

**CINZA POZOLÂNICA DA FOLHA DE BAMBU: PRODUÇÃO E DESEMPENHO EM  
MATRIZES CIMENTÍCIAS**

**LAURA FERREIRA VELASCO**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

AGOSTO/2023

**CINZA POZOLÂNICA DA FOLHA DE BAMBU: PRODUÇÃO E DESEMPENHO EM  
MATRIZES CIMENTÍCIAS**

**LAURA FERREIRA VELASCO**

“Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil”.

Orientador: Prof. Guilherme Chagas Cordeiro

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

AGOSTO/2023

### **FICHA CATALOGRÁFICA**

UENF - Bibliotecas

Elaborada com os dados fornecidos pela autora.

V433

Velasco, Laura Ferreira.

CINZA POZOLÂNICA DA FOLHA DE BAMBU : PRODUÇÃO E DESEMPENHO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS / Laura Ferreira Velasco. - Campos dos Goytacazes, RJ, 2023.

164 f. : il.

Inclui bibliografia.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciência e Tecnologia, 2023.

Orientador: Guilherme Chagas Cordeiro.

1. cinza da folha de bambu. 2. pozolana. 3. material cimentício suplementar. 4. lixiviação. 5. argamassa. I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. II. Título.

CDD - 624

# CINZA POZOLÂNICA DA FOLHA DE BAMBU: PRODUÇÃO E DESEMPENHO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS

**LAURA FERREIRA VELASCO**

“Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil”.

Comissão Examinadora:

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** EDUARDO DE MORAES REGO FAIRBAIRN  
Data: 15/11/2023 09:34:19-0300  
Verifique em <https://validar.itf.gov.br>

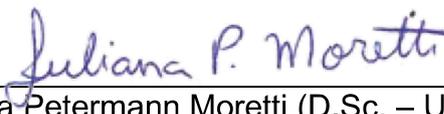
---

Prof. Eduardo de Moraes Rego Fairbairn (Dr.Ing. – UFRJ)



---

Prof<sup>a</sup>. Tatiana Tavares Rodriguez (D.Sc. – UFJF)



---

Prof<sup>a</sup>. Juliana Petermann Moretti (D.Sc. – UNIFESP)



---

Prof. Guilherme Chagas Cordeiro (Orientador, D.Sc. – UENF)

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

AGOSTO/2023

*“[...] Contigo está o engrandecer e a tudo dar força. Agora, pois, ó nosso Deus,  
graças te damos e louvamos o teu glorioso nome”  
(1 Crônicas 29:12-13)*

## AGRADECIMENTOS

A Deus, o dono de toda ciência, minha máxima expressão de gratidão, por ter me dado força e sabedoria em todas as etapas que me trouxeram até aqui. A Ele toda honra, glória e louvor, hoje e para sempre.

Aos meus pais, Simone e Arlésio, por serem meu porto seguro. Por me incentivarem, desde sempre, a conquistar meus ideais e me proporcionarem condições para isso. Por me permitirem voar, mas deixarem o ninho sempre pronto para quando eu precisasse pousar. Por todo apoio emocional e financeiro nesta difícil jornada que, juntos, vencemos.

Ao meu noivo, João Marcos, por tanto incentivo, compreensão, amor e cuidado. Por lutar minhas lutas e celebrar minhas vitórias. Por ser meu maior admirador e me apoiar em todas as minhas decisões, dando-me segurança e acolhimento.

Aos meus avós e demais familiares por toda dedicação, amor, carinho, torcida e pelas orações.

Aos meus sogros por me acolherem em sua casa nos vários momentos em que precisei.

A todos os meus verdadeiros amigos, sempre tão presentes, por me encorajar, colorir minha vida e me acolher nos momentos de angústia. Nesses momentos é que nasce a irmandade.

Ao meu orientador, professor Guilherme Cordeiro, por ser presente e me auxiliar na condução desta pesquisa com tanta dedicação e excelência. Por me transmitir seus conhecimentos sempre de forma clara e paciente, motivando-me a fazer o meu melhor.

A Ketlynn, minha parceira de pesquisa, por todo companheirismo e disponibilidade em ajudar. Por compartilhar das batalhas e conquistas durante esse tempo de muito suor.

Às demais companheiras de laboratório, Denise, Manuela, Bárbara e Beatriz, pela ajuda sempre pronta na realização das tarefas e pelas boas risadas que ajudaram a tornar o trabalho mais leve.

A todos que, em algum momento, auxiliaram na coleta das folhas de bambu: meu pai, meu noivo, prof. Guilherme, Ketlynn, Denise, Bárbara, Manuela, Isabella, João Pedro, Esthevão, Daiany, Orney e Lincoln. E ao senhor Acy, que gentilmente autorizou a coleta em sua propriedade na localidade de Santo Eduardo/RJ.

À doutoranda Amanda Vieira (COPPE/UFRJ) pela realização dos ensaios de termogravimetria e superfície específica.

Ao professor Fábio Olivares (LBCT/CBB/UENF), pela disponibilidade e paciência em ajudar com o MEV.

Aos técnicos André e Vanúzia pelo empenho na realização dos ensaios de granulometria da areia, EDX e massa específica. E ao técnico José Renato, pela manutenção do Laboratório de Estruturas, onde boa parte do trabalho foi realizada.

Aos demais funcionários do LECIV/UENF, especialmente os seguranças, porteiros e auxiliares de limpeza, que, além de nos fornecerem boas condições de trabalho, fizeram parte do meu dia a dia no *campus* trazendo alegria.

À CAPES e à FAPERJ, pelo financiamento desta pesquisa.

Por fim, agradeço aos membros da banca examinadora pelo tempo dispendido na leitura deste trabalho e por todas as contribuições.

## RESUMO

Para reduzir o consumo de cimento na produção de materiais cimentícios, resíduos agroindustriais têm sido estudados para aplicação como pozolana. A cinza de folha de bambu apresenta potencial para essa utilização devido ao seu alto teor de sílica acumulado. Dessa forma, este trabalho teve como objetivo produzir e avaliar a influência da cinza em substituição parcial do cimento na hidratação de pastas e na resistência à compressão e durabilidade de argamassas. Três diferentes cinzas foram produzidas, sendo uma delas *in natura* (CFB-IN) e outras duas pré-tratadas por lixiviação: uma com água deionizada (CFB-AD) e outra com solução de ácido cítrico (CFB-AC). Um quartzo (QTZ) foi utilizado como um material inerte de controle. As adições minerais foram caracterizadas por composição química, mineralogia, granulometria, massa específica, superfície específica, morfologia e atividade pozolânica. A hidratação de pastas contendo 20% de substituição de cimento por adição mineral foi avaliada por calorimetria isotérmica e retração química. Em argamassas, a influência das adições minerais nos teores de 10 e 20% foi avaliada por resistência à compressão e durabilidade. Os resultados mostraram que a CFB-IN apresentou alta contaminação por potássio, tornando-a inadequada para utilização como pozolana. Os procedimentos de lixiviação promoveram o ajuste da composição química das cinzas. Os ensaios em pastas mostraram que a incorporação de CFB-AD e CFB-AC provocou a aceleração da liberação de calor durante a hidratação. De forma geral, não foi observado o aumento da durabilidade das argamassas contendo cinza. Entretanto, a resistência mecânica das argamassas pozolânicas foi significativamente superior à referência. As cinzas também provocaram uma redução de porosidade das argamassas, comprovada pela diminuição na absorção de água. Uma argamassa ternária, produzida com 20% de CFB-AD e 10% de QTZ, apresentou resultados promissores quanto à resistência à compressão e à absorção de água. Os resultados também indicaram que a lixiviação com água promoveu resultados similares à lixiviação ácida, validando esse procedimento com vistas à simplificação do processo. Por fim, o bom desempenho da cinza da folha de bambu como pozolana foi comprovado pelos resultados experimentais.

**Palavras-chave:** cinza da folha de bambu; pozolana; material cimentício suplementar; lixiviação; argamassa.

## ABSTRACT

To reduce cement consumption in the production of cementitious materials, agro-industrial residues have been studied for using as pozzolanic additives. Bamboo leaf ash presents potential for such application due to its high accumulated silica content. Thus, this study aimed to produce and assess the influence of the ash as a partial substitute for cement in the hydration of pastes and in the compressive strength and durability of mortars. Three different ashes were produced, one in its natural state (CFB-IN) and other two pretreated: one through water leaching (CFB-AD) and the other through citric acid solution (CFB-AC). Quartz (QTZ) was employed as a control inert material. The mineral additions were characterized by chemical composition, mineralogy, particle size distribution, specific gravity, specific surface area, morphology, and pozzolanic activity. The hydration of pastes containing 20% of mineral addition was evaluated through isothermal calorimetry and chemical shrinkage. In mortars, the influence of 10 and 20% of mineral additions was assessed by compressive strength and durability. The results revealed that CFB-IN presented high potassium contamination, rendering it unsuitable for utilization as a pozzolan. The leaching procedures successfully adjusted the chemical composition of the ashes. Tests on pastes indicated that the incorporation of CFB-AD and CFB-AC accelerated heat release during hydration. Generally, enhanced durability of mortars containing ash was not observed. However, the mechanical strength of pozzolanic mortars surpassed the reference. The ashes also reduced mortar porosity, as evidenced by decreased water absorption. A ternary mortar, produced with 20% CFB-AD and 10% QTZ, exhibited promising results regarding the compressive strength and water absorption. The results also indicated that water leaching yielded similar outcomes to acid leaching, validating this procedure for simplifying the process. Conclusively, the favorable performance of bamboo leaf ash as a pozzolan was substantiated by experimental results.

**Keywords:** bamboo leaf ash, pozzolan; supplementary cementitious material; leaching; mortar.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema representativo do efeito físico de diluição, quando parte cimento disperso em água (a) é substituído por uma adição mineral (b), provocando aumento na relação água-cimento (c).....	10
Figura 2 – Esquema representativo do efeito fíler, quando os vazios entre os grãos de cimento (a) são preenchidos pelas partículas da adição mineral (b). .....	10
Figura 3 – Esquema representativo do efeito de nucleação heterogênea, em que a espessura dos hidratos precipitados sobre os grãos anidros de cimento (a) é diminuída pelo aumento das áreas de nucleação (b). .....	11
Figura 4 – Valores de índice de atividade pozolânica com cimento Portland (IAP) e superfície específica (SE) para as cinzas do bagaço de cana-de-açúcar produzidas por moagem rotativa (Cordeiro, 2006).....	18
Figura 5 – Distribuição geográfica de bambus no mundo (Department of Ecology, Evolution, and Organismal Biology, 2018).....	19
Figura 6 – Micrografia da folha de bambu (a) antes da calcinação e (b) após calcinação a 550 °C.....	21
Figura 7 – Padrão de DRX para cinzas da folha de bambu (Villar-Cociña <i>et al.</i> , 2018). .....	22
Figura 8 – Interior do forno piloto para queima autógena (a); curvas de variação da temperatura nos fornos piloto e mufla ao longo do tempo de queima (b) (adaptado de Cordeiro <i>et al.</i> , 2020). .....	23
Figura 9 – Micrografias da cinza da folha de bambu antes da moagem (a) e após 50 minutos de moagem (b) (Moraes <i>et al.</i> , 2019).....	24
Figura 10 – Curvas de calorimetria de varredura diferencial referente à hidratação das pastas: A: de referência, curada por 7 dias; B: de referência, curada por 14 dias; C: contendo CFB, curada por 7 dias; D: contendo CFB, curada por 14 dias (Singh <i>et al.</i> , 2007).....	26
Figura 11 – Curvas de fluxo de calor de referência e pastas contendo 10% (a) e 20% (b) de adições minerais (adaptado de Cordeiro <i>et al.</i> , 2020). .....	27
Figura 12 – Organograma do programa experimental da pesquisa. ....	31
Figura 13 – Folhas de bambu da espécie <i>Bambusa vulgaris</i> (a); coleta manual das folhas de bambu (b); bambuzal no <i>campus</i> da UENF (c); bambuzal em Santo Eduardo, Campos dos Goytacazes (d).....	32

Figura 14 – Secagem das folhas de bambu ao ar (a) e em estufa (b); folhas de bambu cominuídas em pedaços de aproximadamente 2,5 cm.....	33
Figura 15 – Fluxograma de produção das cinzas da folha de bambu.....	34
Figura 16 – Relação entre a concentração da solução ácida e o teor de K <sub>2</sub> O das amostras de CFB. ....	35
Figura 17 – Lixiviação de uma amostra de folha de bambu (a) e o processo de neutralização em água corrente (b).....	36
Figura 18 – Vista frontal do forno rudimentar (a); vista da parte interna do forno (b); detalhe do momento de início da queima autógena, representado pela saída de fumaça da chaminé (c).....	37
Figura 19 – Queima secundária em mufla da cinza originada na queima autógena. ....	38
Figura 20 – Moinho rotativo Solab, modelo SL-34.....	39
Figura 21 – Quartzo ultrafino.....	40
Figura 22 – Granulometria do cimento Portland CPP Classe G. ....	41
Figura 23 – Granulometria da areia utilizada na produção das argamassas e os limites superior e inferior recomendados pela NBR 7211:2022. ....	42
Figura 24 – Equipamento de termoanálise do Laboratório de Materiais e Estruturas da COPPE/UFRJ. ....	43
Figura 25 – Espectrômetro de fluorescência de raios X Shimadzu EDX-720. ....	45
Figura 26 – Amostras em cadinhos de porcelana posicionadas para queima em mufla para determinação da perda ao fogo. ....	46
Figura 27 – Difratorômetro de raios X modelo Miniflex 600 da Rigaku. ....	47
Figura 28 – Amostras de CFB-IN, CFB-AD e CFB-AC preparadas para ensaio de difratometria de raios X. ....	47
Figura 29 – Granulômetro a laser Malvern Mastersizer 3000 com acessório Hydro LV. ....	48
Figura 30 – Processo de aquecimento dos picnômetros (a) e medição de massa do picnômetro com amostra e água (b).....	49
Figura 31 – Equipamento ASAP 2020 da Micromeritics para a determinação da superfície específica. ....	51
Figura 32 - Classificação das isotermas quanto ao seu formato (adaptado de Thommes <i>et al.</i> , 2015). ....	52
Figura 33 – Microscópio Zeiss modelo EVO 40 do LBCT/CBB/UENF.....	53

Figura 34 – Cura para ensaio de atividade pozolânica com cal aos 7 dias: forma coberta com filme plástico (a); acondicionamento das formas em estufa a 50 °C (b); corpos de prova em banho térmico a 40 °C (c). .....	55
Figura 35 – Ensaio de miniabatimento do tronco de cone. ....	57
Figura 36 – Calorímetro isotérmico Calmetrix I-CAL 2000 (a); vista superior dos canais (b). ....	58
Figura 37 – Detalhe do recipiente com pasta e tubo capilar graduado contendo água e óleo vermelho (a) e esquema do sistema montado para monitoramento da retração química (b) (Barbosa, 2018).....	59
Figura 38 – Ensaio de retração química em execução, em banho térmico a 25 °C..	59
Figura 39 – Mesa para índice de consistência (a); espalhamento de uma das argamassas com 180 mm de diâmetro (b). ....	62
Figura 40 – Misturador de bancada utilizado na produção das argamassas. ....	63
Figura 41 – Máquina universal de ensaios Shimadzu UH-500kNI. ....	64
Figura 42 – Processo de aplicação da resina epóxi na lateral dos corpos de prova cilíndricos.....	65
Figura 43 – Ensaio de absorção de água por capilaridade em execução (a); detalhe do nível de água a 5 mm acima da face inferior do corpo de prova (b). ....	66
Figura 44 – Exposição das diferentes argamassas ao ataque por ácido sulfúrico. ...	68
Figura 45 – Corpo de prova após 56 dias de ataque ácido com as faces capeadas para ensaio de resistência à compressão. ....	68
Figura 46 – Captura de tela do ImageJ durante o desenho das linhas-guia concêntricas (a); detalhe para a medição da espessura da camada degradada em um ponto (b).69	69
Figura 47 – Curvas de TG (a) e DTG (b) das amostras de folhas de bambu em atmosfera de ar sintético e de N <sub>2</sub> . ....	72
Figura 48 – Resultados da análise aproximada das amostras de folhas de bambu. 73	73
Figura 49 – Curvas de TG e DTG em atmosfera de ar sintético para as diferentes amostras de folha de bambu. ....	74
Figura 50 – Difratoograma de raios X das três cinzas. Picos em unidade arbitrária. ..	77
Figura 51 – Difratoograma de raios X do quartzo. Picos em unidade arbitrária. ....	78
Figura 52 – Distribuição do tamanho de partículas das adições minerais e do cimento. ....	79
Figura 53 – Correlação entre o teor de K <sub>2</sub> O e a superfície específica e entre o teor de K <sub>2</sub> O e o volume de poros das cinzas.....	81

Figura 54 – Isotermas de adsorção-dessorção de nitrogênio para as três diferentes cinzas.....	82
Figura 55 – Imagens de MEV com detalhes da porosidade da CFB-AD (a) e da CFB-AC (b) antes da moagem e CFB-AD (c) e CFB-AC (d) após a moagem. ....	83
Figura 56 – Estruturas silicosas (fitólitos) presentes na superfície externa das cinzas CFB-IN (a) e CFB-AD (b); células de sílica (tricomias) presentes na superfície interna da CFB-AD (c) e CFB-AC (d). ....	84
Figura 57 – Detalhe da camada intermediária das CFB-LAV, mostrando a estrutura porosa bem definida das cinzas. ....	85
Figura 58 – CFB-AD após a moagem (a); detalhe das estruturas de sílica preservadas mesmo após a moagem (b). ....	85
Figura 59 – Quartzo após a moagem (a); detalhe da morfologia das partículas do quartzo (b). ....	86
Figura 60 – Curvas de fluxo de calor das pastas produzidas, relativas à massa de material cimentício. ....	89
Figura 61 – Correlação entre o tempo de hidratação das pastas binárias até o alcance do pico máximo de calor e a superfície específica BET das adições minerais. ....	90
Figura 62 – Curvas de calor acumulado das pastas, relativas à massa de material cimentício.....	91
Figura 63 – Curvas de retração química das diferentes pastas, relativas à massa de material cimentício. ....	92
Figura 64 – Resistência à compressão das argamassas produzidas aos 7, 28 e 84 dias de cura. ....	94
Figura 65 – Absorção de água por imersão das argamassas aos 28 e 84 dias de cura. ....	98
Figura 66 – Absorção de água por capilaridade (a) e absorvidade (b) das argamassas aos 84 dias de cura.....	100
Figura 67 – Variação de pH da solução de imersão da A-REF durante o período de ataque ácido .....	101
Figura 68 – Perda média de massa das argamassas durante o tempo de exposição ao ataque ácido. ....	102
Figura 69 – Perda média de massa das argamassas ao final dos 56 dias de ataque ácido. ....	103

Figura 70 – Aspecto das argamassas antes e após o ataque ácido, respectivamente: A-REF (a) (b), A-CFB-AD10 (c) (d), A-CFB-AD20 (e) (f), A-CFB-AC10 (g) (h), A-CFB-AC20 (i) (j), A-QTZ10 (k) (l) e A-QTZ-20 (m) (n).....	106
Figura 71 – Camada degradada aderida à superfície dos corpos de prova das argamassas A-REF (a), A-CFB-AD10 (b), A-CFB-AD20 (c), A-CFB-AC10 (d), A-CFB-AD20 (e), A-QTZ10 (f), A-QTZ20 (g).....	107
Figura 72 – Resistência à compressão aos 84 dias das argamassas expostas ou não ao ataque ácido, considerando sua área real.....	109
Figura 73 – Resistência à compressão aos das argamassas antes e após o ataque ácido, considerando sua área original.....	110
Figura 74 – Correlação entre as perdas de massa e de resistência à compressão ao final do ataque das argamassas contendo CFB e da referência. ....	111
Figura 75 – Absorção de água por imersão aos 84 dias das argamassas expostas ou não ao ataque ácido.....	112
Figura 76 – Absorção de água por capilaridade das argamassas após 56 dias de ataque por ácido sulfúrico. ....	114
Figura 77 – Absorção capilar aos 84 dias das argamassas expostas ou não ao ataque ácido. ....	115

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação das pozolanas de acordo com sua origem (ABNT, 2014). ..8	
Tabela 2 – Requisitos para a caracterização de um material como pozolânico (ABNT, 2014).....9	
Tabela 3 – Composição de óxidos e perda ao fogo dos cimentos Portland CPP classe G e CP II-F 32 (% , em massa) ..... 41	
Tabela 4 – Proporção de aglomerantes (em massa) das pastas em estudo. ....56	
Tabela 5 – Teor de superplastificante das pastas (% , em massa de material cimentício). ....57	
Tabela 6 – Proporção de aglomerantes (em massa) das argamassas em estudo. ..61	
Tabela 7 – Teor de superplastificante das argamassas (% , em massa de material cimentício). .... 62	
Tabela 8 – Composição de óxidos e perda ao fogo das adições minerais (% , em massa). .... 75	
Tabela 9 – Tamanhos característicos $D_{10}$ , $D_{50}$ e $D_{90}$ das partículas das adições minerais e do cimento. .... 79	
Tabela 10 – Massa específica das adições minerais..... 80	
Tabela 11 – Superfície específica BET e volume de poros das diferentes adições minerais. .... 81	
Tabela 12 – Resultados de atividade pozolânica das adições minerais. ....86	
Tabela 13 – Valores médios de resistência à compressão das argamassas em todas as idades avaliadas..... 94	
Tabela 14 – Dias de troca de solução para cada argamassa durante a exposição ao ataque ácido. .... 102	
Tabela 15 – Espessura média da camada degradada aderida à superfície dos corpos de prova de cada argamassa após o ataque ácido. .... 107	
Tabela 16 – Variação percentual da resistência à compressão das argamassas com o ataque ácido. .... 110	
Tabela 17 – Absortividade das argamassas submetidas ao ataque por ácido sulfúrico por 56 dias. .... 113	
Tabela 18 – Variação percentual da capilaridade das argamassas com o ataque ácido. .... 115	

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS, SÍMBOLOS E UNIDADES

%	Porcentagem
°	Grau
°C	Grau Celsius
±	Mais ou menos
A	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
A-CFB-AC10	Argamassa produzida com 10% de CFB-AC
A-CFB-AC20	Argamassa produzida com 20% de CFB-AC
A-CFB-AD10	Argamassa produzida com 10% de CFB-AD
A-CFB-AD20	Argamassa produzida com 20% de CFB-AD
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de alumínio
ANOVA	Análise de variância
A-QTZ10	Argamassa produzida com 10% de QTZ
A-QTZ20	Argamassa produzida com 20% de QTZ
A-REF	Argamassa de referência
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
A-TERN	Argamassa ternária produzida com 20% de CFB-AD e 10% de QTZ
BET	Brunauer, Emmet e Teller
BJH	Barrett, Joyner e Halenda
C	Teor de cinza
C <sub>2</sub> S	Silicato dicálcico
C <sub>3</sub> S	Silicato tricálcico
C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	Ácido cítrico anidro
CaO	Óxido de cálcio
Ca(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de cálcio
C-A-S-H	Silicoaluminato de cálcio hidratado
CaSO <sub>4</sub>	Sulfato de cálcio (anidrita)
CBCA	Cinza do bagaço de cana de açúcar
CCA	Cinza da casca de arroz
CF	Teor de carbono fixo

CFB	Cinza da folha de bambu
CFB-AC	Cinza de folha de bambu lixiviada com solução de ácido cítrico
CFB-AD	Cinza de folha de bambu lixiviada com água deionizada
CFB-IN	Cinza de folha de bambu <i>in natura</i>
CH	Portlandita
cm	Centímetro
CNTP	Condições normais de temperatura e pressão
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
COPPE	Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa em Engenharia
CP	Cimento Portland
CPP	Cimentação de Poços Petrolíferos
CSB	Cinza do sabugo de milho
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
Cu	Cobre
DIC	Delineamento Inteiramente Casualizado
DRX	Difratometria de raios X
DTG	Análise termogravimétrica derivada
EDX	Espectroscopia de raios X
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
FB-AC	Folha de bambu lixiviada com solução de ácido cítrico
FB-AD	Folha de bambu lixiviada com água deionizada
FB-IN	Folha de bambu <i>in natura</i>
F <sub>calc</sub>	Valor calculado de F
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de ferro
F <sub>tab</sub>	Valor tabelado de F
g	Gramas
GCCA	Associação Global de Cimento e Concreto
GL	Grau de liberdade
h	Hora
H	Água
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Ácido sulfúrico
HCl	Ácido clorídrico
IAP	Índice de atividade pozolânica com cimento Portland

IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
ID	Índice de desempenho
IPEA	Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
IUPAC	União Internacional de Química Pura e Aplicada
J	Joule
K <sub>2</sub> O	Óxido de potássio
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Sulfato de potássio
KCl	Cloreto de potássio (silvina)
kg	Quilograma
km	Quilômetro
KOH	Hidróxido de potássio
kV	Quilovolts
L	Litros
LABEST	Laboratório de Estruturas e Materiais
LBCT	Laboratório de Biologia Celular e Tecidual
LECIV	Laboratório de Engenharia Civil
M	Mol
m	Metro
mA	Miliampere
mbar	Milibar
MCS	Material cimentício suplementar
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
mg	Miligrama
MgO	Óxido de magnésio
min	Minuto
mm	Milímetro
mL	Mililitro
MPa	Megapascal
N <sub>2</sub>	Nitrogênio
Na <sub>2</sub> O	Óxido de sódio
NBR	Norma Brasileira
NEXMAT	Núcleo de Excelência em Materiais Cimentícios
nm	Nanômetro

NM	Norma Mercosul
ONU	Organização das Nações Unidas
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Fosfato
P-CFB-AC	Pasta produzida com 20% de CFB-AC
P-CFB-AD	Pasta produzida com 20% de CFB-AD
PEC	Programa de Engenharia Civil
PF	Perda ao fogo
P-QTZ	Pasta produzida com 20% de QTZ
P-REF	Pasta de referência
P-TERN	Pasta ternária produzida com 20% de CFB-AD e 10% de QTZ
QM	Quadrado médio
QTZ	Quartzo ultrafino
R <sup>2</sup>	Coefficiente de determinação
RJ	Estado do Rio de Janeiro
rpm	Rotações por minuto
s	Segundo
S	Sílica
SE	Superfície específica
SiO <sub>2</sub>	Dióxido de silício
SO <sub>3</sub>	Óxido sulfúrico
SP	Superplastificante
SQ	Soma de quadrados
TG	Análise termogravimétrica
TiO <sub>2</sub>	Dióxido de titânio
U	Teor de umidade
UENF	Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro
V	Teor de material volátil
θ	Ângulo de Bragg
µm	Micrômetro

# SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....</b>	<b>1</b>
<b>1.2 OBJETIVOS.....</b>	<b>3</b>
<b>1.3 JUSTIFICATIVA.....</b>	<b>4</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>7</b>
<b>2.1 ADIÇÕES MINERAIS E MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES .....</b>	<b>7</b>
2.1.1 EFEITOS FÍSICOS DAS ADIÇÕES MINERAIS .....	9
2.1.2 EFEITOS POZOLÂNICOS DOS MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES .....	11
<b>2.2 O EMPREGO DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS COMO POZOLANA .....</b>	<b>12</b>
2.2.1 LIMITAÇÕES PROVOCADAS PELA COMPOSIÇÃO QUÍMICA INADEQUADA .....	15
2.2.2 PRODUÇÃO DE CINZAS AGROINDUSTRIAIS PARA UTILIZAÇÃO COMO POZOLANA .....	16
<b>2.3 BAMBU E SUAS CARACTERÍSTICAS .....</b>	<b>19</b>
2.3.1 O EMPREGO DE CINZA DA FOLHA DE BAMBU COMO MATERIAL CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR .....	21
<b>3 PROGRAMA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>31</b>
<b>3.1 CINZAS DA FOLHA DE BAMBU.....</b>	<b>31</b>
<b>3.2 QUARTZO ULTRAFINO .....</b>	<b>39</b>
<b>3.3 CIMENTOS PORTLAND.....</b>	<b>40</b>
<b>3.4 AGREGADOS MIÚDOS.....</b>	<b>41</b>
<b>3.5 ÁGUA E ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE .....</b>	<b>42</b>
<b>3.6 CARACTERIZAÇÃO DAS FOLHAS DE BAMBU.....</b>	<b>43</b>
<b>3.7 CARACTERIZAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS .....</b>	<b>45</b>
3.7.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PERDA AO FOGO .....	45
3.7.2 COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA .....	46

3.7.3 GRANULOMETRIA A LASER .....	47
3.7.4 MASSA ESPECÍFICA .....	48
3.7.5 SUPERFÍCIE ESPECÍFICA BET E POROSIDADE .....	49
3.7.6 MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS .....	52
3.7.7 ATIVIDADE POZOLÂNICA .....	53
<b>3.8 ESTUDO EM PASTAS CIMENTÍCIAS .....</b>	<b>56</b>
3.8.1 PRODUÇÃO DAS PASTAS .....	56
3.8.2 CALORIMETRIA ISOTÉRMICA .....	58
3.8.3 RETRAÇÃO QUÍMICA .....	58
<b>3.9 ESTUDO EM ARGAMASSAS .....</b>	<b>60</b>
3.9.1 PRODUÇÃO DAS ARGAMASSAS .....	60
3.9.2 ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	63
3.9.3 ENSAIOS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA .....	64
3.9.4 DURABILIDADE FRENTE AO ATAQUE ÁCIDO .....	67
<b>3.10 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS .....</b>	<b>69</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>71</b>
<b>4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS FOLHAS DE BAMBU .....</b>	<b>71</b>
4.1.1 ANÁLISE APROXIMADA DAS FOLHAS DE BAMBU .....	71
4.1.2 DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA IDEAL DE QUEIMA .....	73
<b>4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS .....</b>	<b>74</b>
4.2.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PERDA AO FOGO .....	74
4.2.2 COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA .....	76
4.2.3 GRANULOMETRIA .....	78
4.2.4 MASSA ESPECÍFICA .....	79
4.2.5 SUPERFÍCIE ESPECÍFICA BET E POROSIDADE .....	80
4.2.6 MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS .....	82
4.2.7 ATIVIDADE POZOLÂNICA .....	86

<b>4.3 ESTUDO EM PASTAS CIMENTÍCIAS .....</b>	<b>88</b>
4.3.1 AVALIAÇÃO DA HIDRATAÇÃO POR CALORIMETRIA ISOTÉRMICA....	88
4.3.2 AVALIAÇÃO DA HIDRATAÇÃO POR RETRAÇÃO QUÍMICA .....	92
<b>4.4 ESTUDO EM ARGAMASSAS .....</b>	<b>93</b>
4.4.1 DESENVOLVIMENTO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	93
4.4.3 DURABILIDADE FRENTE AO ATAQUE ÁCIDO.....	101
<b>5 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>	<b>117</b>
5.1 CONCLUSÕES .....	117
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	119
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>121</b>
<b>ANEXO A – ANÁLISE ESTATÍSTICA .....</b>	<b>136</b>
<b>A.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....</b>	<b>136</b>
<b>A.2 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO.....</b>	<b>138</b>
<b>A.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE .....</b>	<b>139</b>
<b>A.4 ATAQUE ÁCIDO .....</b>	<b>140</b>
A.4.1 PERDA DE MASSA.....	140
A.4.2 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	141
A.4.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO .....	142
A.4.4 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE .....	143

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A Construção Civil compreende a construção de barragens, rodovias, portos, aeroportos, edificações e túneis, dentre outros segmentos. Essa atividade apresenta-se como um dos principais setores da economia brasileira, ocupando cerca de 7,3% da população economicamente ativa no Brasil, segundo dados do 1º trimestre de 2023 do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – IBGE (IBGE, 2023).

Por outro lado, o conjunto de processos envolvidos no setor da construção é responsável pela geração de importantes impactos ambientais, desde a extração de recursos naturais para confecção de materiais de construção até a elevada geração de resíduos (Yemal; Teixeira; Naas, 2011). De acordo com o Instituto de Pesquisa Chatham House, somente a fabricação de cimento é responsável por cerca de 8% da emissão mundial de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) (Lehne; Preston, 2018). O CO<sub>2</sub> é liberado pelo uso de combustíveis fósseis e pela queima de calcário durante a produção do clínquer.

Estima-se que, em média mundial, para a produção de uma tonelada de cimento, aproximadamente 800 kg de CO<sub>2</sub> são liberados, tornando essa uma atividade altamente poluente (Lima, 2010). Dessa forma, é imprescindível a aplicação de novas tecnologias aos materiais de construção à base de cimento, buscando, assim, mitigar os impactos gerados por essa indústria.

Para isso, a Associação Global de Cimento e Concreto (GCCA) tem buscado promover a descarbonização da indústria de cimento e concreto até 2050, conforme a agenda Net-Zero proposta pela Organização das Nações Unidas (ONU). Uma das estratégias consiste na redução no consumo de clínquer Portland através da incorporação de adições minerais (GCCA, 2021). Segundo Mehta (2001), essa é a alternativa mais viável para minimização no uso de cimento Portland para produção de concretos, já que os materiais cimentícios suplementares (MCS) são capazes de satisfazer as características de pega, endurecimento e durabilidade dos produtos à base de cimento.

Nas últimas décadas, vem crescendo o estudo da incorporação de diversos materiais como substituintes parciais do cimento, em geral, subprodutos industriais ou agroindustriais, tais como sílica ativa, cinza volante e cinza da casca de arroz. Esses materiais possuem potencial pozolânico, ou seja, são capazes de reagir com o hidróxido de cálcio e formar silicatos e aluminatos de cálcio hidratados, principais produtos da hidratação do cimento, responsáveis pelo desenvolvimento de suas propriedades no estado endurecido (Mehta; Monteiro, 2008).

Por sua vez, a utilização de subprodutos agroindustriais como MCS merece atenção no Brasil, devido à predominância desse setor na economia brasileira e, conseqüentemente, elevada geração de resíduos, como couro, cascas, bagaço e folhas. De acordo com Tripathi *et al.* (2019), no Brasil, é produzido por ano um total de 451 megatoneladas de 18 resíduos oriundos da agroindústria, colocando o país em quarto lugar no mundo na geração de resíduos agroindustriais, precedido apenas por China, Estados Unidos e Índia.

Tais resíduos podem oferecer riscos ao meio ambiente e, de forma secundária, à saúde humana, caso não sejam descartados de forma correta (Moreira, 2019). Portanto, torna-se fundamental gerir o descarte desses materiais de forma a diminuir os impactos gerados. Dessa forma, pesquisas relacionadas à aplicação de cinzas de resíduos agroindustriais como adições minerais em materiais cimentícios têm sido cada vez mais relevantes para o aproveitamento desses materiais, bem como para a consolidação de uma indústria da construção menos poluente, mais econômica e de maior qualidade técnica.

Pesquisadores identificaram diversos tipos de materiais pozolânicos oriundos dos resíduos da agroindústria, tais como: cinza da espiga de milho (Adesanya; Raheem, 2009), cinza do capim-elefante (Cordeiro; Sales, 2015), cinza da casca de arroz (James; Subba Rao, 1986), cinza do bagaço de cana (Cordeiro, 2006), cinza da palha de trigo (Memon *et al.*, 2018) e cinza da folha de bambu (Dwivedi *et al.*, 2006). Entretanto, uma das limitações para a aplicação como pozolana de subprodutos agroindustriais, inclusive a cinza da folha de bambu, é a possível presença de contaminantes alcalinos, como óxido de potássio ( $K_2O$ ) e óxido de sódio ( $Na_2O$ ) (Krishnarao; Subrahmanyam; Kumar, 2001; Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Abebaw; Bewket; Getahun, 2021; De Lima; Cordeiro, 2021).

A incorporação de MCS com elevados teores de  $K_2O$ , por exemplo, pode causar efeitos negativos aos sistemas cimentícios, como a formação de produtos de hidratação indesejáveis, aumento no período de indução e prejuízos no ganho de resistência a longo prazo (De Pádua; Cordeiro, 2022). Além disso, os íons alcalinos, quando reagem com determinados agregados, formam um gel expansivo e provocam a fissuração do material cimentício, comprometendo sua durabilidade (Lawrence, 1998).

Para eliminar os compostos alcalinos dos MCS, a técnica mais difundida na literatura é a lixiviação com solução ácida (Krishnarao; Subrahmanyam; Kumar, 2001). O ácido, ao entrar em contato com a argamassa, dissolve o material alcalino dos contaminantes, contribuindo para sua diminuição ou eliminação. Diferentes ácidos têm sido empregados na lixiviação de MCS, como sulfúrico (Blanco; Garcia; Ayala, 2005), clorídrico (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013) e cítrico (De Lima; Cordeiro, 2021).

Por outro lado, o potássio e o sódio, por serem metais alcalinos, são solúveis em água, tanto em sua forma de sal, como de óxido e hidróxido (Brady; Humiston, 2014). Alguns estudos realizaram tratamento químico de lavagem em água quente de capim elefante (Cordeiro; Sales, 2015), palha da cana-de-açúcar (Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017) e casca de arroz (Xu *et al.*, 2018) para a geração de cinzas pozolânica de elevada reatividade. Neste caso, o aumento da temperatura da água acelera a velocidade de dissolução dos óxidos contaminantes.

No entanto, não existem estudos que avaliem a eficácia da água em temperatura ambiente como agente de lixiviação. Combinado a isso, os estudos acerca da incorporação de cinzas da folha de bambu em sistemas cimentícios necessitam de maiores investigações, visto que o conhecimento de sua aplicação como MCS ainda é restrito.

