



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

NATHÁLIA LINS GONZAGA

**APRIMORAMENTO DE UM MÉTODO ACELERADO PARA AVALIAÇÃO
DA POZOLANICIDADE DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS
SUPLEMENTARES COM BASE NA NBR 5751/2015**

Recife
2022

NATHÁLIA LINS GONZAGA

**APRIMORAMENTO DE UM MÉTODO ACELERADO PARA AVALIAÇÃO
DA POZOLANICIDADE DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS
SUPLEMENTARES COM BASE NA NBR 5751/2015**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de mestre em Engenharia Civil. Área de concentração: Estruturas.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Acácio de Melo Neto.

Recife

2022

Catálogo na fonte:
Bibliotecária Sandra Maria Neri Santiago, CRB-4 / 1267

G643a Gonzaga, Nathália Lins.
Aprimoramento de um método acelerado para avaliação da pozolanicidade de materiais cimentícios suplementares com base na NBR 5751/2015 / Nathália Lins Gonzaga. – 2022.
111 f.: il., figs., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Acácio de Melo Neto.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Recife, 2022.
Inclui referências e apêndices.

1. Engenharia civil. 2. Atividade pozolânica. 3. NBR 5751:2015. 4. Materiais cimentícios suplementares. I. Melo Neto, Antônio Acácio de (Orientador). II. Título.

UFPE

624 CDD (22.ed.)

BCTG/2022-346

NATHÁLIA LINS GONZAGA

**APRIMORAMENTO DE UM MÉTODO ACELERADO PARA AVALIAÇÃO
DA POZOLANICIDADE DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS
SUPLEMENTARES COM BASE NA NBR 5751/2015**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil. Área de Concentração: Estruturas.

Aprovada em 15/07/2022.

BANCA EXAMINADORA

Participação por videoconferência
Prof. Dr. Antônio Acácio de Melo Neto (orientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Participação por videoconferência
Profa. Dra. Karoline Alves de Melo Moraes (examinadora externa)
Universidade Federal de Alagoas

Participação por videoconferência
Prof. Dr. Juarez Hoppe Filho (examinador externo)
Universidade Federal do Oeste da Bahia

Participação por videoconferência
Prof. Dr. Guilherme Chagas Cordeiro (examinador externo)
Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro

RESUMO

Atualmente a indústria cimenteira possui grande impacto nas emissões de CO₂ no mundo. Dentre as estratégias viáveis para redução dessas emissões, encontra-se a substituição do clínquer por materiais cimentícios suplementares (MCS), que além do ganho ambiental também contribui para melhorias consideráveis nas propriedades de concretos e argamassas. No entanto, o potencial declínio nos suprimentos dos MCS mais utilizados tem gerado o interesse pela utilização de pozolanas não convencionais. Nesse contexto, estabelecer a reatividade pozolânica desses novos materiais de forma rápida e eficiente é uma necessidade essencial para que possam ser incorporados na indústria. Diante disso, o presente trabalho buscou desenvolver um método acelerado para avaliação da pozolanicidade de materiais cimentícios suplementares baseado em modificações na NBR 5751:2015. As modificações levaram em consideração a fixação da relação água/aglomerante de 0,65, o emprego da cura térmica direta a 50°C e a utilização das idades de rompimento de 1 dia (método expedito) ou 3 dias (método acelerado). Para a delimitação dos novos índices de atividade pozolânica (IAP) mínimos foi utilizado o modelo estatístico de Farazdaghi-Harris. Ao final, dez MCS foram ensaiados conforme a nova metodologia proposta e conforme as NBR 5751:2015 modificada e 5752:2014, possibilitando o confronto dos resultados das diferentes metodologias. A utilização da cura térmica direta a 50°C possibilitou a classificação dos materiais em inertes/pozolânicos já aos 3 dias de idade, de forma prática e célere. Por sua vez, a utilização da nova metodologia com 1 dia de idade mostrou-se viável para avaliar o caráter pozolânico de superpozolanas, como no caso do metacaulim e da sílica ativa, no entanto, para que possa ser viável para prever a atividade pozolânica dos demais materiais, mais estudos precisam ser desenvolvidos.

Palavras-chave: atividade pozolânica; NBR 5751:2015; materiais cimentícios suplementares.

ABSTRACT

The cement industry has a major impact on CO₂ emissions in the world. Among the viable strategies to reduce these emissions, there is the replacement of clinker with supplementary cementitious materials (SCM), which, in addition to environmental gains, also contributes to considerable improvements in the properties of concrete and mortar. Added to this, the potential decline in supplies of the most used SCM has generated interest in using unconventional pozzolans. In this context, establishing the pozzolanic reactivity of these new materials quickly and efficiently is an essential need so that they can be incorporated into the industry. Therefore, this work aimed to develop an accelerated method for evaluating the pozzolanicity of supplementary cementitious materials based on changes in NBR 5751:2015. The modifications took into account the fixing of the water/binder ratio (0.65), the use of direct thermal curing at 50°C, and until testing ages of 1 day (expedited method) or 3 days (accelerated method). The Farazdaghi-Harris statistical model was used to define the new minimum pozzolanic activity index (PAI). In the end, 10 SCM were tested according to the proposed methodology. The results were compared with NBR 5751:2015 modified and 5752:2014. Direct thermal curing at 50°C made it possible to classify the materials into inert/pozzolanic materials at 3 days of age in a practical, fast way. However, using the new methodology with 1 day of age proved to be viable in evaluating the pozzolanic character of high performance pozzolans, as in the case of metakaolin and silica fume. In order to be viable to predict the pozzolanic activity of the other materials, more studies need to be developed.

Keywords: pozzolanic activity; NBR 5751:2015; supplementary cementitious materials.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter guiado meus passos durante essa trajetória, sendo conforto nos momentos difíceis e caminho nos momentos de incerteza.

Aos meus pais, Rita e Genival, por me ensinarem o valor e a importância do estudo, por se fazerem presentes em todos os momentos da minha vida, compartilhando as angústias e comemorando cada pequena conquista. À minha irmã, Nycole, pelos conselhos dados, pelos ensinamentos, pela torcida e sobretudo pelo exemplo e admiração.

Ao meu namorado, Gabriel, por toda ajuda, companheirismo, compreensão e presteza. Por me auxiliar nos experimentos principalmente aos finais de semana e por me escutar e acalmar todas as vezes que precisei.

Ao Professor Antônio Acácio, por todo o ensinamento passado, pelos conselhos, pela paciência e disponibilidade e pelas diversas reuniões e contribuições para o trabalho.

À Maria Luiza, minha companheira de mestrado, por ter tornado a caminhada mais leve, pelos desabafos, conversas e ajuda nas matérias e experimentos.

À Priscilla Basto, pelas inúmeras contribuições com esse trabalho, por toda ajuda nos experimentos, pelos debates sobre o tema de atividade pozolânica e pelo exemplo de pesquisadora. E à professora Fernanda Wanderley Corrêa de Araújo, pela revisão do texto deste trabalho e pelas valiosas contribuições e questionamentos.

Aos meus colegas do Laboratório de Tecnologia dos Aglomerantes, pelo convívio, pelas experiências e conhecimentos trocados, em especial Victor, Maria Eduarda, Igor, Camilla, Sofia e Paulo Neto.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPGEC), por todo o conhecimento adquirido e aos funcionários e técnicos, pela ajuda e disponibilidade.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela bolsa de mestrado concedida.

Por fim, agradeço aos meus amigos do Lar Doce Lar, por terem sido minha família em Recife e me acolherem tão bem.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Classificação materiais pozolânicos segundo Massazza (1998)	21
Figura 2 - Diagrama ternário da composição química típica de materiais cimentícios suplementares e do cimento Portland	23
Figura 3 - Representação esquemática de pastas de cimento hidratadas (a) com cimento Portland (b) com cimento Portland pozolânico	27
Figura 4 - Classificação dos materiais cimentícios suplementares de acordo com o método R ³ modificado	38
Figura 5 - Variação na relação água/ligante de acordo com a CSA A3004-E1:2008	39
Figura 6 - Fluxograma do programa experimental.....	42
Figura 7 - Determinação da massa específica do fíler utilizando do frasco de Le Chatelier.....	44
Figura 8 - Permeabilímetro de Blaine	47
Figura 9 - Amostra pronta para o ensaio de DRX.....	49
Figura 10 - Corpo de prova selado com tampa plástica e camada de papel filme	52
Figura 11 - Ensaio de resistência à compressão de argamassas contendo cal e material pozolânico	53
Figura 12 - Ensaio de determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias.....	55
Figura 13 - Curvas granulométricas discreta e acumulada do hidróxido de cálcio....	56
Figura 14 - Difratoograma de raios-x do hidróxido de cálcio	57
Figura 15 - Curvas granulométricas discreta e acumulada do metacaulim	58
Figura 16 - Difratoograma de raios-x do metacaulim.....	59
Figura 17 - Curvas granulométricas discreta e acumulada do fíler calcário.....	60
Figura 18 - Difratoograma de raios-x do fíler calcário.....	60
Figura 19 - Grãos anidros dos materiais cimentícios utilizados na pesquisa	61
Figura 20 - Distribuição granulométrica discreta e acumulada da cinza volante (CV), sílica ativa (SA), terra diatomácea (TD) e CBCA 1000 e 1300	62
Figura 21 – Difratoograma de raios-x da cinza volante, sílica ativa, terra diatomácea, CBCA 1000 e 1300, LOTEX IN NATURA, 700 e 800.	63
Figura 22 - (a) CBCA calcinada (b) Moagem mecânica CBCA.....	64
Figura 23 - Terra diatomácea antes e após a moagem	65
Figura 24 - Coleta do lodo têxtil na Lavanderia Nossa Senhora.....	65

Figura 25 - Processo de calcinação do lodo têxtil	66
Figura 26 - Curva granulométrica do agregado miúdo	67
Figura 27 - Gráfico do teor de metacaulim x resistência a compressão de argamassas conforme NBR 5751:2015 modificada	71
Figura 28 - Comparação entre os valores de resistência à compressão de argamassas do tipo (a) WPOZ, (b) MPOZ e (c) SPOZ submetidas ao procedimento padrão de cura da NBR 5751 x cura térmica direta a 55°C para diferentes idades de rompimento (1,3 e 7 dias)	75
Figura 29 - Resistência a compressão x temperatura de cura direta	77
Figura 30 - Relação entre a resistência à compressão a 1 e 3 dias e a temperatura de cura para argamassas do tipo SPOZ, MPOZ e WPOZ	79
Figura 31 - Relação entre a resistência à compressão aos 7 dias de argamassas de cal e material pozolânico e o regime de cura adotado	83
Figura 32 - Gráfico resistência à compressão x regime de cura para a argamassa do tipo SPOZ	83
Figura 33 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanidade fraco conforme o procedimento da NBR 5751	85
Figura 34 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanidade médio conforme o procedimento da NBR 5751	86
Figura 35 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanidade forte conforme o procedimento da NBR 5751	86
Figura 36 - Limites inferiores e superiores para os níveis de pozolanidade WPOZ, MPOZ e SPOZ para (a) 1 dia e (b) 3 dias	87
Figura 37 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanidade fraco conforme o novo método	88
Figura 38 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanidade médio conforme o novo método	88
Figura 39 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanidade forte conforme o novo método	90
Figura 40 - Limites inferiores e superiores para os níveis de pozolanidade WPOZ, MPOZ e SPOZ para (a) 1 dia e (b) 3 dias	90
Figura 41 - Resistência à compressão dos material cimentícios suplementares - conforme a NBR 5751 (7 dias)	93

Figura 42 - Resistência à compressão dos materiais cimentícios suplementares – conforme a nova metodologia (1 e 3 dias).....	93
Figura 43 - Índice de desempenho com cimento (I_{cimento}) dos materiais ensaiados ..	95
Figura 44 - Resistência à compressão pela NBR 5751 x resistência à compressão pela nova metodologia aos 3 dias	96
Figura 45 - Resistência à compressão da NBR 5751 x resistência à compressão da nova metodologia com 1 dia.....	96
Figura 46 - Comparação percentual entre os resultados de resistência à compressão do metacaulim, da sílica ativa, da CBCA 1000 e da CBCA 1300 pela NBR 5751 e pelo novo método (1 e 3 dias)	97
Figura 47 - Correlação entre o I_{cimento} da NBR 5752 e os resultados de resistência à compressão pela nova metodologia com 1 dia	99
Figura 48 - Correlação entre o I_{cimento} da NBR 5752 e os resultados de resistência à compressão pela nova metodologia com 3 dias	99
Figura 49 - Relação dos valores de resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos x cúbicos (a) por idade de rompimento (b) para todas as idades	111

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Requisitos físicos dos materiais pozolânicos conforme NBR 12653:2014	21
Tabela 2 - Requisitos químicos dos materiais pozolânicos conforme NBR 12653:2014	22
Tabela 3 - Dosagem de seis corpos de prova cúbicos 50x50 mm de acordo com o teste de resistência com cal modificado	40
Tabela 4 - Dosagem em massa dos materiais utilizados para a confecção de 3 corpos de prova cilíndricos de argamassas ternárias de CH, MTC e FC conforme NBR 5751 modificada – Etapa 1 e 2.....	51
Tabela 5 - Dosagem em massa para confecção de 3 corpos de prova cilíndricos de argamassas com cal e material pozolânico – Etapa 3	51
Tabela 6 - Dosagem em massa para moldagem de seis corpos de prova cilíndricos - NBR 5752:2014.....	54
Tabela 7 - Dosagem para a confecção de 6 corpos de prova cilíndricos de cimento e material cimentício conforme a NBR 5752.....	54
Tabela 8 - Composição química por FRX do hidróxido de cálcio	56
Tabela 9 - Composição química por FRX do metacaulim.....	58
Tabela 10 - Composição química do fíler calcário por FRX.....	59
Tabela 11 - Características físicas dos materiais cimentícios suplementares	61
Tabela 12 - Composição de óxidos por FRX dos materiais cimentícios suplementares	62
Tabela 13 - Distribuição granulométrica do agregado miúdo.....	67
Tabela 14 - Composição química do cimento CP II-F-40 obtida por FRX	68
Tabela 15 - Características físicas e mecânicas do cimento CP II-F-40.....	68
Tabela 16 – Dados técnicos do aditivo superplastificante SIKA VISCOCRETE 100HE	69
Tabela 17 - Resultados de resistência a compressão médios de argamassas ternárias de CH, MTC e FC conforme NBR 5751:2015 – Etapa 1.....	70
Tabela 18 - Resultados de resistência à compressão das argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ submetidas a diferentes procedimentos de cura (cura térmica direta ou cura padrão 5751) para diferentes idades de rompimento.....	73

Tabela 19 - Resultados de resistência à compressão média aos 3 dias de corpos de prova SPOZ submetidas a diferentes temperaturas de cura	77
Tabela 20 - Resultados de resistência à compressão média de argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ	78
Tabela 21 - Comparação percentual entre diferentes procedimentos e idades de cura com o procedimento padrão da NBR 5751 aos 7 dias.....	81
Tabela 22 - Resultados de resistência a compressão médios aos 7 dias das argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ submetidas a diferentes procedimentos de cura.....	82
Tabela 23 - Limite de previsão para cada nível de pozolanicidade e requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico conforme a NBR 5751 antecipada e a nova metodologia.....	91
Tabela 24 - Resultados de resistência à compressão médios de 3 corpos de prova cilíndricos, $a/l=0,65$, conforme a NBR 5751 (7 dias) e o novo método proposto (1 e 3 dias)	92
Tabela 25 - Resultados de resistência à compressão média aos 28 dias de argamassas moldadas com cimento e material cimentício suplementar conforme a NBR 5752.....	94
Tabela 26 - Limite mínimo de pozolanicidade conforme o Novo Método.....	109

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
1.1	CONTEXTO E JUSTIFICATIVA.....	15
1.2	OBJETIVO.....	17
1.2.1	Objetivos específicos.....	17
1.3	ESTRUTURA DO TRABALHO.....	18
2	POZOLANAS.....	19
2.1	OS MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES E O HISTÓRICO DAS POZOLANAS.....	19
2.2	DEFINIÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DAS POZOLANAS.....	20
2.3	COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA DAS POZOLANAS.....	22
2.4	REAÇÃO POZOLÂNICA.....	24
2.5	EFEITO DAS POZOLANAS NAS PROPRIEDADES DE CONCRETOS E ARGAMASSAS.....	25
3	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE.....	28
3.1	MÉTODOS DIRETOS.....	28
3.1.1	Método Chapelle modificado – NBR 15895:2010.....	29
3.1.2	Método de Frattini – NBR 5753:2016.....	31
3.2	MÉTODOS INDIRETOS.....	32
3.2.1	Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias NBR - 5752:2014.....	33
3.2.2	Determinação da atividade pozolânica com cal aos 7 dias NBR - 5751:2015.....	34
3.3	NOVOS MÉTODOS ALTERNATIVOS.....	35
3.3.1	Método R3.....	37
3.3.2	Método R3 modificado.....	37
3.3.3	Teste de resistência com cal modificado.....	39
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	41
4.1	PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	41
4.2	MÉTODOS DE ENSAIO.....	43
4.2.1	Análises físicas.....	43
4.2.1.1	<i>Massa específica real por meio do frasco de Le Chatelier.....</i>	<i>43</i>
4.2.1.2	<i>Determinação da massa específica do agregado miúdo.....</i>	<i>44</i>

4.2.1.3	<i>Determinação da composição granulométrica do agregado miúdo.....</i>	45
4.2.1.4	<i>Granulometria a laser.....</i>	46
4.2.1.5	<i>Superfície específica pelo método de Blaine.....</i>	46
4.2.2	Análises químicas e mineralógicas.....	47
4.2.2.1	<i>Fluorescência de raios-x.....</i>	47
4.2.2.2	<i>Difração de raios-x.....</i>	48
4.2.3	Análise da pozolanicidade.....	49
4.2.3.1	<i>Determinação da atividade pozolânica com cal – NBR 5751:2015 – Modificada.....</i>	49
4.2.3.2	<i>Determinação do Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias – NBR 5752:2014.....</i>	53
4.3	MATERIAIS.....	55
4.3.1	Hidróxido de Cálcio.....	56
4.3.2	Metacaulim.....	57
4.3.3	Fíler Calcário.....	59
4.3.4	Materiais cimentícios suplementares.....	60
4.3.4.1	<i>Preparação das amostras.....</i>	63
4.3.5	Agregado Miúdo.....	66
4.3.6	Cimento Portland.....	68
4.3.7	Aditivo.....	68
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	70
5.1	ETAPA 1 – DEFINIÇÃO DOS NÍVEIS DE POZOLANICIDADE.....	70
5.2	ETAPA 2 – ANÁLISE DE VARIAÇÕES NOS PROCEDIMENTOS DE CURA DA NBR 5751:2015.....	72
5.2.1	Cura térmica direta.....	72
5.2.2	Análise da influência da temperatura de cura nos resultados de resistência à compressão.....	76
5.2.2.1	<i>Influência da cura térmica para as idades de 1 e 3 dias e escolha da temperatura de cura ideal para o novo método.....</i>	79
5.2.2.2	<i>Influência da cura térmica aos 7 dias e sugestão para a NBR 5751:2015.....</i>	81
5.2.3	Definição dos novos índices de pozolanicidade.....	84

5.2.3.1	<i>Definição dos novos índices de pozolanicidade – NBR 5751:2015 Modificada.....</i>	84
5.2.3.2	<i>Definição dos novos índices de pozolanicidade – Novo método.....</i>	87
5.3	ETAPA 3 – VALIDAÇÃO DO MÉTODO.....	91
5.3.1	Resultados NBR 5751:2015 Modificada e novo método.....	91
5.3.2	Resultados NBR 5752:2014.....	94
5.3.3	Correlação entre a NBR 5751 Modificada, NBR 5752 e o novo método.....	95
6	CONCLUSÕES.....	101
6.1	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	101
6.2	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....	103
	REFERÊNCIAS.....	104
	APÊNDICE A – PROCEDIMENTO DA APLICAÇÃO DO NOVO MÉTODO – DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA COM CAL A 1 OU 3 DIAS.....	109
	APÊNDICE B – ANÁLISE DA CORRELAÇÃO ENTRE CORPOS DE PROVA CILÍNDRICOS E CÚBICOS PARA ARGAMASSAS COM CAL E MATERIAL POZOLÂNICO.....	110

1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo estão descritos o contexto e a justificativa do trabalho, o objetivo geral, os objetivos específicos e a estrutura da dissertação.

1.1 CONTEXTO E JUSTIFICATIVA

O ritmo acelerado de produção e o consumo desenfreado de materiais, devido ao atual cenário de crescimento e desenvolvimento das cidades, tem gerado impactos significativos no meio ambiente, com destaque para o aquecimento global. Neste cenário, insere-se a construção civil, com destaque para a indústria cimenteira, como uma das principais responsáveis pela emissão de dióxido de carbono (CO₂), gás associado ao efeito estufa (DHIR *et al.*, 2017). De acordo com Scrivener *et al.* (2016), a produção de cimento é responsável por cerca de 10% das emissões de CO₂ do mundo. Apenas em 2020, segundo o Sindicato Nacional da Indústria do Cimento (2020), a produção brasileira ultrapassou 60 milhões de toneladas. Levando em consideração que para cada tonelada de cimento produzida, são emitidas aproximadamente 600 kg de CO₂, medidas para mitigação dessas emissões, por parte da indústria cimenteira, são extremamente urgentes e necessárias (FREIRE, 2016).

Quatro estratégias principais podem reduzir as emissões de CO₂ no processo produtivo do cimento para o ano de 2050, são elas: eficiência térmica e elétrica, combustíveis alternativos, captura e armazenamento de carbono e substituição do clínquer. A estratégia de substituição do clínquer possui uma capacidade de mitigação de 37% das emissões de CO₂ para 2050 (IEA; WBCSD, 2018). Scrivener *et al.* (2016) ressaltam que, com o grande número de pesquisas sendo realizadas acerca de materiais cimentícios suplementares (MCS), tanto regionais como os globais, pode-se alcançar um fator de substituição do clínquer de 40% ou mais (SCRIVENER *et al.*, 2016). Nesse sentido, a introdução de MCS na composição de cimentos passa a ser uma estratégia eficiente para a redução dos gases do efeito estufa.

Os MCS podem ser definidos como materiais que reagem pozolanicamente e/ou hidraulicamente, e quando incorporados a concretos e argamassas de cimento Portland, atuam melhorando suas propriedades (DUCHESNE, 2020). Logo, além das vantagens ambientais, a incorporação dos MCS ao cimento também contribui para

melhorias consideráveis nas propriedades das matrizes cimentícias, o que ressalta a relevância do estudo desses materiais.

Do ponto de vista econômico, tem-se ainda a incorporação de um material de menor custo relativo, quando comparado ao clínquer e o prolongamento da vida útil de jazidas de calcário, possibilitando a produção de uma maior quantidade de cimento por tonelada de clínquer (ZAMPIERI, 1993). Com relação à durabilidade, esses produtos são capazes de promover um refinamento dos poros do concreto, auxiliando no desenvolvimento das resistências mecânicas e na redução dos ataques de agentes externos (APAZA MEDINA, 2011).

No entanto, estima-se que o fornecimento de materiais cimentícios suplementares convencionais, como as cinzas volantes, diminua substancialmente nos próximos anos, devido a mudanças nas tendências de industrialização, como o fechamento de diversas usinas de carvão em nível global (SURANENI, 2021; KASANYIA, 2019). Dessa forma, segundo Lothenbach *et al.* (2011), para evitar que a disponibilidade reduzida de MCS convencionais passe a ser um limitador da aplicação desses materiais em concretos e argamassas, novos MCS alternativos devem ser utilizados para atender à crescente demanda por ligantes sustentáveis. De forma a viabilizar a inserção desses novos materiais na composição de cimentos, testes confiáveis, rápidos e relevantes são indispensáveis. A partir desses testes será possível ampliar a gama de materiais pozolânicos disponíveis, além de garantir, às misturas que venham a incorporar esses materiais, a qualidade necessária para utilização na construção civil (SNELLINGS e SCRIVENER, 2015).

No entanto, apesar dos métodos tradicionais disponíveis serem coerentes na tentativa de obter parâmetros sobre a pozolanicidade de um material, diversos autores apontam que muitas das exigências químicas e físicas desses testes não indicam o real desempenho das pozolanas em concretos, tanto para materiais convencionais, como para essa grande variedade de novos materiais que vêm surgindo. (MEDEIROS, *et al.*, 2015; GAVA, 1999; HOPPE FILHO *et al.*, 2017; KASANIYA *et al.*, 2019). Sendo assim, este fator prejudica a incorporação de pozolanas que poderiam apresentar excelente capacidade de reação em concretos e argamassas. Nesse sentido, pesquisadores têm concentrado seus esforços no desenvolvimento de novos métodos, ou até mesmo no aprimoramento dos testes já existentes, para que seja possível avaliar a pozolanicidade de um material de forma prática e segura, além de

garantir a ampla aplicabilidade desses métodos aos diversos tipos de materiais estudados.

Diante do exposto o presente trabalho limitou-se a analisar e propor modificações na atual metodologia de ensaio da NBR 5751 (ABNT, 2015), que determina o índice de atividade pozolânica de argamassas com cal e material pozolânico a partir dos valores de resistência à compressão aos 7 dias de corpos de prova cilíndricos submetidos à cura térmica a 55°C.

As modificações levaram em consideração os seguintes pontos:

- A possibilidade de utilização de uma relação água/ligante fixa de 0,65;
- A definição de uma nova temperatura de cura e de um novo procedimento de cura de modo a acelerar o ensaio;
- A possibilidade de redução do tempo de ensaio de 7 dias para 1 ou 3 dias.

Ao final, dez materiais foram avaliados segundo o método proposto pela presente dissertação e seus resultados foram confrontados com os obtidos pelas normas tradicionais NBR 5751 (ABNT, 2015) e NBR 5752 (ABNT, 2014a).

1.2 OBJETIVO

Esta pesquisa tem como objetivo desenvolver, com base em modificações na NBR 5751:2015, um método acelerado que possibilite avaliar a pozolanicidade de diferentes tipos de materiais pozolânicos, através da resistência à compressão de argamassas com cal e pozolana, de forma rápida, eficiente e confiável.

1.2.1 Objetivos específicos

- Verificar a influência do regime e da temperatura de cura nos resultados de resistência à compressão de argamassas com cal e material pozolânico, para diferentes níveis de pozolanicidade;
- Comparar os resultados do índice de atividade pozolânica (IAP) de corpos de prova submetidos a cura térmica direta com os resultados obtidos seguindo o procedimento padrão da NBR 5751;
- Selecionar uma temperatura de cura térmica direta ideal para o método acelerado (3 dias) e para o método expedito (1 dia);

- Definir estatisticamente o requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico conforme a nova metodologia proposta;
- Avaliar a existência de correlação entre os resultados do índice de atividade pozolânica com cal aos 7 dias (NBR 5751:2015) e do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias (NBR 5752:2014) com os resultados obtidos seguindo os procedimentos do novo método com idades de rompimento de 1 e 3 dias.

1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

A presente dissertação encontra-se organizada em seis capítulos, além das referências bibliográficas. No capítulo 1 encontram-se a introdução, onde são abordados o contexto e a justificativa do trabalho, como também o objetivo geral, os objetivos específicos e a estrutura dos capítulos.

Os capítulos 2 e 3 abordam o referencial teórico do estudo. Sendo no capítulo 2 tratados os principais aspectos relacionados aos materiais pozolânicos, como a classificação, a reação pozolânica e as mudanças nas propriedades de concretos e argamassas que incorporam esses materiais. Por sua vez, no capítulo 3 são apresentados de forma detalhada alguns métodos tradicionais diretos e indiretos para determinação da pozolanidade, além de novas metodologias recentemente desenvolvidas.

No capítulo 4 são expostos os materiais e os métodos utilizados para o andamento do trabalho. Nessa seção o programa experimental é detalhado, assim como a caracterização dos materiais e o relato do passo a passo dos métodos de ensaio.

O capítulo 5 aborda e discute os resultados experimentais obtidos ao longo do estudo. E por fim, no capítulo 6 encontram-se as principais conclusões do trabalho com base nas investigações realizadas, além de sugestões para trabalhos futuros.

2 POZOLANAS

A seguir, apresenta-se uma breve revisão bibliográfica acerca do histórico, da classificação, da composição química e mineralógica e das reações dos materiais pozolânicos.

2.1 OS MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES E O HISTÓRICO DAS POZOLANAS

Os materiais cimentícios suplementares (MCS) podem ser categorizados em materiais hidráulicos ou pozolânicos. Quando anidros ou em contato com água, geralmente não apresentam reações hidráulicas significativas de valor cimentante. No entanto, quando finamente moídos e em soluções alcalinas ou em contato com o hidróxido de cálcio, reagem quimicamente. Podem ser utilizados como substitutos parciais do clínquer em cimentos ou como substitutos parciais do cimento Portland em misturas de concreto (SKIBSTED e SNELLINGS, 2019).

As pozolanas foram os primeiros materiais cimentícios utilizados pelas civilizações antigas (DONATELLO, 2010). O termo pozolana foi inicialmente designado para rochas vulcânicas presentes nas regiões de Pozzuoli e de Roma e posteriormente foi estendido para outros materiais de origens naturais e artificiais que possuíam comportamentos semelhantes à essas rochas (MASSAZZA, 1998). A antiguidade grega utilizava areia vulcânica derivada da Ilha de Santorini em conjunto com cal e água para produzir argamassas, por sua vez, os romanos incorporavam cinzas vulcânicas junto com cal para produzir um ligante hidráulico para o concreto. Monumentos históricos como o Panteão e o Coliseu em Roma são exemplos de concretos duráveis produzidos com pozolanas na civilização antiga e que persistem até os dias atuais (VITRUVIUS, MORGAN, 1960; PLOMMER, 1973).

Mesmo após a descoberta do cimento Portland (CP) como ligante hidráulico, os materiais pozolânicos continuam sendo amplamente utilizados atualmente. Isso porque, posteriores preocupações com a durabilidade (baixo desempenho a longo prazo) de concretos contendo apenas CP, além de questões ambientais (liberação de grande quantidade de gases do efeito estufa) e desvantagens econômicas, tornaram necessária a substituição parcial do cimento por materiais pozolânicos.

2.2 DEFINIÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DAS POZOLANAS

A NBR 12653 (ABNT, 2014b), define material pozolânico como: “material silicioso ou silicoaluminoso que, sozinho, possui pouca ou nenhuma propriedade ligante, mas que, quando finamente moído e na presença de água, reage com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente, formando compostos com propriedades ligantes”. São materiais ricos em SiO_2 , e, muitas vezes, em Al_2O_3 , sendo suficientemente reativos em misturas com água e CaO . Quando incorporados ao cimento atuam consumindo o Ca(OH)_2 e produzindo silicato de cálcio hidratado (C-S-H) ou aluminato de cálcio hidratado (C-A-H) e silicoaluminato de cálcio hidratado (C-A-S-H) a temperaturas normais, reduzindo a porosidade da mistura e, portanto, elevando a durabilidade de concretos e argamassas (TAYLOR, 1997).

