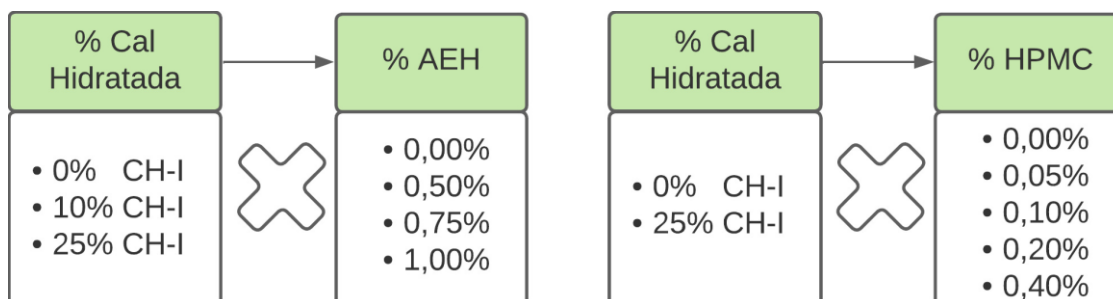
Figura 3-14: Efeito das interações entre os aditivos (AEH, AIAr e HPMC) em função dos diferentes sistemas composicionais propostos.



Fonte: o autor.

Considerando os resultados obtidos, foi proposta uma análise mais detalhada dos efeitos da adição de cal hidratada em função dos teores de AEH e HPMC (Figura 3-15).

Figura 3-15: Matriz proposta para análise dos efeitos específicos da CH-I em função dos aditivos HPMC e AEH.



Fonte: O Autor.

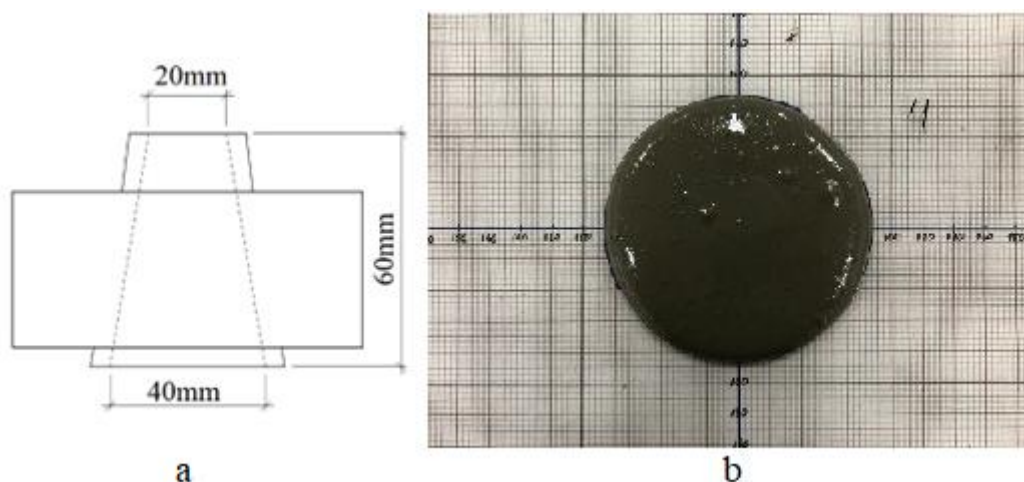
A CH-I apresentou, nas primeiras análises, uma redução significativa dos tempos de estabilização. Neste sentido, buscou-se ampliar os limites de adição e teores de aditivos utilizados.

3.3.1 Mini-slump - Kantro

O mini-slump constituído de um tronco de cone com diâmetro superior de 20 mm e diâmetro inferior de 40 mm, com uma altura de 60 mm (Figura 3-16 a), foi utilizado para realizar os ensaios de consistência das argamassas logo após o término

da mistura. Com o tronco de cone preenchido sobre placa de vidro e adensado com 5 golpes aplicados com bastão de vidro e após a retirada do molde, o espalhamento foi registrado ao fim de 60 s, conforme Figura 3-16 b. Para facilitar a posterior medição, a placa de vidro foi colocada sobre uma folha de papel milimetrado.

Figura 3-16: Representação detalhada das dimensões geométricas do mini-slump e detalhe do registro dos espalhamentos observados.



Fonte: o autor.

3.4 ESTUDO COMPARATIVO ENTRE PASTAS E ARGAMASSAS – ETAPA EXPERIMENTAL “D”

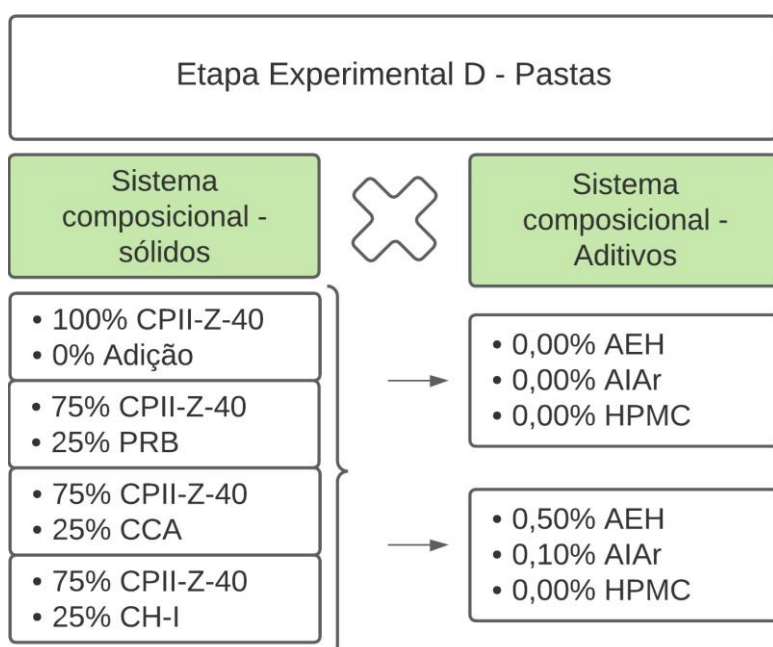
Na etapa experimental D, as variáveis de interesse, definidas em função dos resultados obtidos na etapa anterior, foram selecionadas para a definição das variáveis apresentadas na Figura 3-17. Nesta etapa, foi realizado estudo tanto em pastas como em argamassas. Em relação ao sistema composicional de aditivos, utilizou-se duas combinações, sendo a primeira sem a utilização de qualquer aditivo e a segunda com a combinação de 0,10% AIAr, 0,50% AEH e 0,00% de HPMC.

Desta forma, observa-se que nesta etapa final houve a remoção do aditivo HPMC pela baixa influência que o aditivo apresentou nas calorimetrias das etapas anteriores; além disso, não há consenso entre as empresas fornecedoras de argamassas estabilizadas sobre a utilização ou não do HPMC. Já o aditivo AIAr, apesar de também ter apresentado uma baixa influência nos estudos até esta etapa,

foi mantido pela razão de seu uso estar consolidado entre os fornecedores de argamassas estabilizadas.

Para esta mesma combinação de sólidos e aditivos, na etapa anterior foram realizadas calorimetrias semi-adiabáticas e o mini-slump. Nesta etapa, complementarmente foram realizadas calorimetrias isotérmicas e reometrias. No caso das argamassas, a composição de finos e aditivos foi mantida, sendo adicionado o agregado miúdo e a quantidade de água corrigida em função da trabalhabilidade. Para as argamassas, foram realizadas as calorimetrias semi-adiabáticas, o índice de consistência, as reometrias e ensaios mecânicos após 28 dias.

Figura 3-17: Matriz do sistema composicional adotado para a etapa experimental D.



Fonte: O Autor.

Em razão da inserção do estudo das argamassas nesta etapa, a composição de finos e aditivos seguiu a mesma utilizada nas pastas, sendo adicionado o agregado miúdo (areia fina) na mistura. Foi utilizado um traço em massa de 1:5 (materiais finos/agregado miúdo). A relação água/ligante utilizada para as argamassas foi de 1,10 e foi determinada pela demanda de água, com o ensaio de índice de consistência, para o traço sem aditivos e sem adições minerais (somente CII-Z-40). Neste estudo, foi considerando como ligantes a fração de finos (CII-Z-40, PRB, CCA e CH-I) de cada composição.

Segundo a NBR 16541 (ABNT, 2016b), a água de amassamento demandada deve resultar em uma argamassa com um índice de consistência de 260 +/- 5 mm. Para que a quantidade de água pudesse ser mantida fixa e sem a utilização de variações nas quantidades de aditivos, fixou-se um índice de consistência de 240 +/- 5 mm para a argamassa de referência (100% CII-Z-40, sem aditivos), considerando que para as argamassas com aditivos haveria um aumento neste índice.

3.4.1 Calorimetria Isotérmica

Para as pastas utilizadas também foram realizados ensaios de calorimetria isotérmica a fim de obter parâmetros relacionáveis com outras pesquisas. Para tal, utilizou-se um calorímetro isotérmico de condução TA Instruments, modelo TAM Air, com temperatura ambiente de 22 +/-0,01 °C. As misturas das pastas foram realizadas após a ambientação das amostras, que permaneceram pelo menos 24 h na mesma temperatura ambiente. A preparação das pastas foi realizada em misturador com rotação de 10000 rpm por 2 min. As amostras foram inseridas no calorímetro com massa entre 4,5 e 5 g.

3.4.2 Resistência à compressão axial e resistência à tração na flexão

Os principais ensaios relativos às propriedades desejadas e controláveis para argamassas no estado endurecido, considerou como referência o período de 28 dias após a mistura.

Apesar de ser uma propriedade de menor relevância para argamassas, ainda assim a resistência à compressão e/ou à tração foram observadas. Pois, resistências elevadas geralmente são atreladas ao aumento da rigidez, propriedade indesejada para argamassas de revestimento, que devem possuir maior capacidade de deformação. Por outro lado, resistências muito baixas também são indesejadas, pois são atreladas a baixas resistências de aderência, baixa resistência superficial (esfarelamento) e baixa durabilidade. A resistência à compressão axial e a resistência à tração na flexão foram determinadas conforme NBR 13279 (ABNT, 2005).

3.4.3 Índice de consistência

O ensaio de determinação do índice de consistência foi realizado de acordo com a NBR 13276 (ABNT, 2016a). Trata-se de um parâmetro reológico utilizado como referência em argamassas de revestimento e assentamento. Apesar de possuir uma certa limitação relacionada com sua resposta, é um ensaio simples e amplamente difundido como indicador de trabalhabilidade em argamassas de revestimento e assentamento. Neste ensaio, as argamassas foram adensadas de forma padronizada, logo após a mistura, em um tronco de cone sobre uma mesa metálica nivelada. Após a remoção do molde, foram aplicados golpes padronizados, medindo-se a abertura da argamassa em 3 diagonais.

Este ensaio determinou a quantidade de água necessária para que a argamassa atinja determinado índice de consistência. Assim, buscou-se a produção de argamassas com “trabalhabilidades” semelhantes por meio da fixação da quantidade de água a partir da dosagem de aditivo plastificante. Neste caso, além de fixar a consistência, foi possível também fixar a relação água/cimento, parâmetro fundamental para comparação da resistência de materiais produzidos com a utilização de cimento Portland. A NBR 16541 (ABNT, 2016b) sugere que a quantidade de água de amassamento utilizada, seja a quantidade necessária para a obter-se um índice de consistência de 260 +/-5 mm.

3.4.4 Reometria rotacional

Buscando estabelecer relações entre as substituições propostas em função dos aditivos utilizados, o comportamento reológico foi analisado. Utilizou-se um reômetro rotacional Thermo Scientific HAAKE MARS iQ (Figura 3-18 - a). Na Figura 3-18 – b - c, pode-se observar o detalhe do *spindle*, recipiente utilizado para o ensaio.

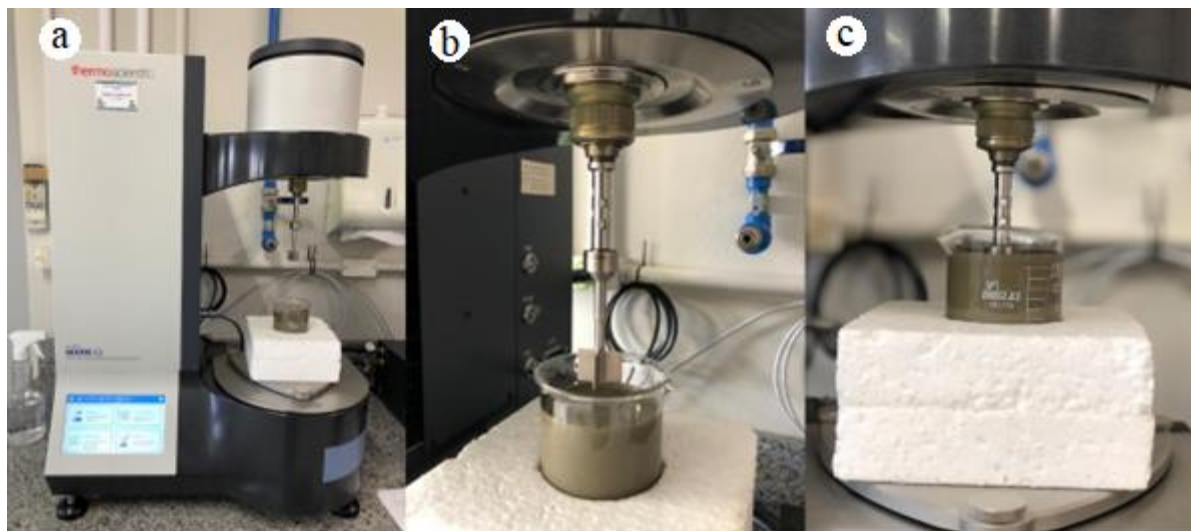
Para a preparação das argamassas e pastas, foi utilizado misturador mecânico planetário (Figura 3-19 - a). Primeiramente, foram adicionados os materiais secos e misturados em velocidade lenta por 60 s após a adição dos líquidos (água + aditivos). Após este período, durante mais 60 s, a mistura foi mantida em descanso para limpar as paredes e pás. Posteriormente, a mistura foi submetida à agitação lenta por mais

60 s, garantindo a homogeneidade da matriz cimentícia. Após 5 min da adição da água, iniciou-se o ensaio reométrico.

Contudo, ressalta-se que a NBR 7215 (ABNT, 2019b) prevê que a velocidade do misturador, no movimento planetário deve ser de 125 ± 10 rpm, sendo esta a taxa de cisalhamento utilizada para fins de comparação dos valores de viscosidade para as diferentes pastas e argamassas analisadas. A partir dos dados obtidos com o reômetro, buscou-se a média dos valores de viscosidade aparente na curva de aceleração para a taxa de cisalhamento de entre 115 e 135 min^{-1} , por ser uma taxa considerada usual nos processos de preparação e aplicação de argamassas.

Foi utilizado um *spindle* do tipo Vane, com 4 pás, diâmetro de 22 mm e altura de 16 mm, modelo FL22 4B/SS, conforme Figura 3-18 b. O copo de ensaio utilizado foi um béquer cilíndrico de vidro borosilicato graduado, com altura de 80 mm e diâmetro de 60 mm e volume de 150 mL. Para fixar e manter o alinhamento do recipiente, foi utilizado bloco de EPS, conforme Figura 3-18 c.

Figura 3-18: Imagens do reômetro e do sistema de medição desenvolvido para a realização dos ensaios reológicos.

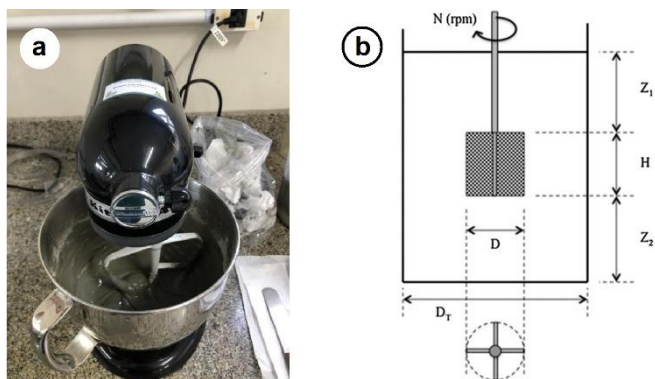


Fonte: o autor.

Com o objetivo de se obter relações comparáveis, foi utilizado a mesma geometria e rotina de ensaio para as pastas e argamassas analisadas. A distância entre a base do recipiente e o *spindle* (gap) foi mantida constante em 3 mm, considerando-se a dimensão máxima do agregado utilizado nas argamassas.

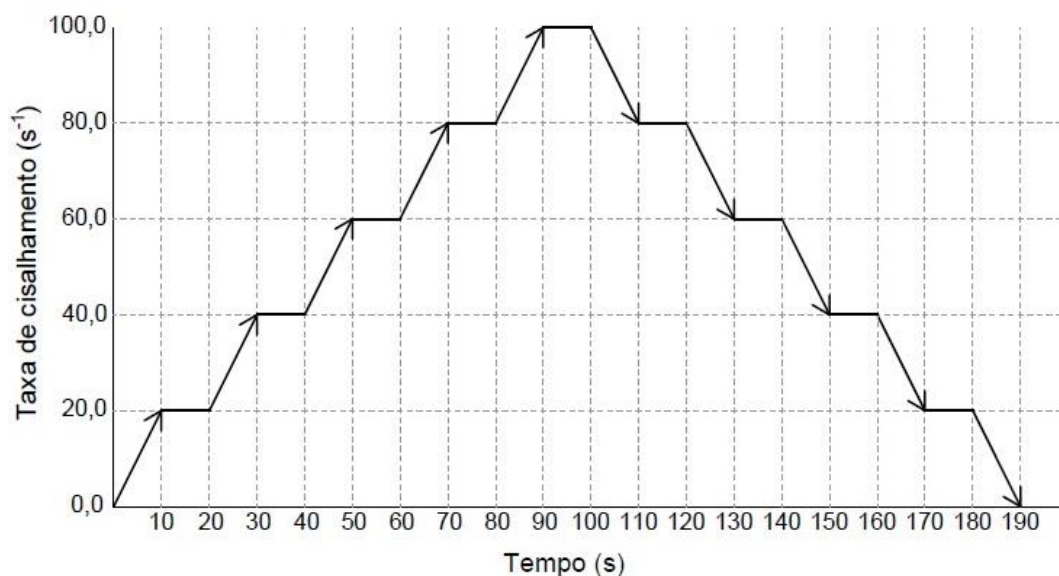
A Figura 3-20 demonstra o perfil experimental aplicado nos ensaios reométricos, fixando-se o tempo das rampas e de patamar em 10 s.

Figura 3-19: a) Misturador utilizado na preparação das misturas para a caracterização reológica; b) Representação do sistema geométrico formado por recipiente e haste de quatro pás tipo vane utilizado nos ensaios de reometria.



Fonte: (ASSAAD; HARB; MAALOUF, 2014)

Figura 3-20: Perfil experimental de ensaio da reometria rotacional utilizada.



Fonte: o Autor.

A temperatura foi mantida constante em 23 °C com a utilização de um trocador de calor próprio acoplado ao equipamento, modelo MTMC-iQ. Durante o ensaio, a rotina de aceleração da taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) foi de 0 a 100 s^{-1} , com um incremento de 20 s^{-1} a cada 10 s (20 $s^{-1}/10$ s).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados são apresentados conforme as etapas experimentais realizadas. A etapa experimental A constitui-se na busca, obtenção e caracterização dos materiais utilizados nesta pesquisa. Já a etapa experimental B teve como principal finalidade compreender as relações e interações dos aditivos com o cimento Portland (ligante principal). Posteriormente, deu-se o início dos estudos da etapa experimental C em pasta buscando substituir o cimento Portland pelas adições minerais propostas. Por fim, na etapa experimental D, misturas seletivas de interesse foram testadas em argamassas.

4.1 RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÕES DOS MATERIAIS – ETAPA EXPERIMENTAL “A”

Neste capítulo serão apresentadas as principais características e informações relativas aos materiais utilizados. As caracterizações físicas e químicas dos ligantes foram realizadas e as características dos aditivos foram relacionadas, com base em informações disponibilizadas pelos fabricantes.

4.1.1 Caracterização química, mineralógica e térmica

Para a caracterização dos diferentes materiais de interesse foram realizados ensaios de fluorescência de raio X (FRX), difratometria de raios X (DRX) e termogravimetria (TG).

A Tabela 4-1 apresenta a composição química obtida por meio da FRX para os materiais finos. Quanto à composição química determinada do PRB, observa-se que o teor de sílica presente é inferior a 50% e que além da sílica, há forte presença de óxido de ferro, alumínio, cálcio e magnésio. Como pode ser observado, comparativamente a Tabela 2-1, há uma variação composicional entre diferentes amostras, conforme literatura. Apesar da variação composicional, baseado na Figura 2-5, a classificação como rocha basáltica é adequada para este material (TURNER *et al.*, 1999).

Tabela 4-1: Composição química apresentada em óxidos presentes obtidos por meio da FRX para a CCA, PRB, CPII-Z-40 e Cal.

Elementos	CCA	PRB	CPII-Z-40	Cal
SiO ₂	88,91	46,98	19,05	3,37
Al ₂ O ₃	-	14,24	4,28	-
Fe ₂ O ₃	0,30	19,17	3,54	0,25
CaO	1,30	11,04	58,66	58,56
MgO	-	4,11	5,24	37,19
K ₂ O	1,39	0,78	0,96	0,11
MnO	0,22	0,29	-	-
P ₂ O ₅	0,79	-	-	-
TiO ₂	0,03	1,81	0,38	-
SO ₃	0,31	-	3,48	-
Outros	-	-	0,20	0,01
P.F.	6,75	1,58	4,21	0,51

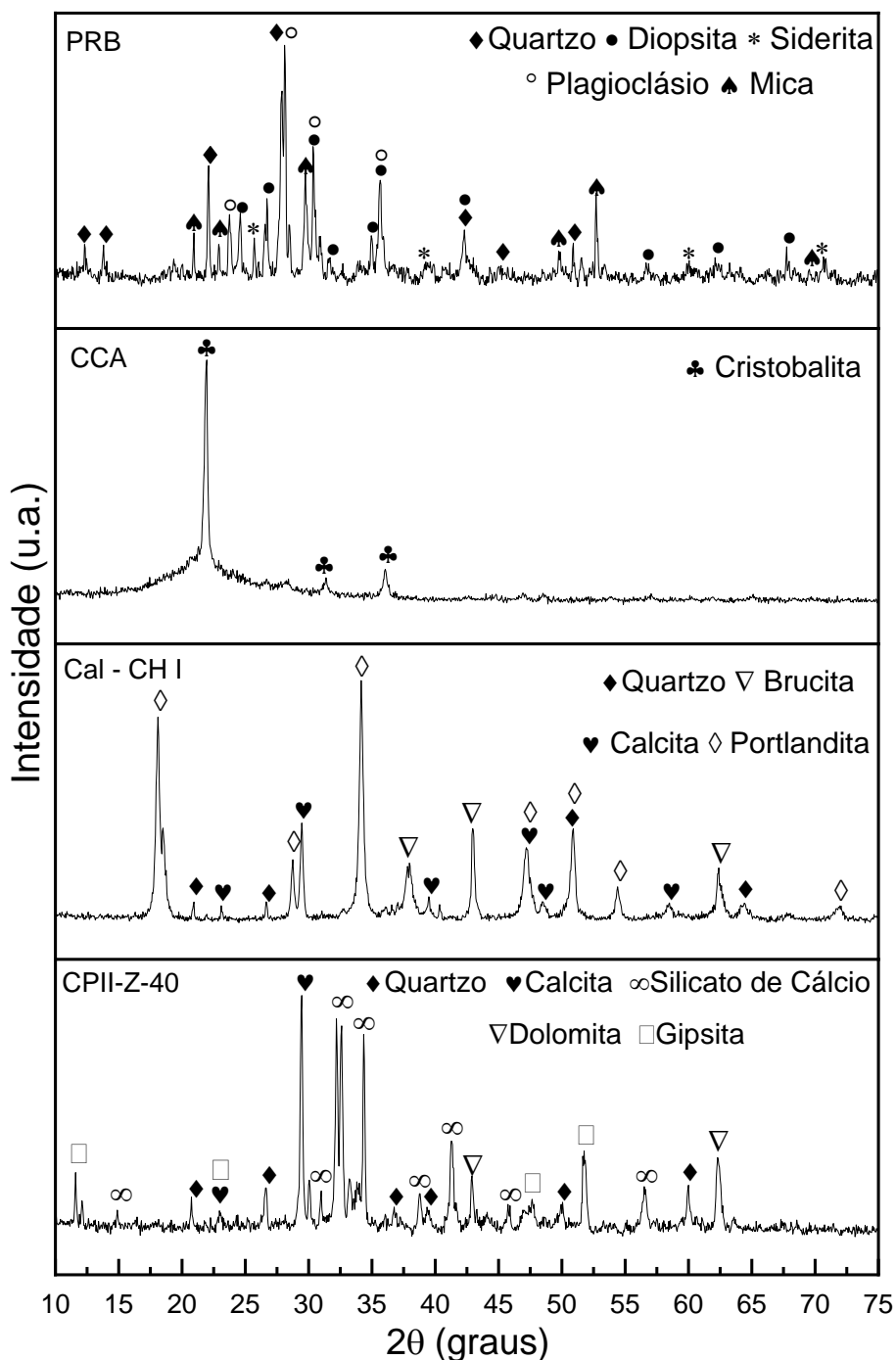
Fonte: O autor.

Figura 4-1 apresenta os difratogramas de raios x (DRX) utilizados para a identificação das fases presentes no PRB, CCA, Cal e CPII-Z-40. Para o PRB, observou-se a presença do quartzo (ICDD 01-083-2466), do Plagioclásio (ICDD 00-020-0572), da Mica (ICDD 00-042-1437), da Siderita (ICDD 29-0696) e da Diopsita (ICDD 83-1817). Além destes, observa-se a presença de 5% de sílica. Considerando a predominância da composição dos plagioclásios (predominantemente, silicatos de cálcio e alumínio), observa-se que os resultados de FRX e DRX são condizentes.

Já no caso da CCA, o processo de queima da cinza (CCA) possui relação direta com o teor de fase amorfa e fases cristalinas presentes. Sabe-se que controlando a temperatura, tempo de queima e taxas de aquecimento e especialmente as taxas de resfriamento, é possível obter cinzas com maior presença de fase amorfa, que são consideradas mais reativas (CORDEIRO, 2009). No difratograma de raio X (DRX) da CCA, observa-se a presença de um elevado teor de fase amorfa e a fase cristobalita (ICDD 01-077-1317). Para o cimento (CPII-Z-40), foram observadas as fases Dolomita (ICDD 00-036-0426), Calcita (ICDD 00-005-0586), óxido de silicato de cálcio (ICDD 01-073-0599), Quartzo (ICDD 00-033-1161) e gesso (ICDD 00-033-0311). A cal

hidratada (CH-I), foram observadas as fases portlandita (ICDD 01-076-0571), a calcita (ICDD 01-072-1652), o quartzo (ICDD 00-033-1161) e a brucita (ICDD 00-044-1482). Considerando os resultados da FRX, observa-se que o material está em conformidade com a NBR 7175 (ABNT, 2003).