## **1.2 OBJETIVOS**

Tendo em vista o alto teor de sílica presente nas folhas de bambu, bem como sua disponibilidade no cenário nacional e internacional, este trabalho teve como objetivo geral produzir a cinza da folha de bambu para utilização como material cimentício suplementar e avaliar a influência de sua adição na hidratação de pastas

cimentícias, bem como na resistência mecânica e durabilidade de argamassas. Para o alcance do objetivo principal, os seguintes objetivos específicos foram definidos:

- i. Produzir uma cinza livre de contaminantes e de alta reatividade, com máximo teor de sílica amorfa, baixo teor de carbono e elevada superfície específica, através dos processos de lixiviação, queima conjugada e moagem ultrafina;
- ii. Avaliar o efeito da lixiviação das folhas de bambu com água à temperatura ambiente na eliminação dos contaminantes e no aumento da reatividade da cinza, através da comparação com uma cinza tratada com lixiviação ácida;
- iii. Identificar o efeito pozolânico das cinzas através da comparação com argamassas contendo material inerte (quartzo) de mesmas características granulométricas das cinzas;
- iv. Avaliar a influência da adição das diferenças cinzas de folha de bambu produzidas na hidratação de pastas cimentícias;
- v. Avaliar as cinzas produzidas como MCS em argamassas, analisando sua influência na resistência mecânica e durabilidade desses sistemas cimentícios.

Dessa forma, esta pesquisa investigará a hipótese geral de que o processo de produção adotado (lixiviação com água à temperatura ambiente, queima conjugada e moagem ultrafina) será eficaz na obtenção uma cinza otimizada para aplicação como pozolana. Esse pressuposto parte de evidências já existentes, a serem discutidas no item 2.3.2, de que o tratamento químico preliminar promove a eliminação de contaminantes, a queima conjugada é eficaz para eliminação do carbono e concentração da sílica, e a moagem permite o aumento dos efeitos pozolânicos e físicos das adições minerais.

### **1.3 JUSTIFICATIVA**

O cultivo do bambu no Brasil vem crescendo ao longo dos anos. A maior quantidade de espécies nativas das Américas concentra-se no território nacional, apresentando um grande potencial para utilização dessa matéria-prima (Drumond; Wiedman, 2017).

A maior reserva natural de bambu do mundo está localizada no sudoeste da Amazônia Legal. Essa vasta região abrange aproximadamente 180 mil quilômetros quadrados de floresta, começando nos Andes, abrangendo partes do Peru e da Bolívia, e se estendendo até o estado do Acre e parte do Amazonas. Essa imensa extensão de floresta verde cobre cerca de 40% das áreas florestais do Acre, totalizando cerca de 4,5 milhões de hectares com bambu nativo (Gonçalves, 2018).

No estado brasileiro do Maranhão, as plantações de bambu ocupam 22 mil hectares, e sua aplicação é destinada majoritariamente à produção de biomassa para geração de energia. Em Paraíba e Pernambuco, os 15 mil hectares de bambu visam a produção de celulose e papel para embalagens de cimento. Outros estados, como São Paulo, Rio Grande do Sul, Minas Gerais, Bahia e Paraná, têm direcionado seus investimentos para o cultivo comercial de bambu, visando a fabricação de painéis, brotos comestíveis e produtos fitocosméticos (Gonçalves, 2018).

Dentre as vantagens de sua utilização estão o seu rápido crescimento mesmo sem uso de fertilizantes, possibilitando diversas colheitas anuais, bem como sua alta taxa de liberação de oxigênio, podendo superar outras árvores em até 35% (Mosley, 2013). O bambu propicia aplicações nas mais diversas áreas, desde a fabricação de elementos do cotidiano, como decoração e utensílios de cozinha, até funções mais robustas, como estruturas de edificações (Drumond; Wiedman, 2017). Entretanto, as mais diversas aplicações dessa planta resumem-se em seu caule e fibras, configurando as folhas como resíduo, que, geralmente, é utilizado apenas como compostagem ou adubo.

Na literatura, diversos estudos avaliam a aplicação de cinzas de folha de bambu (Dwivedi *et al.*, 2006; Frías *et al.*, 2012; Ademola; Buari, 2014; Umoh; Ujene, 2014; Umoh; Odesola, 2015; Dhinakaran; Chandana, 2016; Ikumapayi, 2016; Olutoge; Oladunmoye, 2017; Moraes *et al.*, 2019; Rodier *et al.*, 2019) como adições minerais em materiais cimentícios. Um dos fatores que possibilitam bons resultados para essa aplicação é o fato de que, ao longo de seu ciclo de vida, o bambu acumula sílica em sua composição, com maiores concentrações em suas folhas (Motomura; Hikosaka; Suzuki, 2008).

Para aplicação de um material, seja ele natural ou artificial, como material cimentício suplementar, o principal requisito é que contenha sílica amorfa, sua forma

reativa (Neville, 2016). As folhas de bambu satisfazem essa condição e, quando calcinadas para eliminação de compostos carbonáceos, podem apresentar teores de sílica superiores a 75%, tornando evidente sua aplicabilidade como pozolana em compósitos cimentícios (Dwivedi *et al.*, 2006; Frías *et al.*, 2012; Ademola; Buari, 2014; Olutoge; Oladunmoye, 2017; Cordeiro *et al.*, 2020).

Entretanto, assim como outros subprodutos agroindustriais, a composição química da cinza da folha de bambu é afetada pelo solo no qual a planta foi cultivada, bem como pelo uso de fertilizantes, podendo conter compostos indesejados, como  $K_2O$  e  $Na_2O$  (Rodier *et al.*, 2019).

Embora os procedimentos de lixiviação com solução ácida ou com água a elevadas temperaturas tenham sido empregados com sucesso na eliminação de contaminantes das cinzas, não existem estudos que avaliem a eficácia da água em temperatura ambiente como agente de lixiviação. Uma vez que os metais alcalinos são solúveis, surge a hipótese de que a água seja eficaz na lixiviação mesmo em temperatura ambiente, desde que haja tempo suficiente para a total solubilização dos compostos. Dessa forma, o tratamento preliminar das matérias primas se tornaria mais viável, uma vez que promoveria a economia energética ao evitar o aquecimento da água e dispensaria a manipulação de soluções ácidas, que poderiam causar corrosão em tubulações e aumentar os custos de produção.

Ademais, existem muitas lacunas no conhecimento acerca da incorporação da cinza de folha de bambu como pozolana em compósitos cimentícios, principalmente no que diz respeito às condições ideais de produção das cinzas, sua caracterização quanto ao tamanho e à morfologia das partículas e seus efeitos na hidratação das pastas e nas propriedades mecânicas e de durabilidade do produto cimentício. As propriedades mais avaliadas na literatura até então estão relacionadas à resistência mecânica, porém, os resultados podem ser inconclusivos devido à disparidade nos processos de produção e à falta de informações sobre as características das cinzas utilizadas.

Portanto, fica explícita a necessidade de um estudo que se aprofunde nas técnicas de produção e caracterização das cinzas, de forma a obter um material que forneça bons resultados ao ser incorporado como MCS em pastas e argamassas.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 ADIÇÕES MINERAIS E MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES**

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), na NBR 11172, define adições minerais como “produtos de origem mineral adicionados aos cimentos, argamassas e concretos, com a finalidade de alterar suas características no estado fresco e/ou no endurecido” (ABNT, 1990, p. 4). Segundo Thomas (2013), atualmente, o termo “materiais cimentícios suplementares” é preferencialmente utilizado para se referir a adições minerais. Esse termo abrange uma ampla gama de materiais, incluindo pozolanas e subprodutos industriais, como cinza volante, escória e sílica ativa. De acordo com a ASTM C1697 (ASTM, 2021), os MCS contribuem para a modificação das propriedades do concreto ou argamassa por meio de atividade hidráulica ou pozolânica, ou ambas.

Os diversos MCS existentes possuem propriedades variadas, como composição química e mineralógica e características físicas. Entretanto, possuem em comum a capacidade de reagir quimicamente e formar produtos cimentícios complementares àqueles formados na hidratação do cimento. Dessa forma, é importante diferenciar esses materiais das adições minerais inertes, como quartzo ou calcário moído, que, quando adicionados à matriz cimentícia, não reagem quimicamente e, portanto, não são considerados parte do material de cimentação (Thomas, 2013).

Para evitar possíveis dúvidas, já que esta pesquisa envolve a utilização de cinzas pozolânicas e, também, de um material inerte, o termo “adições minerais” foi utilizado para designar os materiais de substituição parcial ao cimento como um todo (pozolânicos ou não). Os termos “material cimentício suplementar” e “pozolana”, por sua vez, estão relacionados aos materiais pozolânicos, inclusive as cinzas de folha de bambu, objeto de estudo desta pesquisa.

Os benefícios da incorporação de MCS em sistemas cimentícios podem ser diversos: redução dos custos de produção, redução de impactos ambientais, melhoria das características físicas e mecânicas, entre outros. Os custos de produção podem ser reduzidos ao substituir uma parcela de clínquer ou cimento por resíduos industriais. Conseqüentemente, tal substituição promove a diminuição da emissão de

gases estufa liberados na produção de cimento, bem como reduz a exploração de jazidas de calcário, contribuindo para a preservação ambiental (Cordeiro, 2006).

Alguns MCS possuem a capacidade de atuar como pozolanas, devido à sua atividade pozolânica. A NBR 12653 (ABNT, 2014a) define materiais pozolânicos como aqueles que, por si só, não possuem propriedades cimentícias, mas quando moídos e em presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio, formando compostos cimentados. A mesma norma ainda segmenta as pozolanas em 3 classes, de acordo com sua origem, conforme mostra a Tabela 1.

Tabela 1 – Classificação das pozolanas de acordo com sua origem (ABNT, 2014).

<b>Classe</b>	<b>Materiais</b>
<b>N</b>	Pozolanas naturais e artificiais, como materiais vulcânicos, <i>cherts</i> silicosos, terras diatomáceas e argilas calcinadas.
<b>C</b>	Cinzas volantes produzidas pela queima de carvão mineral
<b>E</b>	Quaisquer pozolanas não contempladas nas classes N e C

Vale ressaltar, ainda, que todos esses materiais, para serem considerados pozolânicos, devem atender aos requisitos físicos e químicos da referida norma, que estão apresentados na Tabela 2.

Neville (2016) ressalta que um material pozolânico deve apresentar sílica em estado amorfo para garantir sua reatividade, visto que, em estado cristalino, esse composto torna-se inerte. Entende-se por cristalino o material que possui arranjo de átomos regular ao longo de suas distâncias atômicas. Por sua vez, um composto apresenta-se em estado amorfo quando sua estrutura atômica possui formato desordenado e irregular (Callister, 2000).

O MCS também deve ser finamente moído a fim de viabilizar a ocorrência das reações pozolânicas entre os compostos silicosos do material pozolânico e o hidróxido de cálcio liberado na hidratação do cimento (Neville, 2016). Cordeiro, Toledo Filho e Fairbairn (2009a) também destacam a importância da moagem ultrafina dos minerais no aumento de sua atividade pozolânica.

Tabela 2 – Requisitos para a caracterização de um material como pozolânico (ABNT, 2014)

<b>REQUISITOS QUÍMICOS</b>			
<b>Propriedades</b>	<b>Classe de material pozolânico</b>		
	<b>N</b>	<b>C</b>	<b>E</b>
SiO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≥ 70	≥ 70	≥ 50
SO <sub>3</sub>	≤ 4	≤ 5	≤ 5
Teor de umidade	≤ 3	≤ 3	≤ 3
Perda ao fogo	≤ 10	≤ 6	≤ 6
Álcalis disponíveis em Na <sub>2</sub> O	≤ 1,5	≤ 1,5	≤ 1,5
<b>REQUISITOS FÍSICOS</b>			
<b>Propriedades</b>	<b>Classe de material pozolânico</b>		
	<b>N</b>	<b>C</b>	<b>E</b>
Material retido na peneira 45 µm	< 20%	< 20%	< 20%
Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, em relação à amostra de controle	≥ 90%	≥ 90%	≥ 90%
Atividade pozolânica com cal aos sete dias	≥ 6 MPa	≥ 6 MPa	≥ 6 MPa

As modificações nas características físicas, químicas e mecânicas dos materiais cimentícios contendo MCS são atribuídas a efeitos físicos e químicos decorrentes da adição. Os efeitos físicos são a diluição do cimento Portland, o efeito fíler e a nucleação heterogênea. Neste ponto, é importante destacar que os efeitos físicos também são provocados pelas adições minerais inertes, não apenas pelos MCS. Os efeitos químicos, por sua vez, dizem respeito às reações hidráulicas ou pozolânicas que ocorrem quando o material adicionado é cimentante ou reativo (Cordeiro, 2006; Scrivener; Juilland; Monteiro, 2015). Como este trabalho investiga um material pozolânico, a reação pozolânica será tratada com mais detalhes.

### 2.1.1 EFEITOS FÍSICOS DAS ADIÇÕES MINERAIS

A diluição do cimento Portland diz respeito ao aumento da relação água-cimento que ocorre quando da adição mineral em substituição a uma parcela de cimento nos sistemas cimentícios. Conforme ilustra a Figura 1, quando parte do cimento disperso em água (Figura 1a) é substituída por uma adição mineral (Figura 1b), a quantidade efetiva de cimento na matriz diminui (Figura 1c), aumentando a

relação água-cimento e resultando na formação de uma menor quantidade de produtos hidratados (Cordeiro, 2006; Rocha; Cordeiro; Toledo Filho, 2013). Dessa forma, quando analisado isoladamente, o efeito de diluição é negativo (Lawrence; Cyr; Ringot, 2003).

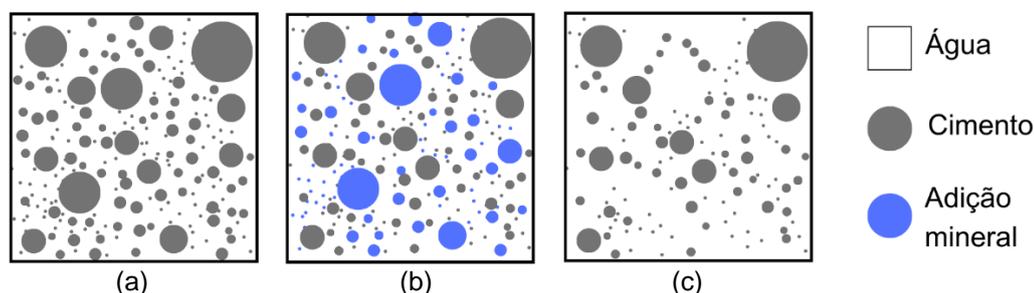


Figura 1 – Esquema representativo do efeito físico de diluição, quando parte cimento disperso em água (a) é substituído por uma adição mineral (b), provocando aumento na relação água-cimento (c).

O efeito fíler ocorre quando há o preenchimento dos espaços vazios da matriz pelas partículas finas da adição mineral, resultando no aumento da compactidade e, conseqüentemente, no refinamento da rede porosa. A Figura 2 ilustra o comportamento da matriz cimentícia sob ação do efeito fíler. As partículas do aditivo são de elevada finura e, assim, preenchem os vazios entre os grãos de cimento, refinando a estrutura dos poros (Lawrence; Cyr; Ringot, 2003; Cordeiro, 2006).

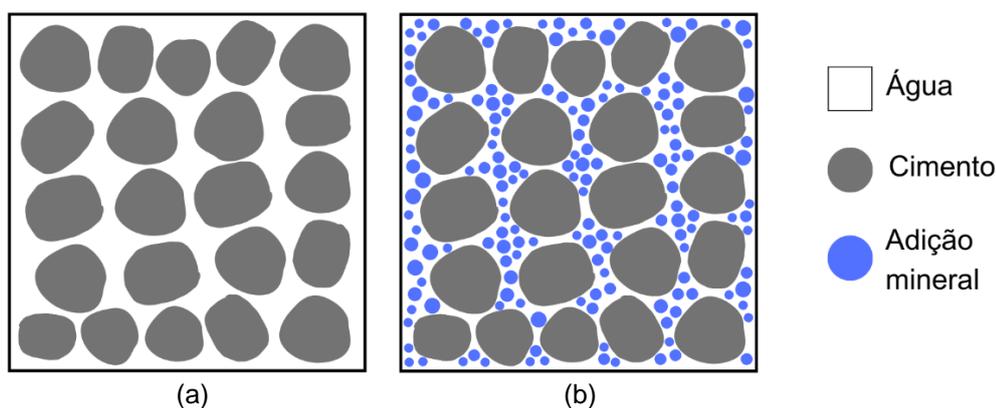


Figura 2 – Esquema representativo do efeito fíler, quando os vazios entre os grãos de cimento (a) são preenchidos pelas partículas da adição mineral (b).

A nucleação heterogênea, por sua vez, está intrinsecamente ligada ao efeito fíler. Os produtos da hidratação do cimento tendem a se depositar na superfície de grãos anidros (Figura 3a), formando uma camada que dificulta o contato desse grão com a água, retardando sua hidratação. Ao preencher os poros, as partículas da

adição mineral tornam-se sítios de nucleação e, quando bem dispersas, fornecem alta área de superfície específica disponível para precipitação de hidratos (Figura 3b). Assim, a espessura de hidratos depositados sobre os grãos anidros de cimento diminui, facilitando a hidratação desses grãos e, conseqüentemente, possibilitando a formação de mais hidratos, responsáveis pelo ganho de resistência dos materiais cimentícios (Lawrence; Cyr; Ringot, 2003; Cordeiro, 2006).

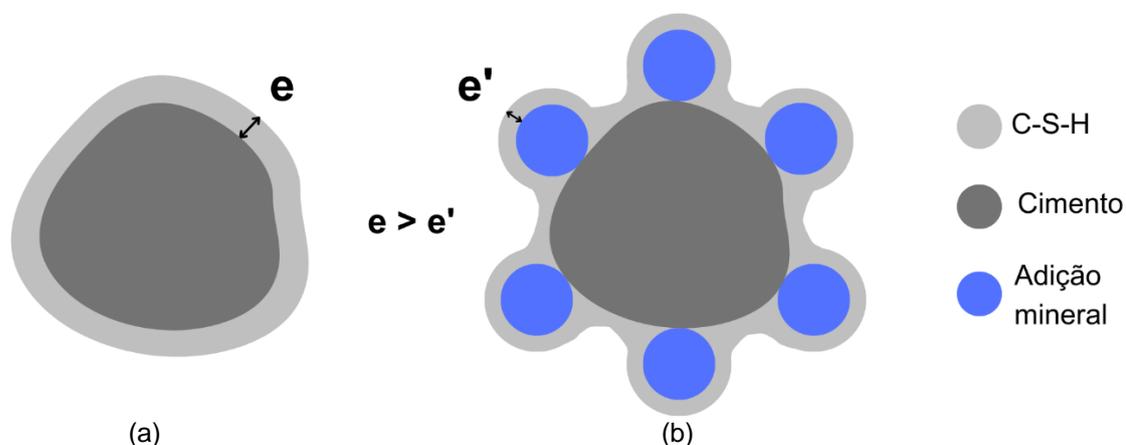


Figura 3 – Esquema representativo do efeito de nucleação heterogênea, em que a espessura dos hidratos precipitados sobre os grãos anidros de cimento (a) é diminuída pelo aumento das áreas de nucleação (b).

## 2.1.2 EFEITOS POZOLÂNICOS DOS MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES

A hidratação dos silicatos dicálcico ( $C_2S$ ) e tricálcico ( $C_3S$ ) produz silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e hidróxido de cálcio (CH). O CH é um composto fundamental para as reações pozolânicas. A NBR 12653 define como atividade pozolânica “a capacidade de determinado material de reagir com o hidróxido de cálcio em presença de água e formar compostos com propriedades cimentícias” (ABNT, 2014a, p. 2).

Ao introduzir materiais pozolânicos na mistura, a sílica (S) presente em sua composição, em estado amorfo, reage com o CH liberado na hidratação do cimento, formando compostos C-S-H. A alumina (A), que também pode estar presente na composição química das pozolanas, quando em fase amorfa, reage com o CH formando C-A-H e, eventualmente, silicoaluminato de cálcio hidratado (C-A-S-H). Essas reações estão representadas, respectivamente, pelas Equações 1, 2 e 3 (Thomas, 2013).



A atividade pozolânica de um material é influenciada, basicamente, pelo grau de amorfismo da sílica e da alumina presentes em sua composição, bem como da superfície específica das partículas. A sílica e a alumina em formato cristalino são consideradas inertes, devido à sua baixíssima reatividade (Neville, 2016). Portanto, quanto maior seu teor amorfo, maior a reatividade do material. Além disso, uma alta superfície específica promove o aumento da solubilidade da pozolana em meio alcalino, contribuindo para sua reatividade (Cordeiro; Kurtis, 2017).

A atividade pozolânica de um MCS indica sua capacidade de reagir com o hidróxido de cálcio. Nesse contexto, a quantidade máxima de hidróxido de cálcio que pode reagir com a pozolana é função da natureza da pozolana, do teor de sílica ( $SiO_2$ ) presente no material, da quantidade de pozolana na mistura e do tempo de cura. Outro parâmetro significativo é a taxa com a qual a reação pozolânica acontece, que pode variar com a superfície específica da pozolana, a relação água-aglomerante na mistura e a temperatura (Massazza, 1998; Cordeiro, 2006; Thomas, 2013).

São diversos os materiais que possuem propriedades pozolânicas e são utilizados como MCS, tais como cinza volante, argila calcinada, sílica ativa, metacaulinita e resíduos agroindustriais. Esses últimos merecem destaque devido à sua grande disponibilidade, produção descentralizada e composição química adequada. Além disso, por se tratarem de resíduos, não envolvem a exploração de matéria-prima natural.

## **2.2 O EMPREGO DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS COMO POZOLANA**

Nos séculos passados, a geração de resíduos provenientes do beneficiamento de produtos agrícolas era baixa, devido à reduzida taxa de produção e a ausência de técnicas avançadas no processo (Jendiroba, 2006). Com o passar do tempo e o avanço da tecnologia, a produção passou a ocorrer em maior escala, gerando, assim, um volume maior de resíduos.

A automação da produção possibilita o processamento de produtos em quantidades maiores, resultando em um aumento dos resíduos gerados. Em 2010, cerca de 451 megatoneladas de resíduos provenientes da agroindústria foram geradas no Brasil (Tripathi *et al.*, 2019). Em 2023, uma pesquisa da ABIB Brasil Biomassa revelou que esse quantitativo aumentou para 967 megatoneladas anuais, indicando a aceleração na produção e o aumento do volume de resíduos gerados (ABIB Brasil Biomassa, 2023).

Os resíduos agroindustriais, quando descartados de forma incorreta, causam impactos de diversas formas, tanto ao meio ambiente quanto à vida humana, principalmente devido à contaminação dos solos e das águas por matéria orgânica e metais pesados advindo de agrotóxicos, acarretando a morte de animais, bem como malefícios à saúde humana. Além disso, segundo o Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada (IPEA), impactos subsequentes devem ser destacados, como o aumento no custo do tratamento de água, aumento nos gastos com saúde pública, a modificação de ecossistemas, redução da qualidade do solo, entre outros (IPEA, 2012). Assim, é importante que os resíduos provenientes da agroindústria sejam descartados de forma correta ou reaproveitados em outras atividades.

Desde a década de 70, a aplicação desses resíduos como materiais cimentícios suplementares vem sendo estudada. Os pioneiros nessa vertente de estudos foram Mehta e Pirtz (1978), que fabricaram um concreto contendo 30% de cinza da casca de arroz (CCA) em substituição ao cimento e obtiveram bons resultados de resistência à compressão e diminuição no calor gerado durante a hidratação. Os autores também foram os primeiros a observar que a calcinação da casca de arroz em temperaturas acima de 800°C resultava na cristalização da sílica, fato que foi confirmado por Hamad e Khattab (1981).

Cerca de duas décadas depois, Cordeiro (2006) definiu condições ótimas de calcinação para a cinza da casca de arroz em forno mufla, com taxa de aquecimento de 10 °C por minuto e patamares de 350 e 600 °C durante 3 horas. Atualmente, a cinza da casca de arroz é o material de origem agrícola mais consolidado na literatura para utilização como pozolana.

Outro resíduo da agricultura com potencial para ser utilizado como pozolana é a cinza da palha de trigo. Biricik *et al.* (1999) confirmaram o potencial pozolânico da

cinza da palha de trigo calcinada em temperaturas entre 570 e 670 °C, que apresentou alto teor de sílica amorfa e boa atividade pozolânica. Outra cinza de palha de trigo de alta reatividade foi obtida por Qudoos *et al.* (2018). A pozolanicidade da cinza foi aumentada com a diminuição do tamanho das partículas através da moagem, e sua adição como MCS em argamassas proporcionou aceleração na hidratação e aumento da resistência à compressão em relação à argamassa de controle, sobretudo em idades avançadas.

A cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBCA), outro tipo de resíduo agroindustrial, começou a ser investigada para utilização como MCS na década de 90. Martirena-Hernández *et al.* (1998) compararam a hidratação de pastas cimentícias compostas por cinza do bagaço de cana-de-açúcar e cal, e observaram o consumo do hidróxido de cálcio e a formação de silicato de cálcio hidratado durante as reações pozolânicas. Apesar disso, o desempenho da CBCA como pozolana foi inferior ao da CCA nesse estudo. Segundo os autores, a combustão incompleta e a alta temperatura de queima do bagaço nas caldeiras resultaram na presença de carbono residual e no aumento na cristalinidade da sílica, influenciando na reatividade da cinza.

Cordeiro *et al.* (2009) investigaram os efeitos da moagem da CBCA *in natura* para aplicação em concreto. Apesar do elevado teor de sílica cristalina presente na amostra, os autores observaram que, de forma geral, CBCAs com  $D_{80}$  inferior a 60  $\mu\text{m}$  e superfície específica Blaine superior a 300  $\text{m}^2/\text{kg}$  apresentam boa pozolanicidade, independentemente do tipo de moagem utilizado.

A cinza do sabugo de milho (CSB) também vem sendo estudada para aplicação como MCS. Adesanya e Raheem (2009) obtiveram aumento no período de trabalhabilidade de concretos contendo CSB. Além disso, a substituição de até 8% de cimento por esse material resultou em aumentos na resistência à compressão dos concretos em elevadas idades, em comparação à mistura de referência.

De Lima e Cordeiro (2021) avaliaram a aplicação de cinza da palha de milho pré-tratada com lixiviação ácida, e alcançaram aumento na atividade pozolânica das cinzas em relação à amostra *in natura*. A adição da cinza lixiviada em pastas cimentícias promoveu aceleração na hidratação devido à elevada superfície específica da cinza, além de aumentos consideráveis da resistência à compressão, aos 7 e 28 dias, de argamassas com até 30% de substituição de cimento por pozolana.

Além de todos os subprodutos ou resíduos agroindustriais supracitados, ainda há uma diversidade de materiais oriundos da agroindústria que possuem potencial pozolânico e cuja aplicação como MCS vem sendo estudada, tais como cinza de folha de bambu (Dwivedi *et al.*, 2006), cinza de óleo de palma (Jaturapitakkul *et al.*, 2007), cinza de casca de coco (Nagarajan *et al.*, 2014), cinza do capim-elefante (Cordeiro; Sales, 2015), cinza de casca de amendoim (Ikumapayi; Arum; Alaneme, 2021), cinza de folha de banana (Tavares *et al.*, 2022), entre outros.

Apesar das diversas vantagens proporcionadas pela incorporação de resíduos agroindustriais como pozolana em sistemas cimentícios, essa aplicação, muitas vezes, é dificultada pelas características variáveis desses materiais, principalmente sua composição química (De Pádua; Cordeiro, 2022). Por serem materiais oriundos de culturas agrícolas, fatores como espécie vegetal, parte da planta, idade da planta, clima e tipo de solo da região de cultivo e uso de fertilizantes podem influenciar na composição química das cinzas geradas (Ma; Takahashi, 2002; Vassilev *et al.*, 2010). Além disso, as condições de calcinação também influenciam diretamente na composição final das cinzas (Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2009b).

### 2.2.1 LIMITAÇÕES PROVOCADAS PELA COMPOSIÇÃO QUÍMICA INADEQUADA

A variabilidade dos parâmetros que envolvem a geração de uma cinza agroindustrial pode provocar problemas relacionados a cinzas imprevisíveis e altamente variáveis. Além das variações nos teores de  $\text{SiO}_2$ , alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), importantes para a reatividade das cinzas, a possível presença de compostos alcalinos, como  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{Na}_2\text{O}$ , na composição química dos MCS se configura como um problema mais agravante.

O  $\text{K}_2\text{O}$  presente nos materiais se decompõe durante a queima em torno de  $350\text{ }^\circ\text{C}$  e o potássio elementar resultante da decomposição atua como um catalisador no processo de cristalização da sílica, originando a cristobalita e, conseqüentemente, reduzindo a reatividade da pozolana. Além disso, o potássio também promove a fusão da superfície das cinzas, bloqueando o transporte de oxigênio e  $\text{CO}_2$  e contribuindo para fixação do carbono no material (Krishnarao; Subrahmanyam; Kumar, 2001; Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013).

Ademais, a incorporação de adições minerais com elevados teores de  $K_2O$  e  $Na_2O$  pode causar efeitos negativos aos sistemas cimentícios, como a formação de produtos de hidratação indesejáveis, variação no período de indução e prejuízos no ganho de resistência a longo prazo (De Pádua; Cordeiro, 2022). Além disso, os íons alcalinos, quando reagem com determinados agregados, formam um gel expansivo e provocam a fissuração do material cimentício, comprometendo sua durabilidade (Lawrence, 1998).

Assim, entende-se que cinzas agroindustriais *in natura*, ou seja, sem nenhum tipo tratamento químico preliminar e sem uma etapa queima controlada, podem ou não ter composição química adequada para aplicação como pozolana, devido à possível presença de contaminantes.

Alguns autores sugerem a realização de um tratamento prévio a fim de eliminar os componentes alcalinos das cinzas, proporcionando aumento no teor de sílica e contribuindo para a pureza da cinza (Krishnarao; Subrahmanyam; Kumar, 2001; Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Cordeiro *et al.*, 2020). Posteriormente, a etapa de queima também é importante para o ajuste da composição química, visto que elimina a matéria orgânica e os materiais à base de carbono, contribuindo para a concentração de sílica. Em suma, é importante que os subprodutos agroindustriais passem por um processo de produção controlado, com etapas bem definidas, a fim de que suas características químicas sejam otimizadas e viabilizem sua utilização como material cimentício suplementar.

### 2.2.2 PRODUÇÃO DE CINZAS AGROINDUSTRIAIS PARA UTILIZAÇÃO COMO POZOLANA

Uma adição mineral com composição química adequada para ser utilizado como pozolana deve ser rico em sílica amorfa e possuir o menor teor possível de contaminantes, a fim de aumentar sua reatividade (Cordeiro *et al.*, 2020; De Lima; Cordeiro, 2021). Nesse contexto, Cordeiro *et al.* (2020) realizaram tratamento químico preliminar nos resíduos agroindustriais avaliados (cinza do bagaço de cana-de-açúcar, cinza da palha de milho, cinza da casca de arroz e cinza da folha de bambu) através da lixiviação com ácido clorídrico (HCl).

Essa técnica é difundida na literatura para realização em resíduos agroindustriais, a fim de contribuir para a eliminação dos contaminantes e para a concentração da sílica presente no material (Krishnarao; Subrahmanyam; Kumar, 2001; Blanco; Garcia; Ayala, 2005; Affandi *et al.*, 2009; Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017; Cordeiro *et al.*, 2020; De Lima; Cordeiro, 2021). O ácido, ao entrar em contato com a amostra, dissolve o material alcalino dos contaminantes, contribuindo para sua extinção. Diferentes ácidos têm sido empregados na lixiviação de materiais cimentícios suplementares, como sulfúrico (Blanco; Garcia; Ayala, 2005), clorídrico (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017) e cítrico (De Lima; Cordeiro, 2021).

Por outro lado, metais alcalinos são solúveis em água, tanto em sua forma de sal, como de óxido e hidróxido (Brady; Humiston, 2014). Dessa forma, alguns estudos realizaram tratamento químico de lavagem em água quente de capim elefante (Cordeiro; Sales, 2015), palha da cana de açúcar (Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017) e casca de arroz (Xu *et al.*, 2018) para a geração de cinzas pozolânica de elevada reatividade. O procedimento foi eficaz na diminuição expressiva no teor de  $K_2O$  das cinzas, o que proporcionou aumento de sua atividade pozolânica. Neste caso, o aumento da temperatura da água acelera a velocidade de dissolução dos óxidos contaminantes. Embora a lavagem tenha sido empregada com sucesso, não existem estudos que avaliem a eficácia da água em temperatura ambiente como agente de lixiviação.

Além do tratamento preliminar, a etapa de queima também exerce papel fundamental na composição química das amostras e na reatividade das cinzas, pois, ao submeter esses materiais à calcinação, o carbono presente na matéria orgânica e outros elementos provenientes do solo são consumidos, diminuindo o teor de perda ao fogo e fazendo com que a composição química da cinza seja predominantemente silicosa (Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2009b). A aplicação de cinzas com alto teor de carbono em compósitos cimentícios pode causar diminuição na resistência à compressão do sistema cimentício e retardo significativo nas reações de hidratação do cimento. Além disso, partículas de carbono são altamente porosas, o que pode causar efeitos negativos na trabalhabilidade de concretos, argamassas e pastas, exigindo maior teor de aditivo superplastificante. Produtos contendo cinzas com alto teor de carbono também podem apresentar coloração escura, sendo inadequados

para diversas aplicações, como em fachadas (Cordeiro; Barroso; Toledo Filho, 2018). Por outro lado, concretos pigmentados podem ser interessantes, desde que suas propriedades mecânicas e durabilidade sejam mantidas (Paris; Chusid, 1999).

Outra etapa fundamental na produção de pozolanas é a moagem. As características das partículas das pozolanas são de grande relevância para sua reatividade. Além disso, os efeitos de aditivos pouco ou medianamente reativos em matrizes cimentícias são mais dependentes do seu tamanho de partícula, forma e textura, do que propriamente da sua composição química (Cordeiro, 2006).

O procedimento de moagem é eficaz para diminuição da granulometria das cinzas pozolânicas e para o aumento de sua atividade pozolânica. (Cordeiro, 2006; Cordeiro *et al.*, 2008; Cordeiro *et al.*, 2009; Cordeiro *et al.*, 2011; Arvaniti *et al.*, 2015; Rodier *et al.*, 2019; Memon *et al.*, 2020). Em um estudo com cinza do bagaço da cana-de-açúcar, Cordeiro (2006) demonstrou a relação direta entre o tempo de moagem, a superfície específica e a reatividade das cinzas, conforme mostrado na Figura 4. Neste caso, o maior tempo de moagem promoveu a diminuição na granulometria da cinza, o que contribuiu para o aumento de sua superfície específica. Com isso, foi disponibilizada uma maior área de contato para reagir com o hidróxido de cálcio proveniente da hidratação do cimento, favorecendo a taxa de reação e, conseqüentemente, aumentando o índice de atividade pozolânica da cinza.

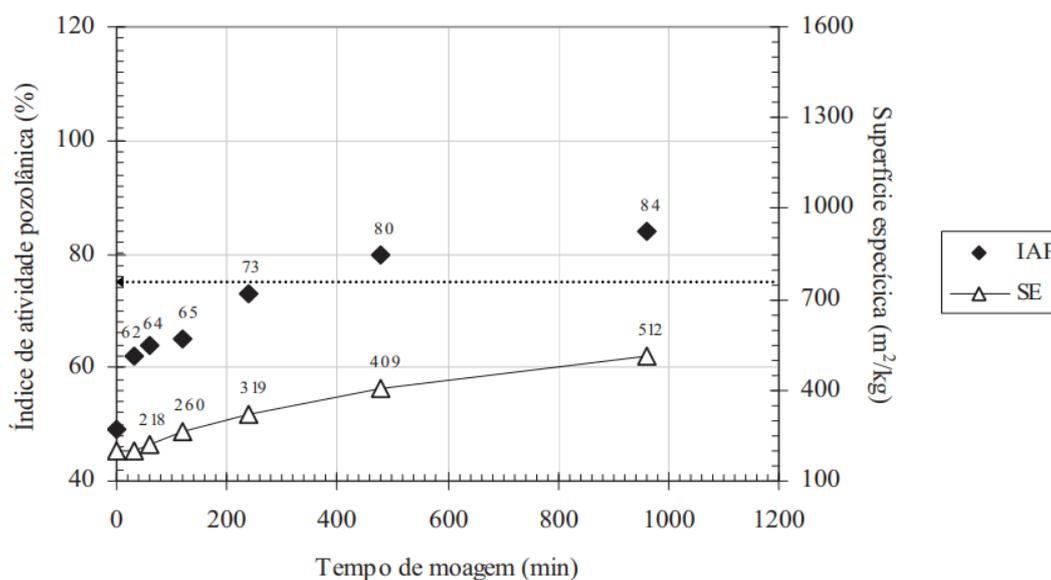


Figura 4 – Valores de índice de atividade pozolânica com cimento Portland (IAP) e superfície específica (SE) para as cinzas do bagaço de cana-de-açúcar produzidas por moagem rotativa (Cordeiro, 2006).

A moagem ultrafina também possibilita um melhor empacotamento de partículas, podendo compensar o efeito negativo de diluição com o efeito fíler, mantendo ou, em alguns casos, até aumentando a resistência à compressão dos sistemas cimentícios (Cordeiro, 2006; Cordeiro *et al.*, 2008; Rodier *et al.*, 2019; Memon *et al.*, 2020). Com relação à durabilidade de concretos, o efeito fíler possibilitado pela moagem adequada permite o refinamento de poros, dificultando a permeabilidade de agentes agressivos (Cordeiro *et al.*, 2009; Xu *et al.*, 2015).