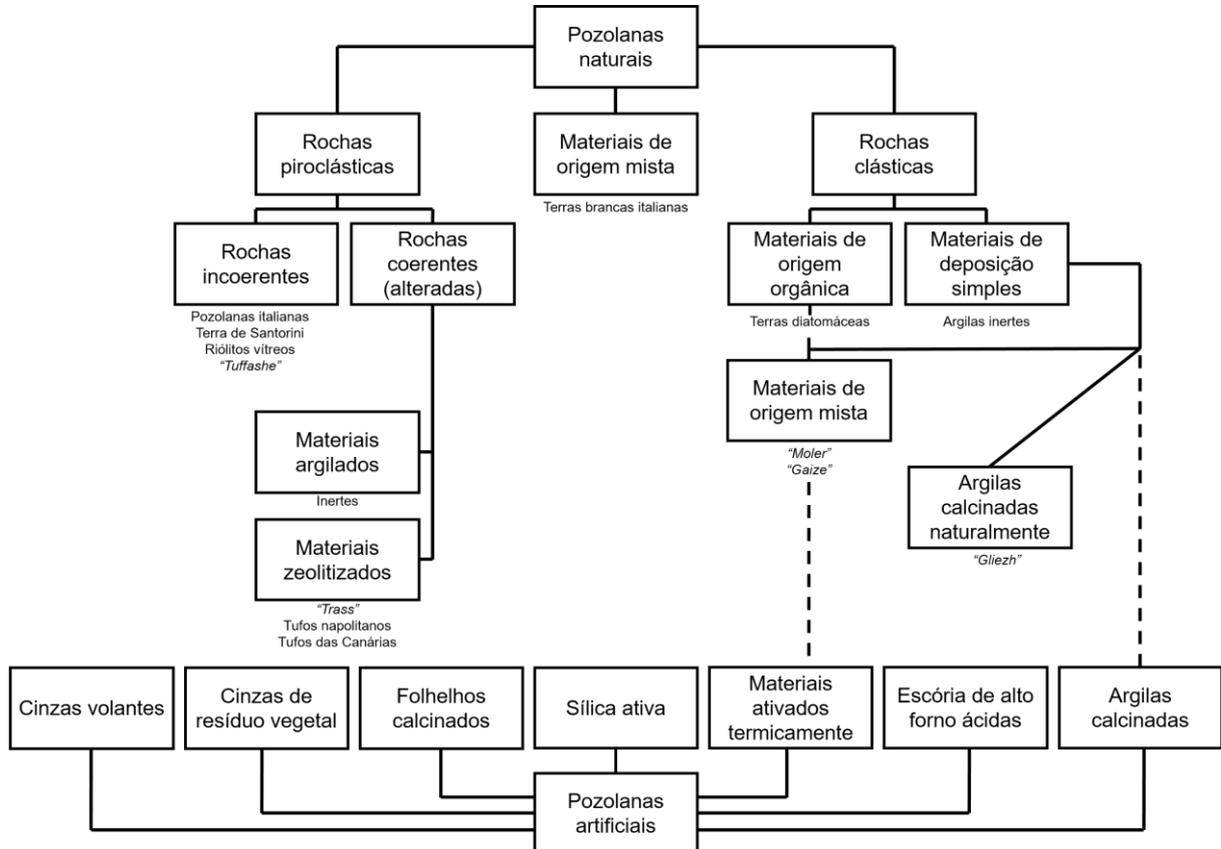
As pozolanas podem ser obtidas de diversas fontes, podendo ter origem natural, mineral ou até mesmo proveniente de subprodutos industriais. A forma de interação desses materiais com o cimento bem como os mecanismos envolvidos na hidratação, podem variar bastante, dependendo das características físicas e mineralógicas do material, da superfície específica, da relação água/sólidos e até mesmo da temperatura de cura (MASSAZZA, 1993; SWAMY, 1993).

Embora seja amplamente aceito que a atividade pozolânica depende em grande parte das propriedades físico-químicas desses materiais, a classificação mais utilizada atualmente leva em consideração a origem das pozolanas, classificando-as em dois grupos: naturais e artificiais (SNELLINGS *et al.*, 2012). As pozolanas naturais não necessitam de qualquer tratamento além da moagem, já as pozolanas artificiais são resultantes de modificações químicas e/ou estruturais, pois sem essas modificações possuem pouca ou nenhuma propriedade pozolânica. Massazza (1998) propõe uma classificação mais ampla, conforme Figura 1, pois segundo o autor, esta classificação não abrange todos os materiais pozolânicos, como por exemplo aqueles que possuem tanto constituintes tipicamente pozolânicos como também quantidades de materiais que só adquirem um caráter pozolânico após a queima.

A NBR 12653 (ABNT, 2014b) divide as pozolanas em classes (classe N, C e E). A classe N engloba as pozolanas naturais e artificiais, a classe C engloba as cinzas volantes produzidas pela queima do carvão mineral em usinas termelétricas e a classe E, quaisquer pozolanas que não estejam contempladas nas classes N e C e que atendam aos requisitos dessa norma. Os requisitos físicos e químicos mínimos para

que um material seja considerado pozolânico levam em consideração essas classes e estão dispostos nas Tabela 1 e 2.

Figura 1 - Classificação materiais pozolânicos segundo Massazza (1998)



Fonte: Adaptado de Massazza (1998).

Tabela 1 - Requisitos físicos dos materiais pozolânicos conforme NBR 12653:2014

Propriedade	Classe de material pozolânico			Método de ensaio
	N	C	E	
Material retido na peneira 45 µm	< 20%	< 20%	< 20%	ABNT NBR 15894-3
Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, em relação ao controle	≥ 90%	≥ 90%	≥ 90%	ABNT NBR 5752
Atividade pozolânica com cal aos sete dias	≥ 6 MPa	≥ 6 MPa	≥ 6 MPa	ABNT 5751

Fonte: Adaptado de NBR 12653 (ABNT, 2014b).

Tabela 2 - Requisitos químicos dos materiais pozolânicos conforme NBR 12653:2014

Propriedades	Classe de material pozolânico			Método de ensaio
	N	C	E	
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	≥ 70%	≥ 70%	≥ 50%	ABNT NBR NM 22
SO ₃	≤ 4%	≤ 5%	≤ 5%	ABNT NBR NM 16
Teor de umidade	≤ 3%	≤ 3%	≤ 3%	ABNT NBR NM 24
Perda ao fogo	≤ 10%	≤ 6%	≤ 6%	ABNT NBR NM 18
Álcalis disponíveis em Na ₂ O	≤ 1,5%	≤ 1,5%	≤ 1,5%	ABNT NBR NM 25

Fonte: Adaptado de NBR 12653 (ABNT, 2014b).

No entanto, devido à grande variedade de materiais pozolânicos, suas diferentes origens e mecanismos de reação, alguns requisitos da NBR 12653 se tornam limitadores e inibidores da utilização desses materiais, uma vez que não guardam uma correlação direta com o desempenho real de pozolanas em concretos e argamassas (GAVA, 1999). Swamy (1993) afirma que a soma SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃ não é capaz de detectar significativas diferenças no desempenho de materiais pozolânicos quando incorporados em concretos, pois muitas cinzas que não se enquadram nessa exigência apresentam bom desempenho em concretos. Para Gava (1999), o teor de umidade não pode ser utilizado como critério de avaliação, sendo sua determinação necessária apenas para a dosagem do concreto e para controle da relação água/ligante. Os requisitos físicos também são alvo de críticas, principalmente com relação aos métodos de ensaios das NBRs 5751:2015 e 5752:2014 e serão tratados com mais detalhes no capítulo seguinte.

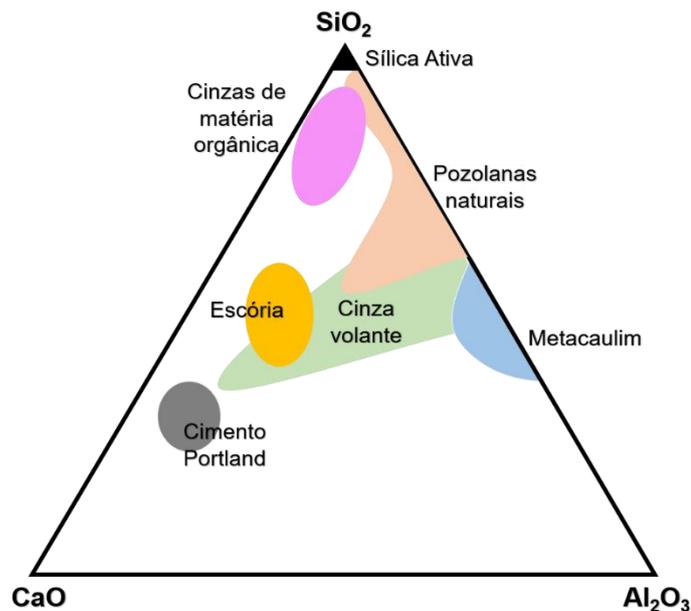
2.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA DAS POZOLANAS

A composição química e mineralógica das pozolanas varia significativamente e irá depender da origem de suas matérias-primas, no caso de pozolanas naturais, ou dos materiais refinados utilizados em sua produção, no caso das artificiais. A composição química é geralmente expressa em termos de óxidos, sendo predominantes os seguintes: SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, K₂O e Na₂O. A Figura 2 apresenta a composição química e suas típicas variações para alguns grupos de materiais cimentícios suplementares em um diagrama ternário de CaO-SiO₂-Al₂O₃ (ROBAYO-SALAZAR e GUTIÉRREZ, 2018; SNELLINGS *et al.*, 2012).

Verifica-se que os teores de SiO₂ e de Al₂O₃ para as pozolanas naturais são largamente diversificados, no entanto o teor de CaO desses materiais é baixo (<10%)

e tende a se manter uniforme independente da fonte. Robayo-Salazar e Gutiérrez (2018) relatam que as pozolanas naturais geralmente incorporam minerais de feldspato, como a albita, sanidina, anortita, microclina e o ortoclásio. A composição mineralógica dessas pozolanas é influenciada tanto pela sua composição química como também pela pressão e temperatura durante o processo de intemperismo. O Quadro 1 apresenta a composição mineralógica típica de pozolanas naturais (ROBAYO-SALAZAR e GUTIÉRREZ, 2018; SNELLINGS *et al.*, 2012, KASANIYA, 2019).

Figura 2 - Diagrama ternário da composição química típica de materiais cimentícios suplementares e do cimento Portland



Fonte: Adaptado de Snellings *et al.* (2012).

Quadro 1 - Composição mineralógica típica de pozolanas naturais

Grupo	Subgrupo	Mineral	Fórmula Química
Feldspato	Plagioclásio	Anortita	$\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$
		Albita	$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$
		Microclina	KAlSi_3O_8
	Feldspato alcalino	Sanidina	
		Ortoclásio	
		Anortoclásio	$(\text{Na,K})\text{AlSi}_3\text{O}_8$
Anfibólio	Feldspatóide	Nefelina	$(\text{Na,K})\text{AlSiO}_4$
	Tremolita		$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
	Hornblenda		$(\text{Ca,Na})_{2-3}(\text{Mg,Fe,Al})_5\text{Si}_6(\text{Al,Si})_2\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
Sílica	Quartzo		SiO_2
Piroxênio	Clinopiroxênios	Augita	$(\text{Ca,Na})(\text{Mg,Fe,Al,Ti})(\text{Si,Al})_2\text{O}_6$
		Diopsídeo	$\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$
	Ortopiroxênios	Enstatita	$\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$
Minerais de argila		Montmorilonita	$(\text{Na,Ca})_{0,33}(\text{Al,Mg})_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$
		Halloisita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
Mica		Biotita	$\text{K}(\text{Mg,Fe})_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{F,OH})_2$
		Moscovita	$\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$

Fonte: Adaptado de Robayo-Salazar e Gutiérrez (2018).

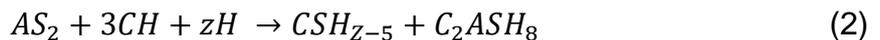
No geral, a composição química das pozolanas artificiais apresenta altos valores de SiO_2 e Al_2O_3 . No entanto esses valores possuem uma variabilidade considerável, sendo atribuídos à fonte e ao processo de calcinação que podem modificar a mineralogia desses materiais (ROBAYO-SALAZAR e GUTIÉRREZ, 2018; KASANIYA, 2019). Em um estudo realizado por Tironi *et al.* (2013) com várias argilas calcinadas foi possível verificar variações entre 70 e 90% dos teores de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$, reforçando a ideia apresentada anteriormente.

2.4 REAÇÃO POZOLÂNICA

Como visto anteriormente, os materiais pozolânicos reagem com o hidróxido de cálcio na presença de água, formando compostos com propriedades ligantes. A partir desse conceito é possível inferir que a reação pozolânica irá depender da quantidade máxima de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ que pode ser combinada com a pozolana, sendo relevante também a taxa em que essa reação acontece. Ressalta-se que a heterogeneidade das pozolanas, assim como os complexos fenômenos que ocorrem durante a hidratação, não permitem a delimitação de um modelo único de reação, logo apenas tendências gerais são identificadas (MASSAZZA, 2003).

No geral, existe um consenso de que a quantidade total de cal combinada com o material pozolânico e a taxa em que a reação ocorre irão depender dos seguintes fatores: natureza das fases ativas, teor de SiO₂, relação cal/pozolana, tempo e temperatura de cura, superfície específica da pozolana e relação água/sólidos da mistura (MASSAZZA, 2003).

Durante o processo de hidratação do cimento Portland, as fases de silicato anidras reagem com água formando silicatos de cálcio hidratados (C-S-H) e hidróxido de cálcio (CH). Quando presentes, as pozolanas reagem com o CH produzido na hidratação do cimento, juntamente com a água e formam produtos cimentícios como o C-S-H e o silicatoaluminato de cálcio hidratado (C-A-S-H). A sílica (S) reativa reage com CH e água formando C-S-H e a alumina reativa também pode se combinar com CH formando compostos cimentantes como o C-A-S-H, AFt e AFm. Essas reações podem ser representadas de forma simplificada pelas Equações 1 e 2 (MEHTA e MONTEIRO, 2014; THOMAS, 2013).



De acordo com Mehta e Monteiro (2014), a reação é lenta e conseqüentemente a taxa de liberação de calor e o desenvolvimento da resistência também são. Nas primeiras idades a reação é consideravelmente influenciada pela superfície específica do material pozolânico e, por sua vez, a reação a longo prazo sofre influência da composição química e mineralógica das fases amorfas (TIRONI *et al.* 2013). A reação pozolânica é mais lenta em condições normais de cura e pode levar vários anos para concluir totalmente devido à diminuição na mobilidade das espécies químicas que participam da reação em idades posteriores (MASSAZZA, 2003).

2.5 EFEITO DAS POZOLANAS NAS PROPRIEDADES DE CONCRETOS E ARGAMASSAS

Os concretos e argamassas que incorporam materiais pozolânicos em sua composição têm algumas de suas propriedades alteradas, tanto no estado fresco, quanto no estado endurecido. No estado fresco, a quantidade de água necessária

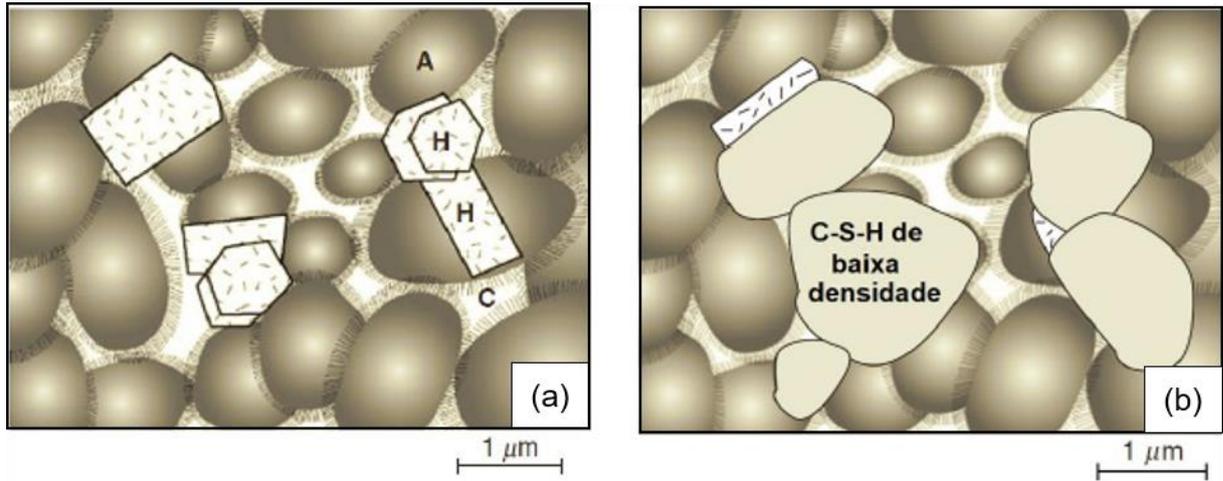
para que a mistura atinja determinada trabalhabilidade ou fluidez dependerá em grande parte das características das partículas do material pozolânico e de sua proporção na argamassa ou concreto (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Em geral, uma maior área específica e um formato mais irregular da partícula de material pozolânico aumentam substancialmente a demanda por água, como no caso da sílica ativa e do metacaulim. Em oposição, partículas esféricas e uma área específica relativamente mais baixa, como no caso das cinzas volantes, ocasionam uma redução na demanda por água. Uma vez que a relação água/ligante está diretamente relacionada à porosidade, o aumento da demanda por água resulta num desempenho em termos de resistência à compressão reduzido. Logo, em níveis de reposição mais altos, pode ser essencial a introdução de aditivo superplastificante para reduzir a relação água/ligante (SNELLINGS *et al.*, 2012). Com relação ao calor de hidratação, quando se utilizam pozolanas de menor reatividade, o efeito combinado da diluição do clínquer e de uma reação pozolânica mais lenta reduz a temperatura máxima atingida e minimiza o risco de retração e fissuras em concretos e argamassas (GUEDERT, 1989; SNELLINGS *et al.*, 2012).

No estado endurecido, melhorias importantes são proporcionadas com a inserção desses materiais, dentre elas citam-se, em alguns casos, uma maior resistência mecânica, principalmente em idades mais tardias, além de uma maior resistência ao ataque por ácidos e, portanto, maior durabilidade. Essas melhorias podem ser associadas ao consumo de Ca(OH)_2 e produção de produtos com características cimentantes como o C-S-H e o C-A-S-H adicionais. Como resultado da reação pozolânica a quantidade final de hidróxido de cálcio nos produtos hidratados é sempre menor do que aquela encontrada em concretos e argamassas contendo apenas cimento Portland, representando uma contribuição importante para a durabilidade da pasta endurecida de cimento frente a meios ácidos (MEHTA e MONTEIRO, 2014; MASSAZZA, 2003; SNELLINGS, 2012).

Destaca-se ainda a capacidade dos produtos da reação pozolânica em preencher espaços capilares, melhorando assim, a porosidade e a impermeabilidade do sistema. A Figura 3 ilustra de forma esquemática a estrutura de pastas de cimento hidratadas com cimento Portland com e sem pozolanas. A ilustração à direita esboça como resultado da reação pozolânica, os vazios capilares eliminados ou reduzidos, e a substituição dos cristais de hidróxido de cálcio pelo C-S-H adicional (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Figura 3 – Representação esquemática de pastas de cimento hidratadas (a) com cimento Portland (b) com cimento Portland pozolânico



Fonte: Mehta e Monteiro (2014).

3 MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE

Esse capítulo resume e racionaliza os principais métodos de determinação da pozolanicidade de materiais cimentícios suplementares com potencialidade pozolânica. Como visto anteriormente, as pozolanas podem ser obtidas de diversas formas, podendo ser de origem natural ou até mesmo oriundas de subprodutos industriais. Uma maior pozolanicidade está relacionada com a quantidade máxima de Ca(OH)_2 combinada com a pozolana, e com a taxa em que essa reação acontece. Além disso, fatores como a proporção água/sólidos na mistura, o tempo de cura, a superfície específica e a temperatura ambiente também podem interferir no desempenho desses materiais (MASSAZZA, 1993). Nesse contexto, a ampla gama de materiais cimentícios suplementares e os seus diferentes e complexos fenômenos de hidratação inviabilizam a criação de um único método que avalie de forma precisa a atividade pozolânica. Sendo assim, atualmente, existem diversos modelos, com metodologias diferentes, que se propõem a analisar a pozolanicidade de um material e o seu desempenho quando incorporado a concretos e argamassas. Segundo Swamy (1993), um método eficiente para a determinação da pozolanicidade deve cumprir três requisitos básicos: ser capaz de distinguir uma adição pozolânica de uma não pozolânica; fornecer informações a respeito do grau de atividade pozolânica e do desenvolvimento da resistência e fornecer resultados em tempo hábil para que o material possa ser empregado na indústria da construção civil.

Os métodos tradicionais disponíveis na literatura podem ser categorizados em métodos diretos ou indiretos. Os métodos diretos monitoram a presença de Ca(OH)_2 e o seu consumo/redução com o tempo enquanto a reação pozolânica avança. Por sua vez, os métodos indiretos avaliam uma propriedade física ou mecânica de uma amostra, como por exemplo a resistência à compressão e a condutividade elétrica, e a utilizam como indicativo da extensão da atividade pozolânica. Comumente os resultados desses testes físico-mecânicos são corroborados com os métodos diretos a fim de confirmar a ocorrência das reações pozolânicas (DONATELLO *et al.*, 2010).

3.1 MÉTODOS DIRETOS

Os métodos diretos, também denominados de métodos químicos, quantificam o teor do hidróxido de cálcio através de procedimentos analíticos como a difração de raios-x (DRX), a análise termogravimétrica (ATG) e a titulação química. São

considerados métodos rápidos, o que torna esse tipo de teste vantajoso quando se busca parâmetros sobre o potencial pozolânico de um material em um curto período (DONATELLO *et al.*, 2010; VASCONCELOS, 2013). Taylor (1997) afirma que os métodos químicos são limitados no seu uso em razão da pouca representatividade na resistência mecânica aos 28 dias, a qual depende mais da relação água/ligante do que a atividade pozolânica.

Na difração de raios-x, a estrutura cristalina do material é avaliada e a reatividade da pozolana é medida pela distinção entre as fases amorfas e cristalinas da sílica. Além disso, é possível identificar a formação dos produtos hidratados em pastas e quantificar as fases vítreas e cristalinas através do refinamento de Rietveld. Por sua vez, a análise termogravimétrica avalia a perda de massa de pastas de cimento com pozolana em função do aumento da temperatura de ensaio. Os resultados podem ser visualizados através de um gráfico de massa em função da temperatura ou tempo (TG) e sua derivada (DTG). A atividade pozolânica é analisada a partir do consumo do hidróxido de cálcio, que pode ser observado com a diminuição do pico do gráfico com o avanço da idade de cura, devido à combinação da pozolana com o hidróxido de cálcio. Através da Análise Termogravimétrica (ATG), é possível ainda determinar o teor de água quimicamente combinada que também pode ser um indicativo da reação pozolânica (MASSAZZA, 1993; NAKANISHI, 2013; QUARCIONI *et al.*, 2015). Os métodos diretos tradicionais normalizados no Brasil são o método de Chapelle modificado e o método de Frattini, descritos pelas NBR 15895 (ABNT, 2010) e NBR 5753 (ABNT, 2016), respectivamente. Ambos quantificam o consumo do hidróxido de cálcio por titulação química e estão descritos com mais detalhes a seguir.

3.1.1 Método Chapelle modificado – NBR 15895:2010

O método de Chapelle modificado se baseia na determinação do índice de atividade pozolânica por meio da quantificação do teor de hidróxido de cálcio fixado através de titulação química. Este método é uma modificação do procedimento original desenvolvido por Chapelle, sendo a reação acelerada pela elevação da temperatura. A NBR 15895 (ABNT, 2010) se aplica a materiais silicosos e sílico-aluminosos, cuja fase amorfa tenha capacidade de fixar hidróxido de cálcio, como pozolanas naturais, artificiais, argilas calcinadas, cinzas volantes, sílica ativa e metacaulim.

A massa de material pozolânico ensaiada é de 1 g, esta é misturada com 2 g de CaO em um frasco de *Erlenmeyer*. Posteriormente, 250 ml de água isenta de CO₂ são adicionados ao frasco, e o mesmo é colocado em banho-maria e em agitação por 16 horas à temperatura de 90 ± 5 °C. Após esse procedimento, o frasco é resfriado em água corrente à temperatura ambiente. Na sequência, adicionam-se 250 ml de uma solução de sacarose (240 g/l) ao frasco, prosseguindo com a agitação. Filtram-se 100 ml dessa solução final e pipetam-se 50 ml para titulação com uma solução de HCL 0,1 M, utilizando a solução de fenolftaleína como indicador e anotando ao final o volume gasto na titulação (V₂). O mesmo procedimento é repetido para o ensaio em branco (sem o material pozolânico) e o volume gasto na titulação é anotado (V₃) (ABNT, 2010). O índice de atividade pozolânica Chapelle representa o teor de hidróxido de cálcio fixado em miligramas de Ca(OH)₂ por grama de material pozolânico e é calculado conforme Equação 3. Quanto maior o consumo de Ca(OH)₂, maior o índice e conseqüentemente maior a pozolanicidade do material.

$$I_{Ca(OH)_2} = \frac{28 * (V_3 - V_2) * Fc}{m_2} * 1,32 \quad (3)$$

Sendo,

- I_{Ca(OH)₂} = Índice de atividade pozolânica Chapelle (mg/g);
- m₂ = Massa do material pozolânico ensaiado (g);
- V₂ = Volume de HCl 0,1 M consumido no ensaio com o material pozolânico (ml);
- V₃ = Volume de HCl 0,1 M consumido no ensaio em branco (ml);
- Fc = Fator de correção do HCl para a concentração de 0,1 M.
- 1,32 = Relação molecular Ca(OH)₂/CaO.

O fator de correção (Fc) pode ser calculado conforme Equações 4 e 5.

$$M_{HCl} = \frac{m_1}{V_1 * 0,19072} \quad (4)$$

$$Fc = \frac{M_{HCl}}{0,1} \quad (5)$$

Onde,

- M_{HCl} = Molaridade real da solução de HCl 0,1 M;
- m₁ = Massa de tetraborato de sódio (bórax) (g);
- V₁ = Volume de HCl gasto na titulação (ml);
- 0,19072 = miliequivalente de tetraborato de sódio;
- Fc = Fator de correção do HCl para a concentração de 0,1 M.

3.1.2 Método de Frattini – NBR 5753:2016

O método de Frattini mede a pozolanicidade de cimentos Portland pozolânicos, não sendo aplicado a pozolanas e cimentos não pozolânicos. Assim como o método de Chapelle modificado, utiliza titulação química para quantificar o teor de hidróxido de cálcio. No entanto, o método de Frattini avalia a reatividade de materiais cimentícios suplementares em sistemas mais próximos das condições reais. Ao invés de ferver a solução à 90°C, uma cura a 40°C é utilizada, além disso, no lugar do Ca(OH)_2 , as pastas são compostas com cimento Portland, o que proporciona álcalis adicionais à solução (SNELLINGS, 2015). O teste se baseia na comparação entre a concentração de íons de cálcio, presente em uma solução aquosa contendo cimento pozolânico hidratado, e a quantidade de íons de cálcio capaz de saturar uma solução de mesma alcalinidade. O período de ensaio pode variar de 8 a 15 dias e o material será considerado satisfatório caso a concentração de íons de cálcio na solução seja menor do que a concentração saturada (ABNT, 2016).

De forma simplificada, o procedimento segue da seguinte forma: inicialmente pipetam-se 100 ml de água recém-fervida no frasco de *Erlenmeyer* e o recipiente é levado à estufa à 40°C até obter o equilíbrio. Após esse procedimento, o frasco é retirado da estufa, 20 gramas de cimento pozolânico são adicionadas, o recipiente é agitado vigorosamente e colocado novamente na estufa. Passados 8 a 15 dias, o recipiente é removido da estufa e a solução é filtrada a vácuo afim de evitar a queda da temperatura da solução e a absorção de CO_2 . Pipetam-se 50 ml dessa solução filtrada e nela são adicionadas cinco gotas de alaranjado de metila. A alcalinidade total da solução é determinada com a adição de uma solução de ácido clorídrico diluído 0,1 mol/L. O ponto final da titulação corresponderá à mudança de cor de amarelo para alaranjado (ABNT, 2016). A determinação da concentração dos íons hidroxila (OH) segue conforme Equação 6.

$$[\text{OH}] = 2 * V_3 * f_2 \quad (6)$$

Onde,

- V_3 = Volume da solução 0,1 mol/L de ácido clorídrico usada na titulação (mL);
- f_2 = Fator da solução de ácido clorídrico.

Utilizando a solução anteriormente titulada, ajustando seu pH para 12,8 a 13 com a adição de uma solução de hidróxido de sódio, procede-se uma nova titulação,

agora com 0,03 mol/L de EDTA, determinando o ponto final por fotometria ou utilizando um método alternativo. Por fim, a concentração de óxido de cálcio, em milimoles por litro, pode ser calculada pela Equação 7 (ABNT, 2016).

$$[CaO] = 0,6 * V_4 * f_1 \quad (7)$$

Sendo,

- V_4 = Volume da solução de EDTA usada na titulação (mL);
- f_1 = Fator da solução de EDTA.

De posse dos resultados, pode-se avaliar a pozolanicidade do material ensaiado a partir do gráfico das concentrações de íons de cálcio (expressos como óxidos de cálcio) em função das concentrações de íons hidroxila. O cimento pozolânico, irá satisfazer o ensaio quando o ponto plotado ficar abaixo da curva da concentração da solução saturada em íons cálcio. Os resultados obtidos são qualitativos, porém alguns autores utilizam a distância do ponto da curva de concentração como base para comparação com resultados de resistência à compressão (ABNT, 2016; SNELLINGS, 2015).

3.2 MÉTODOS INDIRETOS

Em oposição aos métodos diretos, os métodos indiretos ou físicos não fornecem informações a respeito do material pozolânico em si. Eles monitoram propriedades como a condutividade elétrica, a evolução de calor por calorimetria ou a resistência à compressão em sistemas contendo materiais cimentícios suplementares e as correlacionam com o possível desempenho do material, indicando assim a extensão da atividade pozolânica (DONATELLO *et al.*, 2010).

O método da calorimetria é indicado para o estudo da fase inicial da hidratação, pois nesse período a taxa de liberação de calor é elevada. Nesse método a pozolanicidade do material é avaliada a partir de medidas contínuas de liberação de calor com o tempo (NAKANISHI, 2013). Por sua vez, os métodos que envolvem condutividade elétrica se baseiam no princípio de que o consumo do hidróxido de cálcio pela pozolana em uma solução ocasionará a redução da condutividade. Logo, a pozolanicidade é medida através da variação da medida de condutividade de uma amostra em solução saturada de hidróxido de cálcio e da mesma amostra em uma solução em branco (BASTO, 2018).

Dentre os métodos indiretos, listam-se ainda aqueles cuja propriedade física monitorada é a resistência à compressão. Destacam-se em especial a NBR 5751 (ABNT, 2015) que determina o índice de atividade pozolânica com cal hidratada (IAP) aos sete dias e a NBR 5752 (ABNT, 2014a) que determina o índice de desenvolvimento com cimento Portland aos 28 dias (I_{cimento}). Devido à facilidade de execução, ambos são amplamente utilizados no Brasil e estão descritos com mais detalhes abaixo.

3.2.1 Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias NBR - 5752:2014

A NBR 5752 (ABNT, 2014a) especifica uma metodologia para determinar o desempenho de materiais pozolânicos através dos resultados de resistência à compressão de argamassas contendo o material ensaiado e o cimento Portland. O método propõe a preparação de duas argamassas, uma apenas com cimento Portland (argamassa A) e a outra com 25% da massa de cimento substituída por material pozolânico (argamassa B). A relação água/ligante é de 0,48 para ambas as argamassas e aditivo superplastificante deve acrescentado, quando necessário, na argamassa B, para manter o índice de consistência em ± 10 mm do obtido na argamassa de referência. O procedimento da mistura, a moldagem dos corpos de prova e as condições de cura são realizadas de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019).

O índice de desempenho com cimento Portland (I_{cimento}) é determinado a partir da relação entre a resistência média aos 28 dias de seis corpos de prova cilíndricos de 5x10 mm, moldados com cimento e 25% de material pozolânico (f_{cB}) e a resistência média aos 28 dias da mesma quantidade de corpos de prova moldados apenas com cimento (f_{cA}), expresso em porcentagem, conforme Equação 8. A NBR 12653:2015, que trata a respeito dos requisitos para que um material seja considerado pozolânico, estabelece que o I_{cimento} mínimo deve ser de 90% (ABNT, 2014).

$$I_{\text{cimento}} = \frac{f_{cB}}{f_{cA}} * 100 \quad (8)$$

Cordeiro (2006) afirma que o índice de desempenho com cimento Portland é um parâmetro importante para avaliar a reatividade de um material quando incorporado em concretos e argamassas como adição mineral, pois simula uma

situação de real aplicação. No entanto, de acordo com Gava (1999), os resultados podem sofrer a influência do tipo de cimento, dificultando comparações e prejudicando a uniformidade do método. Além disso, ressalta-se ainda que para o cimento Portland geralmente é possível prever o desenvolvimento da resistência a longo prazo com relativa precisão em testes de curto prazo (7 ou 28 dias) em condições normais de cura. No entanto, esse não é o caso para ligantes que incorporam materiais cimentícios suplementares, especialmente para pozolanas de baixa reatividade, pois na maioria dos casos a reação é lenta, o que significa que a resistência cresce de forma mais tardia, após períodos mais longos de cura e reação (SNELLINGS e SCRIVENER, 2015).

3.2.2 Determinação da atividade pozolânica com cal aos 7 dias NBR - 5751:2015

Nesse método a pozolanicidade dos materiais pozolânicos é avaliada a partir da resistência à compressão aos 7 dias de argamassas com cal e o material ensaiado. A utilização de hidróxido de cálcio PA ao invés de cimento elimina as possíveis variações decorrentes do uso de tipos diferentes de ligante. Além disso, o comportamento do consumo de hidróxido de cálcio pelo material pozolânico neste teste tende a ser semelhante ao de argamassas de cimento com MCS, no entanto, mais rápido (SNELLINGS e SCRIVENER, 2015).