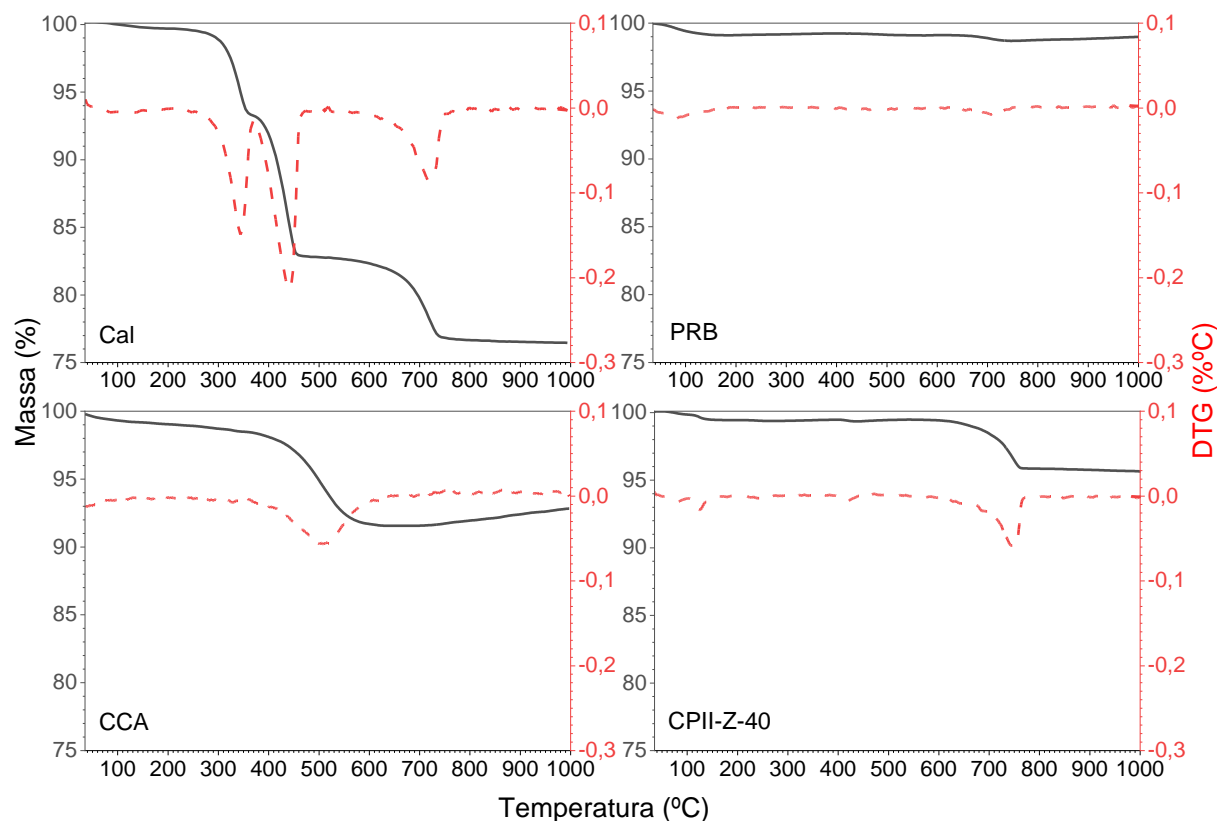
Figura 4-1: Difração de Raios X para identificação de fases presentes: PRB, CCA, Cal e CII-Z-40.



Fonte: O autor.

A Figura 4-2 apresenta os resultados obtidos nos ensaios de termogravimetria (TG) realizados para o PRB, CCA, CPII-Z-40 e Cal. Complementarmente, com os dados de perda de massa, foi determinado o gráfico da derivada da TG, a DTG.

Figura 4-2: TG e DTG: CCA, PRB, CPII-Z-40 e Cal



Fonte: O autor.

Na termogravimetria do CPII-Z-40, identificou-se um evento de perda de massa próximo aos 750 °C (MENEZES *et al.*, 2020), condizente com a decomposição do carbonato de cálcio.

Para o PRB, em função da elevada temperatura de formação das rochas vulcânicas, como os basaltos, não apresenta grandes alterações até 1000 °C. Mesmo assim, torna-se possível observar uma pequena perda de umidade até 200 °C e, entre 650 e 750 °C, uma possível decomposição de carbonatos presentes (11,04% de CaO na FRX). No caso da TG realizada para a CCA, pode-se identificar uma perda de massa próximo a temperatura de 500 °C. Esta perda de massa está relacionada com a decomposição dos compostos orgânicos residuais do processo de queima e

compostos de fósforo presentes (NASCIMENTO *et al.*, 2015); a perda é condizente com as quantidades identificadas na fluorescência de raios X.

Para a TG realizada com a cal, observou-se a decomposição dos hidratos entre 300 e 500 °C pela variação de massa, próximo aos 350 °C o hidróxido de magnésio e, posteriormente, próximo a 450 °C, o hidróxido de cálcio, indicando um teor presente superior ao hidróxido de magnésio. Atribui-se o próximo pico de perda de massa, acima dos 700 °C, à decomposição dos carbonatos presentes.

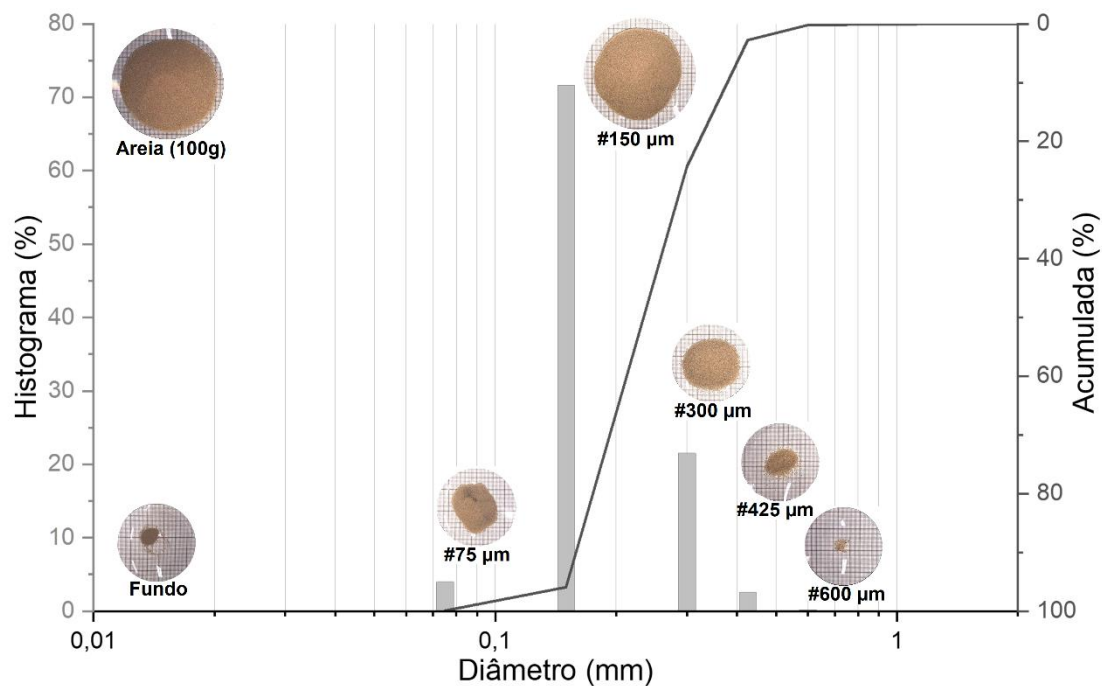
4.1.2 Distribuição granulométrica e área de superfície específica (BET)

A distribuição granulométrica dos materiais utilizados foi determinada conforme a sua função composicional. Para os materiais finos, foi realizada a granulometria a laser e para o agregado miúdo, a distribuição granulométrica foi determinada por peneiramento.

A Figura 4-3 apresenta a distribuição granulométrica do agregado miúdo. Com a distribuição granulométrica, obteve-se o módulo de finura e o diâmetro máximo de partículas do agregado, 1,18 mm e 0,425 mm, respectivamente. O gráfico de distribuição granulométrica representa um agregado considerado fino, sem a presença de grãos maiores e com baixo teor de material pulverulento.

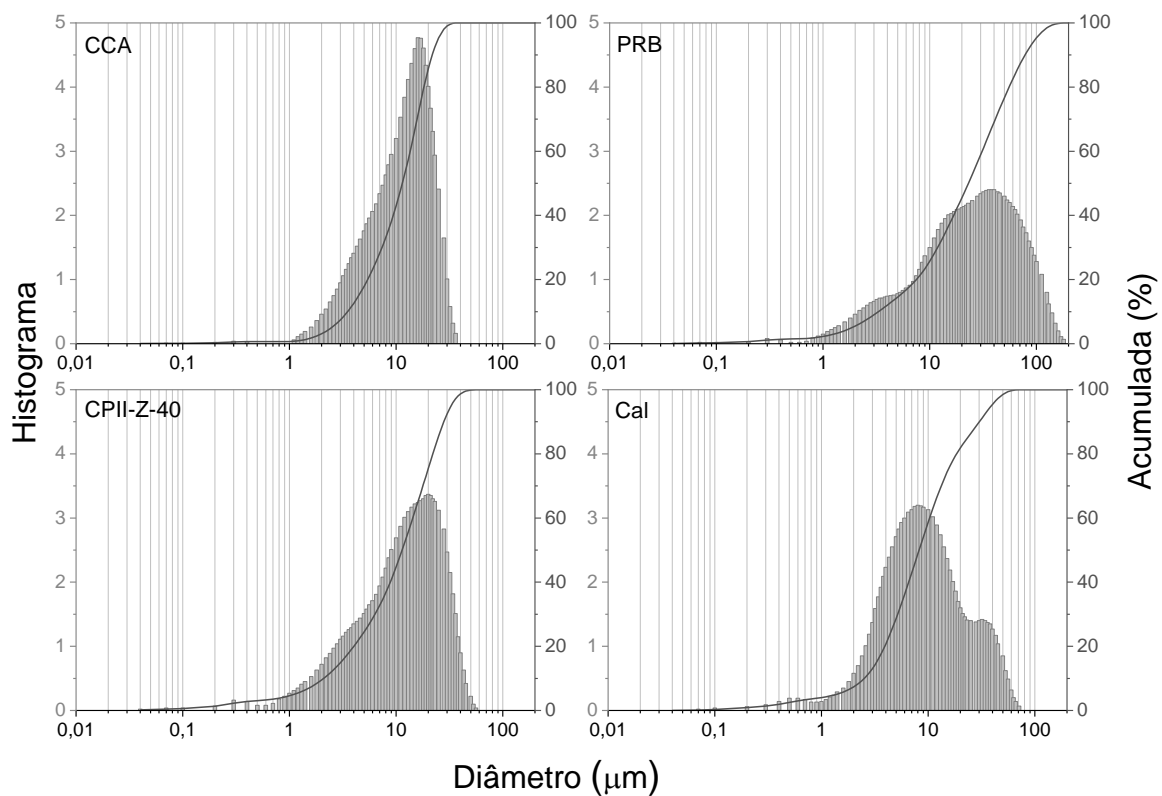
Para os materiais finos, a distribuição granulométrica e o diâmetro médio das partículas foram determinados com o ensaio de granulometria a laser. A Figura 4-4 apresenta os gráficos de distribuição granulométrica da cinza de casca de arroz (CCA), do pó de rocha basáltica (PRB), cimento (CPII-Z-40) e da Cal (CH-I). Na Tabela 4-2 são apresentados os diâmetros médios obtidos para os materiais finos utilizados nesta pesquisa. Complementarmente, são apresentados os diâmetros a 10, 50 e 90%.

Figura 4-3: Distribuição granulométrica por peneiramento do agregado miúdo.



Fonte: o Autor.

Figura 4-4: Gráficos da distribuição granulométrica da CCA, PRB, CPII-Z-40 e Cal determinados com o ensaio de granulometria a laser.



Fonte: O autor.

Tabela 4-2: Área de superfície específica e diâmetro médio a 10, 50 e 90% dos *fillers* utilizados: CCA, PRB, CPII-Z-40 e CH-I.

Material	CCA	PRB	CPII-Z-40	CH-I
BET (m²/g)	26681	2472	1362	19898
Diâmetro Médio (µm)	12,14	33,05	13,45	12,34
Diâmetro a 10% (µm)	3,51	3,31	2,09	2,52
Diâmetro a 50% (µm)	11,44	23,05	11,38	8,22
Diâmetro a 90% (µm)	21,77	78,16	27,96	30,17

Fonte: O autor.

Pode-se observar que o CPII-Z-40, a CCA e a Cal possuem diâmetro médio próximos. Já o PRB apresenta um diâmetro médio aproximadamente 2,5 vezes maior que os demais materiais finos.

A partir destas análises considerou-se a necessidade de um estudo específico considerando o teor de adição de cal hidratada e o teor de aditivo inibidor de hidratação. Neste sentido, foram realizados ensaios adicionais, considerando um teor reduzido de 10% de cal hidratada para os teores de 0,00 e 0,50%, bem como para os maiores teores de 0,75 e 1,00% de aditivo inibidor de hidratação.

4.1.3 Densidade real e densidade aparente

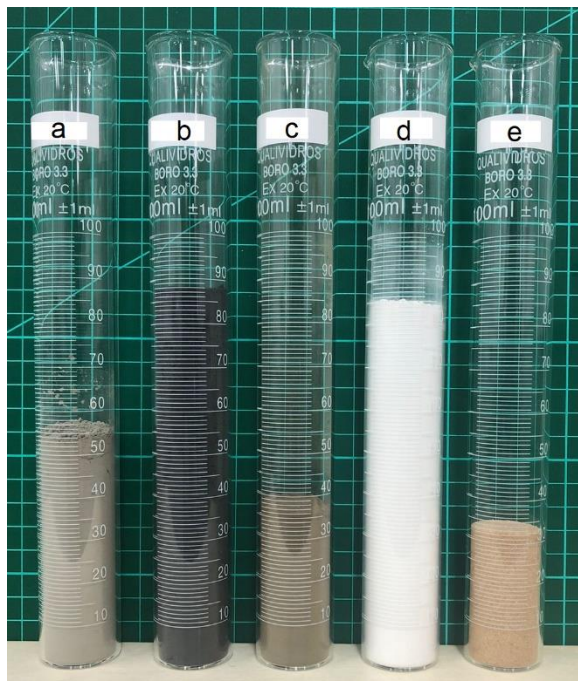
A densidade real (massa específica) e a densidade aparente (massa unitária) dos materiais sólidos utilizados são apresentados na Tabela 4-3. A massa específica aparente pode ser observada na Figura 4-5, que apresenta o volume ocupado por 50 g de cada um dos materiais estudados.

Tabela 4-3: Massa específica e massa específica aparente: CCA, PRB, CPII-Z-40, Cal e Areia

Material	CCA	PRB	CPII-Z-40	Cal	Areia
Densidade Real (g/cm³)	2,10	2,67	2,96	2,28	2,63
Densidade aparente (g/cm³)	0,51	1,25	0,86	0,53	1,52

Fonte: O autor.

Figura 4-5: Volume ocupado por 50 g dos materiais sólidos utilizados: a) CPlI-Z-40; b) CCA; c) PRB; d) Cal; e) Areia.



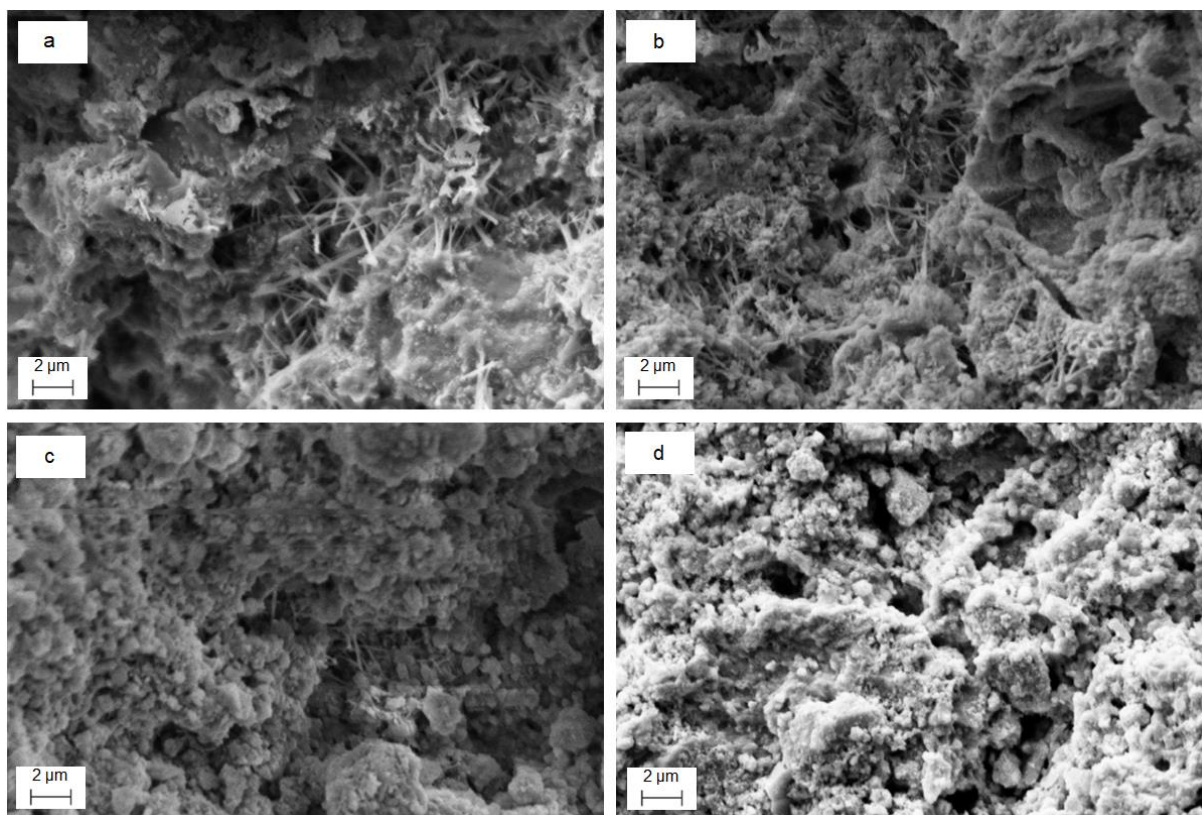
Fonte: O autor.

4.1.4 Cinza de Casca de Arroz (CCA)

Considerando que a CCA, dependendo das condições de produção, pode atuar como uma pozolana de alta reatividade, a pozolanicidade da cinza foi analisada conforme a NBR 5752 (ABNT, 2014b). Neste ensaio, parte do cimento é substituído pelo material candidato e não deve apresentar uma redução de resistência maior que 10% em 28 dias, conforme NBR 12653 (ABNT, 2014a). A argamassa produzida com cimento, resultou aos 28 dias em uma resistência à compressão média de 27,65 MPa. Já a argamassa produzida com adição de CCA, apresentou uma resistência à compressão média de 26,69MPa. A CCA utilizada, obteve desempenho superior a 96%, apresentado boa atividade pozolânica.

Para verificar a atuação da CCA na matriz cimentícia, foi realizada microscopia eletrônica de varredura (MEV) em pastas após 28 dias para composições contendo, 0,00, 12,50, 25,00 e 50,00% de substituição do cimento. Imagens com 10000X de aumento são apresentadas na Figura 4-6.

Figura 4-6: Imagens MEV das pastas preparadas com cinza de casca de arroz (CCA) para verificação da reatividade: a) 0,0%, b) 12,5%, c) 25,0% e d) 50,0% em substituição do cimento.



Fonte: O autor.

Observa-se que conforme aumenta o teor de CCA presente, há uma redução da presença da etringita (identificadas nas imagens como uma rede de “agulhas”). O primeiro aspecto a ser considerado refere-se à redução de cimento Portland presente, o que reduz a disponibilidade de gipsita e C_3A na mistura, o que naturalmente irá reduzir a formação de produtos de hidratação como a etringita. A eliminação da etringita, observada na Figura 4-6 – d, em função da elevada concentração da adição mineral (CCA), pode ter induzido à formação de diferentes fases ou ainda, em função da reatividade da sílica presente na CCA com o hidróxido de cálcio (produto de hidratação), limitando a formação da etringita.

4.1.5 Caracterização da água (potável)

O pH das amostras variou entre 7,2 e 7,6, sendo considerada uma água neutra. Já o total de sólidos presentes variou de 30 e 34 ppm. Já os registros da temperatura

nas coletas variaram entre 22,6 e 23,3 °C. Todas as amostras de água coletas foram armazenadas em recipiente fechado e ao abrigo da luz e em ambiente com temperatura controlada em 23+/-1 °C.

4.2 RESULTADOS OBTIDOS NA FASE EXPLORATÓRIA – ETAPA EXPERIMENTAL “B”

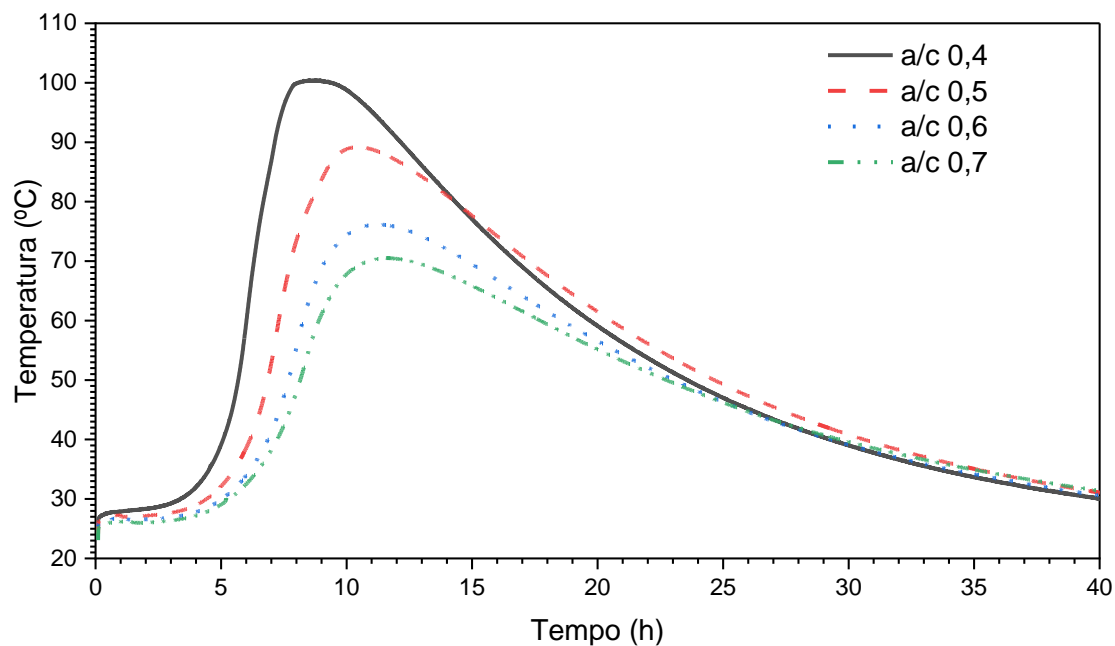
Nesta etapa, explorou-se o desenvolvimento de estudo de pastas, cimento, água e aditivos. Foram analisadas a influência da relação água/cimento, os efeitos dos aditivos de forma isolada e suas interações, a influência da quantidade de material em cada cápsula de ensaio do calorímetro e os efeitos da temperatura sobre a variabilidade dos resultados.

4.2.1 Calorimetria em função da relação a/c

Foram analisados os efeitos da relação água/cimento e do ajuste em função da massa de ligante presente em cada cápsula. Para a determinação das curvas de ajuste, as temperaturas foram divididas pelo coeficiente de ajuste em função da massa de cada amostra, considerando como referência a massa de cimento efetiva presente no volume de pasta de cada cápsula (1000 g como massa de referência). Neste contexto, pode-se observar nas Figura 4-7 e Figura 4-8, as curvas obtidas pelo calorímetro, sem ajuste e com ajuste, respectivamente. Ressalta-se que se faz necessário o ajuste à medida em que se busca determinar o calor de hidratação.

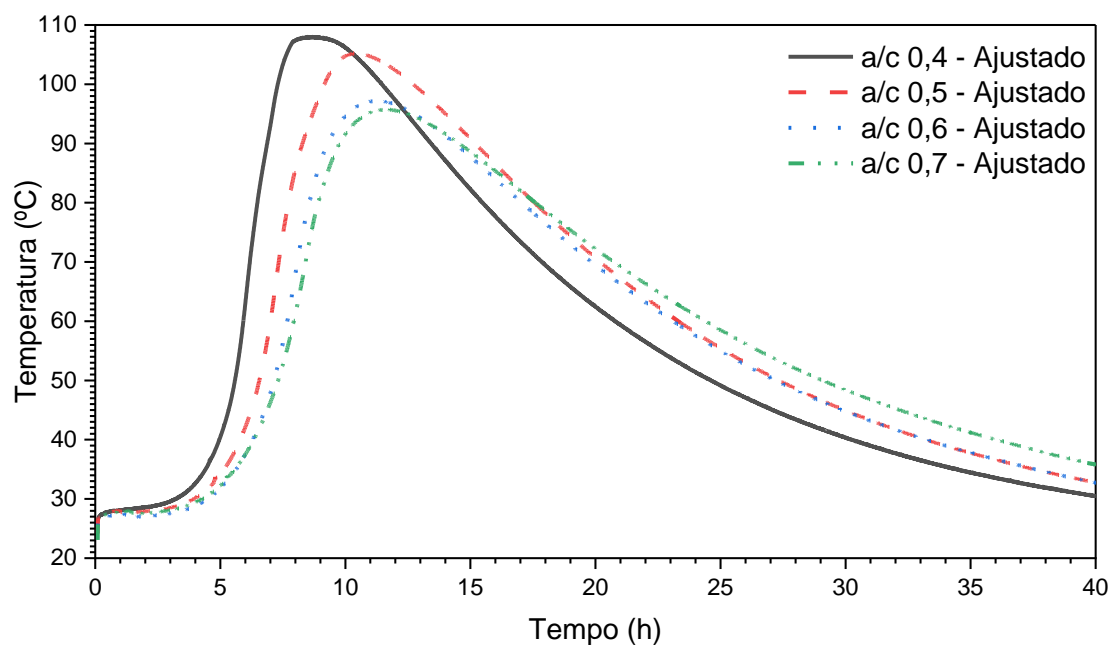
A Figura 4-7 foi determinante no processo de construção dos procedimentos das calorimetrias utilizadas posteriormente, na etapa de análise das variáveis de estudo. Pois a pasta produzida com cimento CII-Z-40, com relação a/c de 0,4 atingiu o patamar de 100 °C, revelando, assim, uma manutenção de temperatura, diferentemente das demais curvas com outras relações a/c. Este fato indica que a absorção desta energia, possivelmente foi utilizada para estabelecer a mudança de fase (líquido – vapor) da água disponível. A realização desta análise revelou a necessidade de limitar a massa de ligante presente na cápsula de ensaio do calorímetro, como descrito em materiais e métodos.

Figura 4-7: Calorimetria CII-Z-40 em função da variação da relação água/cimento.



Fonte: o autor.

Figura 4-8: Calorimetria ajustada do CII-Z-40 em função da variação da relação água/cimento.

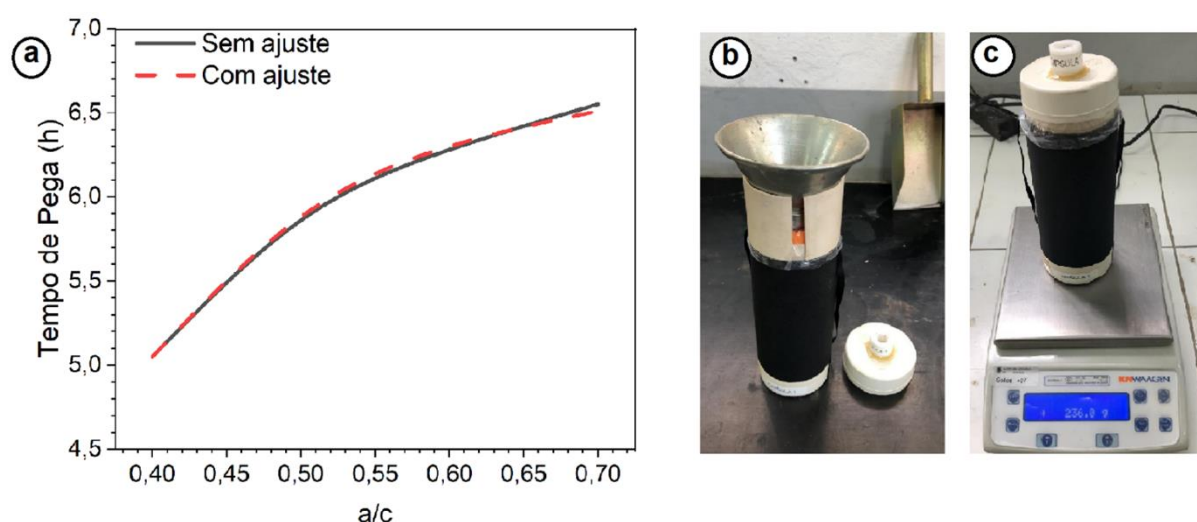


Fonte: o autor.