### 2.3 BAMBU E SUAS CARACTERÍSTICAS

O bambu é uma planta gramínea que possui uma ampla presença geográfica. Globalmente, existem cerca de 1.300 variedades de bambu. As espécies de bambu se desenvolvem naturalmente em uma faixa de temperatura entre 8 e 36 °C e, portanto, são encontradas em todos os continentes, com exceção da Europa. A Figura 5 mostra a distribuição geográfica de bambus no mundo. A Ásia detém a maior proporção de espécies nativas, representando aproximadamente 62% do total, seguida pela América com 34%, enquanto a África e a Oceania abrigam, cada uma, cerca de 4% das espécies. No contexto das Américas, o Brasil se destaca como líder em ocorrência, abrigando cerca de 200 espécies de bambu, tanto nativas quanto exóticas (Guarnetti, 2013; Drumond; Wiedman, 2017).

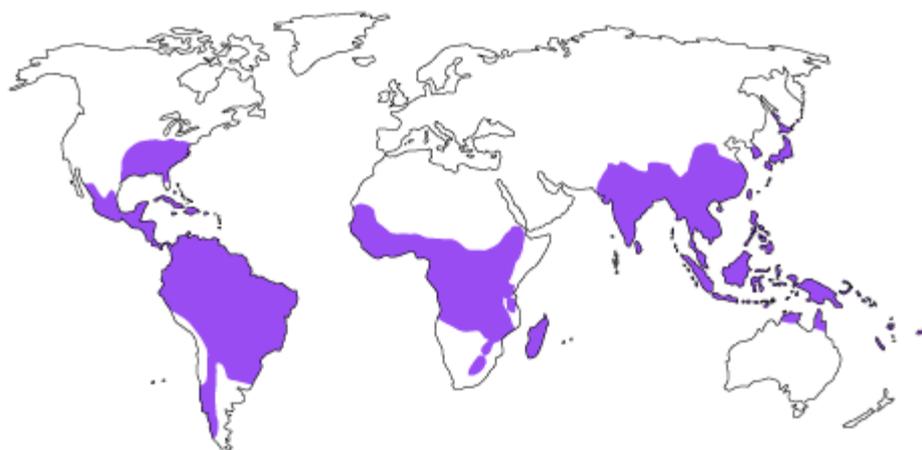


Figura 5 – Distribuição geográfica de bambus no mundo (Department of Ecology, Evolution, and Organismal Biology, 2018).

A China abriga cerca de 300 espécies de bambu ocupando, em área, 33.000 km<sup>2</sup>, aproximadamente 3% da área florestal do país. Na Índia, existem 130 espécies

de bambu, abrangendo 13% de sua área florestal, o que equivale a 96.000 km<sup>2</sup> (Guarnetti, 2013).

No Brasil, as condições climáticas favoráveis oferecem um ambiente propício para o plantio de várias espécies de bambu com valor comercial. Uma das maiores concentrações de florestas nativas de bambu no mundo está situada na região da Amazônia Sul-Occidental, somando aproximadamente 180.000 km<sup>2</sup>, que abrangem parte do estado do Amazonas e a maior porção do estado do Acre. Essa área também inclui territórios vizinhos na Bolívia e no Peru (Guarnetti, 2013; Drumond; Wiedman, 2017).

O cultivo do bambu apresenta múltiplas vantagens em várias perspectivas. A primeira delas é a sua notável taxa de crescimento, uma vez que leva menos tempo para atingir a maturidade em comparação com árvores, geralmente entre 4 a 5 anos. Além disso, o bambu possui um processo de cultivo, colheita e manutenção considerado simples, pois dispensa a necessidade de pesticidas e fertilizantes durante o plantio, a colheita é manual e seu transporte é facilitado devido à sua leveza em comparação com a madeira (Mendonça, 2018).

A China é o país que mais utiliza o bambu, devido à sua abundância no território local, com uma estimativa de mais de quatro mil aplicações tradicionais abrangendo uma variedade de setores como construção, agricultura, artesanato, utensílios domésticos, artes e tarefas cotidianas. Na Ásia, por sua vez, cerca de 80% do bambu é direcionado predominantemente para fins de construção. Também existem aplicações para o bambu na indústria alimentícia, a partir da extração de amido de suas fibras (Campos, 2017). Outras aplicações incluem a indústria de papel e celulose e a geração de biomassa para produção de energia, ainda pouco explorada (Guarnetti, 2013). Entretanto, as mais diversas aplicações do bambu resumem-se em seu caule (ou colmo). Dessa forma, as folhas do bambu, que possuem alto poder calorífico e elevada renovabilidade, acabam sendo desperdiçadas e configuram-se como resíduos do cultivo de bambu e, geralmente, são utilizadas apenas como compostagem ou adubo.

Ao longo de seu ciclo de vida, o bambu acumula sílica em sua composição, com maiores concentrações em suas folhas (Motomura; Hikosaka; Suzuki, 2008). Assim, ao submeter as folhas de bambu à calcinação, o carbono presente na matéria orgânica é consumido, fazendo com que a composição química da cinza seja

predominantemente silicosa, o que favorece sua utilização como material cimentício suplementar.

### 2.3.1 O EMPREGO DE CINZA DA FOLHA DE BAMBU COMO MATERIAL CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR

Muitos estudos produziram cinzas da folha de bambu ricas em sílica, com teores acima de 75% (Dwivedi *et al.*, 2006; Frías *et al.*, 2012; Dhinakaran; Chandana, 2016; Cordeiro *et al.*, 2020; Silva *et al.*, 2021; Nduka *et al.*, 2022), independente do processo de produção adotado. Isso comprova que, de fato, o bambu acumula sílica em suas folhas, o que favorece a aplicação desse material como pozolana.

Roselló *et al.* (2015) conduziram um estudo de caracterização microscópica das folhas de bambu antes e depois da calcinação. Foram encontradas células-reservatório de sílica nas folhas, chamadas de fitólitos, alinhadas ao longo do eixo longitudinal da folha (Figura 6a). Após calcinação a 550 °C e a 850 °C, o mesmo arranjo de fitólitos foi observado (Figura 6b), mantendo um perfeito espodograma (padrão de cinzas produzido pela incineração de uma planta) com maiores concentrações de sílica.

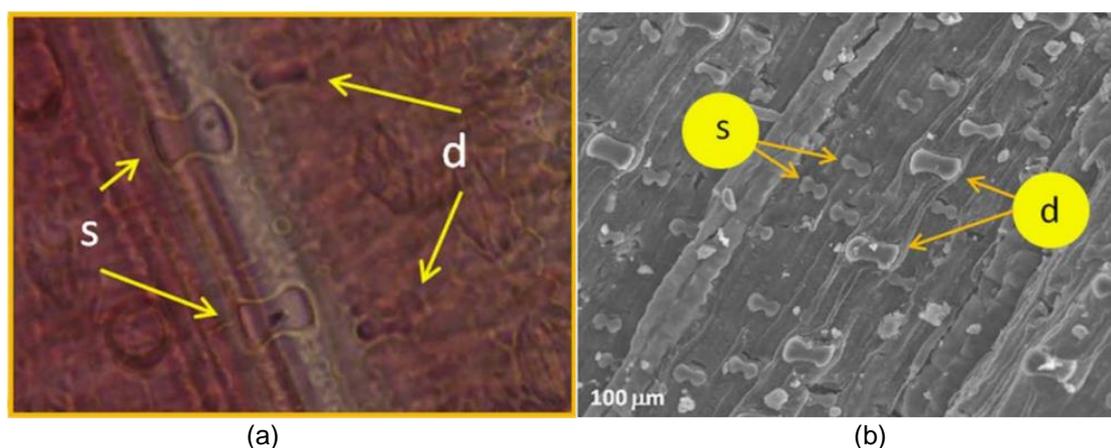


Figura 6 – Micrografia da folha de bambu (a) antes da calcinação e (b) após calcinação a 550 °C. d: fitólitos em formato de haltere; s: fitólitos em formato de sela (Roselló *et al.*, 2015).

De todos os trabalhos examinados, apenas Cordeiro *et al.* (2020) utilizaram o tratamento prévio de lixiviação ácida como estratégia para remoção de contaminantes e aumento da concentração de sílica da cinza de folha de bambu. Como resultado, a

CFB obtida apresentou composição química otimizada, livre de  $K_2O$  e com teor de sílica de 91% e perda ao fogo de 2%.

Com relação à queima, Villar-Cociña *et al.* (2018) submeteram a folha de bambu à calcinação em mufla, inicialmente a 400 °C por 60 minutos, para remoção de matéria orgânica. Por fim, as amostras foram levadas a 500, 600 e 700 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min. Quanto maior a temperatura máxima de queima, menor foi o teor de perda ao fogo obtido, indicando a liberação do carbono presente na matéria-prima. As queimas em diferentes temperaturas resultaram em cinzas compostas de sílica predominantemente amorfa, caracterizada pelo halo observado nas curvas de difratometria de raios X (DRX) entre 15° e 40° 2 $\theta$ , mostradas na Figura 7. No entanto, foi notada a formação de cristobalita (fase cristalina e não reativa da sílica) nas cinzas calcinadas a 700 °C.

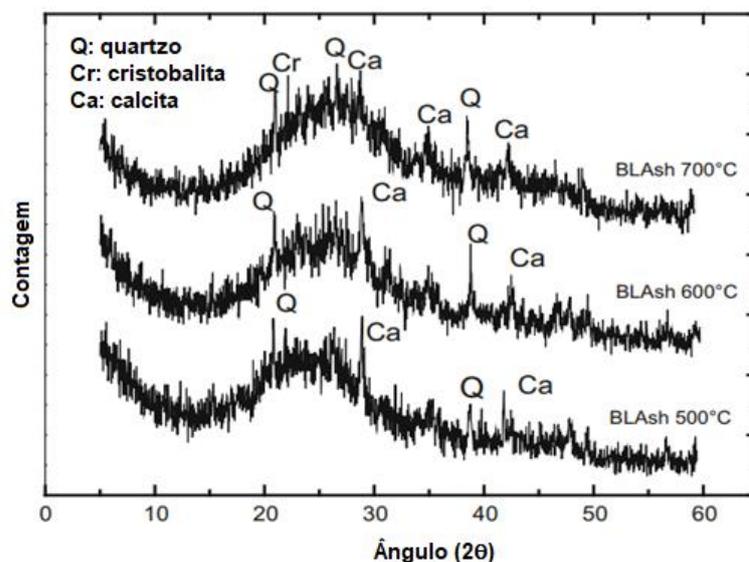


Figura 7 – Padrão de DRX para cinzas da folha de bambu (Villar-Cociña *et al.*, 2018).

Embora o controle da queima seja importante, alguns autores optaram por produzir cinza da folha de bambu por queima não controlada, também chamada de autógena (Dwivedi *et al.*, 2006; Umoh; Odesola, 2015; Moraes *et al.*, 2019; Cordeiro *et al.*, 2020, Silva *et al.*, 2021). As principais vantagens desse método estão relacionadas ao baixo custo de aplicação e à economia energética, visto que se aproveita o poder calorífico do próprio material, utilizando-o como fonte de energia.

Silva *et al.* (2021) queimaram as folhas de bambu de forma autógena, e obtiveram cinza com perda ao fogo de 9,2%, considerada aceitável pela NBR 12653

(ABNT, 2014a). Por outro lado, Moraes *et al.* (2019) também produziram CFB por autocombustão, alcançando temperatura máxima de 738 °C. A cinza obtida apresentou fases cristalinas. Além disso, o teor de perda ao fogo da cinza foi de 11,3%, indicando uma queima ineficiente e a presença de carbono remanescente em sua composição.

Umoh e Odesola (2015) utilizaram a queima conjugada de folhas de bambu para geração de cinzas pozolânicas. Após uma etapa inicial de queima autógena, a estratégia utilizada pelos autores para garantir composição química adequada e completa combustão do carbono – não alcançada por Moraes *et al.* (2019) – foi uma segunda etapa de queima, em mufla, a 600 °C por 2 h. Os autores obtiveram, então, uma cinza com baixa perda ao fogo, de 2,9%. A mesma metodologia foi utilizada com sucesso por Odeyemi *et al.* (2022), que também produziram uma cinza de composição química adequada para ser aplicada como pozolana.

O procedimento de queima conjugada também foi adotado por Cordeiro *et al.* (2020). Os autores realizaram uma etapa inicial de queima autógena, realizada em forno piloto rudimentar ilustrado na Figura 8a, e uma segunda etapa, em mufla, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e curto patamar de queima aos 600 °C por apenas 15 min, um tempo de residência bem menor do que seria necessário caso a queima fosse realizada apenas em laboratório. Os autores comprovaram que a queima autógena gera curvas de temperatura bem próximas à curva de queima em mufla, conforme mostrado no gráfico da Figura 8b.

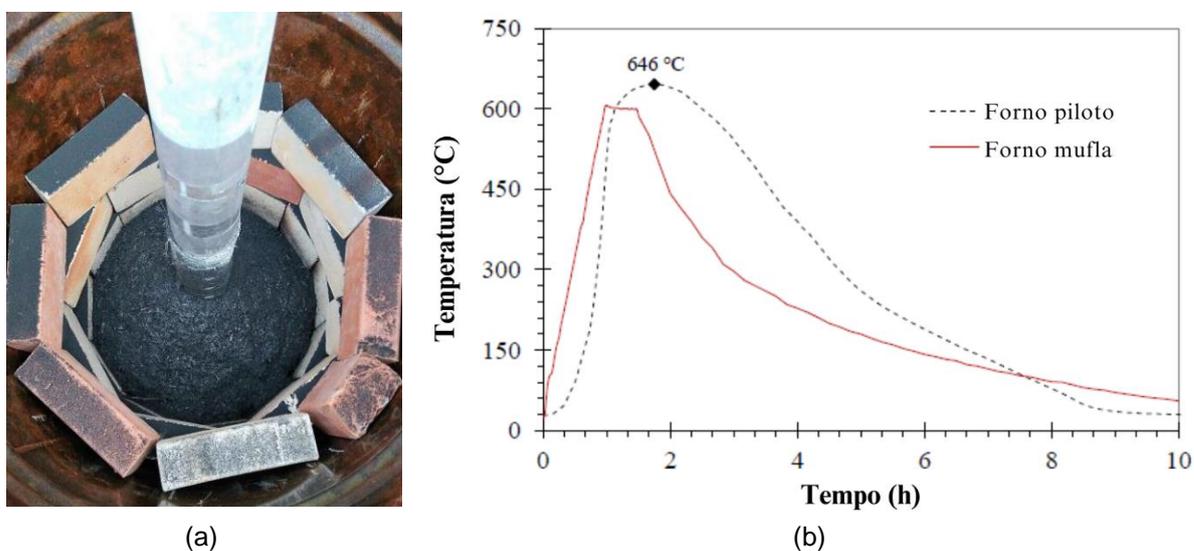


Figura 8 – Interior do forno piloto para queima autógena (a); curvas de variação da temperatura nos fornos piloto e mufla ao longo do tempo de queima (b) (adaptado de Cordeiro *et al.*, 2020).

Na queima conjugada, a etapa inicial de queima (autógena), promove a diminuição de volume do material a ser queimado na etapa posterior (em mufla), consumindo menos energia do que a queima convencional, apenas em mufla, para produzir a mesma quantidade de cinza final. Essa estratégia remete à queima conjugada utilizada por Andreão *et al.* (2019) na produção de cinza do bagaço de cana-de-açúcar de elevada reatividade.

Neste trabalho, o procedimento de queima conjugada será adotado, com o objetivo de aproveitar o poder calorífico das folhas e produzir uma cinza reativa e de baixo teor de carbono com gasto energético reduzido.

A moagem também é uma etapa importante na produção de MCS. Moraes *et al.* (2019) submeteram a CFB à moagem em moinho de bolas por 50 minutos, obtendo um material com diâmetro médio de partículas de 26,1  $\mu\text{m}$  e distribuição granulométrica regular. A Figura 9 mostra o aspecto das cinzas antes e depois da moagem. Na Figura 9a, podem ser observados fitólitos silicosos, indicados por setas, assim como aqueles notados por Roselló *et al.* (2015). Após a moagem (Figura 9b), essas estruturas inexistem, e a cinza tem aspecto poroso e rugoso.

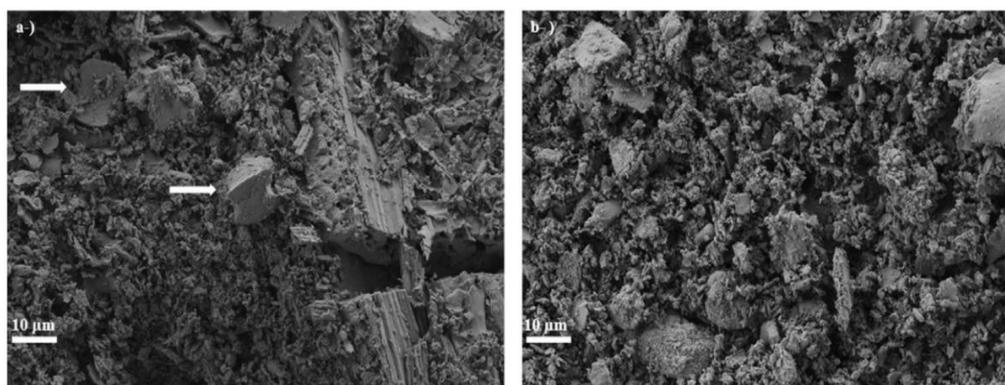


Figura 9 – Micrografias da cinza da folha de bambu antes da moagem (a) e após 50 minutos de moagem (b) (Moraes *et al.*, 2019).

No trabalho de Silva *et al.* (2021), a cinza foi moída por 50 min, alcançando um  $D_{50} = 17,4 \mu\text{m}$  e tamanho máximo de partícula de 94,6  $\mu\text{m}$ . Por sua vez, Cordeiro *et al.* (2020) moeram a CFB em moinho de bolas por 30 min, e obtiveram  $D_{50} = 7,6 \mu\text{m}$ . É importante destacar o curto tempo de moagem necessário para obter uma cinza ultrafina, o que foi possibilitado pelo procedimento de lixiviação ácida realizada pelos autores, que contribuiu para a moabilidade da cinza.

Poucos trabalhos com CFB encontrados na literatura realizaram o procedimento de moagem das cinzas. Considerando a importância do controle da granulometria das adições minerais (Cordeiro; Toledo Filho, Fairbairn, 2009a), uma das lacunas do conhecimento a serem preenchidas é a definição de um processo de produção que inclua a moagem como etapa essencial para a obtenção de uma cinza otimizada, com alta atividade pozolânica.

Cordeiro *et al.* (2020) avaliaram a atividade pozolânica da CFB pelo método do índice de desempenho proposto pela NBR 5752 (ABNT, 2014b), e obtiveram um valor de 140%. Esse resultado foi atribuído a fatores como o alto teor de sílica presente na cinza (91%), predominantemente amorfa, e a alta superfície específica (199 m<sup>2</sup>/g) da cinza como consequência da lixiviação ácida preliminar. Vale ressaltar, também, que os autores utilizaram cinzas ultrafinas, com tamanho característico  $D_{50}$  de 7,6 µm, o que certamente contribuiu para a alta pozolanicidade das cinzas.

Por outro lado, a cinza produzida por Dhinakaran e Chandana (2016), sem controle de granulometria e sem tratamento prévio, apresentou índice de desempenho de 86%. Embora seja suficiente para caracterizar a cinza como pozolânica, esse valor indica que há um decréscimo de resistência à compressão em relação à argamassa de referência, o que indica a importância da lixiviação e do procedimento de moagem no aumento da reatividade das cinzas.

Diversos estudos avaliaram a incorporação de cinzas de folha de bambu como MCS em sistemas cimentícios. Singh *et al.* (2007) avaliaram a hidratação de pastas contendo 0 e 20% de substituição de cimento por CFB por calorimetria de varredura diferencial, cujas curvas estão apresentadas na Figura 10.

Observou-se dois picos endotérmicos aos 101 °C e 480 °C. O primeiro pico está relacionado à decomposição da etringita e do C-S-H. Para a pasta contendo CFB, esse pico foi mais largo e aumentou com o tempo de cura, indicando a formação de mais produtos de hidratação nessa pasta do que na de controle. O segundo pico, por sua vez, corresponde a decomposição do CH formado durante a hidratação. No caso da pasta de referência, a área do pico aumenta com o tempo de hidratação. Já na mistura contendo CFB, ocorre o contrário: maior tempo de hidratação resulta em menor área do pico de decomposição do CH, indicando que houve consumo desse produto pelas reações pozolânicas.

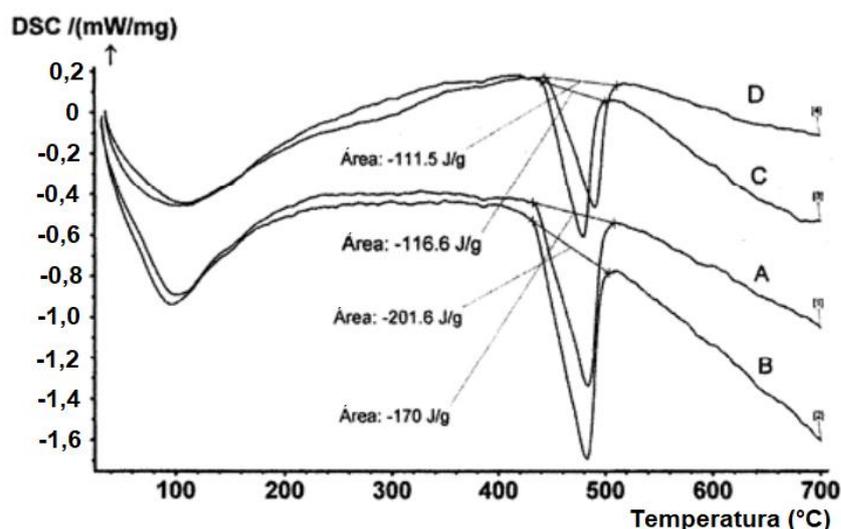


Figura 10 – Curvas de calorimetria de varredura diferencial referente à hidratação das pastas: A: de referência, curada por 7 dias; B: de referência, curada por 14 dias; C: contendo CFB, curada por 7 dias; D: contendo CFB, curada por 14 dias (Singh *et al.*, 2007).

Cordeiro *et al.* (2020) avaliaram a evolução do calor de hidratação de pastas por calorimetria isotérmica e as curvas resultantes estão apresentadas na Figura 11. Observou-se que a adição de cinza da palha de milho (P-CSA) e do bagaço de cana (P-SBA) não provocou modificações significativas na hidratação em comparação à pasta de referência (P-REF). A incorporação da cinza da casca de arroz (P-RHA) e da folha de bambu (P-BLA), no entanto, promoveu a diminuição do período de indução, apesar da utilização de altos teores de superplastificante nessas misturas. Dessa forma, o efeito de nucleação heterogênea superou o retardo na hidratação causado pelo aditivo superplastificante para ambas as pozolanas (Cordeiro *et al.*, 2020).

Por outro lado, diversos trabalhos utilizando CFB como MCS indicaram retardo nos tempos de pega de pastas contendo a pozolana (Arum; Ikumapayi; Aralepo, 2013; Umoh; Odesola, 2015; Aboluwarin *et al.*, 2017; Olutoge; Oladunmoye, 2017; Mujedu *et al.* 2018; Onikeku *et al.*, 2019). Vale ressaltar que em nenhum desses trabalhos a cinza passou pela etapa de moagem, que influencia diretamente na ação física das adições minerais e, portanto, na ocorrência de nucleação heterogênea para aceleração da hidratação. A distribuição granulométrica foi controlada, em todas essas pesquisas, por peneiramento, o que garante um tamanho máximo de partículas, mas não estabelece uma distribuição granulométrica ideal. Dessa forma, os efeitos da folha de bambu devidamente calcinada e moída na hidratação de pastas cimentícias ainda necessitam de uma avaliação mais aprofundada.

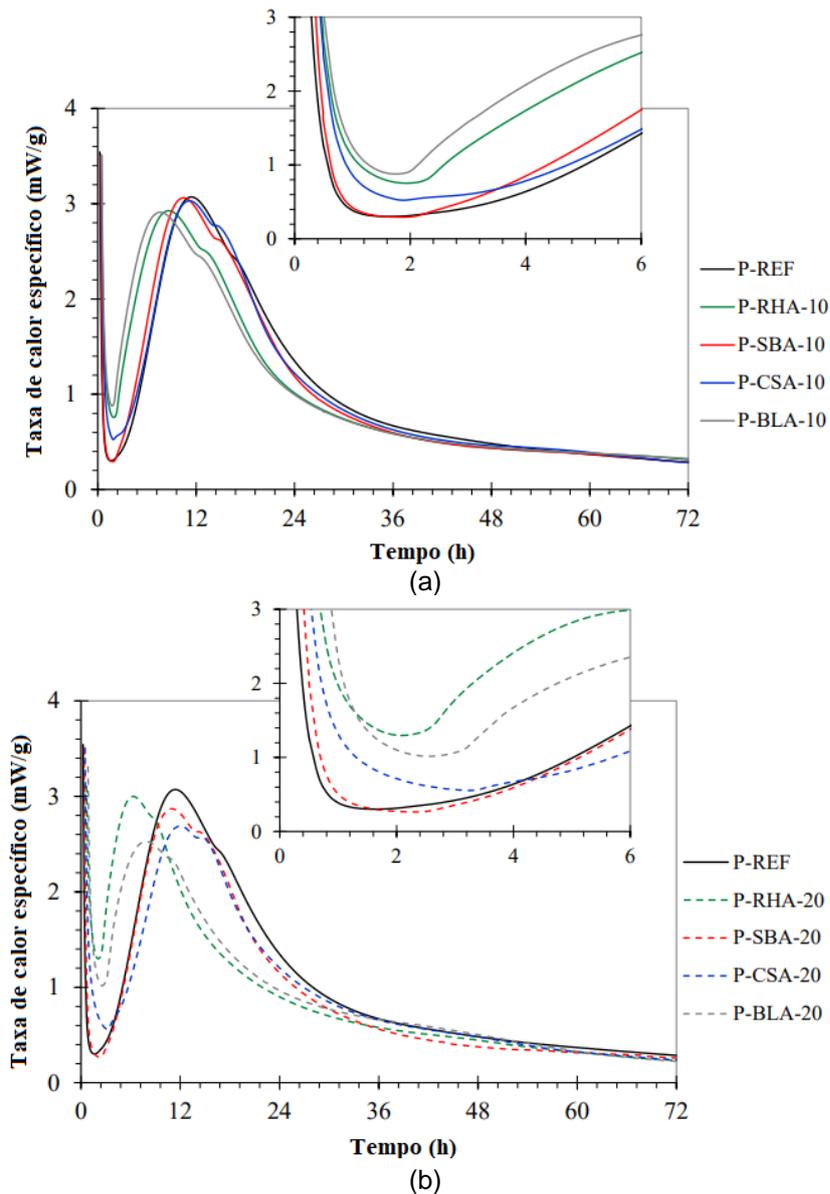


Figura 11 – Curvas de fluxo de calor de referência e pastas contendo 10% (a) e 20% (b) de adições minerais (adaptado de Cordeiro *et al.*, 2020).

Com relação ao comportamento dos materiais cimentícios no estado endurecido, a propriedade mais avaliada nos trabalhos publicados é a resistência à compressão. Dwivedi *et al.* (2006) avaliaram a resistência à compressão de argamassas aos 3, 7 e 28 dias de cura. Os valores de resistência aumentaram ao longo do tempo, mas foram menores que a argamassa de controle, devido ao efeito de diluição e, conseqüentemente, menor formação de produtos da hidratação do cimento. Entretanto, aos 28 dias, a resistência das argamassas contendo CFB foi comparável à de controle, devido à ocorrência das reações pozolânicas.

Resultados similares foram encontrados por Frías *et al.* (2012), que realizaram testes de compressão em corpos de prova prismáticos de argamassa, com relação água-aglomerante de 0,5, aos 7, 28 e 90 dias. As misturas contendo CFB em 10 e 20% em da massa de aglomerante apresentaram, em todas as idades, valores de resistência menores que os da argamassa de referência. Aos 28 e 90 dias, entretanto, as diferenças não foram significativas estatisticamente, comprovando a alta reatividade da CFB.

Ademola e Buari (2014) fizeram ensaios mecânicos em concretos contendo 0, 5, 10 e 15% de CFB, utilizando corpos de prova cúbicos curados por imersão em água. Resultados concordantes com os estudos anteriores foram encontrados. Aos 21 dias, houve uma queda brusca na resistência à compressão de concretos contendo 5, 10 e 15% de CFB. No entanto, aos 28 dias, o concreto contendo 10% de CFB apresentou resistência comparável ao de controle.

Umoh e Odesola (2015), por sua vez, testaram corpos de prova cúbicos de argamassa e obtiveram resultados ainda melhores que os estudos anteriores. Em todas as idades avaliadas, a saber, 7, 14, 28 e 90 dias, a resistência à compressão das argamassas contendo 5 e 10% de CFB apresentaram valores de resistência superiores à referência, sendo 5% a porcentagem de melhor resultado, com um acréscimo de resistência de 32% aos 90 dias. Além disso, a mistura contendo 15% de MCS apresentou comportamento similar à de controle em todas as idades, permitindo o uso de uma maior quantidade de pozolana sem perdas na resistência à compressão.

Dhinakaran e Chandana (2016) também alcançaram resultados diferentes dos anteriores. Os autores produziram corpos de prova cúbicos de concreto e optaram por manter a mesma trabalhabilidade para todas as misturas. Assim, as misturas contendo CFB demandaram mais água no traço devido à maior superfície específica das cinzas, resultando no aumento da relação água-aglomerante e, conseqüentemente, na redução significativa da resistência para todos os concretos contendo pozolana.

Ikumapayi (2016) testou à compressão corpos de prova cúbicos de concreto contendo 0, 8, 12 e 16% de CFB. A autora realizou análise de variância e calculou a diferença mínima significativa entre os valores obtidos, a fim de avaliar estatisticamente os resultados. Os valores obtidos para misturas contendo 8 e 12%

de CFB diferiram significativamente do concreto de controle, caracterizando um aumento considerável na resistência.

Moraes *et al.* (2019) também constataram bons resultados de resistência à compressão de corpos de prova prismáticos contendo 5, 10, 15, 20, 25 e 30% em massa de CFB, nas idades de 7, 28 e 90 dias. O resultado mais significativo foi encontrado para 25% de substituição aos 90 dias, com aumento de 15% na resistência com relação à mistura de controle. Os autores atribuíram tal resultado à ocorrência de efeitos químicos e físicos provenientes da adição mineral.

Silva *et al.* (2021) produziram argamassas com 10, 20 e 30% de substituição de cimento por CFB e avaliaram a resistência à compressão aos 7, 28 e 90 dias. De forma geral, as argamassas contendo CFB não apresentaram diferenças significativas de resistência em relação à argamassa de controle em nenhuma das idades avaliadas. O melhor desempenho foi alcançado pela mistura com 30% de substituição, que, aos 90 dias, apresentou resistência à compressão superior à referência.

Com relação à durabilidade, Ademola e Buari (2014) estudaram a influência de ambientes de cura agressivos no ganho de resistência de concretos contendo CFB. Os corpos de prova foram curados por imersão em soluções de sulfato de sódio, sulfato de cálcio e sulfato de magnésio, em concentrações de 0,5%, 1,5% e 2,5%. Os resultados mostraram que o concreto de referência sofre uma queda de resistência quando curado em solução de sulfato, tanto maior quanto maior é a concentração da solução. Os concretos contendo 10% de CFB apresentaram comportamento semelhante, porém, a perda de resistência foi menos pronunciada do que para o de controle, indicando um aumento na durabilidade dos concretos proporcionado pela incorporação da CFB como pozolana.

Outros trabalhos, apesar de não terem avaliado diretamente a durabilidade dos sistemas cimentícios, obtiveram diminuição nos valores de porosidade e absorção de água (Umoh; Ujene, 2014; Dhinakaran; Chandana, 2016; Moraes *et al.*, 2019; Onikeku *et al.*, 2019). Sabe-se que a alta porosidade é uma das maiores causas de deterioração de concretos, devido a possibilidade de penetração de água e agentes agressivos (Mehta; Monteiro, 2008).

Com base na revisão apresentada, fica evidente que a CFB tem grande potencial para ser aplicada como material cimentício suplementar. A alta reatividade dessa cinza está comprovada, podendo, inclusive, ser comparada à cinza da casca de arroz. Por isso, espera-se que sua influência na resistência mecânica de sistemas cimentícios seja positiva, conforme alcançado em diversas pesquisas. Entretanto, a influência da utilização da CFB como pozolana depende de diversos fatores, sobretudo aqueles relacionados à produção desse material, indicando que a produção controlada é fundamental para implementação dessa tecnologia em materiais cimentícios.

Ainda há muito a ser explorado, principalmente no que diz respeito à produção e caracterização da cinza da folha de bambu. Ainda não existe um consenso sobre as condições ideais de calcinação da matéria-prima e dos limites aceitáveis de contaminação. Quando se trata do processo de moagem para caracterização granulométrica e controle da superfície específica, a lacuna na literatura é ainda maior.

Não obstante, a influência da CFB nos processos de hidratação de pastas cimentícias ainda foi pouco explorada. Não foram encontrados trabalhos que fizessem avaliação por retração química, por exemplo. Além disso, também há poucas pesquisas acerca dos efeitos da cinza de folha de bambu na durabilidade de materiais cimentícios. Dessa forma, evoca-se a relevância do presente estudo para o conhecimento científico acerca da utilização da cinza da folha de bambu como material cimentício suplementar.

### 3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

A fim de cumprir com os objetivos propostos, o programa experimental foi organizado em quatro etapas, que compreendem a produção das cinzas, sua caracterização, bem como o estudo de sua aplicação na hidratação de pastas e na resistência mecânica e durabilidade de argamassas. O organograma que detalha as diferentes etapas do presente trabalho está apresentado na Figura 12. Além das cinzas, outros materiais como o quartzo ultrafino, os cimentos e a areia natural também foram caracterizados.

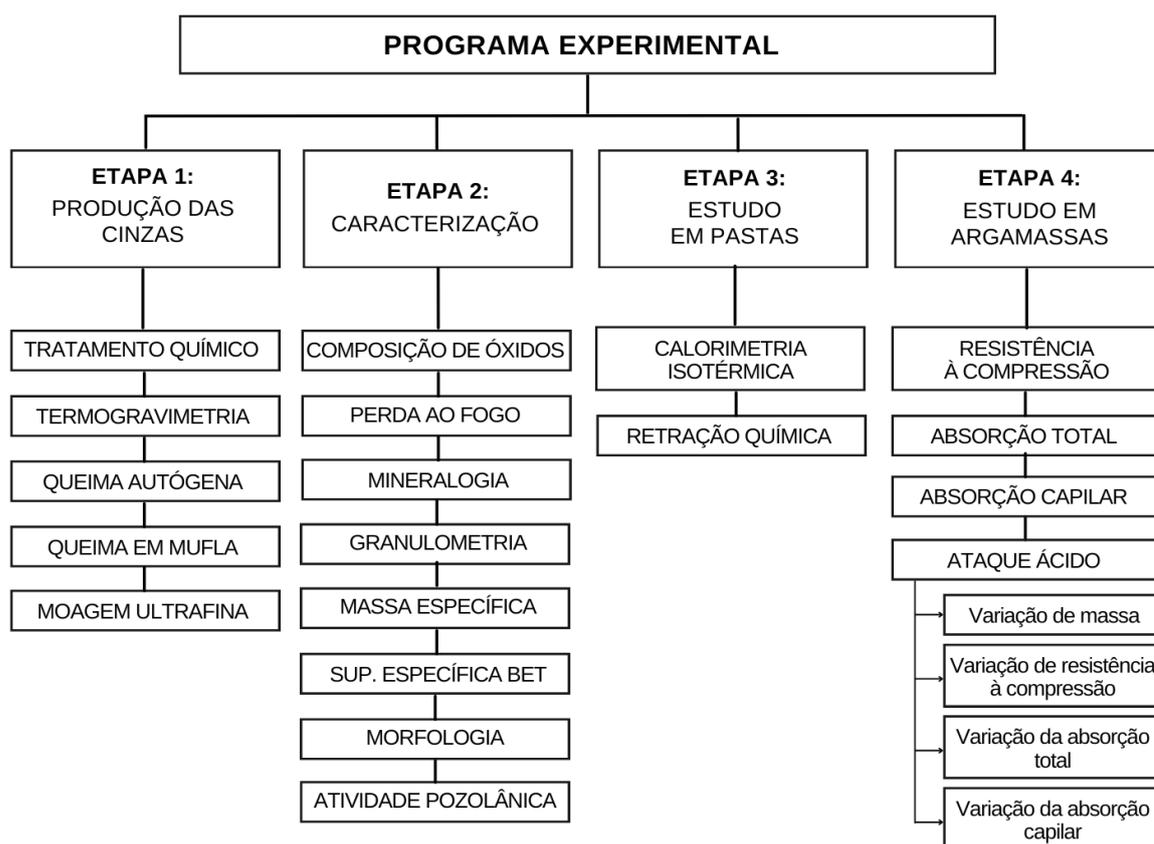


Figura 12 – Organograma do programa experimental da pesquisa.

#### 3.1 CINZAS DA FOLHA DE BAMBU

Para o estudo da aplicação da CFB como MCS, três cinzas foram produzidas, com diferentes composições química e mineralógica. Todas as cinzas foram originadas da queima de folhas de bambu da espécie *Bambusa vulgaris* (Figura 13a). Toda a matéria-prima foi coletada manualmente (Figura 13b) no *campus* da UENF, em Campos dos Goytacazes/RJ (Figura 13c) e em uma plantação localizada no distrito de Santo Eduardo, extremo norte do município de Campos dos Goytacazes

(Figura 13d). Durante as coletas, prezou-se por extrair apenas as folhas, retirando o máximo possível de fragmentos de talos, além de desprezar as folhas muito próximas ao solo, para evitar a contaminação.