Para a dosagem de três corpos de prova cilíndricos de 5x10mm utilizam-se 104 gramas de hidróxido de cálcio P.A, 234 gramas de areia normal em 4 frações diferentes e uma massa de material pozolânico que corresponda ao dobro do volume do hidróxido de cálcio, calculada de acordo com a Equação 9. A quantidade de água a ser adicionada deve ser suficiente para garantir um índice de consistência de 225 ± 5 mm. A moldagem é feita de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019) e o tempo total de cura é de sete dias, sendo o primeiro dia em temperatura ambiente e os demais em cura térmica a $55 \pm 2^\circ\text{C}$ (ABNT, 2015).

$$m = 2 * \frac{\delta_{poz}}{\delta_{cal}} * 104 \quad (9)$$

Sendo,

- m = massa de material pozolânico (g);
- δ_{poz} = massa específica do material pozolânico;
- δ_{cal} = massa específica do material pozolânico.

Após o período de cura, os corpos de prova devem ser retirados da estufa, permanecendo nos moldes por aproximadamente duas horas. Decorrido esse período, os mesmos devem ser desmoldados, capeados e rompidos conforma a NBR 7215 (ABNT, 2019). A NBR 12653 (ABNT, 2014b) estabelece como requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico, uma resistência à compressão média aos sete dias de 6 MPa.

Devido à sua facilidade de execução, além da possibilidade de obtenção de resultados acerca da reatividade de um material de forma relativamente rápida, a NBR 5751 é amplamente utilizada para avaliar a pozolanicidade de MCS. No entanto, alguns autores apontam que inconsistências podem ser geradas quando se fixa um valor alvo de consistência para a dosagem dos materiais, pois a relação água/ligante pode variar bastante dependendo do tipo de pozolana e da sua superfície específica, afetando os resultados de resistência à compressão (GAVA, 1999; SWAMY, 1993; TAYLOR, 1997, KASANIYA *et al.*, 2019).

3.3 NOVOS MÉTODOS ALTERNATIVOS

Para atender à crescente demanda por materiais cimentícios suplementares, novos materiais, como as argilas calcinadas e uma grande variedade de resíduos industriais, vêm sendo estudados. De forma a viabilizar a inserção desses novos materiais na composição de cimentos, testes confiáveis, rápidos e relevantes são indispensáveis. A partir desses testes será possível ampliar a gama de materiais pozolânicos, além de garantir que as misturas que venham a incorporar esses materiais tenham a qualidade necessária para utilização na construção civil (SNELLINGS e SCRIVENER, 2015).

Apesar dos métodos químicos e físicos tradicionais serem conceitualmente coerentes na tentativa de obter parâmetros sobre a pozolanicidade de um material,

diversos estudos; como por exemplo os de Gava (1999), Snellings e Scrivener (2015) e Kasaniya *et al.* (2019); apontam que os mesmos são inviáveis para avaliar e prever, de forma eficiente e confiável, o desempenho dessa grande variedade de novos materiais cimentícios. Muitas vezes, ao utilizar métodos tradicionais diferentes para um mesmo material, obtêm-se resultados divergentes, ou seja, materiais considerados pozolânicos por um método e não pozolânico por outros.

Nesse sentido, pesquisadores têm concentrado seus esforços no desenvolvimento de novos métodos, ou até mesmo no aprimoramento dos testes já existentes, para que seja possível avaliar os materiais cimentícios suplementares de forma prática e confiável, além de garantir a ampla aplicabilidade desses métodos aos diversos tipos de materiais estudados. O Quadro 2 apresenta um resumo de três métodos desenvolvidos recentemente, seus procedimentos de mistura, condições de cura e propriedades aferidas. Ambos os métodos serão discutidos em mais detalhes na seção seguinte.

Quadro 2 - Resumo dos componentes da mistura, condições de cura e propriedades aferidas de novos métodos de determinação da reatividade de MCS.

Método	Método R³ (ASTM C1897:2020)	Método R³ modificado (RAMANATHAN <i>et al.</i>, 2020).	Teste de resistência com cal modificado (KASANIYA <i>et al.</i>, 2019)
Componentes da mistura	MCS:CH 1:3; a/l 1,2; CaCO ₃ ; KOH; K ₂ SO ₄	MCS:CH 1:3; a/l 0,9; solução aquosa de 0,5 M KOH	CH:MCS 1:1,15; a/l 0,65; areia/ligante 2,5; calcita; solução aquosa de KOH e K ₂ SO ₄
Condição de cura	Cura selada a 40°C por 7 dias	Cura selada a 50°C por 10 dias	Cura em um recipiente contendo água destilada em temperatura ambiente (23°C) por 1 dia, depois cura a 40°C por 6 dias.
Propriedades medidas	Liberação de calor e/ou água quimicamente combinada	Liberação de calor (ou água quimicamente combinada) e consumo de hidróxido de cálcio	Resistência à compressão

Fonte: Adaptado de Suraneni (2021).

3.3.1 Método R³

Este teste é baseado na correlação entre a reatividade química de materiais cimentícios suplementares em um sistema simplificado com a resistência à compressão de argamassas contendo MCS e cimento Portland. O método R³ utiliza um sistema simplificado, que reproduz as condições ambientes que ocorrem na reação do MCS, quando incorporado ao cimento, sem abranger as fases hidratadas do clínquer, excluindo a variabilidade que existiria com diferentes tipos de clínqueres. Sendo assim, álcalis solúveis e sulfato são adicionados à uma mistura de MCS, hidróxido de cálcio, carbonato de cálcio e água, numa relação água/sólidos de 1,2. O objetivo é simular o pH da solução presente nos poros do cimento, acelerar a atividade pozolânica e levar a formação de produtos hidratados semelhantes aos oriundos de misturas reais com cimento, como as fases de gel C-S-H, C-A-S-H, etringita e AFm. As pastas são curadas a 40°C durante 7 dias e a reatividade do material cimentício ensaiado pode ser obtida através da calorimetria isotérmica, medindo a liberação de calor durante a reação, ou através da determinação da água quimicamente combinada (AVET, *et al.*, 2016; LI, SNELLINGS, *et al.*, 2018).

Inicialmente esse método foi testado para argilas calcinadas, mas testes com outros MCS, como escória, pozolanas naturais e cinzas volantes também foram desenvolvidos e demonstraram sua viabilidade. Sendo assim, o teste foi normalizado pela ASTM C1897 (2020) e está sendo cada vez mais utilizado, inclusive na indústria. A praticidade, a simulação das condições de sistemas reais contendo cimento Portland, além da boa correlação entre a liberação de calor e a água quimicamente combinada com a resistência à compressão aos 28 dias de argamassas com 30% de substituição de MCS são elencadas como grandes vantagens do método (AVET, *et al.*, 2016; SNELLINGS e SCRIVENER, 2015). No entanto, este método não classifica os materiais em níveis ou faixas de pozolanicidade, servindo de base apenas para determinar se eles são inertes ou reativos.

3.3.2 Método R³ modificado

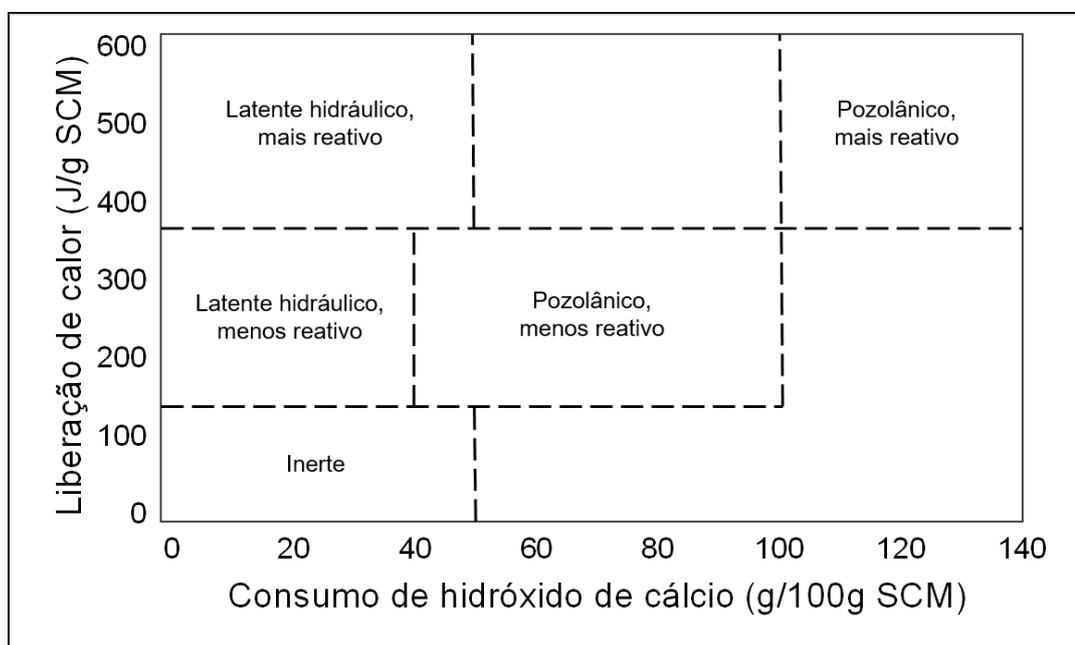
Este método propõe a utilização da calorimetria associada com a análise termogravimétrica como parâmetro para monitorar a liberação de calor e o consumo de hidróxido de cálcio de materiais cimentícios suplementares. A calorimetria é utilizada para medir o calor liberado na reação dos MCS com o hidróxido de cálcio na

temperatura de 50°C em uma solução de 0,5 M de KOH durante 240 horas. A análise termogravimétrica, por sua vez, monitora o consumo do hidróxido de cálcio após as 240 horas e esse consumo pode ser utilizado para determinar a extensão da reação pozolânica em pastas onde materiais cimentícios são usados para substituir uma parte do cimento (SURANENI e WEISS, 2017).

As principais diferenças entre o método R³ modificado e o método R³ original são o aumento na temperatura de cura (de 40°C para 50°C) e a não adição de sulfatos e carbonatos. A temperatura de 50°C é utilizada com o objetivo de maximizar a reação do MCS, que é especialmente importante para aqueles de reação lenta. Além disso, a não adição de sulfatos e carbonatos é útil quando a composição química do material ensaiado não é conhecida com antecedência e o valor exato das contribuições de sulfato e carbonato para a reação não são bem compreendidas (RAMANATHAN *et al.*, 2020).

Os resultados do teste fornecem informações a respeito do comportamento e da reatividade dos materiais cimentícios suplementares ensaiados. Correlacionando os valores de liberação de calor e de consumo de hidróxido de cálcio é possível classificar os MCS em inertes, pozolânicos menos reativos, pozolânicos mais reativos, hidráulicos menos reativos e hidráulicos mais reativos, como mostra a Figura 4. (SURANENI e WEISS, 2017; SURANENI *et al.*, 2019).

Figura 4 - Classificação dos materiais cimentícios suplementares de acordo com o método R³ modificado

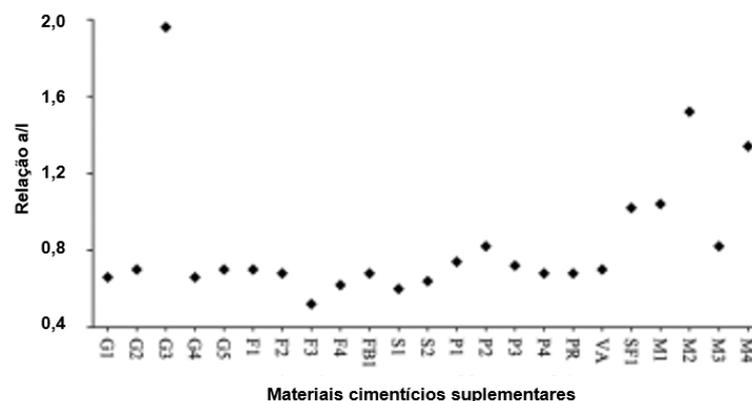


Fonte: Adaptado de Ramanathan *et al.* (2020).

3.3.3 Teste de resistência com cal modificado

Esse teste é baseado em modificações da norma canadense CSA A3004-E1 (2008), que utiliza resultados de resistência a compressão de argamassas com cal e material pozolânico como parâmetro para determinar a reatividade de pozolanas. Inicialmente Kasaniya *et al.* (2019) avaliaram a reatividade de MCS convencionais tais como cinzas volantes, escória, sílica ativa e metacaulim e de novos materiais pozolânicos, como a pedra-pomes, a cinza vulcânica e o vidro moído, de acordo com as normas CSA A3004-E1 (2008) e ASTM C618 (2017). Oito em cada dez pozolanas convencionais, incluindo as cinzas volantes, a sílica ativa e o metacaulim foram classificados como reativos por ambas as especificações. No entanto, quase 50% das novas pozolanas foram definidas como reativas por uma especificação e não reativas pela outra. A principal razão para essa diferença é a grande variabilidade da relação água/ligante (Figura 5), de acordo com a CSA A3004-E1 (2008). Isso ocorre porque a norma não fixa uma relação a/l, mas sim, um valor de consistência alvo (110 mm), assim, dependendo do tipo de pozolana e até mesmo da sua superfície específica, a quantidade de água necessária para atingir consistência requerida acaba prejudicando os resultados de compressão dessas argamassas. Portanto, a relação a/l das argamassas do teste modificado foi mantida fixa no valor de 0,65 (KASANIYA *et al.*, 2019).

Figura 5 - Variação na relação água/ligante de acordo com a CSA A3004-E1:2008



Fonte: Adaptada de Kasaniya *et al.* (2019)

A CSA A3004-E1 (2008) determina ainda, que a quantidade de pozolana utilizada nas argamassas deve variar de acordo com a sua massa específica. No entanto, para o método modificado proposto foi fixada uma relação cal/pozolana de 1/1,5, baseada em resultados de análises termogravimétricas, resistência à

compressão e trabalhabilidade de três pozolanas: vidro moído, cinzas volantes e metacaulim. Otimizações também foram propostas nos componentes da mistura, com a inclusão de calcita nos ligantes e a adição de KOH e K_2SO_4 na solução da mistura, conforme Tabela 3 (KASANIYA *et al.*, 2019).

Tabela 3 - Dosagem de seis corpos de prova cúbicos 50x50 mm de acordo com o teste de resistência com cal modificado

Mistura	Ligante			Solução		
	Pozolana	Cal	Calcita	Água	KOH	K_2SO_4
Controle	260,0	173,3	-	281,7	-	-
Alk-SulS-Cal	242,7	161,8	28,9	281,7	1,1	5,6

Fonte: Adaptado de Kasaniya *et al.* (2019)

Por fim, alterações na solução de cura e na temperatura de cura foram propostas. Com relação a solução de cura, Kasaniya *et al.* (2019) simularam a solução presente nos poros de um cimento Portland durante a hidratação utilizando uma solução alcalina com 0,6 M e com 3KOH/NaOH, pois em sistemas reais essa solução pode acabar influenciando na reatividade das pozolanas. Os resultados de resistência à compressão de argamassas submetidas a diferentes soluções de cura (água destilada ou solução alcalina proposta) não possibilitaram uma clara distinção de qual solução seria mais vantajosa. Dessa forma, os autores selecionaram a água destilada para dar prosseguimento ao método, devido à sua simplicidade.

Ainda com relação ao procedimento de cura, testes comparando a mudança na temperatura de cura de 50°C para 40°C mostraram um melhor desempenho tanto nos resultados da água quimicamente combinada quanto nos resultados de resistência à compressão com cal aos 7 dias. Isso porque, apesar de temperaturas de cura elevadas acelerarem a reação pozolânica, uma duração prolongada pode ter um efeito deletério na estabilidade da reação (KASANIYA *et al.*, 2019).

Diante do exposto, as alterações propostas por Kasaniya *et al.* (2019) giram em torno da otimização da relação água/ligante (valor fixo de 0,65) e da relação cal/pozolana (valor fixo de 1/1,5), adição de calcita, KOH e K_2SO_4 na solução da mistura, além de modificações na temperatura de cura (redução para 40°C). Novos estudos mostraram correlações moderadas a fortes da resistência à compressão de argamassas com cal aos 7 dias, ensaiadas de acordo com o teste de resistência com cal modificado, com a liberação de calor, o teor de hidróxido de cálcio, a água quimicamente combinada e a resistividade de pastas cimentícias em 1 e 35 dias, validando assim a importância desse novo método (RAMANATHAN *et al.*, 2020).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo aborda o programa experimental, os materiais utilizados e os métodos seguidos para desenvolvimento dos experimentos e para o preparo das amostras.

4.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL

No presente estudo o programa experimental buscou desenvolver um método otimizado a partir de modificações nos padrões de ensaio da NBR 5751:2015 - Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias.

Inicialmente realizou-se a caracterização dos materiais utilizados em toda a pesquisa são eles: hidróxido de cálcio (CH), metacaulim (MTC), fíler calcário (FC), terra diatomácea (TD), cinza volante (CV), sílica ativa (SA), cinzas do bagaço de cana (CBCA1000 e CBCA1300), três lodos têxteis, um in natura e os demais calcinados a 700 e 800°C (LOTEX-IN, LOTEX700, LOTEX800), cimento Portland (CP II-F-40), aditivo superplastificante e agregado miúdo. O metacaulim, o fíler calcário e o hidróxido de cálcio foram utilizados ao longo dos experimentos para o desenvolvimento do novo método. Os demais materiais cimentícios suplementares foram utilizados apenas na etapa de validação do método, ao final do estudo.

Na **etapa 1**, foram confeccionadas oito argamassas com diferentes teores de MTC e FC, seguindo os procedimentos da NBR 5751 (ABNT, 2015) com o intuito de selecionar, de acordo com os resultados de resistência à compressão, três misturas com diferentes níveis de pozolanicidade: fraco (WPOZ), médio (MPOZ) e forte (SPOZ), de forma controlada. Sendo assim, nessa etapa foi possível definir os teores de metacaulim (pozolana de alto desempenho) e de fíler calcário (inerte) a serem utilizados para desenvolvimento do método proposto.

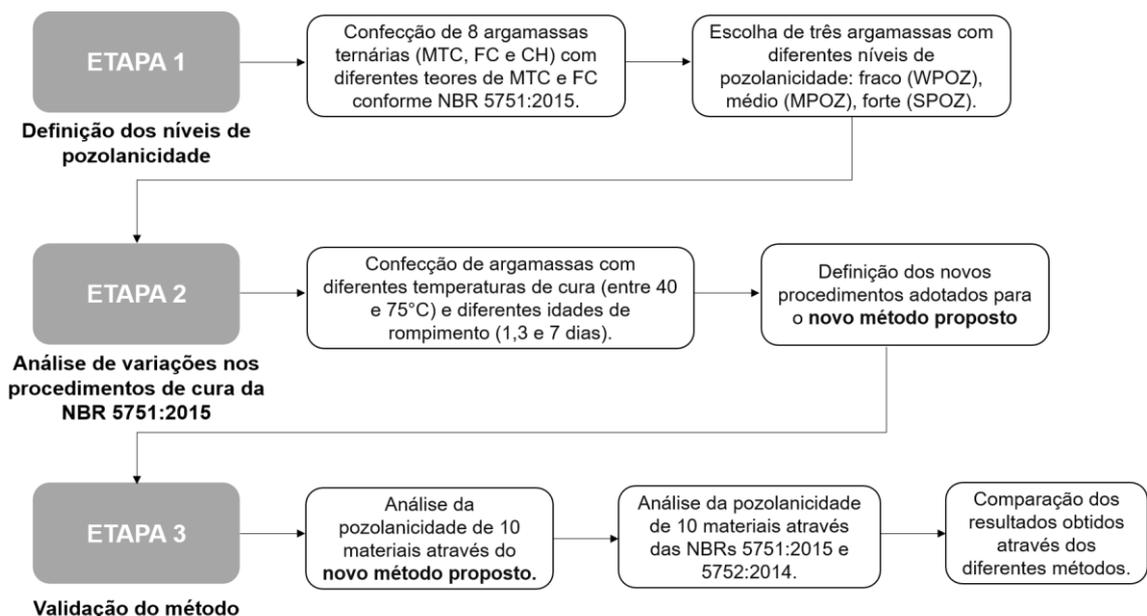
Em seguida, na **etapa 2**, as argamassas selecionadas na etapa anterior foram submetidas a variações nos procedimentos de cura da NBR 5751 (ABNT, 2015), com o intuito de acelerar e otimizar o procedimento de determinação da pozolanicidade. No planejamento experimental desta etapa, adotou-se a variação das temperaturas de cura em 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 e 75 °C, assim como diferentes idades de rompimento (1, 3 e 7 dias). Além disso, também foi analisada a possibilidade de cura

direta, sem aguardar as 24 horas em temperatura ambiente, como preconiza a NBR 5751:2015.

Com base nos resultados da etapa 2, foi possível definir os novos procedimentos a serem adotados para o método acelerado, além dos requisitos mínimos para que um material seja considerado pozolânico conforme a nova metodologia. Sendo assim, ao final dessa etapa, obteve-se o escopo do método proposto no presente estudo.

Na **etapa 3**, foram selecionados dez materiais cimentícios suplementares para a validação da nova metodologia. Para tanto, os materiais foram ensaiados conforme esta metodologia e também conforme dois métodos tradicionais: a NBR 5751:2015 (Determinação da atividade pozolânica com cal aos 7 dias) e a NBR 5752:2014 (Determinação do índice de desempenho com cimento Portland). Ao final, os resultados acerca da pozolanicidade dos materiais ensaiados pelos diferentes métodos foram confrontados e discutidos. A Figura 6 apresenta um fluxograma resumido dos procedimentos descritos anteriormente.

Figura 6 – Fluxograma do programa experimental



Fonte: A Autora (2022)

4.2 MÉTODOS DE ENSAIO

A seguir estão descritos os procedimentos adotados para a realização dos ensaios efetuados no decorrer do presente trabalho. Abrangendo as análises físicas e químicas necessárias para a caracterização dos materiais ensaiados e as análises de pozolanicidade, que foram utilizadas tanto para o desenvolvimento do método (etapa 1 e 2) quanto para a validação do mesmo (etapa 3).

4.2.1 Análises físicas

Na presente dissertação foram realizadas as seguintes análises físicas: massa específica real por meio do frasco de Le Chatelier, massa específica e composição granulométrica do agregado miúdo, granulometria a laser e superfície específica pelo método de Blaine.

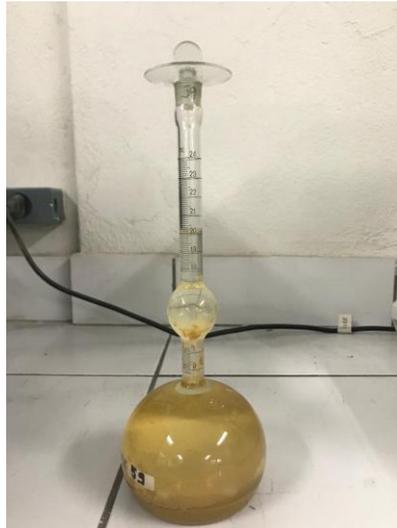
4.2.1.1 Massa específica real por meio do frasco de Le Chatelier

As massas específicas dos materiais cimentícios suplementares foram determinadas de acordo com a NBR 16605 (ABNT, 2017). Para realização do ensaio foi utilizado o frasco volumétrico de Le Chatelier, e o querosene como reagente, líquido escolhido por possuir massa específica inferior a eles.

Inicialmente o frasco foi preenchido com querosene até o nível compreendido entre as marcas zero e 1 cm³. Em seguida, o mesmo foi submetido a um banho termorregulador à temperatura ambiente por aproximadamente 30 minutos e o volume inicial (V1) foi registrado. Na sequência, pesou-se o conjunto (frasco mais querosene) para que, posteriormente, fosse possível mensurar a quantidade de amostra que foi ensaiada. A massa de material adicionada foi suficiente para provocar um deslocamento do líquido entre as marcas de 18 e 24cm³.

Após esse procedimento, submergiu-se novamente o frasco no banho termorregulador durante 30 minutos e registrou-se o volume final (V2). A massa específica foi calculada através da variação de volume do querosene no frasco (V2-V1) provocada pela massa da amostra ensaiada. A Figura 7 ilustra o procedimento de determinação da massa específica do fíler calcário, os demais materiais ensaiados seguiram o mesmo padrão.

Figura 7- Determinação da massa específica do fíler utilizando do frasco de Le Chatelier



Fonte: A Autora (2021).

4.2.1.2 Determinação da massa específica do agregado miúdo

A determinação da massa específica do agregado miúdo seguiu o procedimento determinado pela NM 52 (ABNT, 2009). Separou-se um quilograma de agregado miúdo para realização do ensaio. O mesmo foi colocado em um recipiente, coberto com água e deixado em repouso por 24 horas. Em seguida a amostra foi submetida à secagem até que não houvesse mais umidade superficial. Neste momento o agregado atingiu à condição saturado superfície seca.

Depois de atingir essa condição, colocou-se 500 gramas da amostra (m_s) em um frasco e foi registrada a massa do conjunto (m_1). Preencheu-se o frasco com água até a marca de 500 ml e decorrida uma hora, completou-se novamente com água até a marca de 500cm³ e pesou-se a massa total (m_2).

Por fim, o agregado miúdo foi retirado do frasco e levado à estufa, onde foi seco a 105°C até massa constante e pesado (m).

A Equação 10 foi utilizada no cálculo da massa específica aparente do agregado seco:

$$d_1 = \frac{m}{(V - Va)} \quad (10)$$

Sendo,

- d_1 = massa específica aparente do agregado seco (g/cm³);
- m = massa da amostra seca em estufa (m);
- V = volume do frasco (cm³);

- V_a = volume de água adicionada ao frasco (cm^3).

Foi determinada ainda a massa específica do agregado saturado de superfície seca, conforme Equação 11.

$$d_2 = \frac{m_s}{V - V_a} \quad (11)$$

Onde,

- d_2 = massa específica do agregado saturado superfície seca (g/cm^3);
- m_s = massa da amostra na condição saturado superfície seca (m);
- V = volume do frasco (cm^3);
- V_a = volume de água adicionada ao frasco (cm^3).

Por fim, a massa específica do agregado foi calculada, de acordo com a Equação 12.

$$d_3 = \frac{m}{(V - V_a) - \frac{m_s - m}{\rho_a}} \quad (12)$$

Sendo,

- d_3 = massa específica (g/cm^3);
- m = massa da amostra seca em estufa (m);
- m_s = massa da amostra na condição saturado superfície seca (m);
- V = volume do frasco (cm^3);
- V_a = volume de água adicionada ao frasco (cm^3).
- ρ_a = massa específica da água (g/cm^3).

4.2.1.3 Determinação da composição granulométrica do agregado miúdo

Para determinação da composição granulométrica do agregado miúdo utilizou-se a NBR NM 248 (ABNT, 2003). Uma massa determinada de areia foi colocada sob um conjunto de peneiras e a massa retida em cada malha foi pesada e anotada. De posse das porcentagens retidas em cada peneira foi possível traçar o gráfico da distribuição granulométrica do material. A dimensão máxima característica, correspondente à abertura nominal, em milímetros, da malha da peneira, na qual o agregado apresenta uma porcentagem retida acumulada igual ou imediatamente inferior a 5% em massa e o módulo de finura, obtido através da soma das porcentagens retidas acumuladas em massa nas peneiras da série normal, dividida por 100, também foram determinados.

4.2.1.4 Granulometria a laser

As curvas granulométricas discreta e acumulada dos materiais em pó foram obtidas através da granulometria a laser. Neste método a granulometria é determinada pela difração laser (*low angle laser light scattering* – LALLS ou espalhamento de luz laser de ângulo baixo) de um granulômetro capaz de mensurar a distribuição de tamanho das partículas pela medição da variação angular na intensidade da luz difundida à medida que um feixe de laser interage com as partículas dispersas da amostra. Partículas grandes dispersam a luz em pequenos ângulos em relação ao feixe de laser e partículas pequenas dispersam a luz em ângulos grandes. Como vantagens dos ensaios de difração a laser citam-se a rapidez na geração dos resultados, a possibilidade de obtenção de respostas instantâneas e uma ampla faixa de determinação de tamanho (MALVERN, 2017).

No presente trabalho utilizou-se o granulômetro a laser Mastersizer 2000, da Malvern Instruments, com a unidade de dispersão Hydro 2000MU. O ensaio foi realizado no Laboratório de Tecnologia Mineral – Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Pernambuco. Além das curvas granulométricas discretas e acumuladas foi possível determinar o diâmetro médio ponderado das partículas pela superfície ($D_{3,2}$) e o diâmetro do grão correspondente a 50% do material passante (D_{50}). O dispersante utilizado nas amostras de materiais cimentícios suplementares foi a água e para o hidróxido de cálcio utilizou-se isopropanol.

4.2.1.5 Superfície específica pelo método de Blaine

Levando em consideração que materiais com a mesma granulometria podem apresentar superfícies específicas diferentes em decorrência da forma e rugosidade das partículas e de vazios interiores, realizou-se ainda a determinação da superfície específica dos materiais utilizados neste trabalho (CORDEIRO, 2006).

A superfície específica pode ser definida como a área superficial por unidade de massa, tipicamente expressa em metros quadrados por quilograma. Esta foi determinada através do método de permeabilidade ao ar utilizando o permeabilímetro de Blaine (Figura 8), conforme a NBR 16372 (ABNT, 2015b). A finura do material foi obtida através da medição do tempo necessário para que uma quantidade de ar passasse por uma camada compactada do material com porosidade e massa

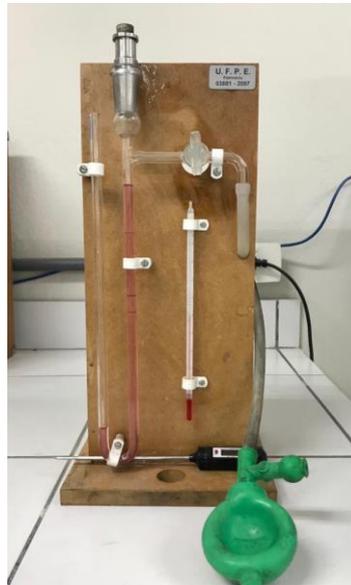
específica conhecidas. A superfície específica foi calculada de acordo com a Equação 13.

$$S = \frac{K * \sqrt{\xi^3 * t}}{\rho * (1 - \xi) * \sqrt{0,1 * \eta}} \quad (13)$$

Onde,

- S = superfície específica (cm²/g);
- K = constante do aparelho;
- ξ = porosidade da camada;
- t = tempo (s);
- ρ = massa específica do material (g/cm³);
- η = viscosidade do ar à temperatura do ensaio.

Figura 8 - Permeabilímetro de Blaine



Fonte: Autora (2022).

4.2.2 Análises químicas e mineralógicas

Na presente dissertação foram realizadas as análises químicas, por meio da fluorescência de raios-x, e análises mineralógicas, por meio da difração de raios-x.

4.2.2.1 Fluorescência de raios-x

A composição química em porcentagem de óxidos foi obtida por espectrometria de fluorescência de raios-x (FRX), utilizando um espectrômetro de raios-x modelo RIX

3000, da RIGAKU, realizada no Núcleo de Estudos Geoquímicos do Laboratório de Isótopos Estáveis (NEG-LABISE) da UFPE.

A espectrometria de fluorescência de raios-x é uma técnica não destrutiva que tem o objetivo de identificar a composição química de diversos materiais, realizando uma análise qualitativa de cada elemento que se encontra na amostra. Como vantagens desse método citam-se a elevada precisão e economia do procedimento. (OLIVEIRA, 2011).

Para obtenção da composição química dos materiais do presente trabalho, seguiu-se o seguinte procedimento: inicialmente uma porção de cada amostra foi colocada em estufa para secar a 110°C, em seguida parte da amostra seca foi prensada em cápsulas de alumínio com 30 toneladas de força. A pastilha prensada foi então analisada no espectrômetro. Calculou-se ainda a perda ao fogo do material, levando uma parcela da amostra seca em estufa a uma mufla a 1000°C, durante 1 hora e 30 minutos. Os resultados das análises foram recalculados para 100% para introduzir os valores de perda ao fogo.

4.2.2.2 Difração de raios-x

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Tecnologia dos Ligantes (LabTag) da UFPE, utilizando um difratômetro da Bruker modelo D2 Phaser. Os parâmetros do ensaio foram: intervalo de varredura (2θ) de 5 a 80°; passo angular = 0,05°; tempo por passo 0,575 = s; intensidade da corrente = 10 mA; tensão do equipamento = 30 kV. O tubo do feixe era de cobre, emitindo um comprimento de onda de 1,54 Å.

A análise por difração de raios-x permite identificar o mineral através da caracterização da sua estrutura cristalina. Neste método um feixe de raios-x incide na amostra, sendo espalhados pelos elétrons nela contidos. Os picos do difratograma são produzidos quando, para um dado valor do ângulo de incidência e difração de um feixe de raios-x (θ), um dado plano atômico possui distância interplanar (d) que satisfaz a lei de Bragg ($n\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$). Dessa forma, a altura dos picos é proporcional às intensidades dos efeitos da difração (CPMTC, 2015).