Como pode ser observado na Figura 4-9, o ajuste da curva não gera alterações na determinação do tempo de pega, tornando importante destacar que o objetivo

desta pesquisa não está diretamente relacionado com a determinação do calor de hidratação. Desta forma, as demais variáveis de estudo, por meio da curva de ajuste, não se mostraram relevantes e, portanto, desconsideradas na sequência dos estudos. No entanto, entendeu-se como adequado fixar a massa de material inserida na cápsula, minimizando as variáveis de medição, e possibilitando maior precisão nas análises subsequentes.

Figura 4-9: a) Determinação dos tempos de pega do cimento CII-Z-40 em função da variação da relação água/cimento; b) cápsula preparada para o preenchimento; c) preenchimento da cápsula com massa fixa.



Fonte: o autor.

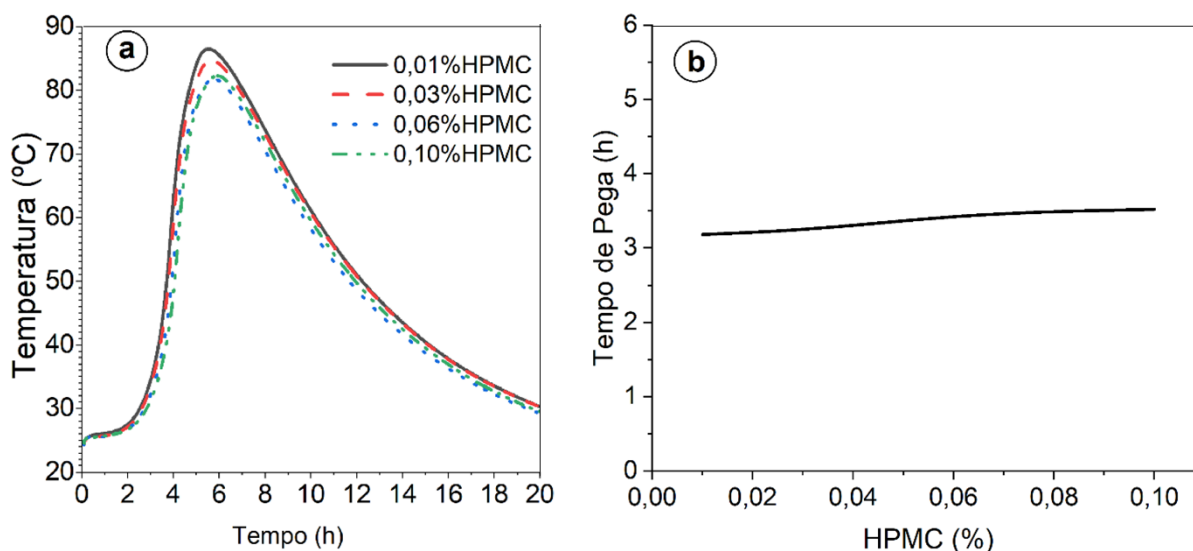
Considerando as variações causadas no tempo de pega em função da relação água/cimento, para os estudos realizados em pastas, a relação foi fixada em 0,5. Este teor foi mantido constante por tratar-se de uma variável que deve ser considerada na dosagem de argamassas estabilizadas.

4.2.2 Calorimetria do CII-Z-40 em função do teor de HPMC

As Figura 4-10 – a e b apresentam as calorimetrias realizadas em pastas de CII-Z-40 com uma relação a/c de 0,5. Observa-se que há uma tendência de comportamento definida, pois quanto maior o teor de HPMC utilizado, maior o tempo de indução da pasta de cimento. De acordo com a literatura consultada, o uso do

HPMC em até 0,10% provoca baixo retardo no tempo de pega. Como pode-se observar nos resultados obtidos, há um pequeno atraso no tempo de início de pega.

Figura 4-10: a) Calorimetria do CII-Z-40 com diferentes teores de HPMC; b) Tempo de pega em função do teor de HPMC.



Fonte: o autor.

De forma isolada, pode-se considerar que o uso do HPMC provoca menor alteração do tempo de início de pega do que a variação da relação água/cimento. Em razão destes resultados, na etapa seguinte (ver 4.3.), nos resultados obtidos com a aplicação da matriz racionalizada, considerou-se 3 teores de HPMC nas pastas, 0,0%, 0,1% e 0,2%.

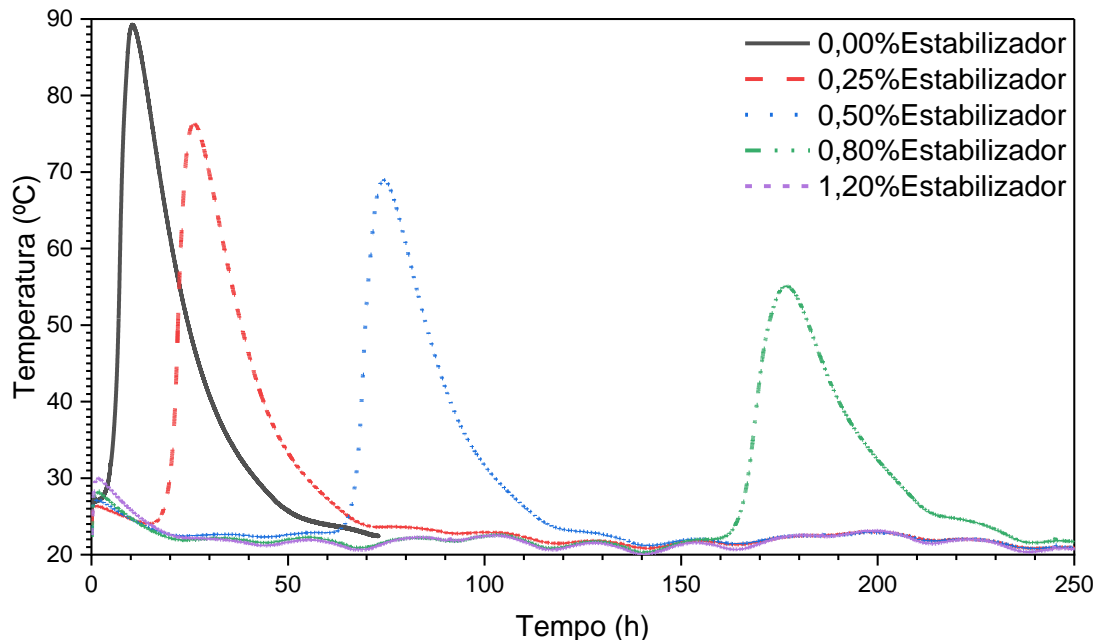
4.2.3 Calorimetria CII-Z-40 em função do aditivo estabilizador de hidratação (AEH)

A Figura 4-11 apresenta os resultados relativos as calorimetrias do cimento CII-Z-40 com diferentes teores de AEH. O teor máximo utilizado refere-se ao limite estabelecido pelo fabricante, sendo as adições dosadas em função da massa do ligante.

Observa-se que, além do aumento no tempo de pega, há também uma redução no pico de temperatura, conforme se aumenta o teor do aditivo. Este efeito pode ser relacionado com a intensidade das reações no momento da pega. Pois em função do

uso do aditivo, há uma tendência das reações se distribuírem ao longo de um período maior, refletindo também em uma temperatura máxima menor.

Figura 4-11: Calorimetria CPlI-Z-40 em função do AEH.



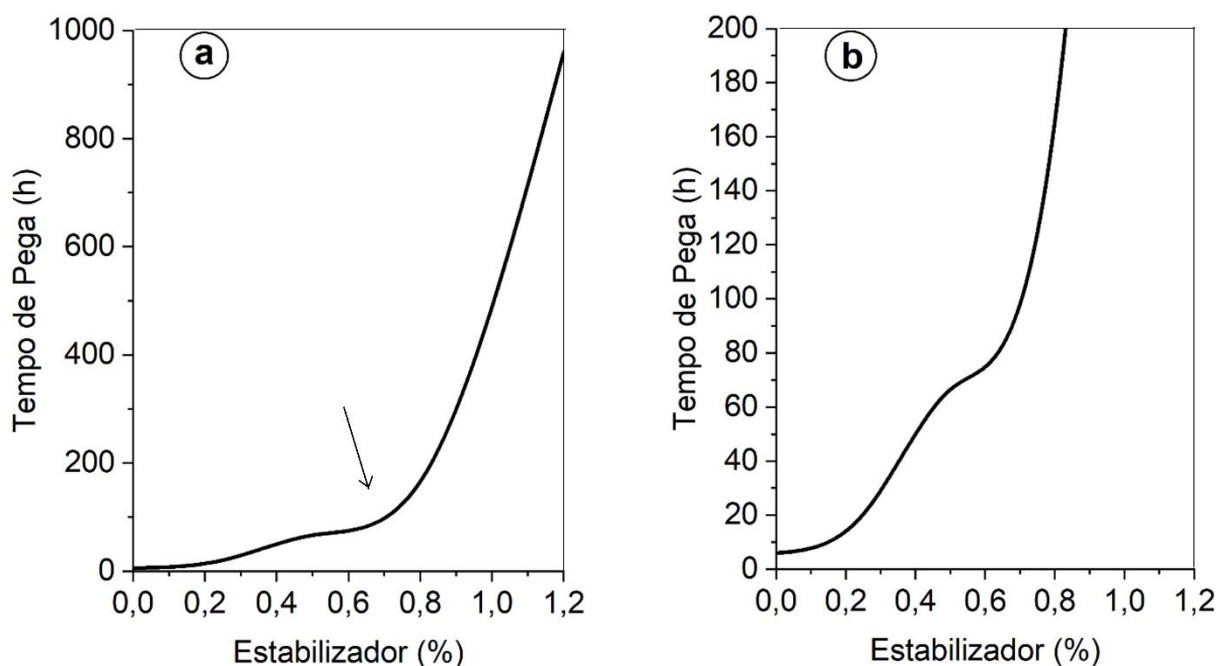
Fonte: o autor.

Ressalta-se que nesta análise experimental, as amostras foram mantidas no calorímetro por 400 h, buscando-se observar o pico de calor e o decréscimo de temperatura de todas as amostras. No entanto, a amostra com o teor de 1,2% de aditivo não apresentou pega até o final deste período. O ensaio no calorímetro foi encerrado e a amostra com o maior teor de aditivo foi mantida em embalagem fechada, sem perda de água e apresentou um enrijecimento relativo ao início e fim de pega após 40 dias (960 h) do início do ensaio. Este tempo foi observado de forma qualitativa, monitorando o momento em que iniciou o endurecimento da pasta. Deve-se destacar que os ganhos de tempo de início de pega são consideravelmente superiores com o uso de aditivo estabilizador de hidratação, em comparação com o acréscimo obtido em função da variação do teor de HPMC.

Na Figura 4-12 – a, observa-se o aumento do tempo de início de pega em função do teor de estabilizante. Destaca-se a relação do tempo de pega com o uso de aditivo inibidor de hidratação, em função do uso de um sistema fechado de medição (cápsula do calorímetro), uma menor dissipação da energia, a qual eleva a temperatura da amostra, como também uma redução da perda de água. Estes fatores

fazem com que os tempos e temperaturas observados em sistemas abertos apresentem variações consideráveis. Em condições controladas, observou-se que há um ponto crítico do teor de aditivos estabilizador, a partir do qual, pequenas variações nos teores de aditivo podem promover grandes tempos de inibição. O ponto crítico (indicado com uma seta na Figura 4-12 – a) observado para as condições de ensaio analisadas foi de aproximadamente 0,80% de aditivo estabilizador (percentual medido em relação a massa de ligante). Tempos indeterminados ou muito grandes (superiores ao tempo em aberto projetado, 72 h) são indesejados para o mercado da construção civil.

Figura 4-12: Tempo de pega em função do teor de AEH. a) todos os teores analisados; b) teores até 0,80% de AEH.



Fonte: o autor.

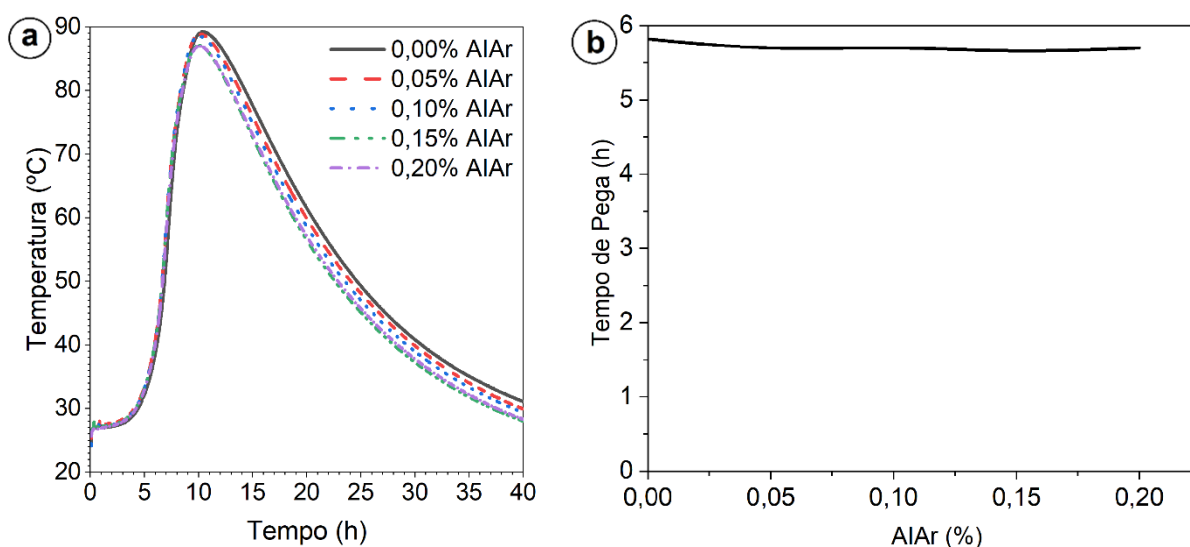
Considerando que no Brasil as argamassas estabilizadas, geralmente não ultrapassam 72 h no tempo de uso de o teor considerado de referência para a continuidade do desenvolvimento experimental considerou-se 0,5%. Para facilitar a leitura dos teores, é apresentada a Figura 4-12 – b.

4.2.4 Calorimetria CPlI-Z-40 em função da adição de incorporador de ar (AIAr)

O aditivo incorporador de ar, assim como os demais, foi dosado em função da massa de cimento. De acordo com os resultados apresentados graficamente, não é possível afirmar que houve uma alteração no tempo de início ou fim de pega, como pode ser observado na sobreposição das curvas calorimétricas da Figura 4-13 – a. Neste sentido, pode-se afirmar que a utilização do aditivo incorporador de ar, utilizado nos limites indicados pelo fabricante, resultou em uma reduzida ou até em nenhuma alteração no ensaio de calorimetria.

Considerando a metodologia para obtenção do tempo de início de pega, verificou-se que os tempos em função dos diferentes teores de aditivo incorporador de ar variaram entre 5,66 e 5,82 h (ver Figura 4-13 – b). Observa-se também que o aumento do teor de aditivo incorporador de ar provoca uma pequena diminuição da temperatura de pico. Isto indica uma tendência de diminuição do calor de hidratação em função do uso do aditivo incorporador de ar.

Figura 4-13: a) Calorimetria CPlI-Z-40 em função do teor de AIAr; b) Tempo de pega em função do teor de AIAr.



Fonte: o autor.

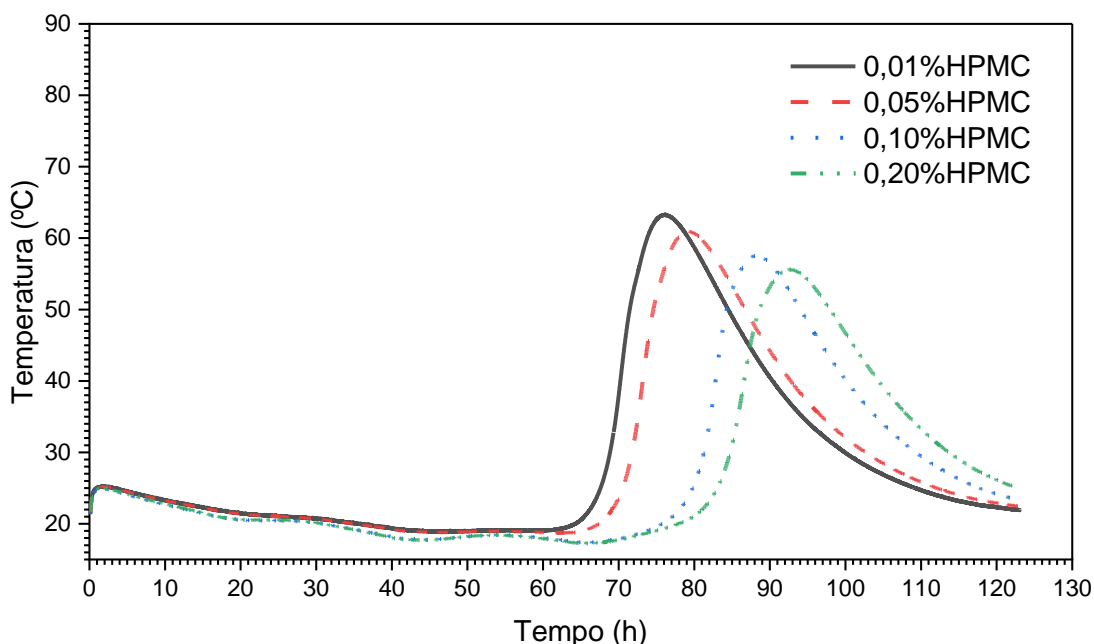
Como nesta etapa da pesquisa foi controlado o volume e não a massa de pasta inserida na cápsula, a redução do pico de temperatura pode estar relacionada com um maior volume de ar incorporado e, conseqüente, menor quantidade de ligante

presente. Neste sentido, na etapa seguinte, estabeleceu-se 3 teores de estudo, 0,0%, 0,1% e 0,2%, sendo que o teor considerado como referência foi o intermediário (0,1%).

4.2.5 Calorimetria do cimento CII-Z-40 com a interação entre AEH e HPMC

Na Figura 4-14, observa-se o comportamento da curva calorimétrica em função de diferentes teores de HPMC e um teor fixo de estabilizador de hidratação (0,5%). Percebe-se que há uma interação entre o teor de HPMC e o aditivo estabilizador de hidratação, com a ampliação dos tempos de inibição. O aumento nos teores de HPMC imputam à mistura um acréscimo de tempo de pega; neste caso, maiores que os acréscimos observados quando não se utiliza estabilizador (ver Figura 4-10), indicando que há uma interação entre os dois componentes na mistura.

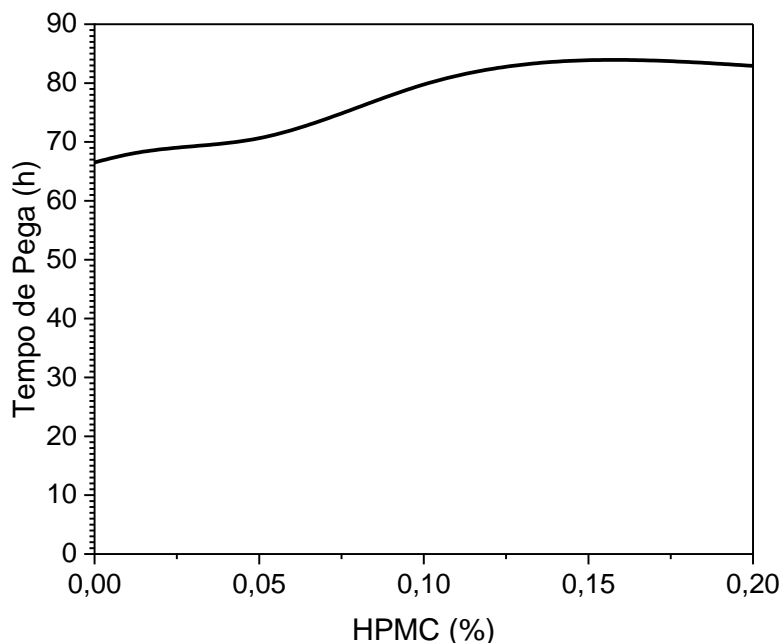
Figura 4-14: Calorimetria da pasta com CII-Z-40, a/c de 0,5, 0,50% de AEH em função de diferentes teores de HPMC.



Fonte: o autor.

Ressalta-se que apenas com o uso do HPMC (Figura 4-15), o atraso observado entre os picos referentes a 0,00 e 0,20% não ultrapassa 45 min (um acréscimo aproximado de 10,00%), sendo que os mesmos teores de HPMC, quando utilizados com um teor de 0,50% de estabilizador de hidratação, atinge um acréscimo de pelo menos 15 h (acrécimo aproximado de 22,00%).

Figura 4-15: Tempos de estabilização em função do teor de HPMC combinado com 0,50% de AEH.



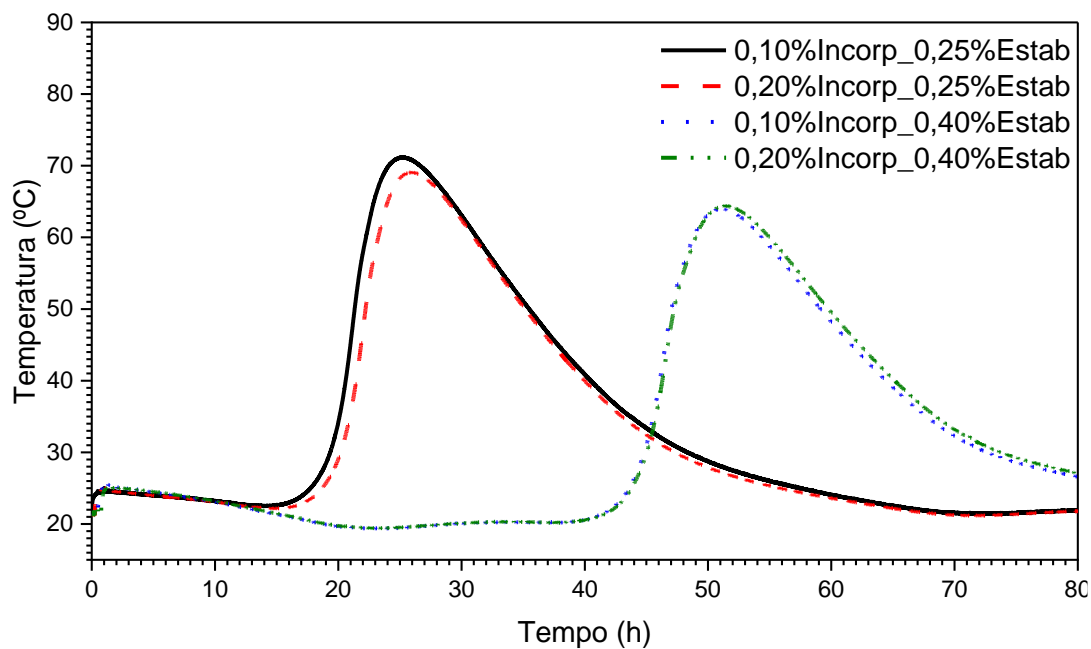
Fonte: o autor.

Desta forma, ainda que observado os limites indicados pelos fabricantes e pesquisadores, torna-se possível constatar tempos absolutos de inibição maiores que o esperado em razão da interação entre o HPMC e o AEH. Em razão destes resultados, na etapa seguinte, as interações entre os diferentes aditivos foram mantidas como variáveis de estudo.

4.2.6 Calorimetria do cimento CII-Z-40 com a interação entre AEH e AIAr

Neste estudo preliminar, foram avaliados dois teores do aditivo estabilizador (0,25 e 0,40%) e dois teores do aditivo incorporador de ar (0,10 e 0,20%), ambos definidos em função da massa de cimento. Na Figura 4-16, observa-se a interação entre as proporções estabelecidas, sendo possível afirmar que houve um aumento no tempo de pega em função das interações entre o AEH e o AIAr nas proporções analisadas.

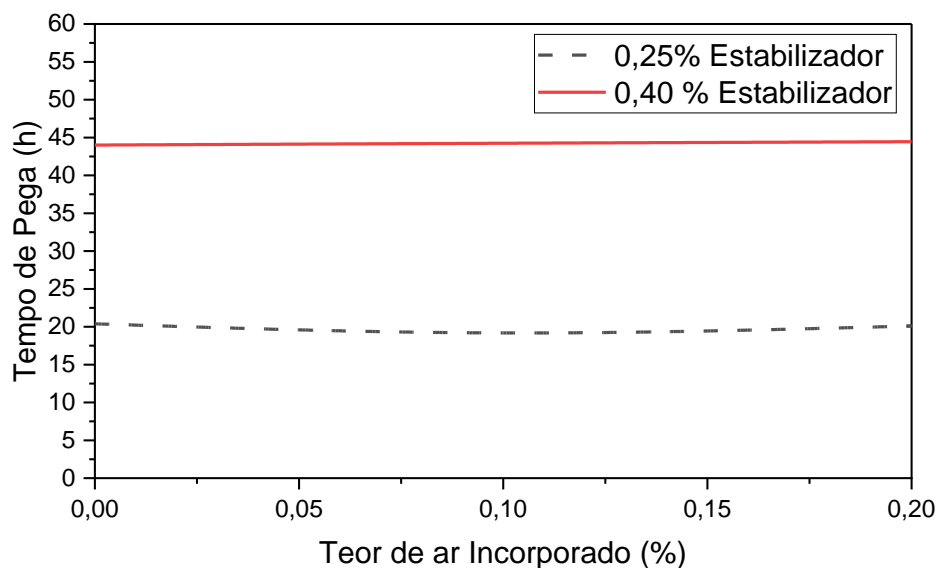
Figura 4-16: Interação entre aditivo incorporador de ar (AIAr) e estabilizador de hidratação (AEH)



Fonte: o autor.

Já na Figura 4-17 apresentam-se os tempos de estabilização considerando 0,25 e 0,40% de aditivo estabilizador, em função do teor de aditivo incorporador de ar.

Figura 4-17: Interação do AEH em função do AIAr.



Fonte: o autor.

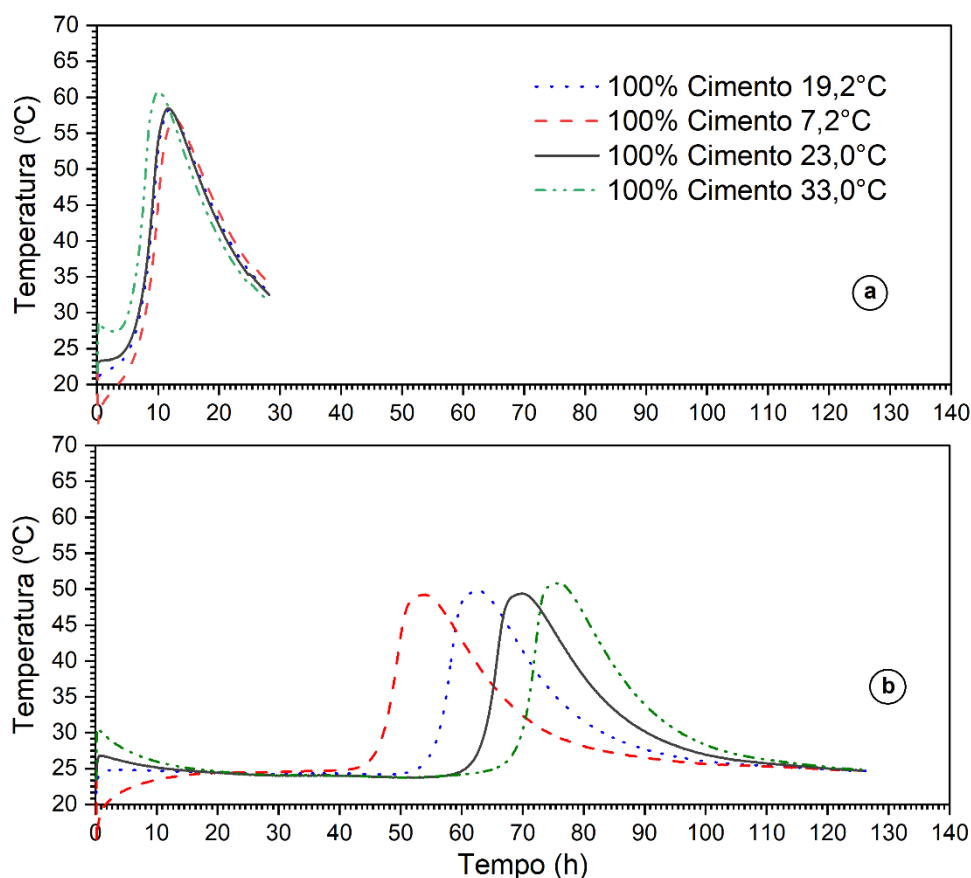
Como se pode observar, o tempo de estabilização está vinculado ao teor de aditivo inibidor e não é possível verificar um aumento ou diminuição deste tempo em

função dos teores de aditivo incorporador de ar. Desta forma, os resultados definem esta interação como uma variável de menor relevância.