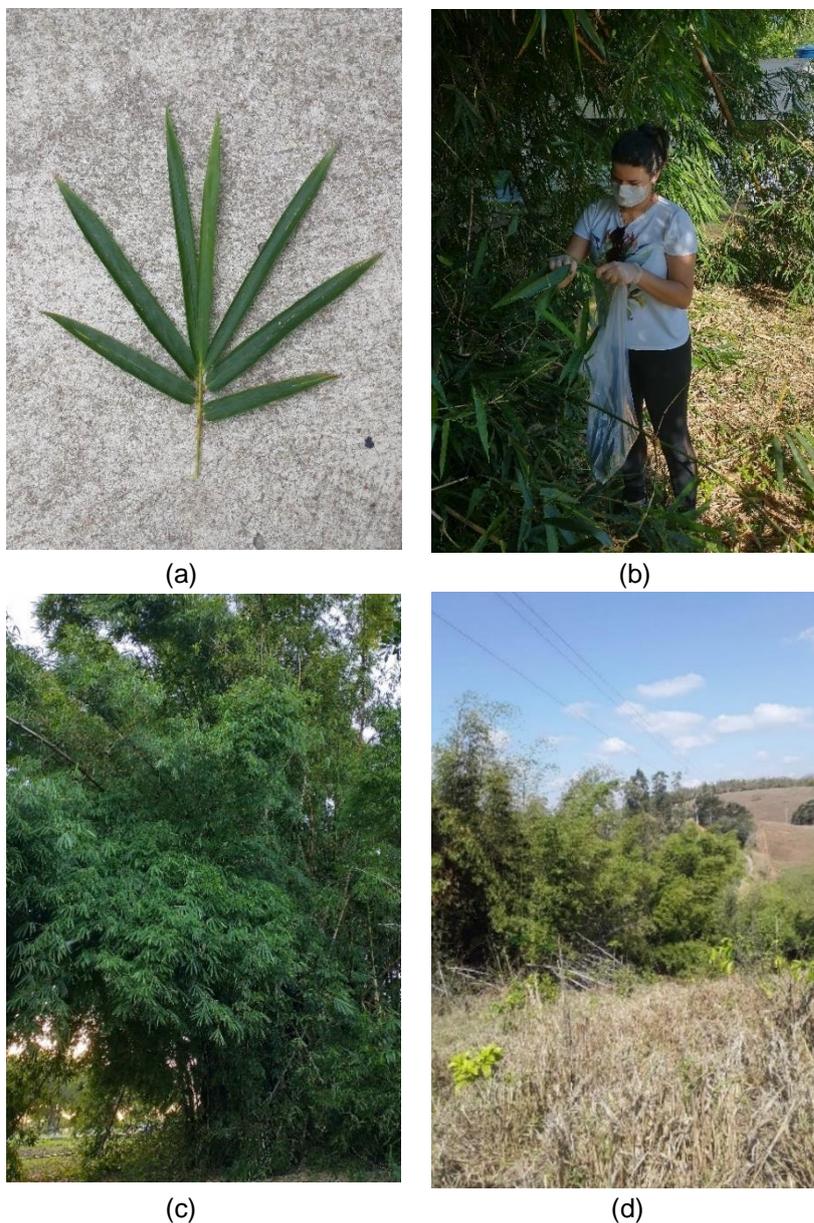


Figura 13 – Folhas de bambu da espécie *Bambusa vulgaris* (a); coleta manual das folhas de bambu (b); bambuzal no *campus* da UENF (c); bambuzal em Santo Eduardo, Campos dos Goytacazes (d).

Vale salientar que, conforme o mapa de solos do Brasil disponibilizado pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), os dois locais de coleta possuem tipos de solos diferentes. No *campus* da UENF, o solo predominante é o neossolo flúvico eutrófico, caracterizado pela presença de argila de baixa atividade e

de alta fertilidade. No distrito de Santo Eduardo, predomina o latossolo vermelho-amarelo distrófico, que consiste em um solo de baixa fertilidade (EMBRAPA, 2020). Por isso, o material coletado foi homogeneizado para eliminar possíveis influências do tipo de solo de cultivo do bambu nas características das cinzas geradas.

Após a coleta, as folhas passaram por secagem ao ar durante 24 h (Figura 14a) e, em seguida, a fim de retirar toda a umidade remanescente, foram levadas à estufa a 100 °C por 12 h (Figura 14b). Para facilitar os processos de tratamento químico e de calcinação, as folhas foram cominuídas manualmente, com o auxílio de uma tesoura, em pedaços de aproximadamente 2,5 cm (Figura 14c).



Figura 14 – Secagem das folhas de bambu ao ar (a) e em estufa (b); folhas de bambu cominuídas em pedaços de aproximadamente 2,5 cm.

O material foi, então, dividido em três amostras de aproximadamente 10 kg cada. A amostra 1 seguiu diretamente para a etapa de queima; a amostra 2 passou por tratamento químico preliminar, que consistiu em lixiviação em água deionizada à temperatura ambiente; e a amostra 3 também passou por tratamento químico de lixiviação, por sua vez, em solução de ácido cítrico. A Figura 15 apresenta um fluxograma da produção das diferentes amostras de cinza.

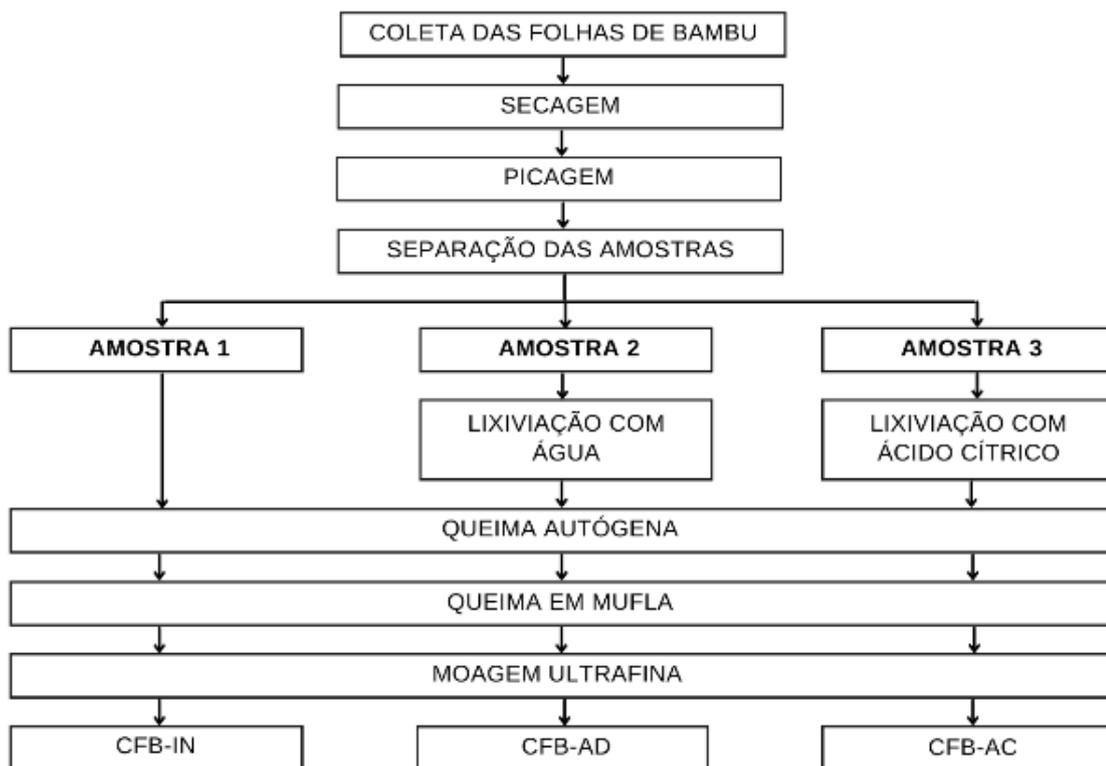


Figura 15 – Fluxograma de produção das cinzas da folha de bambu.

O procedimento de lixiviação tem como objetivo a eliminação de contaminantes alcalinos do material, aumentando a concentração de sílica da cinza resultante e, conseqüentemente, tornando-a mais pura e reativa.

Para investigar a hipótese de que a água seja eficaz na lixiviação mesmo em temperatura ambiente, desde que haja tempo suficiente para a total solubilização dos compostos. Para isso, uma das amostras de folha de bambu passou por lixiviação com água deionizada. A eficácia desse tratamento foi avaliada comparando-se os resultados com a amostra lixiviada com ácido cítrico, um ácido orgânico fraco, de mais fácil manipulação, que foi utilizado com sucesso na lixiviação de folhas de milho (De Lima; Cordeiro, 2021) e de casca de arroz (Umeda; Kondoh, 2008).

Os dois tratamentos foram realizados de forma semelhante, modificando apenas a solução de lixiviação. Os procedimentos de lixiviação foram similares ao adotado por De Lima e Cordeiro (2021). Para a lixiviação com água, as amostras de folhas de bambu foram imersas em água deionizada à temperatura ambiente, a uma relação de 2 L de água a cada 100 g de folhas, durante 72 h. Analogamente, para a lixiviação ácida, as folhas foram imersas em solução de ácido cítrico anidro ( $C_6H_8O_7$ ) de concentração 0,25% em temperatura ambiente por 72 h, utilizando-se, também,

uma relação de 2 L de solução a cada 100 g de folhas. Em termos da relação ácido-material, essa concentração corresponde a 0,026 M por 100 g de folhas. A concentração de ácido foi definida a partir de um estudo experimental prévio.

Embora diversos autores tenham realizado a lixiviação ácida para obtenção de cinzas com elevado grau de pureza, é notório que não existe um consenso acerca da concentração de ácido que se deve utilizar. Tratando-se da solução de lixiviação, as concentrações variam de 0,08% (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013) a 54% (Chakraverty; Mishra; Banerjee, 1988). Um estudo realizado por Vayghan, Khaloo e Rajabipour (2013) concluiu que baixos teores de ácido são suficientes para o aumento da reatividade da cinza da casca do arroz. Entretanto, o método utilizado pelos autores consistiu no tratamento com solução ácida em fervura durante 1 h. Além disso, o ácido utilizado pelos autores foi o clorídrico. Não existem estudos avaliando os efeitos de diferentes teores de ácido cítrico, de mais fácil manipulação, em temperatura ambiente.

Dessa forma, um estudo preliminar foi realizado sobre a concentração ideal de ácido cítrico a ser adotada na lixiviação das folhas em temperatura ambiente por 72 h. As amostras de folhas foram imersas em solução ácida, com concentrações variando entre 5% e 0,125%, sempre utilizando 2 L de solução a cada 100 g de folhas. Os resultados de teor de  $K_2O$  na cinza em função da concentração da solução de lixiviação estão apresentados na Figura 16 e foram importantes para a definição da concentração ótima. Vale ressaltar que, na cinza *in natura*, o teor de  $K_2O$  foi de 17,6%.

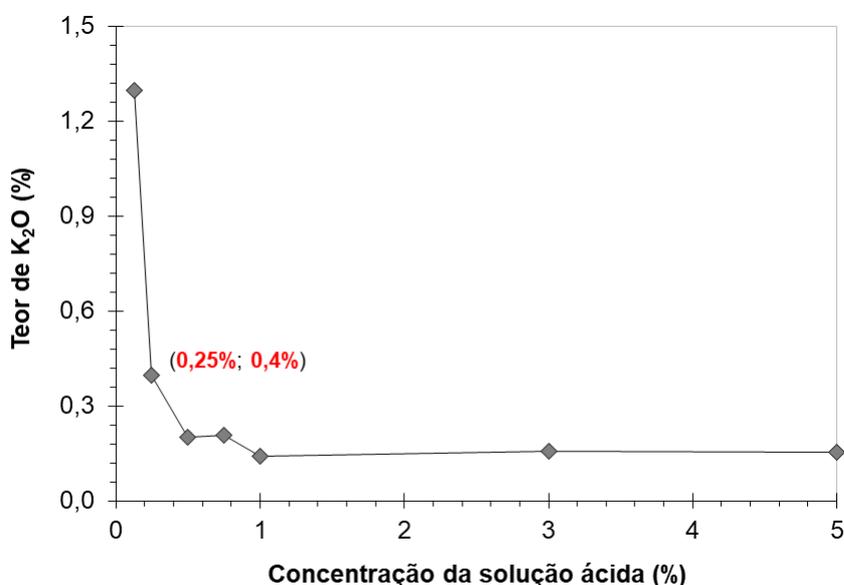


Figura 16 – Relação entre a concentração da solução ácida e o teor de  $K_2O$  das amostras de CFB.

A diminuição da concentração de ácido da solução de 5% até 0,50% não influenciou significativamente a eficiência do procedimento para eliminação do composto alcalino, mantendo o teor de  $K_2O$  próximo a 0,2%. Esse resultado está de acordo com as constatações de Vayghan, Khaloo e Rajabipour (2013), de que baixas concentrações de ácido clorídrico foram eficazes na remoção de componentes alcalinos de amostras de cinza de casca de arroz. Entretanto, para teores de ácido abaixo de 0,5%, a concentração começou a influenciar no resultado. A 0,25%, o teor de  $K_2O$  dobrou em relação às concentrações mais altas. Esse resultado sofreu alteração ainda mais expressiva para 0,125% de ácido. Dessa forma, foi adotado o teor de 0,25% para a lixiviação ácida das folhas de bambu, sendo considerado o teor ótimo, abaixo do qual ocorrem alterações expressivas nos resultados de composição química.

Posteriormente, para a remoção do ácido, as amostras foram lavadas em água deionizada corrente até a neutralização, verificada com o auxílio de um pHmetro digital portátil (Kasvi, modelo K39-0014PA, com precisão de  $\pm 0,1$ ). Ao final do processo, as folhas de bambu lixiviadas com água deionizada e com ácido cítrico foram identificadas como FB-AD e FB-AC, respectivamente. A amostra 1, que não passou por lixiviação, foi denominada FB-IN. Os processos de lixiviação e neutralização estão ilustrados na Figura 17.



Figura 17 – Lixiviação de uma amostra de folha de bambu (a) e o processo de neutralização em água corrente (b).

Após os procedimentos de tratamento com lixiviação, as três amostras distintas de folhas de bambu (*in natura* e lixiviadas em água e em ácido) seguiram para a etapa de queima. Neste trabalho, optou-se por realizar a queima conjugada, conforme o procedimento definido por Andreão *et al.* (2019), que consiste na queima autógena seguida por uma queima posterior, em mufla. A queima autógena parte do princípio de que, para produzir a cinza, é possível utilizar o potencial energético da biomassa de folha de bambu, que possui alto poder calorífico (Kumar; Chandrashekar, 2014; Liu *et al.*, 2016), resultando, assim, na economia de energia e, conseqüentemente, redução nos custos de produção. Trabalhos anteriores comprovaram que, embora não haja controle térmico nesse processo de queima, a temperatura não ultrapassa os 800 °C, o que inibe a cristalização da sílica (De Lima; Cordeiro, 2021; Almeida; Cordeiro, 2023).

Para esse procedimento, foi utilizado um forno rudimentar (Figura 18a), adaptado de Sugita (1994) por Andreão *et al.* (2019). O forno foi montado utilizando um tambor de aço revestido internamente por tijolos refratários (Figura 18b), a fim de impedir a troca de calor com o ambiente. Também foi instalada uma chaminé, que serviu de parâmetro para identificar o início da queima do material de forma espontânea. A queima foi iniciada a partir de uma fonte externa de calor, que consistiu em uma pequena chama na face inferior do latão. Assim que identificada a saída de fumaça através da chaminé (Figura 18c), a fonte externa de calor foi retirada, possibilitando a queima de todo o material de forma autógena, através de seu próprio poder calorífico.

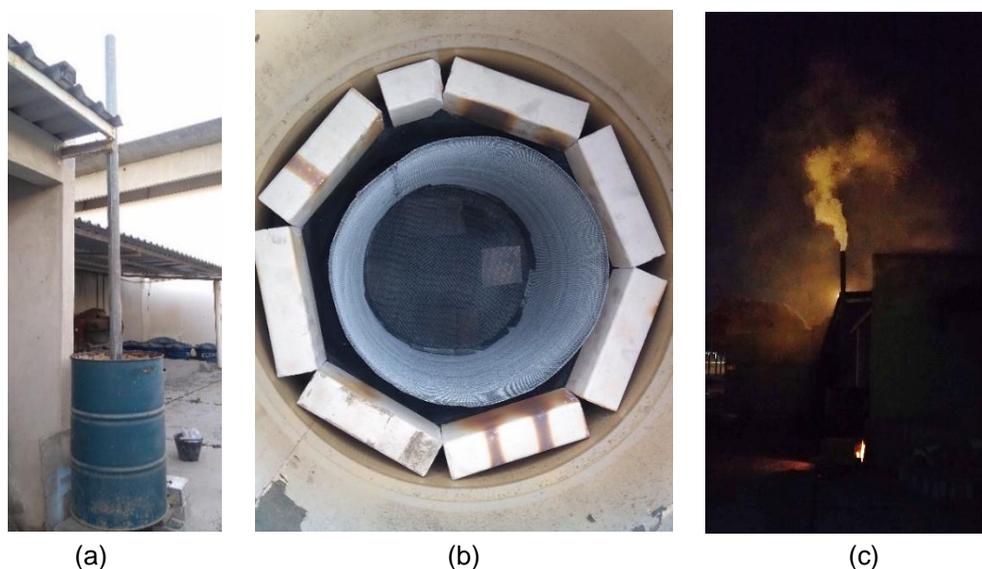


Figura 18 – Vista frontal do forno rudimentar (a); vista da parte interna do forno (b); detalhe do momento de início da queima autógena, representado pela saída de fumaça da chaminé (c).

É importante ressaltar que o procedimento de queima primária teve como objetivo promover a redução de volume do material. Caso as folhas fossem queimadas apenas em mufla, seria possível queimar apenas 100 g de folhas por vez, resultando em cerca de 15 g de cinza final. Ao queimar as folhas inicialmente de forma autógena, é possível requeimar, em mufla, 260 g de cinza primária por vez, resultando em aproximadamente 230 g de cinza final. Isso representa uma redução de 14 vezes do tempo utilizado para a produção das diferentes cinzas.

A segunda etapa de queima foi realizada em forno mufla, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e um patamar de queima de 600 °C durante 3 h. As amostras foram queimadas em cadinhos de alumina, dispostos no forno conforme Figura 19. A temperatura de queima nessa etapa foi definida a partir de análises termogravimétricas, descritas no item 3.6.



Figura 19 – Queima secundária em mufla da cinza originada na queima autógena.

Por fim, as amostras calcinadas foram moídas, com vistas à redução do tamanho das partículas e consequente aumento da superfície específica da cinza, promovendo aumento de sua atividade pozolânica (Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2009a; Cordeiro; Kurtis, 2017). Além disso, o procedimento de moagem foi fundamental para a produção de cinzas com características granulométricas similares, a fim de possibilitar a comparação entre elas sem o efeito da granulometria, uma vez que o tamanho de partícula e a superfície específica das cinzas influenciam em sua

atividade pozolânica (Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2009a; Cordeiro *et al.*, 2011). O tempo de moagem foi ajustado para cada material após o monitoramento do tamanho de partículas em granulômetro a laser, de forma a obter um  $D_{50}$  próximo a 10  $\mu\text{m}$ , conforme os procedimentos de Cordeiro e Kurtis (2017) e Barbosa e Cordeiro (2021).

A moagem foi realizada a seco em circuito aberto, utilizando um moinho de jarro da marca Solab, modelo SL-34 (Figura 20) com capacidade de 7,5 L e preenchido com 7,5 kg de esferas de alumina (6-22 mm de diâmetro) e 290 g de material. A velocidade de rotação foi de 30 rpm. O tempo de moagem de ambas as cinzas lixiviadas foi de 30 min, enquanto a CFB *in natura* foi moída por 38 min. Após moagem, as cinzas lixiviadas com água deionizada e com ácido cítrico foram nomeadas de CFB-AD e CFB-AC, respectivamente, e a cinza *in natura*, identificada como CFB-IN.



Figura 20 – Moinho rotativo Solab, modelo SL-34.

### 3.2 QUARTZO ULTRAFINO

Nesta pesquisa, um quartzo ultrafino, material ilustrado na Figura 21, foi utilizado como adição mineral inerte nas pastas e argamassas, conforme metodologia apresentada por Cordeiro e Kurtis (2017). Devido à sua elevada cristalinidade, pode-se admitir que o quartzo se comporta como um material inerte e, dessa forma, sua incorporação apenas provoca modificações físicas na mistura. Assim, foi possível

comparar as misturas contendo quartzo com aquelas contendo cinzas, a fim de isolar o efeito físico das adições e evidenciar a ação pozolânica das cinzas.

Para que essa comparação seja válida, é necessário que o quartzo e as CFBs tenham as mesmas características granulométricas, garantindo, assim, que o empacotamento gerado por ambos os aditivos seja aproximadamente o mesmo. Portanto, o quartzo foi moído nas mesmas condições das cinzas, durante 315 min, até obter  $D_{50}$  próximo a 10  $\mu\text{m}$ . Após a moagem, esse material foi denominado QTZ.



Figura 21 – Quartzo ultrafino.

### 3.3 CIMENTOS PORTLAND

O principal cimento utilizado nesta pesquisa foi o cimento Portland CPP Classe G, destinado à cimentação de poços petrolíferos, conforme a NBR 9831 (ABNT, 2020). Optou-se por utilizar esse cimento por ser o mais puro disponível no mercado, sem nenhum tipo de adição mineral, permitindo, assim, a realização de avaliações mais precisas acerca dos efeitos da incorporação das cinzas como material cimentício suplementar na hidratação e no desempenho de sistemas cimentícios.

Para os ensaios mecânicos de atividade pozolânica, descritos no item 3.7.8, as argamassas foram produzidas utilizando o cimento CP II-F 32, conforme a recomendação da NBR 5752 (ABNT, 2014b).

A composição de óxidos de ambos os cimentos, avaliada por espectroscopia de raio-X utilizando o Shimadzu EDX-720, e a perda ao fogo, determinada de acordo com a NBR NM 18 (ABNT, 2012), estão apresentados na Tabela 3. A curva granulométrica do CPP Classe G está apresentada na Figura 22.

Tabela 3 – Composição de óxidos e perda ao fogo dos cimentos Portland CPP classe G e CP II-F 32 (% em massa)

Composto	CPP Classe G	CP II-F 32
SiO <sub>2</sub>	21,9	10,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,6	-
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,5	2,5
CaO	64,3	72,7
SO <sub>3</sub>	2,7	2,3
K <sub>2</sub> O	0,3	0,6
Na <sub>2</sub> O	0,1	-
MgO	1,5	-
Perda ao fogo	1,1	11,3

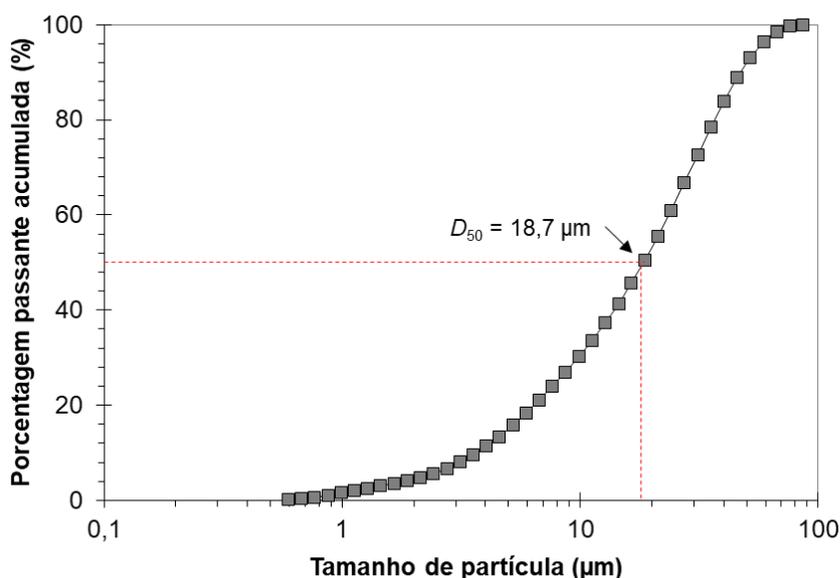


Figura 22 – Granulometria do cimento Portland CPP Classe G.

### 3.4 AGREGADOS MIÚDOS

Para a produção das argamassas destinadas às avaliações de resistência e durabilidade, foi utilizada uma areia quartzosa proveniente do Rio Paraíba do Sul, em

Campos dos Goytacazes/RJ. Antes da aplicação em argamassas, foi feita a homogeneização e o quarteamento do material. A distribuição granulométrica esteve dentro da zona utilizável recomendada pela NBR 7211 (ABNT, 2022), conforme apresentado na Figura 23. A areia apresentou módulo de finura de 2,26. A massa específica, calculada de acordo com a NBR 6458 (ABNT, 2016), foi de 2,66 g/cm<sup>3</sup>.

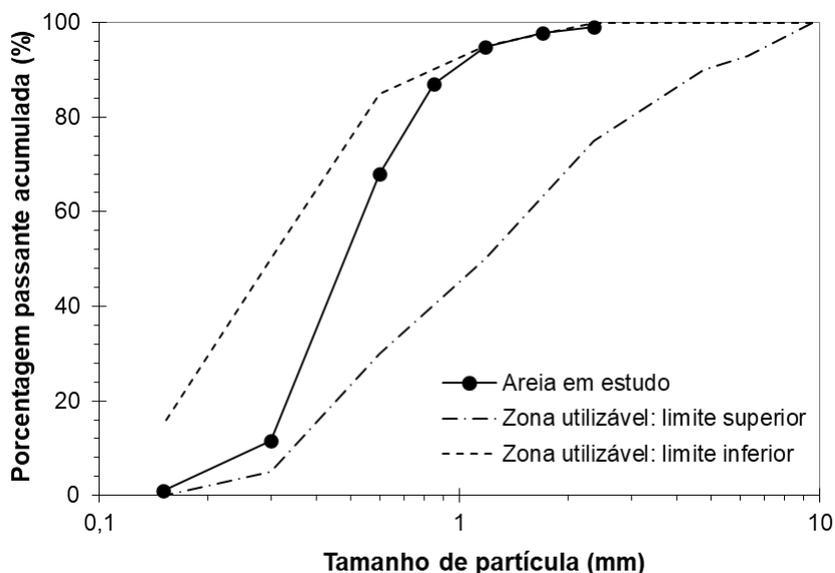


Figura 23 – Granulometria da areia utilizada na produção das argamassas e os limites superior e inferior recomendados pela NBR 7211:2022.

Na produção das argamassas para os ensaios de atividade pozolânica, foi utilizada a areia normal brasileira, fabricada pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), conforme estabelecido na NBR 7214 (ABNT, 2015a). Essa areia é dividida em quatro frações granulométricas, caracterizadas pelo material retido entre as peneiras de abertura nominal: de 2,4 mm e 1,2 mm (fração grossa), 1,2 mm e 0,6 mm (fração média grossa), 0,6 mm e 0,3 mm (fração média fina) e 0,3 mm e 0,15 mm (fração fina).

### 3.5 ÁGUA E ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE

A água utilizada para fabricação das pastas e argamassas foi proveniente da Águas do Paraíba, concessionária responsável pelo abastecimento de todo o município de Campos dos Goytacazes/RJ. Antes de sua utilização, a água passou por processo de filtragem no NEXMAT/LECIV/UENF.

Na confecção dos corpos de prova de pastas e argamassas, um aditivo químico superplastificante à base de éter policarboxílico (Glenium 51, Basf) foi utilizado, com massa específica e teor de sólidos iguais a 1210 kg/m<sup>3</sup> e 28,9%, respectivamente.

### 3.6 CARACTERIZAÇÃO DAS FOLHAS DE BAMBU

As diferentes amostras de folhas de bambu geradas (FB-IN, FB-AD e FB-AC) foram caracterizadas a partir de análises termogravimétricas (TG). Inicialmente, foi feito um estudo da temperatura ideal de queima das folhas, de forma a promover a eliminação de todo o material volátil e do carbono fixo presente nas folhas. Estudos anteriores comprovaram os efeitos da temperatura de queima nas propriedades do material, ressaltando a importância do controle desse parâmetro (Morales *et al.*, 2009; Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2009b; Memon; Khan, 2018).

Para isso, cada amostra de folha de bambu foi submetida à análise térmica em atmosfera de ar sintético, utilizando o equipamento SDT Q600 da TA Instruments, mostrado na Figura 24, no Laboratório de Estruturas do PEC/COPPE/UFRJ. O ensaio consiste em monitorar a variação de massa da amostra à medida que esta é submetida à elevação da temperatura, indicando a eliminação de substâncias voláteis e combustão de carbono remanescente. Cerca de 12 mg de cada amostra foram submetidos ao ensaio, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, desde a temperatura ambiente até 1000 °C, e vazão máxima de gás de 100 mL/min.



Figura 24 – Equipamento de termoanálise do Laboratório de Materiais e Estruturas da COPPE/UFRJ.

As diferentes folhas também foram caracterizadas pela análise aproximada, realizada por termogravimetria, que permitiu a quantificação dos teores de umidade, material volátil, carbono fixo e cinza de cada uma das amostras. Cerca de 12 mg de cada amostra foram submetidos ao ensaio em dois estágios com atmosferas diferentes. Inicialmente, as amostras de folha de bambu foram aquecidas em atmosfera de nitrogênio (inerte), com vazão máxima de 100 mL/min e taxa de aquecimento de 10 °C/min, desde a temperatura ambiente até 105 °C, com constância de temperatura durante 20 min. O teor de umidade (U) foi calculado a partir da perda de massa das amostras nessa etapa (Equação 4). Em seguida, outra etapa de aquecimento na mesma taxa foi conduzida, de 105 °C a 950 °C, possibilitando a obtenção do teor de material volátil (V) pela Equação 5. Após o tempo de equilíbrio de 30 min a 950 °C, a atmosfera foi trocada para ar sintético. Então, a degradação das amostras começou a ocorrer sob condições oxidantes, com tempo de espera de 30 min, possibilitando a quantificação do teor de cinza (C) (Equação 6). O teor de carbono fixo (CF) foi obtido pela Equação 7.

$$U = \frac{M - M_{105}}{M} \times 100 \quad (4)$$

$$V = \frac{M_{105} - M_V}{M} \times 100 \quad (5)$$

$$C = \frac{M_{950}}{M} \times 100 \quad (6)$$

$$CF = 100 - (M + V + A) \quad (7)$$

Em que,

M: massa inicial da amostra, em gramas;

M<sub>105</sub>: massa da amostra após secagem a 105 °C, em gramas;

M<sub>V</sub>: massa da amostra após a volatilização completa, em gramas (em cerca de 120 min);

M<sub>950</sub>: a massa da amostra após aquecimento a 950 °C sob atmosfera oxidante, em gramas (em cerca de 175 minutos).

Os valores de massa M<sub>105</sub>, M<sub>V</sub> e M<sub>950</sub> foram retirados das curvas de TG considerando os picos nas curvas de análise termogravimétrica derivada (DTG).

### 3.7 CARACTERIZAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS

#### 3.7.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PERDA AO FOGO

A composição de óxidos das adições minerais e do cimento, em percentuais, foi determinada pelo ensaio semi-quantitativo de espectroscopia de raios X, utilizando o equipamento Shimadzu EDX-720 do LECIV/UENF, mostrado na Figura 25. Antes das análises, as amostras foram secas em estufa a 80 °C por 24 h.



Figura 25 – Espectrômetro de fluorescência de raios X Shimadzu EDX-720.

A perda ao fogo das amostras foi determinada de acordo com a NBR NM 18 (ABNT, 2012). Esse ensaio consiste em submeter cerca de 1 g de amostra à temperatura de 950 ± 50 °C em mufla (Figura 26), com taxa de aquecimento de 10 °C/min e tempo de residência de 15 min. Antes do ensaio, as amostras foram secas em estufa a 110 °C por 24 h. A perda ao fogo foi, então, calculada pela diferença percentual entre as massas inicial e final da amostra, conforme a Equação 8. O ensaio foi realizado em duplicatas.

$$PF = \frac{m_{110} - m_{950}}{m_{110}} \times 100 \quad (8)$$

Em que,

PF: perda ao fogo, em porcentagem;

$m_{110}$ : massa, em gramas, da amostra seca a 110 °C ( $\pm 1$  °C);

$m_{950}$ : massa, em gramas, da amostra seca a 950 °C ( $\pm 5$  °C).



Figura 26 – Amostras em cadinhos de porcelana posicionadas para queima em mufla para determinação da perda ao fogo.

### 3.7.2 COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA

A mineralogia das cinzas e do quartzo foi identificada através da difratometria de raios X, que permite verificar a existência de fases cristalinas na amostra e identifica-las. O ensaio foi realizado utilizando um difratômetro Rigaku, modelo Miniflex 600 (Figura 27), do NEXMAT/LECIV/UENF. Na Figura 28, estão ilustradas as amostras de CFB-IN, CFB-AD e CFB-AC preparadas para o ensaio. Os dados foram coletados em ângulos entre 8 e 70° 2 $\theta$ , passo angular de 0,02° e velocidade de rotação de 5°/min. A radiação utilizada foi de Cu k- $\alpha$ , com tensão de 40 kV e corrente de 15 mA.



Figura 27 – Difratorômetro de raios X modelo Miniflex 600 da Rigaku.



Figura 28 – Amostras de CFB-IN, CFB-AD e CFB-AC preparadas para ensaio de difratometria de raios X.

### 3.7.3 GRANULOMETRIA A LASER

A caracterização granulométrica dos materiais foi realizada no NEXMAT/LECIV/UENF, utilizando um analisador de partículas a laser Malvern Instruments, modelo Mastersizer 3000, com acessório Hydro LV (Figura 29). A dispersão das partículas foi feita em água deionizada com agitação a 1500 rpm por 10 minutos, com 2 minutos de agitação ultrassônica (primeiro e último minutos).



Figura 29 – Granulômetro a laser Malvern Mastersizer 3000 com acessório Hydro LV.

### 3.7.4 MASSA ESPECÍFICA

Para determinação da massa específica das cinzas foram seguidas as especificações da NBR 6458 (ABNT, 2016), utilizando-se o método do picnômetro. Nesse ensaio, realizado no Laboratório de Caracterização do LECIV/UENF, uma massa de aproximadamente 10 g de cada material, seca em estufa por 24 h, foi colocada em um picnômetro. O recipiente foi preenchido parcialmente com água e aquecido em banho-maria, durante 15 min após a fervura do banho. Posteriormente, o picnômetro foi preenchido com água até completar seu volume. Foram determinadas as massas para três temperaturas diferentes e, assim, calculada a densidade a partir da média dos valores referentes a cada temperatura, de acordo com a Equação 9. Segundo a NBR 6458 (ABNT, 2016), o resultado só é considerado satisfatório quando o desvio padrão em relação à média for menor que 2%. Cabe ressaltar que esse requisito foi atendido para todas as medições. Na Figura 30 estão apresentados os processos de aquecimento e pesagem dos picnômetros.

$$\rho = \frac{m_s}{(m_p + m_s - m_{ps})} \quad (9)$$

Em que,

$\rho$ : massa específica, em gramas por centímetro cúbico;

$m_s$ : massa a do material analisado, em gramas;

$m_p$ : é a massa a do picnômetro com água, em gramas;

$m_p$ : massa a do picnômetro com água, em gramas;

$m_{ps}$ : massa a do picnômetro com o material analisado e água, em gramas.

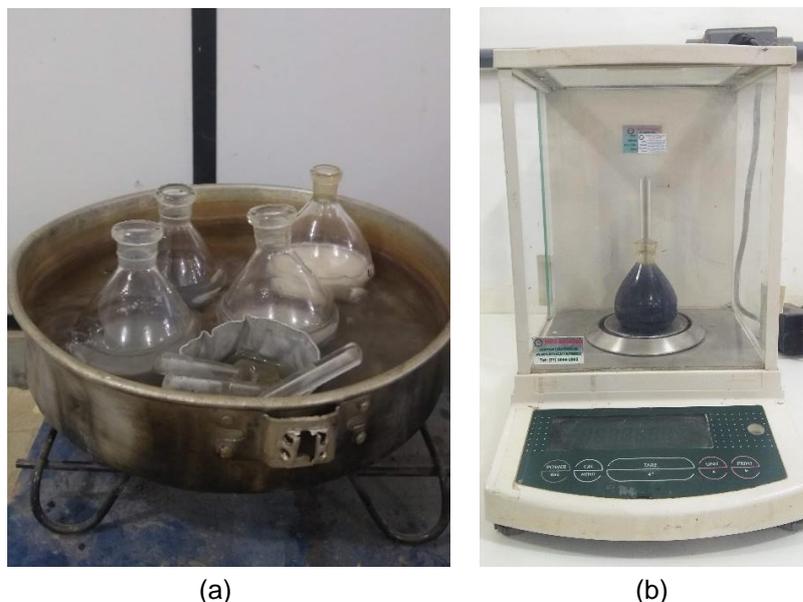


Figura 30 – Processo de aquecimento dos picnômetros (a) e medição de massa do picnômetro com amostra e água (b).

### 3.7.5 SUPERFÍCIE ESPECÍFICA BET E POROSIDADE

A superfície específica das cinzas e do quartzo, definida como a área superficial por unidade de massa do material, foi determinada pelo método BET, que consiste na quantificação da área de superfície específica através da adsorção de nitrogênio ( $N_2$ ) pela superfície externa e interna da cinza (Brunauer; Emmett; Teller, 1938). Cordeiro (2006) ressalta a importância dessa técnica para avaliação da moagem de materiais pozolânicos, uma vez que materiais com a mesma granulometria podem apresentar diferentes áreas de superfície específica devido à existência de vazios internos e a rugosidade das partículas.