O procedimento adotado para obtenção dos picos de DRX e para identificação das fases foi o seguinte: inicialmente as amostras foram peneiradas na malha n° 200 (75 μ m) e o material passante, reservado para o ensaio. Em seguida, este foi colocado no porta amostras com o auxílio de uma lâmina de vidro, seguindo para o ensaio,

conforme Figura 9. A identificação das fases cristalinas resultantes do DRX foi realizada por comparação do difratograma obtido pela amostra com aqueles dos minerais disponíveis no banco de dados PDF-2 do *International Center for Diffraction Data* (ICDD).

Figura 9 – Amostra pronta para o ensaio de DRX



Fonte: A Autora (2022).

4.2.3 Análise da pozolanicidade

Essa seção descreve os procedimentos que foram adotados para as análises de pozolanicidade pela NBR 5751:2015 modificada e pela NBR 5752:2014.

4.2.3.1 Determinação da atividade pozolânica com cal – NBR 5751:2015 - Modificada

A NBR 5751 (ABNT, 2015) define um método para a determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias de materiais pozolânicos. A utilização de cal ao invés de cimento Portland elimina possíveis variações decorrentes do uso de tipos diferentes de ligante, facilitando a comparação dos resultados com outros estudos, uma vez que a pureza e a uniformidade do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ são mais facilmente controladas. Além disso, o comportamento do consumo de hidróxido de cálcio pelo material pozolânico neste teste tende a ser semelhante ao de argamassas de cimento Portland com material pozolânico, no entanto, mais rápido (CORDEIRO, 2006; SNELLINGS e SCRIVENER, 2015).

O procedimento consiste na confecção de argamassas com cal e o material pozolânico e foi utilizado no presente estudo tanto na etapa 1 (definição dos níveis de pozolanicidade) quanto na etapa 3 (validação do método). A NBR 5751:2015

determina que para a elaboração de 3 corpos de prova cilíndricos de 50x100mm sejam utilizados 104 gramas de hidróxido de cálcio P.A., 234 g de cada uma das quatro frações de areia normal (grossa, média grossa, média fina e fina) e uma quantidade em massa de material pozolânico correspondente ao dobro do volume de hidróxido de cálcio, conforme Equação 14.

$$m = 2 * \frac{\delta_{poz}}{\delta_{cal}} * 104 \quad (14)$$

Sendo,

- m = massa do material pozolânico (g);
- δ_{poz} = massa específica do material pozolânico (g/cm³);
- δ_{cal} = massa específica do hidróxido de cálcio (g/cm³).

Para a etapa de determinação dos níveis de pozolanicidade (etapa 1) foram utilizadas argamassas contendo misturas de fíler e metacaulim. Sendo assim, a determinação da massa de cada material utilizado na mistura se deu através da multiplicação da equação 14 pela porcentagem em massa de cada um dos materiais presente na argamassa, conforme Equação 15.

$$m_{FC} = 2 * \frac{\delta_{FC}}{\delta_{cal}} * 104 * \%FC; m_{MTC} = 2 * \frac{\delta_{MTC}}{\delta_{cal}} * 104 * \%MTC \quad (15)$$

Onde,

- m_{FC} = massa do fíler calcário (g);
- m_{MTC} = massa do metacaulim (g);
- δ_{FC} = massa específica do fíler calcário (g/cm³);
- δ_{MTC} = massa específica do metacaulim (g/cm³);
- $\%FC$ = porcentagem em massa de fíler na mistura;
- $\%MTC$ = porcentagem em massa de metacaulim na mistura.

Com relação à quantidade de água utilizada, a NBR 5751:2015 determina que esta deve ser incorporada à mistura numa quantidade suficiente para atingir um índice de consistência, conforme a NBR 7215 (ABNT, 2019), entre 220 mm e 230mm. No entanto, quando se fixa um valor de consistência alvo, é necessário variar a relação água/ligante. Essa variação da quantidade de água da mistura dificulta a análise do real desempenho do material pozolânico, pois influencia significativamente nos resultados de resistência à compressão, além de prejudicar comparações entre diferentes materiais, como relatado por diversas publicações científicas (MEDEIROS, *et al.*, 2015; GAVA, 1999; HOPPE FILHO *et al.*, 2017; KASANIYA *et al.*, 2019). Diante

do exposto, para este estudo, foi fixada uma relação água/ligante de 0,65, como utilizada de forma satisfatória por trabalhos anteriores (BASTO, 2018; TORRES, 2019; KASANIYA *et al.*, 2019). Dessa forma, os resultados de índices de atividade pozolânica foram atribuídos apenas à reatividade dos materiais, sem interferência da alteração da água adicionada à mistura.

A dosagem utilizada para a confecção das argamassas das etapas 1,2 e 3 encontra-se respectivamente, nas Tabelas 4 e 5, assim como o índice de consistência de cada mistura e a quantidade de aditivo necessária, em algumas argamassas, para garantia da adequada moldagem dos corpos de prova.

Tabela 4 - Dosagem em massa dos materiais utilizados para a confecção de 3 corpos de prova cilíndricos de argamassas ternárias de CH, MTC e FC conforme NBR 5751 modificada – Etapa 1 e 2

Material	20% MTC 80% FC	30% MTC 70% FC	40% MTC 60% FC	50% MTC 50% FC	55% MTC 45% FC	60% MTC 40% FC	70% MTC 30% FC	100% MTC
CH (g)	104,00							
MTC (g)	47,73	71,59	95,46	119,32	131,25	143,19	167,05	238,64
FC (g)	203,54	178,10	152,66	127,21	114,49	101,77	76,33	-
Água (g)	230,93	229,90	228,87	227,85	227,34	226,82	225,80	222,72
Areia (g)	936,00							
Consistência (mm)	275,00	260,00	255,00	245,00	230,00	210,00	190,00	160,00

Fonte: A Autora (2022).

Tabela 5 - Dosagem em massa para confecção de 3 corpos de prova cilíndricos de argamassas com cal e material pozolânico – Etapa 3

Material	CH (g)	MSC (g)	Areia (g)	Água (g)	Aditivo (%)	Consistência (mm)
CV	104,00	191,29	936,00	191,94	-	210,00
SA		205,21		200,99	1,80	-**
TD		232,14		218,49	1,52	160,00
CBCA 1000*		233,07		219,10	0,07	260,00
CBCA 1300*		233,07		219,10	0,07	245,00
MTC		238,64		222,72	-	155,00
FC		254,43		232,98	-	320,00
LOTEX IN		205,21		200,99	-	145,00
LOTEX 700		248,86		229,36	-	170,00
LOTEX 800		250,71		230,56	-	195,00

*Conforme Torres (2019) **Não foi possível realizar o ensaio de consistência, mistura com aspecto seco.

Fonte: A Autora (2022).

Definidas as quantidades de cada material, o procedimento de mistura e moldagem dos corpos de prova seguiu a NBR 7215 (ABNT, 2019). O hidróxido de cálcio e o material pozolânico foram misturados a seco por aproximadamente 2 minutos e adicionados à água da mistura que já se encontrava no misturador mecânico.

A cura completa foi realizada nos próprios moldes metálicos que foram vedados com tampa plástica e papel filme por fora de forma a evitar a perda de umidade para o meio, conforme ilustra a Figura 10. Nas argamassas da etapa 1 o procedimento de cura adotado foi o padrão determinado pela NBR 5751: tempo de cura de 7 dias, sendo as primeiras 24 horas ± 1 h, em temperatura ambiente (23 ± 2) °C e durante as demais horas em cura térmica à temperatura de (55 ± 2) °C em estufa. Por sua vez, as argamassas das etapas 2 e 3 foram submetidas a outros procedimentos de cura os quais são detalhados e discutidos no capítulo seguinte.

Figura 10 - Corpo de prova selado com tampa plástica e camada de papel filme



Fonte: A Autora (2022).

Decorrido o tempo de cura térmica os corpos de prova foram retirados da estufa e mantidos ainda dentro dos moldes por 2 horas, em temperatura ambiente, para resfriamento. Em seguida foram desmoldados, retificados e rompidos em uma prensa elétrica do tipo AGV-X Shimadzu com capacidade para 300kN, conforme a Figura 11, de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019). Ressalta-se que em alguns casos, a depender do material ensaiado, a exemplo do fíler calcário, não foi possível retificar os corpos de prova devido à baixa resistência destes, mesmo após decorrido o período de cura.

Figura 11 – Ensaio de resistência à compressão de argamassas contendo cal e material pozolânico



Fonte: A Autora (2022).

Segundo a NBR 12653 (ABNT, 2014b) para que um material seja considerado pozolânico, os resultados de resistência à compressão, obtidos em conformidade com a NBR 5751:2015, devem ser iguais ou superiores a 6 MPa. Ao longo da pesquisa novos requisitos mínimos de resistência à compressão foram determinados para o método otimizado com 1 e 3 dias e serão apresentados no capítulo dos resultados.

4.3.2.2 Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias – NBR 5752:2014

Na última etapa do programa experimental (etapa de validação do método) avaliou-se a pozolanicidade de dez materiais a partir de diferentes metodologias, dentre elas a proposta pela NBR 5752 (ABNT, 2014a) que determina a pozolanicidade de materiais pozolânicos com cimento aos 28 dias. Assim como a NBR 5751:2015, o presente método também utiliza a resistência à compressão como parâmetro para identificar o índice de desempenho de pozolanas, no entanto, ao invés de cal, as argamassas são compostas de cimento Portland.

O método consiste na preparação de duas argamassas, com dosagem diferentes, denominadas de argamassa A e argamassa B. A argamassa A é composta apenas por cimento Portland, areia e água e a argamassa B possui 25% de substituição em massa de cimento por material pozolânico. As quantidades de água e areia são fixas e a dosagem para 6 corpos de prova cilíndricos de 50x100mm está disposta na Tabela 6. A norma determina ainda que a consistência da argamassa B seja igual a ± 10 mm do obtido na argamassa de referência. Neste caso, como a

relação água/ligante é fixa, quando necessário, deve-se acrescentar aditivo superplastificante à mistura para manter o índice de consistência dentro do intervalo permitido.

Tabela 6 - Dosagem em massa para moldagem de seis corpos de prova cilíndricos - NBR 5752:2014

Material	Massa (g)	
	Argamassa A	Argamassa B
Cimento Portland	624 ± 0,4	468 ± 0,4
Material Pozolânico	-	156 ± 0,2
Areia normal	1872	1872
Água	300 ± 0,2	300 ± 0,2
Aditivo superplastificante	-	Quando necessário

Fonte: NBR 5752 (ABNT, 2014a).

Para o presente estudo foram confeccionadas nove argamassas, uma argamassa de referência, contendo cimento Portland do tipo CP II-F-40, areia e água e oito contendo material pozolânico ou inerte (MTC, FC, TD, CV, SA, LOTEX-IN, LOTEX 700, LOTEX 800). As argamassas CBCA 1000 e CBCA 1300 foram moldadas no trabalho de Torres (2019), integrante do mesmo grupo de pesquisa deste trabalho, e os resultados foram utilizados na presente dissertação. A dosagem utilizada encontra-se na Tabela 7.

Tabela 7 - Dosagem para a confecção de 6 corpos de prova cilíndricos de cimento e material cimentício conforme a NBR 5752

Material	Cimento (g)	MCS (g)	Areia (g)	Água (g)	Aditivo (%)	Consistência (mm)
Argamassa de Referência	624,00	-	1872,00	300,00	-	170,00
CV	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,10	162,33
SA	468,00	156,00	1872,00	300,00	1,80	160,00
TD	468,00	156,00	1872,00	300,00	1,52	160,00
CBCA 1000*	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,07	195,00
CBCA 1300*	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,07	217,50
MTC	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,55	174,50
FC	468,00	156,00	1872,00	300,00	-	185,00
LOTEX IN	468,00	156,00	1872,00	300,00	-	163,00
LOTEX 600	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,70	162,33
LOTEX 700	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,50	176,67
LOTEX 800	468,00	156,00	1872,00	300,00	0,50	175,00

*Retirado de Torres (2019)

Fonte: A Autora (2022).

O procedimento de moldagem e mistura dos materiais seguiu o preconizado pela NBR 7215 (ABNT, 2019). Os corpos de prova foram curados durante 28 dias, inicialmente nos próprios moldes em câmara úmida por aproximadamente 24 horas e em seguida foram desmoldados e submersos em uma solução saturada com cal durante os 27 dias restantes. Ao final deste período os corpos de prova foram rompidos em uma prensa elétrica do tipo AGV-X Shimadzu com capacidade para 300kN. A Figura 12 ilustra o procedimento de abatimento (*flow table*) para determinação do índice de consistência e os corpos de prova, após decorrido o período de cura, prontos para o ensaio de resistência à compressão aos 28 dias.

Figura 12 - Ensaio de determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias



Fonte: A Autora (2022).

O índice de desempenho das pozolanas com o cimento Portland (*I_{cimento}*) foi calculado pela razão entre a resistência média dos corpos de prova cilíndricos moldados com a argamassa contendo a substituição de 25% de material pozzolânico (*f_{cB}*) e a resistência média da argamassa de referência (*f_{cA}*), conforme Equação 16.

$$I_{cimento} = \frac{f_{cB}}{f_{cA}} * 100 \quad (16)$$

De acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2014b), o índice de desempenho (*I_{cimento}*) deve ser maior ou igual a 90% para que o material seja considerado pozzolânico.

4.3 MATERIAIS

Nessa seção encontram-se informações a respeito das características, dos procedimentos de obtenção e da caracterização dos materiais utilizados ao longo do desenvolvimento do trabalho.

4.3.1 Hidróxido de Cálcio

Para confecção das argamassas para determinação da atividade pozolânica com cal utilizou-se o hidróxido de cálcio P.A., fornecido pela empresa Química Moderna. Este material possui um elevado teor de pureza (mínimo 95%), como o indicado pela NBR 5751:2015 para realização do ensaio com maior segurança na obtenção dos resultados. A massa específica encontrada foi de 2,24 g/cm³ e a composição química, obtida através do ensaio de fluorescência de raios-x (FRX), é composta majoritariamente por óxido de cálcio (CaO), conforme expõe a Tabela 8. A Figura 13 apresenta a distribuição granulométrica discreta e contínua das partículas do hidróxido de cálcio obtida por granulometria a laser, obteve-se um diâmetro superficial médio das partículas de 3,99 µm, tratando-se de um material de elevada finura.

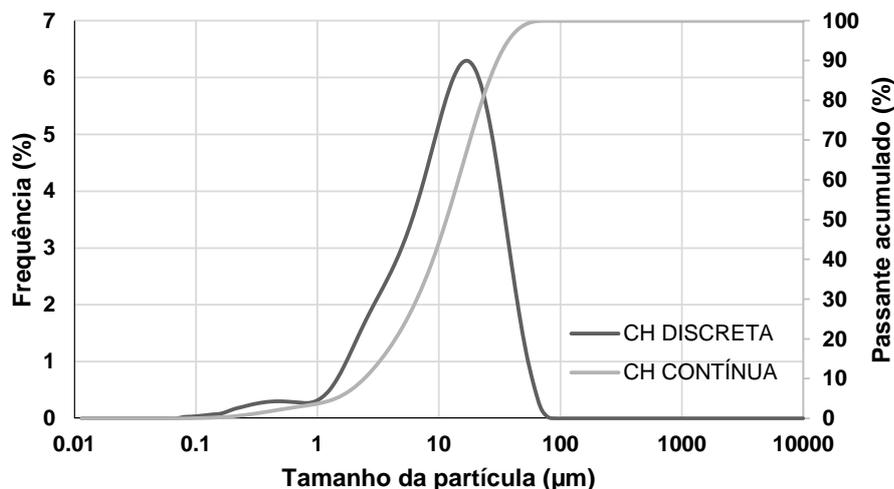
Tabela 8 - Composição química por FRX do hidróxido de cálcio

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅	MgO	K ₂ O	SO ₃	SrO	PF
CH	0,26	0,1	0,08	72,98	0,07	0,96	0,24	0,04	0,15	25,13

*PF = perda ao fogo

Fonte: A Autora (2022).

Figura 13 - Curvas granulométricas discreta e acumulada do hidróxido de cálcio

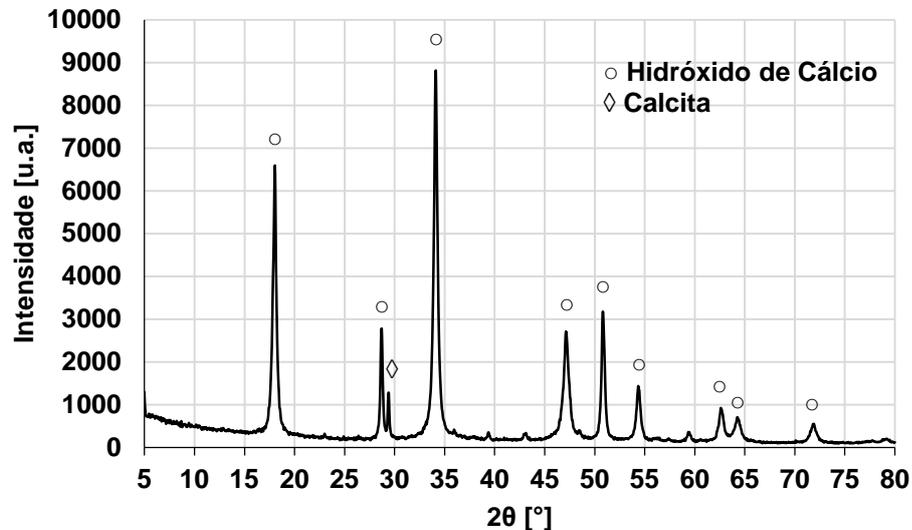


Fonte: A Autora (2022).

Realizou-se ainda a análise mineralógica do hidróxido de cálcio por difração de raios-x, conforme mostra a Figura 14. Sendo o material composto majoritariamente

por hidróxido de cálcio e picos menores de calcita, confirmando o alto teor de Ca(OH)_2 que favorece a sua reação com a pozolana.

Figura 14 - Difratoograma de raios-x do hidróxido de cálcio



Fonte: A Autora (2022).

4.3.2 Metacaulim

O metacaulim utilizado para compor as argamassas ternárias de cal, filer e metacaulim foi do tipo Metacaulim HP ULTRA produzido pela empresa Metacaulim do Brasil Indústria e Comércio. A porcentagem desse material presente nas argamassas variou de acordo com o nível de pozolanicidade pretendido (fraco, médio ou forte), a partir dos resultados obtidos na Etapa 1 do programa experimental. Por ser classificado como uma pozolana de alto desempenho, quanto maior o nível de pozolanicidade alvo, maior foi a porcentagem de metacaulim adicionada à mistura. Ao final do estudo, argamassas contendo apenas metacaulim e cal também foram produzidas para validação do método.

A superfície específica do metacaulim foi determinada conforme NBR 16372 (ABNT, 2015) no valor de 839,67 m²/kg. A massa específica foi obtida conforme NBR 16605 (ABNT, 2017), sendo de 2,57 g/cm³ e este valor foi utilizado como parâmetro de dosagem do material nas argamassas.

A composição química foi obtida através do ensaio de fluorescência de raios-x e encontra-se na Tabela 9. Com destaque para o dióxido de silício (59,3%), sendo o somatório de SiO₂ e Al₂O₃ igual a 92,67.

Tabela 9 - Composição química por FRX do metacaulim

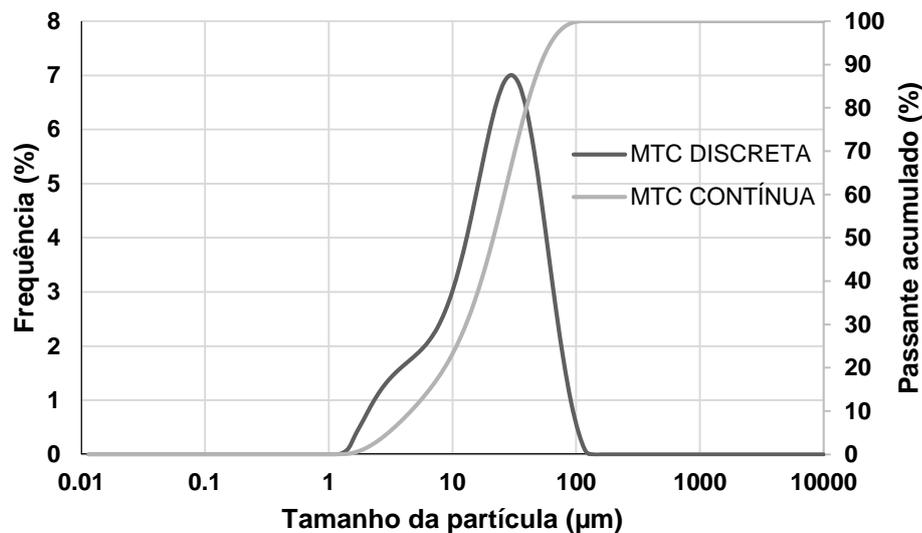
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CuO	MnO	SO ₃	NiO	TiO ₂	PF*
MTC	59,3	33,37	1,45	0,08	0,04	0,21	0,27	-	-	0,01	0,05	-	1,29	3,87

*PF = perda ao fogo

Fonte: A Autora (2022).

Determinou-se ainda a distribuição granulométrica discreta e contínua do MTC por granulometria a laser, conforme Figura 15. O diâmetro superficial médio das partículas obtido foi de 11,42 μm e o D₅₀, equivalente ao diâmetro das partículas que corresponde à 50% da massa retida acumulada na distribuição granulométrica, de 21,43 μm .

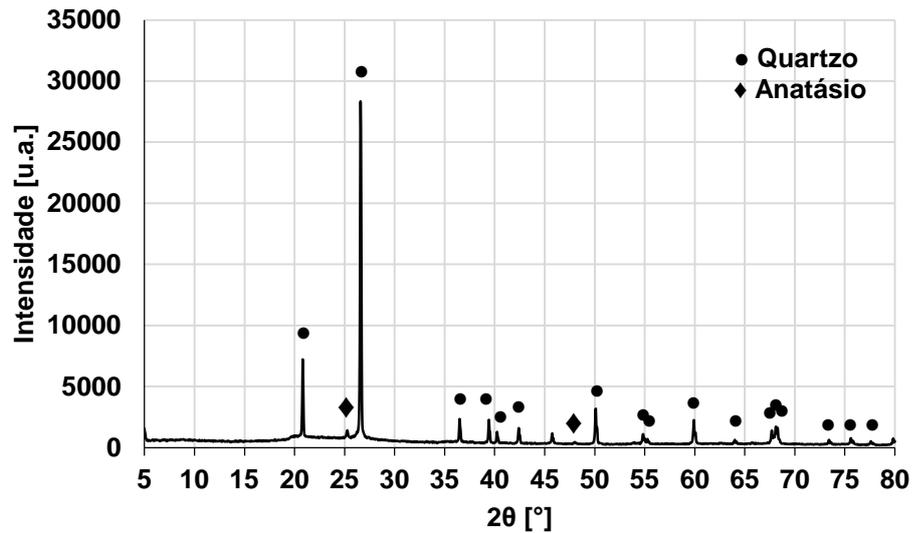
Figura 15 - Curvas granulométricas discreta e acumulada do metacaulim



Fonte: A Autora (2022).

Por fim, a composição mineralógica do MTC encontra-se na Figura 16. Sendo possível apontar os picos principais de quartzo (SiO₂), corroborando com os resultados obtidos pelo FRX, e anatásio (TiO₂).

Figura 16 - Difratoograma de raios-x do metacaulim



Fonte: A Autora (2022).

4.3.3 Fíler Calcário

Ainda na composição das argamassas para determinação da atividade pozolânica com cal, foi utilizado fíler de origem calcária finamente moído, fornecido pela empresa Cimento Nacional. Para realização dos ensaios a quantidade desse material foi dosada de acordo com a sua massa específica, que foi determinada em laboratório no valor de 2,74 g/cm³. A superfície específica foi obtida através do método de Blaine, sendo 257,45 m²/kg. A composição química por FRX encontra-se na Tabela 10, sendo composta majoritariamente por óxido de cálcio.

Tabela 10 - Composição química do fíler calcário por FRX

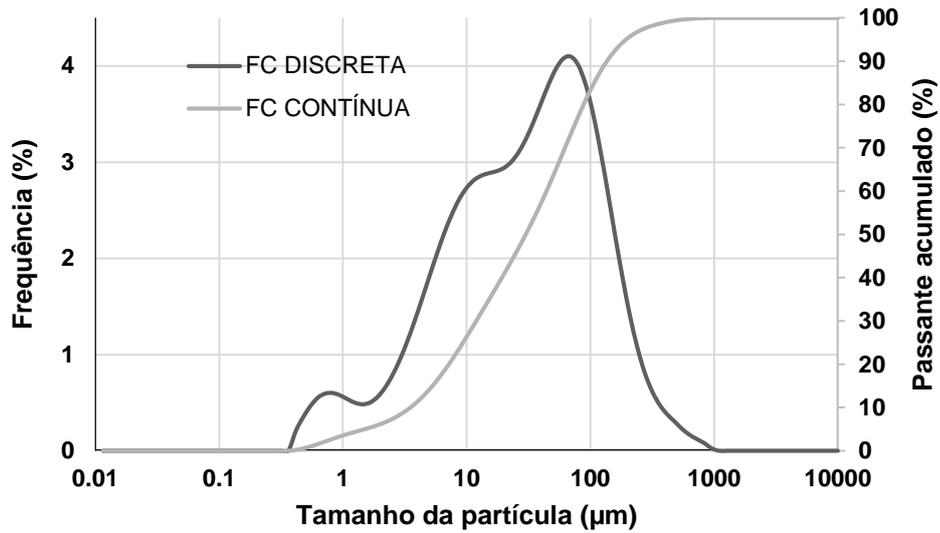
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CuO	MnO	SO ₃	NiO	TiO ₂	PF*
FC	1,4	0,69	0,97	49,57	0,1	3,25	0,11	0,02	-	-	0,08	-	-	43,75

*PF = Perda ao fogo

Fonte: A Autora (2022).

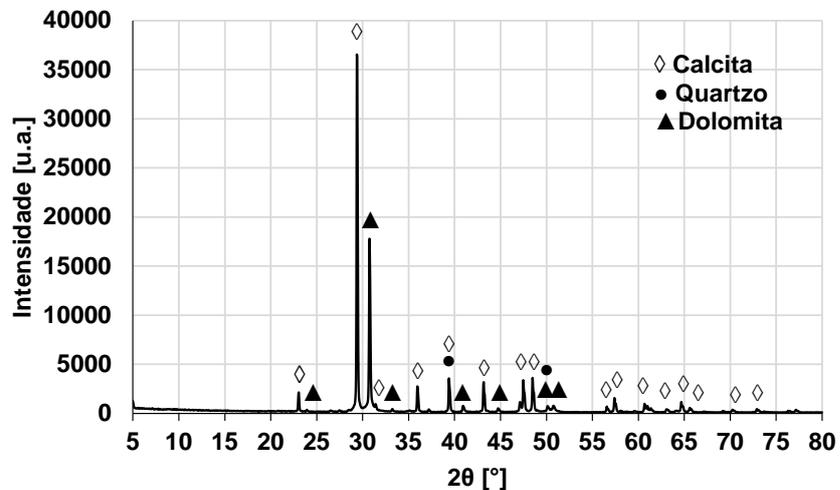
A composição granulométrica acumulada e discreta do FC encontra-se na Figura 17. O diâmetro superficial médio das partículas obtido foi de 7,20 µm e o D₅₀ de 30,02 µm. Com relação à composição mineralógica, obtida por difração de raios-x, dentre os principais picos do difratograma destacam-se a calcita (CaCO₃), dolomita (CaMg(CO₃)₂) e o quartzo (SiO₂), confirmando os óxidos encontrados pela análise química, conforme ilustra Figura 18.

Figura 17 - Curvas granulométricas discreta e acumulada do fíler calcário



Fonte: A Autora (2022).

Figura 18 - Difratoograma de raios-x do fíler calcário



Fonte: A Autora (2022).

4.3.4 Materiais cimentícios suplementares

Para validação do método (Etapa 3) foram utilizados nove materiais cimentícios suplementares, são eles: metacaulim (MTC), terra diatomácea (TD), cinza volante (CV), sílica ativa (SA), duas cinzas do bagaço de cana calcinadas, com diferentes superfícies específicas (CBCA1000 e CBCA1300) e três lodos têxteis, um in natura e os demais calcinados a 700 e 800°C (LOTEX-IN, LOTEX700, LOTEX800).

Adicionalmente foi testado o fíler calcário (FC) como material inerte. A Figura 19 apresenta os grãos dos materiais mencionados em sua forma anidra.

Figura 19 - Grãos anidros dos materiais cimentícios utilizados na pesquisa



Fonte: A Autora (2022).

As propriedades físicas e químicas desses materiais, com exceção do metacaulim e do fíler calcário que já foram tratados anteriormente, encontram-se dispostas nas Tabelas 11 e 12, respectivamente.

Tabela 11 - Características físicas dos materiais cimentícios suplementares

	Massa específica (g/cm ³)	Blaine (m ² /kg)	BET (m ² /g)	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)	D _[3-2] (μm)
CBCA 1000*	2,51	929,16	-	0,87	6,99	28,64	2,57
CBCA 1300*	2,51	1263,62	-	0,55	4,53	19,92	1,89
CV	2,06	268,26	-	5,92	39,61	163,67	16,10
LOTEX IN	2,21	260,00	-	-	-	-	-
LOTEX 700	2,68	80,37	-	-	-	-	-
LOTEX 800	2,70	71,43	-	-	-	-	-
SA	2,21	-	14,10	0,19	4,96	16,26	6,81
TD	2,50	324,94	-	3,78	12,01	33,06	8,34

*Retirado de Torres (2019)

Fonte: A Autora (2022).

Tabela 12 - Composição de óxidos por FRX dos materiais cimentícios suplementares

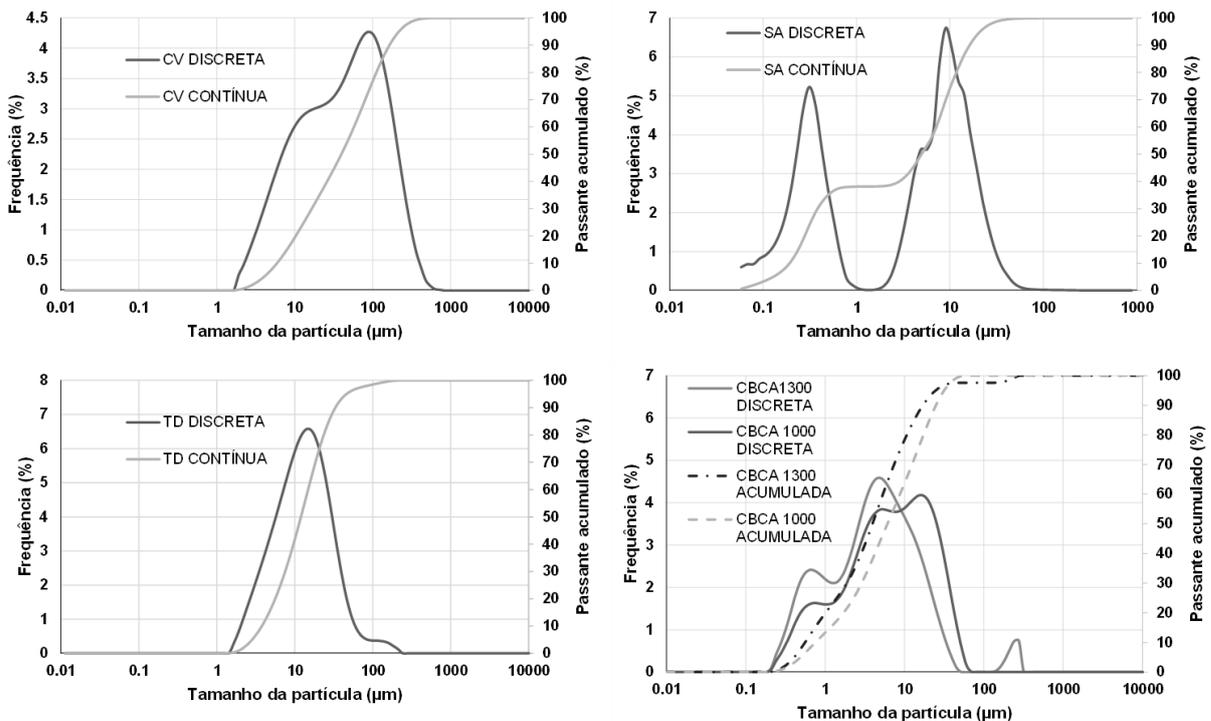
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CuO	MnO	NiO	SO ₃	TiO ₂	PF*
CBCA**	76,5	4,39	2,99	2,79	1,51	1,42	4,01	1,02	0,01	0,14	0,13	0,39	0,38	3,76
CV	55,12	32,16	3,72	1,38	0,10	0,80	2,81	-	-	0,03	-	0,48	1,07	2,15
LOTEX IN	21,39	10,06	0,89	14,69	2,57	3,68	0,93	3,09	0,02	1,53	0,01	2,47	-	34,39
LOTEX 700	48,89	11,54	2,25	15,38	2,48	3,55	2,86	2,75	0,05	1,82	0,02	1,84	0,24	2,88
LOTEX 800	52,29	11,10	2,26	13,87	2,28	3,63	3,02	2,91	0,04	1,73	0,01	1,63	0,23	2,22
SA	91,5	0,19	0,18	0,73	0,09	0,35	0,61	0,17	-	0,01	-	0,12	-	6,04
TD	58,2	25,84	4,11	0,62	0,02	0,57	1,28	0,4	-	0,01	0,01	0,05	0,61	8,20

*PF: Perda ao fogo **Retirado de Torres (2019)

Fonte: A Autora (2022).

