

Estudo reológico e calorimétrico do endurecimento de pastas cimentícias com diferentes composições e teores de substituição de cinzas

Rheological and calorimetric study of hardening of cementitious pastes with different compositions and contents of ash replacement

Ana M. T. Silva (1); Jácio N. A. Pereira (2); Emilly M. Silveira (2); Alexandre M. Vidal (2); Lucas F. A. L. Babadopulos (3); Antônio Eduardo B. Cabral (3)

(1) Aluna de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Estruturas e Construção Civil (PEC/UFC)

(2) Aluno(a) de Graduação, Departamento de Engenharia Estrutural e Construção Civil (DEECC/UFC)

(3) Professor Doutor, Departamento de Engenharia Estrutural e Construção Civil (DEECC/UFC)

UFC - Universidade Federal do Ceará, Campus Universitário do Pici, Fortaleza – Ceará

CEP 60455-760 - Tel. (085) 3366-9607

Resumo

O presente trabalho objetiva estudar o efeito da variação do teor de superplastificante (SP), do teor de substituição de cimento por cinza leve (*fly ash*) e da relação água/aglomerante (*a/agl*) no processo de endurecimento do material cimentício. Para tanto, foi quantificado o fluxo de calor liberado em calorímetro de condução isotérmica e investigado, através de ensaios reológicos oscilatórios, o aumento de rigidez ao longo do tempo após contato com a água. Foram formuladas diferentes pastas cimentícias com base em um concreto de referência, que é do tipo autoadensável. A pasta de referência contém frações finas (menores que 0,15mm) de todos os constituintes do concreto de referência. Foi feita variação de teores de substituição volumétrica de cimento por cinza leve (0%, 15% e 30%), de aditivo superplastificante (0,1% e 0,2%) e da relação *a/agl* (0,40, 0,45 e 0,50). Em reômetro de cisalhamento dinâmico, foram realizados ensaios de varredura de deformação (*strain sweep*) e de varredura de tempo (*time sweep*), com acompanhamento dos valores de módulo de estocagem (*G'*) e de módulo de perda (*G''*). Em calorímetro, foram realizados ensaios de calorimetria isotérmica a 25 °C. Os resultados mostraram que a taxa de endurecimento, promovida pelas reações de hidratação, apresenta relação direta com a presença de superplastificante e com a relação água/aglomerante. O aumento dos teores de superplastificante, de cinza e da relação *a/agl* foram responsáveis por alteração significativa da cinética de reação.

Palavra-Chave: Reologia, Calorimetria, Pasta cimentícias.

Abstract

The present work aims to study the effect of the variation of the dosage of superplasticizer (SP), fly ash and water/binder ratio (*w/b*) in the hardening process of a cementitious material. For that, the heat flow released in an isothermal conduction calorimeter was quantified and the increase in stiffness over time after contact with water was investigated through oscillatory rheological tests. Different cement pastes were formulated based on a reference concrete, classified as self-compacting concrete. The reference paste contains fine fractions (smaller than 0.15mm) of all the concrete constituents. A variation was made in the contents of volumetric replacement of cement by fly ash (0%, 15% and 30%), of superplasticizer additive (0.1% and 0.2%) and of the *w/b* ratio (0.40, 0.45 and 0.50). In dynamic shear rheometer, strain sweep and time sweep tests were performed to track storage modulus (*G'*) and the loss modulus (*G''*) values. In calorimeter, isothermal calorimetry tests at 25 °C were performed. The results showed that the hardening rate, promoted by hydration reactions, has a direct relationship with the presence of superplasticizer and with the *w/b* ratio. The increase in the levels of superplasticizer, ash and the *w/b* ratio were responsible for a significant change in the reaction kinetics.

Keywords: Rheology, Calorimetry, Cement pastes.

1 Introdução

A demanda da sociedade e da indústria por produtos mais eficientes tecnicamente, economicamente viáveis e menos ambientalmente impactantes traz à tona a necessidade de desenvolver novos materiais de engenharia. Isto é particularmente importante na área da engenharia civil, onde as intervenções possuem alto custo e consomem um grande volume de insumos naturais (solo, rocha, água) e industrializados (cimento Portland, aço, polímeros, etc.). A formulação do material cimentício (traço), influenciará diretamente nas suas propriedades no estado fresco e no estado endurecido (Mehta e Monteiro, 2008). Dito isto, é necessário melhor conhecer as propriedades destes materiais e de maneira mais fundamental, de forma que a aplicação das corretas técnicas de caracterização e simulação de seu comportamento nos permitirá maior assertividade na formulação dos mesmos e no dimensionamento de estruturas que os utilizem.

Os concretos geralmente contêm, além de cimento, água e agregados, cada vez mais aditivos químicos e adições minerais que fornecem uma variedade de propriedades e características especiais ao material. Nos últimos anos, muitas pesquisas têm sido desenvolvidas na área dos concretos, onde busca-se cada vez mais materiais com desempenhos superiores em termos de comportamento mecânico e durabilidade. (CASTRO e PANDOLFELLI, 2009). Os efeitos causados pelas adições na mistura alteram de forma significativa as propriedades do concreto. Além disso, os concretos estão se tornando bastante complexos, uma vez que produtos minerais e amorfos interagem com moléculas orgânicas ou polímeros desenvolvidos especialmente para realçar certas propriedades ou para corrigir algumas deficiências dos cimentos existentes (AÏTCIN, 2000).