4.2.7 Efeito da variação de temperatura sobre a calorimetria

Ressalta-se neste ponto de análise, que ainda na fase inicial observou-se que pequenas variações de temperatura durante o ensaio foram capazes de gerar grandes variabilidades nas curvas calorimétricas obtidas. Buscando-se compreender a razão desta variação, a Figura 4-18 demonstra que a curva calorimétrica sofre um deslocamento em função da temperatura inicial, enquanto a taxa de incremento e a temperatura final permanecem sem alteração.

Figura 4-18: Efeito da temperatura inicial da mistura no tempo de estabilização de pastas produzidas (CPII-Z-40): a) 0,00% de incorporador de ar, 0,00% de estabilizador e 0,00% de HPMC; b) 0,10% de incorporador, 0,50% de estabilizador e 0,00% de HPMC.

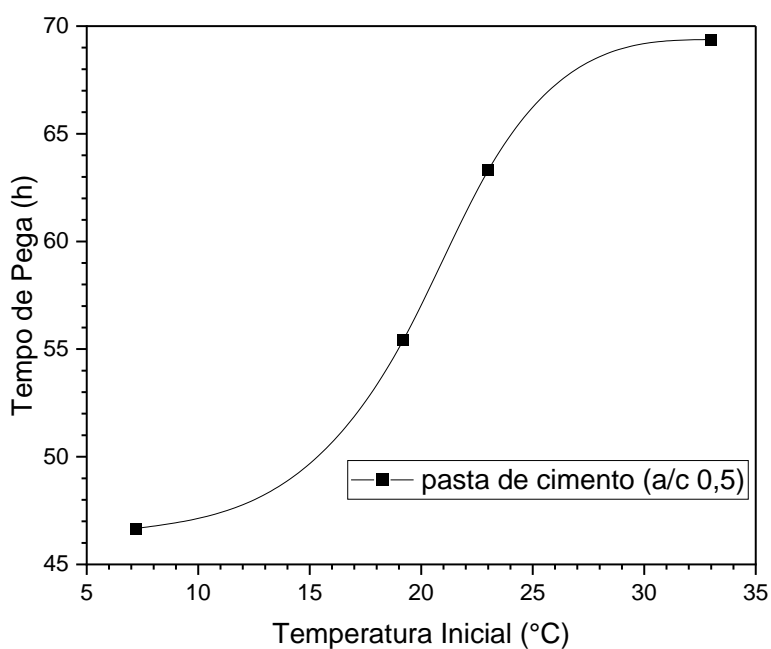


Fonte: o autor.

O comportamento esperado para uma matriz cimentícia é apresentado na Figura 4-18 – a, onde temperaturas maiores aceleram o início da pega e temperaturas iniciais menores, por sua vez, provocam retardo. Como o tempo de início e fim de pega neste caso é consideravelmente menor do que quando se utiliza algum aditivo estabilizador, o incremento de temperatura soma-se a temperatura inicial, sendo observada uma variação no pico de temperatura obtido. Observa-se ainda, que as variações de tempo de início e fim de pega em função da temperatura inicial, são substancialmente menores do que as variações obtidas na presença de aditivos estabilizadores de hidratação (Figura 4-18 – b).

Com o objetivo de observar a faixa de temperatura com maior influência sobre os tempos de estabilização, analisou-se os dados das calorimetrias das pastas estabilizadas na Figura 4-19.

Figura 4-19: Tempo de estabilização em função da temperatura inicial de ensaio em pastas estabilizadas.



Fonte: o autor.

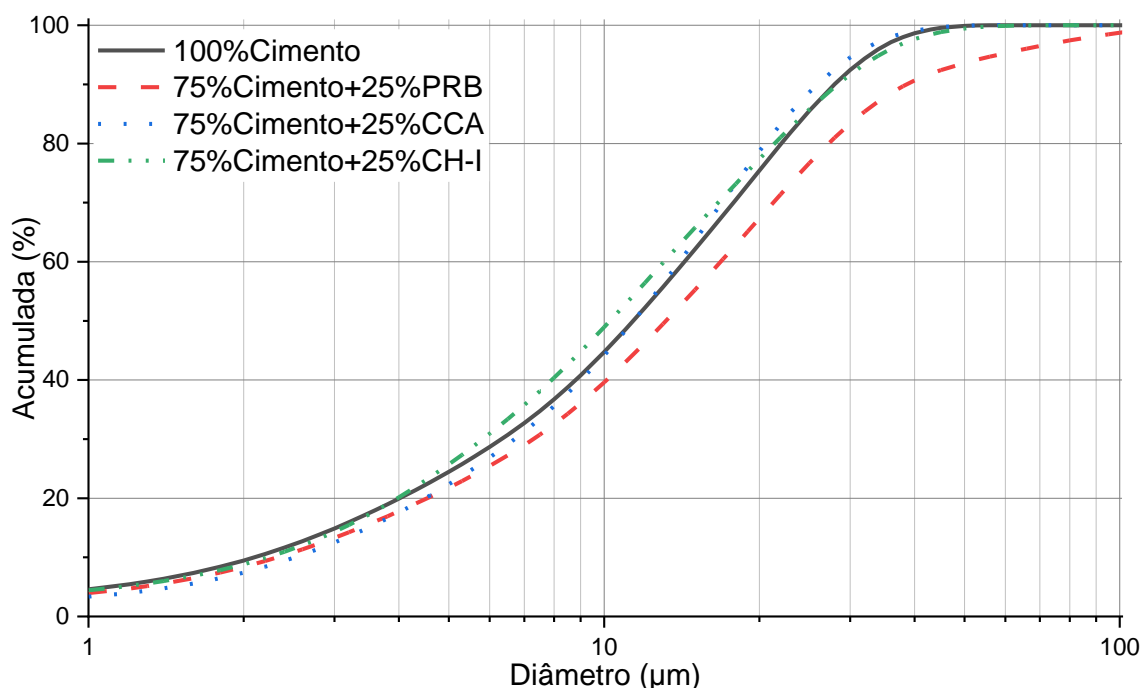
Observa-se que na faixa mais comum de uso destes materiais no Brasil, de 20 a 25 °C, tem-se a maior taxa de variação no tempo de estabilização, fato que indica a necessidade de maior controle sobre o processo.

4.3 RESULTADOS OBTIDOS COM A APLICAÇÃO DA MATRIZ RACIONALIZADA – ETAPA “C”

Esta etapa foi realizada com estudos em pastas, buscando-se compreender as relações entre as adições minerais propostas, aditivos e tempos de estabilização.

Baseado nas distribuições granulométricas do CII-Z-40, do PRB, da CCA e da CH-I (Figura 4-4), foi construída a distribuição granulométrica dos traços propostos nesta etapa. Considerando as granulometrias de cada material, dadas em volume, a massa substituída e a massa específica de cada um dos materiais, obteve-se as distribuições granulométricas apresentadas na Figura 4-20. Observa-se que há uma pequena variação na distribuição granulométrica de cada uma das composições de finos propostas.

Figura 4-20: Distribuição de tamanho de partículas das misturas de finos preparadas: 100% CII-Z-40, 75% CII-Z-40 + 25% PRB, 75% CII-Z-40 + 25% CCA e 75% CII-Z-40 + 25% CH-I.



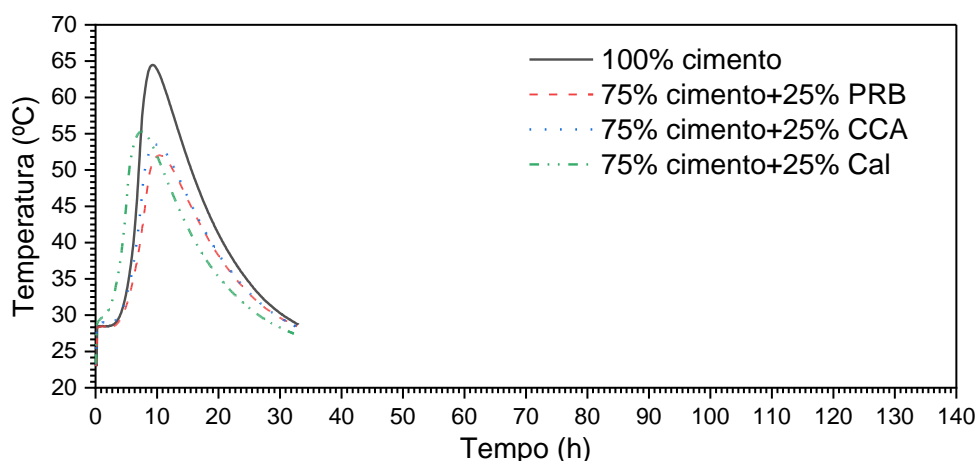
Fonte: o autor.

4.3.1 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) sem utilização de aditivos sobre a calorimetria

O teor de AEH foi fixado em 0,50%, pois neste valor obtém-se tempos adequados aos praticados no mercado das argamassas estabilizadas na construção civil. Os teores de AIAr e HPMC considerou os efeitos observados na etapa experimental anterior e os limites indicados pelos fabricantes.

A Figura 4-21 apresenta as curvas calorimétricas das pastas sem o uso de aditivos. Observa-se que a redução da massa de cimento presente na mistura reduz proporcionalmente o acréscimo de temperatura. Além deste aspecto, observou-se que há uma aceleração na pega em função do uso da cal. Os tempos de início de pega foram determinados para as condições de estudo e para a mistura produzida unicamente com cimento e com substituição parcial por cinza de casca de arroz (CCA), sendo, neste caso, de 5,48 h. A mistura com substituição parcial do cimento por pó de rocha basáltica (PRB), apresentou um pequeno aumento no tempo de pega, resultando em 5,55 h. Destaca-se a redução no tempo de pega provocado pelo uso da cal, com 3,46 h.

Figura 4-21: Calorimetrias das pastas sem o uso de aditivos aplicado em pastas: 0,00% de incorporador de ar, 0,00% de estabilizador e 0,00% de HPMC.



Fonte: O autor.

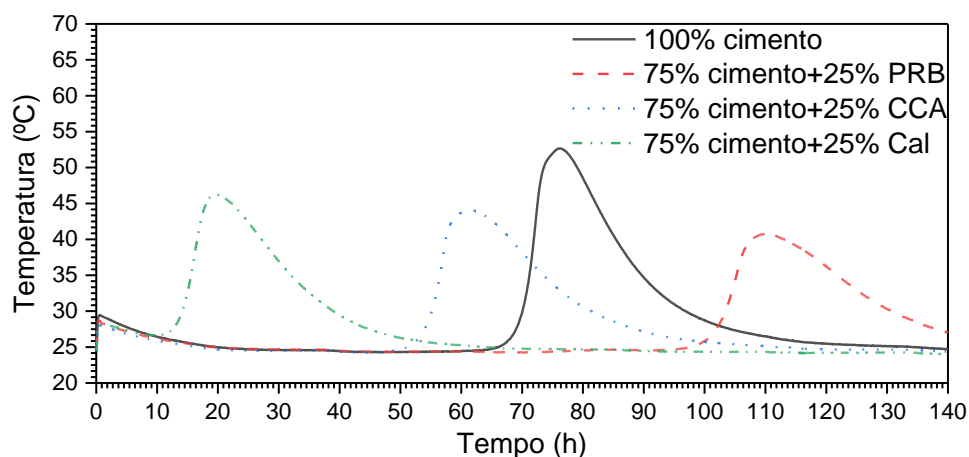
Parte desta aceleração das reações de hidratação pode ser atribuída ao efeito de nucleação, em função dos tamanhos de partícula da cal, algo semelhante àqueles atribuídos às adições de *filler* calcário em cimentos Portland (WANG *et al.*, 2018). Em

função da finura, são favorecidas a precipitação dos produtos de hidratação, o que acarreta na diminuição do tempo de indução e, conseqüentemente, no menor tempo de início de pega (IRASSAR, 2009). A reação de hidratação do cimento se inicia pela dissolução de íons cálcio (Ca^{2+}) e dos aluminatos e quanto maior a concentração destes íons e do tetra-hidroxi aluminato ($\text{Al}(\text{OH})_4^-$), maior será a velocidade de hidratação do cimento (GARCIA; DE OLIVEIRA; PANDOLFELLI, 2007). Neste sentido, com a maior concentração de íons cálcio, em decorrência da utilização de cal hidratada, há uma aceleração nas reações de hidratação.

4.3.2 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AEH sobre a calorimetria

Para as quatro diferentes proporções, foi verificado o efeito isolado de 0,50% de estabilizador de hidratação, a Figura 4-22 apresenta as curvas calorimétricas obtidas.

Figura 4-22: Efeito do aditivo estabilizador de hidratação aplicado em pastas sobre a calorimetria: 0,00% de AlAr, 0,50% de AEH e 0,00% de HPMC.



Fonte: O autor.

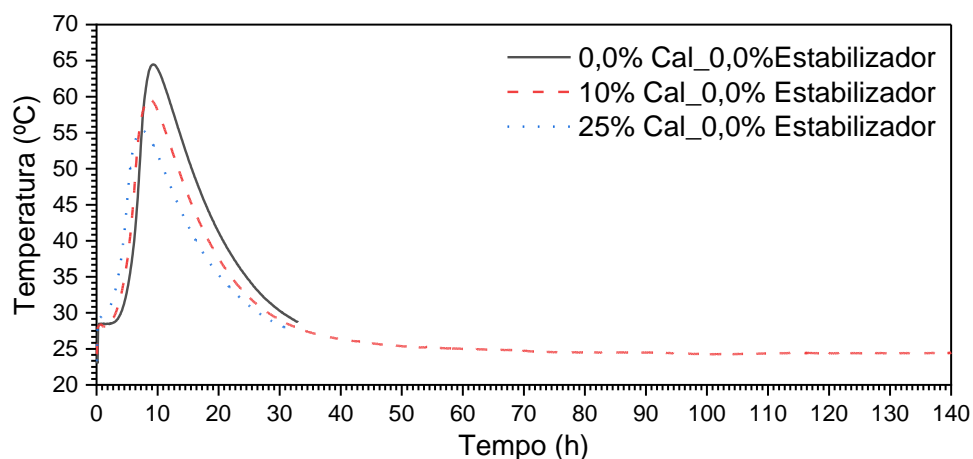
Verifica-se que o tipo de adição utilizada altera consideravelmente os tempos de pega. O tempo de início de pega para a mistura composta somente por cimento foi de 69,91 h. Pode-se afirmar que com a substituição do cimento por PRB, houve um potencial aumento da eficiência do aditivo inibidor de hidratação, proporcionando um tempo de estabilização de 101,88 h. Novamente, o tempo de início de pega, em função

do uso da cal, foi reduzido, apresentando um tempo de estabilização de 13,86 h. No caso da CCA, também houve uma redução no tempo de inibição, resultando em um tempo de início de pega de 54,48 h.

Como as dosagens dos aditivos foram realizadas sobre a massa total de finos presentes na mistura; para cada uma das 4 composições, a quantidade de aditivo absoluta se manteve constante. O aditivo estabilizador atua sobre os íons cálcio, dificultando a sua dissolução e, conseqüentemente, a precipitação, provocando o início da pega. Desta forma, pode-se compreender a razão pela qual houve um aumento de tempo de estabilização com a substituição parcial do cimento por PRB e uma redução deste tempo com a substituição parcial por cal hidratada.

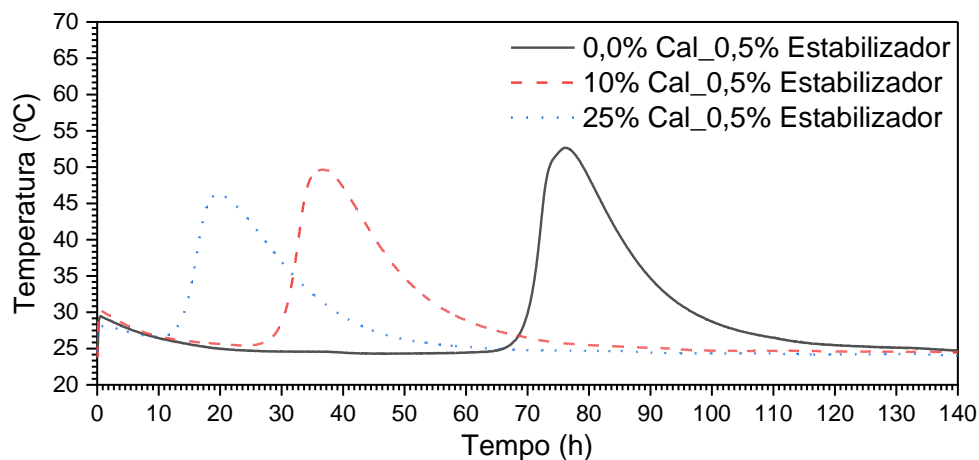
Com o objetivo de compreender os efeitos dos diferentes teores de AEH, analisou-se o efeito da variação do teor de cal em função de diferentes teores de aditivo. Além de 0,00 e 25,00% de cal, já analisados, avaliou-se também o teor de 10,00% de cal, com e sem aditivo estabilizador (0,00 e 0,50%), sendo as medidas apresentadas na Figura 4-23 e Figura 4-24. Neste primeiro caso, os tempos de pega reduziram com o aumento da concentração da cal hidratada, variando entre 5,48 e 3,46 h. Já com a utilização do AEH, Figura 4-24, observa-se que há uma redução contundente da eficiência do aditivo AEH, em função do aumento do teor de CH-I na mistura.

Figura 4-23: Efeito dos diferentes teores de cal hidratada sobre a calorimetria das pastas com 0,00% de AEH.



Fonte: O autor.

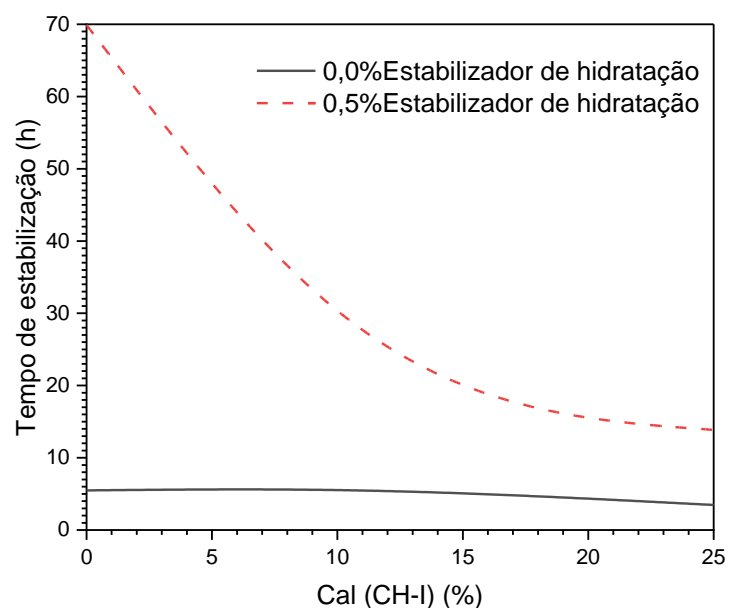
Figura 4-24: Efeito dos diferentes teores de cal hidratada sobre a calorimetria pastas com 0,50% de AEH.



Fonte: O autor.

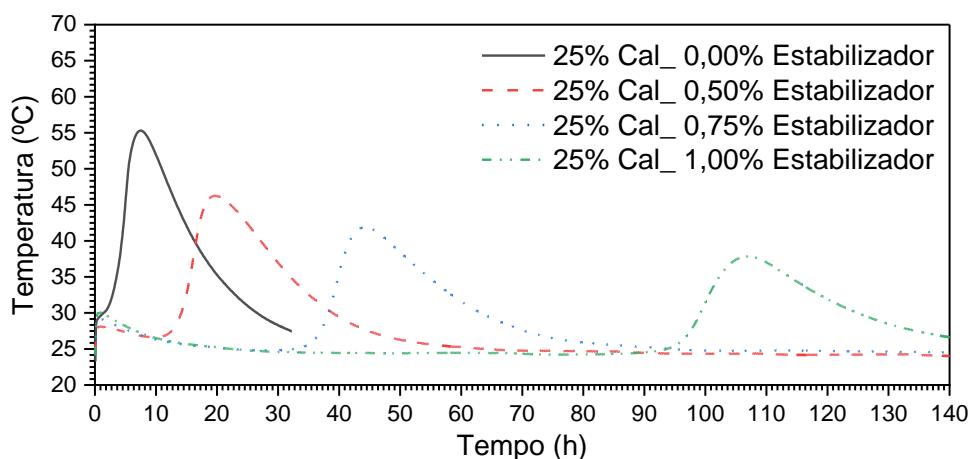
A Figura 4-25 ilustra o efeito do teor de adição de cal hidratada sobre os tempos de início de pega com e sem o uso do AEH. Para obter a correlação entre o tempo de estabilização e a quantidade de AEH, para uma pasta com cal e sem utilização da cal, foram utilizados diferentes teores de aditivo. A Figura 4-26 apresenta as curvas calorimétricas obtidas.

Figura 4-25: Tempos de início de pega em função do teor de cal com e sem estabilizador de hidratação.



Fonte: O autor.

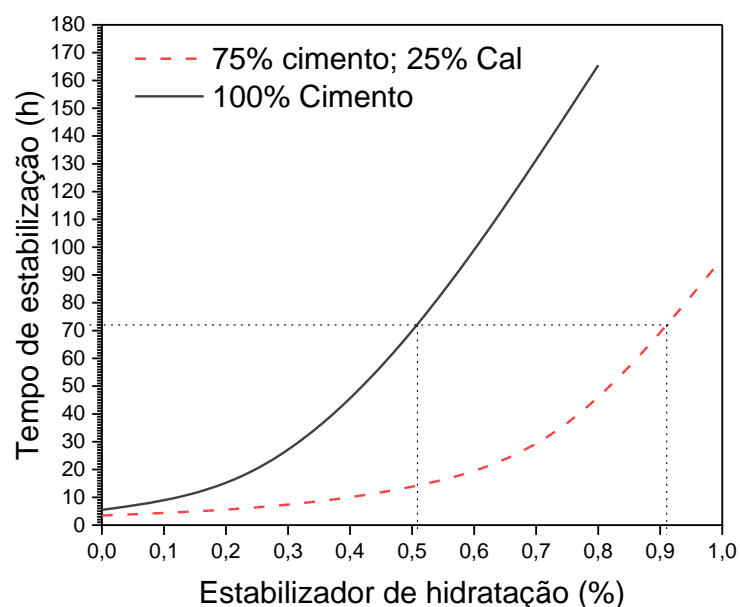
Figura 4-26: Calorimetria variando o teor de AEH em função do uso da cal.



Fonte: O autor.

As curvas de tempo de início de pega em função do teor de AEH para o traço de referência, composto por 100% de cimento e para o traço que possui 25% de cal hidratada, são apresentadas na Figura 4-27.

Figura 4-27: Análise do tempo de estabilização em função do teor de AEH para pastas de cimento e cimento e cal.



Fonte: O autor.

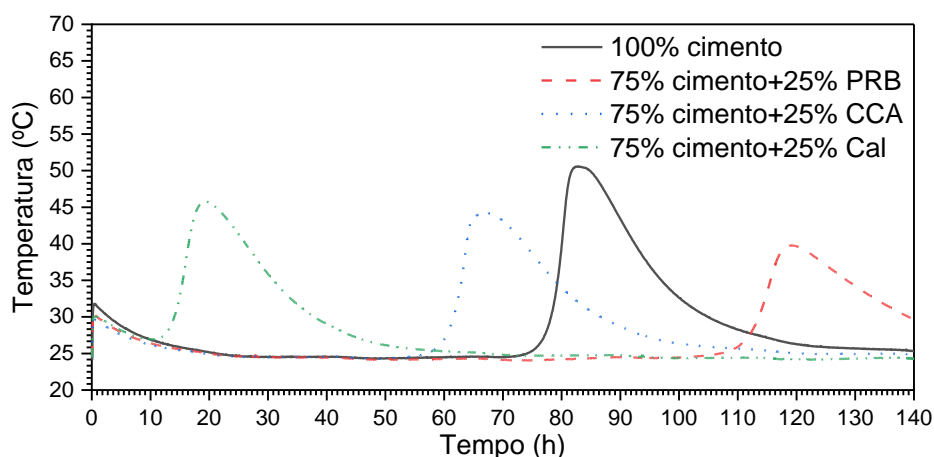
É possível inferir que para uma pasta contendo 25% de cal hidratada, em relação a uma pasta contendo 100% de cimento CP II-Z-40, é necessário a utilização de teores substancialmente superiores de AEH. Considerando-se um tempo de

estabilização de 72 h, para a pasta de referência, é necessário um teor de 0,51% de AEH e para a pasta contendo cal, 0,91%, um aumento de consumo de 78% de aditivo.

4.3.3 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AEH e da interação com o AIAr e com HPMC sobre a calorimetria.

Com a adição do AIAr juntamente como o AEH, pode-se observar que nas misturas 100% cimento e nas misturas contendo CCA e PRB, o AIAr colaborou com o tempo de estabilização. O mesmo efeito não foi observado na mistura contendo cal, como pode ser observado na Figura 4-28.

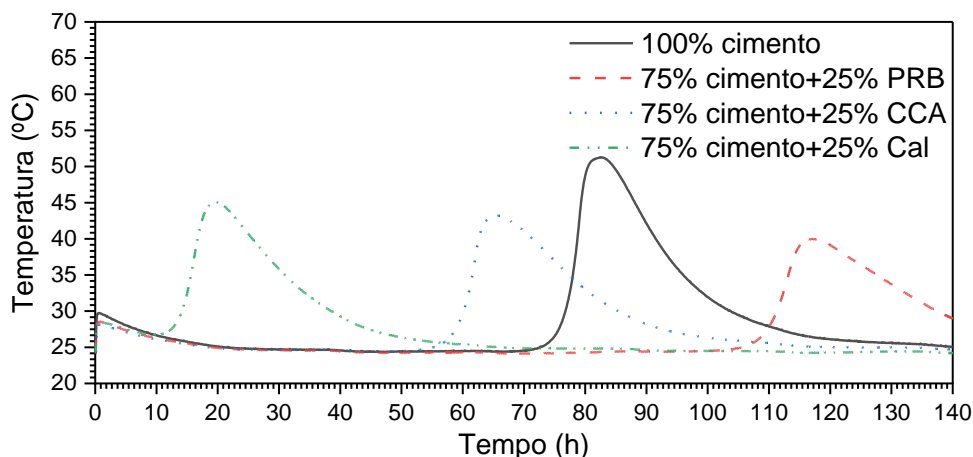
Figura 4-28: Análise do efeito do uso de AEH (0,50%), AIAr (0,10%) e sem HPMC (0,00%) sobre a calorimetria.



Fonte: O autor.