A superfície específica pode ser calculada a partir do volume de gás adsorvido até a conclusão da cobertura de monocamada de gás na superfície da cinza, através da Equação 10.

$$SE_{BET} = \frac{N \times V_0 \times A_M}{V_M \times m} \quad (10)$$

Em que,

$SE_{BET}$ : superfície específica BET, em metros quadrados por grama;

N: número de Avogadro ( $6,02 \times 10^{23}$ );

$V_0$ : volume de gás adsorvido na monocamada, em metros cúbicos;

$A_m$ : área ocupada por uma molécula de gás, em metros quadrados;

$V_M$ : volume molar do gás nas CNTP, em metros cúbicos;

m: massa da amostra, em gramas.

Pela técnica de adsorção de nitrogênio, também foi possível avaliar a porosidade das cinzas, determinando o volume e diâmetro médio de poros conforme o método BJH (Barrett; Joyner; Halenda, 1951). Após a formação da monocamada de gás na superfície do material, ao aumentar a pressão relativa, inicia-se a formação de multicamadas, fazendo com que o gás preencha os poros da amostra. Inicialmente, os poros menores são preenchidos. Com o constante aumento na pressão, a amostra é completamente coberta com gás e todos os poros são preenchidos. Dessa forma, é possível determinar o tamanho e o volume total dos poros do material (Thommes *et al.*, 2015; Vieira *et al.*, 2020).

Esse ensaio foi realizado no LABEST/COPPE/UFRJ, utilizando o equipamento ASAP 2020 da Micromeritics, mostrado na Figura 31. As amostras foram previamente tratadas sob vácuo a 150 °C durante 24 h e a adsorção de N<sub>2</sub> foi feita à temperatura do nitrogênio líquido (-196°C).



Figura 31 – Equipamento ASAP 2020 da Micromeritics para a determinação da superfície específica.

Ao final do procedimento, foi possível representar graficamente as isotermas de adsorção para cada cinza, a partir da relação entre o volume de gás adsorvido e a pressão relativa, em temperatura ambiente. Para a obtenção do gráfico, mede-se o volume de gás adsorvido à medida que a pressão aumenta gradualmente, até atingir o ponto de saturação ( $P/P_0 = 1$ ), em que ocorre a condensação do gás. Durante o processo reverso, chamado de dessorção, com a diminuição da pressão relativa, o volume de gás adsorvido diminui progressivamente. Quando as curvas de adsorção e dessorção não coincidem, uma histerese é observada (Thommes *et al.*, 2015).

As isotermas geradas neste ensaio foram classificadas de acordo com seu formato, segundo a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC), conforme mostra a Figura 32. O tipo de isoterma indica a característica porosa do material (Thommes *et al.*, 2015):

- Tipo I: característicos de materiais microporosos, sendo o tipo I(a) para microporos estreitos (largura  $< 1,0$  nm) e o tipo I(b) para microporos mais largos ou, possivelmente, mesoporos estreitos ( $< 2,5$  nm);
- Tipo II: relativo a materiais não porosos ou macroporosos. Nota-se a formação distinta de um ponto de inflexão na curva (ponto B), que indica a presença de microporos. Além disso, há um aumento ilimitado da espessura da multicamada quando  $P/P_0=1$ ;
- Tipo III: também representa materiais não porosos ou macroporosos, mas, neste caso, não há formação explícita do ponto B;

- Tipo IV: característico de materiais mesoporosos. Ao final da condensação, aparece um patamar na curva, que pode ter comprimento variável. O tipo IV(a) é observado para mesoporos de menor largura, enquanto o tipo IV(b) aparece para materiais com mesoporos de maior largura;
- Tipo V: aparece para materiais micro e mesoporosos com interações adsorvente-adsorvato relativamente fracas;
- Tipo VI: é raro de ocorrer e representa materiais não porosos.

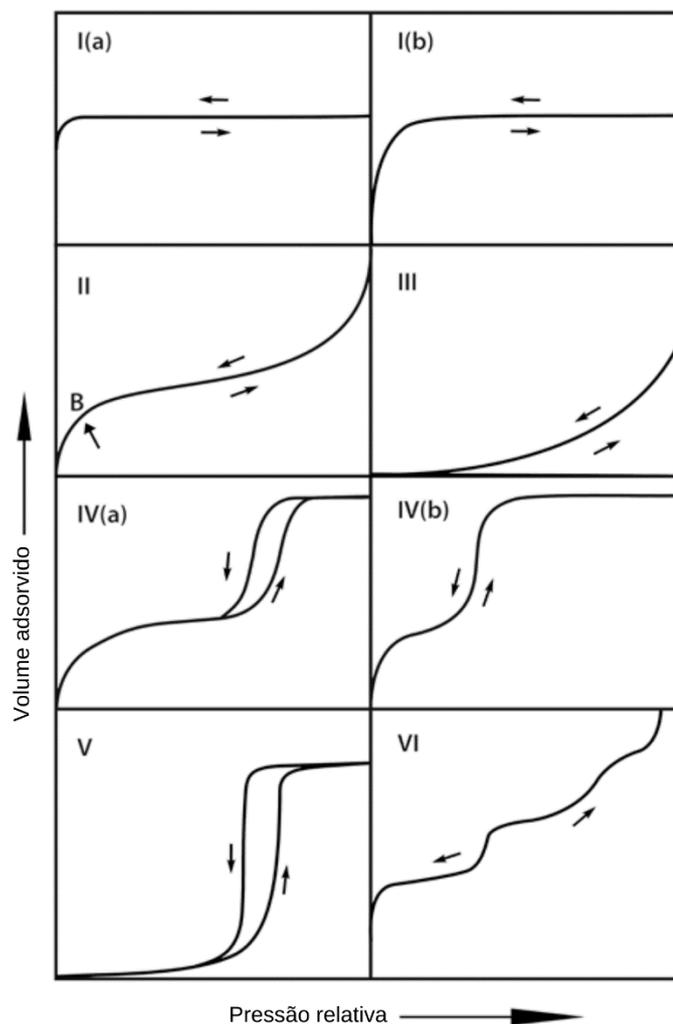


Figura 32 - Classificação das isothermas quanto ao seu formato (adaptado de Thommes *et al.*, 2015).

### 3.7.6 MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS

A morfologia das partículas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o microscópio Zeiss, modelo EVO 40 (Figura 33), do Laboratório de Biologia Celular e Tecidual (LBCT) do Centro de Biociências e Biotecnologia da UENF.

A formação das imagens se deu por detecção de elétrons secundários. As amostras foram posicionadas sobre uma fita adesiva condutora de carbono e, em seguida, recobertas por uma fina camada de paládio para garantir a varredura dos elétrons sobre a superfície. A metalização foi realizada em um metalizador rotativo da BAL-TEC, modelo SCD 050, com corrente de 40 mA e em vácuo com pressão máxima de  $-10^{-1}$  mbar, durante 180 s.



Figura 33 – Microscópio Zeiss modelo EVO 40 do LBCT/CBB/UENF.

### 3.7.7 ATIVIDADE POZOLÂNICA

Para a determinação da atividade pozolânica das cinzas, três métodos distintos foram utilizados: o índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, o índice de atividade pozolânica com cal aos 7 dias (métodos indiretos) e o método de Chapelle modificado (método direto).

O método de índice de desempenho (ID) foi realizado conforme as prescrições da NBR 5752 (ABNT, 2014b), em que são testadas à compressão uma argamassa de referência (sem MCS) e outra contendo 25% de MCS em substituição ao cimento Portland, ambas curadas a 28 dias. O ID foi calculado pela razão entre a resistência da argamassa contendo adição mineral e a de referência. Para que o material seja considerado pozolânico, o resultado deve ser superior a 90%.

Para esse ensaio, foram moldados cinco corpos de prova cúbicos (aresta de 50 mm) de cada argamassa. A resistência à compressão foi obtida pelo valor médio entre os cinco espécimes testados. A mistura foi feita segundo a NBR 7215 (ABNT, 2019), com relações água-aglomerante e areia-aglomerante de 0,48 e 3, respectivamente. O cimento utilizado para essa mistura foi o CP II-F 32. A areia normal brasileira, especificada pela NBR 7214 (ABNT, 2015a), foi utilizada como agregado. O teor de superplastificante foi ajustado para cada mistura, de forma a obter um índice de consistência de  $200 \pm 10$  mm. O quartzo, embora seja conhecido como material inerte, também foi submetido ao ensaio de índice de desempenho, a fim de confirmar sua característica de pozolanicidade nula.

O ensaio de índice de atividade pozolânica com cal aos 7 dias foi realizado utilizando uma metodologia adaptada da NBR 5751 (ABNT, 2015b) e de Kasanya, Thomas e Moffatt (2019). Nesse caso, a resistência à compressão dos corpos de prova aos 7 dias indica a reatividade do material. Foram moldados três corpos de prova cúbicos (aresta de 50 mm) de cada mistura. Para a moldagem, foi utilizada como aglomerante uma combinação da cinza avaliada, cal e calcita. As relações pozolana-cal, aglomerante-calcita e areia-aglomerante foram de 1,5, 15 e 2,5, respectivamente. Foi utilizada uma solução de mistura que simula o ambiente de hidratação do cimento Portland, contendo água, hidróxido de potássio (KOH) e sulfato de potássio ( $K_2SO_4$ ), a uma concentração de 0,3 M  $K^+$  e uma relação  $K_2SO_4/KOH$  igual a 5. Para obter uma consistência trabalhável, o teor solução-sólidos utilizado foi fixado em 1,1 para todas as misturas. Após a moldagem, os moldes metálicos foram mantidos em umidade de 100% à temperatura ambiente por 24 h. Em seguida, os moldes foram envolvidos em filme plástico impermeável (Figura 34a) e armazenados em estufa a 50 °C (Figura 34b) por 48 h. Decorrido esse tempo, os corpos de prova foram desmoldados e curados em banho térmico a 40 °C (Figura 34c) até a idade de ensaio.

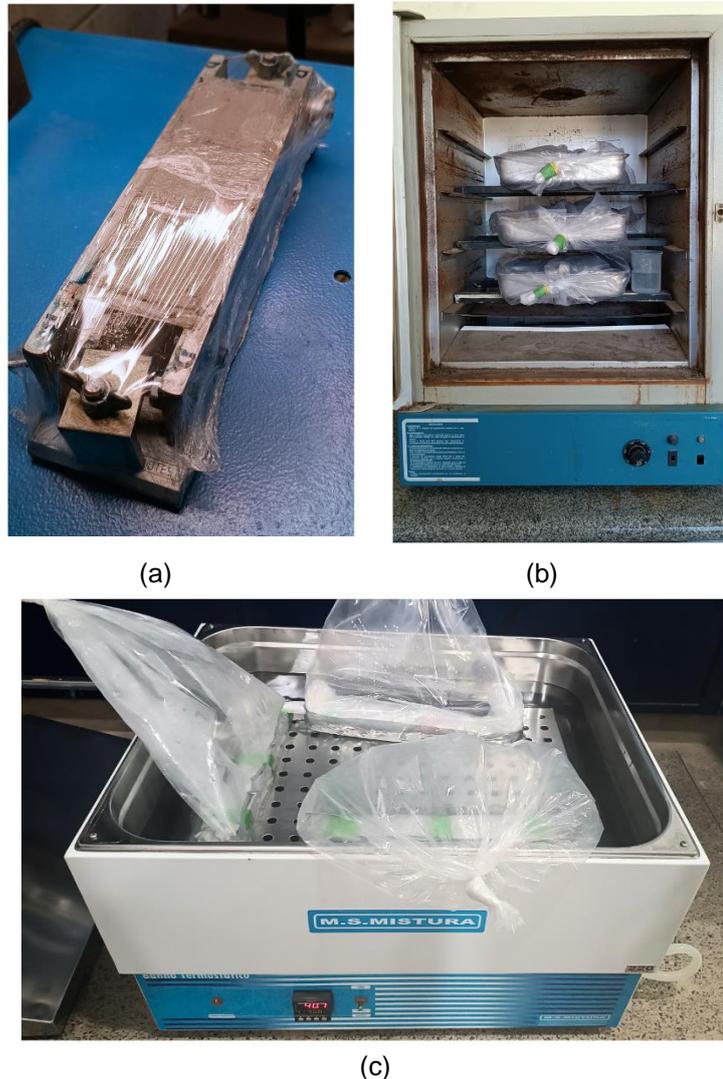


Figura 34 – Cura para ensaio de atividade pozolânica com cal aos 7 dias: forma coberta com filme plástico (a); acondicionamento das formas em estufa a 50 °C (b); corpos de prova em banho térmico a 40 °C (c).

O método de Chapelle modificado, por sua vez, consiste em determinar a atividade pozolânica de um material de forma direta, por meio do teor de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) fixado, por ação pozolânica, em solução aquosa. O procedimento foi realizado conforme a NBR 15895 (ABNT, 2010), em que, de forma simplificada, é feita a mistura de 1 g do material analisado, 2 g de  $\text{CaO}$  e 250 mL de água, em um frasco Erlenmeyer, o qual é colocado em banho-maria sob constante agitação, por um período de  $16 \pm 1$  h a uma temperatura de  $90 \pm 5$  °C. O resultado, obtido por titulação, é dado em função da quantidade, em miligramas, de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  fixado por grama de material em análise. Quanto maior a fixação, mais reativo é o material de estudo. Esse ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais para Produtos de Construção do IPT.

### 3.8 ESTUDO EM PASTAS CIMENTÍCIAS

#### 3.8.1 PRODUÇÃO DAS PASTAS

Para os estudos de hidratação, cinco diferentes pastas foram confeccionadas. Uma pasta de referência (P-REF) foi produzida sem nenhum tipo de adição mineral. As demais foram confeccionadas com a utilização de adições minerais, no teor de substituição de cimento de 20% em massa, e foram nomeadas como P-CFB-AD, P-CFB-AC e P-QTZ, de acordo com o mineral utilizado.

Após a análise dos resultados obtidos com as pastas descritas acima, optou-se por produzir uma outra pasta para estudo, denominada P-TERN, que consistiu em uma mistura contendo como aglomerantes, além do cimento, CFB-AD e QTZ, nos teores de substituição de 20 e 10%, respectivamente. Por conter três diferentes materiais como aglomerantes, entende-se que essa seja uma mistura ternária, enquanto as demais, contendo cimento e apenas um tipo de adição mineral como aglomerantes, são consideradas binárias. Na Tabela 4 estão resumidas todas as misturas, com suas nomenclaturas e composição de aglomerantes.

Tabela 4 – Proporção de aglomerantes (em massa) das pastas em estudo.

<b>Nome da mistura</b>	<b>Cimento Portland (%)</b>	<b>CFB-AD (%)</b>	<b>CFB-AC (%)</b>	<b>QTZ (%)</b>
P-REF	100	0	0	0
P-CFB-AD	80	20	0	0
P-CFB-AC	80	0	20	0
P-QTZ	80	0	0	20
P-TERN	70	20	0	10

As pastas foram produzidas com relação água-aglomerante fixa em 0,40 (De Siqueira; Cordeiro, 2022). Foi utilizado aditivo superplastificante, com teor ajustado para todas as misturas, visando manter uma consistência fixa. Ensaios de miniabatimento do tronco de cone (Kantro, 1980), conforme ilustrado na Figura 35, foram realizados a fim de determinar os teores adequados de superplastificante a serem adicionados às misturas para manter a mesma consistência entre elas.



Figura 35 – Ensaio de miniabatimento do tronco de cone.

O ensaio de miniabatimento permite avaliar a consistência de pastas cimentícias através do seu espalhamento sobre uma superfície. Para as pastas produzidas nesse estudo, foi fixado um diâmetro de espalhamento de  $60 \pm 5$  mm. Para a execução do ensaio, foi utilizado um mini tronco de cone de acrílico, com diâmetro maior de 40 mm, diâmetro menor de 20 mm e altura de 60 mm. O cone foi posicionado sobre uma placa de vidro e preenchido pela mistura fresca. Então, após a retirada do molde, foram medidos dois diâmetros ortogonais da pasta espalhada. A média dos diâmetros medidos fornece o valor do espalhamento do material. Assim, foi possível ajustar os teores de superplastificante para todas as pastas, sintetizados na Tabela 5.

Tabela 5 – Teor de superplastificante das pastas (% em massa de material cimentício).

Pasta	Teor de superplastificante (%)
P-REF	0,010
P-CFB-AD	0,192
P-CFB-AC	0,242
P-QTZ	0,007
P-TERN	0,188

Essa dosagem foi fundamental, uma vez que as pastas foram produzidas com diferentes adições minerais e a consistência do sistema cimentício é influenciada pela superfície específica de seus componentes (Msinjili *et al.*, 2017).

Todas as pastas foram preparadas com um único procedimento de mistura, iniciado pela adição da água de amassamento e do aditivo superplastificante em um

béquer plástico de 250 mL. Em seguida, todo o material sólido, homogeneizado, foi adicionado à parte líquida e, então, realizou-se a mistura manual por 30 s. Imediatamente após, foi feita a mistura mecânica utilizando um misturador elétrico portátil Hamilton Beach, com velocidade baixa (260 rpm) por 30 s e velocidade média (600 rpm) por mais 1 min.

Para o estudo dos efeitos das cinzas em substituição parcial ao cimento Portland nos primeiros dias de hidratação, dois métodos foram empregados: calorimetria isotérmica e retração química.

### 3.8.2 CALORIMETRIA ISOTÉRMICA

O ensaio de calorimetria isotérmica foi realizado no NEXMAT/LECIV/UENF, utilizando um calorímetro Calmetrix I-CAL 2000 com dois canais (Figura 36). Aproximadamente 50 g de cada uma das pastas foram adicionadas ao recipiente e acopladas aos canais do calorímetro. As réplicas foram monitoradas por 72 h, com temperatura constante de  $25^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ . Os ensaios possibilitaram a obtenção das curvas de taxa de evolução de calor e de calor acumulado em função do tempo.

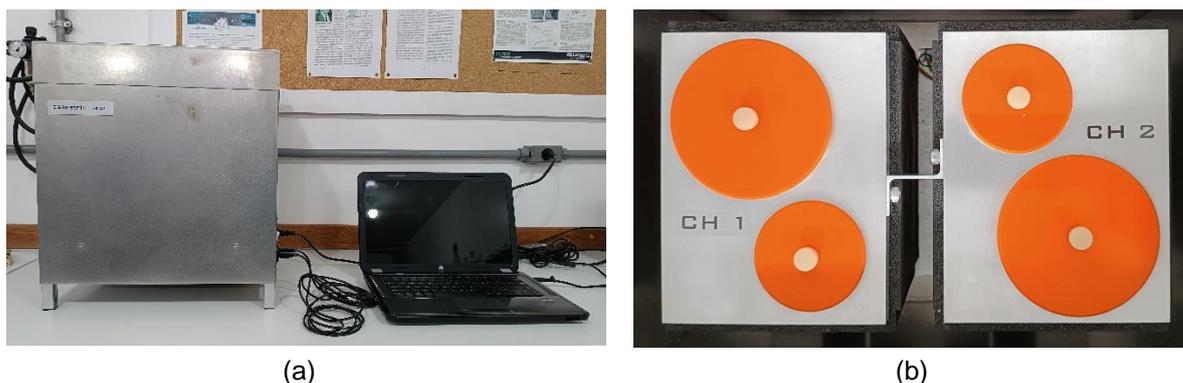


Figura 36 – Calorímetro isotérmico Calmetrix I-CAL 2000 (a); vista superior dos canais (b).

### 3.8.3 RETRAÇÃO QUÍMICA

A retração química foi obtida pelo mesmo método empregado por Barbosa e Cordeiro (2021), adaptado da ASTM C1608 (ASTM, 2017). Neste ensaio, aproximadamente 6 g de pasta foram adicionadas a frascos de vidro, que, posteriormente, foram completados com água e vedados com uma rolha de borracha com orifício central. No orifício de cada rolha, foi introduzida uma pipeta graduada de

1 mL, preenchida com uma gota de óleo de parafina com corante vermelho (Figura 37), com o objetivo de evitar a evaporação da água do frasco, bem como facilitar a leitura da variação de volume de água nas pipetas. O monitoramento foi iniciado cerca de 110 min após o início da mistura, e foi realizado com registros fotográficos a cada 30 min durante 5 dias. O processamento das imagens para identificação da variação de volume nas pipetas foi feito a partir de uma rotina no programa computacional MatLab. Na Figura 38, está apresentado o ensaio em execução.

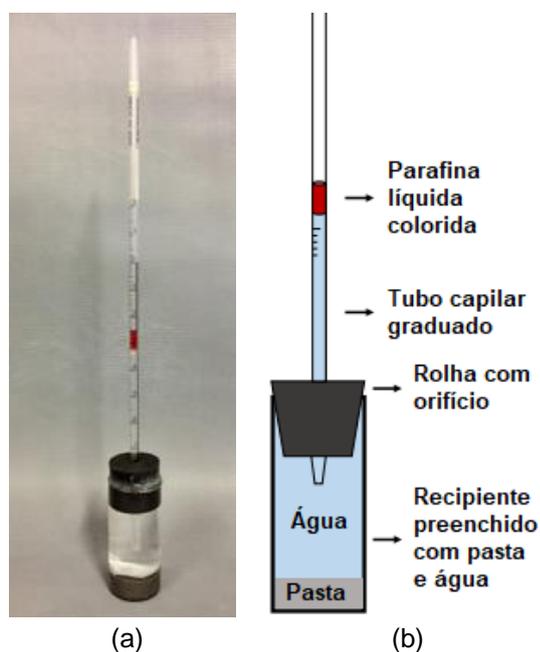


Figura 37 – Detalhe do recipiente com pasta e tubo capilar graduado contendo água e óleo vermelho (a) e esquema do sistema montado para monitoramento da retração química (b) (Barbosa, 2018).

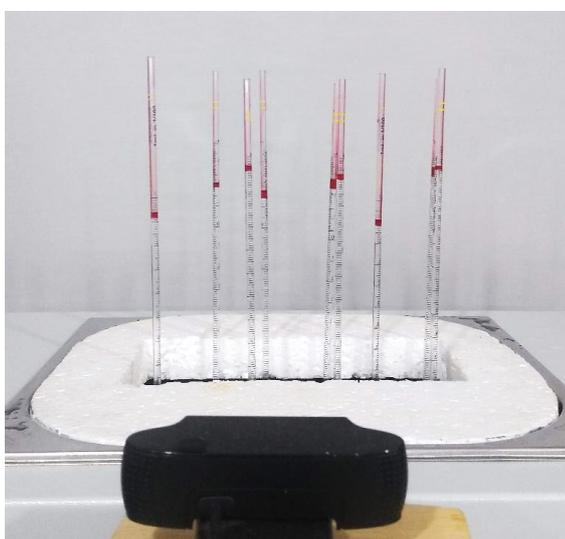


Figura 38 – Ensaio de retração química em execução, em banho térmico a 25 °C.

Finalmente, a retração química foi calculada pela Equação 11. Cabe destacar que os ensaios foram realizados em triplicatas, para certificação do resultado.

$$CS_{(t)} = \frac{h_{(t)} - h_{(i)}}{M_{cim}} \quad (11)$$

Em que,

$CS_{(t)}$ : retração química no tempo t, em mililitros por grama;

$h_{(t)}$ : nível de água no tubo capilar no tempo t, em mililitros;

$h_{(i)}$ : nível de água no tubo capilar ao início do ensaio, em mililitros;

$M_{cim}$ : massa de material cimentício (g), calculada pela Equação 12.

$$M_{cim} = \frac{M_{frasco+pasta} - M_{frasco}}{1,0 + a/ag} \quad (12)$$

Em que,

$M_{frasco+pasta}$ : massa do frasco com a pasta adicionada, em gramas;

$M_{frasco}$ : massa do frasco vazio, em gramas;

$a/ag$ : relação água-aglomerante em massa da pasta (0,40).

### 3.9 ESTUDO EM ARGAMASSAS

#### 3.9.1 PRODUÇÃO DAS ARGAMASSAS

As argamassas foram preparadas para estudos de resistência à compressão e durabilidade. A argamassa contendo apenas cimento Portland como material cimentício foi denominada A-REF e utilizada como referência. As adições minerais foram incorporadas à matriz nos teores de 10 e 20%, visto que não foi possível estabelecer um teor ótimo através das pesquisas com cinzas de folha de bambu, devido à disparidade nos processos de produção e resultados encontrados. Vale ressaltar que, inicialmente, também seria produzida uma mistura contendo 30% de adição mineral. Entretanto, a confecção desse traço mostrou-se inviável devido ao aumento excessivo da viscosidade e impossibilidade de mistura mesmo com altos teores de superplastificante.

As argamassas produzidas foram nomeadas conforme suas adições e teores, conforme mostrado na Tabela 6. Vale salientar que, assim como no estudo de pastas, os resultados encontrados na análise das argamassas binárias (contendo cimento e apenas um tipo de adição mineral como aglomerantes) também foram circunstanciais na decisão de produzir uma argamassa ternária, contendo 20% de CFB-AD e 10% de QTZ em substituição ao cimento.

Tabela 6 – Proporção de aglomerantes (em massa) das argamassas em estudo.

<b>Nome da mistura</b>	<b>Cimento Portland (%)</b>	<b>CFB-AD (%)</b>	<b>CFB-AC (%)</b>	<b>QTZ (%)</b>
A-REF	100	0	0	0
A-CFB-AD10	90	10	0	0
A-CFB-AD20	80	20	0	0
A-CFB-AC10	90	0	10	0
A-CFB-AC20	80	0	20	0
A-QTZ10	90	0	0	10
A-QTZ20	80	0	0	20
A-TERN	70	20	0	10

As relações água-aglomerante e areia-aglomerante foram mantidas em 0,48 e 3, respectivamente, para todas as argamassas. Para a dosagem do aditivo superplastificante, a consistência das misturas foi mantida fixa com teores específicos de aditivo superplastificante por meio de ensaio de espalhamento em mesa (Figura 39a) de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019), com diâmetro médio de espalhamento de  $180 \pm 10$  mm (Figura 39b). Os teores de superplastificante utilizados em cada uma das argamassas estão apresentados na Tabela 7.

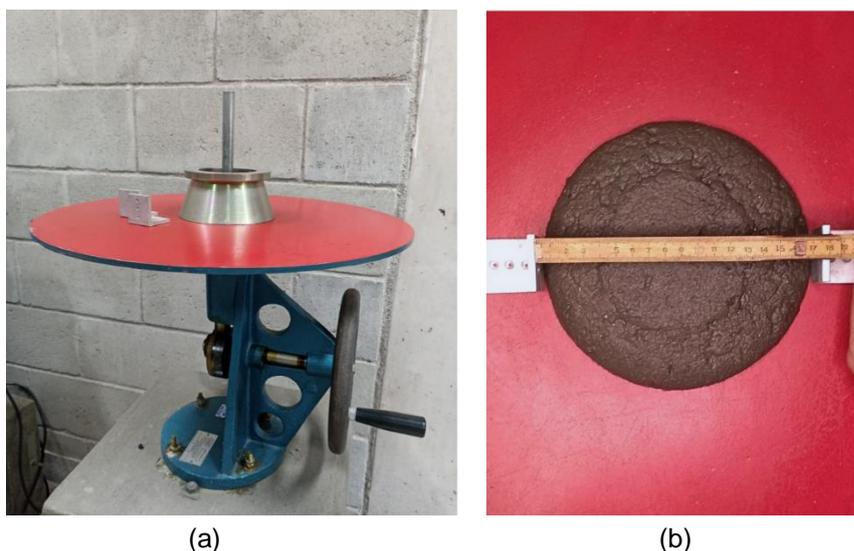


Figura 39 – Mesa para índice de consistência (a); espalhamento de uma das argamassas com 180 mm de diâmetro (b).

Tabela 7 – Teor de superplastificante das argamassas (% em massa de material cimentício).

<b>Argamassa</b>	<b>Teor de superplastificante (%)</b>
A-REF	0,09
A-CFB-AD10	0,33
A-CFB-AD20	0,95
A-CFB-AC10	0,36
A-CFB-AC20	0,98
A-QTZ10	0,08
A-QTZ20	0,06
A-TERN	0,93

A mistura das argamassas foi feita de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019). O procedimento foi realizado em um misturador de bancada (Figura 40), seguindo as seguintes etapas:

- i. mistura do superplastificante com a água na cuba do misturador;
- ii. adição e mistura manual dos materiais cimentícios na cuba por 30 segundos;
- iii. mistura mecânica da pasta cimentícia por 30 segundos em velocidade baixa;
- iv. adição da areia e mistura mecânica por 30 segundos, ainda em velocidade baixa;
- v. mistura mecânica da argamassa por 1 minuto em velocidade alta;
- vi. repouso da argamassa por 1 minuto e raspagem das bordas da cuba utilizando uma espátula;

vii. mistura mecânica final, por mais 1 minuto em velocidade alta.



Figura 40 – Misturador de bancada utilizado na produção das argamassas.

Para os ensaios de resistência à compressão e durabilidade, foram confeccionados corpos de prova cúbicos (aresta de 30 mm) e cilíndricos (diâmetro de 2,5 cm e altura de 5 cm). A moldagem dos cubos foi feita em duas camadas, com adensamento em mesa vibratória por 40 segundos na primeira camada e 60 segundos na segunda. Por sua vez, os cilindros foram moldados em três camadas, com vibração por 40 segundos em cada uma delas. Os moldes foram mantidos em caixa úmida por 24 horas e, posteriormente, desmoldados e curados em solução saturada de cal até as idades de ensaio.

### 3.9.2 ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Os ensaios de compressão axial foram realizados nas idades de 7, 28 e 84 dias, em 6 corpos de prova cúbicos de cada uma das misturas por cada idade. Os ensaios foram conduzidos no LECIV/UENF, utilizando uma máquina universal Shimadzu, modelo UH-500kNI (Figura 41), com taxa de deslocamento de 0,5 mm/min.



Figura 41 – Máquina universal de ensaios Shimadzu UH-500kNI.

### 3.9.3 ENSAIOS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA

A informação sobre a absorção de água é de grande importância, pois, sendo poroso, o material cimentício sofre com a entrada de água e, com ela, agentes agressivos que danificam a estrutura.

A absorção de água por imersão foi determinada conforme a NBR 9778 (ABNT, 2009). O ensaio foi realizado em três corpos de prova cilíndricos de cada argamassa, curados aos 28 e aos 84 dias. A absorção de água por imersão foi calculada conforme a Equação 13.

$$A_t = \frac{m_{SSS} - m_s}{m_s} \times 100 \quad (13)$$

Em que,

$A_t$ : absorção de água por imersão;

$m_{SSS}$ : massa saturada com superfície seca;

$m_s$ : massa seca.

Nas idades de ensaio (28 e 84 dias), os corpos de prova foram retirados da cura, lavados para remoção de resíduos de cal e mantidos submersos em água, para garantir a condição saturada. Foi feita, então, a medição de sua massa submersa e

massa saturada por imersão com a superfície seca. Em seguida, os corpos de prova foram mantidos em estufa a 60 °C durante 5 dias. Decorrido esse tempo, foi feita a medição da massa seca.

Além da absorção por imersão, três corpos de prova cilíndricos foram submetidos à absorção por capilaridade aos 84 dias. O ensaio foi realizado conforme a ASTM C1585 (ASTM, 2020a). Os corpos de prova foram inicialmente secos em estufa a 60 °C por 5 dias e, posteriormente, sua face lateral foi vedada com um verniz epóxi (Figura 42), para garantir o fluxo de água ascendente sem perda de água.

Após a preparação, os corpos de prova foram, novamente, mantidos em estufa a 60 °C por 12 h, para garantir a sua condição seca. Após o resfriamento, foi feita a leitura de sua massa seca, antes de submetê-los ao contato com a água. Em seguida, deu-se início ao ensaio, posicionando os corpos de prova em um recipiente de vidro (Figura 43a), com nível d'água constante a 5 mm acima de sua face inferior (Figura 43b) e temperatura mantida em  $25 \pm 1$  °C. Após o contato dos corpos de prova com a água, foi determinada sua massa a cada 1 h durante as primeiras 11 h. Posteriormente, a leitura foi feita às 24 h, 29 h, 34 h, 48 h, 58 h e 72 h. Após os três primeiros dias de ensaio, foram realizadas pesagens uma vez por dia, até completar a idade de 14 dias.



Figura 42 – Processo de aplicação da resina epóxi na lateral dos corpos de prova cilíndricos.

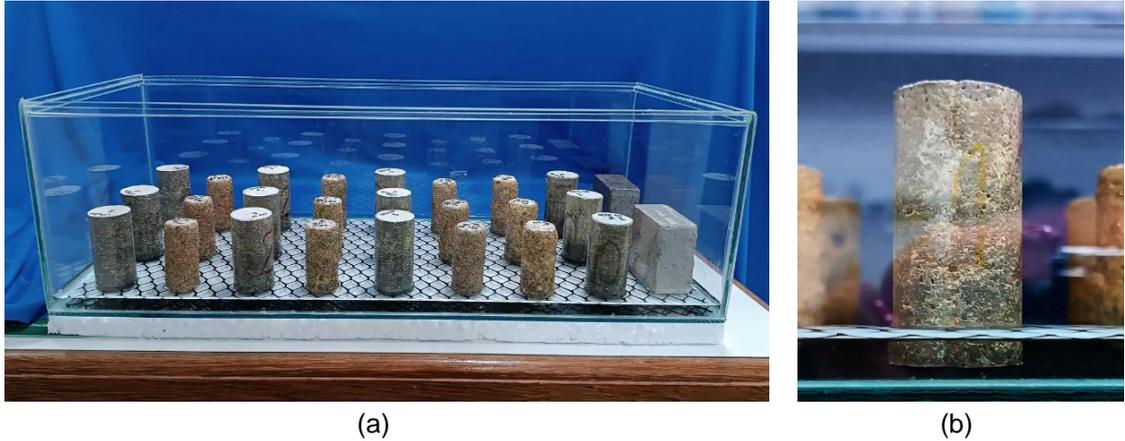


Figura 43 – Ensaio de absorção de água por capilaridade em execução (a); detalhe do nível de água a 5 mm acima da face inferior do corpo de prova (b).

A absorção de água por capilaridade ao longo do tempo foi, então, calculada segundo a Equação 14.

$$C = \frac{m_t - m_0}{S \times d} \quad (14)$$

Em que,

C: absorção de água por capilaridade, em milímetros;

$m_t$ : massa do corpo de prova em contato com a água durante o tempo  $t$ , em gramas;

$m_0$ : massa do corpo de prova seco, antes do início do ensaio, em gramas;

S: área da seção transversal do corpo de prova em contato com a água, em milímetros quadrados;

d: densidade da água, em gramas por milímetros cúbicos.

A partir dos resultados de capilaridade, também foi possível calcular a taxa de absorção capilar das argamassas, ou absortividade, definida como a inclinação da reta que melhor se ajusta à curva de absorção capilar plotada em relação à raiz quadrada do tempo. Os cálculos foram feitos segundo a Equação 15 e, para todas as argamassas, o tempo considerado foi de 6 h de ensaio, como recomendado pela ASTM C1585 (ASTM, 2020a).

$$A = \frac{C}{\sqrt{t}} \quad (15)$$

Em que,

A: absortividade, em milímetros por raiz de segundo;

C: absorção capilar, em milímetros;

t: tempo de contato do corpo de prova com a água, em segundos.

### 3.9.4 DURABILIDADE FRENTE AO ATAQUE ÁCIDO

O contato de um material cimentício com ácido proporciona a despassivação das armaduras no concreto. Além disso, a reação entre o ácido e o hidróxido de cálcio promove a formação de sais, que, em contato com a armadura desprotegida, provocam corrosão (Mehta; Monteiro, 2008).

Para a exposição ao ataque ácido, seis corpos de prova cúbicos e três cilíndricos de cada argamassa, curados por 28 dias em água saturada de cal, foram imersos em solução de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) a 1,5%, com pH inicial igual a 1,0. Prezou-se por manter o pH da solução entre 1,0 e 2,0, característico de um ambiente de tubulação de esgoto (Diercks; Sand; Bock, 1991; Khan *et al.*, 2019), e, para isso, o pH foi monitorado periodicamente utilizando um pHmetro digital portátil (Kasvi, modelo K39-0014PA, com precisão de  $\pm 0,1$ ). A solução foi trocada duas vezes durante todo o ensaio, quando o limite proposto foi atingido. A configuração do ensaio está apresentada na Figura 44. A argamassa A-TERN não foi submetida aos ensaios de durabilidade devido à falta de tempo hábil para realização dos testes.

A resistência das argamassas ao ataque ácido foi, então, avaliada pela perda de massa dos corpos de prova no decorrer do tempo, conforme a Equação 16, indicada pela ASTM C267 (ASTM, 2020b). As variações de massa foram avaliadas aos 1, 2, 3, 4, 7, 9, 11, 14, 17, 21, 24, 28, 31, 35, 38, 42, 45, 49, 52 e 56 dias de ataque ácido.

$$\Delta M_t = \frac{m_{sss,t} + m_{sss,i}}{m_{sss,i}} \times 100 \quad (16)$$

Em que,

$\Delta M_t$ : variação de massa no tempo  $t$ ;

$m_{sss,t}$ : massa saturada com superfície seca determinada no tempo  $t$ ;

$m_{sss,i}$ : massa saturada com superfície seca inicial.



Figura 44 – Exposição das diferentes argamassas ao ataque por ácido sulfúrico.