Sabe-se que o endurecimento das pastas de cimento ocorre basicamente devido a dois fatores principais, que se complementam: reação química de hidratação e cinética de aglomeração (coagulação/floculação). O primeiro processo produz uma rede de material cristalino, sendo irreversível e tendo origem nas reações que formam a estrutura cristalina interna dos materiais cimentícios. Essas estruturas cristalinas tendem a apresentar isoladamente, num estado endurecido, comportamento completamente (ou quase completamente) elástico. Enquanto isso, o segundo processo aproxima, em meio dispersante (constituído principalmente de água, com os eventuais aditivos), partículas dos sólidos principalmente cristalinos, criando contatos que aproximam o comportamento da mistura cada vez mais de um material elástico. Este processo depende de fatores como a granulometria dos grãos de cimento, dentre outros, e é caracterizado por ser um fator reversível do endurecimento da pasta, que pode ser revertido com o afastamento dos grãos por diferentes mecanismos, de maneira que pode-se afastar novamente do comportamento elástico e voltar a um comportamento mais viscoso da pasta de cimento. O endurecimento das pastas de cimento pode ser estudado de diversas formas (FUJII *et al.*, 2015). Para este artigo, propôs-se o uso de calorimetria e de reometria oscilatória.

Portanto, este trabalho tem como objetivo estudar o efeito da variação do teor de superplastificante (SP), de cinza leve (*fly ash*) e da relação água/aglomerante (*a/agl*) no processo de endurecimento do material cimentício. Para isso serão avaliados o

comportamento do material no ensaio oscilatório para a determinação do módulo de estocagem (G') (mais associado a um comportamento elástico) e do módulo de perda (G'') (mais associado a um comportamento viscoso) ao decorrer do tempo. Isso será feito com as diferentes composições, de maneira a isolar o efeito de cada característica investigada da composição no comportamento de endurecimento da pasta. Será ainda, investigada a cinética das reações de hidratação das pastas de cimento pela técnica de calorimetria por condução isotérmica, utilizando o calor de hidratação como indicador da cinética das reações.

1.1 Reação de hidratação

Através do fluxo de calor, que é obtido através de ensaios calorimétricos, é possível observar alguns estágios principais da reação de hidratação do cimento, conforme ilustrado na Figura 1.

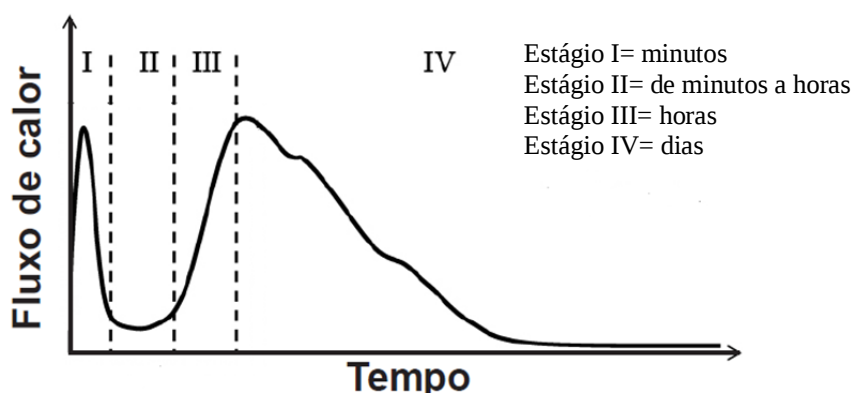


Figura 1 – Fluxo de calor ao longo do tempo (J. S. Lyra et al. (2012))

O estágio I é onde acontece o primeiro contato da água com o cimento, ocorrendo uma rápida liberação de calor, ocasionada pela dissolução dos álcalis e/ou sulfato de cálcio e alguns íons. Já no estágio II, denominado período de indução, a reação ocorre de forma mais lenta devido à formação de uma camada de C-S-H (silicato de cálcio hidratado) no entorno das partículas de cimento, o que dificulta a penetração da água. A duração desse estágio é bastante influenciada pelas características do cimento, das adições e/ou dos aditivos presentes. No estágio III, C-S-H e C-H (hidróxido de cálcio) são formados rapidamente e a reação se desenvolve de forma mais rápida, diminuindo assim, a concentração de íons Ca^{2+} . Por último, no estágio IV, continua-se a formação de C-S-H e de C-H, no entanto de forma mais lenta.

1.2 Cinética de aglomeração

Um dos ensaios mais adequados para avaliar o processo de enrijecimento das pastas de cimentos é o oscilatório com acompanhamento dos resultados ao longo do tempo (*time sweep*). Isso se dá pelo fato de este tipo de ensaio utilizar baixas amplitudes de deformação, que não causam o rompimento da microestrutura. Este ensaio consiste na aplicação de

uma deformação senoidal (na amostra, obtendo-se como resposta uma tensão senoidal em regime permanente, de acordo com as Equações 1 e 2.

$$\gamma = \gamma_0 \cdot \text{sen}(\omega t) \quad (\text{Equação 1})$$

$$\tau = \tau_0 \cdot \text{sen}(\omega t + \delta) \quad (\text{Equação 2})$$

Onde:

γ = deformação enoidal aplicada à amostra;

ω = velocidade angular aplicada;

γ_0 = amplitude de deformação;

t = tempo;

τ = amplitude de tensão;

δ = ângulo de fase.