A fim de se verificar o efeito do aditivo HPMC sob o desenvolvimento das reações de hidratação iniciais, conjuntamente com o AEH, observa-se na Figura 4-29 que o comportamento é semelhante ao obtido com a adição do aditivo incorporador de ar.

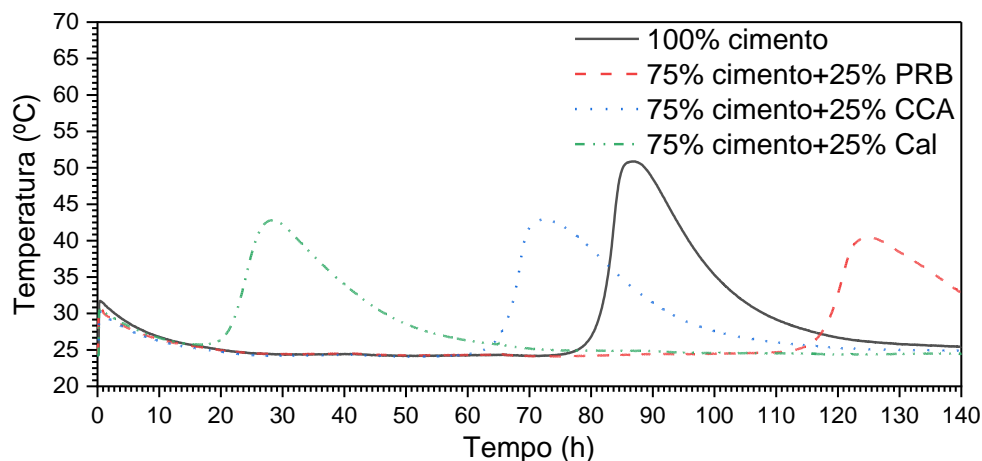
Figura 4-29: Análise do efeito do AEH (0,50%), sem AIAr (0,00%) e o aditivo HPMC (0,10%) sobre a calorimetria.



Fonte: O autor.

Assim, buscando-se compreender a interação entre os três aditivos, a Figura 4-30 apresenta as curvas calorimétricas relativas as pastas contendo 0,50% de AEH, 0,10% AIAr e 0,10% de HPMC. Torna-se possível verificar que há uma interação entre os diferentes aditivos.

Figura 4-30: Análise do efeito dos aditivos AIAr (0,10%), AEH (0,50%) e HPMC (0,10%) sobre a calorimetria.

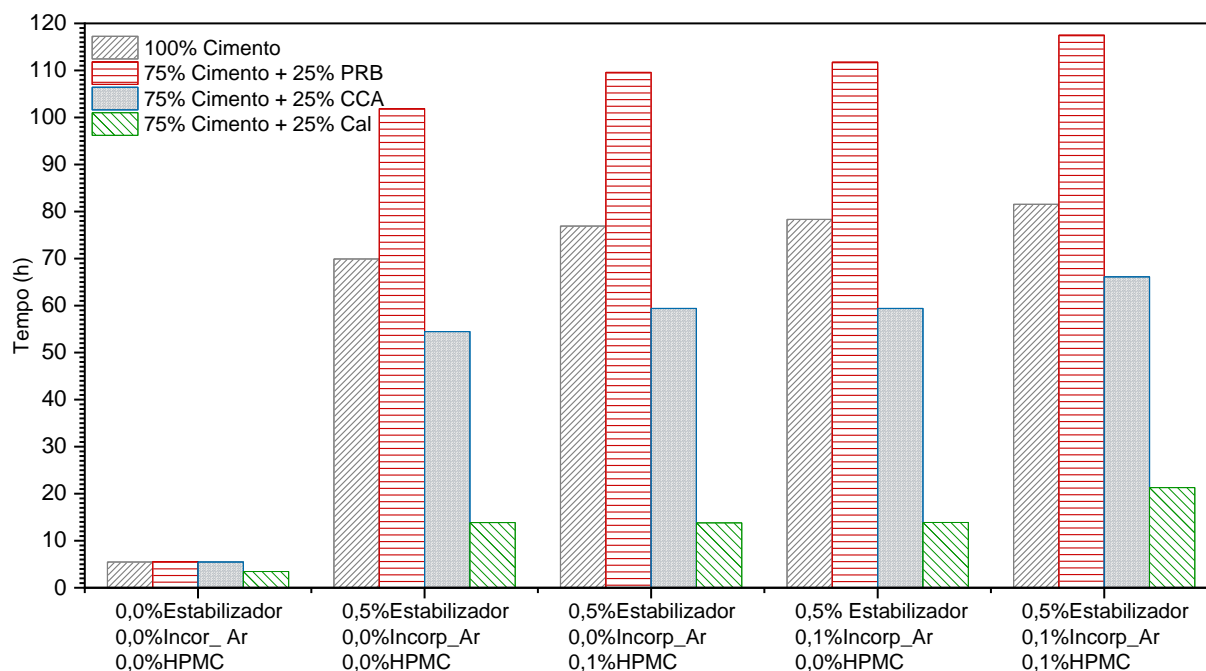


Fonte: O autor.

Na Figura 4-31, apresenta-se de forma simplificada os efeitos sobre os tempos de início de pega em função das diferentes relações entre os aditivos AEH, AIAr e HPMC. Fica evidente que há uma influência consistente da presença de cal nos tempos de estabilização. Além disso, pode-se observar que o uso dos aditivos HPMC

e AIAr, nos teores estudados, não provoca grandes alterações nos tempos de início de pega.

Figura 4-31: Análise comparativa dos tempos de início de pega para as diferentes composições estudadas.



Fonte: O autor.

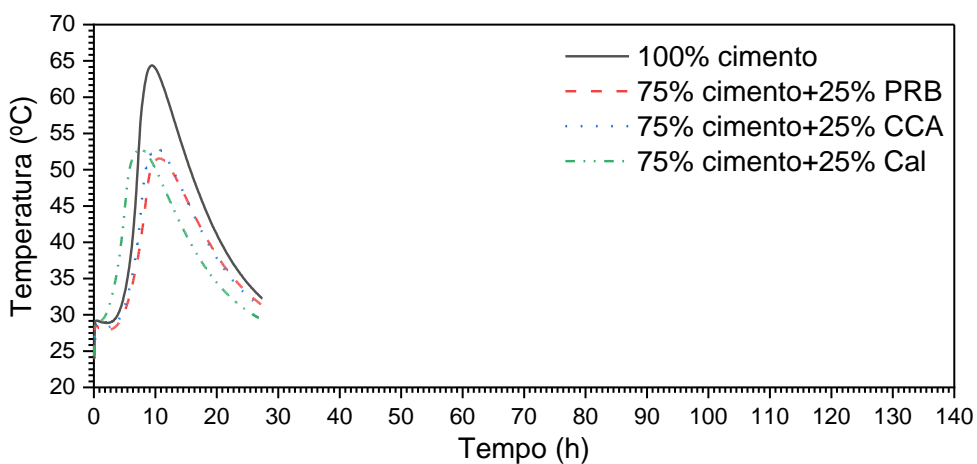
Observa-se que apesar das variações dos teores de AIAr de ar (0,00 – 0,10%) e do aditivo HPMC (0,00 – 0,10%) provocarem alterações no tempo de estabilização, nestas faixas de uso, demonstra-se que o AEH (0,50%) é quem governa os tempos de uso.

4.3.4 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AIAr sobre a calorimetria.

Ressalta-se neste ponto da análise experimental que o aditivo incorporador de ar (AIAr) utilizado de forma individualizada na mistura, não foi capaz de apresentar incrementos nos tempos de pega. Pode-se observar que não há grandes deslocamentos das curvas calorimétricas em relação à composição e o teor de aditivo analisado. Este fato indica que os incrementos no tempo de estabilização em função do uso do AIAr são resultantes da interação dos aditivos e/ou de seus efeitos. As

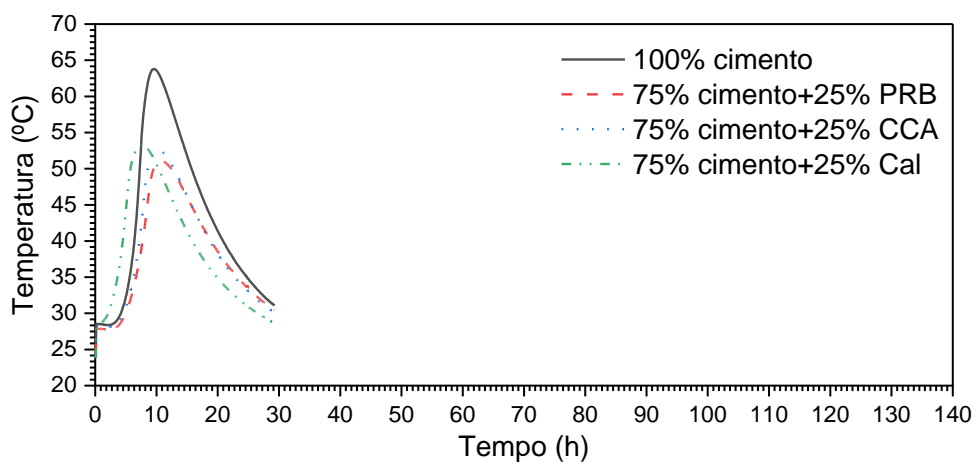
Figura 4-32 e Figura 4-33, apresentam as curvas calorimétricas em função do uso do AlAr. E na Figura 4-34, pode-se observar o efeito do teor de AlAr sobre o tempo de pega em função das diferentes pastas analisadas.

Figura 4-32: Análise do efeito do uso de 0,10% de teor de AlAr, sem AEH (0,00%) e sem aditivo HPMC (0,00%) sobre a calorimetria.



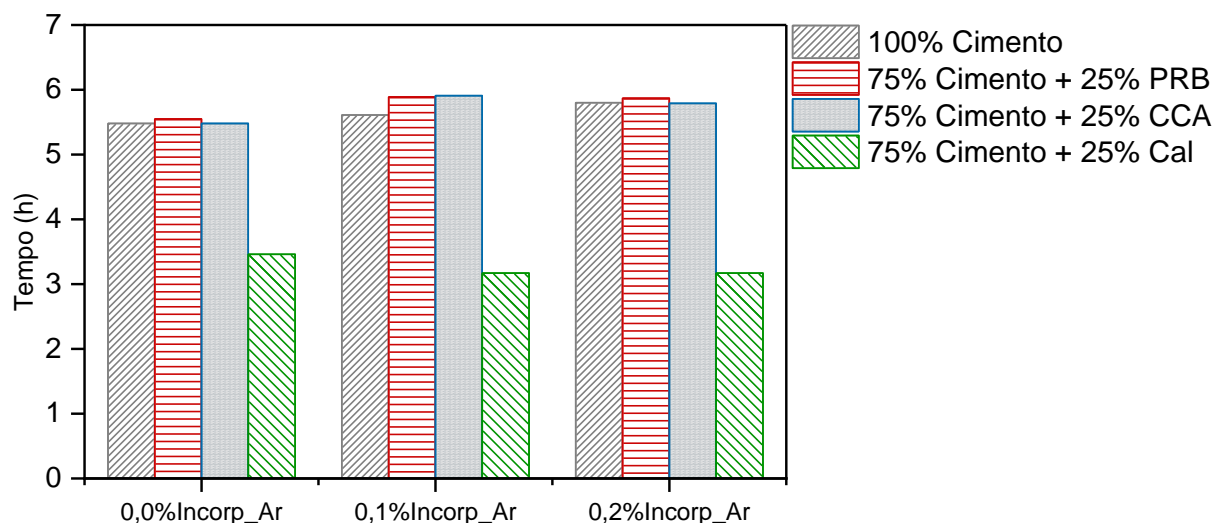
Fonte: O autor.

Figura 4-33: Análise do efeito do uso de 0,20% de teor de AlAr, sem AEH (0,00%) e sem aditivo HPMC (0,00%) sobre a calorimetria.



Fonte: O autor.

Figura 4-34: Tempos de início de pega em função dos teores de AlAr (0,00, 0,10 e 0,20%).



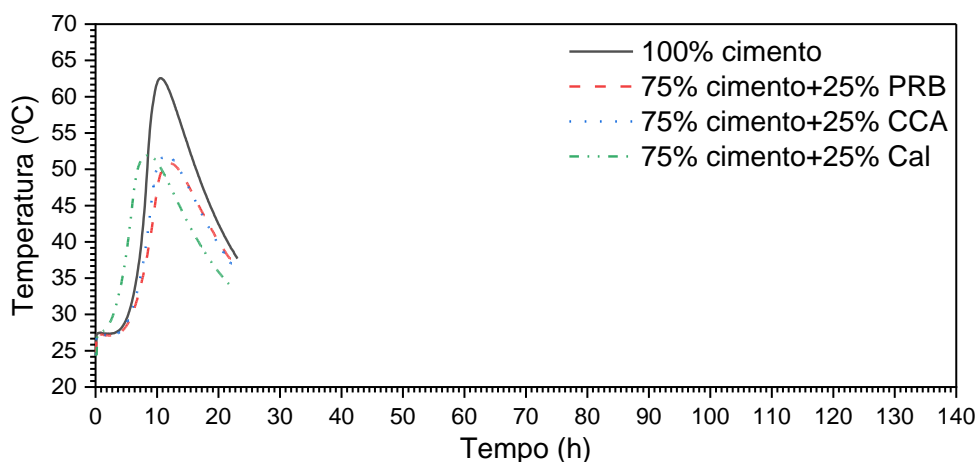
Fonte: O autor.

Conclui-se que o AlAr utilizado de forma isolada, respeitando-se os limites indicados pelo fabricante (até 0,20%), não é capaz de produzir grandes variações nos tempos de início de pega das composições minerais analisadas.

4.3.5 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do aditivo HPMC sobre a calorimetria

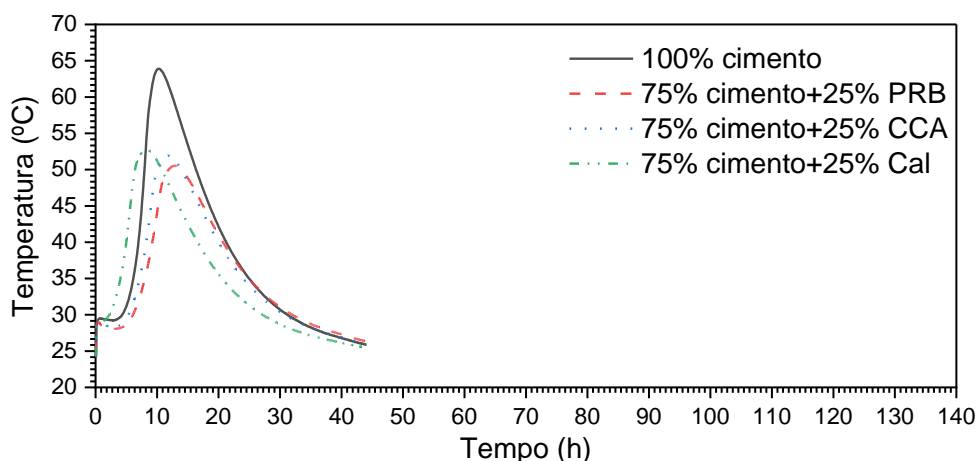
Os efeitos isolados do uso do aditivo HPMC foram analisados com base no aumento da retenção de água no estado fresco e em função da sua microestrutura polimérica, de efeito inibidor ou retardador de pega. Neste sentido, diferentes proporções foram analisadas para compreender os seus efeitos em materiais cimentícios, em função das diferentes adições de finos propostas. O comportamento geral das reações de hidratação com a utilização do HPMC, nos teores estudados, apresentou uma tendência de aumento no tempo de pega entre os teores de 0,00 e 0,10%, sendo que o mesmo comportamento não se manteve com a mesma intensidade ao aumentar o teor de 0,10 para 0,20%. Estes comportamentos podem ser observados nas Figura 4-35 e Figura 4-36.

Figura 4-35: Calorimetria em função do das diferentes adições com a utilização de 0,10% de aditivo HPMC, sem o aditivo estabilizador (0,00%) e sem aditivo incorporador de ar (0,00%).



Fonte: O autor.

Figura 4-36: Calorimetria em função do das diferentes adições com a utilização de 0,20% de aditivo HPMC, sem o aditivo estabilizador (0,00%) e sem aditivo incorporador de ar (0,00%).

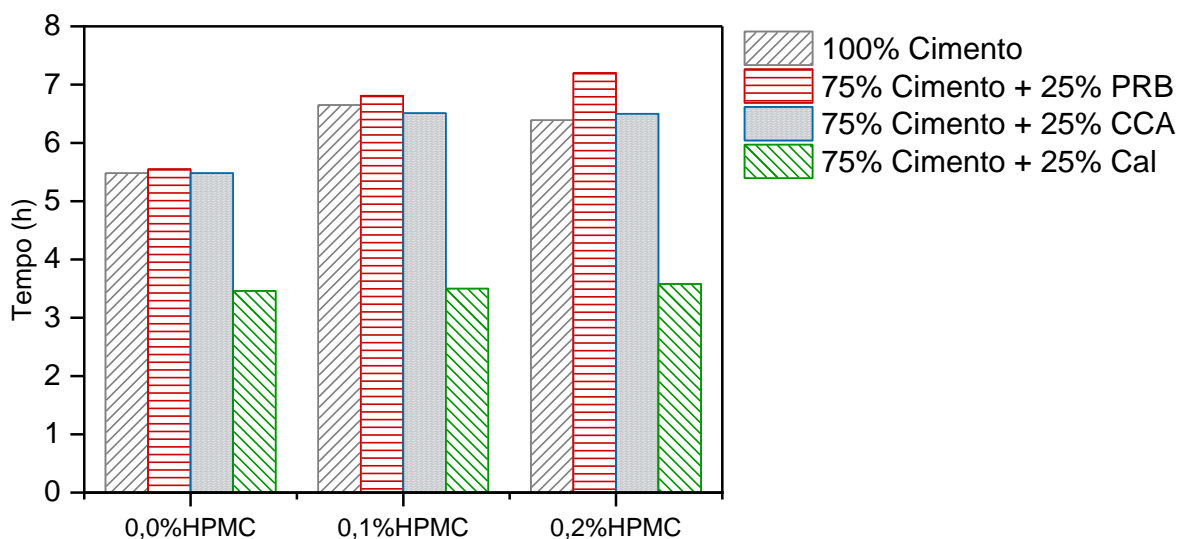


Fonte: O autor.

Além do efeito sobre o tempo de pega, observa-se também uma redução na temperatura máxima, comportamento que se deve provavelmente pela forma com que o HPMC interage com o ligante, dificultando o contato da água com os sólidos finos. Neste sentido, as reações ocorrem mais lentamente, não alcançando os mesmos níveis de temperatura observados nas pastas de referência.

Comparativamente para as pastas compostas puramente com cimento Portland, a Figura 4-37 revela que o aumento do teor de HPMC provoca atrasos no tempo de início de pega.

Figura 4-37: Tempos de pega relativos ao uso do aditivo HPMC (0,00, 0,10, e 0,20%) em função das adições analisadas.



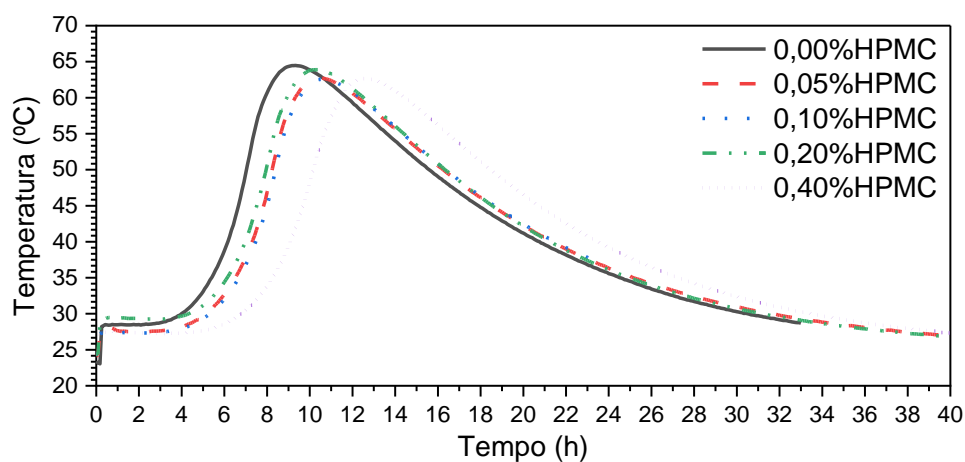
Fonte: O autor.

O comportamento geral observado em função do aumento do teor de HPMC, gerando maiores tempos de início de pega, não foi observado da mesma forma em pastas produzidas com cal. Neste sentido, foi realizado um estudo específico com diferentes teores de HPMC, visando estabelecer um estudo com maior número de pontos.

As

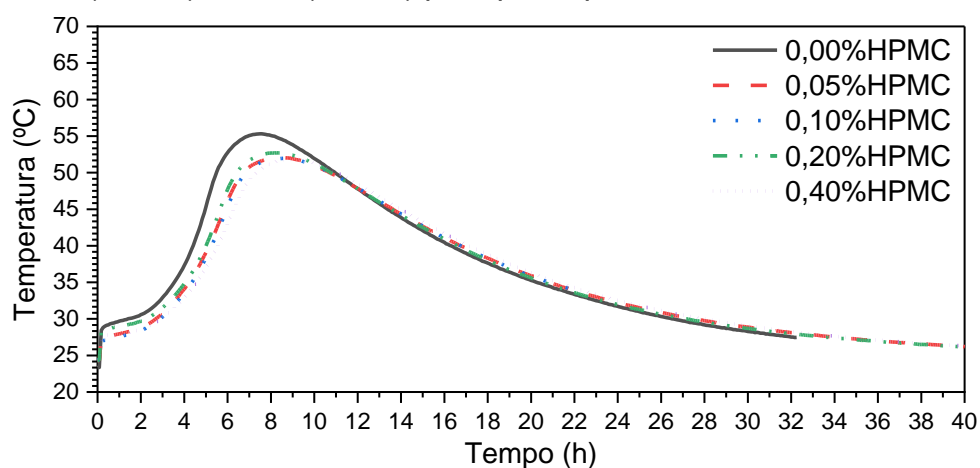
Figura 4-38, Figura 4-39 e a Figura 4-40 apresentam os resultados para as proporções até 0,10% de HPMC, as quais não provocam retardos expressivos no tempo de pega. No entanto, em proporções maiores, pode-se observar alterações relevantes. No caso da pasta composta por 25% de cal, nas proporções analisadas, não foi possível verificar o mesmo comportamento.

Figura 4-38: Calorimetria: análise do efeito da adição de HPMC (0,00 a 0,40%), sem AEH (0.00%) e AIAr (0,00%) para pasta produzida apenas com CII-Z-40 (100% Cimento).



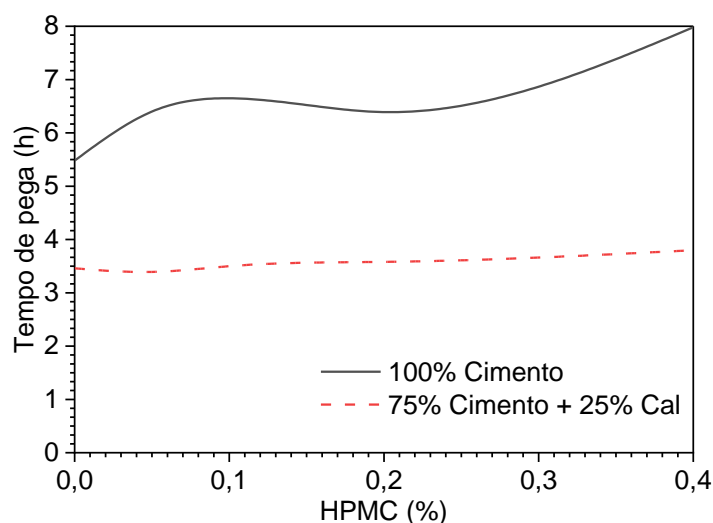
Fonte: O autor.

Figura 4-39: Calorimetria: análise do efeito da adição de HPMC (0,00 a 0,40%), sem AEH (0.00%) e AIAr (0,00%) para pasta produzida com 75% de CII-Z-40 e 25% Cal.



Fonte: O autor.

Figura 4-40: Tempo de pega para pastas 100% cimento e 25% Cal com 75% cimento em função de diferentes teores de HPMC (0,00% EAH e 0,00% AIAr).



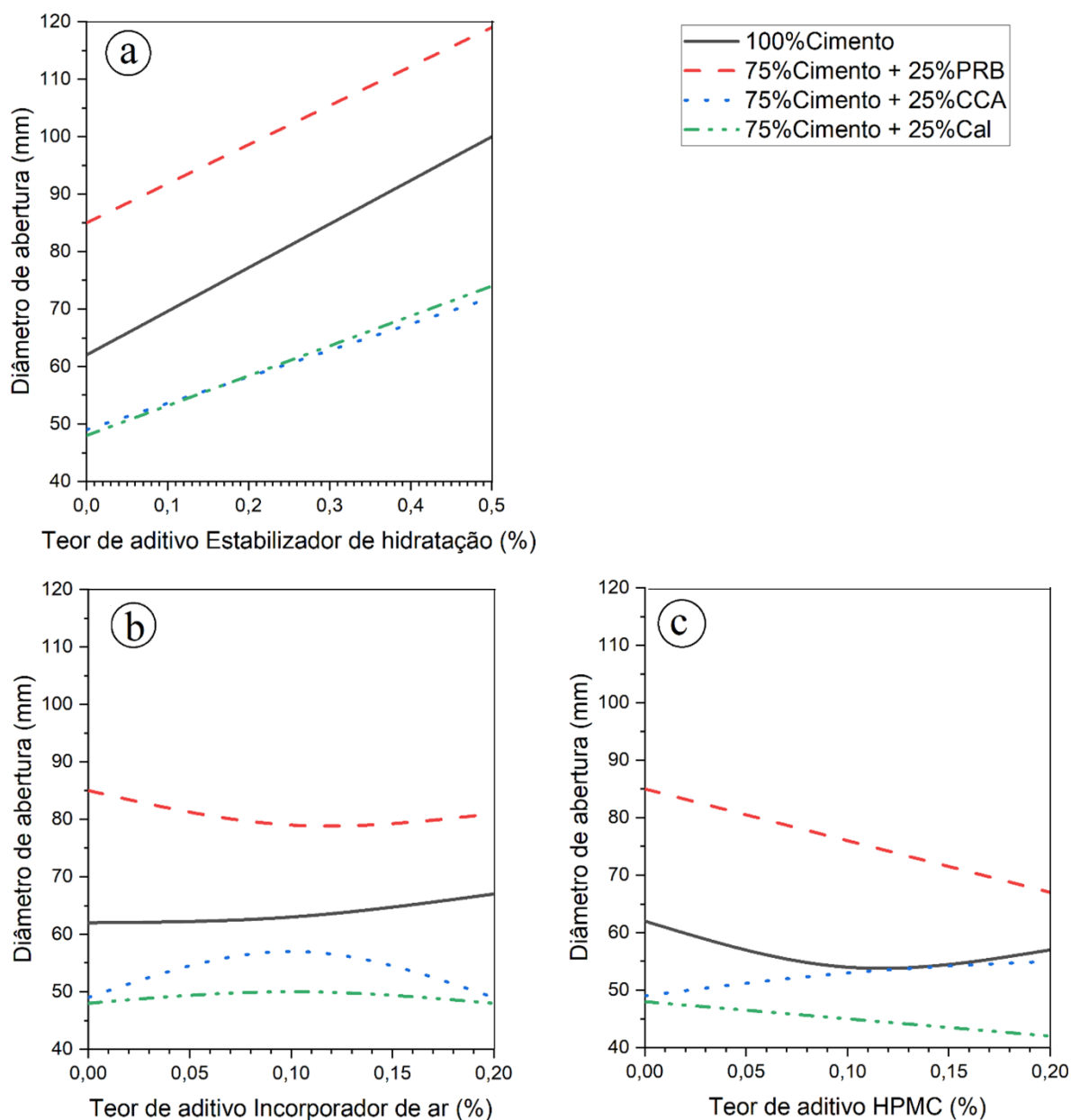
Fonte: O autor.