Após os 56 dias de ataque ácido, os corpos de prova foram rompidos à compressão, a fim de avaliar o efeito do ataque na resistência à compressão das argamassas. Para isso, duas faces dos corpos de prova foram regularizadas através do capeamento com gesso de alta resistência. Após a secagem do gesso, as faces foram lixadas até alcançar a condição de paralelismo entre elas e, então, proceder o rompimento conforme o item 3.9.2. A Figura 45 mostra um corpo de prova com as faces devidamente regularizadas, pronto para a execução do ensaio. Devido à irregularidade da superfície dos corpos de prova e a dificuldade de medir as arestas de forma precisa com um paquímetro, a área para o cálculo da resistência à compressão foi analisada pelo processamento de registros fotográficos utilizando o programa computacional ImageJ.



Figura 45 – Corpo de prova após 56 dias de ataque ácido com as faces capeadas para ensaio de resistência à compressão.

Além da resistência à compressão, os efeitos do ataque ácido na absorção de água por imersão e por capilaridade também foram avaliados, utilizando os mesmos procedimentos descritos no item 3.9.3. Os resultados, tanto de absorção de água quanto de resistência à compressão dos corpos de prova atacados, foram comparados com aqueles obtidos para as argamassas que não passaram pelo ataque ácido.

Durante a execução dos ensaios com as argamassas atacadas, foi possível perceber a presença de uma camada de argamassa degradada, aderida à superfície dos corpos de prova. Foi feita, então, a medição da espessura dessa camada, a partir do processamento de imagens no ImageJ. A análise foi feita na seção transversal central dos corpos de prova cilíndricos, conforme a Figura 46, após o corte dos corpos de prova com disco diamantado. Foram desenhadas 4 linhas-guia concêntricas (Figura 46a), que foram utilizadas para facilitar a medição da espessura da camada degradada em 8 pontos na superfície do corpo de prova (Figura 46b). A espessura da camada degradada foi, então, calculada a partir da média dos 8 pontos.

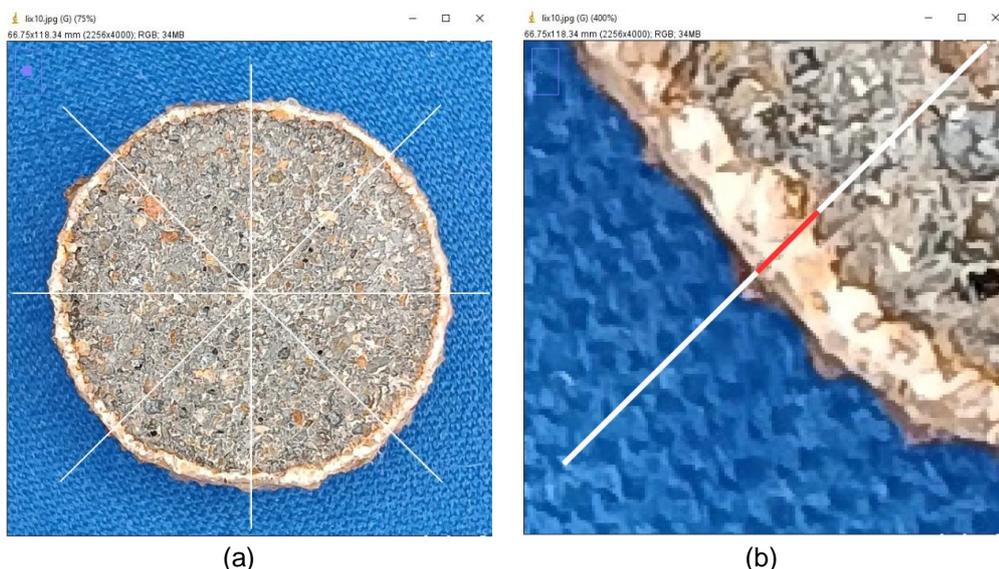


Figura 46 – Captura de tela do ImageJ durante o desenho das linhas-guia concêntricas (a); detalhe para a medição da espessura da camada degradada em um ponto (b).

### 3.10 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Os resultados dos testes de resistência à compressão e de durabilidade foram tratados estatisticamente utilizando o modelo de Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC), que considera os princípios de casualização e repetição. Para

comparar os diferentes tratamentos e identificar se houve diferença significativa entre eles, foi realizada a análise de variância (ANOVA), ao nível de 5% de probabilidade ( $p < 0,05$ ). Em seguida, o teste de médias de Duncan foi feito, a fim de verificar quais tratamentos diferiram entre si. Todos os resultados das análises estatísticas estão apresentados integralmente no Anexo A.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS FOLHAS DE BAMBU

#### 4.1.1 ANÁLISE APROXIMADA DAS FOLHAS DE BAMBU

As curvas de TG e DTG das diferentes amostras de folha de bambu em função do tempo estão representadas na Figura 47, respectivamente. O perfil de temperatura adotado no ensaio também está indicado nos gráficos. Todas as amostras apresentaram o mesmo padrão de perda de massa em função do tempo durante o aquecimento, com três estágios bem definidos, exatamente como previamente observado para amostras de palhas de cana-de-açúcar (Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017) e de folhas de milho (De Lima; Cordeiro, 2021).

O primeiro pico de perda de massa na curva de DTG (pico i na Figura 47b) ocorreu entre 20 e 105 °C e está relacionado à eliminação da umidade das amostras. Os picos ii, iii e iv foram observados entre 240 e 540 °C e relacionam-se com os compostos voláteis presentes nas folhas, indicando a eliminação da hemicelulose, celulose e lignina, respectivamente (Yang *et al.*, 2007). O pico v, identificado em 950 °C imediatamente após a troca da atmosfera de N<sub>2</sub> para ar sintético, foi relacionado à completa combustão das amostras, com eliminação de todo o carbono fixo (Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017).

A Figura 48 mostra os resultados da análise aproximada para cada amostra, com quantificação em base seca dos teores de material volátil, carbono fixo e cinza. Conforme esperado, houve aumento no teor de cinza para as folhas bambu tratadas com lixiviação, indicando que os pré-tratamentos proporcionaram efeitos positivos no processo de queima das amostras. Esses efeitos foram mais pronunciados para FB-AC, que apresentou teor de cinza de 25,0%, enquanto FB-IN conteve 21,1% de cinza. FB-AD apresentou conteúdo de cinza intermediário, com 22,3%.

Resultados semelhantes foram encontrados para palhas de cana de açúcar lixiviadas com água quente e com ácido clorídrico (Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017) e para palha de milho tratada com ácido cítrico (De Lima; Cordeiro, 2021). Isso ocorreu porque, na folha *in natura*, o alto teor de potássio causou o aprisionamento da matéria orgânica carbonizada, impedindo sua combustão, o que também explica o maior teor

de carbono fixo na FB-IN. Em contrapartida, nas amostras tratadas, a diminuição do teor de potássio promoveu o aumento da porosidade das folhas (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013), resultando em um maior teor de cinza após a queima.

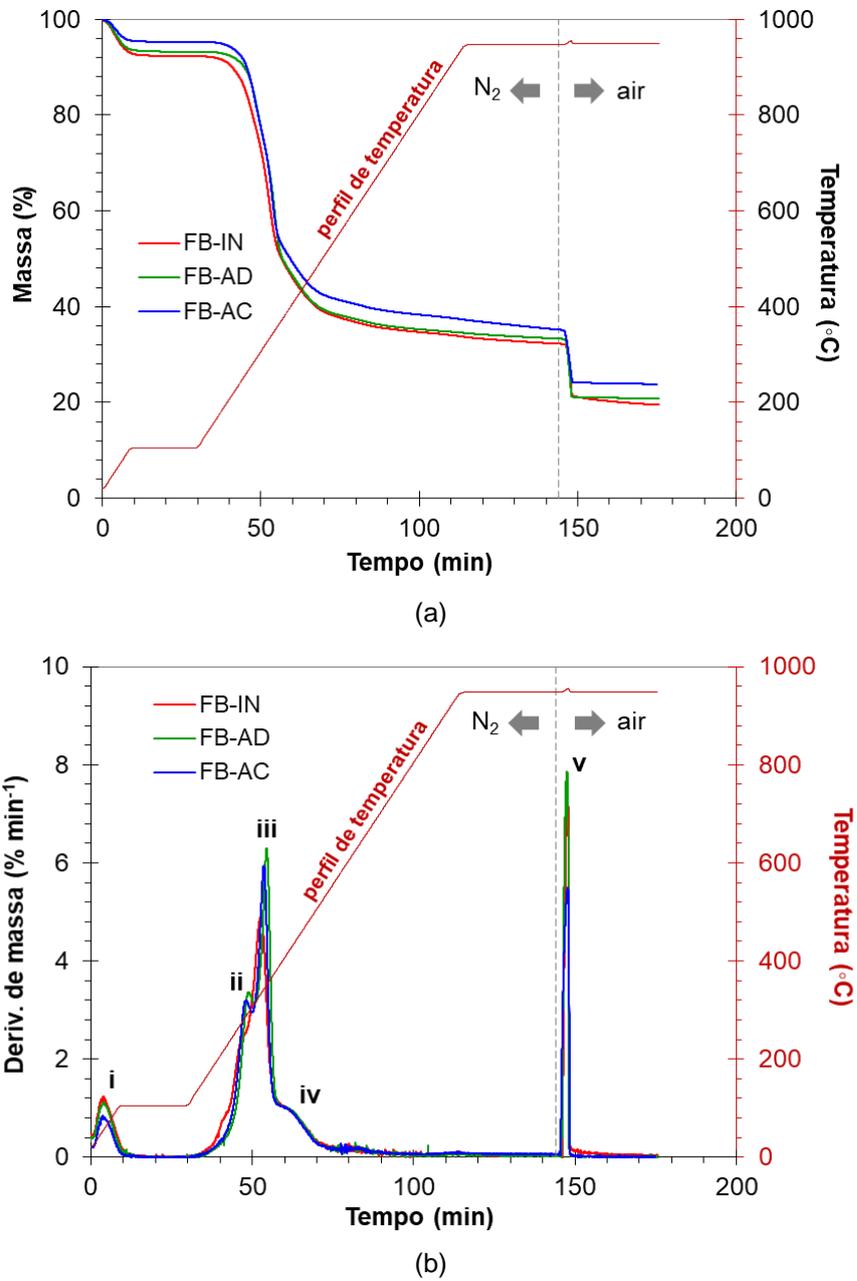


Figura 47 – Curvas de TG (a) e DTG (b) das amostras de folhas de bambu em atmosfera de ar sintético e de N<sub>2</sub>.

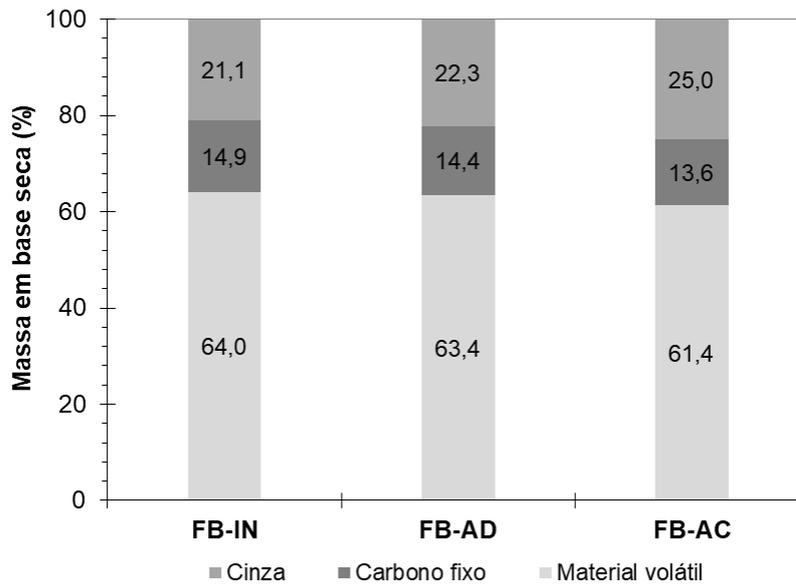
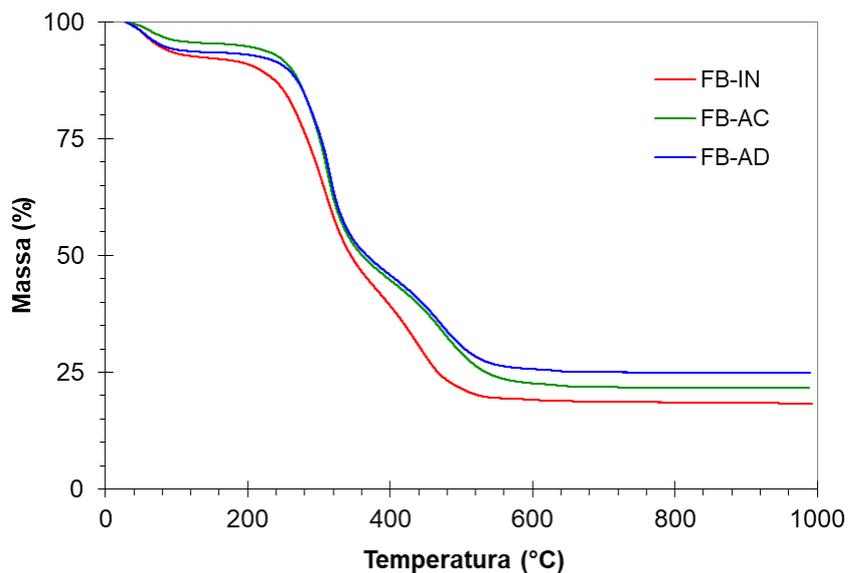


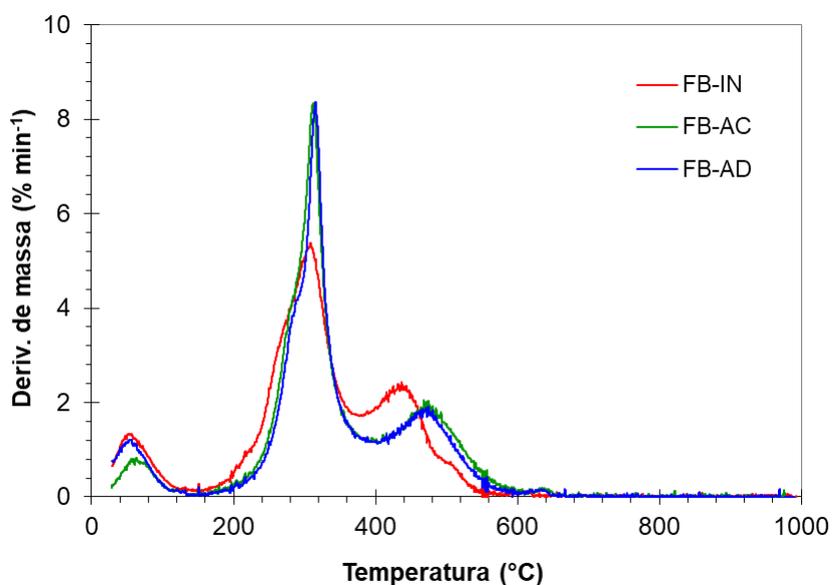
Figura 48 – Resultados da análise aproximada das amostras de folhas de bambu.

#### 4.1.2 DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA IDEAL DE QUEIMA

As análises termogravimétricas em ar sintético das amostras FB-IN, FB-AD e FB-AC, em função da temperatura, estão apresentadas na Figura 49. Os resultados revelaram que a eliminação do material volátil e a completa combustão do carbono ocorreram antes dos 600 °C para as três amostras de folhas. Conforme comprovam as curvas de DTG (Figura 49b), após os 600 °C, não foram identificados outros picos de decomposição no processo de aquecimento das amostras. Dessa forma, essa temperatura foi selecionada para a segunda etapa de queima, em forno mufla.



(a)



(b)

Figura 49 – Curvas de TG e DTG em atmosfera de ar sintético para as diferentes amostras de folha de bambu.

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS ADIÇÕES MINERAIS

### 4.2.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PERDA AO FOGO

A composição de óxidos e a perda ao fogo do quartzo e das cinzas estão apresentadas na Tabela 8.

Tabela 8 – Composição de óxidos e perda ao fogo das adições minerais (% em massa).

<b>Composição</b>	<b>CFB-IN</b>	<b>CFB-AD</b>	<b>CFB-AC</b>	<b>QTZ</b>
SiO <sub>2</sub>	66,1	87,3	89,3	97,9
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2	0,2	0,2	0,1
CaO	6,5	4,6	5,1	0,1
SO <sub>3</sub>	4,0	2,3	2,1	1,5
K <sub>2</sub> O	17,6	3,0	0,5	0,2
MnO	0,1	0,1	–	–
Perda ao fogo	5,5	2,6	2,8	0,3

Os resultados mostraram que os pré-tratamentos realizados possibilitaram a obtenção de cinzas distintas em comparação com a amostra *in natura*. Foi possível notar a presença expressiva de contaminantes na CFB-IN, que apresentou 17,6% de K<sub>2</sub>O e 4,0% de SO<sub>3</sub>, provavelmente provenientes do solo e que são típicos para esse tipo de cinza (Dwivedi *et al.*, 2006; Olutoge; Oladunmoye, 2017). A composição química das cinzas tratadas mostrou que, embora o ácido tenha proporcionado a eliminação do K<sub>2</sub>O na CFB-AC, com teor residual de 0,5%, a lixiviação com água deionizada à temperatura ambiente foi eficaz na dissolução do potássio, reduzindo significativamente o teor de K<sub>2</sub>O de 17,6% para 3,0%. Também houve redução do teor de SO<sub>3</sub> para 2,1% na CFB-AD e na CFB-AC, mostrando que não houve diferença entre as cinzas tratadas com relação a esse composto.

Conforme esperado, todas as cinzas apresentaram elevados teores de SiO<sub>2</sub>, assim como outros trabalhos da literatura (Dwivedi *et al.*, 2006; Frías *et al.*, 2012; Moraes *et al.*, 2019; Cordeiro *et al.*, 2020; Odeyemi *et al.*, 2022). Entretanto, a CFB-IN não cumpriu com o requisito químico da NBR 12653 (ABNT, 2014a) quanto ao teor mínimo de soma de sílica, alumina e óxido de ferro (70%). Enquanto a cinza *in natura* apresentou 66,1% de SiO<sub>2</sub>, para a CFB-AD e a CFB-AC, os teores de SiO<sub>2</sub> foram de 87,3 e 89,3%, respectivamente. Esse aumento de sílica nas amostras tratadas foi atribuído à eliminação de contaminantes durante os processos de lixiviação (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017; Cordeiro *et al.*, 2020; De Lima; Cordeiro, 2021). Vale ressaltar que houve pouca diferença no teor de sílica entre as cinzas tratadas, de apenas 2,0%. Esse resultado difere do obtido por Cordeiro, Vieira e Lopes (2017), em que o teor de sílica das cinzas da palha de cana tratadas

com água quente por 2 h foi 11,8% menor do que aquelas tratadas com ácido clorídrico, mostrando uma diferença bem mais expressiva entre os dois tratamentos.

Todas as cinzas apresentaram um teor de CaO relativamente alto, entre 5 e 7%, também encontrado na literatura para outras cinzas de folha de bambu (Dwivedi *et al.*, 2006; Frías *et al.*, 2012; Onikeku *et al.*, 2019; Rodier *et al.*, 2019; Abebaw; Bewket; Getahun; 2021).

Em todas as cinzas, a perda ao fogo foi satisfatória de acordo com os requisitos da NBR 12653 (ABNT, 2014a). Uma vez que essa característica pode ser controlada pela queima, os resultados indicaram que o procedimento de queima conjugada adotado foi adequado para eliminação de compostos carbonáceos. Em outra pesquisa com cinza de folha de bambu, em que a queima foi realizada apenas de forma autógena, a perda ao fogo foi de 11,3% (Moraes *et al.*, 2019), o que mostra que a segunda etapa de queima, em mufla, é fundamental para o ajuste desse valor. Vale destacar, ainda, que a perda ao fogo de 5,5% da CFB-IN foi reduzida para 2,6% e 2,8% na CFB-AD e na CFB-AC, respectivamente, indicando que os procedimentos de lixiviação contribuíram para a eficiência da queima.

A composição química do quartzo revelou sua pureza, com aproximadamente 98% de sílica em sua composição e perda ao fogo quase nula.

#### 4.2.2 COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA

Na Figura 50 estão apresentados os difratogramas de raios X das cinzas. Todas as cinzas apresentaram-se predominantemente amorfas, caracterizadas pelo desvio em relação ao eixo horizontal entre os ângulos 15 e 30° 2 $\theta$ , característico de materiais amorfos. Esse halo é ainda mais pronunciado para CFB-AD e CFB-AC, devido ao aumento no teor de sílica amorfa consequente dos pré-tratamentos. Não foi observada a presença de sílica cristalina (cristobalita) em nenhuma das cinzas, corroborando com as constatações de De Lima e Cordeiro (2021) e Almeida e Cordeiro (2023) de que a temperatura na queima autógena não ultrapassa os 800 °C, a partir da qual poderia ocorrer a cristalização da sílica (Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2009b).

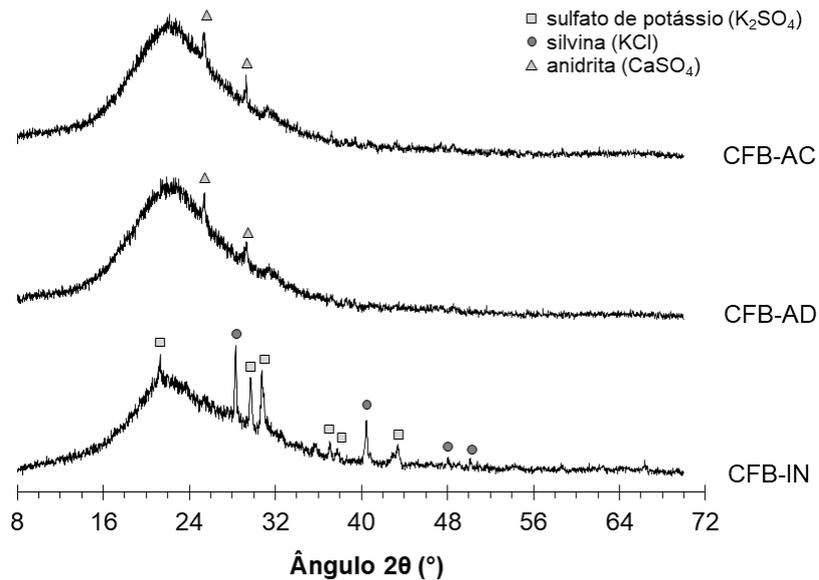


Figura 50 – Difratoograma de raios X das três cinzas. Picos em unidade arbitrária.

A CFB-IN apresentou picos de sulfato de potássio e cloreto de potássio (silvina), confirmando o alto teor de  $K_2O$  observado na composição de óxidos (Tabela 8). Esses compostos não foram observados nos difratogramas da CFB-AD e da CFB-AC, visto que o potássio foi praticamente eliminado em ambos os processos de lixiviação, reduzindo ainda mais a baixa cristalinidade da cinza. Foi possível identificar picos de sulfato de cálcio (anidrita) na CFB-AD e na CFB-AC, também observados em cinzas de bagaço de cana tratadas com lixiviação ácida (Barbosa; Cordeiro, 2021; Almeida; Cordeiro, 2023). É possível que, durante o procedimento de lixiviação, a dissolução do  $K_2SO_4$  tenha provocado a dissociação do sal, liberando íons  $SO_4^-$  para reagirem com os íons  $Ca^+$  presentes nas amostras e, assim, formarem anidrita.

A Figura 51 mostra o difratograma de raios X do quartzo. Ao contrário das cinzas, o padrão revelou a natureza cristalina da sílica presente no material, caracterizada pelos picos referentes à sílica cristalina e pela ausência de qualquer desvio em relação à linha de base.

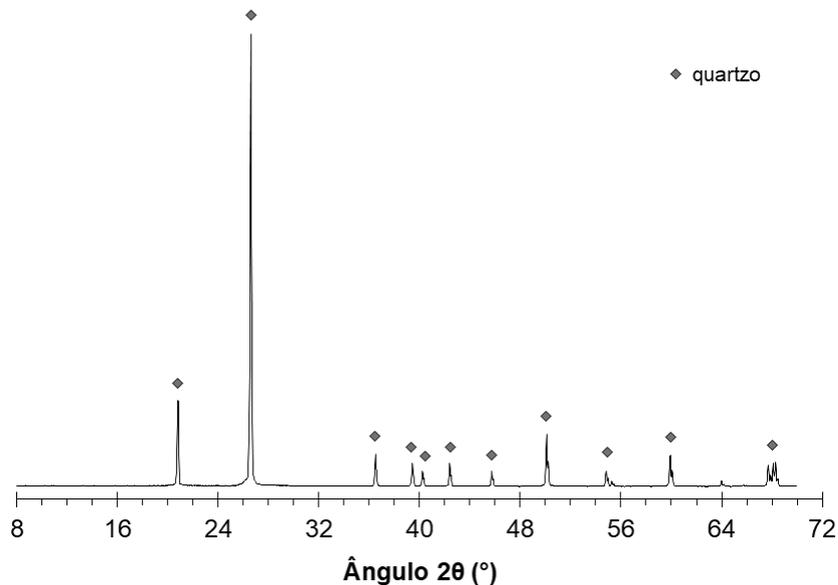


Figura 51 – Difratoograma de raios X do quartzo. Picos em unidade arbitrária.

#### 4.2.3 GRANULOMETRIA

A distribuição granulométrica das adições minerais e do cimento está mostrada na Figura 52 e os valores de  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  estão apresentados na Tabela 9. Como mostraram as curvas granulométricas, a moagem controlada das cinzas foi eficaz para promover uma distribuição de tamanho de partícula similar entre elas, com  $D_{50}$  próximo a 10  $\mu\text{m}$ . Esse tamanho de partícula também foi utilizado por outros autores para garantir a obtenção de materiais com pozolanicidade adequada e melhor empacotamento (De Sensale, 2010; Chusilp; Jaturapitakkul; Kiattikomol, 2009; Calligaris *et al.*, 2015; Cordeiro *et al.*, 2020). O quartzo utilizado também apresentou granulometria próxima a das cinzas. Vale ressaltar que esse resultado é de extrema importância para possibilitar a comparação das cinzas quanto à pozolanicidade e equiparar os efeitos físicos provocados pelas diferentes adições minerais nas misturas cimentícias (Cordeiro *et al.*, 2009; Cordeiro; Kurtis, 2017). As cinzas e o quartzo apresentaram, propositalmente, tamanhos de partícula menores do que o cimento, o que favorece a ação física das adições minerais.

Todos os materiais apresentaram valores próximos de  $D_{50}$  e  $D_{90}$ , indicando que os tamanhos de partícula médios e máximos para as cinzas e o quartzo foram similares. Os valores de  $D_{10}$  das cinzas também foram uniformes, variando entre 2,40 e 2,78  $\mu\text{m}$ . No entanto, o quartzo ultrafino apresentou tamanho mínimo de partícula

menor que os demais materiais (1,54  $\mu\text{m}$ ). Cabe ressaltar, neste ponto, que a moabilidade diferente do quartzo em comparação com os materiais amorfos (Ribas *et al.*, 2014) dificultou sobremaneira a obtenção de uma curva granulométrica perfeitamente ajustada com a das cinzas, como pode ser observado na Figura 52.

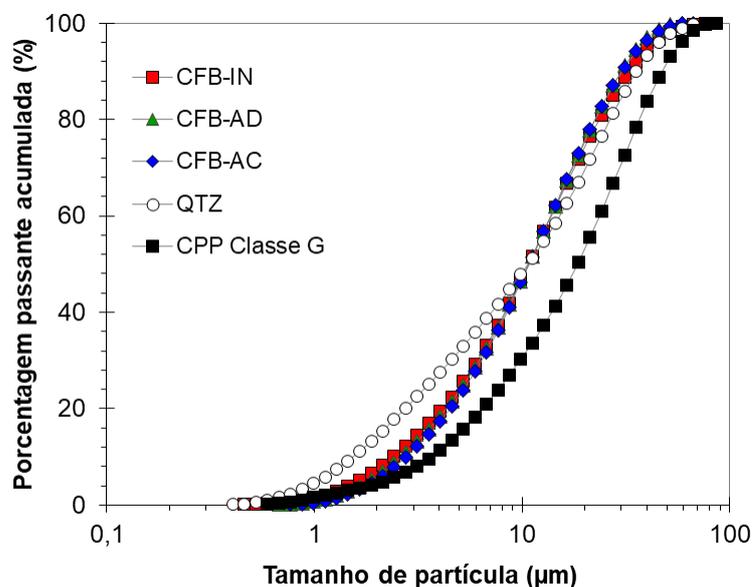


Figura 52 – Distribuição do tamanho de partículas das adições minerais e do cimento.

Tabela 9 – Tamanhos característicos  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  das partículas das adições minerais e do cimento.

<b>Materiais</b>	<b><math>D_{10}</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b><math>D_{50}</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b><math>D_{90}</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
CFB-IN	2,40	10,7	32,7
CFB-AD	2,64	10,9	31,3
CFB-AC	2,78	10,8	30,1
QTZ	1,54	10,7	35,4
Cimento	3,66	18,5	47,2

#### 4.2.4 MASSA ESPECÍFICA

A massa específica dos materiais está apresentada na Tabela 10. Entre as cinzas, a maior massa específica foi obtida para CFB-IN (2,35  $\text{g}/\text{cm}^3$ ), devido ao seu elevado teor de contaminantes. Com a eliminação dos compostos alcalinos e a redução da cristalinidade da cinza, houve uma diminuição da massa específica, resultando em 2,21  $\text{g}/\text{cm}^3$  para CFB-AD e 2,23  $\text{g}/\text{cm}^3$  para CFB-AC. Pesquisas

anteriores também obtiveram redução na densidade das cinzas que passaram por tratamento prévio de lixiviação (De Lima; Cordeiro, 2021; Almeida; Cordeiro, 2023). O quartzo, por sua vez, devido à sua estrutura monolítica, apresentou massa específica de 2,64 g/cm<sup>3</sup>, o maior valor entre todos os materiais, idêntico ao caracterizado por Cordeiro e Kurtis (2017).

Tabela 10 – Massa específica das adições minerais.

<b>Material</b>	<b>Massa específica (g/cm<sup>3</sup>)</b>
CFB-IN	2,35
CFB-AD	2,21
CFB-AC	2,23
QTZ	2,64

#### 4.2.5 SUPERFÍCIE ESPECÍFICA BET E POROSIDADE

Os resultados de superfície específica BET e as informações sobre os poros das amostras estão apresentados na Tabela 11. Embora a granulometria das cinzas e do quartzo tenha sido similar, os valores de superfície específica BET foram significativamente distintos entre os materiais, indicando diferenças em sua porosidade. Como esperado, os tratamentos químicos aumentaram a superfície específica BET das cinzas, que variou de 10,4 m<sup>2</sup>/g na CFB-IN para 33,5 m<sup>2</sup>/g na CFB-AD e 86,9 m<sup>2</sup>/g na CFB-AC, representando aumentos de 3,2 vezes e 8,3 vezes, respectivamente. O aumento na superfície específica está relacionado à remoção do K<sub>2</sub>O, preservando a estrutura de poros da cinza (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013). O tratamento com ácido na CFB-AC promoveu a remoção quase total do K<sub>2</sub>O. No entanto, na CFB-AD, a eliminação não foi completa, restando, ainda, um baixo teor desse composto (3,0%). Portanto, isso explica a diferença na superfície específica entre as duas cinzas tratadas. Um resultado semelhante foi encontrado ao comparar os tratamentos de palha da cana de açúcar com lixiviação ácida e com lavagem em água quente (Cordeiro, Vieira, Lopes, 2017). O quartzo, por sua vez, mostrou superfície específica significativamente mais baixa que as cinzas, devido à ausência de porosidade em suas partículas.

Tabela 11 – Superfície específica BET e volume de poros das diferentes adições minerais.

Material	Superfície específica BET (m <sup>2</sup> /g)	Volume de poros com tamanhos variando de 17 a 3000 Å (cm <sup>3</sup> /g)
CFB-IN	10,4	0,05
CFB-AD	33,5	0,16
CFB-AC	86,9	0,26
QTZ	0,95	-

Em concordância com os valores de superfície específica BET, os resultados indicaram que os tratamentos de lixiviação foram eficazes no aumento do volume de poros das cinzas. Como esperado, a CFB-IN apresentou um volume de poros inferior às demais cinzas. A maior porosidade foi obtida para CFB-AC, como consequência da remoção de K<sub>2</sub>O pela lixiviação ácida (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Cordeiro *et al.*, 2020). A CFB-AD apresentou comportamento intermediário entre as cinzas, uma vez que o K<sub>2</sub>O não foi completamente eliminado durante o tratamento químico.

Dessa forma, foi possível estabelecer uma correlação entre o teor de K<sub>2</sub>O das cinzas e os respectivos dados de superfície específica BET e volume de poros, conforme mostra a Figura 53. Aparentemente, os dados seguem modelos potência, em que a sucessiva diminuição no teor de K<sub>2</sub>O promove aumentos cada vez maiores na superfície específica e no volume de poros das cinzas.

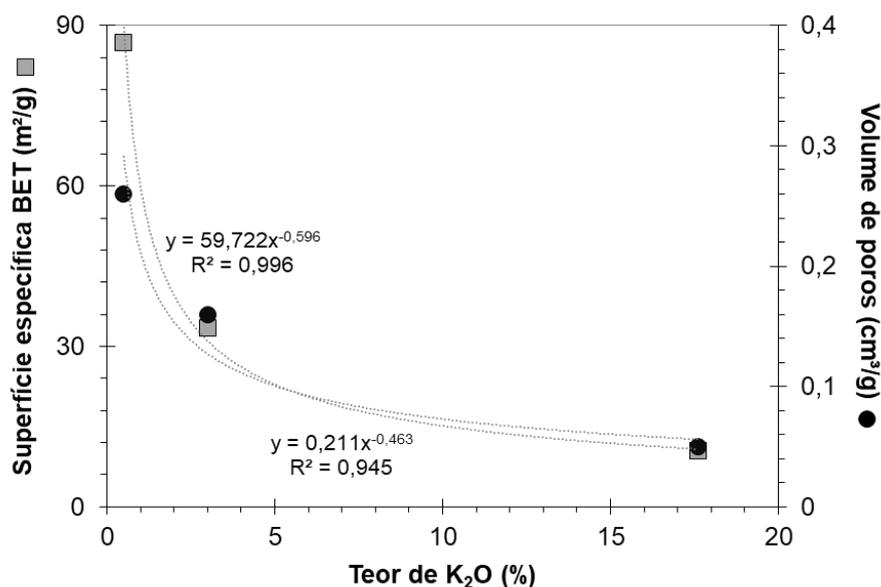


Figura 53 – Correlação entre o teor de K<sub>2</sub>O e a superfície específica e entre o teor de K<sub>2</sub>O e o volume de poros das cinzas.

Esses resultados foram confirmados pelas isotermas de adsorção e dessorção de nitrogênio, mostradas na Figura 54, em que a CFB-IN apresentou o menor volume de gás adsorvido, seguida da CFB-AD e da CFB-AC, respectivamente. É importante notar que a CFB-AC apresentou uma inflexão bem definida da curva em baixa pressão relativa (ponto B no gráfico), indicando a conclusão da cobertura de monocamada e a presença de microporos. Esse ponto não foi bem distinto para as demais cinzas, indicando que houve significativa sobreposição de monocamadas e menor volume de microporos (Thommes *et al.*, 2015). De acordo com o gráfico, é evidente que todas as isotermas apresentaram o mesmo formato e receberam a classificação tipo II, com histerese H3, de acordo com a IUPAC (Thommes *et al.*, 2015). Essa classificação é característica de materiais macroporosos com presença de microporos, e concorda com resultados da literatura para outras cinzas agroindustriais (Vieira *et al.*, 2020; Cordeiro *et al.*, 2020).

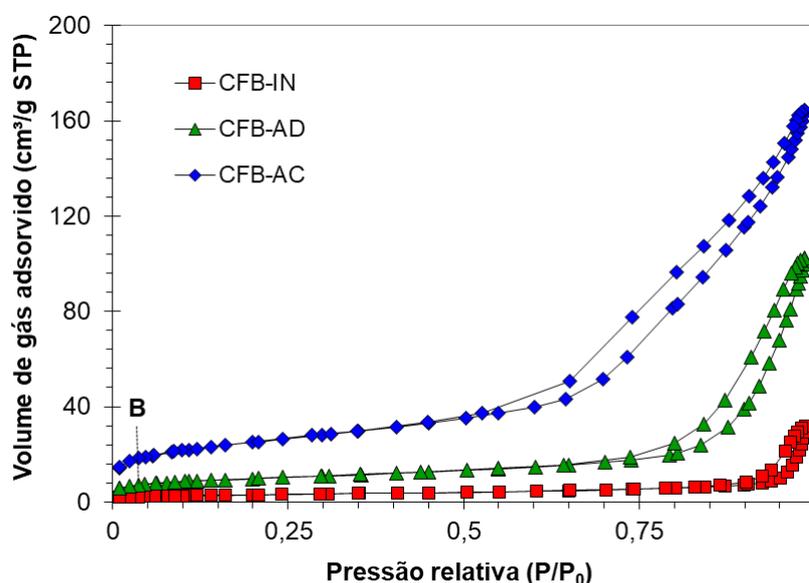


Figura 54 – Isotermas de adsorção-dessorção de nitrogênio para as três diferentes cinzas.

#### 4.2.6 MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS

A análise morfológica dos materiais, avaliada por microscopia eletrônica de varredura, revelou que as cinzas possuem característica porosa, corroborando com os resultados da adsorção de nitrogênio. As Figura 55a e Figura 55b mostram a superfície porosa da CFB-AD e da CFB-AC, respectivamente, antes do processo de

moagem. Após a cominuição das partículas, o aspecto poroso foi mantido, como mostram as Figura 55c e Figura 55d.