O ângulo de fase mede a defasagem entre os sinais de tensão e de deformação. Enquanto para materiais elásticos perfeitos essa defasagem é nula, para materiais perfeitamente viscosos (fluidos Newtonianos) essa defasagem é de 90°. A partir das equações 4 e 5, calcula-se o valor absoluto do módulo complexo ($|G^*|$), através da Equação 3.

$$|G^*| = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \quad (\text{Equação 3})$$

Trata-se de um número complexo, que é dividido em duas componentes: G' (módulo de armazenamento, ou estocagem, elástico) e G'' (módulo de perda viscosa), de acordo com as Equações 4 e 5;

$$G' = |G^*| \cdot \cos \delta \quad (\text{Equação 4})$$

$$G'' = |G^*| \cdot \sin \delta \quad (\text{Equação 5})$$

Este tipo de ensaio é o mais indicado para o controle do processo de aglomeração das partículas em função do tempo, desde que seja feita uma análise dentro da zona de comportamento viscoelástico linear do material. Assim, a deformação imposta pelo ensaio deve estar abaixo da deformação crítica da pasta cimentícia, que é aquela a partir da qual se provocariam mudanças microestruturais na pasta devido ao esforço mecânico.

2 Metodologia

2.1 Composição e preparação das pastas cimentícias

Para a realização deste estudo, foi utilizada uma pasta cimentícia de referência, obtida de um concreto autoadensável, contendo materiais passantes pela peneira de malha de abertura de 0,15 mm, sendo eles: cimento CP V ARI, cinza pesada proveniente da queima de carvão mineral, areia, britas de origem granítica, água e aditivo. Sobre o aditivo utilizado, trata-se de um superplastificante à base de polímeros éter-policarboxilatos (PCE) de

terceira geração, com densidade de $1,12 \text{ g/cm}^3$. A curva de distribuição granulométrica dos agregados utilizados pode ser observada na Figura 2.

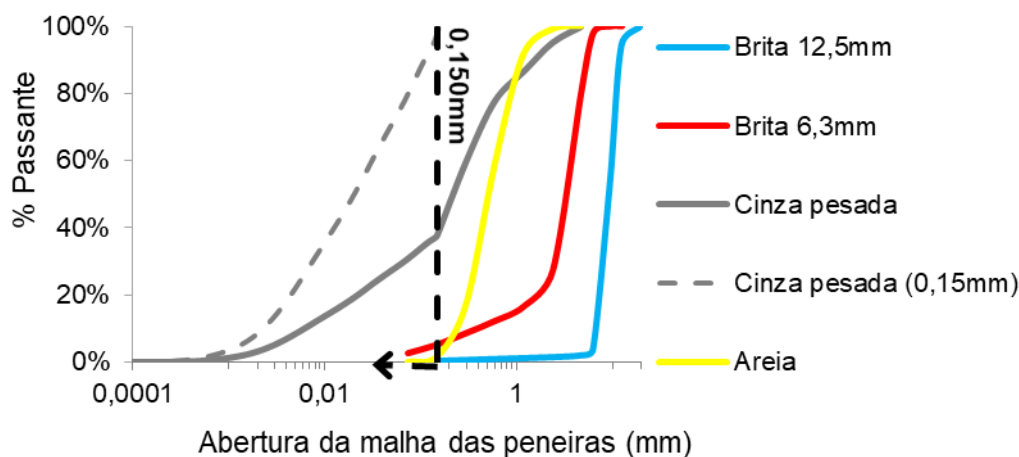


Figura 2 – Granulometria de agregados - corte na 0,15 mm

Também foi feita a substituição volumétrica de cimento por cinza leve em diferentes teores. A área de superfície específica do cimento utilizado é de $1,39 \text{ m}^2/\text{g}$ e da cinza leve é de $1,42 \text{ m}^2/\text{g}$. Na Figura 3, tem-se a granulometria do cimento e da cinza leve, obtidos em granulômetro a laser *Mastersizer 2000 (Malvern Panalytical)* com faixa de detecção $0,1 \mu\text{m}$ a $1000 \mu\text{m}$. O diâmetro médio das partículas do cimento é $11,1 \mu\text{m}$ e da cinza leve diâmetros, $10,9 \mu\text{m}$.

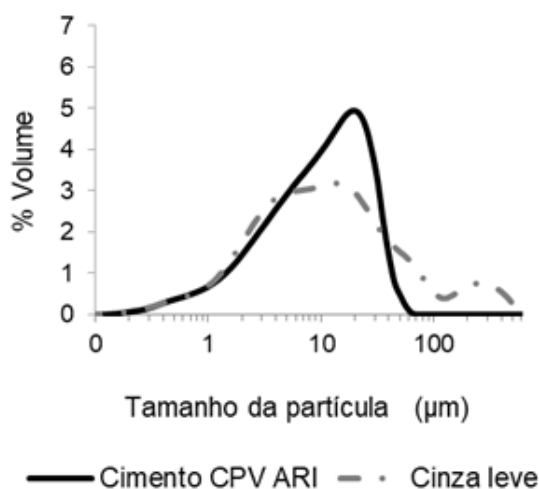


Figura 3 – Granulometria à laser do cimento e cinza leve

Na Tabela 1, são apresentados resultados de análise química do cimento CPV e da cinza leve utilizados na pesquisa. Os dados referentes ao cimento foram fornecidos pelo fabricante. Já os dados da cinza leve foram obtidos através do ensaio de FRX utilizando

um espectrômetro de raios-X *Rigaku ZSX mini II* realizados no laboratório de Raio – X, do Departamento de Física da Universidade federal do Ceará- UFC.