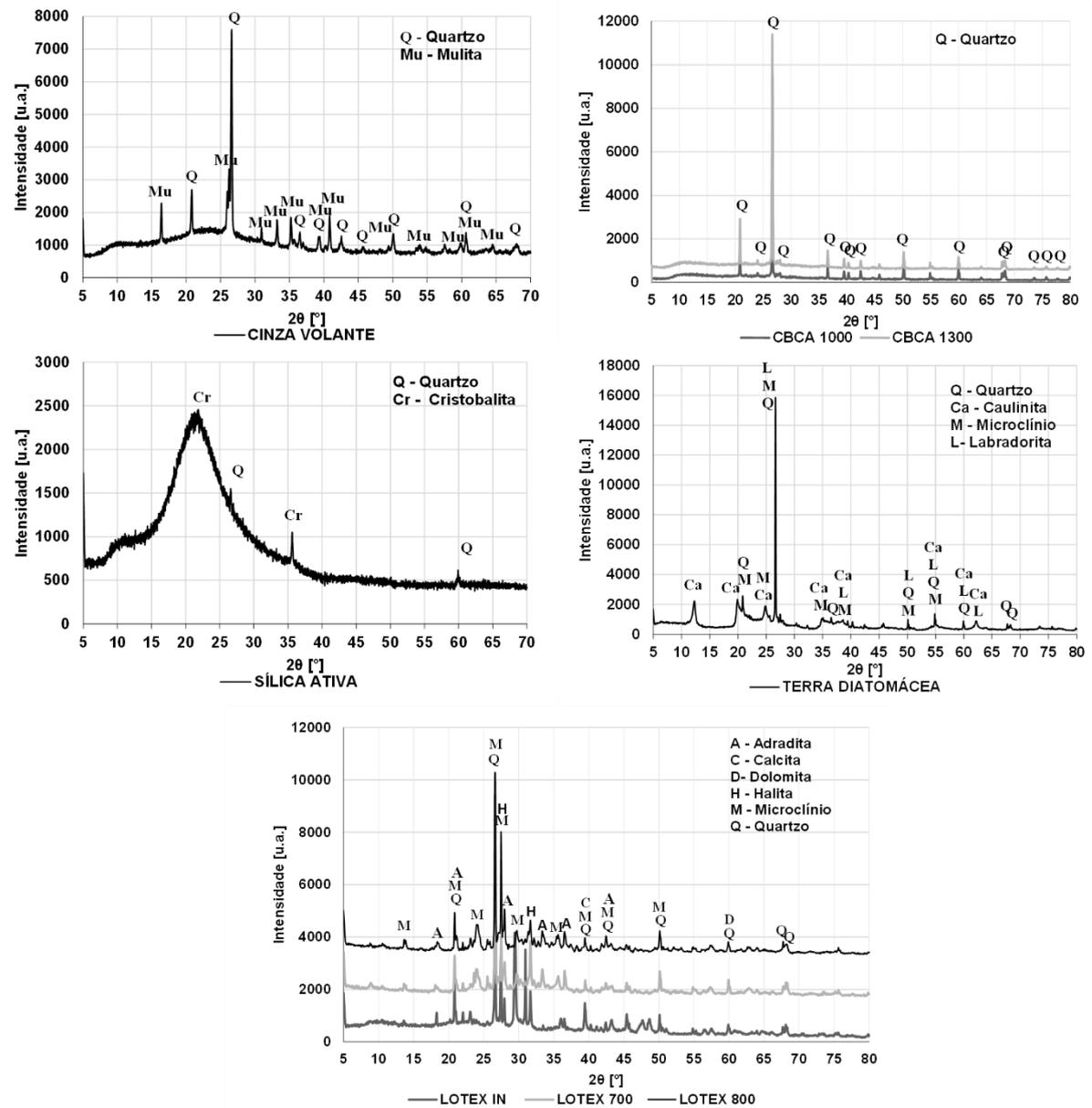
Os gráficos de distribuição granulométrica discreta e acumulada, assim como a composição mineralógica, obtida através da difração de raios-x, dos materiais citados, encontram-se nas Figuras 20 e 21, respectivamente.

Figura 20 - Distribuição granulométrica discreta e acumulada da cinza volante (CV), sílica ativa (SA), terra diatomácea (TD) e CBCA 1000 e 1300



Fonte: A Autora (2022).

Figura 21 – Difratoograma de raios-x da cinza volante (CV), sílica ativa (SA), terra diatomácea (TD),CBCA 1000 e 1300, LOTEX IN NATURA, 700 e 800.



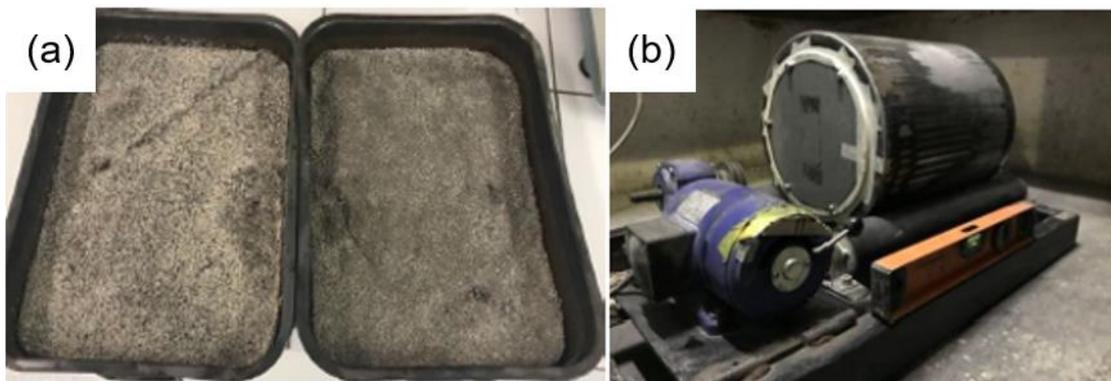
Fonte: A Autora (2022).

4.3.4.1 Preparação das amostras

Dentre os materiais utilizados, alguns foram ensaiados conforme fornecidos, sem a necessidade qualquer preparação prévia, como foi o caso da cinza volante, fornecida pela empresa Solotest, e da sílica ativa, fornecida pela empresa Tecnosil. Por sua vez, os demais materiais necessitaram de algum tipo de beneficiamento, seja moagem, calcinação ou ambas, que foram realizados no próprio laboratório.

A preparação das cinzas do bagaço de cana (CBCA 1000 e CBCA 1300) seguiu os procedimentos determinados por Torres (2019), integrante do Laboratório de Tecnologia dos Aglomerantes. As cinzas foram coletadas na Usina Petribu, localizada na Zona Rural do município de Lagoa de Itaenga-PE. Inicialmente as amostras coletadas foram calcinadas a 600°C durante 4 horas com uma taxa de aquecimento de 15°C/min, utilizando uma mufla da Linn Elektro Therm modelo CC405. Em seguida foi realizada a moagem mecânica das cinzas empregando um moinho cilíndrico de bolas de 30cm x 26 cm e volume de 15,9 litros, com esferas cilíndricas como os corpos moedores. Para a CBCA 1000, afim de obter uma amostra com superfície específica de $1000 \pm 50 \text{ m}^2/\text{kg}$, moeu-se 1 kg de cinza por aproximadamente 2 horas e 30 minutos. Já para a CBCA 1300, para atingir a superfície específica de $1300 \pm 50 \text{ m}^2/\text{kg}$, foram necessárias 10 horas de moagem. A Figura 22 ilustra a cinza após o procedimento de calcinação e a posterior moagem da amostra no moinho de bolas.

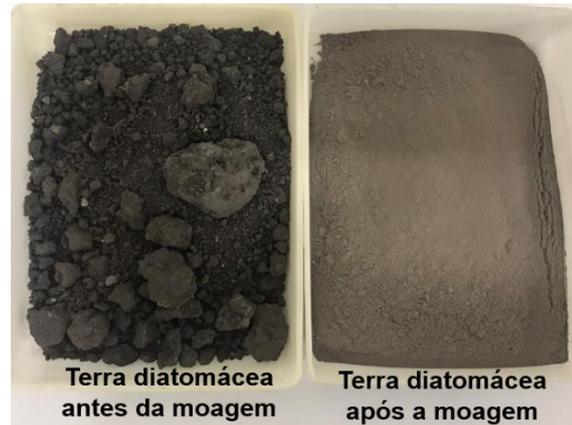
Figura 22 - (a) CBCA calcinada (b) Moagem mecânica CBCA



Fonte: Torres (2019).

Com relação à terra diatomácea, a mesma foi fornecida pela empresa Cimento Nacional. Por conta da amostra se encontrar na forma de torrões, foi necessária a moagem para realização dos ensaios. Sendo assim, 1 kg do material foi colocado no moinho de bolas e moído por 2 horas. Em seguida, o material retirado do moinho foi peneirado na peneira de 150 μm , o material passante foi armazenado e utilizado nos ensaios. Repetiu-se esse procedimento até obter-se uma quantidade suficiente de terra diatomácea para realização dos experimentos. A Figura 23 ilustra a terra diatomácea anidra antes e após o procedimento de moagem.

Figura 23 - Terra diatomácea antes e após a moagem



Fonte: A Autora (2022).

Por fim, o lodo têxtil utilizado nesta pesquisa foi proveniente da Lavanderia Nossa Senhora do Carmo, Figura 24, localizada no município de Caruaru-PE. O lodo foi armazenado em sacos plásticos e em seguida encaminhado para o Laboratório de Construção Civil do DECIV/UFPE, onde foi disposto em lonas plásticas, e inicialmente seco ao ar livre durante 5 dias para que o excesso de água fosse removido. Após esse processo, o mesmo foi colocado em bandejas metálicas e levado à estufa a 100°C por 24 horas. Procedeu-se ainda o destorroamento do material no moinho de bolas, utilizando 1 kg por vez, por um período de 20 minutos. Posteriormente, o lodo foi passado em peneira com abertura igual a 0,6mm, e o material passante, armazenado em sacos plásticos, devidamente fechados, para uso nas etapas seguintes.

Figura 24 - Coleta do lodo têxtil na Lavanderia Nossa Senhora



Fonte: A Autora (2022).

Para calcinação foram utilizados 2 kg de lodo têxtil por ciclo, sendo 1 kg em cada bandeja, conforme Figura 25. Foram adotadas três temperaturas de calcinação, 600°C, 700°C e 800°C, e um tempo de exposição do lodo à essas temperaturas de 3h; a taxa de aquecimento foi de 15°C/min e o resfriamento se deu por permanência da amostra dentro do próprio forno. Por fim, os materiais foram armazenados em sacos devidamente identificados e utilizados posteriormente para realização dos ensaios de caracterização e avaliação da pozolanicidade.

Figura 25 - Processo de calcinação do lodo têxtil



Fonte: A Autora (2022).

4.3.5 Agregado Miúdo

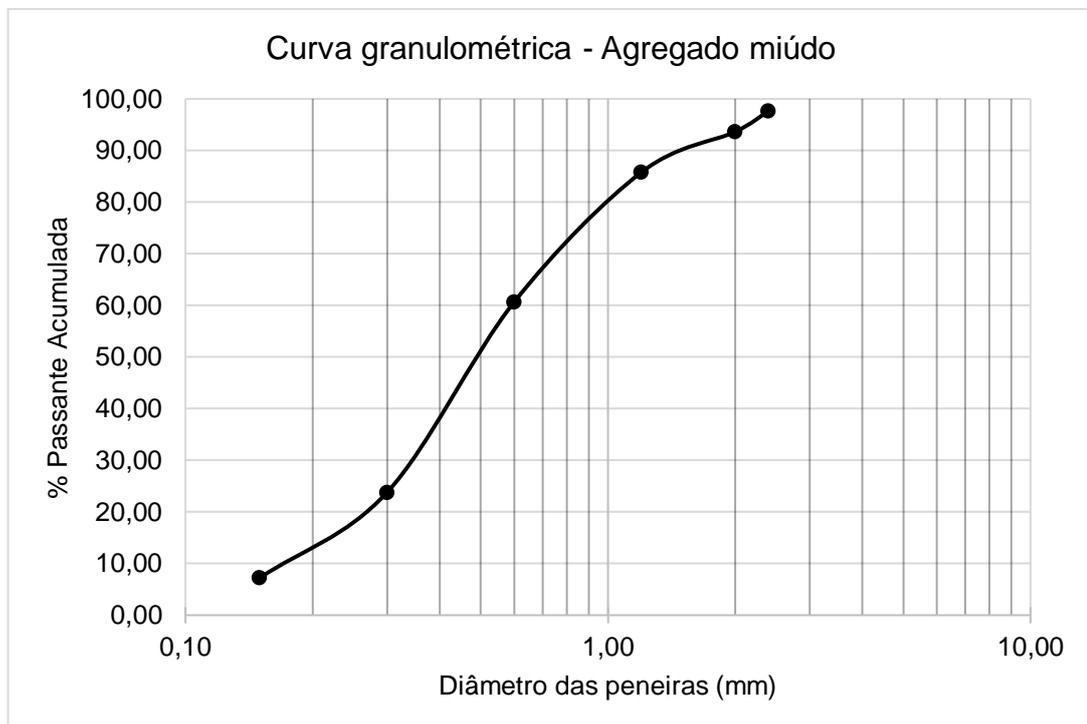
Neste ponto, é relevante destacar a importância da utilização de uma areia padronizada para o desenvolvimento do método, haja vista que o tipo do agregado miúdo e até mesmo a composição granulométrica deste podem influenciar significativamente nos resultados de resistência à compressão das argamassas. No entanto, por inviabilidades técnico-financeiras, utilizou-se uma areia quartzosa preparada em laboratório, na qual a composição granulométrica é apresentada na Tabela 13 e a curva granulométrica na Figura 26. Possui módulo de finura de 2,25, dimensão máxima característica de 2,4 mm e massa específica de 2,47 g/cm³.

Tabela 13 - Distribuição granulométrica do agregado miúdo

Peneira (#)	Abertura (mm)	Peso retido (g)	Retido (%)	Retido acumulado (%)	Passante (%)
8	2,4	23,51	2,35	2,35	97,65
10	2	40,12	4,02	6,37	93,63
16	1,2	78,22	7,83	14,20	85,80
30	0,6	251,02	25,13	39,33	60,67
50	0,3	368,45	36,88	76,21	23,79
100	0,15	165,32	16,55	92,76	7,24
	Fundo	72,34	7,24	100,00	0,00
	Total	998,98			

Fonte: A Autora (2022).

Figura 26 - Curva granulométrica do agregado miúdo



Fonte: A Autora (2022).

Ressalta-se ainda que a areia utilizada na presente dissertação foi a mesma para todas as argamassas elaboradas, o que não inviabiliza o estudo e a comparação dos resultados obtidos. Porém, para que o método possa ser replicado para os demais laboratórios, o ideal seria a utilização de um agregado miúdo padronizado, como, por exemplo, a areia normal brasileira do IPT.

4.3.6 Cimento Portland

O cimento utilizado para confecção das argamassas para determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias (NBR 5752) foi o Cimento Portland composto com fíler, CP II-F 40, da Cimento Nacional. Sua composição química e suas características físicas e mecânicas encontram-se nas Tabela 14 e 15, respectivamente.

Tabela 14 - Composição química do cimento CP II-F-40 obtida por FRX

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CuO	MnO	SO ₃	NiO	TiO ₂	PF*
CP II-F-40	15,73	3,87	3,26	63,51	0,64	1,72	1,26	0,22	0,03	0,02	3,98	0,01	0,27	5,28

*PF: Perda ao fogo

Fonte: A Autora (2022).

Tabela 15 - Características físicas e mecânicas do cimento CP II-F-40

Ensaio		Resultados	Limites NBR
Finura	Resíduo na peneira 75 µm (%)	0,06	≤ 10,0
	Blaine (cm ² /kg)	4.446	N.A.
Massa específica (g/cm ³)		3,1	N.A.
Início de pega (min)		170	≥ 60
Fim de pega (min)		230	≤ 600
Resíduo insolúvel		1,98	< 7,5
Expansibilidade a quente (mm)		0,1	≤ 5
Resistência à compressão (MPa)	1 dia	24,1	N.A.
	3 dias	33,5	≥ 15,0
	7 dias	41,1	≥ 25,0
	28 dias	48,2	≥ 40,0

Fonte: Cimento Nacional (2021).

4.3.7 Aditivo

Em algumas argamassas foi necessária a utilização de aditivo superplastificante, seja para garantir uma trabalhabilidade suficiente para a moldagem dos corpos de prova ou para atingir um valor de consistência alvo. Nos ensaios da NBR 5751 modificada, optou-se por fixar a relação água/ligante de 0,65, dessa forma, para garantir trabalhabilidade suficiente para moldagem de determinadas misturas, como foi o caso da sílica ativa e da terra diatomácea, adicionou-se aditivo superplastificante. Por sua vez, nos ensaios da NBR 5752, o aditivo foi utilizado para

que as misturas pudessem atingir um valor de consistência alvo de ± 10 mm do obtido com a argamassa de referência com cimento Portland.

O aditivo utilizado foi o SIKA VISCOCRETE 100HE, fornecido pela Sika Brasil. Este aditivo atua através da adsorção superficial e do efeito estérico, promovendo a separação das partículas de ligante, proporcionando uma melhoria na fluidez da mistura. A Tabela 16 apresenta as propriedades básicas do aditivo utilizado.

Tabela 16 – Dados técnicos do aditivo superplastificante SIKA VISCOCRETE 100HE

Propriedade	Resultado
Base química	Solução de policarboxilato em meio aquoso
Aspecto/Cor	Líquido castanho
Densidade	$1,09 \pm 0,02$ kg/L
pH	$5,0 \pm 1,0$

Fonte: Sika (2022).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo encontram-se os resultados e discussões acerca do passo a passo seguido para o desenvolvimento do método. Cada nova etapa é dependente dos resultados da etapa anterior e ao final, os resultados de pozolanicidade de dez materiais obtidos por três diferentes metodologias (NBR 5751 Modificada, NBR 5752 e o método otimizado) permitiram a validação do método.

5.1 ETAPA 1 – DEFINIÇÃO DOS NÍVEIS DE POZOLANICIDADE

Para o desenvolvimento da nova metodologia, fez-se necessário variar a pozolanicidade de forma controlada. Sendo assim, optou-se pela elaboração de argamassas segundo o padrão da NBR 5751 (ABNT, 2015) utilizando como material pozolânico uma mistura binária entre metacaulim (pozolana de alto desempenho) e fíler calcário (sem pozolanicidade). Esses materiais foram escolhidos por conta da disponibilidade em laboratório e pela possibilidade de obtenção de diferentes níveis de pozolanicidade. Ao todo foram confeccionadas oito misturas com variações de metacaulim de 20% até 100%. A relação a/l empregada foi de 0,65 e para cada mistura foram moldados 3 corpos de prova cilíndricos de 50x100 mm.

A Tabela 17 apresenta os resultados de resistência à compressão médios aos 7 dias das argamassas utilizadas neste estudo.

Tabela 17 - Resultados de resistência a compressão médios de argamassas ternárias de CH, MTC e FC conforme NBR 5751:2015 – Etapa 1

Material	Média (MPa)	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
20% MTC 80% FC	1,40	0,01	1,06
30% MTC 70% FC	2,86	0,01	0,43
40% MTC 60% FC	4,49	0,04	0,84
50% MTC 50% FC	5,94	0,16	2,69
55% MTC 45% FC	7,27	0,26	3,70
60% MTC 40% FC	7,63	0,35	4,59
70% MTC 30% FC	10,38	0,15	1,41
100% MTC	13,84	0,33	2,39

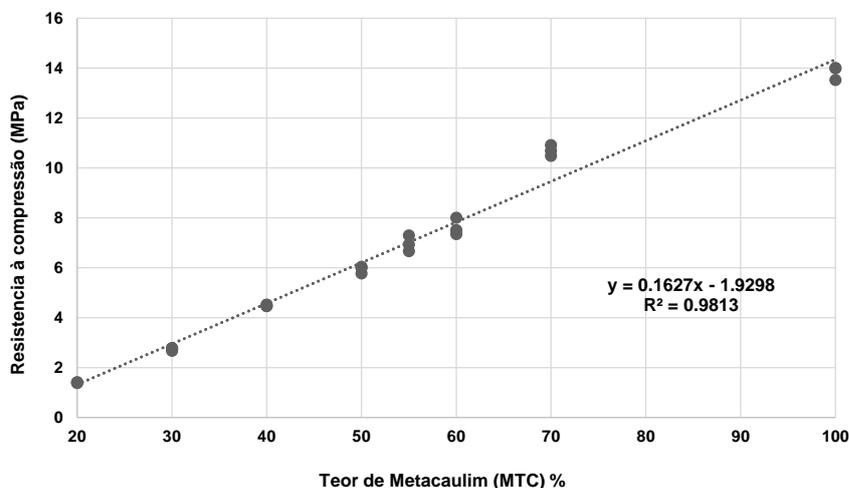
Fonte: A Autora (2022).

Tomando por base a NBR 12653 (ABNT, 2014b) que afirma que para que um material seja considerado pozolânico, de acordo com o ensaio da NBR 5751:2015, o valor de resistência à compressão médio deve ser de no mínimo 6 MPa, foram selecionadas as misturas que perfazem os três níveis de pozolanicidade alvo desta etapa: fraco, médio e forte. Para representar o nível de pozolanicidade fraco (ou sem pozolanicidade) escolheu-se a mistura contendo 30% MTC e 70% FC por apresentar valores de resistência bem abaixo de 6 MPa. Para o nível de pozolanicidade médio, escolheu-se a mistura 55% MTC 45% FC, que apresentou valor médio de resistência próximo e superior a 6 MPa. Para o nível forte, escolheu-se a mistura 70% MTC 30% FC pois esta apresentou valores de resistência bem acima do limite mínimo. De forma resumida:

- Pozolana Fraca (WPOZ) – 30% de metacaulim e 70% de fíler calcário (2,86 MPa).
- Pozolana Média (MPOZ) – 55% de metacaulim e 45% de fíler calcário (7,27 MPa).
- Pozolana Forte (SPOZ) - 70% de metacaulim e 30% de fíler calcário (10,38 MPa).

Dessa forma, tem-se um espaçamento entre os níveis que permite a análise sem riscos de sobreposição dos resultados para as próximas etapas. Observa-se ainda que uma regressão linear pode ser utilizada para expressar a relação entre o teor de metacaulim e a resistência à compressão no teste com a metodologia da NBR 5751:2015, conforme Figura 27.

Figura 27 - Gráfico do teor de metacaulim x resistência a compressão de argamassas conforme NBR 5751:2015 modificada



Fonte: A Autora (2022).

5.2 ETAPA 2 – ANÁLISE DE VARIAÇÕES NOS PROCEDIMENTOS DE CURA DA NBR 5751:2015

A partir dessa etapa iniciaram-se as análises de possíveis alterações nos procedimentos padrões de cura da NBR 5751 (ABNT, 2015) para obtenção do novo método expedito. Como citado anteriormente, a norma vigente preconiza que os corpos de prova sejam curados de forma selada, a temperatura ambiente por 24 horas e depois submetidos à cura térmica a 55°C por mais 144 horas (6 dias). Sendo assim, buscou-se avaliar a possibilidade de submeter os corpos de prova diretamente na cura térmica, sem deixá-los em temperatura ambiente nas 24 horas iniciais. Além disso, diferentes temperaturas de cura, superiores e inferiores à preconizada pela norma, foram analisadas com o intuito de acelerar o método para 1 ou 3 dias.

5.2.1 Cura térmica direta

Inicialmente buscou-se avaliar a possibilidade de submeter os corpos de prova diretamente na cura térmica, ou seja, sem deixá-los durante as 24 horas iniciais em temperatura ambiente. Como vantagem, tem-se a possibilidade de sujeitar os corpos de prova desde o início a uma temperatura controlada, facilitando a execução do ensaio e diminuindo a variabilidade dos resultados que poderiam surgir com variações da temperatura ambiente de uma região para a outra do Brasil, ou até mesmo de períodos do ano diferentes numa mesma região. Dessa forma, a cura térmica desde o princípio facilita a comparação dos resultados e a uniformização do método independente da região/período do ano. Além disso, a operacionalização do ensaio se torna mais ampla, permitindo que o ensaio seja realizado em qualquer dia da semana.

Diante do exposto, traços de argamassa do tipo WPOZ, MPOZ e SPOZ foram moldados e submetidos a diferentes procedimentos de cura. As argamassas referidas como “5751” seguiram o procedimento de cura padrão da NBR 5751 (ABNT, 2015), ou seja, 24 horas em temperatura ambiente e os demais dias em cura térmica a 55°C. Já as argamassas referidas como “55” foram submetidas a cura térmica direta a 55°C até o dia do rompimento. A influência do procedimento de cura térmica direta ou não também foi analisada em diferentes idades de rompimento (1, 3 e 7 dias). A Tabela

18 apresenta os resultados de resistência à compressão para as argamassas ensaiadas.

Tabela 18 - Resultados de resistência à compressão das argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ submetidas a diferentes procedimentos de cura (cura térmica direta ou cura padrão 5751) para diferentes idades de rompimento

Amostra	Idade	Regime de cura	Resistência à compressão (MPa)	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
WPOZ	1 dia	5751	0,37	0,02	5,91
		55	1,38	0,04	3,05
	3 dias	5751	2,24	0,01	0,62
		55	2,14	0,05	2,55
	7 dias	5751	2,86	0,10	3,66
		55	2,75	0,08	2,73
MPOZ	1 dia	5751	0,78	0,02	2,69
		55	3,53	0,28	7,87
	3 dias	5751	5,88	0,17	2,88
		55	5,64	0,45	7,94
	7 dias	5751	7,27	0,39	5,41
		55	6,20	0,45	7,31
SPOZ	1 dia	5751	1,19	0,09	7,77
		55	5,63	0,27	4,78
	3 dias	5751	8,61	0,30	3,51
		55	7,37	0,26	3,54
	7 dias	5751	10,38	0,40	3,89
		55	9,00	0,36	3,99

Fonte: A Autora (2022).

De acordo com os resultados, observa-se que a cura térmica direta a 55°C teve efeito positivo na idade de 1 dia, como esperado, uma vez que temperaturas elevadas tendem a acelerar a reação pozolânica. No entanto, percebe-se ainda que os resultados de resistência à compressão aos 3 e 7 dias para as argamassas submetidas à cura direta foram inferiores aos observados na metodologia da NBR 5751 modificada, para todos os níveis de pozolanicidade.

As diferenças foram mais expressivas para argamassas SPOZ, com reduções na resistência ocasionadas pela cura térmica direta de 14,4% e 13,29% para 3 e 7 dias, respectivamente. Para o nível de pozolanicidade médio (MPOZ), as reduções foram de 4% (3 dias) e 14,71% (7 dias). Por sua vez, para a WPOZ, as reduções foram de 4,46% para 3 dias e de 3,84% para 7 dias. A Figura 28 apresenta as curvas

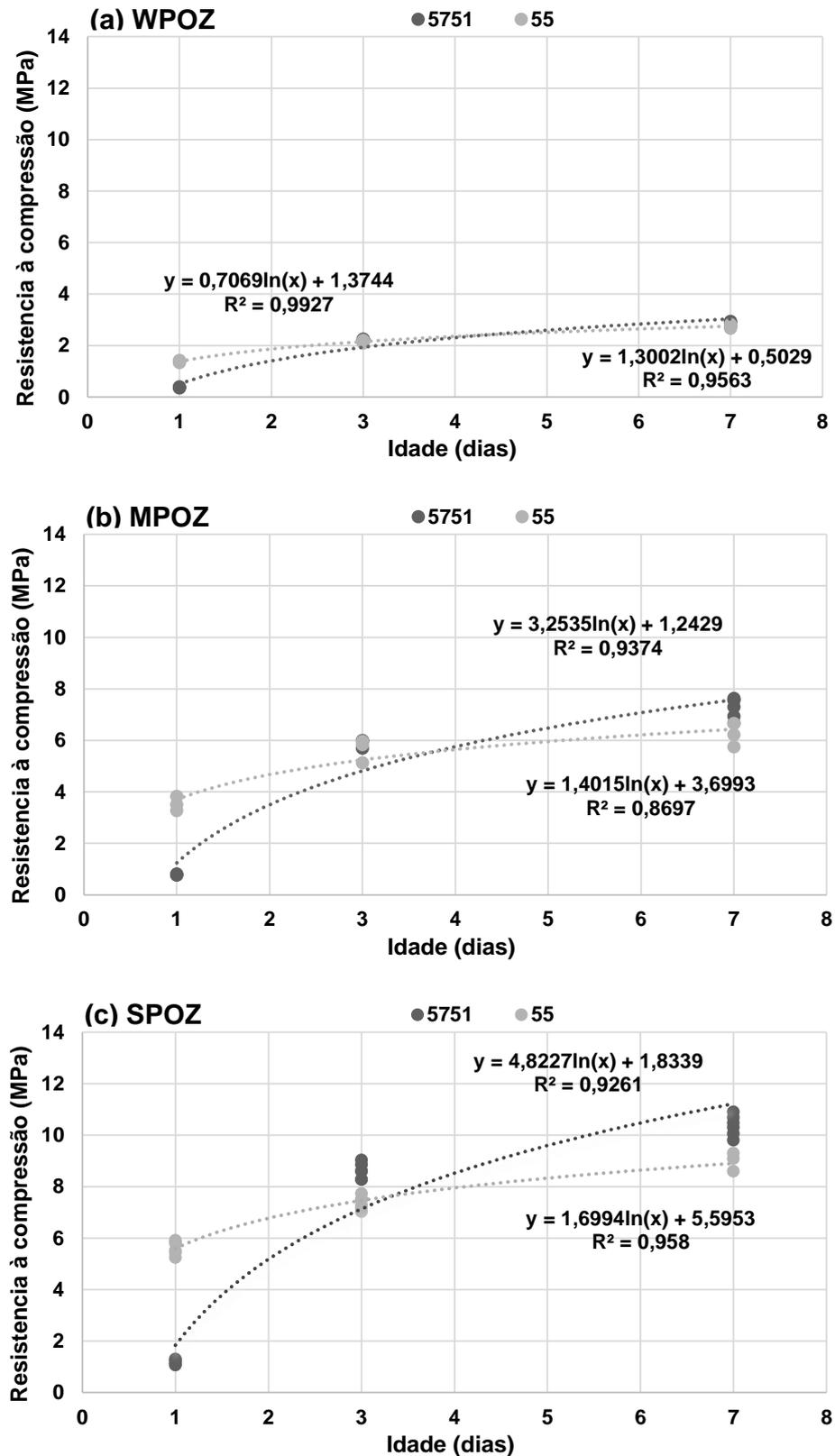
comparativas entre os resultados de resistência à compressão das argamassas submetidas a cura térmica direta (55°C) e a cura da NBR 5751 para os níveis de pozolanicidade (a) WPOZ, (b) MPOZ e (c) SPOZ.

Segundo Lothenbach *et al.* (2007) o aumento da temperatura inicialmente acelera a dissolução das fases do clínquer anidro que resulta em uma formação mais rápida dos produtos de hidratação em pastas de cimento Portland. Comportamento semelhante pode ser encontrado com cimentos pozolânicos, conforme demonstra o trabalho de Abd-El.Aziz *et al.* (2012). Segundo o autor, temperaturas de cura elevadas, especialmente acima de 35°C, aumentam a resistência das misturas nas primeiras idades, tanto à compressão quanto à tração. Sendo assim, como forma de acelerar as reações iniciais dos materiais pozolânicos e obter resultados mais céleres acerca da pozolanicidade de um material, é imprescindível a utilização da cura térmica a temperaturas acima da temperatura ambiente.