De forma individualizada, tanto a cal como o aditivo HPMC são capazes de provocar atrasos nos tempos de início de pega. No entanto, quando utilizados de forma conjunta, os efeitos não se somam. Desta forma, pode-se afirmar que o uso da cal reduz o tempo de início de pega e que, neste caso, o uso do HPMC não é capaz de ampliar esse tempo de pega.

4.3.6 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) e dos aditivos sobre a fluidez das pastas estudadas sobre a calorimetria.

Observou-se a partir do ensaio de mini-slump uma grande variação na fluidez das pastas em função das substituições minerais propostas, bem como em função dos aditivos. A Figura 4-41 – a, evidencia a melhora da fluidez de todas as pastas em função do teor de AEH, indicando que este aditivo também possui efeito plastificante. Conforme pode ser observado na Figura 4-41 – c, o aditivo HPMC possui função espessante, e atua conforme esperado na maioria das composições minerais analisadas. No entanto, para os estudos realizados em pastas, não foi possível atribuir um comportamento típico com a utilização do AIAr, conforme mostra a Figura 4-41 – b.

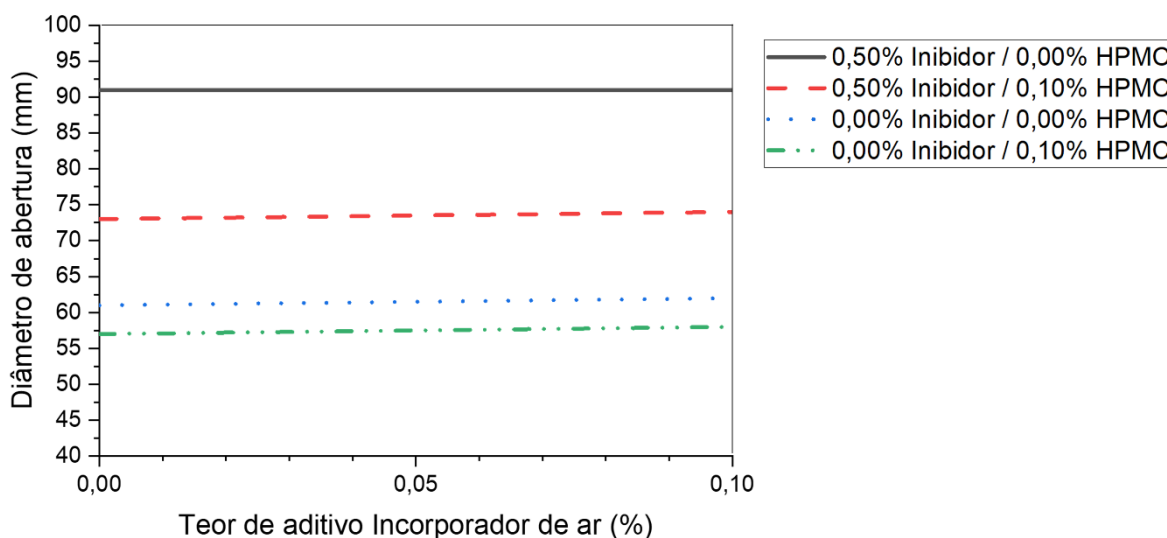
Figura 4-41: Efeitos dos AEH (a), AIAr (b) e HPMC (c) sobre a fluidez das pastas (mini-slump).



Fonte: O autor.

O comportamento das pastas em função do teor de aditivo incorporador de ar não apresentou interação com os demais aditivos (Figura 4-42). No caso das demais interações analisadas, não foi possível perceber alterações no comportamento da fluidez das pastas.

Figura 4-42: Comportamento médio das pastas em função do AIAr.



Fonte: O autor.

Percebe-se que o AIAr, nos teores utilizados, não foi capaz de modificar a fluidez das pastas sendo que o AEH aumentou a fluidez das pastas e o HPMC, como esperado, reduziu a fluidez das pastas analisadas.

4.4 RESULTADOS OBTIDOS NAS ARGAMASSAS ESTUDADAS - ETAPA EXPERIMENTAL "D"

Nesta etapa experimental, a matriz de análises de efeitos composicionais desenvolvida na etapa anterior, foi refinada e o estudo realizado também com argamassas para, assim, tornar-se possível comparar e discutir os resultados do sistema composicional de interesse.

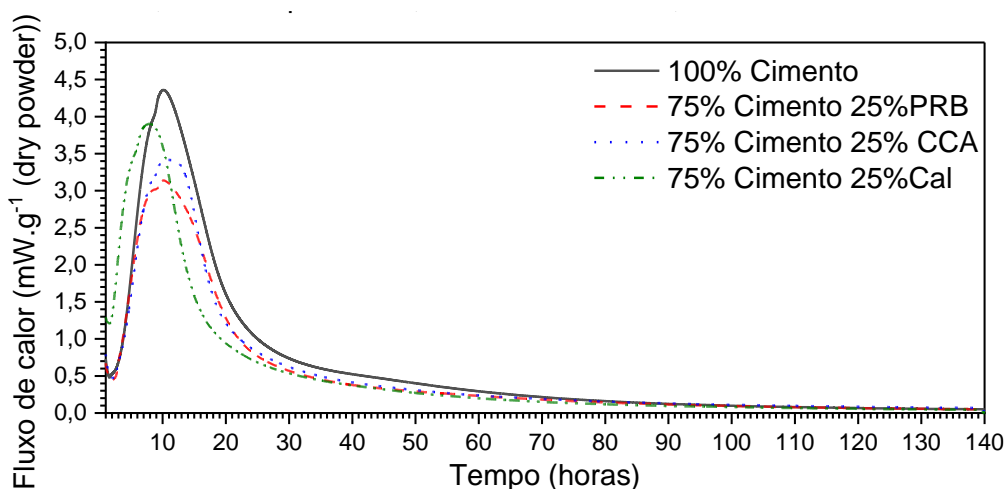
4.4.1 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AIAr e AEH aplicado na calorimetria isotérmica TAM

Nas Figura 4-43 e Figura 4-44 são apresentados os perfis das curvas calorimétricas realizados na calorimetria isotérmica. Neste procedimento de ensaio, foram seguidos os parâmetros padrão de temperatura e de mistura, cabendo salientar que neste caso, não foi analisada a variação de temperatura, mas sim a energia envolvida nas reações de hidratação. Desta forma, foram observadas diferenças nos

tempos de início de pega entre os dois ensaios de calorimetria, pois a variação de temperatura do ambiente, o tamanho da amostra e a constante temperatura da amostra alteram a cinética das reações.

Observa-se na Figura 4-43 que o comportamento registrado na calorimetria semi-adiabática também foi observado neste caso, revelando uma antecipação do tempo de pega em função da adição de cal hidratada sem grande alteração no tempo em função das demais adições minerais.

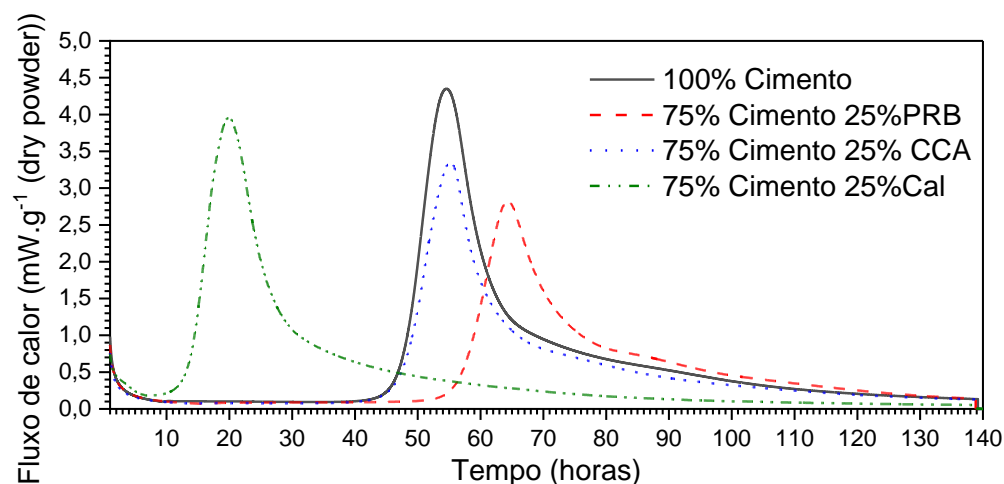
Figura 4-43: Calorimetria isotérmica (TAM Air) nas composições propostas sem uso de aditivos (0,00% AIAr, 0,00% AEH e 0,00% HPMC).



Fonte: O autor.

Em relação a Figura 4-44, observa-se que houve uma alteração no padrão da calorimetria semi-adiabática. Pois, anteriormente, o uso de cinza de casca de arroz propiciava uma redução no tempo de estabilização em relação à amostra com 100% de cimento Portland. Já, neste caso, na calorimetria isotérmica, possivelmente pelo tamanho da amostra, este comportamento não foi observado. Contudo, ressalta-se que os demais comportamentos se mantiveram conforme resultados anteriores obtidos no sistema de medição semi-adiabático.

Figura 4-44: Calorimetria isotérmica (TAM Air) nas composições propostas com uso de aditivos incorporador de ar e estabilizador de hidratação (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC).



Fonte: O autor.

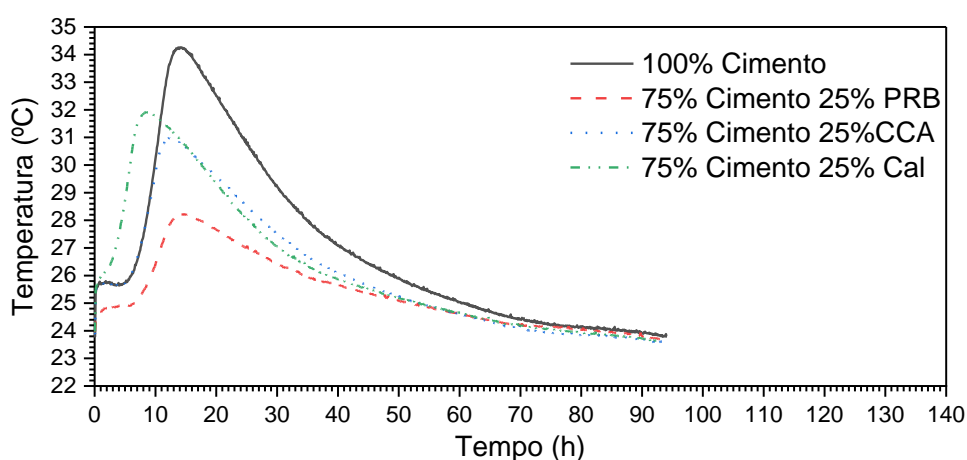
4.4.2 Efeito das adições (25% de PRB, 25% CCA e 25% Cal) em função do AIAr e AEH aplicado em argamassas sobre a calorimetria.

Considerando os principais efeitos analisados, foram preparadas argamassas com areia fina, de origem quartzosa utilizada pela indústria local. A proporção entre ligantes e agregados miúdos utilizada foi de 1:5 em massa, seguindo a proporção utilizada pela empresa parceira e comumente citada na literatura da área de conhecimento. A relação água/cimento foi determinada previamente por meio do índice de consistência, sendo 230 mm o mínimo para as diferentes composições de finos. Desta forma, adotou-se na produção das argamassas, uma relação água/cimento de 1,1. Cabe salientar que o valor de resistência final não foi o foco desta análise, mas sim o comportamento da argamassa. Além disso, foi considerado o valor da massa de finos como o total de ligantes, sendo a composição e proporção de finos e aditivos analisada nas pastas aplicada igualmente nas argamassas preparadas.

Utilizando-se somente AEH combinado com AIAr, na proporção de 0,50 e 0,10% em relação à massa de cimento, na Figura 4-45 pode-se observar que a composição de finos interfere tanto do tempo de início e fim de pega, quanto nas temperaturas desenvolvidas. O tempo de início de pega da argamassa com adição de cal foi consideravelmente menor do que as demais argamassas, 3,10 h. Os demais

tempos de início de pega foram 7,18, 7,36 e 6,18 h para as argamassas com 100% de cimento, 25% de PRB e 25% de CAA, respectivamente. Em relação às pastas com as mesmas composições de finos, os tempos de início de pega obtidos para as argamassas foram superiores mesmo sem a utilização de aditivos. Observa-se ainda um acréscimo de 31% para 100% de CII-Z-40, 32% para composição com adição de PRB e 13% para a argamassa com CCA. Apenas a argamassa, produzida com adição de CH-I apresentou um tempo menor (redução de 11%).

Figura 4-45: Calorimetrias de argamassas preparadas sem utilização de aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).



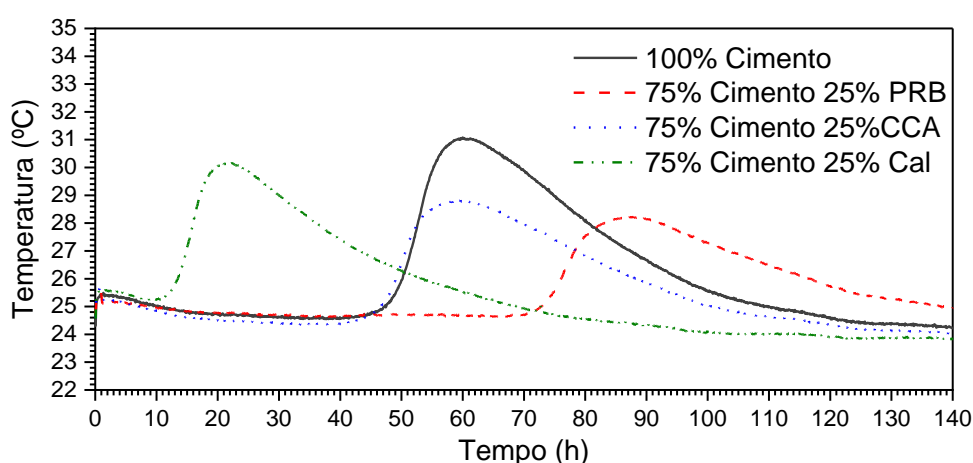
Fonte: O autor.

Já para as argamassas produzidas com AIAr e AEH, as curvas calorimétricas são apresentadas na Figura 4-46. Observa-se que a argamassa com a utilização de CH-I, apresentou o menor tempo de estabilização e a argamassa com adição de PRB, apresentou o maior tempo de estabilização, assim como nas pastas. No caso das argamassas preparadas somente com CII-Z-40 e com adição de CCA, os tempos de estabilização observados apresentaram pouca variação.

Os tempos de início de pega das argamassas com aditivos foram 13,07 h com adição de cal; 46,58 h com adição de CCA; 73,12 h com adição de PRB e 48,74 h sem adição (100% CII-Z-40). Os tempos observados para as pastas com os mesmos teores de aditivos e composições minerais caracterizam um comportamento semelhante. No entanto, os tempos de estabilização em pastas foram superiores aos obtidos em argamassas. Em função dos tempos observados em pastas, para as argamassas, houve uma redução de 38% sem adições, 35% com adição de PRB,

24% com adição de CCA e 6% com a adição de CH-I. Estes resultados demonstram que para a compreensão das interações entre as composições e os diferentes aditivos e seus teores, o uso da calorimetria semi-adiabática em pastas sinalizou os efeitos observados no sistema composicional das argamassas preparadas. No entanto, para estabelecer os teores ideais de dosagem, das argamassas estabilizadas, fizeram-se necessários estudos específicos com os sistemas composicionais das argamassas de interesse.

Figura 4-46: Calorimetrias das argamassas preparadas com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC)



Fonte: O autor.

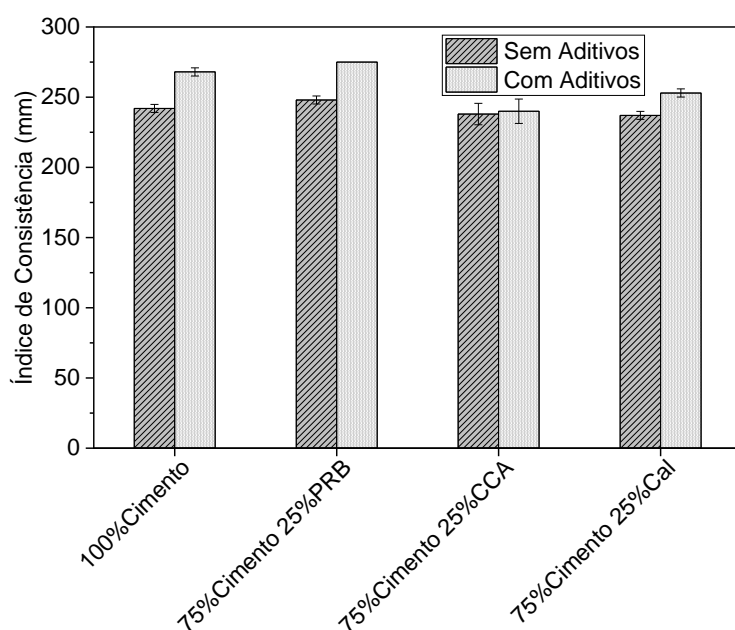
O comportamento observado nas argamassas assemelha-se aos registrados nos ensaios com pastas. Os tempos de estabilização das argamassas compostas somente com CII-Z-40 (100% Cimento) e as pastas com adição de CCA (25%) e Cal (25%) apresentaram tempos muito próximos aos tempos observados na calorimetria isotérmica. Já a composição mineral com 25% de PRB apresentou o mesmo comportamento, porém com tempo de estabilização maior na argamassa.

4.4.3 Avaliação do índice de consistência

Os índices de consistência obtidos são apresentados graficamente na Figura 4-47. Pode-se observar a semelhança de comportamento entre as pastas e as argamassas com a mesma composição de finos e de aditivos (ver Figura 4-41). Como esperado, a intensidade de ganho ou perda de trabalhabilidade foi menor nas

argamassas, devido ao fato da menor parcela, proporcional, de finos nas argamassas (100% nas pastas para 20% nas argamassas, em massa). Observa-se também um aumento da consistência das argamassas com o uso do aditivo incorporador de ar e do inibidor de hidratação. Nas argamassas preparadas com cinza de casca de arroz, esse acréscimo de fluidez ficou pouco evidente. Esta tendência de redução do efeito plastificante da mistura também foi observada na pasta com CCA e AEH.

Figura 4-47: Índices de consistência obtidos para as argamassas (1 (finos) / 5 (areia); a/c=1,1) com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC) e sem aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).



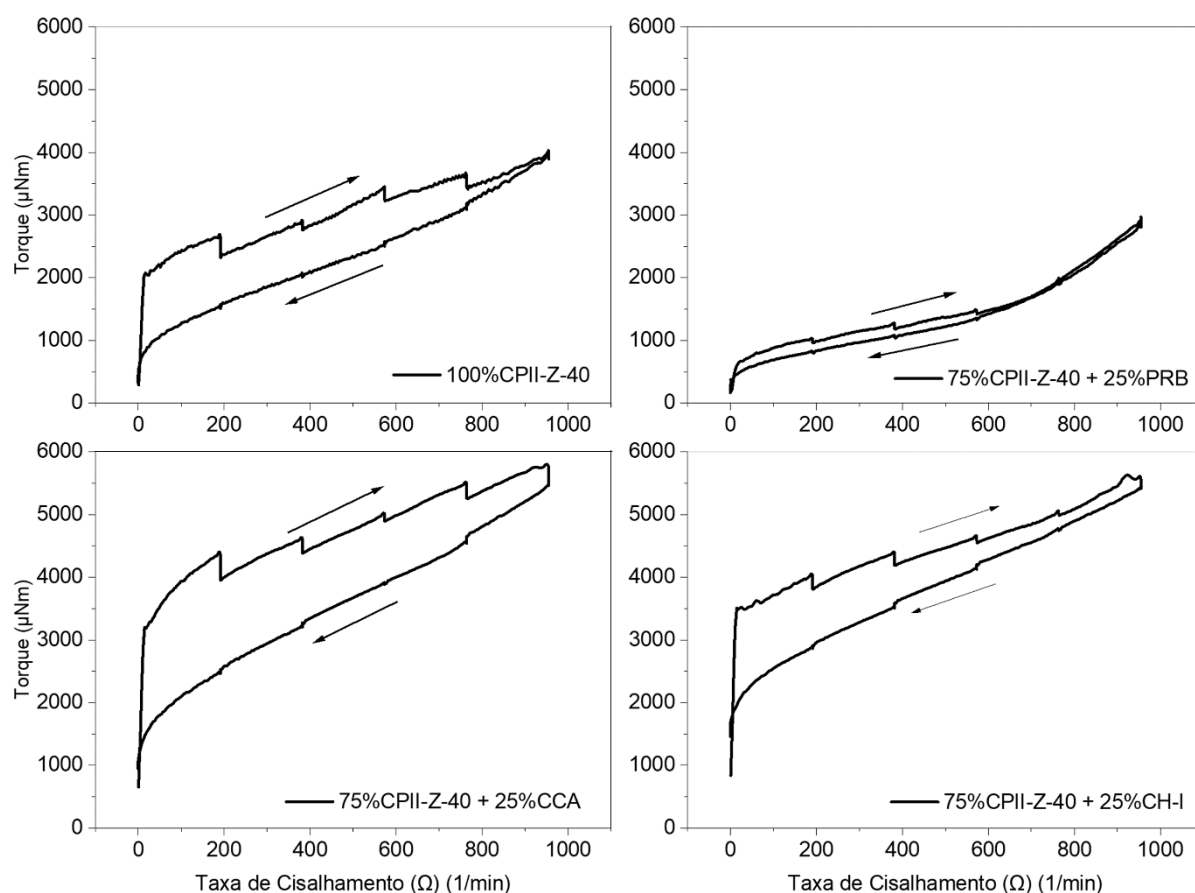
Fonte: O autor.

4.4.4 Caracterização do comportamento reológico das pastas e argamassas estudadas

Em função das reometrias realizadas com as pastas e argamassas, foram traçadas as curvas de fluxo. Tanto para as pastas como para as argamassas, foram utilizadas 4 composições de finos (100% CP-II-Z-40; 75% CII-Z-40 + 25% PRB; 75% CII-Z-40 + 25% CCA; e 75% CII-Z-40 + 25% CH-I) e 2 diferentes composições de aditivos (0,00% AEH + 0,00% AIAr + 0,00% HPMC e 0,50% AEH + 0,10% AIAr + 0,00% HPMC). Para as pastas, foi adicionado apenas água, considerando uma relação água/finos de 0,50. No caso das argamassas, foi adicionado o agregado

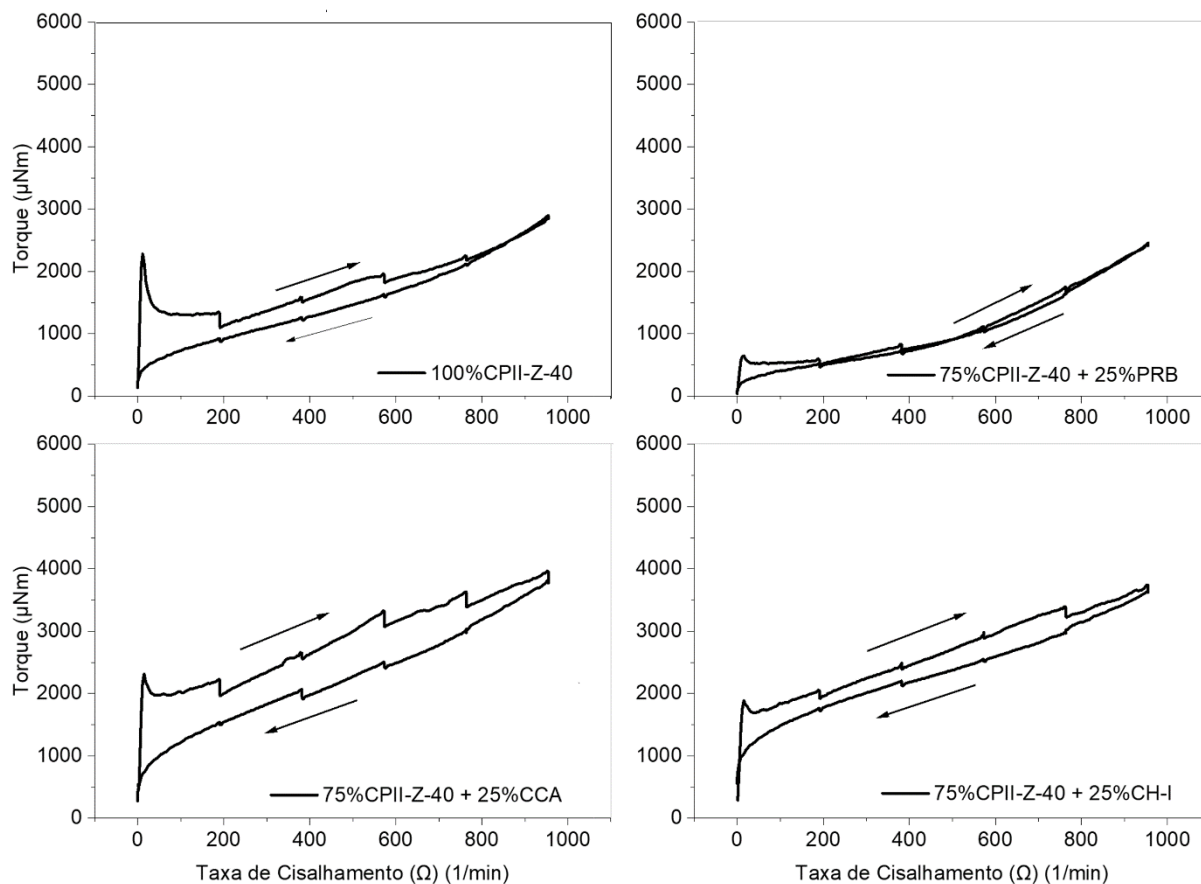
miúdo, considerando um traço de 1:5 em massa (finos:agregado). A inserção do agregado miúdo, considerado uma areia fina, gerou uma maior demanda de água; desta forma, foi necessário utilizar uma relação água/finos de 1,10. A Figura 4-48 apresenta as curvas de fluxo obtidas no ensaio de reometria para as pastas sem a utilização de aditivos. A Figura 4-49 apresenta as curvas de fluxo de pastas, considerando a adição dos aditivos (0,50%AEH + 0,10%AIAr). Observa-se que com a utilização dos aditivos, há uma redução do torque necessário para as taxas de cisalhamento utilizadas.

Figura 4-48: Curvas de fluxo de Pastas sem aditivos (a/c=0,50): 0,00% EAH, 0,00%AIAr e 0,00%HPMC.



Fonte: O autor.