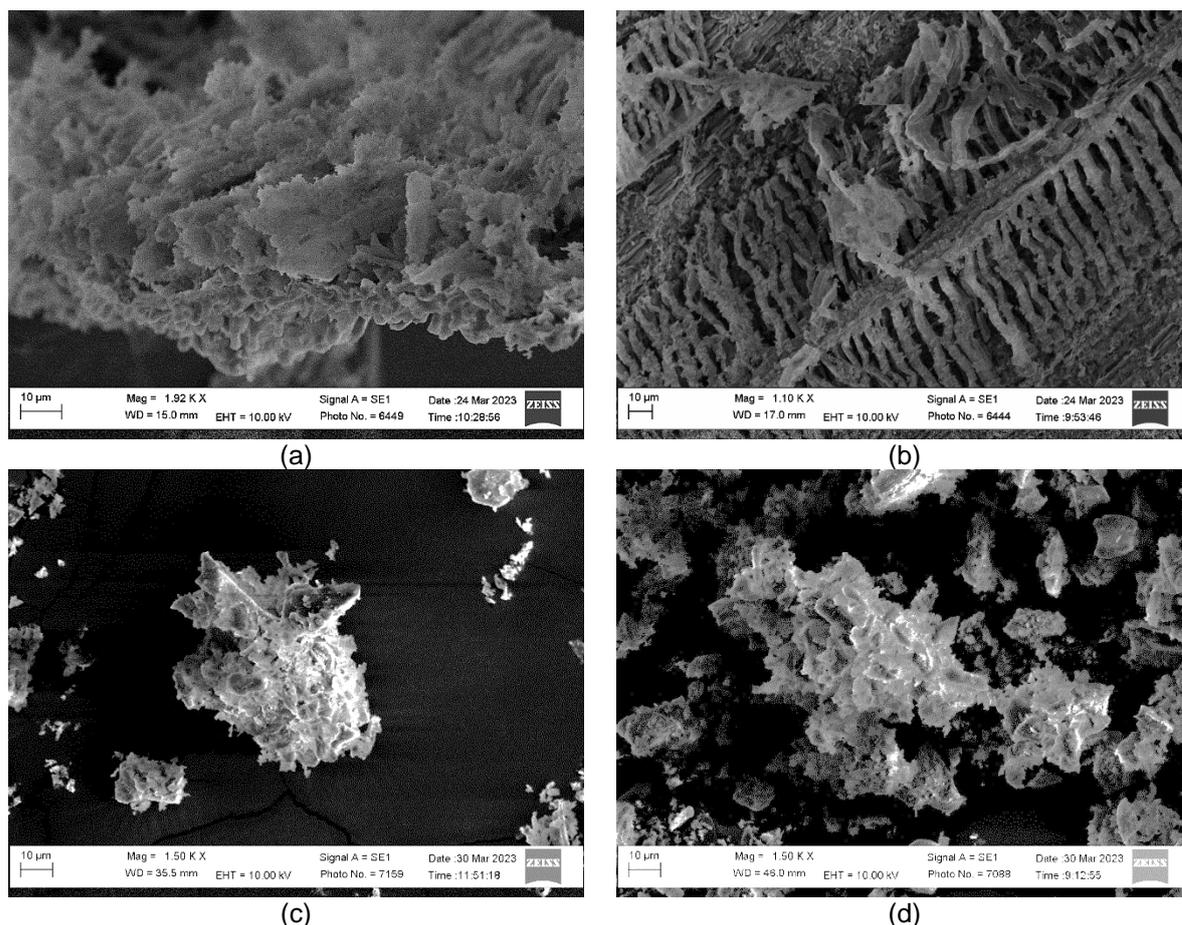


Figura 55 – Imagens de MEV com detalhes da porosidade da CFB-AD (a) e da CFB-AC (b) antes da moagem e CFB-AD (c) e CFB-AC (d) após a moagem.

As micrografias possibilitaram confirmar a presença predominante de sílica nas cinzas. Como mostra a Figura 56, na superfície externa das cinzas, antes da moagem, foi possível observar estruturas silicosas, chamadas fitólitos, em formatos específicos de halteres (destacados pelas setas verdes) e de sela de cavalo (destacados pelas setas vermelhas), também reportados em um estudo de micrografia de cinzas de folha de bambu realizado por Roselló *et al.* (2015). Vale ressaltar que, em relação à CFB-IN (Figura 56a), essas estruturas foram de mais fácil identificação para a CFB-AD (Figura 56b), devido à remoção das impurezas e aumento no teor de sílica promovido pela lixiviação.

Na superfície interna da CFB-AD (Figura 56c) e da CFB-AC (Figura 56d), foi constatada a presença de células ricas em sílica, chamadas de tricomas, dos tipos espinhos (setas roxas) e filiformes (setas azuis), também encontradas em cinza de

palha de milho (De Lima; Cordeiro, 2021) e outras cinzas de folha de bambu (Motomura; Fujii; Suzuki, 2006; Roselló *et al.*, 2015). Os tricomas aparecem envoltos por uma matriz áspera de sílica, assim como nos estudos de Roselló *et al.* (2015).

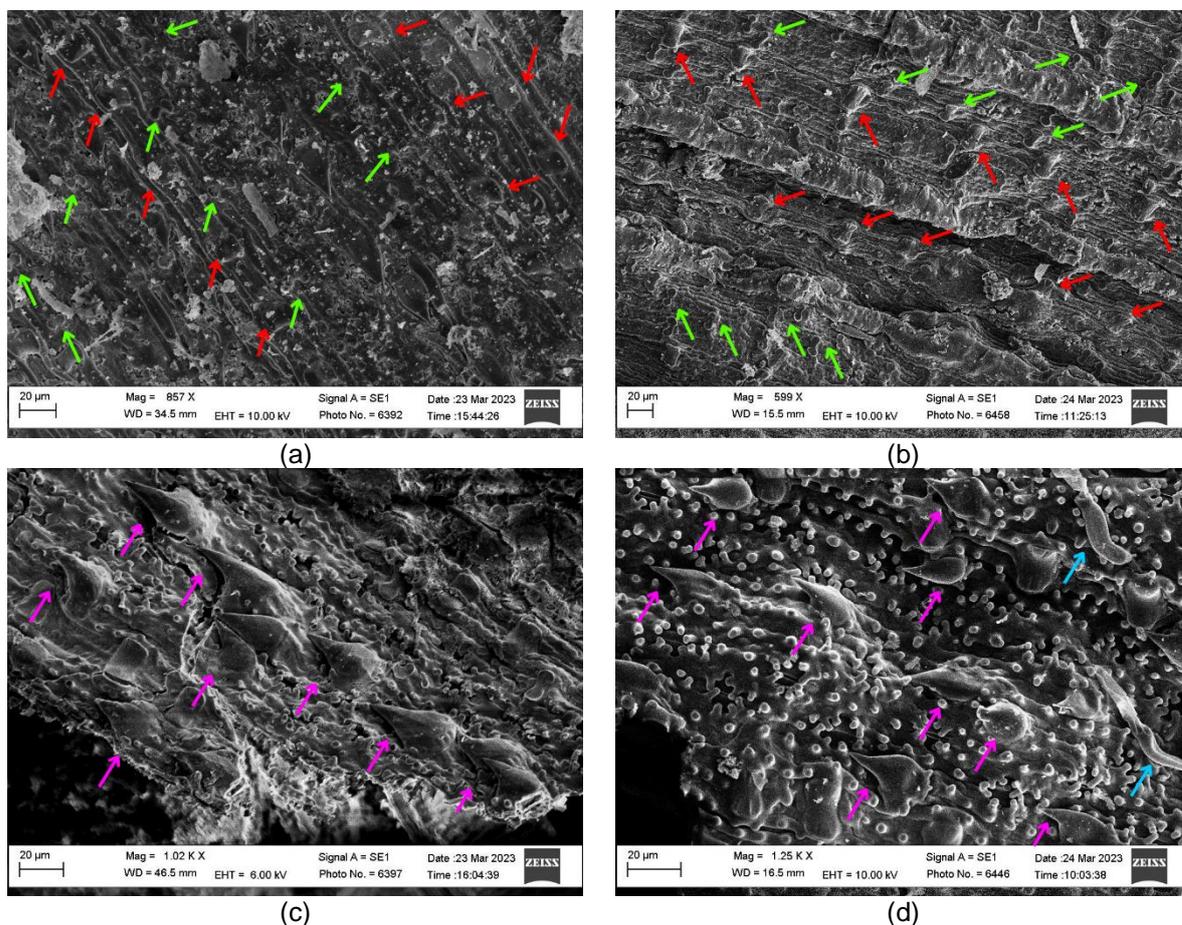


Figura 56 – Estruturas silicosas (fitólitos) presentes na superfície externa das cinzas CFB-IN (a) e CFB-AD (b); células de sílica (tricomas) presentes na superfície interna da CFB-AD (c) e CFB-AC (d).

A Figura 57a mostra, em detalhe, uma espécie de descamação na camada externa da CFB-AD, enquanto a Figura 57b apresenta a seção transversal da cinza. Essas imagens demonstraram que as cinzas apresentam uma camada intermediária entre as superfícies externa e interna, caracterizada pela estrutura de poros bem definida, semelhante ao encontrado para cinza de casca de arroz (Vieira *et al.*, 2020).

Mesmo após a quebra das cadeias de sílica com a moagem, foi possível observar que os corpos silicosos isolados mantiveram seu formato característico, assim como também foi observado em um estudo prévio com cinza de folha de bambu (Villar-Cociña *et al.*, 2011). Esse comportamento não foi constatado por Moraes *et al.* (2019), visto que não foram identificados fitólitos de sílica na amostra moída. A Figura

58a mostra a CFB-AD após a moagem e a Figura 58b detalha os fitólitos de sílica encontrados.

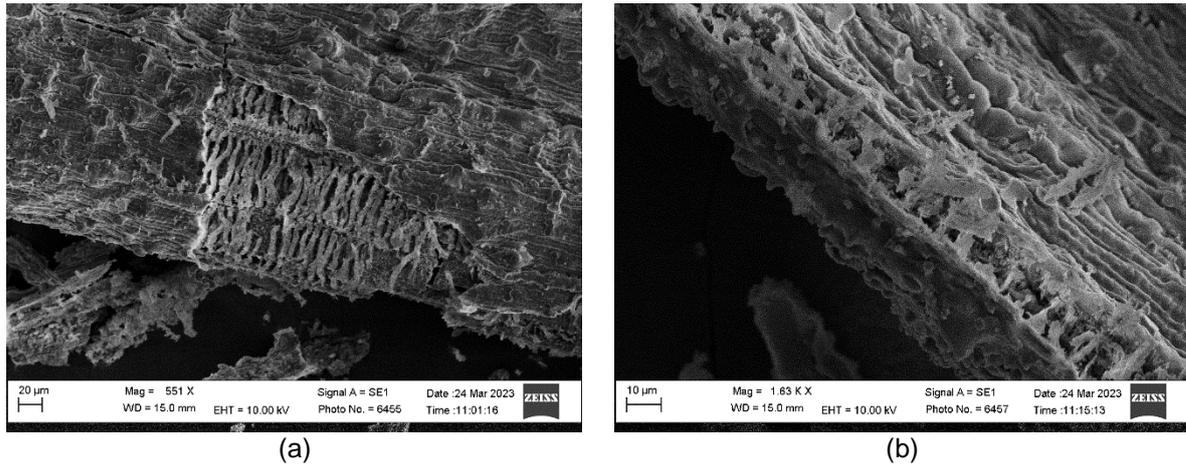


Figura 57 – Detalhe da camada intermediária das CFB-LAV, mostrando a estrutura porosa bem definida das cinzas.

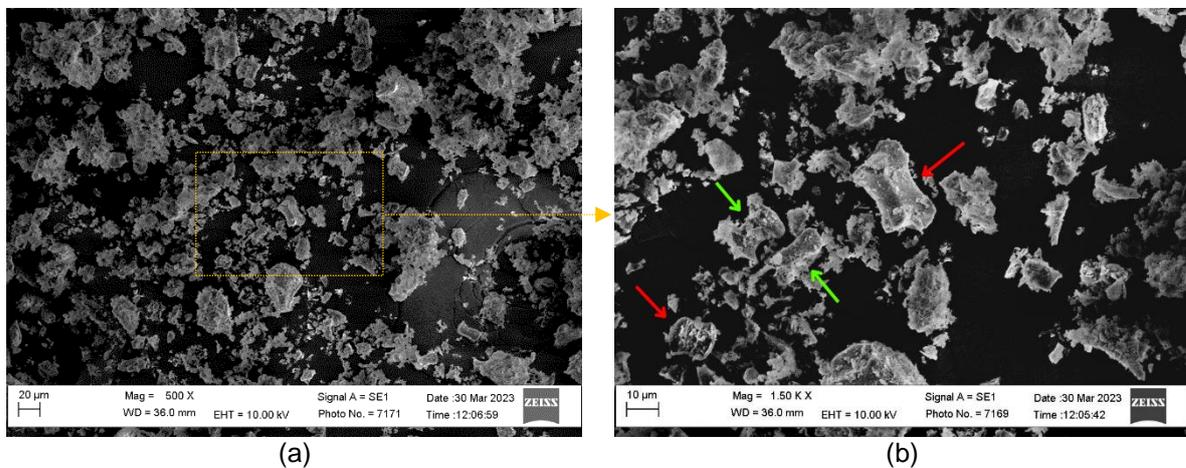


Figura 58 – CFB-AD após a moagem (a); detalhe das estruturas de sílica preservadas mesmo após a moagem (b).

O quartzo moído, por sua vez, cujas partículas estão mostradas na Figura 59a, apresentou superfície lisa, sem presença de poros, e partículas angulares, conforme detalhado na Figura 59b. Essas características são típicas desse tipo de material e justificam sua baixa superfície específica (Cordeiro, 2006).

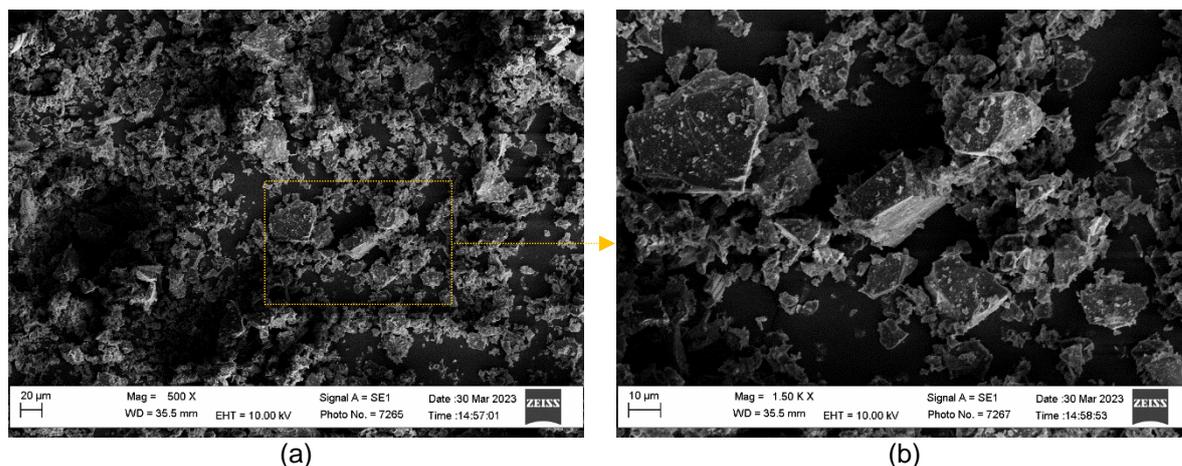


Figura 59 – Quartzo após a moagem (a); detalhe da morfologia das partículas do quartzo (b).

#### 4.2.7 ATIVIDADE POZOLÂNICA

Os resultados de atividade pozolânica obtidos pelos três métodos de ensaio utilizados estão sumarizados na Tabela 12.

Tabela 12 – Resultados de atividade pozolânica das adições minerais.

Material	Índice de desempenho (%)	Reatividade com cal (MPa)	Chapelle modificado (mg/g)
CFB-IN	127	6,9 ± 0,3	958
CFB-AD	126	7,9 ± 0,1	1162
CFB-AC	128	6,8 ± 0,7	1133
QTZ	70	-	38

Com relação às cinzas, o ensaio de índice de desempenho não mostrou diferenças significativas de atividade pozolânica entre elas, que apresentaram valores próximos, entre 126% e 128%, embora a CFB-AD e CFB-AC apresentem maior teor de SiO<sub>2</sub> e superfície específica superior à CFB-IN. Isso sugere que há um excesso de sílica reativa em todas as argamassas, inclusive aquela produzida com CFB-IN. Uma vez que a sílica presente nas cinzas é amorfa, é possível que todo o hidróxido de cálcio disponível nas argamassas tenha sido consumido ao se utilizar o teor de substituição estabelecido em norma (25% em massa). Isso motivou a escolha de um teor inferior (20%) para substituição em pastas e argamassas estudadas neste trabalho.

Um elevado índice de desempenho (140%) também foi obtido por Cordeiro *et al.* (2020) para uma cinza de folha de bambu lixiviada com ácido cítrico, justificado pelo alto teor de sílica amorfa e a alta superfície específica da cinza (199 m<sup>2</sup>/g). Dhinakaran e Chandana (2016), no entanto, calcularam o índice mecânico de acordo com a ASTM C311 (ASTM, 2005) e obtiveram um valor reduzido (86%) para uma cinza de folha de bambu produzida sem tratamento prévio e sem controle de granulometria, o que indica a importância da lixiviação e do procedimento de moagem no aumento da reatividade das cinzas.

O teste de índice de atividade pozolânica com cal também não mostrou diferenças significativas entre as três cinzas de folhas de bambu. Nesse caso, as argamassas fabricadas com CFB-IN e CFB-AC apresentaram valores de resistência à compressão de 6,9 e 6,8 MPa, respectivamente. Um ligeiro aumento foi obtido com a CFB-AD, com resistência de 7,9 MPa. Esses valores foram próximos daqueles encontrados por Kasanya, Thomas e Moffatt (2019) para uma cinza volante pozolânica, utilizando a mesma metodologia.

Os resultados de reatividade pelo método de Chappelle modificado reforçaram a hipótese de haver excesso de sílica nas cinzas de bambu avaliadas nos ensaios mecânicos de atividade pozolânica. Ao contrário dos ensaios mecânicos, no teste de Chappelle modificado há saturação de cal. Assim, toda sílica disponível nas cinzas pode participar das reações pozolânicas. A CFB-AD apresentou consumo de 1162 mg/g ligeiramente superior à CFB-AC, com 1133 mg/g, demonstrando pouca diferença de reatividade entre as duas cinzas tratadas. Ambas se mostraram mais reativas do que a CFB-IN, que apresentou consumo de 958 mg/g, indicando a eficácia das duas formas de lixiviação no aumento da atividade pozolânica. Trabalhos anteriores também observaram aumento na atividade pozolânica de cinzas lixiviadas com ácido (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; De Lima; Cordeiro, 2021) e cinzas lixiviadas com água (Cordeiro; Vieira; Lopes, 2017; Xu *et al.*, 2018).

Esses resultados demonstraram uma limitação do método normatizado de determinação da atividade pozolânica por índice de desempenho. Para pozolanas altamente reativas, o teor de substituição estabelecido em norma (25% em massa) é, supostamente, excessivo, provocando o consumo de grande parte do hidróxido de cálcio disponível. Dessa forma, o valor de resistência obtido no teste de compressão não indica a real reatividade do material, uma vez que, provavelmente, a sílica

presente em sua composição química não é completamente aproveitada nas reações pozolânicas.

Os ensaios de atividade pozolânica confirmaram o caráter inerte do quartzo, com índice de desempenho de apenas 70%, o que indicou um efeito de diluição considerável devido à substituição de 25% de cimento (Cordeiro; Kurtis, 2017). No ensaio de Chappelle modificado, esse material apresentou um consumo insignificante de 38 mg/g. Por outro lado, a alta atividade pozolânica das cinzas de folha de bambu está diretamente relacionada com sua alta superfície específica (Cordeiro *et al.*, 2011), além da presença de sílica exclusivamente amorfa. É importante destacar que a CFB-IN apresentou pozolanicidade satisfatória nas três metodologias distintas utilizadas no trabalho e, a princípio, poderia ser utilizada em sistemas cimentícios. No entanto, os pré-tratamentos foram fundamentais para o ajuste da composição química das cinzas CFB-AD e CFB-AC, tornando-as aptas para aplicação em matrizes cimentícias sem os problemas eventuais que podem surgir pela presença de teores excessivos de  $K_2O$  e  $SO_3$ , como formação de compostos hidratados expansivos em reações do tipo álcali-agregado e de formação de etringita tardia, por exemplo (Lawrence, 1998).

### **4.3 ESTUDO EM PASTAS CIMENTÍCIAS**

#### **4.3.1 AVALIAÇÃO DA HIDRATAÇÃO POR CALORIMETRIA ISOTÉRMICA**

Os resultados de taxa de calor, calculados em função da massa de material cimentício, das pastas contendo 20% de adição mineral e da pasta ternária (30% de adição mineral), em relação à referência, estão apresentados na Figura 60. Em todas as pastas analisadas, foi observado que a hidratação seguiu os quatro estágios característicos (pré-indução, indução, aceleração e desaceleração). Entretanto, o tipo de adição mineral influenciou significativamente a cinética de hidratação quanto à duração e à intensidade máxima do calor registrado em cada estágio, bem como a quantidade total de calor liberado. Vale mencionar que as misturas foram feitas fora do calorímetro e, portanto, o primeiro pico exotérmico, na fase de pré-indução, não será discutido neste trabalho.

Os gráficos nos detalhes i e ii na Figura 60 possibilitam uma melhor visualização do período de indução e do pico de taxa de calor associado à hidratação do  $C_3S$ ,

respectivamente. Nas primeiras 6 h de hidratação (detalhe no gráfico i), P-CFB-AD, P-CFB-AC e P-TERN proporcionaram uma elevação na liberação de calor e um leve retardo na indução em comparação à P-REF, justificados pelo alto consumo de superplastificante nas pastas (Kong *et al.*, 2016; De Lima; Cordeiro, 2021). Vale ressaltar que, para P-TERN, esse efeito foi menos pronunciado do que para as demais pastas contendo cinzas, uma vez que a adição de quartzo à mistura possibilitou a utilização de um teor menor de superplastificante em comparação à P-CFB-AD e a P-CFB-AC.

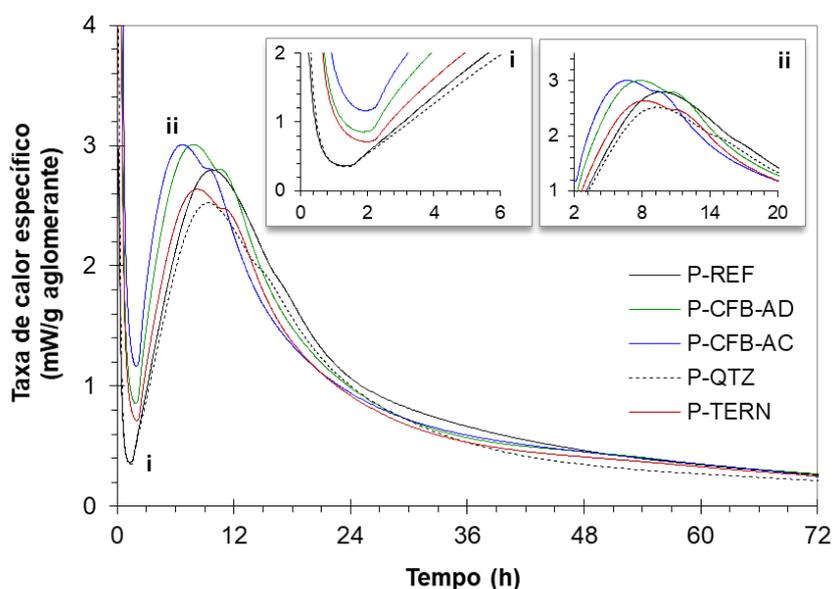


Figura 60 – Curvas de fluxo de calor das pastas produzidas, relativas à massa de material cimentício.

Os resultados de taxa de calor também mostraram que as cinzas provocaram um efeito interessante de aceleração da hidratação, compensando o retardo inicial causado pelos altos teores de aditivo superplastificante nas pastas. Como mostra o gráfico de detalhe ii, o efeito de nucleação heterogênea na P-CFB-AD e na P-CFB-AC foi responsável pelo aumento das taxas de calor no período de aceleração e pela antecipação da hidratação do  $C_3S$  (Lothenbach; Scrivener; Hooton, 2011; Antoni *et al.*, 2012). O adiantamento do pico máximo de fluxo de calor da P-CFB-AD, em relação à P-REF, foi de 2 h. Esse efeito foi ainda mais pronunciado para P-CFB-AC, que alcançou a liberação máxima de calor cerca de 3 h antes da P-REF. Esse comportamento foi justificado pela maior superfície específica da CFB-AC, fornecendo mais área extra para atuar como sítios de nucleação para deposição de hidratos.

A redução na liberação de calor observada na P-QTZ em relação à P-REF foi causada pelo efeito de diluição, o que foi mostrado, também, em investigações anteriores (Cordeiro; Kurtis, 2017; Barbosa; Cordeiro, 2021). Embora o efeito de diluição para P-CFB-AD e P-CFB-AC seja o mesmo que para P-QTZ, ambas as cinzas possuem alta superfície específica, ao contrário do quartzo. Isso contribuiu para que o efeito de nucleação fosse mais expressivo do que a diluição do cimento ao incorporar as cinzas, justificando a diferença de comportamento entre as pastas binárias contendo CFB e a P-QTZ.

Foi possível estabelecer uma boa correlação linear ( $R^2 = 0,95$ ) entre a superfície específica das cinzas e do quartzo e o tempo necessário de hidratação para o alcance do pico máximo de calor das três pastas contendo as adições minerais, como mostrado na Figura 61. Dessa forma, ficou evidente a influência da alta superfície específica das cinzas na aceleração da hidratação.

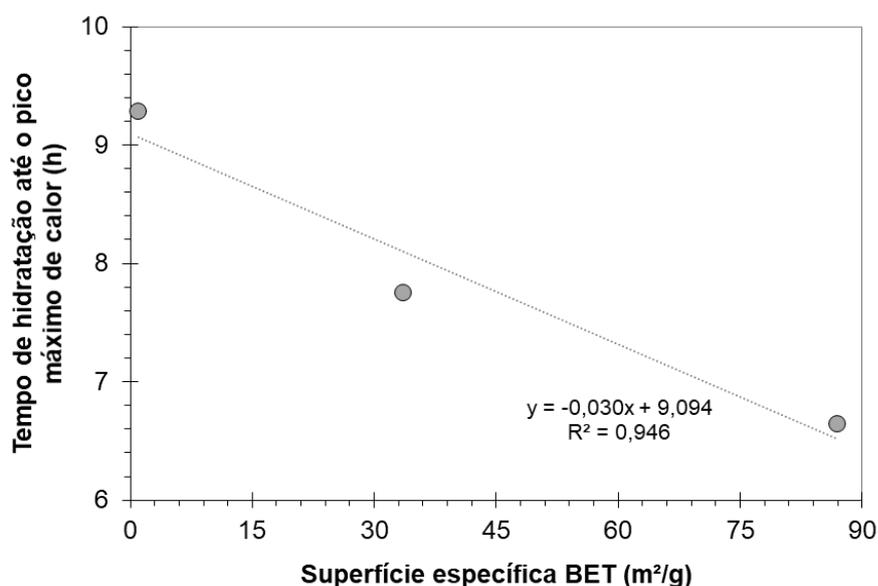


Figura 61 – Correlação entre o tempo de hidratação das pastas binárias até o alcance do pico máximo de calor e a superfície específica BET das adições minerais.

Por sua vez, quanto à liberação máxima de calor, a P-TERN apresentou comportamento intermediário entre a P-CFB-AD e a P-QTZ, conforme esperado. Embora a superfície extra proporcionada pela cinza nessa pasta seja idêntica à P-CFB-AD e à P-CFB-AC (20% de cinza em todas as pastas), o efeito de diluição provocado pela substituição adicional de 10% de cimento por um material inerte e de

baixa superfície específica na P-TERN foi responsável pela diminuição do pico máximo de calor a uma taxa menor do que para P-REF.

Ficou evidente a modificação na hidratação dos aluminatos causada pela incorporação das cinzas de alta superfície específica às pastas cimentícias. Claramente, o pico relacionado à depleção do sulfato, caracterizado pelo ombro no período de desaceleração, ocorreu mais cedo na P-CFB-AC, na P-CFB-AD e na P-TERN em relação à P-REF. Esse efeito também foi observado em pesquisas anteriores com substituição de cimento por cinza de casca de arroz (Cordeiro; Kurtis, 2017) e por metacaulim de alta superfície específica (Antoni *et al.*, 2012).

A curva de calor acumulado (Figura 62) evidencia a maior liberação de calor da P-CFB-AD e da P-CFB-AC em relação à referência nas 72 h de hidratação, assim como o menor calor acumulado liberado pela P-QTZ. Neste caso, P-TERN apresentou liberação total de calor intermediária entre P-CFB-AD e P-QTZ. A diluição mais acentuada na pasta ternária, provocada pela substituição de um maior teor de cimento, fez com que, em cerca de 26 h de hidratação, a quantidade de calor acumulado da P-TERN fosse superado pela P-REF.

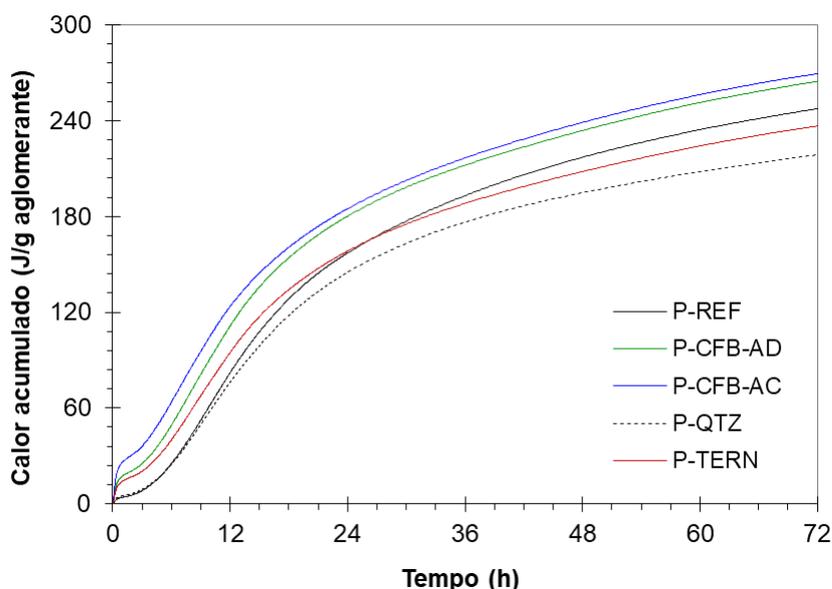


Figura 62 – Curvas de calor acumulado das pastas, relativas à massa de material cimentício.

#### 4.3.2 AVALIAÇÃO DA HIDRATAÇÃO POR RETRAÇÃO QUÍMICA

As curvas de retração química das pastas em função da massa de material cimentício até 120 h de hidratação estão apresentadas na Figura 63. Durante as primeiras 44 h de ensaio, P-QTZ apresentou retração similar a P-REF (0,026 mL/g). Dessa forma, esse teste não possibilitou a identificação do efeito de diluição provocado pelas adições minerais nos primeiros dois dias. A partir desse tempo, a curva de retração da P-QTZ se mantém ligeiramente abaixo da P-REF, indicando a diminuição na retração da pasta devido à menor quantidade de cimento na mistura.

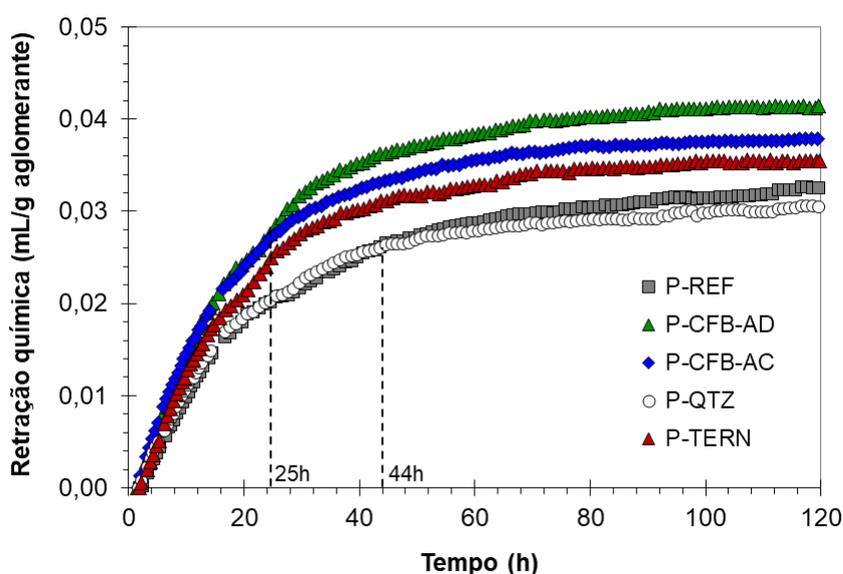


Figura 63 – Curvas de retração química das diferentes pastas, relativas à massa de material cimentício.

Nas primeiras 25 h de hidratação, P-CFB-AD e P-CFB-AC tiveram retração similar entre si (0,027 mL/g) e superior à P-REF (0,021 mL/g). Uma vez que nas primeiras horas de hidratação ainda não é possível notar ação pozolânica significativa (Berodier; Scrivener, 2014), o aumento na retração das pastas contendo CFB foi atribuído à nucleação heterogênea, dada a alta superfície específica das cinzas (Antoni *et al.*, 2012; Cordeiro; Kurtis, 2017). No entanto, após cerca de 25 h, a retração da P-CFB-AD superou a observada para P-CFB-AC, embora essa última contenha uma cinza de maior superfície específica. Ao final das 120h de ensaio, a retração para P-CFB-AC foi de 0,038 mL/g, enquanto a P-CFB-AD alcançou retração de 0,041 mL/g. Uma vez que a cinza CFB-AD foi a que apresentou maior atividade pozolânica, esse resultado corrobora com a constatação de Berodier e Scrivener (2014) de que, após

certo tempo, os efeitos químicos começam a influenciar significativamente na hidratação.

Os resultados das pastas binárias contendo cinzas de folha de bambu são similares aos previamente observados em pastas com cinzas da casca de arroz (Vayghan; Khaloo; Rajabipour, 2013; Cordeiro; Kurtis, 2017; Xu *et al.*, 2018; Vieira *et al.*, 2020; Cordeiro *et al.*, 2020) e do bagaço de cana-de-açúcar (Cordeiro; Kurtis, 2017).

Neste ensaio, a P-TERN apresentou, novamente, comportamento intermediário entre a P-CFB-AD e a P-QTZ. Após 120h de ensaio, P-CFB-AD apresentou retração 17% superior à P-TERN e a queda de retração da P-QTZ em relação à P-TERN foi de 11%. Embora a diluição na P-TERN seja superior à observada na P-QTZ, o ganho na retração em relação a essa pasta foi devido à nucleação promovida pela cinza de alta superfície específica, bem como pelos efeitos químicos após cerca de 1 dia de hidratação. Vale ressaltar, ainda, que a P-TERN também teve retração superior à P-REF, o que indica a viabilidade, do ponto de vista da hidratação, da produção de uma pasta ternária com maior teor de substituição de cimento, utilizando o mesmo teor de cinza e um percentual adicional de material inerte.

## **4.4 ESTUDO EM ARGAMASSAS**

### **4.4.1 DESENVOLVIMENTO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO**

Os valores médios de resistência de todas as argamassas em todas as idades de cura avaliadas estão apresentados na Tabela 13. A Figura 64 permite comparar esses valores para todas as argamassas produzidas nas três idades de cura.

Todas as argamassas tiveram ganho de resistência significativo com o avanço da idade. Em relação à mistura de controle (A-REF), as argamassas contendo CFB, em qualquer teor de substituição, apresentaram aumento significativo da resistência à compressão em todas as idades. As misturas com substituição de cimento por quartzo, por sua vez, promoveram diminuição da resistência em todas as idades e em ambos os teores, mostrando um claro efeito de diluição como consequência de haver menos cimento na matriz cimentícia.

Tabela 13 – Valores médios de resistência à compressão das argamassas em todas as idades avaliadas.