No entanto, como visto anteriormente, a sujeição dos corpos de prova a cura térmica a 55°C imediatamente após a moldagem acabou prejudicando os resultados de resistência à compressão aos 3 e aos 7 dias. Deste modo, na próxima seção, outras temperaturas de cura térmicas direta, superiores e inferiores a 55°C, foram analisadas com o objetivo de responder os seguintes quesitos:

- Apesar da cura direta a 55°C ter sido prejudicial aos resultados de resistência à compressão a 3 e 7 dias, o mesmo ocorreria para outras temperaturas de cura?
- Há alguma temperatura acima ou abaixo de 55°C que venha a favorecer/acelerar os resultados de resistência à compressão?

Figura 28 - Comparação entre os valores de resistência à compressão de argamassas do tipo (a) WPOZ, (b) MPOZ e (c) SPOZ submetidas ao procedimento padrão de cura da NBR 5751 x cura térmica direta a 55°C para diferentes idades de rompimento (1, 3 e 7 dias)



Fonte: A Autora (2022).

5.2.2 Análise da influência da temperatura de cura nos resultados de resistência à compressão

Inicialmente buscou-se analisar a resistência à compressão aos 3 dias de argamassas do tipo SPOZ quando submetidas a temperaturas de cura entre 40 e 75°C, a fim de selecionar uma faixa de temperatura que favoreça a reação pozolânica e posteriormente analisá-la para os demais níveis de pozolanicidade. A faixa de temperatura escolhida para esta análise buscou abranger temperaturas acima e abaixo da preconizada pela NBR 5751 (55°C). O intervalo escolhido abrange temperaturas de cura utilizadas em diferentes métodos, como no caso do método R³ modificado que analisa pastas de cimento e material pozolânico após um período de cura de 10 dias a 50°C, e do teste com cal modificado que submete argamassas de material pozolânico e hidróxido de cálcio a um regime de cura de 1 dia em temperatura ambiente e 6 dias em uma estufa a 40°C. Basto *et al.* (2022) avaliaram ainda os efeitos do aumento da temperatura de cura, em pastas contendo materiais pozolânicos e hidróxido de cálcio, na diminuição relativa da intensidade do pico de hidróxido de cálcio e ao final, a temperatura 65°C foi a que apresentou uma melhor correlação entre o nível de reatividade das pozolanas e o decréscimo do pico de hidróxido de cálcio aos 3 dias.

A Tabela 18 apresenta os resultados de resistência a compressão média aos 3 dias de 3 corpos de prova cilíndricos do tipo SPOZ sujeitos a diferentes procedimentos de cura. Foram confeccionadas argamassas do tipo SPOZ por terem sido as que apresentaram maiores variações nos resultados de resistência à compressão na etapa anterior. Com relação à idade de rompimento, escolheu-se aos 3 dias por ser uma das idades alvo do presente estudo, além de intermediária entre 1 e 7 dias. As argamassas do tipo “cura padrão NBR 5751”, foram curadas nas primeiras 24 horas em temperatura ambiente e nos 2 dias restantes, foram levadas à estufa a 55°C. As demais argamassas foram submetidas a cura térmica direta nas seguintes temperaturas: 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 e 75°C.

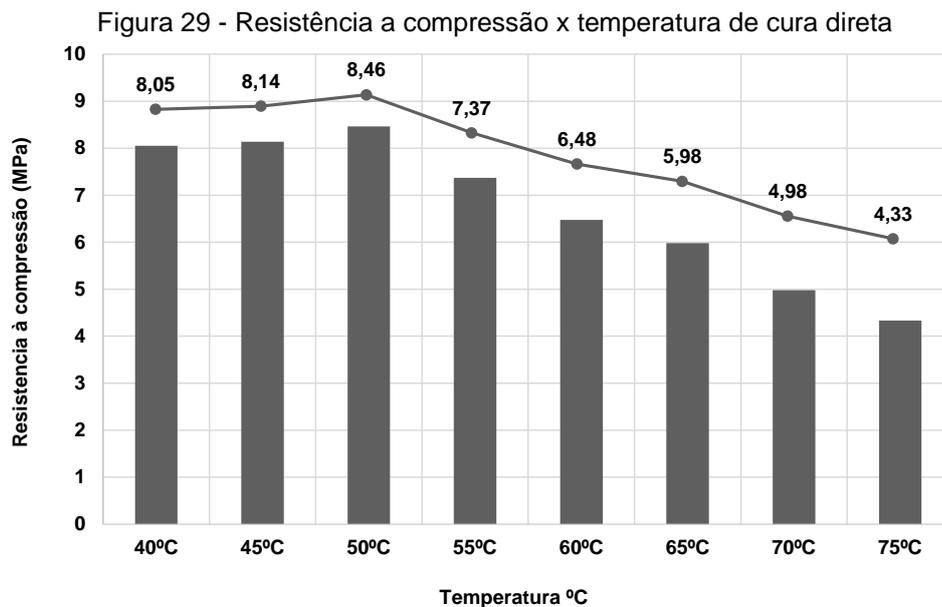
Analisando os resultados da Tabela 19, e tomando o valor de resistência à compressão da “cura padrão NBR 5751” como referência, percebe-se que a cura direta para temperaturas acima de 50 graus provocou uma queda acentuada nos valores de resistência à compressão. Nota-se ainda que à medida que a temperatura aumentou, essa queda se tornou mais expressiva, conforme apresenta a Figura 29.

Apesar de temperaturas acima da ambiente acelerarem a reação pozolânica, temperaturas de cura muito elevadas podem prejudicam o desempenho mecânico das argamassas, comportamento esse que pode estar associado a fatores químicos, como interferência na estabilidade e na formação de compostos hidratados, ou até mesmo fatores físicos, como a ocorrência de microfissuras e aumento da porosidade dos corpos de prova. Diante disso, a possibilidade de aumentar a temperatura de cura, para valores acima de 55°C, para acelerar as reações pozolânicas, foi descartada para o presente método.

Tabela 19 – Resultados de resistência à compressão média aos 3 dias de corpos de prova SPOZ submetidas a diferentes temperaturas de cura

Amostra	Idade	Regime de cura	Resistência à compressão (MPa)	Desvio padrão	Coefficiente de variação (%)
SPOZ	3 dias	40°C	8,05	0,21	2,65
		45°C	8,14	0,20	2,40
		50°C	8,46	0,26	3,03
		Cura padrão NBR 5751	8,61	0,30	3,51
		55°C	7,37	0,26	3,54
		60°C	6,48	0,34	5,24
		65°C	5,98	0,56	9,43
		70°C	4,98	0,21	4,21
		75°C	4,33	0,44	10,10

Fonte: A Autora (2022).



Fonte: A Autora (2022).

Observando os resultados de resistência à compressão para as temperaturas entre 40 e 50 graus percebe-se que os valores obtidos com a cura direta foram semelhantes ao valor encontrado utilizando a cura padrão da NBR 5751. Sendo a temperatura de 50 graus, a que mais se aproximou do valor encontrado pela

argamassa padrão. No entanto, levando em consideração que, ao alterar as temperaturas de cura, o comportamento das pozolanas com níveis de pozolanicidade diferentes (WPOZ, MPOZ e SPOZ) pode não ser exatamente o mesmo, decidiu-se avaliar também para as argamassas WPOZ e MPOZ as faixas de temperatura de 40, 45 e 50°C. Além disso, a influência da cura térmica por períodos de tempos diferentes (1,3 e 7 dias) também foi analisada. A Tabela 20 apresenta os resultados de resistência à compressão médios das argamassas citadas.

Tabela 20 - Resultados de resistência à compressão média de argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ

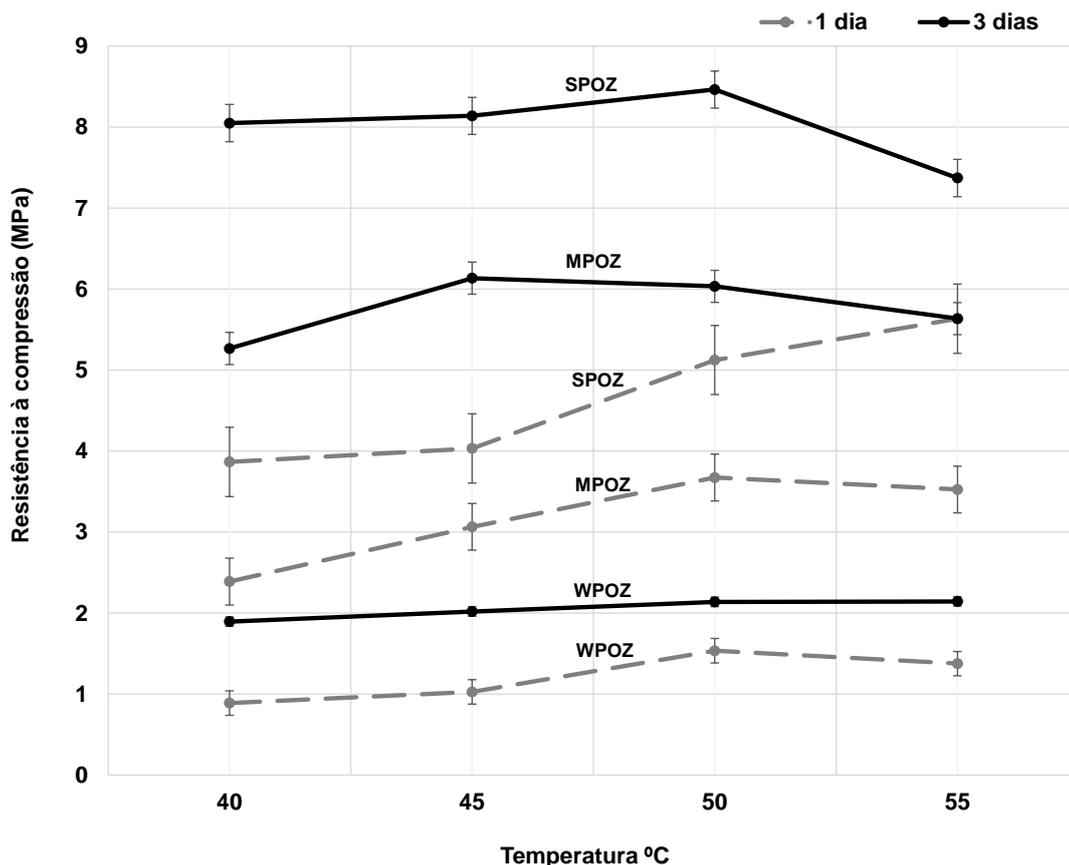
Amostra	Idade	Cura	Resistência à compressão (MPa)	Desvio padrão	Coefficiente de variação (%)
WPOZ	1 dia	40°C	0,89	0,06	6,92
		45°C	1,03	0,08	7,44
		50°C	1,54	0,15	9,63
		55°C	1,38	0,04	3,05
	3 dias	40°C	1,89	0,14	7,25
		45°C	2,02	0,18	8,86
		50°C	2,14	0,06	2,59
		55°C	2,14	0,05	2,55
	7 dias	40°C	2,52	0,05	1,90
		45°C	2,52	0,10	3,95
		50°C	2,60	0,08	2,91
		55°C	2,75	0,08	2,73
MPOZ	1 dia	40°C	2,39	0,02	0,92
		45°C	3,07	0,15	4,73
		50°C	3,67	0,09	2,40
		55°C	3,53	0,28	7,87
	3 dias	40°C	5,27	0,02	0,42
		45°C	6,14	0,08	1,29
		50°C	6,03	0,11	1,90
		55°C	5,64	0,45	7,94
	7 dias	40°C	7,19	0,16	2,19
		45°C	7,13	0,06	0,85
		50°C	6,82	0,34	5,00
		55°C	6,20	0,45	7,31
SPOZ	1 dia	40°C	3,87	0,20	5,27
		45°C	4,03	0,46	11,53
		50°C	5,12	0,03	0,65
		55°C	5,63	0,27	4,78
	3 dias	40°C	8,05	0,21	2,65
		45°C	8,14	0,20	2,40
		50°C	8,46	0,26	3,03
		55°C	7,37	0,26	3,54
	7 dias	40°C	10,09	0,39	3,83
		45°C	9,89	0,47	4,74
		50°C	9,47	0,29	3,08
		55°C	9,00	0,36	3,99

Fonte: A Autora (2022).

5.2.2.1 Influência da cura térmica para as idades de 1 e 3 dias e escolha da temperatura de cura ideal para o novo método

A partir dos resultados obtidos na Tabela 20, foi possível determinar a temperatura de cura ideal para o novo método. Para tal, foram definidos como fatores de decisão: (a) as idades de 1 e 3 dias como meta de período de ensaio, e (b) a temperatura que proporciona a maior resistência à compressão nos três níveis de pozolanicidade. A escolha das idades de 1 e 3 dias como fator de decisão foi feita de acordo com o objetivo de ter um método expedito quando comparado ao método tradicional, o qual determina a pozolanicidade aos 7 dias. E a definição da temperatura ótima para o novo método por meio da análise dos maiores valores de resistência à compressão se deve pelas vantagens com a relação à precisão dos resultados, visto que valores menores apresentam maior variabilidade e podem não ter significância adequada a depender da precisão do equipamento de ensaio de resistência à compressão. A Figura 30 relaciona a resistência à compressão em diferentes idades (1 e 3 dias) com a temperatura de cura (40~55°C) de argamassas do tipo SPOZ, MPOZ e WPOZ.

Figura 30 - Relação entre a resistência à compressão a 1 e 3 dias e a temperatura de cura (40, 45, 50 e 55°C) para argamassas do tipo SPOZ, MPOZ e WPOZ.



Fonte: A Autora (2022).

Inicialmente destaca-se que para todas as temperaturas analisadas, fica clara a distinção da pozolanicidade entre as amostras (fraca, média e forte) tanto a 1 dia, quanto aos 3 dias. No entanto, para padronização, maior precisão e eficiência do novo método, a temperatura alvo escolhida será a que apresentar maiores resultados de resistência à compressão para os três níveis de pozolanicidade, tanto para 1 dia, quanto para 3 dias.

Percebe-se que na pozolana fraca (WPOZ), as maiores resistências foram observadas nas amostras curadas a 50 e 55°C, tanto a 1 dia, quanto aos 3 dias de idade. Aos 3 dias os valores a 50 e 55°C foram semelhantes, já para 1 dia de idade, a 50°C, a resistência foi 10% maior que à 55°C. Analisando o nível de pozolanicidade médio (MPOZ), percebe-se que para 1 dia de idade, a temperatura de 50°C foi a que obteve um maior resultado de resistência à compressão, já aos 3 dias as argamassas curadas a 45 e 50°C tiveram desempenho semelhante.

Por fim, para o nível de pozolanicidade forte, os resultados de resistência à compressão a 1 dia foram maiores à medida que a temperatura aumentou, atingindo seu maior valor em 55°C. No entanto, o mesmo comportamento não foi verificado para as argamassas com 3 dias, onde percebe-se uma queda acentuada no valor de resistência a compressão a 55°C, sendo a temperatura de 50°C a que apresentou melhores resultados dentre as demais temperaturas.

Ressalta-se ainda que como um dos intuitos do novo método é a redução do tempo do ensaio, é de grande valia que a nova temperatura escolhida atinja em um menor intervalo de tempo resultados próximos aos atingidos pela metodologia tradicional da NBR 5751. Sendo assim, a Tabela 20, compara os valores de resistência à compressão obtidos com a cura térmica direta a 40, 45, 50 e 55°C para as idades de 1 e 3 dias, com o valor obtido com o procedimento padrão da NBR 5751 (1 dia em cura ambiente e 6 dias em cura térmica a 55°C) para os 3 níveis de pozolanicidade.

Analisando os resultados da Tabela 21, observa-se que as argamassas curadas a 50°C apresentaram, em apenas 1 dia de cura, aproximadamente 50% do valor de resistência obtido com a cura padrão da NBR 5751 aos 7 dias, para todos os níveis de pozolanicidade estudados. Além disso, as argamassas curadas por 3 dias a 50°C atingiram 75%, 83% e 82% do valor de referência (argamassa com cura padrão), para os níveis de pozolanicidade fraco, médio e forte, respectivamente.

Tabela 21 - Comparação percentual entre diferentes procedimentos e idades de cura com o procedimento padrão da NBR 5751 aos 7 dias

Amostra	Idade	Regime de cura	Porcentagem em relação a NBR 5751 (7 dias)
WPOZ	1 dia	40	31%
		45	36%
		50	54%
		55	48%
	3 dias	40	66%
		45	71%
		50	75%
		55	75%
MPOZ	1 dia	40	33%
		45	42%
		50	51%
		55	48%
	3 dias	40	72%
		45	84%
		50	83%
		55	77%
SPOZ	1 dia	40	37%
		45	39%
		50	49%
		55	54%
	3 dias	40	78%
		45	78%
		50	82%
		55	71%

Fonte: A Autora (2022).

Diante do exposto, conclui-se que para as idades de 1 e 3 dias a temperatura de 50°C foi a que apresentou resultados mais satisfatórios para os três níveis de pozolanicidade estudados. Sendo assim, a aplicação do novo método será realizada com cura térmica direta a uma temperatura de 50°C, com idades de rompimento de 1 e 3 dias. Assim, têm-se o método rápido com 3 dias de idade e o método expedito com 1 dia de idade, nos quais a diante serão definidos os requisitos mínimos de resistência à compressão média para afirmar a pozolanicidade de um material por meio de argamassas compostas de cal hidratada e material pozolânico.

5.2.2.2 Influência da cura térmica aos 7 dias e sugestão para a NBR 5751:2015

No geral, é consensual que condições de cura em temperaturas elevadas aceleram a reação das pozolanas, no entanto, uma duração prolongada, pode ter efeitos deletérios sobre a estabilidade dos produtos de reação. Sendo assim, nesta seção foi avaliada a influência da temperatura de cura nos resultados de resistência à

compressão aos 7 dias de argamassas de cal e material pozolânico, visto que dependendo da duração da cura, a temperatura poderá influenciar os resultados de forma diferente.

Inicialmente foram confeccionados corpos de prova cilíndricos, submetidos aos seguintes procedimentos de cura: cura padrão NBR 5751 (um dia em temperatura ambiente e seis dias em cura térmica a 55°C) e cura térmica direta a 40, 45, 50 e 55°C. A análise de temperaturas superiores a 55°C foi descartada, tendo em vista os resultados da Tabela 18, onde o aumento da temperatura de cura acabou prejudicando os resultados de resistência à compressão das argamassas já aos 3 dias de idade, e com o prolongamento do período de cura, a tendência seria acentuar ainda mais esse comportamento. A Tabela 22 expõe os resultados de resistência à compressão médios dos corpos de prova ensaiados.

Tabela 22 - Resultados de resistência a compressão médios aos 7 dias das argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ submetidas a diferentes procedimentos de cura

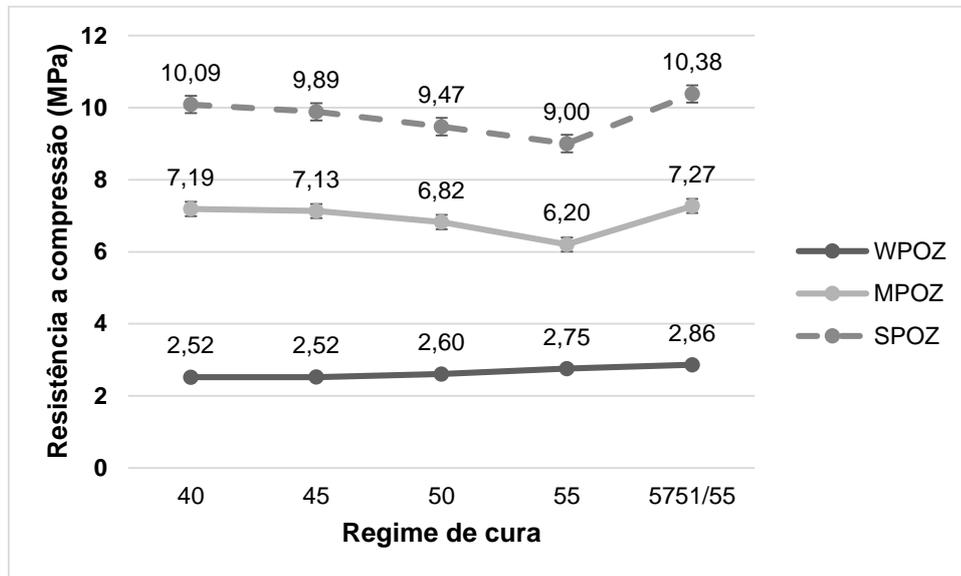
Amostra	Regime de cura	Resistência a compressão (MPa)	Desvio padrão	Coefficiente de variação (%)
WPOZ	40	2,52	0,05	1,90
	45	2,52	0,10	3,95
	50	2,60	0,08	2,91
	55	2,75	0,08	2,73
	5751/55	2,86	0,10	3,66
MPOZ	40	7,19	0,16	2,19
	45	7,13	0,06	0,85
	50	6,82	0,34	5,00
	55	6,20	0,45	7,31
	5751/55	7,27	0,39	5,41
SPOZ	40	10,09	0,39	3,83
	45	9,89	0,47	4,74
	50	9,47	0,29	3,08
	55	9,00	0,36	3,99
	5751/55	10,38	0,40	3,89

Fonte: A Autora (2022).

A partir do gráfico da Figura 31, que relaciona os resultados de resistência à compressão com o regime de cura adotado, percebe-se que a cura térmica direta a 40°C apresentou resultados bastante semelhantes com os da 5751/55 (cura padrão da norma). Para a MPOZ e a SPOZ, os valores de resistência a 40°C atingiram 98% e 97%, respectivamente, dos valores apresentados pelas mesmas argamassas com cura padrão 5751/55. Por sua vez, a argamassa WPOZ a 40°C atingiu aproximadamente 90% do resultado de referência. Diante do exposto, a temperatura de 40°C, passa a ser uma alternativa viável para utilização da cura térmica direta aos

7 dias, em substituição à cura padrão da NBR 5751 a 55°C, facilitando a uniformização do método independente da região ou até mesmo do período do ano, além de facilitar a operacionalização do ensaio, como já mencionado anteriormente.

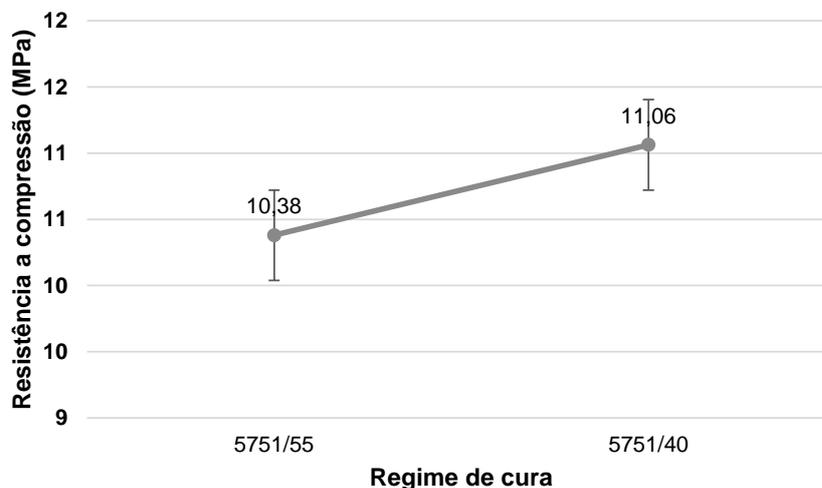
Figura 31 – Relação entre a resistência à compressão aos 7 dias de argamassas de cal e material pozolânico e o regime de cura adotado



Fonte: A Autora (2022).

Por fim, avaliou-se ainda a possibilidade de alterar apenas a temperatura, mantendo o período de cura conforme preconiza a norma – 1 dia em temperatura ambiente e os 6 dias restantes em cura térmica. Dessa forma, a Figura 32 compara graficamente os resultados de resistência à compressão aos 7 dias de argamassas do tipo SPOZ com cura padrão 5751 a 40°C e a 55°C.

Figura 32 - Gráfico resistência à compressão x regime de cura para a argamassa do tipo SPOZ



Fonte: A Autora (2022).

Analisando o gráfico nota-se um aumento de 7% no valor de resistência à compressão da argamassa do tipo SPOZ com a diminuição da temperatura de cura em 15°C. Comportamento semelhante foi encontrado por Kasaniya *et al.* (2019), onde quatro das 5 pozolanas estudadas apresentaram valores de resistência à compressão aos 7 dias, de argamassas contendo cal e pozolana, superiores quando curadas a 40°C. Sendo assim, demonstra-se que para um período de 7 dias, a cura térmica direta a 40°C ou até mesmo a cura padrão 5751 a 40°C são alternativas satisfatórias, demonstrando comportamento comparável ou até mesmo superior ao apresentado pela cura padrão 5751 a 55°C.

Apesar de não ser o objetivo alvo do novo método manter o período de duração do ensaio de 7 dias, esta seção é importante pois, em conjunto com a seção anterior, evidencia a influência da temperatura de cura em conjunto com a duração da mesma no andamento da reação pozolânica e, conseqüentemente nos resultados de resistência à compressão. Os resultados corroboram com o entendimento majoritário da comunidade acadêmica no sentido de que períodos de cura prolongados em temperaturas elevadas podem ter efeitos deletérios sobre a estabilidade dos produtos de hidratação.

5.2.3 Definição dos novos índices de pozolanicidade

Anteriormente foram definidos os novos parâmetros do método proposto: cura térmica direta a 50°C e idades de rompimento de 1 ou 3 dias. No entanto, ainda precisam ser definidos os novos requisitos mínimos para que um material seja considerado pozolânico conforme a nova metodologia.

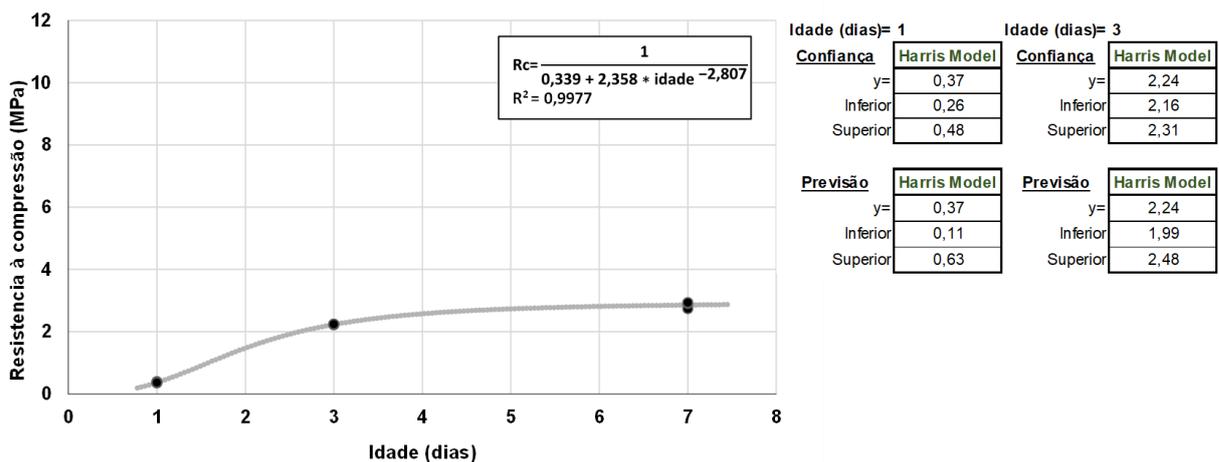
5.2.3.1 Definição dos novos índices de pozolanicidade – NBR 5751:2015 Modificada

Para a definição da atividade pozolânica com cal hidratada na nova metodologia é necessário iniciar a análise pela metodologia tradicional, no caso a prevista na NBR 5751. No presente trabalho definiu-se essa atividade pozolânica com cal hidratada como Índice de Atividade Pozolânica (IAP). De acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2014b), o IAP aos 7 dias deve ser maior ou igual a 6 MPa.

Inicialmente estimou-se matematicamente e com base nos experimentos realizados neste trabalho, o IAP de 7 dias para 3 dias ou 1 dia de idade pela

metodologia tradicional da NBR 5751. Para a estimativa foi utilizada a regressão não linear para a evolução do IAP com a idade, sendo o modelo de Farazdaghi-Harris o escolhido para essa análise. Este mostrou-se adequado pelo fato de descrever que, na idade inicial (ao realizar a mistura), o IAP é igual a zero. As Figuras 33 a 35 apresentam as curvas experimentais para cada um dos 3 níveis de pozolanicidade estudados (fraco, médio e forte), representando a evolução do IAP com 1, 3 e 7 dias de idade com a cura prevista pela NBR 5751.

Figura 33 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanicidade fraco (WPOZ) conforme o procedimento da NBR 5751



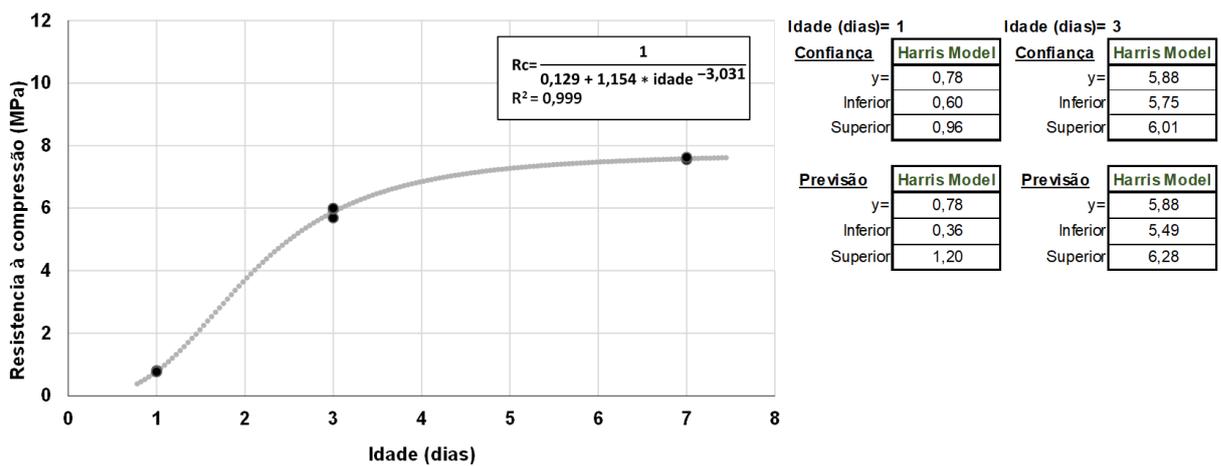
Fonte: A Autora (2022).

Para a escolha e análise dos novos IAPs adotou-se o intervalo de previsão como parâmetro pois este extrapola os resultados das amostras ensaiadas no presente trabalho e fornece uma previsão (com confiança determinada) para o IAP de outras amostras não ensaiadas, que possuam semelhança com as estudadas. Sendo assim, para o nível de pozolanicidade fraco, observa-se que o limite inferior do intervalo de previsão estatística (99% de confiança) para 1 dia de idade é muito próximo do valor zero (0,11 a 0,63 MPa), o que era de se esperar, pelo fato da cura nas primeiras 24 horas ser ambiente, sendo a estimativa para 1 dia de idade de difícil determinação. Já para 3 dias de idade, tem-se um intervalo de previsão de 1,99 a 2,48 MPa.

No caso do nível de pozolanicidade médio (MPOZ) o intervalo de previsão do IAP (99% de confiança) é de 0,36 a 1,20 MPa com 1 dia de idade e de 5,49 a 6,28 MPa aos 3 dias de idade. O intervalo de previsão com 3 dias indica que, para uma modificação da NBR 5751, com o intuito de se obter resultados mais expeditos, um IAP de 5,5 MPa com 3 dias de idade seria seguro para afirmar que o material testado

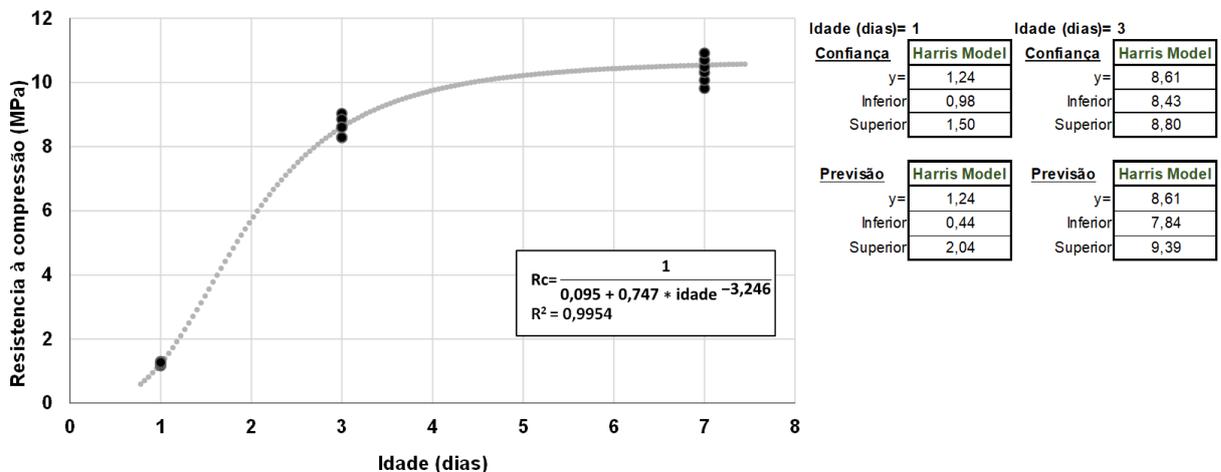
apresenta pozolanicidade no IAP tradicional aos 7 dias de idade (6 MPa) com 99% de precisão dentro dos limites estabelecidos neste trabalho. Analogamente, para 1 dia de idade, um IAP igual a 0,65 seria suficiente para que um material fosse considerado pozolânico, este valor é superior ao limite superior do nível de pozolanicidade fraco (0,63 MPa) e encontra-se dentro do limite do MPOZ. Neste caso, não se pode utilizar o limite inferior previsto para o MPOZ no valor de 0,36 MPa em função do limite superior da previsão da pozolana fraca ter um valor superior (0,63 MPa).