Tabela 1 – Resultados de análise química (teores de óxidos) do cimento CP V e de cinza leve

	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	SO ₃	K ₂ O	TiO ₂	Outros
CP V ARI	4,43%	2,88%	18,24%	60,09 %	3,89 %	0,11%	3,25%	0,71%	-	6,40%
Cinza Leve	19,47%	14,39%	52,63%	5,15%	1,39%	-	0,44%	3,21%	2,23%	1,09%

Foram analisadas amostras de pastas cimentícias variando a relação a/agl, o teor de superplastificante e a substituição volumétrica de cimento por cinza leve. Na Tabela 2 pode-se verificar um apanhado das diferentes composições de pasta testadas.

Tabela 2 – Composição das pastas de cimento.

Pastas cimentícias	a/agl	SP (%)	Teor de cinza leve (%)	Código utilizado
Pasta 1	0,40	0,1	0	A/AGL0,40-SP0,1%-0%CL
Pasta 2	0,40	0,2	0	A/AGL0,40-SP0,2%-0%CL
Pasta 3	0,40	0,2	15	A/AGL0,40-SP0,2%-15%CL
Pasta 4	0,40	0,2	30	A/AGL0,40-SP0,2%-30%CL
Pasta 5	0,45	0,1	0	A/AGL0,45-SP0,1%-0%CL
Pasta 6	0,45	0,2	0	A/AGL0,45-SP0,2%-0%CL
Pasta 7	0,45	0,2	15	A/AGL0,45-SP0,2%-15%CL
Pasta 8	0,45	0,2	30	A/AGL0,45-SP0,2%-30%CL
Pasta 9	0,50	0,1	0	A/AGL0,50-SP0,1%-0%CL
Pasta 10	0,50	0,2	0	A/AGL0,50-SP0,2%-0%CL
Pasta 11	0,50	0,2	15	A/AGL0,50-SP0,2%-15%CL
Pasta 12	0,50	0,2	30	A/AGL0,50-SP0,2%-30%CL

Para o procedimento de mistura, foram fixados parâmetros como o equipamento utilizado, a frequência de rotação e os tempos de duração para cada etapa. A descrição do procedimento de mistura adotado pode ser verificada na Tabela 3. A pesagem de todos os materiais foi realizada numa balança eletrônica digital de precisão de 0,01g.

Tabela 3 – Método de Mistura.

Tempo (s)	Velocidade	Etapa
0 – 60	1	Colocação do material seco
60 – 120	2	Mistura
120 – 150	Desligado	Limpeza
150 – 240	2	Mistura*
240 – 270	Desligado	Limpeza
270 – 330	2	Mistura

* Adição de superplastificante aos 180s

2.2 Ensaios Oscilatórios

Inicialmente foi realizado o ensaio de varredura de deformação (*strain sweep*), como mostra a Figura 4a, variando-se a amplitude de 10^{-6} a 10^{-1} com frequência de 1 Hz para definir o valor de deformação crítica de cada pasta estudada. Para a análise, traça-se um gráfico de componente elástico do módulo complexo (G') versus amplitude de deformação (Figura 4b), com eixo y em escala logarítmica. A deformação crítica foi estabelecida como a amplitude de deformação correspondente ao ponto anterior àquele onde o valor da componente elástica G' tem uma redução de 10% em comparação ao módulo considerado para o regime linear, adotado como sendo o módulo a baixíssima amplitude como feito por Sato (2015). Considera-se que a partir dessa deformação, ocorre a fragmentação da microestrutura. A partir deste ensaio, é determinado o valor de amplitude de deformação para a realização do ensaio de varredura de tempo (*time sweep*) abaixo da deformação crítica.

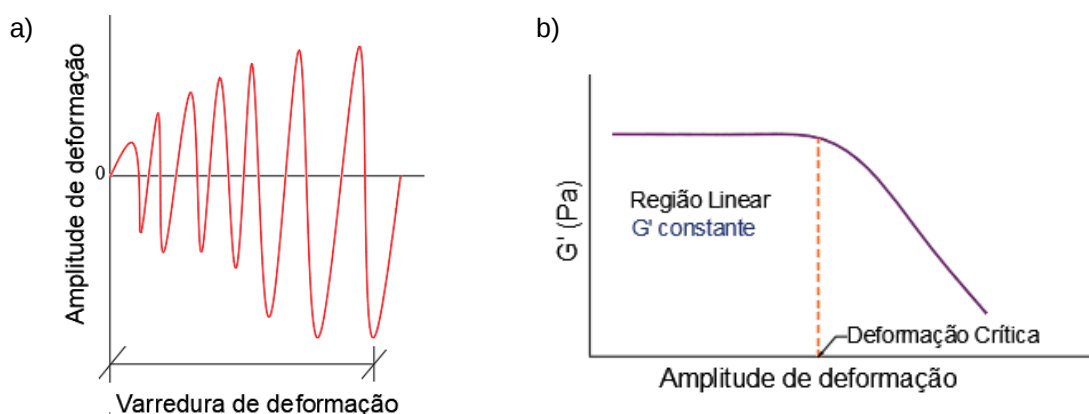


Figura 4 – a) solicitação do *strain sweep* (adaptado de Betioli et al (2009b)) e b) esquema de resultado medido no ensaio.

Os ensaios oscilatórios foram iniciados 15 minutos após o início da mistura e realizados em um reômetro rotacional modelo AR 2000 (*TA Instruments*). A geometria utilizada foi a cone-placa, com diâmetro de 40mm e ângulo $1^{\circ} 0' 47''$ com gap de 450 micrômetros, podendo ser visualizada na Figura 5. O ensaio foi realizado com temperatura constante de 25° C.