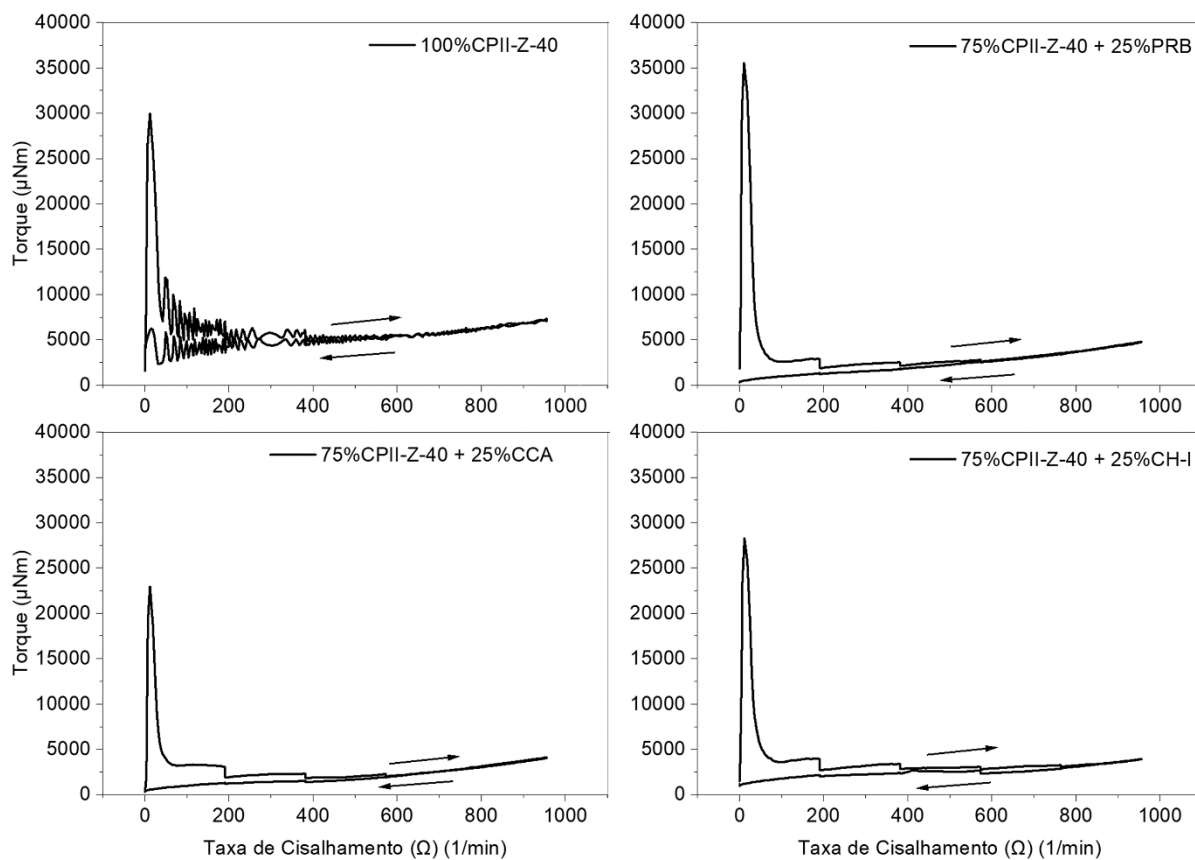
Figura 4-49: Curvas de fluxo de Pastas com aditivos (a/c=0,50): 0,50% EAH, 0,10%AlAr e 0,00%HPMC.



Fonte: O Autor.

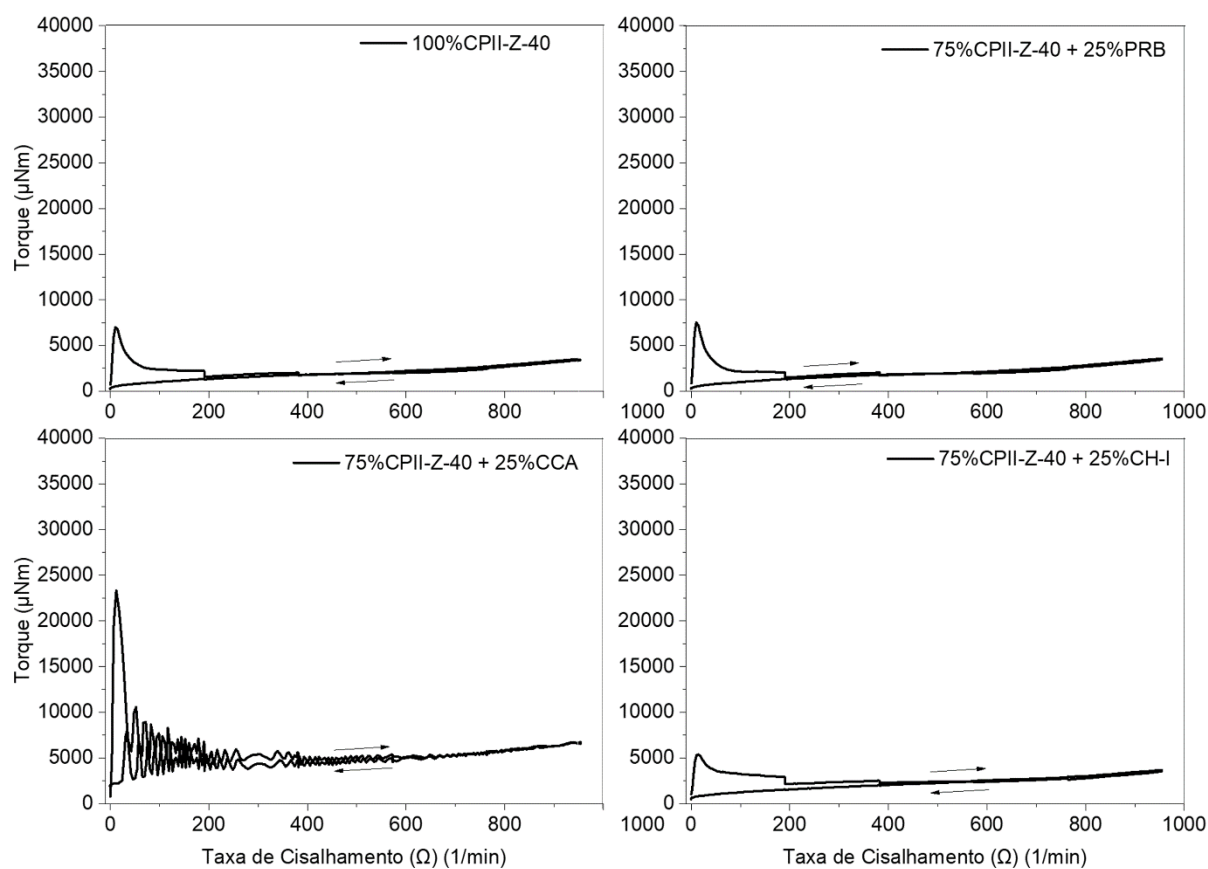
A partir da análise da Figura 4-50, curvas de fluxo obtidas para as argamassas sem a utilização de aditivos e da Figura 4-51, curvas de fluxo das argamassas com adição de aditivos (0,50%AEH + 0,10%AlAr), torna-se possível observar que a utilização dos aditivos houve uma significativa redução do torque necessário para as taxas de cisalhamento aplicadas.

Figura 4-50: Curvas de fluxo de argamassas sem aditivos (1 (finos) / 5 (areia); a/c=1,10): 0,00% EAH, 0,00%AlAr e 0,00%HPMC.



Fonte: O autor.

Figura 4-51: Curvas de fluxo de argamassas com aditivos (1 (finos) / 5 (areia); a/c=1,10): 0,50% EAH, 0,10%AlAr e 0,00%HPMC.



Fonte: O autor.

As Tabela 4-4 e Tabela 4-5 foram elaboradas com base nas curvas de fluxo das pastas e argamassa acima. Observa-se que há uma correlação entre os valores de viscosidade com os índices de consistência de mini-slump obtidos (ver também Figura 4-41 e Figura 4-47). Contudo, as medidas reométricas fornecem informações muito mais condizentes com a fluidez observada na prática, demonstrando maior sensibilidade nas variações de viscosidade provocadas pela variação composicional e condições de preparação.

Desta forma, indica-se que o ensaio de mini-slump se apresenta como um ensaio interessante para obtenção da viscosidade aparente em pastas de matrizes cimentícias. Já no caso da trabalhabilidade de argamassas, esta correlação foi perdida muito possivelmente pelo aumento da complexidade do sistema reológico com a inserção de agregados miúdos.

Apesar dos diâmetros médios do CII-Z-40, da CCA e da CH-I serem muito próximo, observa-se que a área de superfície específica do cimento é pelo menos 10 vezes menor do que da cal e da CCA, característica determinante na influência direta na demanda de água de amassamento, na redução da trabalhabilidade e aumento da viscosidade observada. Considerando as Tabela 4-2 e Tabela 4-3, observa-se que a cal e a CCA possuem características físicas muito semelhantes, quando comparadas aos demais materiais. O CII-Z-40, apesar de possuir uma massa específica superior à massa específica do PRB, apresenta uma inversão nas características de massa unitária em relação aos outros materiais, proporcionada pela distribuição granulometria e morfologia das suas finas partículas.

O PRB, apesar de apresentar um diâmetro médio maior que os demais, apresenta uma área de superfície específica maior do que a do cimento. Ressalta-se que este material apresenta uma fração muito fina e outra fração com partícula de maior diâmetro. Desta forma, o uso do PRB, com substituição em massa de CII-Z-40, promove uma menor demanda de água de amassamento e/ou uma maior fluidez da mistura.

Tabela 4-4: Valores de viscosidade aparente e abertura mini-slump (Kantro) das pastas analisadas nesta etapa.

Pastas (a/c) = 0,50	0,00%AEH + 0,00%AIAr + 0,00%HPMC	0,50%AEH + 0,10%AIAr + 0,00%HPMC	0,00%AEH + 0,00%AIAr + 0,00%HPMC	0,50%AEH + 0,10%AIAr + 0,00%HPMC
	Viscosidade aparente (Pa.s)		Mini-Slump (mm)	
100% CII-Z-40	10,72	5,85	62	86
75% CII-Z-40 25% PRB	4,12	2,41	85	121
75% CII-Z-40 25% CCA	17,70	9,27	49	79
75% CII-Z-40 25% CH-I	16,56	8,40	48	79

Fonte: O autor

Tabela 4-5: Valores de viscosidade aparente e índice de consistência das argamassas analisadas nesta etapa

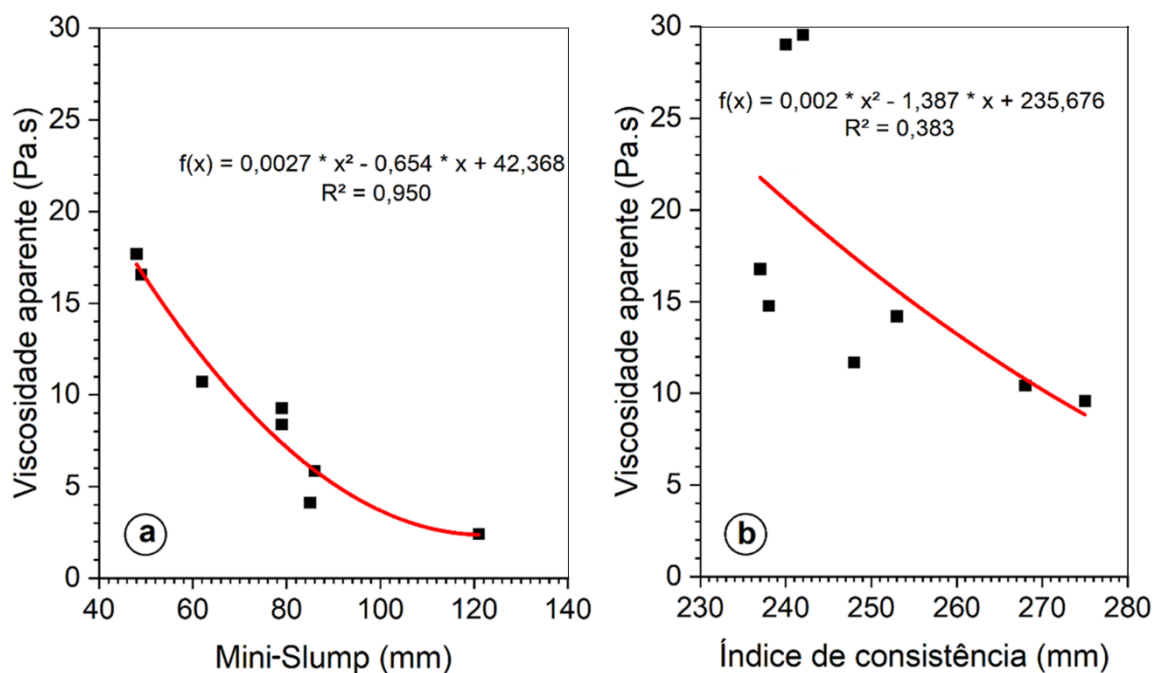
Argamassas (a/c) = 1,10	0,00%AEH + 0,00%AIAr + 0,00%HPMC	0,50%AEH + 0,10%AIAr + 0,00%HPMC	0,00%AEH + 0,00%AIAr + 0,00%HPMC	0,50%AEH + 0,10%AIAr + 0,00%HPMC
	Viscosidade aparente (Pa.s)		Índice de consistência (mm)	
100% CII-Z-40	29,56	10,42	242	268
75% CII-Z-40 25% PRB	11,69	9,58	248	275
75% CII-Z-40 25% CCA	14,77	29,03	238	240
75% CII-Z-40 25% CH-I	16,77	14,21	237	253

Fonte: O autor

Contudo, observa-se que há uma tendência, tanto para argamassas quanto para as pastas; conforme aumenta a viscosidade aparente, há uma redução na abertura observada no mini-slump (Kantro) e no índice de consistência. A curva de correlação entre a viscosidade aparente, considerando a curva de aceleração à uma taxa de cisalhamento média de 125 min^{-1} e as aberturas observadas no mini-slump, são apresentadas na Figura 4-52 – a. A Figura 4-52 – b apresenta a correlação entre o índice de consistência e a viscosidade aparente das argamassas (considerando a mesma condição de fluxo utilizadas para as pastas).

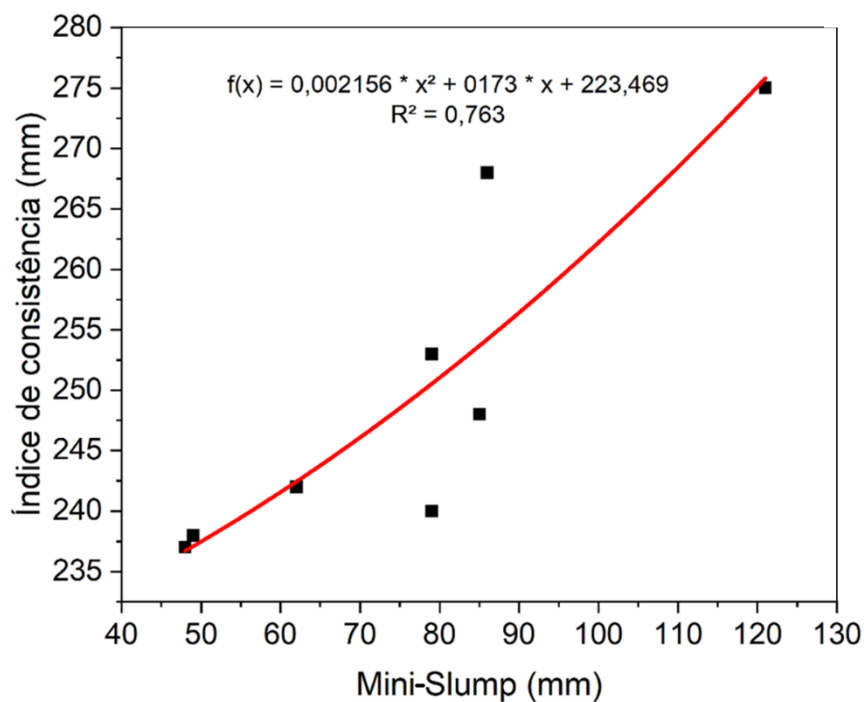
Ressalta-se que em relação aos materiais sólidos, as argamassas dosadas possuem uma relação de 1:5 (finos:areia) em massa. Em razão disto, há uma influência do comportamento reológico das pastas no comportamento das argamassas, mas, também, em função do traço utilizado, há uma regência do comportamento relacionada fortemente com as características do agregado miúdo. A Figura 4-53 apresenta a correlação observada entre as pastas.

Figura 4-52: a) Curva de correlação entre a viscosidade aparente (Pa.s) e abertura obtida no mini-slump (mm); b) curva de correlação entre a viscosidade aparente (Pa.s) e índice de consistência (mm).



Fonte: O autor.

Figura 4-53: Correlação entre o índice de consistência das argamassas em função do mini slump das pastas as e as argamassas produzidas com estas pastas.

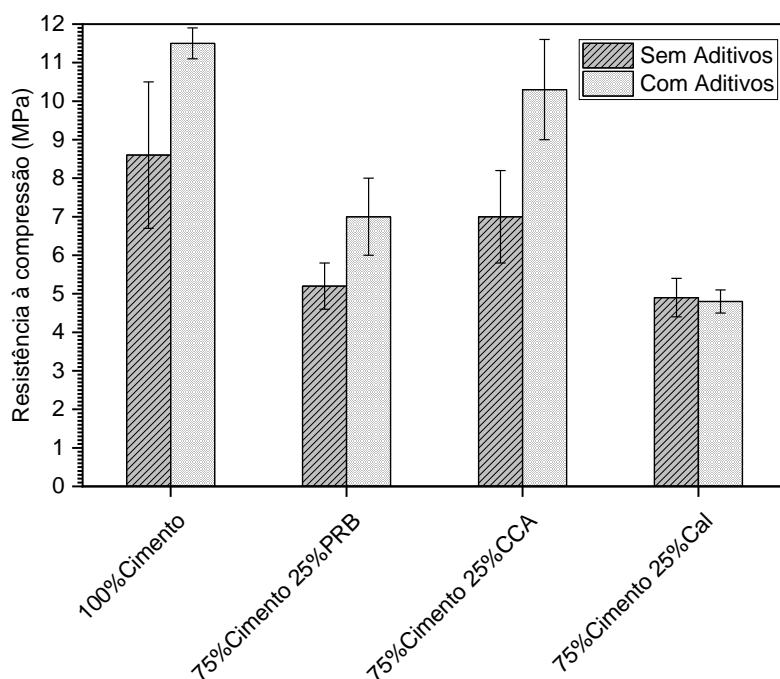


Fonte: O autor.

4.4.5 Caracterização das argamassas por meio da resistência à compressão e tração na flexão

O comportamento mecânico das argamassas foi analisado aos 28 dias após a moldagem. Na Figura 4-54 pode-se observar os valores de resistência à compressão obtidos e na Figura 4-55 a resistência à tração na flexão. Observa-se um acréscimo de 40%, em média, nas resistências à compressão com o uso dos aditivos para as argamassas com 100% de cimento e com substituições parciais por PRB e CCA. Este comportamento não foi observado com o uso da cal na mistura.

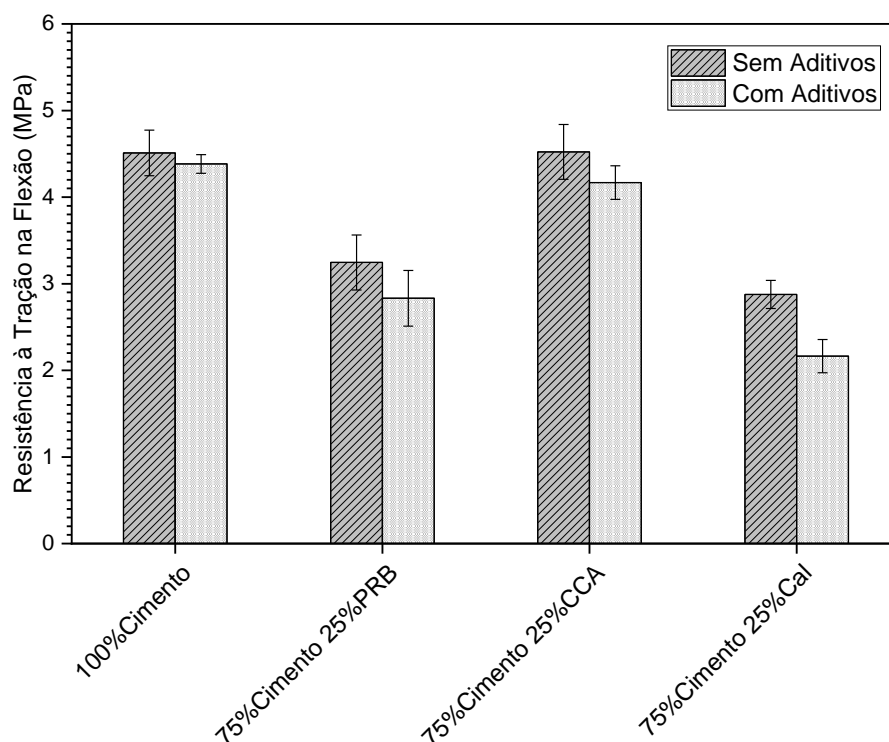
Figura 4-54: Resistência à compressão das argamassas produzidas: com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAR e 0,00% HPMC) e sem aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAR e 0,00% HPMC).



Fonte: O autor

De uma forma geral, a resistência à compressão tende a aumentar em função do uso dos aditivos e, contrariamente, a resistência à tração na flexão tende a reduzir. Este comportamento se deve à distribuição das partículas e à maior densificação da matriz, fazendo com que a resistência à compressão aumente e a resistência à tração diminua, pela perda da capacidade de deformação da argamassa.

Figura 4-55: Resistência à tração na Flexão das argamassas produzidas: com aditivos (0,50% AEH, 0,10% AIAr e 0,00% HPMC) e sem aditivos (0,00% AEH, 0,00% AIAr e 0,00% HPMC).



Fonte: O autor

As argamassas com PRB apresentaram uma redução na resistência à compressão de 40% em relação à sua referência (100% Cimento), indicando que não houve alteração na cinética de reações e que o ganho de resistência e da densificação foram provocados pelo uso dos aditivos. A redução de resistência (à compressão e à tração na flexão), com a substituição parcial do cimento por PRB, ocorreu conforme esperado, uma vez que parte do ligante foi substituído por um fino inerte ou com baixa reatividade (identificado em função de sua estrutura cristalina).

No caso das argamassas com adição de CCA, apesar da redução de cimento Portland presente na mistura, em função da substituição proposta, a redução de resistência na média foi de 15% para as resistências à compressão e de 2,5% para as resistências à tração na flexão. Este comportamento pode ser atribuído à atividade pozolânica da cinza de casca de arroz. Em razão do amorfismo observado na DRX da cinza e sua elevada finura, considerou-se a cinza utilizada como reativa.

A resistência à compressão e à tração na flexão das argamassas com substituição do cimento por cal (CH-I), mostrou o menor desempenho mecânico das composições estudadas, com reduções de resistências médias entre 40 e 60%. Na determinação da resistência à compressão, não se observou uma variação de resistência à compressão em função do uso dos aditivos.

5 CONCLUSÃO

Com o desenvolvimento desta Tese, tornou-se possível demonstrar a viabilidade da substituição parcial de cimento Portland, em argamassas estabilizadas por sólidos finos provenientes de fontes minerais alternativas, identificadas por meio da sistemática CPQvA de valorização de resíduos.

Ressalta-se de maneira contundente, que os principais resultados obtidos nesta pesquisa estão relacionados à interação química entre as adições minerais propostas (PRB, CCA e CH-I) e os aditivos utilizados (AEH, AIAr e HPMC).

Também que a calorimetria semi-adiabática demonstrou ser capaz de auxiliar no desenvolvimento de curvas de dosagem (tanto do sistema composicional de sólidos quanto dos teores de aditivos que devem ser empregados) para as diferentes composições preparadas. Os estudos em pastas permitiram observar o comportamento e as interações dos diferentes aditivos utilizados, de forma preliminar, àqueles específicos necessários para os estudos em sistemas composicionais de argamassas.

A substituição parcial de cimento por pó de rocha basáltica (PRB) mostrou-se uma interessante ação de circularidade mineral com base em ajustes de dosagens de sistemas composicionais de argamassas estabilizadas. A geração deste subproduto é proporcional à produção de agregados, que são parcialmente demandados na dosagem de concretos. Considerando que as argamassas estabilizadas são preparadas pelo mesmo setor, há uma relação comercial já estabelecida entre o gerador e o potencial consumidor. Considerando o consumo do subproduto pelo mesmo setor que demanda o produto principal, agregado graúdo, ressalta-se a facilidade da sua aplicabilidade em razão de uma disponibilidade proporcional constante.

Em relação ao estudo do sistema reológico estabelecido pelos diferentes aditivos e a utilização do PRB, observou-se que uma grande redução da viscosidade aparente com o uso deste fino. Este fato indica a necessidade de ajustes composicionais, com a redução do percentual de substituição, bem como o ajuste nos teores de aditivos, especialmente o EAH, como componentes de argamassas estabilizadas.

A cinza de casca de arroz (CCA), se mostrou bastante eficiente quando utilizada em substituição ao cimento, tanto em seu efeito *filler* quanto como material cimentício suplementar. Mas mesmo sem prejuízos aos tempos de estabilização e em razão de sua elevada área de superfície específica (26.681 m²/g), apresentou um grande aumento na viscosidade das misturas ensaiadas (média de 8,79 Pa.s para 22,18 Pa.s, em pastas produzidas somente com CII-Z-40 e com 25% de substituição por CCA, respectivamente).

Desta forma, as diversas análises desenvolvidas, indicam que o uso destes materiais (PRB e CCA) apresentam um potencial de aplicação em argamassas estabilizadas. Contudo, deve-se observar que a dosagem das adições minerais possui uma relação estreita com a fração de cimento no sistema composicional das argamassas, pois afeta o desenvolvimento de propriedades e de desempenho deste produto cimentício tanto no estado fresco como no estado endurecido.

A partir dos resultados obtidos, indica-se que o uso de cal em argamassas estabilizadas não é desrecomendado, no entanto, torna-se necessária a utilização de teores elevados de AEH. Isso se deve à redução do tempo de estabilização em função do percentual de adição de CH-I utilizado na matriz cimentícia. Esta redução no tempo de estabilização pode reduzir o desempenho dos revestimentos de argamassas preparadas com este componente, caso a redução do tempo de uso não seja considerado.

Em relação aos efeitos calorimétricos analisados, observou-se que pequenas variações nas temperaturas no momento da mistura são suficientes para de alterar consideravelmente os tempos de estabilização. Em matrizes cimentícias convencionais, sem a presença de aditivos inibidores ou estabilizadores de hidratação. Está consolidado e foi observado nesta Tese que, em temperaturas consideradas frias. Há um aumento no tempo de indução (tempo de início de pega maior) e uma redução destes tempos com o aumento da temperatura. No entanto, há uma inversão deste comportamento em matrizes cimentícias que utilizam em sua composição o AEH. Neste caso, a redução da temperatura com a utilização de AEH, provoca um efeito de aceleração do início da pega. Já o aumento da temperatura, provoca um aumento no tempo de indução.

Com a redução da temperatura, no início da mistura, o aditivo AEH perde eficiência, prejudicando sua atuação sobre a hidratação do aluminato tricálcico,

apresentando uma maior dificuldade em evitar a nucleação dos íons Ca^{+2} . Considerando-se as grandes amplitudes térmicas na região sul do Brasil (especialmente entre a primavera e o outono, podendo chegar entre a noite e o dia a uma variação de 15°C), indica-se que esta variação de temperatura inicial, deve ser considerada na dosagem dos aditivos EAH.

RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste capítulo são abordadas sugestões para desenvolvimento de trabalhos futuros.

Buscar estabelecer parcerias com empresas produtoras de argamassas estabilizadas para cada região, analisando os teores e diferentes aditivos utilizados, observando os efeitos das variações de temperatura (ao longo do dia) nos tempos de estabilização obtidos.

Analisar diferentes teores de aditivos e adições nas composições de argamassas, analisando os efeitos sobre os revestimentos produzidos com estas argamassas.

Analisar o comportamento mecânico, em especial o módulo de elasticidade, das argamassas estabilizadas em função dos diferentes aditivos, adições e seus teores.

Estabelecer parâmetros que permitam observar os efeitos reológicos e tempos de estabilização entre as pastas e as argamassas produzidas a partir destas pastas.

REFERÊNCIAS

ABNT. **NBR 12653: Materiais Pozolânicos**, Rio de Janeiro: p.10, 2014a.

ABNT. **NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência.**, Rio de Janeiro: p. 6, 2016a.

ABNT. **NBR 13279: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos: determinação da resistência à tração na flexão e à compressão**, Rio de Janeiro: p. 9, 2005.

ABNT. **NBR 13528-1: Rvestimento de paredes de argamassas inorgânicas - Determinação da resistência de aderência à tração Parte 1: Requisitos Gerais**, Rio de janeiro: p. 7, 2019a.

ABNT. **NBR 13529: Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - Terminologia**, Rio de Janeiro: p.13, 2013a.

ABNT. **NBR 13749: Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - Especificação**, Rio de Janeiro: p. 14, 2013b.