Figura 34 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanicidade médio (MPOZ) conforme o procedimento da NBR 5751



Fonte: A Autora (2022).

Figura 35 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanicidade forte (SPOZ) conforme o procedimento da NBR 5751

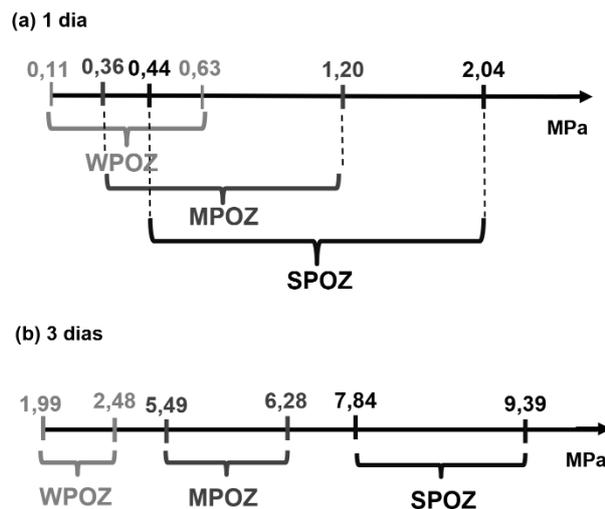


Fonte: A Autora (2022).

Por fim, para o nível de pozolanicidade forte (SPOZ) observa-se que se fosse adotado o IAP de 5,50 MPa aos 3 dias, os valores previstos com 3 dias de idade (7,84 a 9,39 MPa) estariam totalmente acima do estimado para utilizar a NBR 5751 de forma mais expedita. No entanto, analisando o intervalo do SPOZ para 1 dia (0,44 a 2,04

MPa), percebe-se que reduzir ainda mais o período de teste, com a determinação do IAP com 1 dia de idade, não é seguro, pois, o intervalo de previsão obtido não está totalmente acima do IAP de 0,65 MPa estabelecido com os resultados do nível de pozolanidade médio. A Figura 36 ilustra os limites inferiores e superiores de cada nível de pozolanidade e suas superposições. Portanto, com base nesse comportamento e em outros resultados obtidos neste trabalho, ressalta-se ainda mais a decisão de estabelecer uma cura selada térmica desde do início na nova metodologia.

Figura 36 - Limites inferiores e superiores para os níveis de pozolanidade WPOZ, MPOZ e SPOZ para (a) 1 dia e (b) 3 dias

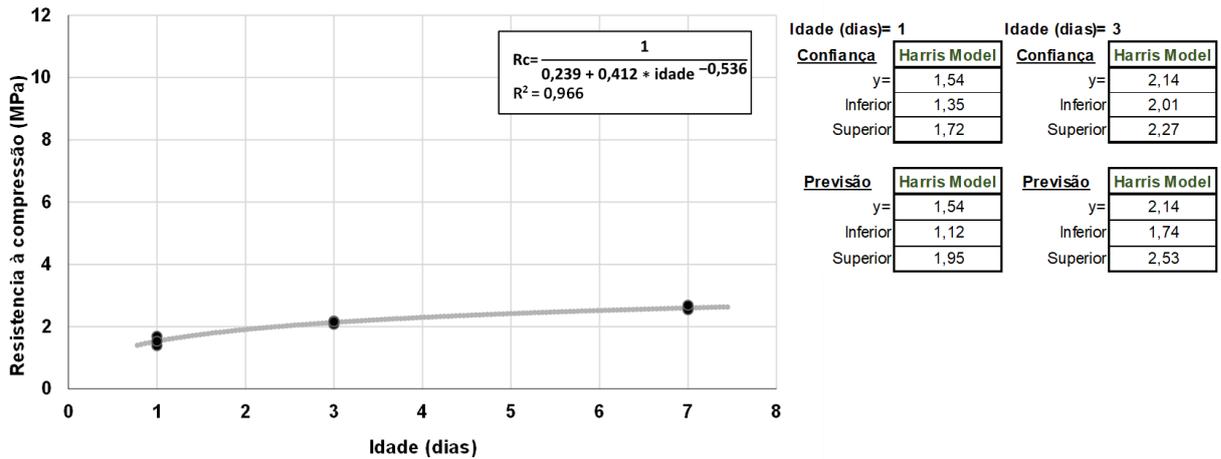


Fonte: A Autora (2022).

5.2.3.2 Definição dos novos índices de pozolanidade – Novo método

De forma semelhante ao realizado na seção anterior, foram definidos os requisitos mínimos para que um material seja considerado pozolânico conforme a nova metodologia. Os IAPs foram estimados estatisticamente utilizando o modelo de Farzadaghi-Harris. As Figuras 37 a 39 apresentam as curvas experimentais para cada uma das argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ representando a evolução do IAP com 1, 3 e 7 dias de idade através do novo método.

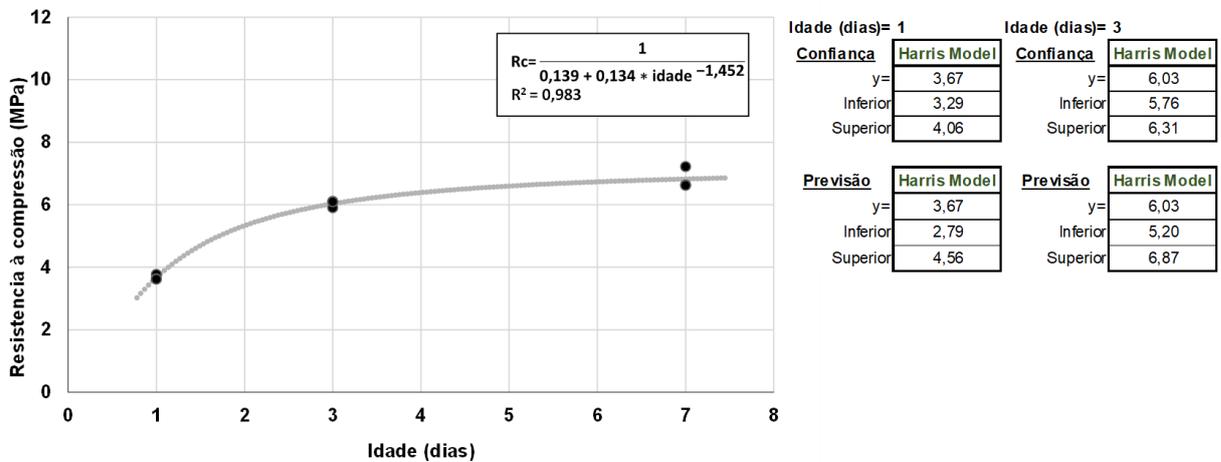
Figura 37 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanicidade fraco conforme o novo método



Fonte: A Autora (2022).

Analisando os resultados para nível de pozolanicidade fraco, com a nova metodologia, observa-se que o intervalo de previsão estatística (99% de confiança) para 1 dia de idade é de 1,12 a 1,95 MPa, que são valores acima de zero de forma estatisticamente segura. Para 3 dias de idade, tem-se um intervalo de previsão de 1,74 a 2,53 MPa, próximo ao observado nos resultados obtidos com a metodologia da NBR 5751.

Figura 38 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanicidade médio conforme o novo método



Fonte: A Autora (2022).

No caso do nível de pozolanicidade médio, observa-se um ganho expressivo da resistência à compressão com 1 e 3 dias de idade. Este comportamento permitirá definir valores de IAP adequados para esta nova metodologia, pois, valores próximos de zero acabam não sendo significantes na própria resolução dos equipamentos

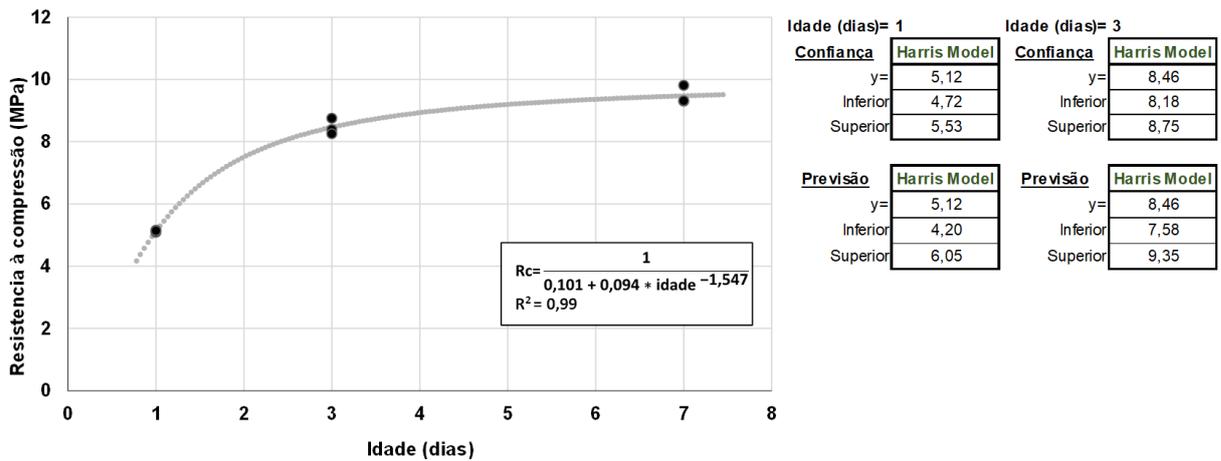
(prensas hidráulicas) usualmente utilizados em laboratórios de construção civil. Observa-se um intervalo de previsão com significância de 99% de 2,79 a 4,56 MPa para 1 dia de idade e de 5,20 a 6,87 MPa para 3 dias. Comparando este intervalo, com o da análise realizada para tornar expedito a NBR 5751, observa-se que aos 3 dias de idade têm-se valores próximos (5,49 a 6,28 MPa) aos obtidos na nova metodologia proposta.

Neste ponto da análise do novo método, pode-se definir o IAP mínimo para que um material seja considerado pozolânico, adequando para que um material testado não dê uma falsa pozolanidade, para isto, deve-se observar o limite superior de previsão obtido na pozolana fraca e o limite inferior obtido na pozolana média. Para 1 dia de idade na nova metodologia, tem-se que a previsão com significância de 99% do limite superior da pozolana fraca é de 1,95 MPa e que o limite inferior da pozolana convencional é de 2,79 MPa. Como não ocorreu uma superposição entre o limite superior da pozolana fraca e o limite inferior da pozolana convencional, pode-se afirmar que o material testado apresente pozolanidade no IAP da nova metodologia de 2,8 MPa com 1 dia de idade irá apresentar IAP tradicional aos 7 dias de idade maior ou igual aos 6 MPa com 99% de precisão dentro dos limites estabelecidos neste trabalho.

Para os resultados com 3 dias para a nova metodologia, de maneira análoga à análise com 1 dia, observa-se que não existe superposição entre o limite superior da pozolana fraca (2,53 MPa) e o limite inferior da pozolana média (5,20 MPa). Portanto, com base nos resultados e análises realizadas, define-se que o IAP exigido para indicar a pozolanidade do material testado seja igual ou maior do que 5,20 MPa aos 3 dias de idade para o novo método.

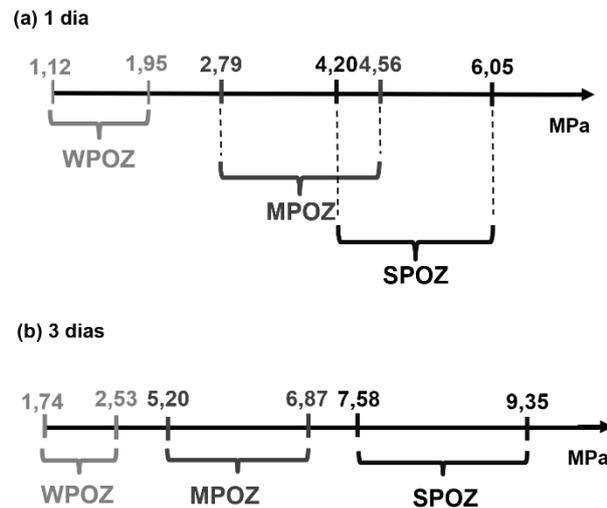
Por fim, observa-se ainda que o intervalo de previsão da pozolana forte foi igual a 4,20 – 6,05 MPa para 1 dia de idade e de 7,58 – 9,35 MPa para 3 dias, totalmente acima do intervalo obtido na pozolana convencional, não havendo superposição de valores, conforme ilustra a Figura 40, que apresenta os limites inferiores e superiores de cada nível de pozolanidade.

Figura 39 - Curva experimental e análise estatística (confiança e previsão) para o nível de pozolanicidade forte conforme o novo método



Fonte: A Autora (2022).

Figura 40 - Limites inferiores e superiores para os níveis de pozolanicidade WPOZ, MPOZ e SPOZ para (a) 1 dia e (b) 3 dias



Fonte: A Autora (2022).

Sendo assim, percebe-se que a nova metodologia proporcionou vantagens para análise da pozolanicidade para além do fato de ser realizada no modo expedito, pois, o aumento dos valores por meio da cura térmica permitiu a diferenciação nítida entre os resultados da pozolana fraca, média e forte, sem superposição de intervalos. A Tabela 23 apresenta os limites de previsão para cada nível de pozolanicidade além do requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico conforme a NBR 5751 antecipada e a nova metodologia.

Tabela 23 - Limite de previsão para cada nível de pozolanicidade e requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico conforme a NBR 5751 antecipada e a nova metodologia

Nível de pozolanicidade	NBR 5751:2015 Modificada		Nova metodologia	
	1 dia	3 dias	1 dia	3 dias
Fraco ou não pozolânico	0,11 – 0,63	1,99 - 2,48	1,12 - 1,95	1,74 - 2,53
Médio	0,36 - 1,20	5,49 - 6,28	2,79 - 4,56	5,20 - 6,87
Requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico	-	5,50	2,80	5,20
Forte ou superpozolana	0,44 – 2,04	7,84 - 9,39	4,20 – 6,05	7,58 - 9,35

Fonte: A Autora (2022).

Ainda de acordo com a Tabela 23, é possível determinar um requisito mínimo, ou seja, um valor de resistência à compressão mínimo, para que um material seja considerado superpozolânico aos 3 dias. Para a metodologia da NBR 5751:2015 Modificada, levando em consideração o limite inferior do nível de pozolanicidade, o requisito pode ser fixado em 7,8 MPa. Já para a nova metodologia, este valor é de 7,6 MPa. Sendo assim, seria possível determinar se um material é superpozolânico ou não já aos 3 dias de idade.

5.3 ETAPA 3 – VALIDAÇÃO DO MÉTODO

Após definidos os novos requisitos mínimos para que um material seja considerado pozolânico conforme a nova metodologia – 1 dia (2,8 MPa) e 3 dias (5,2 MPa), nove materiais cimentícios, dentre eles o metacaulim (MTC), a terra diatomácea (TD), a cinza volante (CV), a sílica ativa (SA), duas cinzas do bagaço de cana calcinadas, com diferentes superfícies específicas (CBCA1000 e CBCA1300) e três lodos têxteis, um *in natura* e os demais calcinados em 700 e 800°C (LOTEx-IN, LOTEx700, LOTEx800), e um material inerte, o fíler calcário, foram avaliados conforme a NBR 5751:2015 modificada, a NBR 5752:2014 e o método proposto, a fim de verificar a correlação e a adequação da nova metodologia aos métodos físicos tradicionais.

5.3.1 Resultados NBR 5751:2015 Modificada e novo método

Para realização desta etapa foram moldados 9 corpos de prova de cada amostra, sendo 3 curados conforme a NBR 5751 e rompidos aos 7 dias e 6 curados

conforme a nova metodologia, sendo 3 rompidos com 1 dia e os demais rompidos aos 3 dias. Os resultados de resistência à compressão média dos corpos de prova encontram-se na Tabela 24.

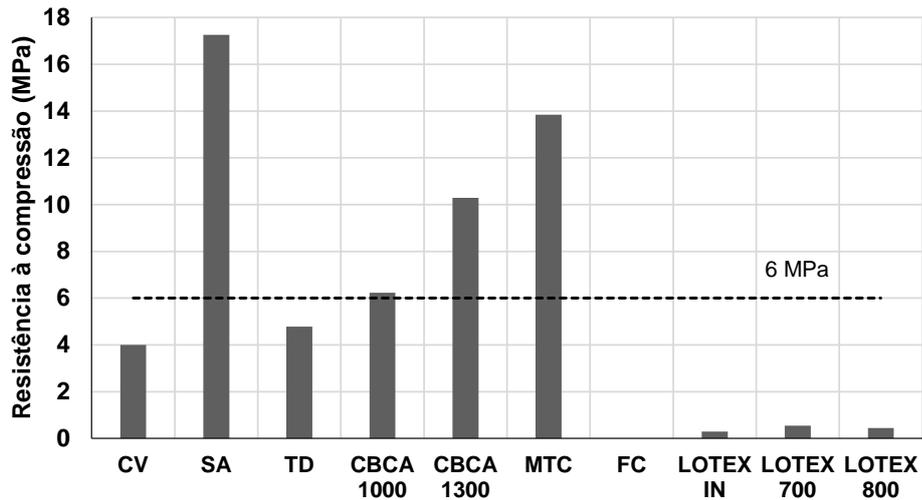
Analisando os resultados, percebe-se que dos 9 materiais analisados, 4 são considerados pozolânicos de acordo com a NBR 5751. São eles: a sílica ativa, as duas cinzas do bagaço de cana calcinadas com superfícies específicas de 1000 e 1300 m²/kg e o metacaulim, pois, apresentaram valores de resistência à compressão médios superiores a 6 MPa – requisito mínimo imposto pela NBR 12653 (ABNT, 2014b) para que um material seja considerado pozolânico, segundo a metodologia da NBR 5751. A Figura 41 apresenta graficamente os resultados de resistência à compressão para atividade pozolânica com cal aos 7 dias dos 10 materiais analisados.

Tabela 24 - Resultados de resistência à compressão médios de 3 corpos de prova cilíndricos, a/l=0,65, conforme a NBR 5751 (7 dias) e o novo método proposto (1 e 3 dias)

Amostra	Índice de Atividade Pozolânica - IAP (MPa)		
	NBR 5751 - 7 dias	Novo método - 3 dias	Novo método - 1 dia
CV	4,00	0,46	0,13
SA	17,26	21,56	9,61
TD	4,78	1,77	0,53
CBCA 1000	6,23	5,42	0,88
CBCA 1300	10,29	8,76	2,01
MTC	13,84	11,69	6,67
FC	0,00	0,00	0,00
LOTEX IN	0,30	0,21	0,10
LOTEX 700	0,55	0,40	0,29
LOTEX 800	0,45	0,28	0,19

Fonte: A Autora (2022).

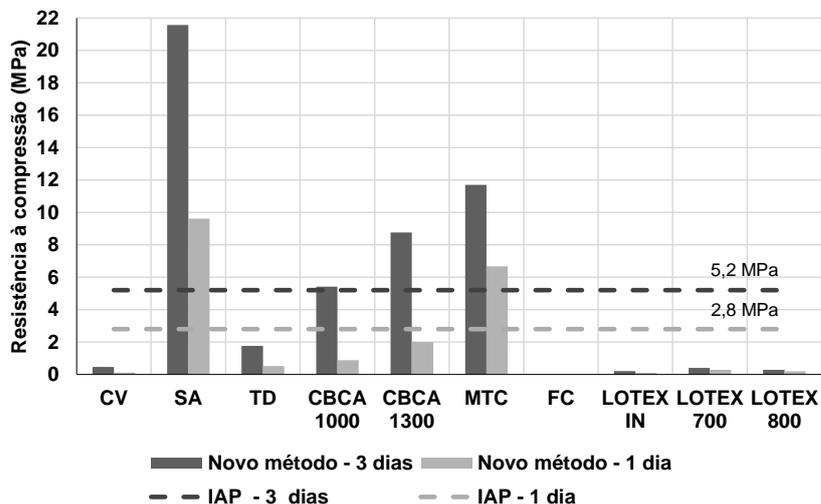
Figura 41 – Resistência à compressão dos materiais cimentícios suplementares - conforme a NBR 5751 (7 dias)



Fonte: A Autora (2022).

Para as argamassas submetidas aos procedimentos da nova metodologia, aos 3 dias de idade, dos materiais analisados, novamente, apenas o metacaulim, a sílica ativa, a CBCA 1000 e a CBCA 1300 foram classificados como pozolânicos. Estes materiais apresentaram um índice de atividade pozolânica (IAP) maior que 5,20 MPa, requisito mínimo definido nas seções anteriores para garantir um IAP de no mínimo 6 MPa aos 7 dias conforme a metodologia padrão da NBR 5751. No entanto, ao analisar os resultados de resistência à compressão do novo método com 1 dia de idade, percebe-se que utilizando o IAP de 2,80 MPa, apenas a sílica ativa e o metacaulim seriam considerados pozolânicos, conforme ilustra a Figura 42.

Figura 42 - Resistência à compressão dos materiais cimentícios suplementares – conforme a nova metodologia (1 e 3 dias)



Fonte: A Autora (2022).

5.3.2 Resultados NBR 5752:2014

Foram moldados ainda 6 corpos de prova de cimento e material cimentício suplementar, conforme a NBR 5752:2014, para cada amostra, com exceção da CBCA 1000 e da CBCA 1300, que foram moldadas no trabalho de Torres (2019) e os resultados foram utilizados no presente trabalho. Os resultados de resistência à compressão média aos 28 dias e o índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias dessas argamassas estão dispostos na Tabela 25.

A NBR 12653 (ABNT, 2014b) define que para que um material seja considerado pozolânico, a partir da metodologia na NBR 5752, seu índice de desempenho com cimento (i_{cimento}) deve ser igual ou superior a 90%. Sendo assim, analisando os resultados, dos materiais analisados, apenas o metacaulim, a sílica ativa e a CBCA 1300 foram considerados pozolânicos, conforme ilustra Figura 43.

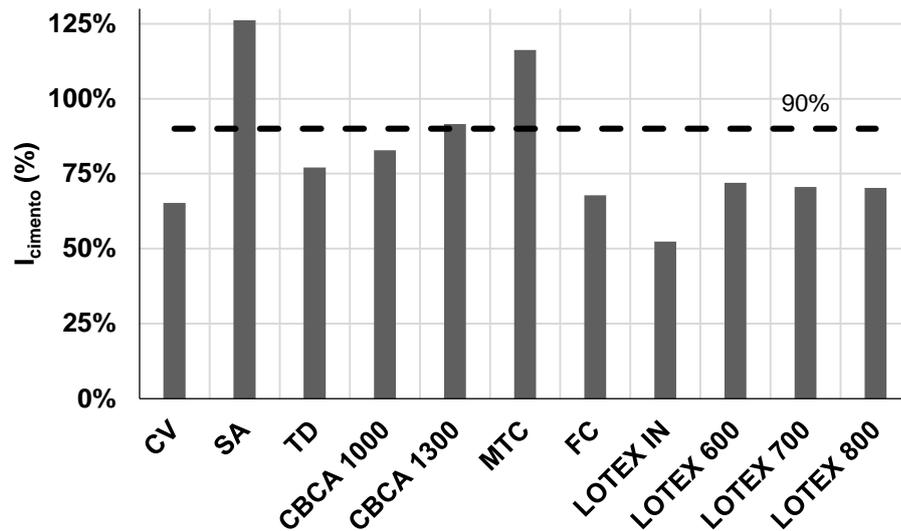
Tabela 25 - Resultados de resistência à compressão média aos 28 dias de argamassas moldadas com cimento e material cimentício suplementar conforme a NBR 5752

Amostra	Resistência a compressão média (MPa)	i_{cimento} (%)
Argamassa de referência	39,95	100,00%
CV	26,08	65,29%
SA	50,43	126,23%
TD	30,78	77,06%
*CBCA 1000	33,10	82,85%
*CBCA 1300	36,58	91,55%
MTC	46,47	116,31%
FC	27,08	67,78%
LOTEX IN	20,93	52,39%
LOTEX 700	28,18	70,55%
LOTEX 800	28,08	70,29%

*Retirado de Torres (2019)

Fonte: A Autora (2022).

Figura 43 – Índice de desempenho com cimento (I_{cimento}) dos materiais ensaiados

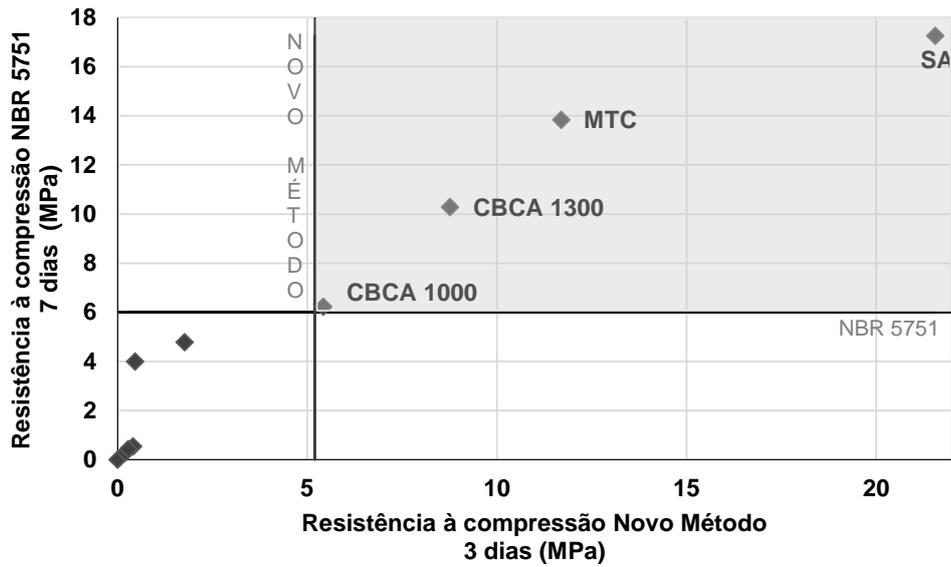


Fonte: A Autora (2022).

5.3.3 Correlação entre a NBR 5751 Modificada, NBR 5752 e o novo método

Por fim, de acordo com os resultados obtidos, estabeleceu-se uma comparação entre as NBRs 5751:2015 Modificada e 5752 e o novo método, tanto aos 3 dias quanto com 1 dia, a fim de verificar a adequação da metodologia proposta aos métodos físicos tradicionais. Ao analisar os resultados dos ensaios da NBR 5751 e do novo método proposto aos 3 dias, observa-se que todos os materiais que se enquadraram no requisito de pozolanicidade pela NBR 5751 também o foram pela nova metodologia, conforme ilustra a Figura 44. Dessa maneira, o método acelerado com 3 dias possibilitou uma clara distinção entre os materiais pozolânicos e os inertes, não apontando falsos positivos.

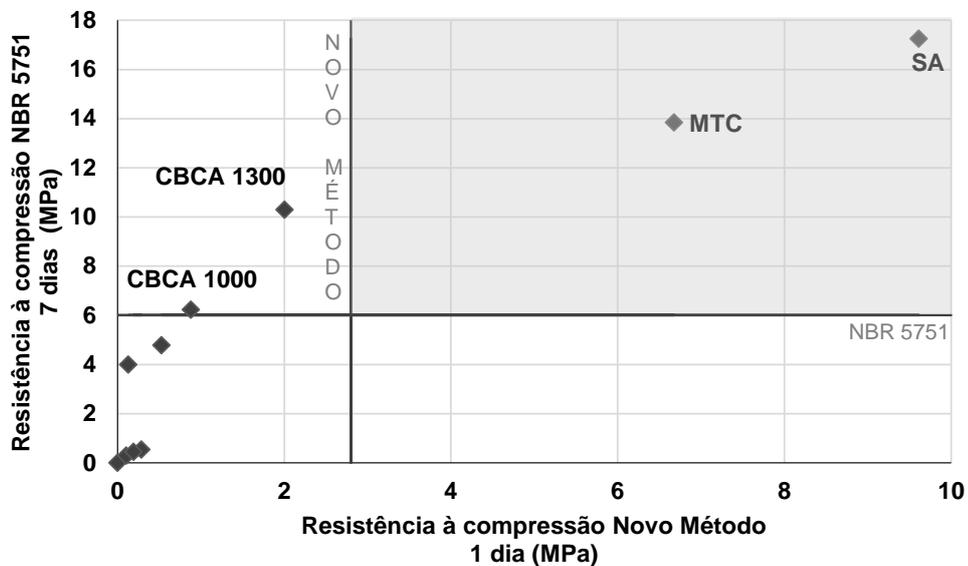
Figura 44 – Resistência à compressão pela NBR 5751 x resistência à compressão pela nova metodologia aos 3 dias



Fonte: A Autora (2022).

No entanto, a mesma correlação não foi verificada entre a NBR 5751 e a nova metodologia com 1 dia de idade. A CBCA 1000 e a 1300 foram classificadas como pozolana pela NBR 5751, mas não foram pela nova metodologia com 1 dia, conforme expõe a Figura 45. Sendo assim, o método expedito é mais restritivo que a NBR 5751, posto que apenas materiais considerados como superpozolanas, como é o caso do metacaulim e da sílica ativa, foram considerados pozolânicos.

Figura 45 - Resistência à compressão da NBR 5751 x resistência à compressão da nova metodologia com 1 dia

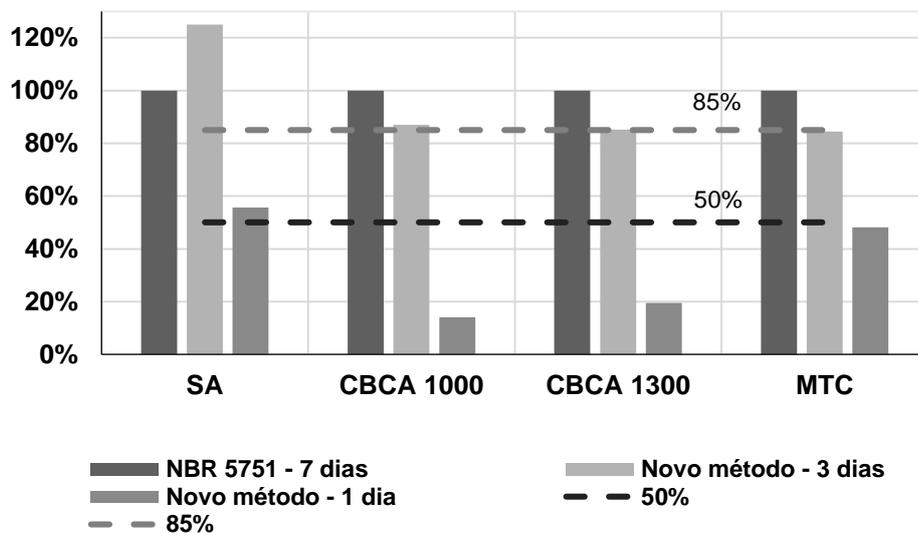


Fonte: A Autora (2022).

A Figura 46 apresenta os valores percentuais de resistência à compressão aos 3 dias e a 1 dia pela nova metodologia em relação aos resultados obtidos pela NBR

5751 aos 7 dias do metacaulim, da sílica ativa, da CBCA 1000 e da CBCA 1300. Percebe-se que aos 3 dias, todos os resultados encontrados pela nova metodologia foram de no mínimo 84% do valor encontrado pela NBR 5751 aos 7 dias. Já para 1 dia, no novo método, os valores de resistência à compressão variaram entre 14% e 56% do apresentado aos 7 dias pela referida norma. Para o metacaulim e a sílica ativa que são considerados superpozolanas e apresentam uma alta velocidade de reação inicial, com 1 dia de idade, os valores já representaram aproximadamente 50% do obtido com a NBR 5751 aos 7 dias. No entanto, o mesmo comportamento não foi verificado para a cinza do bagaço de cana, uma vez que os valores a 1 dia pelo novo método foram bem abaixo dos apresentados aos 7 dias (14~19%).