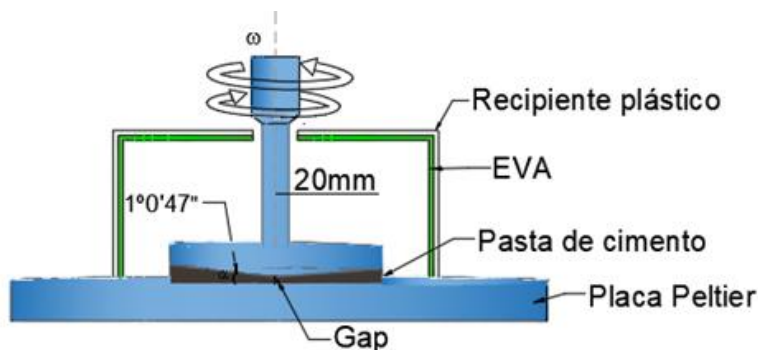


Figura 5 – Geometria utilizada no ensaio.

Os ensaios de varredura de tempo (*time sweep*) com frequência e deformação constantes, para as pastas cimentícias estudadas tiveram duração de 2 horas e frequência de 1 Hz. A Figura 6a apresenta o perfil de solicitação deste ensaio e a Figura 6b uma representação da medição dos parâmetros G' e G'' ao longo do tempo, observando como a rigidez do material evolui em razão da floculação e das reações de hidratação do cimento.

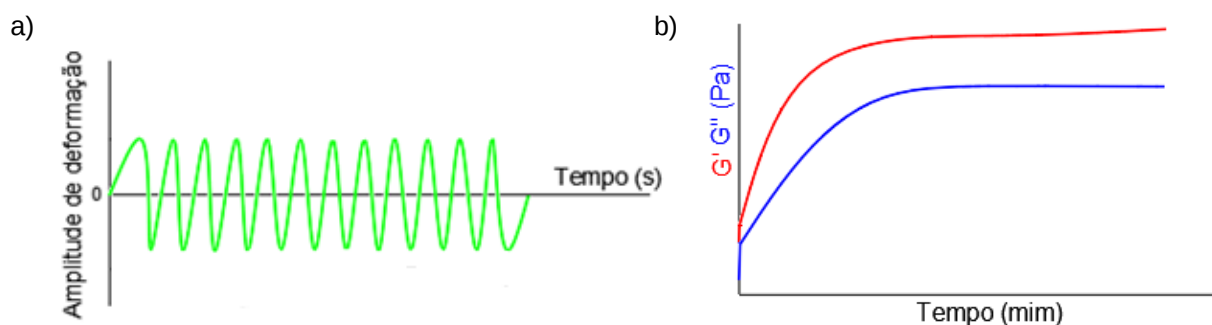


Figura 6 – a) Solicitação do *Time Sweep* (adaptado de Betioli et al (2009b)) e b) resposta do ensaio

2.3 Calorimetria

Para este ensaio, utilizou-se um calorímetro isotérmico, modelo *TAM Air*, da *TA Instruments*, com precisão de $\pm 20 \mu\text{W}$, com 8 canais para realização de ensaios paralelamente. O fluxo de calor foi acompanhado por 72 h e a temperatura foi mantida em 25°C. As amostras foram inseridas no calorímetro após 10 minutos do início da mistura.

3 Resultados e discussões

Os resultados dos ensaios de calorimetria estão apresentados nas Figuras 7 e 8, que mostram, respectivamente, o fluxo de calor ao longo do tempo medido no ensaio e o calor total liberado ao longo do tempo. Para um mesmo teor de superplastificante, o pico da reação de hidratação (hidratação por C_3S) diminuiu de acordo com o aumento da relação água/aglomerante, 8% entre as pastas P1 (a/agl 0,4 - SP 0,1% - 0% CL) e P2 (a/agl 0,4 - SP 0,2% - 0% CL) e 5% entre P1 (a/agl 0,4 - SP 0,1% - 0% CL) e P5 (a/agl 0,45 - SP - 0,1 - 0% CL). Hu *et al.* (2014) justifica tal tipo de ocorrência por uma maior dissolução dos grãos de cimento no meio aquoso. Já ao final das 72 horas de ensaio, a quantidade de calor liberada pelas pastas se equipara, mostrando que a mudança na relação água/aglomerante alterou a cinética das reações de hidratação, mas todas se consolidaram ao longo do tempo de ensaio.

Pode-se observar que, com o aumento dos teores de superplastificante, o pico da liberação de calor sofreu um retardo. A pasta P2 (a/agl 0,4 - SP 0,2% - 0% CL) demorou uma hora a mais para atingir seu valor de pico em relação a P1, enquanto P10 teve um pico 1,1h mais tardio que P9, por exemplo. Betioli *et al.* (2009a) também observou esse tipo de fenômeno, estudando o efeito de um plastificante de composição celulósica, que também atua isolando as moléculas de cimento, deixando-as mais dispersas.