ABNT. **NBR 15839: Argamassa de Assentamento e Revestimento de Paredes e Tetos - Caracterização Reológica pelo Método Squeeze-Flow.**, Rio de Janeiro: p. 10, 2010.

ABNT. **NBR 16541: Argamassa para assentamento de paredes e tetos - Preparo da mistura para a realização de ensaios**, Rio de Janeiro: p. 6, 2016b.

ABNT. **NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó: Determinação da massa específica**, Rio de Janeiro: p. 8, 2017. p. 1–8.

ABNT. **NBR 16606Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência Normal**, Rio de Janeiro: p. 8, 2018a.

ABNT. **NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos**, Rio de Janeiro: p.12, 2018b.

ABNT. **NBR 16916: Agregado miúdo - Determinação da densidade e absorção de água**, Rio de Janeiro: p. 11, 2021a.

ABNT. **NBR 16972: Agregados - Determinação da Massa Unitária e Índice de Vazios**, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro: p.10, 2021b.

ABNT. **NBR 17054: Agregados - Determinação da composição granulométrica - Método de ensaio**, Rio de Janeiro: p. 9, 2022.

ABNT. **NBR 5752: Materiais Pozolânicos - Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias.**, Rio de Janeiro: p.8, 2014b.

ABNT. **NBR 7175: Cal hidratada para argamassas - Requisitos**, Rio de Janeiro: p. 4, 2003.

ABNT. **NBR 7200: Execução de revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - Procedimento.**, Rio de Janeiro: p. 13, 1998.

ABNT. **NBR 7211: Agregados para concretos - Especificação**, Rio de Janeiro: p.15, 2009. p. 15.

ABNT. **NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos**, Rio de Janeiro: p. 18, 2019b.

ABNT. **NBR 9935: Agregados - Terminologia**, Rio de Janeiro.: p. 16., 2011. p. 12.

AGGELAKOPOULOU, E.; BAKOLAS, Asterios; MOROPOULOU, Antonia. Lime putty versus hydrated lime powder: Physicochemical and mechanical characteristics of lime based mortars. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 225, p. 633–641, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.218>

AKRAM, Kazi Javed *et al.* Evaluation of a Cross-Conductance Sensor for Cement Paste Hydration Monitoring and Setting Time Measurement. **IEEE Sensors Journal**, [s. l.], v. 23, n. 2, p. 1584–1591, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1109/JSEN.2022.3225241>

ALMEIDA DE OLIVEIRA, Kamila; RAUPP PEREIRA, Fabiano. **Sistemática CPQvA para a valorização de resíduos sólidos industriais: um guia para tomada de decisão**. [S. l.: s. n.], 2017a.

ALMEIDA DE OLIVEIRA, Kamila; RAUPP PEREIRA, Fabiano. **SISTEMÁTICA**

CPQvA PARA A VALORIZAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS INDUSTRIAIS: UM GUIA PARA TOMADA DE DECISÃO. [S. l.: s. n.], 2017b.

ANDRADE, Leonardo de Brito. **Análise da influência da substituição do agregado miúdo natural por materiais granulares porosos residuais na fase plástica de concretos.** 286 f. 2008. - UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA - UFSC, [s. l.], 2008.

ANEPAC. **Perspectivas para o Setor de Agregados.** [S. l.], [s. d.]. Disponível em: <http://www.anepac.org.br/agregados/mercado/item/101-perspectivas-para-o-setor-de-agregados>. Acesso em: 22 abr. 2021.

ANTONIAZZI, Juliana Pippi *et al.* Ação dos aditivos estabilizador de hidratação e incorporador de ar em pastas de cimento Portland. [s. l.], p. 249–262, 2020.

ARIZZI, A; CULTRONE, G. The influence of aggregate texture , morphology and grading on the carbonation of non-hydraulic (aerial) lime- based mortars. [s. l.], v. 46, p. 507–520, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1144/qjegh2012-017>

ASSAAD, Joseph J; HARB, Jacques; MAALOUF, Yara. Measurement of yield stress of cement pastes using the direct shear test. **JOURNAL OF NON-NEWTONIAN FLUID MECHANICS**, [s. l.], v. 214, p. 18–27, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2014.10.009>

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Cal hidratada para argamassas - Requisitos.** Rio de Janeiro: [s. n.], 2003.

ATZENIL, C.; MASSIDDA, L.; SANNA, U. Comparison between rheological models for portland cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 15, n. 3, p. 551–519, 1985.

BANFILL, P.F.G. The rheology of fresh mortar - a review. *In:* , 2005, Florianópolis. **Simpósio Brasileiro de Tecnologia de Argamassas.** Florianópolis: SBTA, 2005. p. 73–82.

BAUER, Elton *et al.* Study of the laboratory Vane test on mortars. [s. l.], v. 42, p. 86–92, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2005.08.016>

BAVARESCO, Marcionize Elis. **Santa Catarina registra safra recorde de**

arroz. [S. l.], 2023. Disponível em: <https://www.observatorioagro.sc.gov.br/noticias/producao-agropecuaria/santa-catarina-registra-safra-recorde-de-arroz/#:~:text=A safra 2022%2F2023 de,maior já registrada no Estado. Acesso em: 26 set. 2023.>

BESSER, Marcell Leonard; VASCONCELLOS, Eleonora Maria Gouvea; NARDY, Antonio José Ranalli. Morphology and stratigraphy of Serra Geral silicic lava flows in the northern segment of the Torres Trough, Paraná Igneous Province. **Brazilian Journal of Geology**, [s. l.], v. 48, n. 2, p. 201–219, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/2317-4889201820180087>

BEYCIOGLU, Ahmet; ARUNTAS, H Yılmaz. Workability and mechanical properties of self-compacting concretes containing LLFA , GBFS and MC. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 73, p. 626–635, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.09.071>

BRASIL. **L12305**Brasília: 2010. Disponível em: DOU de 3.8.2010. Acesso em: 4 maio 2021.

BRUMAUD, Coralie *et al.* Cellulose ethers and water retention. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 53, p. 176–184, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2013.06.010>

BRUMAUD, Coralie *et al.* Cellulose ethers and yield stress of cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 55, p. 14–21, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2013.06.013>

CAMPOS, Renan Serralvo; CAETANO, Helmer Murra; MACIEL, Geraldo De Freitas. Influência da energia de mistura e do pré-cisalhamento na caracterização reológica de pastas de cimento Influence of mixing energy and pre-shear on the rheological characterization of cement pastes. [s. l.], 2022.

CANO-BARRITA, P. F.de J.; LEÓN-MARTÍNEZ, F. M. Biopolymers with viscosity-enhancing properties for concrete. **Biopolymers and Biotech Admixtures for Eco-Efficient Construction Materials**, [s. l.], p. 221–252, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100214-8.00011-7>

CARASEK, Helena. Argamassas. *In*: ISAIA, Geraldo Cechella (org.). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. 3ªed. São Paulo: IBRACON, 2017. p. 922–969.

CARASEK, Helena *et al.* Sand parameters influencing the consistency and bulk density of renderings mortars. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [s. l.], v. 21, n. 3, p. 714–732, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620160003.0068>

CARDOSO, Fábio Alonso. Método de formulação de argamassas de revestimento baseado em distribuição granulométrica e comportamento reológico. **Tese de Doutorado**, [s. l.], p. 158, 2009.

CASALI, Juliana Machado *et al.* Propriedades mecânicas das argamassas estabilizadas: evolução com a idade e o grau de hidratação. **Ambiente Construído**, Porto alegre, v. 20, n. 3, p. 263–283, 2020. Disponível em: <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212020000300428>

CASTRO, A. L.; PANDOLFELLI, V. C. Revisão: conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil. **Cerâmica**, [s. l.], v. 55, n. 333, p. 18–32, 2009. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1590/S0366-69132009000100003>

CHEMICALS, Scott.
https://www.scottchem.biz/media/files/New%20Products/meilose_brochure_online_lr_.pdf. [S. l.], [s. d.]. Disponível em: https://www.scottchem.biz/media/files/New Products/meilose_brochure_online_lr_.pdf. Acesso em: 9 set. 2023.

CHEN, J J; KWAN, A K H. Superfine cement for improving packing density , rheology and strength of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 34, n. 1, p. 1–10, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.09.006>

CHEN, Ning *et al.* Water Retention Mechanism of HPMC in Cement Mortar. **Materiais (Basel)**, [s. l.], v. 13, p. 16, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma13132918>. Acesso em: 9 set. 2021.

CHEUNG, J *et al.* Impact of admixtures on the hydration kinetics of Portland

cement. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 41, n. 12, p. 1289–1309, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.005>

CHOI, Myoung Sung *et al.* Estimation of rheological properties of UHPC using mini slump test. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 106, p. 632–639, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.106>

CINCOTTO, Maria Alba; QUARCIONI, Valdecir Ângelo; JOHN, Vanderley Moacyr. Cal na construção civil. *In*: ISAIA, Geraldo Cechella (org.). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. 3ªed. São Paulo: IBRACON, 2017. p. 693–727.

CONAMA. **Resolução nº 313, de 29 de outubro de 2002** Ministério do Meio Ambiente. [S. l.: s. n.], 2002. Disponível em: <http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=335>.

CORDEIRO, Luciana de Nazare Pinheiro. Analysis of variation of the index of amorfization of the rice husk ash on the pozzolanic activity (in Portuguese). [s. l.], p. 1–98, 2009. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/17032/000709056.pdf?sequence=1>

DESHMUKH, K. *et al.* Biopolymer Composites With High Dielectric Performance: Interface Engineering. **Biopolymer Composites in Electronics**, [s. l.], p. 27–128, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809261-3.00003-6>

DNIT- DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRA-ESTRUTURA DE TRANSPORTES. **Manual de pavimentação**. Rio de Janeiro: [s. n.], 2006.

DO, Marianne *et al.* Avaliação De Propriedades No Estado Fresco E Endurecido De. [s. l.], p. 1–17, 2013.

DOLLIMORE, D.; SPOONER, P.; TURNER, A. The bet method of analysis of gas adsorption data and its relevance to the calculation of surface areas. **Surface Technology**, [s. l.], v. 4, n. 2, p. 121–160, 1976. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0376-4583\(76\)90024-8](https://doi.org/10.1016/0376-4583(76)90024-8)

DU, Lianxiang; FOLLIARD, Kevin J. Mechanisms of air entrainment in concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 35, n. 8, p. 1463–1471, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.07.026>

DUAN, Zhenhua *et al.* Rheological properties of mortar containing recycled powders from construction and demolition wastes. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 237, p. 117622, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117622>

FARIAS, Márcio Muniz de; PALMEIRA, Enniu Marques; BEJA, Igor Amorim. Agregados para a Construção Civil. *In*: ISAIA, Geraldo Cechella (org.). **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2017. p. 495–537.

FÉREC, J.; PERROT, A.; AUSIAS, G. Toward modeling anisotropic yield stress and consistency induced by fiber in fiber-reinforced viscoplastic fluids. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 220, p. 69–76, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2014.08.009>

FERREIRA, Ruan Landolfo da Silva *et al.* Effects of the use of beach sand on mixed mortar properties: Analysis of granulometric variation. **Revista Materia**, [s. l.], v. 24, n. 2, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/s1517-707620190002.0681>

FEYS, Dimitri; VERHOEVEN, Ronny; SCHUTTER, Geert De. Fresh self compacting concrete , a shear thickening material. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 38, p. 920–929, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.02.008>

FEYS, Dimitri; VERHOEVEN, Ronny; SCHUTTER, Geert De. Why is fresh self-compacting concrete shear thickening ? **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 39, n. 6, p. 510–523, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.03.004>

FLATT, Robert J; BOWEN, Paul. Yodel : A Yield Stress Model for Suspensions. **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v. 89, n. 4, p. 1244–1256, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2005.00888.x>

GARCIA, J. R.; DE OLIVEIRA, I. R.; PANDOLFELLI, V. C. Hydration process and the mechanisms of retarding and accelerating the setting time of calcium aluminate cement. **Ceramica**, [s. l.], v. 53, n. 325, p. 42–56, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/s0366-69132007000100007>

GCP, Applied Technologies Inc. **ECO-TEC MIX - Controlador de hidratação**. Brasil: gcpat.com.br, 2020.

GCP, Applied Technologies Inc. **TEC-NOL - Incorporador de ar para concreto leve**. Brasil: gcpat.com.br, 2021.

GIORDANI, Carol. **Influência da cal hidratada no comportamento de argamassas mistas**. 174 f. 2017. - UFRGS, [s. l.], 2017.

GROTZINGER, John; JORDAN, Tom. **Para Entender a Terra**. 6. ed. Porto Alegre: [s. n.], 2013.

GUINDANI, Eduardo Nobre. **Argamassa estabilizada para revestimento: Avaliação da influência da adição de finos nas propriedades do estado fresco e endurecido**. 146 f. 2018. - Universidade Federal de Santa Catarina, [s. l.], 2018.

HOLZ, M.; ROS, L. F. **Geologia Do Rio Grande Do Sul**. 1. ed. Porto Alegre: [s. n.], 2000.

HU, Chong; LARRARD, François De. The rheology of fresh high-performance concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 26, n. 2, p. 283–294, 1996.

HU, Jiong; GE, Zhi; WANG, Kejin. Influence of cement fineness and water-to-cement ratio on mortar early-age heat of hydration and set times. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 50, p. 657–663, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.011>

INCE, Ceren *et al.* The influence of zeolite and powdered Bayburt stones on the water transport kinetics and mechanical properties of hydrated lime mortars. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 98, p. 345–352, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.08.118>

IRASSAR, E. F. Sulfate attack on cementitious materials containing limestone filler - A review. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 39, n. 3, p. 241–254, 2009.

Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.11.007>

JIAO, Dengwu *et al.* Effect of constituents on rheological properties of fresh concrete-A review. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 83, p. 146–159, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.07.016>

JONAS, Maycon *et al.* **Comparativo entre o teste de Vicat e a calorimetria semi-adiabática para determinação do tempo de início e fim de pega em cimentos Portland Comparison between the Vicat test and the semi-adiabatic calorimetry to determine the set time of Portland cements**. 2018. [s. l.], 2018.

KANG, Xin; LEI, Hang; XIA, Zhao. A comparative study of modified fall cone method and semi-adiabatic calorimetry for measurement of setting time of cement based materials. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 248, p. 118634, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118634>

KHALDI, Nacera; BELACHIA, Mouloud; BENOUIS, Abdelhalim. Estimation of the Adherence of Mortars Using Ultrasound. **Engin, Environmental Reports, Eering**, [s. l.], v. 30, n. 2, p. 185–199, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.2478/ceer-2020-0026>

KOH, ANN; RAGHU, Anuragha. **Como o mundo pode resolver seu problema de lixo de 2 bilhões de toneladas - Bloomberg**. [S. l.], 2019. Disponível em: <https://www.bloomberg.com/news/features/2019-07-11/how-the-world-can-solve-its-2-billion-ton-trash-problem>. Acesso em: 4 maio 2021.

KREPPELT, Fritz *et al.* Influence of solution chemistry on the hydration of polished clinker surfaces - A study of different types of polycarboxylic acid-based admixtures. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 32, n. 2, p. 187–198, 2002. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00654-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00654-8)

LOCKS, Mateus. **Estudo do efeito da substituição de feldspato por basalto em uma formulação de revestimento cerâmico**. 88 f. 2020. - Universidade do Extremo Sul Catarinense, [s. l.], 2020.

LOWKE, Dirk. Thixotropy of SCC — A model describing the effect of particle packing and superplasticizer adsorption on thixotropic structural build-up of the mortar

phase based on interparticle interactions. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 104, n. May 2017, p. 94–104, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.11.004>

MÄKELÄ, Mikko *et al.* Feasibility assessment of inter-industry solid residue utilization for soil amendment - Trace element availability and legislative issues. **Resources, Conservation and Recycling**, [s. l.], v. 67, p. 1–8, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2012.06.012>

MARANI, Pedro Lazzarin. **Estudo da influência das características estruturais da hidroxipropil-metil-celulose (HPMC) nas propriedades de superfície de filmes poliméricos, na incorporação e liberação de nicotina**. 102 f. 2015. - Universidade de São Paulo, [s. l.], 2015.

MENEZES, Raquel Maria Rocha Oliveira *et al.* Effect of water content and particle size on the thermal decomposition of ground cement paste. **Revista Materia**, [s. l.], v. 25, n. 1, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/s1517-707620200001.0888>

MILLER, Sabbie A.; CUNNINGHAM, Patrick R.; HARVEY, John T. **Rice-based ash in concrete: A review of past work and potential environmental sustainability**. [S. l.: s. n.], 2019. ISSN 18790658.v. 146 Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.03.041>

MULLER, Anderson Augusto Muller *et al.* Physicochemical and Environmental Features of Rice Husk Ash from Brazil to Use in Cement Materials. *In*: ZHANG, Mingming *et al.* (org.). **Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2023**. Cham, Switzerland: Springer, 2023. p. 513–525. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-48191-3>

NASCIMENTO, Guilherme Colle *et al.* Caracterização físico-química da cinza de casca de arroz oriunda do processo termelétrico do sul de Santa Catarina - Brasil. **Ciência e Natura**, [s. l.], v. 37, n. 3, p. 634–640, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.5902/2179460x15262>

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. Tecnologia do Concreto. **Bookman**, [s. l.], p. 448, 2013.

NGUYEN, V. H. *et al.* Flow of Herschel-Bulkley fluids through the Marsh cone. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, [s. l.], v. 139, n. 1–2, p. 128–134, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jnnfm.2006.07.009>

NORONHA, Fabio de Lima. **Mapeamento geológico-geotécnico da área urbana de Santa Cruz do Sul, RS, Brasil, visando a avaliação da suscetibilidade à deflagração de movimento de massa**. 2010. - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, [s. l.], 2010. Disponível em: <http://rigeo.cprm.gov.br/xmlui/handle/doc/1166?show=full>

OLIVEIRA, Alexandre Lima *et al.* Influência do uso de aditivo retentor de água à base de éter de celulose nas propriedades das argamassas de assentamento em alvenaria estrutural de blocos de concreto. **Ambiente Construído**, [s. l.], v. 15, n. 3, p. 57–69, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/s1678-86212015000300026>

PAAYER, Urve *et al.* Quasi-Dynamic Dissolution of Electrospun Polymeric Nanofibers Loaded with Piroxicam. [s. l.], p. 1–12, 2019.

PAOLINI, Marco; KHURANA, Rabinder. Admixtures for Recycling of Waste Concrete. [s. l.], v. 20, p. 221–229, 1998.

PARK, C K; NOH, M H; PARK, T H. Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 35, p. 842–849, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.11.002>

PAVÍA, S.; ALY, M. Influence of aggregate and supplementary cementitious materials on the properties of hydrated lime (CL90s) mortars. **Materiales de Construccion**, [s. l.], v. 66, n. 324, p. 1–10, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.3989/mc.2016.01716>

PERROT, A *et al.* Yield stress and bleeding of fresh cement pastes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 42, n. 7, p. 937–944, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.03.015>

PETRUCCI, Aladio G. R. **Concreto de Cimento Portland**. 12. ed. São Paulo: Editora Globo, 1993.

PINTO, Rayara. **Hidratação e reologia de clínquer Portland com diferentes fontes brasileiras de sulfato de cálcio (gipsita e fosfogesso) COM DIFERENTES FONTES BRASILEIRAS DE SULFATO DE CÁLCIO (GIPSITA E FOSFOGESSO).** 171 f. 2020. - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, [s. l.], 2020.

PINTO, Viter M.; HARTMANN, Léo A. Flow-by-flow chemical stratigraphy and evolution of thirteen Serra Geral Group basalt flows from Vista Alegre, southernmost Brazil. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, [s. l.], v. 83, n. 2, p. 425–440, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0001-37652011000200006>

POURCHEZ, J. *et al.* HPMC and HEMC influence on cement hydration. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 36, n. 2, p. 288–294, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.08.003>

POURCHEZ, J.; GROSSEAU, P.; RUOT, B. Changes in C3S hydration in the presence of cellulose ethers. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 40, n. 2, p. 179–188, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2009.10.008>

QUINTEN, Thomas *et al.* Overview of injection molding as a manufacturing technique for pharmaceutical applications. [s. l.], n. January, 2011.

RAUPP PEREIRA, Fabiano. **Valorização de resíduos industriais como fonte alternativa mineral composições cerâmicas e cimentíceas.** 267 f. 2006. - Universidade de Aveiro, [s. l.], 2006.

SANDERSON, Rebecca A; CANN, Gavin M; PROVIS, John L. Comparison of calorimetric methods for the assessment of slag cement hydration. [s. l.], v. 116, n. 4, p. 186–192, 2017.

SAÚDE, MINISTÉRIO DA. **Vigilância e controle da qualidade da água para consumo humano** Brasília, Brasil: [s. n.], 2006. p. 213.

SCHACKOW, A *et al.* Stabilized mortar with air incorporator agent and plasticizer set retarder: performance measurement Desempenho de argamassa estabilizada com aditivo incorporador de ar e plastificante retardador de pega. [s. l.], v. 12, n. 6, p. 1248–1259, 2019.

SCHIAVON, M. A.; REDONDO, S. U. A.; YOSHIDA, I. V. P. Caracterização

térmica e morfológica de fibras contínuas de basalto Thermal and morphological characterization of basalt continuous fibers. **Cerâmica**, [s. l.], v. 53, n. 326, p. 212–217, 2007.

SCHOEMAN, Yolandi; OBERHOLSTER, Paul; SOMERSET, Vernon. A decision-support framework for industrial waste management in the iron and steel industry: A case study in Southern Africa. **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, [s. l.], v. 3, n. March, p. 100097, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2021.100097>

SCRIVENER, Karen L; JUILLAND, Patrick; MONTEIRO, Paulo J M. Cement and Concrete Research Advances in understanding hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 78, p. 38–56, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.025>

SÉBAÏBI, Y.; DHEILLY, R. M.; QUÉNEUDEC, M. Study of the water-retention capacity of a lime-sand mortar: Influence of the physicochemical characteristics of the lime. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 33, n. 5, p. 689–696, 2003. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)01038-4](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)01038-4)

SISTEMA DE CONTAS NACIONAIS TRIMESTRAIS - SCNT | IBGE. [S. l.], [s. d.]. Disponível em: https://www.ibge.gov.br/estatisticas/economicas/contas-nacionais/9300-contas-nacionais-trimestrais.html?=&t=series-historicas&utm_source=landing&utm_medium=explica&utm_campaign=pib#evolucao-taxa. Acesso em: 22 abr. 2021.

SOUSA, Chicko. **O mundo produz 2 bilhões de toneladas de lixo. A tecnologia pode ajudar? | Fórum Econômico Mundial**. [S. l.], 2019. Disponível em: <https://www.weforum.org/agenda/2019/09/the-benefits-of-digitizing-waste-management/>. Acesso em: 3 maio 2021.

STOLZ, Carina Mariane. **ANÁLISE DOS PRINCIPAIS PARÂMETROS QUE INFLUENCIAM NA ÁREA DE CONTATO SUBSTRATO / ARGAMASSA DE REVESTIMENTO ÁREA DE CONTATO SUBSTRATO / ARGAMASSA DE**. 204 f. 2015. - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, [s. l.], 2015.

THOMAS, Blessen Skariah *et al.* Biomass ashes from agricultural wastes as

supplementary cementitious materials or aggregate replacement in cement/geopolymer concrete: A comprehensive review. **Journal of Building Engineering**, [s. l.], v. 40, p. 102332, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2021.102332>

TONIOLO, Nicoletta; BOCCACCINI, Aldo R. Fly ash-based geopolymers containing added silicate waste . A review. **Ceramics International**, [s. l.], v. 43, n. 17, p. 14545–14551, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.07.221>

TSIMAS, S; RAIKOS, K. Lime, an irreplaceable mortar constituent. **ZKG international.**, [s. l.], v. 48, n. 6, p. 350–356, 1995.

TURNER, S. P. *et al.* Chemical stratigraphy of the Parana basalt succession in western Uruguay: Further evidence for the diachronous nature of the Parana magma types. **Journal of Geodynamics**, [s. l.], v. 28, n. 4–5, p. 459–469, 1999. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0264-3707\(99\)00021-6](https://doi.org/10.1016/S0264-3707(99)00021-6)

VALVERDE, Fernando Mendes. Revista Areia e Brita: O “novo normal” na indústria de Agregados. **Anepac - Associação Nacional das Entidades de Produtores de Agregados para Construção**, São Paulo/SP, p. 44, 2020.

VEIGA, Rosário. Air lime mortars : What else do we need to know to apply them in conservation and rehabilitation interventions ? A review. [s. l.], v. 157, p. 132–140, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.080>

WALLEVIK, Haraldsson Olafur; WALLEVIK, Jon Elvar. Rheology as a tool in concrete science : The use of rheographs and workability boxes. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 41, n. 12, p. 1279–1288, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.01.009>

WANG, Dehui *et al.* A review on use of limestone powder in cement-based materials: Mechanism, hydration and microstructures. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 181, p. 659–672, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.075>

WEAKLEY, Richard. **Evaluation of Semi-Adiabatic Calorimetry to Quantify Concrete Setting**. 367 f. 2009. - Auburn University, [s. l.], 2009. Disponível em:

<http://hdl.handle.net/10415/1981>

YAHIA, A.; KHAYAT, K. H. Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 31, n. 5, p. 731–738, 2001. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00476-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00476-8)

YAO, Z T *et al.* A comprehensive review on the applications of coal fly ash. **Earth-Science Reviews**, [s. l.], v. 141, p. 105–121, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.11.016>

ZHANG, Chuan *et al.* Monitoring early-age hydration and setting of portland cement paste by piezoelectric transducers via electromechanical impedance method. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 258, p. 120348, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120348>

ZHANG, Hefeng *et al.* Emission characterization, environmental impact, and control measure of PM_{2.5} emitted from agricultural crop residue burning in China. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 149, p. 629–635, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.02.092>

ZHU, Jiang *et al.* Mechanisms affecting viscosity of cement paste made with microfines of manufactured sand. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 156, n. January, p. 106757, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106757>

PUBLICAÇÕES RELACIONADAS AO DOUTORAMENTO:

Durante o período de doutoramento diversos estudos relacionados com a pesquisa foram desenvolvidos. A seguir destaca-se os principais estudos realizados e a fase em que se encontram.

Título das publicações	Situação	Dados complem.	Autores
Physicochemical and environmental features of rice husk ash from Brazil to use in cement materials	Publicado	Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2023. TMS 2023. https://doi.org/10.1007/978-3-031-22576-5_52 ISBN 978-3-031-22575-8	A. Müller, L. Simão, E.F. Olivo, A.R.G Azevedo, M.T. Marvila, C.M.F Vieira, F. Raupp-Pereira.
Reatividade da cinza de casca de arroz produzidas no sul do Brasil utilizadas como materiais cimentícios suplementares	Em desenvolvimento	Em revisão final/submissão.	Anderson, Tiago, Lisandro, Oscar, Sabrina, Fabiano
CPQvA para argamassas, aspectos relevantes para considerar nos requisitos dos materiais para cada tipo de argamassa (Uso); Dosagem para argamassa estabilizada.	Falta: Compilar dados	Em desenvolvimento/escrita	Anderson, Fabiano, Juliana.
Metodologia de dosagem de aditivo inibidor de hidratação em função do % de óxido de cálcio total presente;	Falta: Compilar dados	Em desenvolvimento/escrita	Anderson, Tiago Fabiano.

Kantro X Reometria, avaliação da faixa de trabalhabilidade em que há relação entre os dois ensaios;	Falta: Compilar dados.		Anderson, Tiago, Laura, Diego, Fabiano.
Influência da temperatura no momento da mistura no tempo de estabilização.	Falta: Escrever		Anderson, Cleidson, Tiago, Fabiano.
Estudo comparativo teor de ar incorporado (imagens lupa estereoscópio) em função do tempo de estabilização	Falta: Tratamento de imagens, quantificar poros totais e dimensão dos poros;		Anderson, Cleidson, Tiago Oscar, Fabiano.

ITINERÁRIO DA PESQUISA



Fonte: O Autor