Figura 46 - Comparação percentual entre os resultados de resistência à compressão do metacaulim, da sílica ativa, da CBCA 1000 e da CBCA 1300 pela NBR 5751 e pelo novo método (1 e 3 dias)



Fonte: A Autora (2022).

Diante do exposto, aos 3 dias de idade com cura térmica direta a 50°C (método acelerado) é possível estabelecer uma boa indicação do IAP aos 7 dias (NBR 5751). Este fato em conjunto com os argumentos apresentados ao longo do trabalho corrobora positivamente para a utilização da nova metodologia aos 3 dias na distinção entre materiais pozolânicos e inertes de forma rápida, prática e confiável.

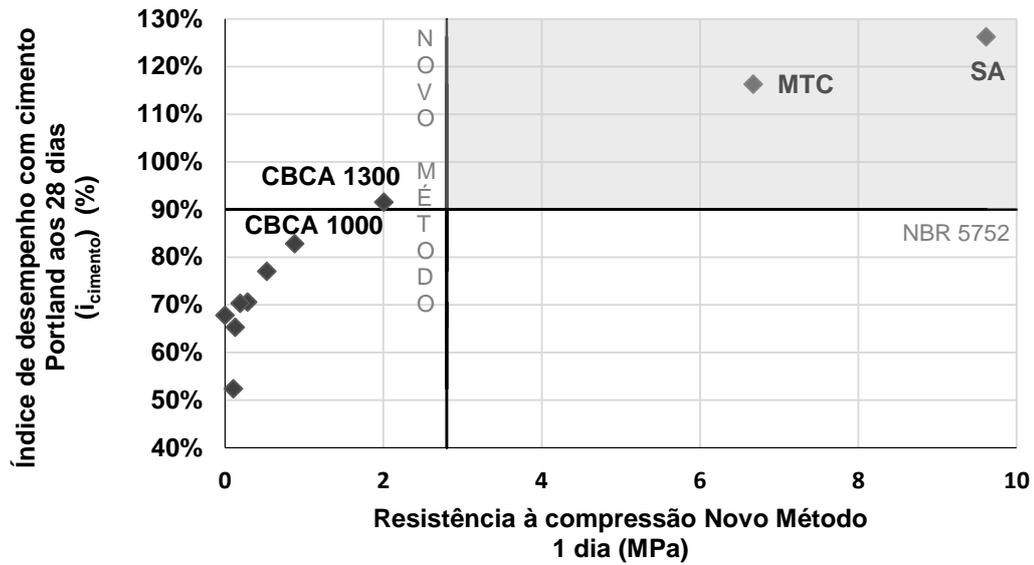
No entanto, percebe-se ainda que os percentuais apresentados com 1 dia de idade pela nova metodologia variaram bastante dependendo da velocidade de reação da pozolana, sendo muito baixos para as pozolanas que possuem uma atividade de reação mais lenta, como no caso da cinza do bagaço de cana, com resultados de resistência à compressão de 0,88 MPa e 2,01 MPa para CBCA 1000 e CBCA 1300,

respectivamente. Esse fator, atrelado à não correlação da classificação dos materiais estudados no presente trabalho como pozolânicos pela NBR 5751 e pela nova metodologia com 1 dia, inviabilizam, por hora, a análise da pozolanicidade através da resistência à compressão com apenas 1 dia de idade de forma confiável e segura. Uma alternativa seria ajustar o IAP de 1 dia (2,8 MPa) que foi adotado na seção 5.2.3.2, uma vez que o mesmo foi calculado a partir de argamassas contendo fíler e metacaulim, e este último por ser considerado uma superpozolana e possuir alta velocidade de reação inicial, pode ter tornado o critério de pozolanicidade com 1 dia muito restritivo. Porém, adotar valores de IAP muito baixos (menores que 1 MPa) pode prejudicar a precisão e a confiabilidade do método, pois os resultados estariam mais sensíveis a variações do meio como precisão da prensa, manuseio do operador, dentre outras.

Por outro lado, o método expedito com 1 dia demonstrou ser bastante eficaz para as superpozolanas. Para o metacaulim e a sílica ativa os valores de resistência a compressão foram, respectivamente, 6,67 e 9,61 MPa, sendo muito superiores ao IAP mínimo estabelecido de 2,8 MPa. Permitindo atestar com segurança o caráter pozolânico desses materiais com apenas 1 dia de idade. Por último foi possível ainda estabelecer uma correlação entre o novo método proposto com 1 e 3 dias e a NBR 5752, conforme apresentam as Figuras 47 e 48.

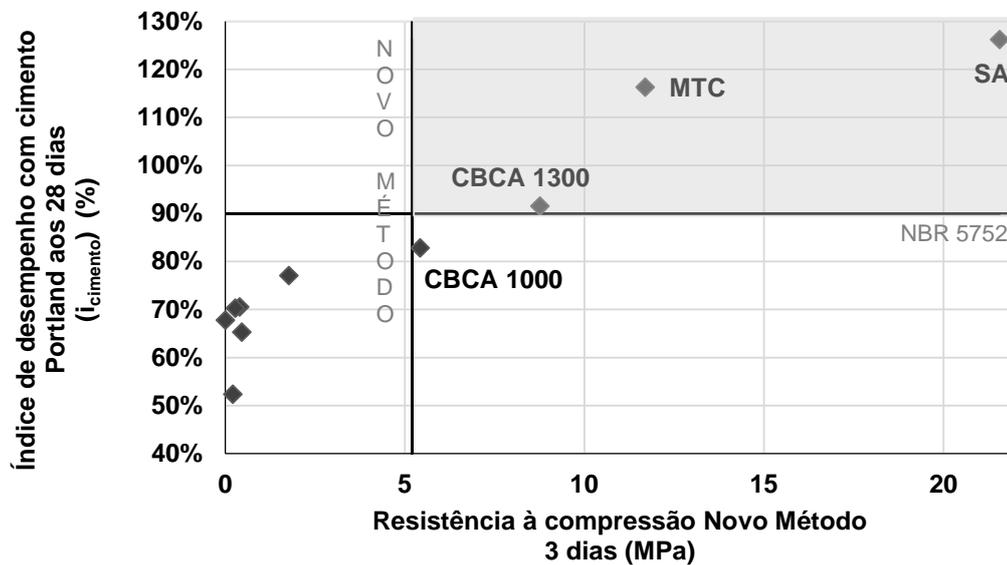
Com base nos gráficos, observa-se que a CBCA 1300, a sílica ativa e o metacaulim foram considerados pozolânicos tanto pela NBR 5752:2014 quanto pelo novo método aos 3 dias de idade. No entanto, apesar da NBR 5752:2014 levar em consideração tanto o efeito pozolânico quanto o efeito fíler, e a NBR 5751:2015 e o novo método levarem em consideração apenas o efeito pozolânico, a CBCA 1000 ($i_{\text{cimento}} = 82,85\%$) foi considerada pozolânica pela NBR 5751:2015 e pelo novo método com 3 dias e não o foi pela NBR 5752:2014. Isso porque a revisão da NBR 5752 de 2014 tornou o critério de pozolanicidade bastante restritivo, uma vez que o índice de desempenho mínimo com cimento Portland (i_{cimento}) passou de 75% (NBR 5752:1992) para 90% (NBR 5752:2014), pois, na revisão de 2014, a relação água/ligante foi fixada. Com relação a nova metodologia com 1 dia de idade, apenas o metacaulim e a sílica ativa foram considerados pozolânicos por ambas as metodologias.

Figura 47 - Correlação entre o i_{cimento} da NBR 5752 e os resultados de resistência à compressão pela nova metodologia com 1 dia



Fonte: A Autora (2022).

Figura 48 - Correlação entre o i_{cimento} da NBR 5752 e os resultados de resistência à compressão pela nova metodologia com 3 dias



Fonte: A Autora (2022).

A partir dos resultados das Figuras 47 e 48, nota-se que o método desenvolvido no presente trabalho é bastante eficiente ao prever a pozolanicidade de um material já aos 3 dias de idade, apresentando correlação com os resultados de resistência à compressão aos 7 dias conforme a NBR 5751:2015 e aos 28 dias conforme a NBR 5752:2014 (com exceção apenas da CBCA 1000). Por sua vez, a utilização da nova metodologia com apenas 1 dia de idade se mostrou, por hora, inviável para prever de forma segura a atividade pozolânica de uma ampla gama de materiais. Isso porque as reações pozolânicas com apenas 1 dia de idade variam bastante de acordo com a

velocidade de reação do material, podendo levar a falsos negativos, restringindo, dessa forma, o uso de materiais potencialmente pozolânicos. No entanto, para superpozolanas, que possuem alta velocidade de reação inicial, pela nova metodologia, com apenas 1 dia de idade, já foi possível obter cerca de 50% do valor de resistência à compressão aos 7 dias pela metodologia da NBR 5751, possibilitando prever o caráter pozolânico desses materiais de forma célere e confiável.

6 CONCLUSÕES

A seguir, serão abordadas as considerações finais do estudo de acordo com a análise dos resultados e algumas sugestões para trabalhos futuros.

6.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nesta dissertação, foi proposto um novo método acelerado para avaliação da pozolanidade de materiais cimentícios suplementares, com base na NBR 5751:2015.

Verificou-se que o regime e a temperatura de cura influenciaram diretamente no desempenho mecânico de argamassas com cal e material pozolânico. A utilização da cura térmica direta a 55°C prejudicou os resultados de resistência a compressão dos corpos de prova tanto a 3 dias quanto a 7 dias, quando comparada ao procedimento padrão da NBR 5751:2015, para todos os níveis de pozolanidade estudados. Ao analisar argamassas submetidas a outras temperaturas de cura térmica direta, superiores e inferiores, a 55°C, percebeu-se que temperaturas de cura acima de 50°C diminuiriam significativamente o desempenho mecânico dos corpos de prova, descartando dessa forma, a utilização de temperaturas de cura direta superiores a 55°C para o novo método.

Observando os resultados de resistência à compressão das argamassas WPOZ, MPOZ e SPOZ quando submetidas a temperaturas inferiores a 55°C (40, 45 e 50°C), verificou-se que as argamassas curadas a 50°C apresentaram o melhor desempenho para 1 e 3 dias de idade. Em apenas 1 dia de cura, foi possível obter aproximadamente 50% do valor de resistência obtido com a cura padrão da NBR 5751 aos 7 dias. Além disso, com 3 dias de idade, as argamassas curadas a 50°C atingiram 75% (WPOZ), 83% (MPOZ) e 82% (SPOZ) do valor de referência (argamassa com cura padrão). Dessa forma, fixou-se os novos parâmetros do método proposto: cura térmica direta a 50°C e idades de rompimento de 1 (método expedito) e 3 dias (método acelerado).

Estimou-se estatisticamente, através de uma regressão não linear, utilizando o modelo de Farazdaghi-Harris, índice de atividade pozolânica (IAP) para o método acelerado (3 dias) e o método expedito (1 dia), utilizando para tanto o intervalo de

previsão. Os IAPs escolhidos foram de 2,8 MPa para o método expedito e 5,2 MPa para o método acelerado.

Ao final, nove materiais cimentícios suplementares e um material inerte foram ensaiados conforme a NBR 5751:2015 modificada, a NBR 5752:2014 e o método proposto, a fim de verificar a correlação e a adequação da nova metodologia aos métodos físicos tradicionais. Todos os materiais que se enquadraram no requisito de pozolanicidade pela NBR 5751 também o foram pela nova metodologia aos 3 dias (MTC, SA, CBCA 1000 e CBCA 1300). Porém, para o método expedito, apenas o metacaulim e a sílica ativa atingiram o IAP mínimo de 2,8 MPa para que fossem considerados pozolânicos.

Aos 3 dias, todos os resultados encontrados pelo método acelerado foram de no mínimo 84% do valor encontrado pela NBR 5751 aos 7 dias. No entanto, com 1 dia, os percentuais referentes aos resultados da NBR 5751, variam bastante (14% - 56%) não estabelecendo um padrão. Percebeu-se que para materiais com uma alta velocidade de reação inicial, como no caso do metacaulim e da sílica ativa, com apenas 1 dia de idade já foi possível obter cerca de 50% da resistência à compressão aos 7 dias. No entanto, para materiais com uma velocidade de reação mais lenta, como no caso da cinza do bagaço de cana, os valores com 1 dia não ultrapassaram 20% do referencial.

Observou-se que a cinza do bagaço de cana calcinada a 1300 m²/kg, a sílica ativa e o metacaulim foram considerados pozolânicos tanto pela NBR 5752:2014 quanto pelo novo método aos 3 dias de idade. Porém a CBCA 1000 foi considerada pozolânica pelo método com 3 dias, pela NBR 5751:2015 e não o foi pela NBR 5752:2014. Isso se deve, provavelmente, ao alto $I_{cimentado}$ (90%) estabelecido pela atual redação da norma que aumentou em 15% o critério anteriormente adotado pela NBR 5752:1992 (75%), o que por si só, não inviabiliza a utilização da metodologia proposta na presente dissertação com 3 dias de idade. Com relação ao método expedito (1 dia), apenas o MTC e a SA foram considerados pozolânicos por ambas as metodologias.

Por fim, conclui-se que a utilização da cura térmica direta a 50°C possibilitou a classificação dos materiais em inertes/pozolânicos já aos 3 dias de idade, de forma prática e célere. Contudo, a utilização da nova metodologia com 1 dia de idade mostrou-se viável apenas para avaliar o caráter pozolânico de superpozolanas, sendo

inviável, por hora, para prever de forma segura a atividade pozolânica dos demais materiais.

6.2 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir do desenvolvimento da presente dissertação sugerem-se alguns pontos que podem ser abordados em trabalhos futuros para aprofundamento do tema e aprimoramento do método, são eles:

- Analisar o comportamento microestrutural de pastas contendo cal e material pozolânico quando submetidas a diferentes procedimentos de cura, incluindo o procedimento padrão da NBR 5751 e o método proposto nessa dissertação, utilizando técnicas de difração de raios-x e termogravimetria.
- Estudar a viabilidade de otimizar a relação cal/pozolana do método, modificando o critério de dosagem da NBR 5751;
- Analisar uma quantidade maior de materiais, com diferentes velocidades de reação pozolânica, para avaliar a possibilidade de escolha de um IAP com 1 dia que permita classificar de forma confiável um material como pozolânico ou inerte;
- Correlacionar os resultados obtidos com o novo método com o desempenho mecânico aos 180 dias de argamassas compostas de cimento e material pozolânico;
- Realizar ensaios aos 2 e 4 dias para o fortalecimento do ajuste da curva modelo, aumentando assim, a força da análise estatística.

REFERÊNCIAS

ABD-EL.AZIZ, M. A., ABD.EL.ALEEM, S., HEIKAL, M. Physico-chemical and mechanical characteristics of pozzolanic cement pastes and mortars hydrated at different curing temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 26, p. 310-316, 2012.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. ACI 116R-00: Cement and Concrete Terminology, reprovado em 2005. Michigan, EUA, 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. C618-17: Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete. ASTM International, West Conshohocken, 2017.

_____. C1897-20. Standard Test Methods for Measuring the Reactivity of Supplementary Cementitious Materials by Isothermal Calorimetry and Bound Water Measurements. ASTM International, West Conshohocken, 2020.

APAZA MEDINA, E. Pozzolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento Portland e hidróxido de cálcio. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Construção Civil e Urbana) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011. doi:10.11606/D.3.2011.tde-12032012-120653.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5751. Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

_____. NBR 5752. Materiais pozolânicos - Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro: ABNT, 2014a.

_____. NBR 5753: Cimento Portland – Ensaio de pozolanicidade para cimento Portland pozolânico. 3 ed. Rio de Janeiro, 2016.

_____. NBR 7215: Cimento Portland: determinação da resistência à compressão. [s.l.] ABNT, 2019.

_____.NBR 11172: Ligantes de origem mineral. Rio de Janeiro, 1990.

_____.NBR 12653. Materiais pozolânicos - Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2014b.

_____.NBR 16605. Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

_____. NBR NM 52. Agregado miúdo - Determinação de massa específica e massa específica aparente. [s.l.]: ABNT, 2009.

_____. NBR NM 248. Agregados - Determinação da composição granulométrica [s.l.]: ABNT, 2003.

BASTO, P. E. de A. Determinação da pozolanicidade por condutividade elétrica do lodo de estações de tratamento de esgoto (ETE) para adição ao cimento Portland. 2018. 100 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Pós-graduação, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2018.

_____; LIMA, V. E. de; MELO NETO, A. A. Effect of curing temperature in the relative decrease peak intensity of calcium hydroxide pastes for assessing pozzolanicity of supplementary cementitious materials. **Construction and Building Materials**, v. 325, 2022.

BERODIER, E. M. J. Impact of the Supplementary Cementitious Materials on the kinetics and microstructural development of cement hydration. 2015. 136 f. Thesis (Doctorate in Materials science and engineering) - École Polytechnique Federale de Lausanne, Lausanne, 2015. Disponível em: <https://infoscience.epfl.ch/record/204690/files/EPFL_TH6417.pdf%5Cnhttp://files/148/EPFL_TH6417.pdf>.

CANADIAN STANDARDS ASSOCIATION. A3004-E1, Standard practice for evaluation of alternative supplementary cementing materials (ASCMs) for use in concrete. Ottawa, CSA, 2008.

CORDEIRO, G. C. Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz como aditivos minerais em concreto. 2006. 488 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil, Pós-graduação, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

CPMTC. Difração de Raios-X. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2015. Disponível em: <<http://www.cpmtc-igc-ufmg.org/laboratorios2.htm>>.

DHIR, R. K.; GHATAORA, G. S.; LYNN, C. J. Sustainable Construction Materials: Sewage Sludge Ash. Woodhead Publishing, 1 ed., 288 p., 2017. ISBN: 978-0-08-100989-5.

DONATELLO, S.; TYRER, M.; CHEESEMAN, C. Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 2, p. 121-127, 2010. doi: 10.1016/j.cemconcomp.2009.10.008.

DUCHESNE, J. Alternative supplementary cementitious materials for sustainable concrete structures: a review on characterization and properties. **Waste and Biomass Valorization**, n. 0123456789, 15 abr. 2020. DOI: 10.1007/s12649-020-01068-4. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s12649-020-01068-4>>.

FILHO, J. H. *et al.* Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte I): Índice de atividade pozolânica (IAP) com cal, difração de raios-x (DRX), termogravimetria (TG/DTG) e Chapelle modificado. *Matéria* (Rio de Janeiro), [S. l.], v. 22, n. 3, 2017. DOI: 10.1590/S1517-707620170003.0206. Disponível em:

<<http://www.scielo.br/j/rmat/a/sYkhMxmJKjxHQB5FfvdXJLk/abstract/?lang=pt>>. Acesso em: 10 jan. 2022.

FREIRE, D. Especialistas discutem papel da indústria do cimento nas emissões de CO₂. São Paulo: Agência FAPESP, 2016. Disponível em: <<https://agencia.fapesp.br/especialistas-discutem-papel-da-industria-do-cimento-nas-emissoes-de-co2/23449/>>. Acesso em: 14 nov. 2021.

GAVA, G. P. Estudo Comparativo de Diferentes Metodologias para a Avaliação de Atividade Pozolânica. Florianópolis, 1999. 118 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Civil - Universidade Federal de Santa Catarina.

INTERNATIONAL ENERGY AGENCY (IEA); World Business Council for Sustainable Development (WBCSD). Technology Roadmap - Low-Carbon Transition in the Cement Industry. [s.l.] OECD/IEA; WBCSD, 2018. Disponível em: <<https://www.wbcsd.org/contentwbc/download/4586/61682/1>>.

KASANIYA, M. *et al.* Development of a rapid and reliable Pozzolanic reactivity test method. *ACI Materials Journal*. No. 116- M57, 2019, p.145–154.

LI, X. *et al.* Reactivity tests for supplementary cementitious materials: RILEM TC 267-TRM phase 1. **Materials and Structures**, v. 51, No. 6, 2018, p. 151.

LOTENBACH, B. *et al.* Effect of temperature on the pore solution, microstructure and hydration products of Portland cement pastes. **Cement and concrete research**, v. 37, p. 483-491, 2007.

_____. SCRIVENER, K. L., HOOTON, R. D. Supplementary cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 12, p. 1244–1256, 2011. DOI: 10.1016/j.cemconres.2010.12.001. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>>.

MALVERN INSTRUMENTS. Difração laser: Distribuição de tamanho de partículas desde nanômetros até milímetros. 2017. Disponível em: <<https://www.malvern.com/br/products/technology/laser-diffraction>>. Acesso em: 14 fev. 2022.

MASSAZZA, F. Pozzolanic cements. **Cement and Concrete Composites**, v. 15, n. 4, p. 185-214, 1993.

_____. Pozzolana and pozzolanic cements. In: Hewllet, editor. *Lea's chemistry of cement and concrete*. 4th edition, pp. 471–635, 2003.

MEDEIROS, M. H. F. *et al.* Pozolanas de elevada reatividade: uma avaliação crítica do ensaio de Índice de Atividade Pozolânica (IAP) com cal usando Difração de Raios X. **Ambiente Construído**, [S. l.], v. 15, n. 3, p. 19–29, 2015. DOI: 10.1590/S1678-86212015000300023. Disponível em: <<http://www.scielo.br/j/ac/a/69zfpMMCG3MQgsggm7G5rc/?lang=pt>>. Acesso em: 22 fev. 2022

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M., *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*, 1 ed. São Paulo: Editora Pini, 2014, 573 p.

NAKANISHI, E. Y. Cinza residual da queima de biomassa do capim elefante (*Pennisetum purpureum*) como material pozolânico substituto do cimento Portland. 2013. 112 p. Dissertação (Mestrado em Zootecnia) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2013.

OLIVEIRA, E. A. Confiabilidade metrológica na determinação de espécies químicas em materiais siderúrgicos por espectrometria de fluorescência de raios-X. 2011. 115 p. Dissertação (Mestrado em Metrologia) – Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

QUARCIONI, V. A. *et al.* Indirect and direct Chapelle's methods for the determination of lime consumption in pozzolanic materials. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, v. 8, n. 1, p. 1-7, 2015. ISSN 1983-4195.

ROBAYO-SALAZAR, R., A.; GUTIÉRREZ, R., M., 2018. Natural volcanic pozzolans as an available raw material for alkali-activated materials in the foreseeable future: A review. **Construction and Building Materials**, v. 189, p. 109–118.

SCRIVENER, K. L.; JOHN, V. M.; GARTNER, E. Eco-efficient cements: Potencial, economically viable solutions for a low-CO₂, cement-based materials industry. [s.l.] UNEP, 2016.

SURANENI, P., WEISS, J. Examining the pozzolanicity of supplementary cementitious materials using isothermal calorimetry and thermogravimetric analysis, **Cement and Concrete Composites**, v. 83, p. 273–278, 2017. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2017.07.009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.07.009>>.

SURANENI, P., HAJIBABAEI, A., RAMANATHAN, S., et al. New insights from reactivity testing of supplementary cementitious materials, **Cement and Concrete Composites**, v. 103, n. October 2018, p. 331–338, 2019. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2019.05.017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.05.017>>.

SURANENI, P. Recent developments in reactivity testing of supplementary cementitious materials. **RILEM Technical Letters**, v. 6, p. 131-139, 2021. DOI: <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2021.150>.

SNELLINGS, R., ELSSEN, J., MERTENS, G. Supplementary Cementitious Materials, **Reviews in Mineralogy & Geochemistry**, v. 74, n. December 2013, p. 211–278, 2012. DOI: <https://doi.org/10.2138/rmg.2012.74.6>.

SNIC (Sindicato Nacional da Indústria do Cimento). Número da Indústria - Produção nacional de cimento por regiões e estados (t). Brasil: 2020. Disponível em: <<http://snic.org.br/assets/pdf/numeros/1631192445.pdf>>.

SWAMY, R. N. Fly ash and slag: standards and specifications – help or hindrance? **Materials and Structures**, v. 26, p. 600-613, 1993.

TIRONI, A. *et al.* Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays. **Cement and Concrete Composites**, v. 37, p. 319–327, 2013.

TORRES, S. M. Aplicação da difração de raios x na análise do potencial pozolânico da cinza do bagaço da cana-de-açúcar para adição ao cimento Portland. / Sara Martins Torres - 2019. 101 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2019.

VASCONCELOS, M. C. de A. Avaliação da atividade pozolânica da cinza do bagaço de cana-de-açúcar utilizando métodos físicos. 2013. 134 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Pós-graduação, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2013.

ZAMPIERI, V. Cimento Portland aditivado com pozolanas de argilas calcinadas: fabricação, hidratação e desempenho mecânico. 1993. Tese (Doutorado em Mineralogia e Petrologia) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.

APÊNDICE A – PROCEDIMENTO DA APLICAÇÃO DO NOVO MÉTODO – DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA COM CAL A 1 OU 3 DIAS

1. Materiais e Dosagem da Argamassa

Conforme a ABNT NBR 5751:2015

2. Execução do Ensaio

2.1 Mistura dos materiais

Conforme ABNT NBR 5751:2015

2.2 Moldagem dos corpos de prova

Conforme NBR 7215:2019

2.3 Cura dos Corpos de Prova

A cura térmica em estufa deve ser realizada nos próprios moldes que devem permanecer selados até o desmolde. O período de cura será de 1 dia (24 horas) ou 3 dias (72 horas) na temperatura de 50°C. Após esse período, os corpos de prova devem ser desmoldados, capeados (quando possível) e rompidos de acordo com a NBR 7215:2019.

3. Resultado

3.1 Cálculos

A resistência à compressão média será calculada pela média dos valores de resistência à compressão de no mínimo 3 corpos de prova, conforme NBR 7215:2019.

3.2 Requisitos Mínimos

Para que um material seja considerado pozolânico, seu valor de resistência à compressão médio deve atender aos requisitos da Tabela 26.

Tabela 26 - Limite mínimo de pozolanicidade conforme o Novo Método

Requisito mínimo para que um material seja considerado pozolânico	Nova método	
	1 dia	3 dias
	2,80 MPa	5,20 MPa

Fonte: Autora (2022).

APÊNDICE B – ANÁLISE DA CORRELAÇÃO ENTRE CORPOS DE PROVA CILÍNDRICOS E CÚBICOS PARA ARGAMASSAS COM CAL E MATERIAL POZOLÂNICO

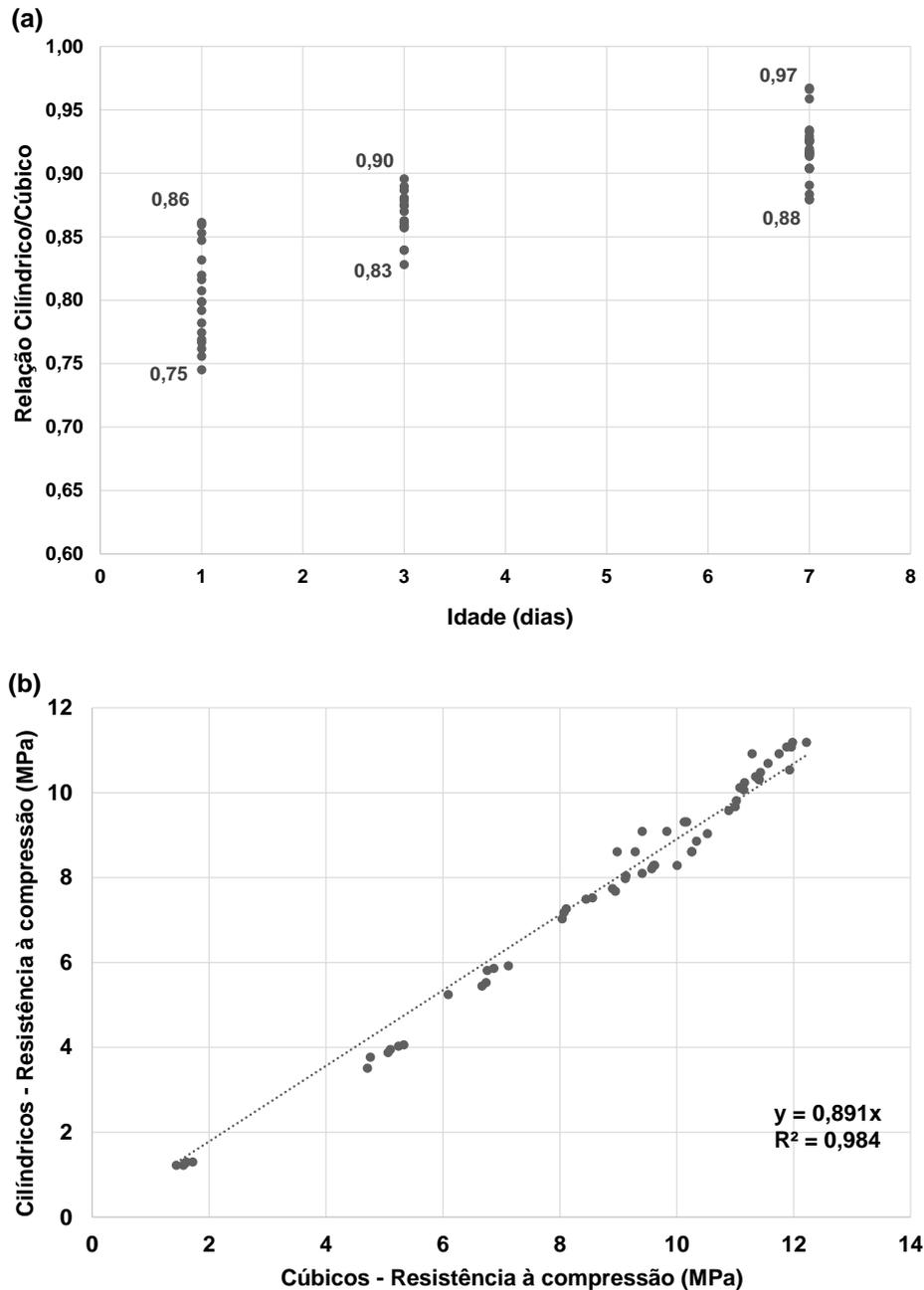
De forma complementar ao estudo, avaliou-se também a possibilidade de utilização de corpos de prova cúbicos (4x4x4cm) em substituição aos cilíndricos (5x10cm) em ensaios de determinação da pozolanicidade com cal. Como vantagem, destaca-se a possibilidade de obtenção de uma maior quantidade de resultados para uma mesma quantidade de argamassa produzida, além de benefícios com relação a cura selada e ao acabamento final dos corpos de prova, dispensando o preparo do topo dos corpos-de-prova (capeamento, retificação, entre outros).

O entendimento da relação entre os resultados obtidos em corpos de prova cúbicos e cilíndricos é bastante consolidado para concretos, com os corpos-de-prova cúbicos apresentando valores superiores aos cilíndricos, como dispõe a EN 206 (CEN, 2013). No geral, a comunidade europeia adota os corpos-de-prova cúbicos para testes em argamassas e concretos, estabelecendo uma relação entre as resistências obtidas em cilíndricos e cúbicos da ordem de 0,80. No entanto, neste estudo, faz-se necessário estabelecer uma relação própria, pois, (a) trata-se de misturas sem cimento Portland e (b) com valores de resistência bem abaixo dos observados em concretos.

Foram confeccionadas misturas de argamassas do tipo SPOZ, MPOZ e WPOZ e para a mesma mistura, foram moldados corpos de prova cilíndricos e cúbicos. Ao todo as argamassas foram submetidas a quatro diferentes procedimentos de cura, são eles: cura padrão NBR 5751 (1 dia em temperatura ambiente e os demais em cura térmica a 55°C), cura direta a 55°C, cura direta a 40°C e cura padrão NBR 5751, mas com temperatura de cura de 40°C, ambas para 1, 3 e 7 dias.

A Figura 49 apresenta um gráfico que relaciona resistência à compressão dos corpos de prova cilíndricos com os cúbicos, (a) por idade de rompimento e (b) de forma geral para todas as idades analisadas.

Figura 49 - Relação dos valores de resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos x cúbicos (a) por idade de rompimento (b) para todas as idades



De acordo com os resultados, adotou-se uma correlação linear com origem no valor zero para que ocorra coerência no ajuste adotado. Dentro dos limites deste trabalho, pode-se afirmar que os valores obtidos nos corpos-de-prova cilíndricos são aproximadamente 10% menores do que os obtidos nos corpos-de-prova cúbicos. Observa-se que ocorre uma variabilidade maior desta relação nos valores obtidos com 1 dia de idade, provavelmente em razão da magnitude dos resultados em uma idade tão inicial.