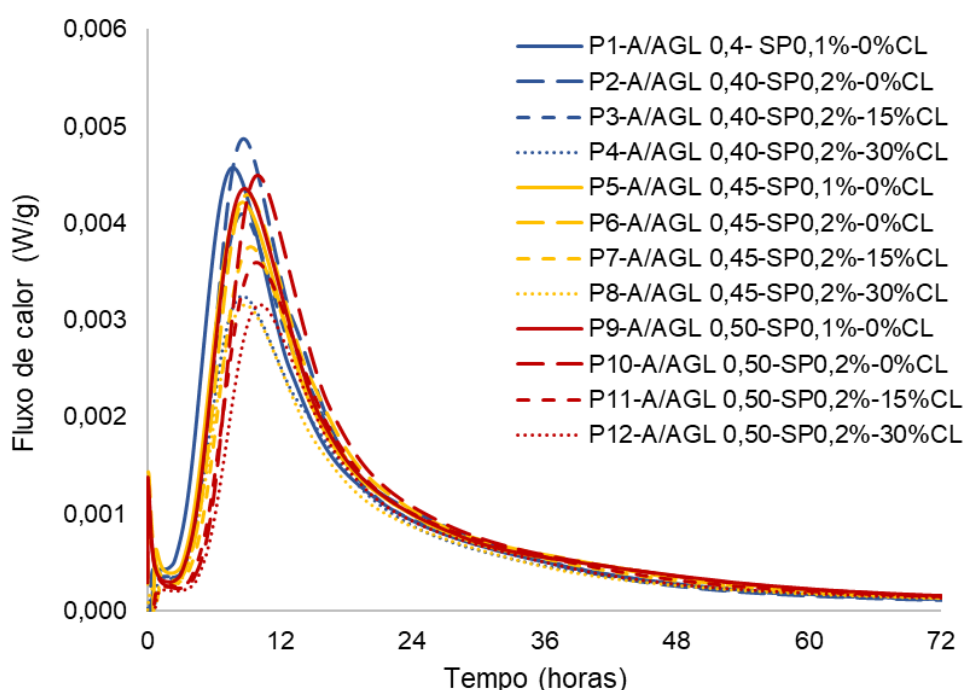


Figura 7 – Resultado da calorimetria isotérmica para fluxo de calor ao longo do tempo.

Já observando as amostras com adição de cinza leve, nota-se que, ao final do ensaio, formaram-se três patamares de valores de calor liberado, como está apresentado no gráfico da Figura 8, agrupando-se em amostras sem adição de cinza, com 15% de substituição e

com 30% de cinza leve. Entre as de 0 e 15%, houve uma redução média de 12% do calor liberado, e entre 0 e 30%, uma redução média de 22%. Gonçalves (2018) e Matos *et al.* (2019) já estudaram esse efeito, que decorre da substituição do clínquer pela *fly ash*, permutando as reações exotérmicas de hidratação nas primeiras horas por reações pozolânicas que se processam mais lentamente e acabam parcialmente não contribuindo com calor no reduzido tempo de observação (72h).

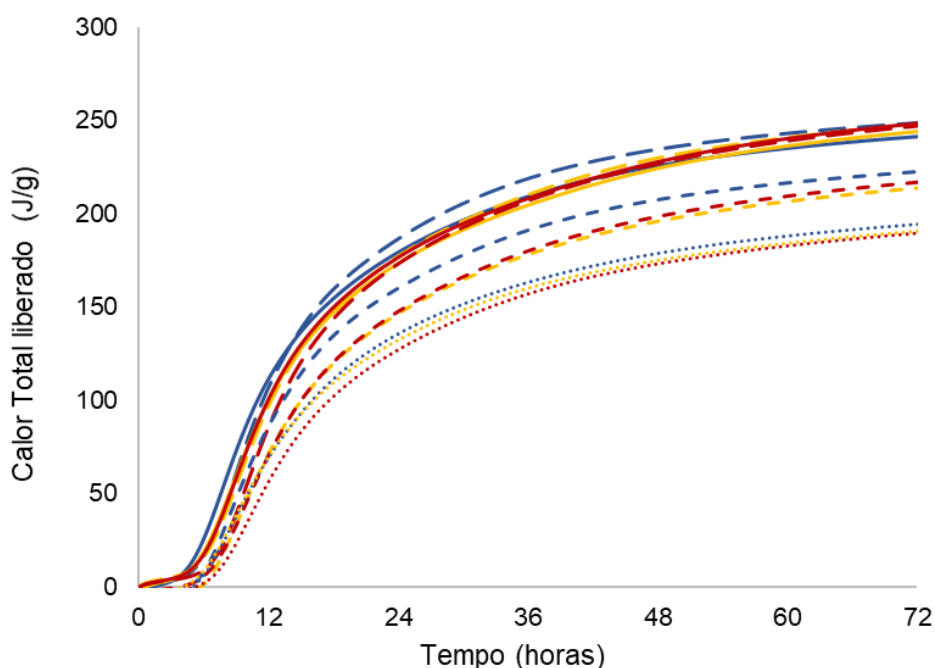


Figura 8 – Resultado da calorimetria isotérmica calor liberado ao longo do tempo.

Da realização dos ensaios oscilatórios, obteve-se o parâmetro G' pelo tempo, observando-se como a rigidez do material evolui com o tempo em razão da floculação e das reações de hidratação do cimento. Todas as pastas formuladas foram submetidas ao ensaio de varredura de tempo durante 120 minutos. No entanto, depois de certo tempo de ensaio, diferente em cada pasta, o ensaio apresentou anomalias de medida. As mesmas anomalias foram observadas por alguns autores, caracterizando o ocorrido como uma manifestação do efeito de escorregamento (*wall slip*), no qual a placa superior do reômetro perde a adesão com a pasta. Esta mesma limitação foi observada por Winnefeld e Holzer (2003), e por de Betioli (2007).

A evolução das componentes elástica (G') e viscosa (G'') foi determinada em função do tempo após o ensaio de varredura de deformação. O valor da componente elástica (G') foi maior que o da componente viscosa (G''), o que significa que o ângulo de fase do material é menor que 45° e sugere um comportamento de fluido viscoelástico. A Figura 9 apresenta a evolução do módulo de armazenamento G' ao longo do tempo para todas as pastas que foram ensaiadas. O gráfico foi plotado apenas para 65 min de ensaio, período onde todas as amostras ainda não haviam sofrido o efeito de deslizamento, não comprometendo o

ensaio e de maneira que todas as pastas puderam ter seu endurecimento analisado sem prejuízos.

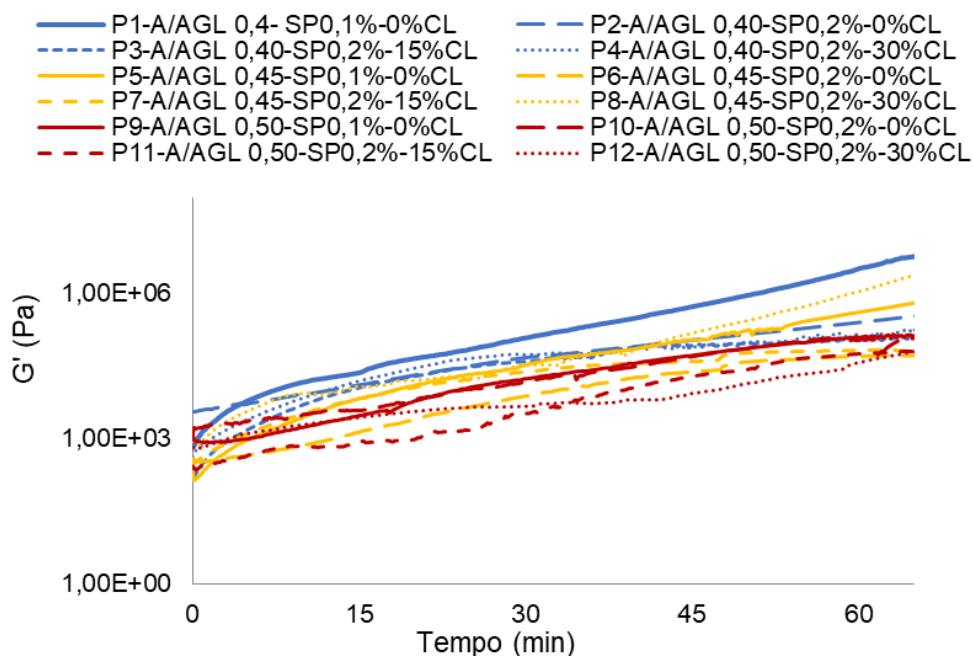


Figura 9 - Evolução da componente elástica (G') através do ensaio de varredura de tempo para todas as pastas de cimento investigadas.

As pastas com menor quantidade de água e aditivo apresentaram um endurecimento mais acelerado. O uso de aditivo à base de policarboxilato afeta a cinética de aglomeração, tornando-a mais lenta com o aumento do teor de policarboxilato, corroborando o que se observou com a calorimetria. Esse efeito também foi descrito por Lyra et al. (2012). A presença do aditivo gera um mecanismo de estabilização eletrostática que dificulta a aproximação entre as partículas de cimento, retardando o endurecimento. Aditivos impõem forças de repulsão, reduzindo ou eliminando a adesão entre as partículas vizinhas. Também, com o aumento do teor de policarboxilato, maior quantidade do polímero permaneceu livre na suspensão e, por isso, maior tempo para o início da aglomeração foi observado. Estes resultados demonstram que a presença dos polímeros modifica a reaglomeração das partículas de cimento, alterando as forças de atração e repulsão entre as mesmas (Betioli, 2007).

A relação água/aglomerante (a/agl) influencia consideravelmente o comportamento do módulo de estocagem (G'), como já era esperado. Em geral, maiores relações a/agl produzem uma redução da componente elástica do módulo complexo. No entanto, o mesmo padrão não é observado para as pastas P6 (a/agl 0,45 - SP 0,2% - 0% CL) e P10 (a/agl 0,5 - SP 0,2% - 0% CL), tendo em vista que, fixando os teores de SP e CL e aumentando o teor a/agl, ocorreu um aumento da componente elástica do módulo complexo. A mesma inconsistência de tendências pôde ser observada para P8 (a/agl 0,45 - SP 0,2% - 30% CL) que, se comparada com as pastas com o mesmo %SP e teor de

substituição de cinza, apresenta uma elevação do módulo G' ultrapassando até os valores encontrados para a pasta P4 (a/agl 0,4 - SP 0,2% - 30% CL) com menor relação a/agl .

Observa-se um acréscimo de G' em relação ao aumento de teores de substituição de cinza por cimento. A elevação é mais evidente para os teores de 30% de cinza em comparação aos teores de 15%. O fato ocorre para todos os valores de relação a/agl estudados. O resultado pode ser associado à diferença de área superficial da cinza em comparação ao cimento utilizado, reduzindo assim a distância de separação entre as partículas. Segundo Pileggi e Pandolfelli (2009), em materiais com dimensões menores que 100 μm , as forças de superfície prevalecem em relação às forças mássicas, devido à sua elevada área específica, controlando a forma com que as partículas interagem e, conseqüentemente, seu comportamento reológico. Sendo as cargas atrativas superiores às repulsivas, existirá uma tendência natural à aglomeração (OLIVEIRA *et al.*, 2000). Algo semelhante foi observado por Romano *et al.* (2013), que estudou suspensões com resíduo de bauxita.

4 Conclusão

Este trabalho investigou efeitos da composição de pastas de cimento na sua cinética de endurecimento através de ensaios de calorimetria isotérmica e de reometria (varreduras de deformação e de tempo). O endurecimento das pastas de cimento (floculação de partículas) foi avaliado através de ensaios oscilatórios. Para tanto, foram realizados ensaios de varredura de tempo com frequência e deformação fixas. Esse ensaio é capaz de avaliar a consolidação dos materiais sem romper a estrutura de partículas formada continuamente com o tempo, devido à aplicação de deformações pequenas, menores que a crítica (que foram determinadas pelo ensaio de varredura de deformação), mantendo a microestrutura inalterada. A análise dos resultados permitiu concluir que:

- No geral, a adição de superplastificante (SP) foi o fator principal para o aumento dos tempos de indução, visto que as maiores diferenças ocorreram com aumento do teor de SP de 0,1 para 0,2%. Verificou-se que o pico da liberação de calor (hidratação por C_3S) sofreu um retardo com o aumento do teor de SP.
- Pode-se observar uma redução do calor total liberado com a substituição de cimento por cinza leve, como esperado. As adições minerais, como a cinza leve, substituem parte do cimento empregado na fabricação da pasta cimentícia, com a substituição de 15% reduzindo a quantidade de calor liberado em média em 12%, e a de 30% provocando uma redução média de 22%. Assim, uma vez que ocorre uma redução na quantidade de clínquer da mistura, a reação de hidratação passa a liberar menos calor dentro do intervalo de ensaio de 72h, pois a cinza apenas reage após esse período.
- O endurecimento das pastas com menor quantidade de água e de aditivo apresentaram um endurecimento mais acelerado, como esperado.
- O uso de aditivo à base de policarboxilato afeta a cinética de aglomeração, tornando-a mais lenta com o aumento do teor de policarboxilato. O aditivo, com seu poder

dispersante, impõe forças de repulsão, reduzindo ou eliminando temporariamente a adesão entre as partículas vizinhas.

- A relação água/aglomerante influencia consideravelmente o comportamento do módulo de estocagem (G') e, em geral, seu aumento induz uma redução da componente elástica.
- Observa-se um acréscimo de G' em consequência do aumento dos teores de substituição de cimento por cinza, causando o acréscimo da ação das cargas atrativas devido ao aumento da área superficial, beneficiando a aglomeração.

5 Referências

AÏTCIN, P. C. **Cements of yesterday and today: Concrete of tomorrow**. Cement and Concrete Research. Volume 30, 2000.

BETIOLI, A. M. **Influência dos polímeros MHEC e EVA na hidratação e comportamento reológico de pastas de cimento Portland**. Tese Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - PPGECC da Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC. Santa Catarina, 2007.

BETIOLI, A. M., GLEIZE, P. J. P., SILVA, D. A., JOHN, V. M., & PILEGGI, R. G. **Effect of HMEC on the consolidation of cement pastes: Isothermal calorimetry versus oscillatory rheometry**. Cement and Concrete Research, 39(5), 440–445, 2009a.

BETIOLI, A. M.; JOHN, V. M.; GLEIZE, P. J. P.; PILEGGI, R. G. **Caracterização reológica de pasta cimentícia: associação de técnicas complementares**. Ambiente Construído, Porto Alegre, v. 9, n. 4, p. 37-48, 2009b.

DE MATOS, P. R., JUNCKES, R., & PRUDÊNCIO, L. R. **Influence of the use of fly ash on the adiabatic heat evolution and compressive strength of concretes**. Revista Matéria, 24(2), 2019.

GONÇALVES, L. F. **Avaliação de propriedades térmicas do concreto com cinza volante em fundação de aerogeradores**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Estruturas e Construção Civil, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

HU, J., GE, Z., & WANG, K. (2014). **Influence of cement fineness and water-to-cement ratio on mortar early-age heat of hydration and set times**. Construction and Building Materials, 50, 657–663., 2013.

LYRA, J. S.; ROMANO, R. C. O.; PILEGGI, R. G.; GOUVÊA, D. **Consolidação de pastas cimentícias contendo policarboxilatos um estudo calorimétrico e reológico**. Revista Cerâmica 58 (2012) 137-143, 2012.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2008.

OLIVEIRA, R. I.; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V. C. **Dispersão e Empacotamento de Partículas. Princípios e Aplicações em Processamento Cerâmico**. São Paulo: Ed. Fazendo Arte Editorial, 2000.

PILAR, R.; SCHANKOSKI, R. A.; MORO, A. J. D.; REPETTE, W. L. **Avaliação de pastas de cimento Portland contendo cinza pesada moída**. *Matéria* (Rio de Janeiro), [S.L.], v. 21, n. 1, p. 92-104, mar. 2016. *FapUNIFESP (SciELO)*. <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620160001.0009>, 2016.

PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V. C. **Revisão: Conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil**. *Revista Cerâmica* 55 18-32, (2009).

ROMANO, R. C. O.; LIBREATO, M. M.; GALLO, J.B.; PILEGGI, R. G. **Evaluation of transition from fluid to elastic solid of cementitious pastes with bauxite residue using oscillation rheometry and isothermal calorimetry**. *Applied Rheology* Volume 23, 2013.

SATO, V. Y. **Contribuição ao estudo reológico de pastas cimentícias com adição de resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais**, 2015. 108p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2015.

WINNEFELD, F.; HOLZER, L. Monitoring early cement hydration by rheological measurements. In: **Proceedings of 11º international Congress on the Chemistry of Cement (ICCC)**. Durban, 2003.