Argamassa	Resistência à compressão (MPa)		
	7 dias	28 dias	84 dias
A-REF	26,5 ± 1,0	39,3 ± 1,5	44,5 ± 1,0
A-CFB-AD10	35,5 ± 1,4	47,0 ± 1,1	52,6 ± 2,0
A-CFB-AD20	40,2 ± 2,3	47,0 ± 1,4	60,4 ± 1,4
A-CFB-AC10	32,5 ± 1,8	47,2 ± 1,7	58,9 ± 3,7
A-CFB-AC20	40,4 ± 1,4	51,4 ± 3,8	62,5 ± 3,5
A-QTZ10	24,3 ± 1,5	34,5 ± 1,7	40,1 ± 1,2
A-QTZ20	23,6 ± 0,3	30,4 ± 1,7	38,0 ± 1,6
A-TERN	37,0 ± 1,0	50,7 ± 1,3	59,5 ± 4,3

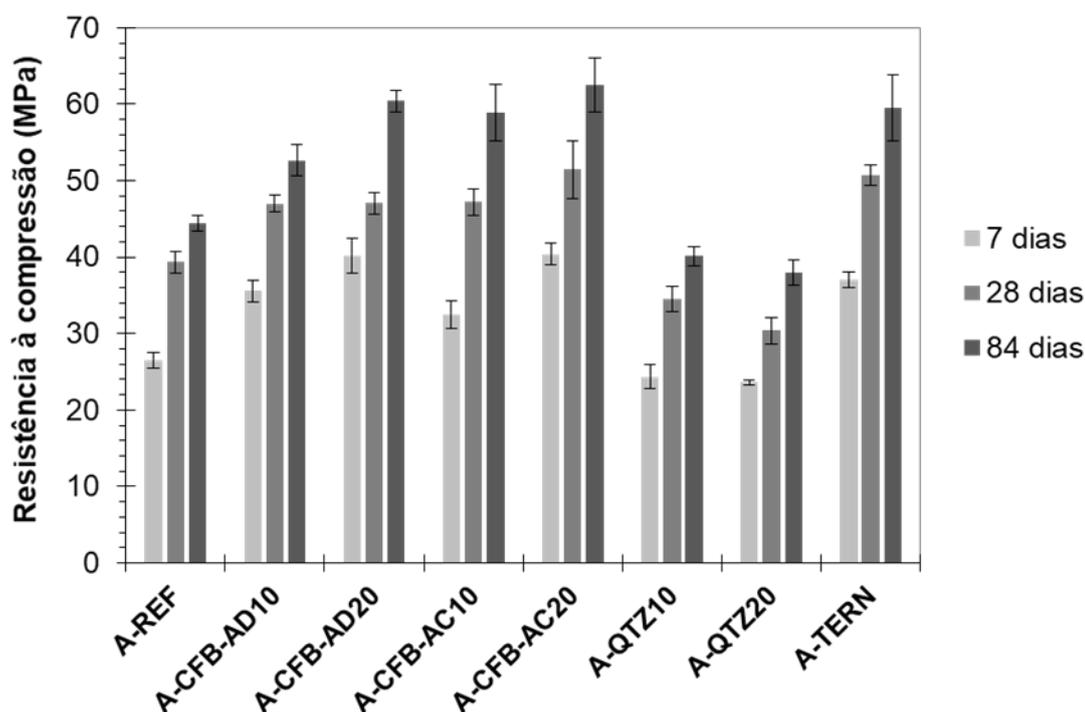


Figura 64 – Resistência à compressão das argamassas produzidas aos 7, 28 e 84 dias de cura.

Para todas as argamassas avaliadas, com relação aos valores médios, o aumento do teor de substituição de 10% para 20% provocou a intensificação dos efeitos observados – maior aumento na resistência à compressão para as argamassas contendo CFB e maior diminuição na resistência da argamassa contendo QTZ. No entanto, para as argamassas com quartzo, as diferenças na resistência à compressão entre A-QTZ10 e A-QTZ20 não foram estatisticamente significativas aos 7 e aos 84 dias de cura.

Ficou evidente que, aos 7 dias, A-CFB-AD10 e A-CFB-AC10 promoveram aumento significativo na resistência em relação à referência, de 34% e 23%, respectivamente, considerando os valores médios. Para A-CFB-AD20 e A-CFB-AC20, esse aumento foi superior a 50%. Esses resultados vão de encontro ao consenso comum de que adições pozolânicas promovem diminuição na resistência em baixas idades (Massazza, 1993). Essa afirmação não é válida para pozolanas altamente reativas, como sílica ativa e cinza de casca de arroz (De Sensale, 2010; Cordeiro *et al.*, 2018). Nesse caso, os resultados de resistência à compressão aos 7 dias mostraram que o comportamento das cinzas de folha de bambu é comparável ao de outras pozolanas de alta reatividade. Resultados de ganho de resistência em baixas idades também foram encontrados por De Lima e Cordeiro (2021) ao estudarem o comportamento à compressão de argamassas com substituição de cimento por cinzas da palha do milho lixiviada com ácido cítrico.

Os ganhos nos valores médios resistência proporcionados pela adição das cinzas em relação à argamassa de referência continuaram significativos ao longo dos dias de cura. Aos 28 dias, A-CFB-AD10, A-CFB-AD20 e A-CFB-AC10 foram estatisticamente semelhantes entre si, com um aumento de cerca de 20% na resistência em relação à A-REF. Para A-CFB-AC20, o aumento foi de 31% em relação à A-REF. Aos 84 dias, o aumento na resistência à compressão, ainda em relação à A-REF, chegou a 41% para A-CFB-AC20. O menor aumento observado foi para A-CFB-AD10, de 18%.

Também é interessante notar que a taxa de ganho de resistência das argamassas A-CFB-AC10, A-CFB-AC20 e A-CFB-AD20 entre 28 e 84 dias foi superior à taxa da A-REF. Esse resultado corroborou com as constatações obtidas nos testes de hidratação de pastas, em que a nucleação heterogênea e o efeito pozolânico das cinzas são mais significativos que a diluição causada pela substituição de cimento. A alta reatividade de ambas as cinzas foi comprovada, uma vez que o ganho de resistência está relacionado ao possível aumento na produção de C-S-H como consequência das reações pozolânicas (Rodier *et al.*, 2019; De Lima; Cordeiro, 2021; Xu *et al.*, 2018).

Ganhos de resistência em relação à referência também foram alcançados em uma pesquisa prévia conduzida com argamassas com substituição parcial de cimento por cinza de folha de bambu (Rodier *et al.*, 2019). Aos 28 dias, a resistência da

argamassa com 20% de cinza foi 19% superior à referência. Os autores atribuíram esse resultado à formação de C-S-H durante as reações pozolânicas.

Por outro lado, apesar da diferença entre os valores médios de resistência da A-QTZ10 e da A-REF não ter sido significativa aos 28 e 84 dias, a argamassa com 20% de quartzo (A-QTZ20) provocou diminuição expressiva da resistência à compressão em relação à A-REF em todas as idades. Aos 84 dias, por exemplo, essa redução foi de 15%. Dessa forma, um possível efeito fíler causado pela adição do mineral inerte não foi suficiente para compensar a queda de resistência à compressão da argamassa com 20% a menos de cimento. Ficou evidente que a diluição do cimento influenciou na resistência à compressão dessa argamassa. O desempenho das argamassas com QTZ está de acordo com o encontrado na calorimetria isotérmica, em que a pasta contendo quartzo libera menos calor na hidratação do que as demais, indicando menor formação de produtos hidratados.

Ao comparar as argamassas contendo CFB-AD ou CFB-AC com as argamassas contendo quartzo, ficou evidente que os efeitos negativos promovidos pelas adições minerais (visualizados isoladamente no comportamento da A-QTZ10 e da A-QTZ20) foram compensados nas argamassas contendo CFB pela nucleação heterogênea promovida pela alta superfície específica das cinzas e pelos seus efeitos pozolânicos, assim como constatado no estudo de hidratação de pastas.

As argamassas que apresentaram melhores resultados de resistência à compressão em todas as idades foram aquelas produzidas com CFB-AC. Possivelmente, esse resultado está relacionado ao maior teor de sílica e à maior superfície específica da cinza que passou por lixiviação ácida em relação a que foi lixiviada com água (Xu *et al.*, 2018; De Lima; Cordeiro, 2021), contribuindo para a ocorrência das reações pozolânicas. No entanto, vale destacar o excelente desempenho das argamassas contendo CFB-AD, muito superior à referência, sobretudo com 20% de substituição. Resultados semelhantes de resistência foram encontrados para pastas contendo cinzas da casca de arroz lixiviadas com água (Xu *et al.*, 2018).

Os resultados obtidos motivaram a produção de uma argamassa ternária (A-TERN), com 20% de CFB-AD, 10% de QTZ e 70% de cimento, considerando a possibilidade de aumentar o teor de substituição de cimento, de forma que o prejuízo provocado pela adição de um material inerte à mistura seja aceitável, uma vez que a

adição de 20% de CFB-AD promoveu aumentos consideráveis de resistência à compressão em relação à referência.

O comportamento à compressão da A-TERN foi positivamente surpreendente. Ao comparar a A-TERN com a A-QTZ10, percebeu-se que a substituição adicional de cimento por cinza na argamassa ternária provocou aumentos de aproximadamente 50% na resistência média, com relação à A-QTZ10, em todas as idades. O efeito de diluição mais acentuado na mistura ternária provavelmente foi compensado pelo maior empacotamento entre as partículas e pela atividade pozolânica da CFB-AD. Dessa forma, foi possível visualizar, em uma única argamassa, o efeito compensatório da cinza de folha de bambu altamente reativa diante dos efeitos negativos provocados pela redução de 30% no teor de cimento.

A A-TERN apresentou valores de resistência à compressão próximos às demais misturas contendo 20% de CFB, sem diferença significativa em relação à A-CFB-AD20 aos 84 dias. O incremento de 10% de quartzo na argamassa ternária não provocou redução expressiva na resistência à compressão. Esses resultados indicam que a substituição adicional de cimento por um material inerte, nesse caso, não teve grandes efeitos no desempenho da argamassa à compressão.

Com apenas 7 dias de cura, essa argamassa apresentou resistência à compressão 40% superior à A-REF. Após 84 dias, o bom desempenho da A-TERN foi mantido, com aumento de 34% em relação à referência.

#### 4.4.2 ABSORÇÃO DE ÁGUA

Os testes de absorção de água por imersão, cujos resultados após 28 e 84 dias estão apresentados na Figura 65, possibilitaram um melhor entendimento do efeito da substituição parcial de cimento pelas diferentes adições minerais na resistência à compressão das argamassas.

Para todas as argamassas, com exceção da A-TERN, a absorção diminuiu com o avanço da idade, indicando o preenchimento dos espaços vazios pelos produtos hidratados (GIVI *et al.*, 2010). A-QTZ10 não apresentou diferenças significativas de absorção em relação à A-REF aos 28 e aos 84 dias, indicando que, nesse caso, a diminuição na formação de hidratos é compensada pelo preenchimento de vazios proporcionado pela adição mineral. Por sua vez, a absorção da A-QTZ20 foi superior

a A-REF em ambas as idades. Assim como foi observado nos resultados de resistência à compressão, nesses casos, o possível efeito fíler causado pela adição mineral não foi suficiente para compensar o aumento na porosidade total da A-QTZ20 devido ao aumento da relação água-cimento provocada pela substituição de cimento por quartzo.

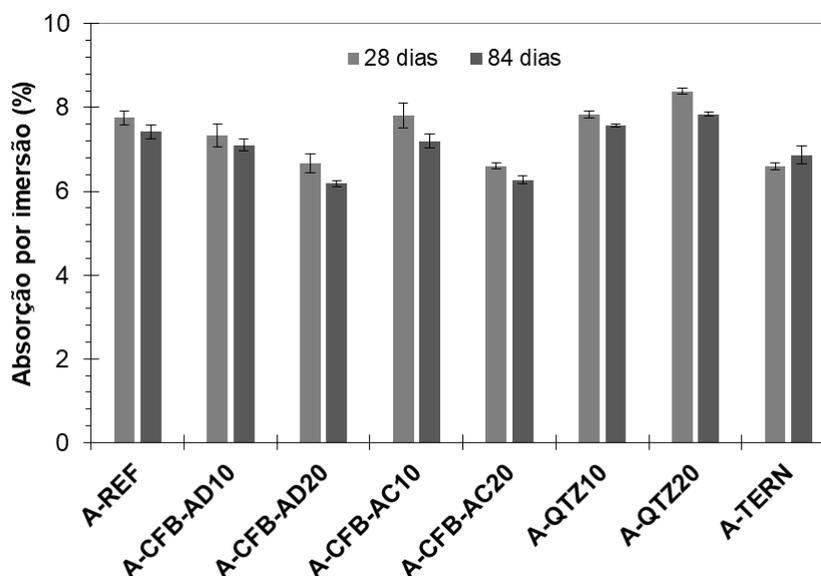


Figura 65 – Absorção de água por imersão das argamassas aos 28 e 84 dias de cura.

Para a A-CFB-AC10, não houve diferença significativa na absorção em relação a A-REF em nenhuma das idades avaliadas. No entanto, para A-CFB-AD10, A-CFB-AD20, A-CFB-AC20 e A-TERN houve diminuição da absorção em relação à A-REF em ambas as idades, indicando um refinamento na estrutura de poros dessas argamassas. Ao contrário do quartzo, como constatado pelas análises calorimétricas, a adição de cinza de folha de bambu na mistura no teor de 20% provocou aceleração na hidratação e o desenvolvimento de reações pozolânicas, contribuindo para o preenchimento dos vazios da matriz cimentícia e, conseqüentemente, diminuindo a absorção das argamassas.

Aos 28 dias, A-TERN foi estatisticamente semelhante a A-CFB-AD20 e A-CFB-AC20, o que mostra que os possíveis efeitos negativos da substituição adicional de 10% de cimento por um material inerte foram compensados pelo preenchimento dos poros proporcionado pelo quartzo e pelas reações pozolânicas. Após 84 dias de cura, não houve diferenças significativas entre A-CFB-AD10 e A-CFB-AC10 e entre A-CFB-AD20 e A-CFB-AC20, indicando que o tipo de cinza

incorporado (CFB-AD ou CFB-AC) não influenciou nos resultados de absorção total de argamassas.

Os resultados de absorção de água por capilaridade e de absorvidade das argamassas aos 84 dias, apresentados na Figura 66, estão em acordo com o que foi observado na absorção por imersão. Nesse ponto, vale ressaltar que, ao contrário da absorção por imersão, no ensaio de capilaridade, o mecanismo de absorção de água é por sucção, caso em que os microporos exercem maior influência.

Todas as argamassas apresentaram o mesmo padrão de avanço da capilaridade no tempo (Figura 66a), com maiores taxas de aumento da absorção nos primeiros dias de ensaio e uma tendência à estabilização após os 5 primeiros dias.

Durante todo o ensaio, A-QTZ20 apresentou a maior absorção capilar e a maior absorvidade (Figura 66b), seguida da A-QTZ10, ambas superiores à referência, considerando os valores médios para cada argamassa. Esse comportamento foi explicado pelo efeito de diluição provocado pela adição mineral. Provavelmente, as argamassas contendo quartzo apresentam um maior quantitativo de poros capilares em relação à referência. No entanto, para as argamassas contendo cinzas, a diluição do cimento foi compensada pelas reações pozolânicas, fazendo com que a absorvidade dessas misturas seja inferior à da A-REF.

Neste teste, o efeito de diminuição da porosidade foi mais pronunciado para as argamassas contendo CFB-AD em relação àquelas com incorporação de CFB-AC, sobretudo com 20% de substituição. Os menores valores de absorvidade foram obtidos pela A-CFB-AC20 ( $0,005 \text{ mm/s}^{0,5}$ ), A-TERN ( $0,004 \text{ mm/s}^{0,5}$ ) e A-CFB-AD20 ( $0,004 \text{ mm/s}^{0,5}$ ). Respectivamente, em relação à referência, esses valores representaram reduções de 53%, 60% e 63% na absorvidade. As misturas contendo 10% de CFB apresentaram comportamento intermediário entre a A-REF e as argamassas com 20% de substituição. A redução expressiva da absorvidade nas argamassas com CFB em relação à A-REF é um indicativo do refinamento da estrutura de poros das argamassas provocado pelas cinzas pozolânicas. Resultados similares de redução na absorvidade foram observados em concretos com cinza volante e sílica ativa por Leung *et al.* (2016). A mistura ternária, novamente, apresentou comportamento similar ao observado para A-CFB-AD20 durante todo o período de ensaio, confirmando os resultados de absorção total das argamassas.

Ao final dos 14 dias de ensaio, segundo o teste de médias de Duncan, ao nível de 5% de probabilidade, A-QTZ20 diferiu estatisticamente de todas as argamassas. Não houve diferença significativa entre A-REF e A-QTZ10. Todas as argamassas contendo CFB foram significativamente distintas da A-REF, formando um grupo estatisticamente semelhante constituído por A-CFB-AD10, A-CFB-AD20, A-CFB-AC10, A-CFB-AC20 e A-TERN.

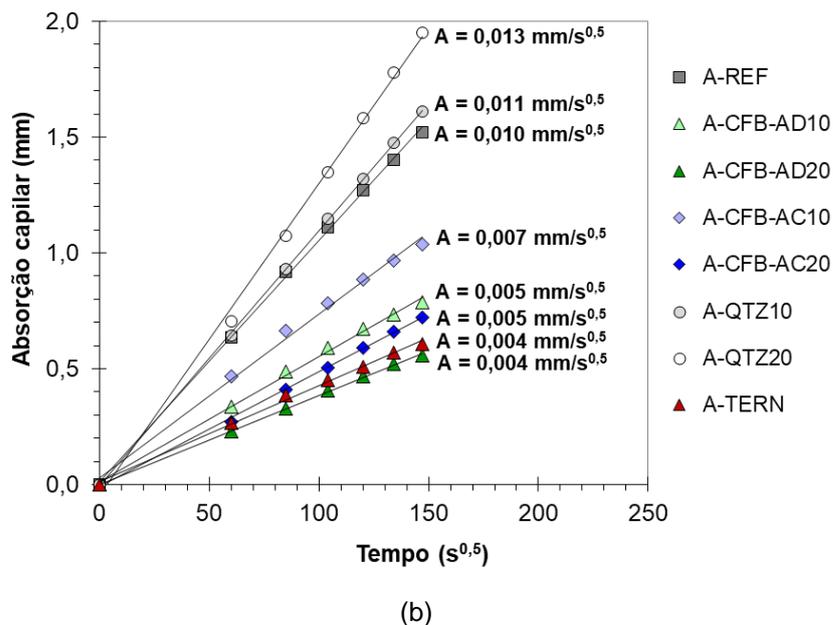
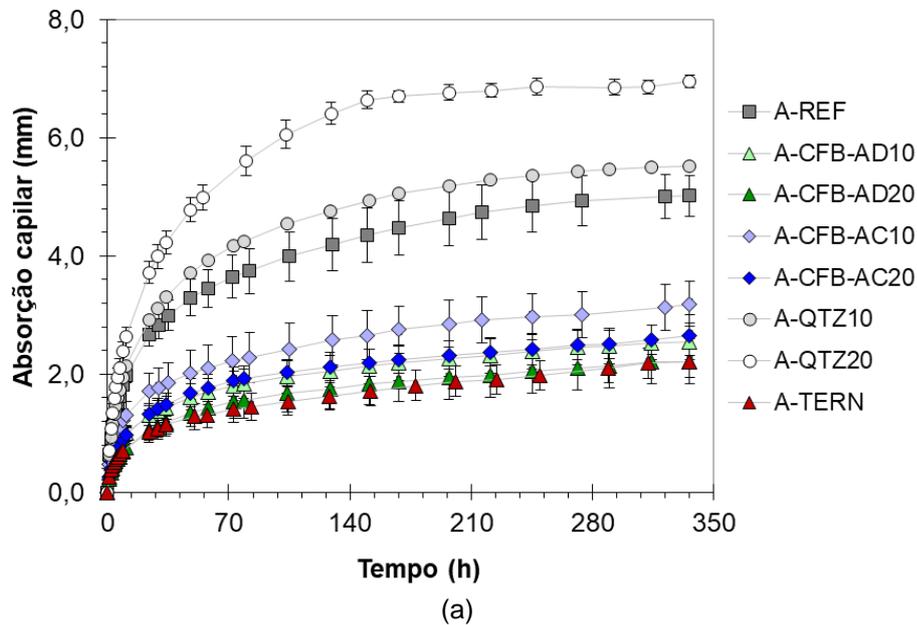


Figura 66 – Absorção de água por capilaridade (a) e absorvidade (b) das argamassas aos 84 dias de cura.

#### 4.4.3 DURABILIDADE FRENTE AO ATAQUE ÁCIDO

A variação de pH da solução de ataque da A-REF ao longo do tempo de exposição está apresentada na Figura 67. Para todas as outras argamassas, a variação seguiu o mesmo padrão, com dois pontos de queda brusca de pH relacionados à troca de solução quando o valor se aproximou do limite estabelecido nesta pesquisa (pH igual a 2,0).

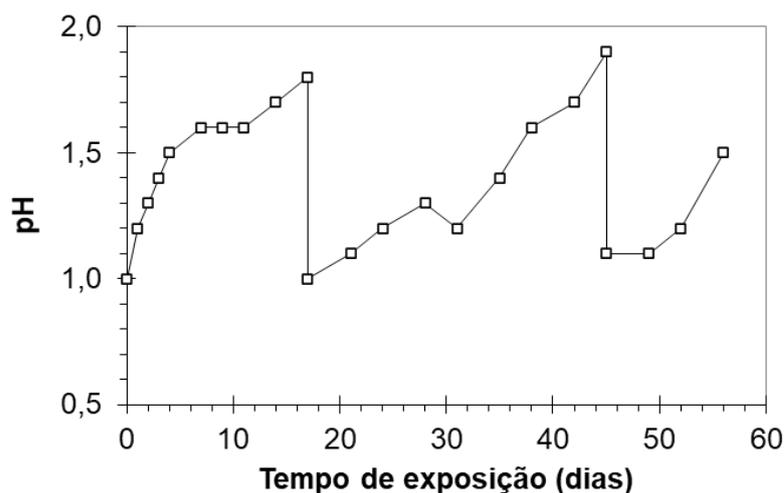


Figura 67 – Variação de pH da solução de imersão da A-REF durante o período de ataque ácido

Conforme esperado, as trocas de solução ácida foram feitas em dias diferentes para cada mistura, conforme mostrado na Tabela 14, uma vez que o aumento no pH das soluções ao longo do tempo de exposição ocorre devido à dissolução e lixiviação dos compostos alcalinos suscetíveis ao ataque ácido, sobretudo a portlandita (Nijland; Larbi, 2010; Makhoulfi *et al.*, 2014). Os aumentos mais expressivos de pH em função do tempo ocorreram nos primeiros dias de imersão, devido à degradação mais acelerada da superfície.

Tabela 14 – Dias de troca de solução para cada argamassa durante a exposição ao ataque ácido.

Argamassa	Tempo de exposição ao ataque ácido (dias)	
	1ª troca	2ª troca
<b>A-REF</b>	17	45
<b>A-CFB-AD10</b>	21	42
<b>A-CFB-AD20</b>	14	38
<b>A-CFB-AC10</b>	11	31
<b>A-CFB-AC20</b>	17	42
<b>A-QTZ10</b>	17	42
<b>A-QTZ20</b>	21	45

A Figura 68 apresenta as curvas de perda de massa média, em função do tempo, das argamassas submetidas ao ataque por solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1,5% em volume). Todas as argamassas apresentaram perda de massa contínua ao longo do tempo de exposição, já observada desde o primeiro dia de imersão. Até em torno de 10 dias, o nível de degradação foi relativamente próximo para todas as argamassas, com valores de perda de massa próximos.

No decorrer da exposição, as taxas de aumento de perda de massa para cada argamassa foram influenciadas pelas trocas de solução ácida, como é possível observar ao analisar os dias de troca apresentados na Tabela 14. As diminuições bruscas de pH promovidas pelas trocas de solução provocaram aumentos mais consideráveis de perda de massa em todos os corpos de prova, até a estabilização.

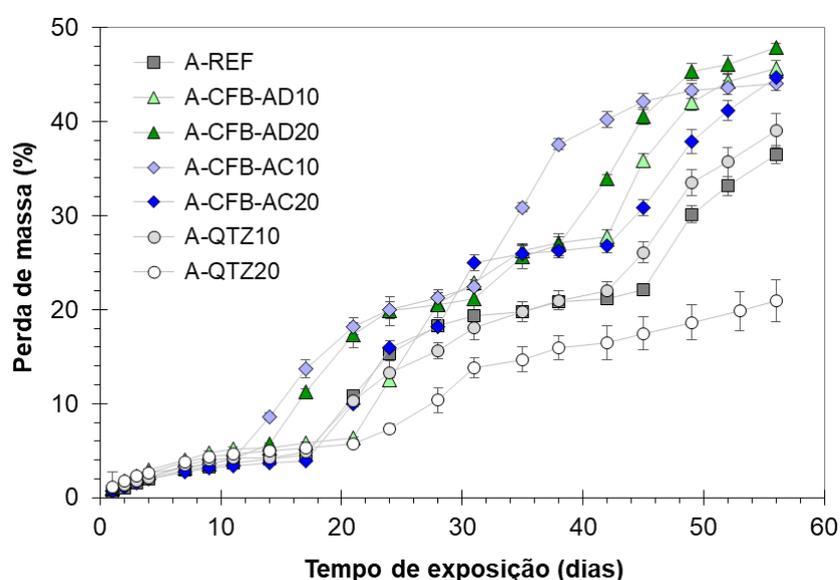


Figura 68 – Perda média de massa das argamassas durante o tempo de exposição ao ataque ácido.

De forma geral, o ácido sulfúrico, quando em contato com materiais cimentícios, consome o CH formado na matriz, resultando na precipitação de sulfato de cálcio (gesso). Esse material é expansivo e provoca a degradação do compósito cimentício (Chen; Wang; Xie, 2013; Senhadji *et al.*, 2014). Durante a ocorrência do ataque por solução ácida, a camada de gesso formada é facilmente lixiviada e desprende-se da superfície dos espécimes, resultando na perda de massa dos corpos de prova em solução.

Ao incorporar materiais pozzolânicos na matriz cimentícia, espera-se que ocorra aumento da resistência do compósito ao ataque ácido, já que a adição mineral provoca diminuição da porosidade por efeito físico (fíler) e pozzolânico, resultando na menor penetração de solução ácida (Senhadji *et al.*, 2014; Usman; Sam, 2017). Entretanto, neste estudo, todas as argamassas contendo CFB obtiveram aumento na perda de massa provocada pelo ataque ácido, em relação à referência. A Figura 69 mostra os valores de perda de massa para cada argamassa ao final do período de ensaio. A maior degradação foi obtida pela A-CFB-AD20, que alcançou cerca de 48% de perda de massa após os 56 dias de exposição, enquanto, no mesmo tempo, o valor para A-REF foi de 36,5%.

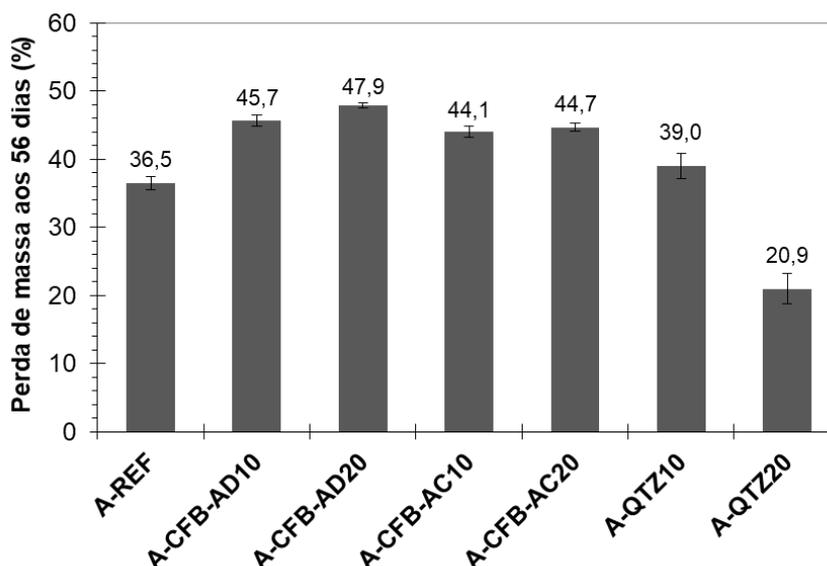


Figura 69 – Perda média de massa das argamassas ao final dos 56 dias de ataque ácido.

Esse resultado indica que, apesar do aumento na resistência à compressão e da diminuição na absorção das argamassas provocados pelas cinzas, a conversão de CH em C-S-H promovida pelas reações pozzolânicas possivelmente não foi suficiente

para melhorar a resistência das argamassas ao ataque por ácido sulfúrico. Resultados semelhantes foram encontrados por outros pesquisadores ao substituir cimento por sílica ativa (Senhadji *et al.*, 2014), cinza de casca de arroz (De Lima, 2019) e cinza de bagaço de cana (De Siqueira; Cordeiro, 2022). Dessa forma, o mecanismo de ataque por ácido sulfúrico a argamassas contendo MCS necessita de uma investigação mais profunda. Uma possível causa para esse efeito pode estar associada ao tipo de degradação ocorrido. Conforme comentado por De Lima (2019), na A-REF e, neste caso, na A-QTZ10 e A-QTZ20, o principal produto disponível para as reações de degradação é a portlandita. No entanto, nas misturas com adição pozolânica, principalmente para pozolanas altamente reativas, devido ao elevado consumo de CH, a reserva alcalina é esgotada e, dessa forma, o principal hidrato constituinte da matriz é o C-S-H. Supõe-se, portanto, que o ataque por ácido sulfúrico seja mais severo nesse composto, atuando em sua descalcificação.

Essa hipótese pode ser parcialmente fundamentada pelos resultados de atividade pozolânica pelo método do índice de desempenho, apresentados na seção 4.2.7, que mostraram que, devido ao excesso de sílica reativa presente nas argamassas com CFB, possivelmente, o CH foi completamente consumido. Ainda assim, é fundamental que esse fenômeno seja melhor investigado em trabalhos futuros através de técnicas de quantificação de fases.

De acordo com os resultados do teste de médias de Duncan, todas as argamassas diferiram estatisticamente da A-REF quanto à perda de massa após 56 dias de exposição. Entretanto, não houve diferenças significativas entre as argamassas A-CFB-AC10 e A-CFB-AC20. As argamassas A-CFB-AD10 e A-CFB-AC20 também foram estatisticamente semelhantes, indicando que o teor e o tipo de cinza incorporado não tiveram grande influência na resistência ao ataque ácido.

A argamassa contendo 20% de substituição por quartzo foi a mais resistente ao ataque por ácido sulfúrico. Esse desempenho não pode ser atribuído ao preenchimento de poros devido ao efeito fíler, uma vez que a A-QTZ20 foi a argamassa que apresentou maior absorção de água aos 28 dias, quando o ataque foi iniciado. Aparentemente, a menor formação de hidratos devido ao efeito de diluição do cimento forneceu menos CH para as reações de ataque, aumentando a resistência.

Entretanto, ao diminuir o teor de substituição para 10%, a perda de massa foi aumentada, ficando, ao final do ensaio, significativamente maior que A-REF.

Os resultados de perda de massa ao fim do ataque estão em acordo com o aspecto físico das argamassas ao final do ensaio, apresentados na Figura 70. Pelas imagens, ficou evidente que todos os corpos de prova tiveram suas dimensões reduzidas. Também foi possível perceber claramente que A-QTZ20 perdeu menos massa que as demais argamassas. Visualmente, os corpos de prova contendo CFB, de fato, obtiveram perdas de massa próximas entre si, ficando mais degradadas em comparação com A-REF e A-QTZ20.

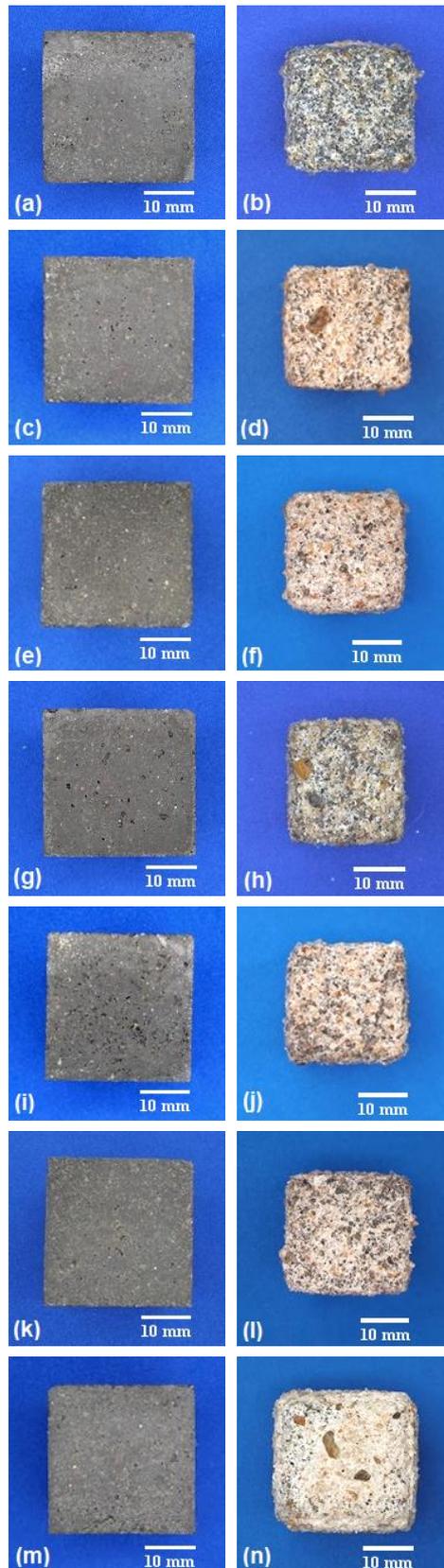


Figura 70 – Aspecto das argamassas antes e após o ataque ácido, respectivamente: A-REF (a) (b), A-CFB-AD10 (c) (d), A-CFB-AD20 (e) (f), A-CFB-AC10 (g) (h), A-CFB-AC20 (i) (j), A-QTZ10 (k) (l) e A-QTZ-20 (m) (n).

Em todas as argamassas após o ataque, foi possível observar a presença de uma camada degradada aderida à superfície dos corpos de prova, conforme mostrado na Figura 71. Estudos anteriores comprovam que essa camada é rica em sulfato de cálcio, produto oriundo das reações entre o ácido sulfúrico e a portlandita (Senhadji *et al.*, 2014; De Siqueira; Cordeiro, 2022). A espessura média da camada degradada de cada uma das argamassas está apresentada na Tabela 15.

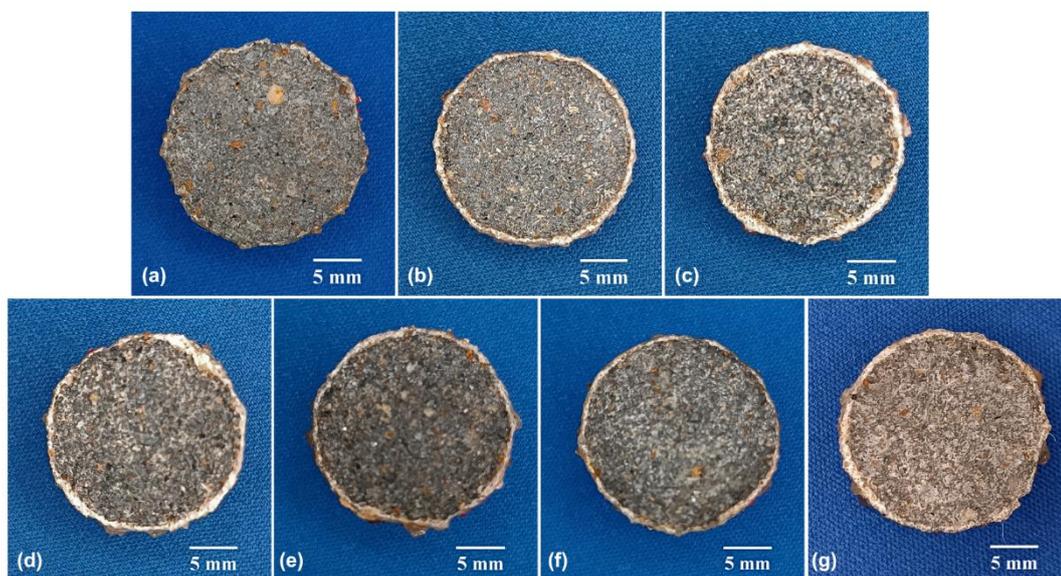


Figura 71 – Camada degradada aderida à superfície dos corpos de prova das argamassas A-REF (a), A-CFB-AD10 (b), A-CFB-AD20 (c), A-CFB-AC10 (d), A-CFB-AD20 (e), A-QTZ10 (f), A-QTZ20 (g).

Tabela 15 – Espessura média da camada degradada aderida à superfície dos corpos de prova de cada argamassa após o ataque ácido.

Argamassa	Espessura média da camada degradada (mm)
A-REF	$0,5 \pm 0,1$
A-CFB-AD10	$0,7 \pm 0,2$
A-CFB-AD20	$1,2 \pm 0,3$
A-CFB-AC10	$0,9 \pm 0,7$
A-CFB-AC20	$0,9 \pm 0,1$
A-QTZ10	$0,7 \pm 0,3$
A-QTZ20	$0,8 \pm 0,3$

Observa-se que a A-REF foi a que apresentou camada degradada de menor espessura, enquanto a mais espessa foi observada na A-CFB-AD20, que foi a mistura mais atacada pela exposição à solução ácida. As argamassas contendo adições minerais mostraram uma preservação de sua camada degradada, que não se

desprende dos corpos de prova durante o período de ataque. Para as argamassas com CFB-AD, houve uma nítida diferença na espessura de degradação em função do teor de substituição. Também vale ressaltar os altos valores de desvio padrão obtidos na medição da espessura média da camada degradada. Mesmo com a medição em 8 pontos distintos da seção transversal dos corpos de prova, houve grande variabilidade nos valores medidos, pois o desprendimento da camada ocorreu de forma irregular, como foi possível perceber na Figura 71. A variação da espessura da camada degradada está associada ao mecanismo de ataque e demanda uma pesquisa mais aprofundada para um melhor entendimento. Contudo, os resultados sugerem um ataque predominantemente superficial nas misturas com as adições, enquanto para a A-REF presume-se a formação de compostos expansivos no interior do corpo de prova, o que provocaria o desprendimento da camada degradada.

A Figura 72 apresenta a comparação entre a resistência à compressão aos 84 dias das argamassas que não foram submetidas ao ataque ácido e as que sofreram ataque. Para o cálculo da resistência dos corpos de prova após o ataque, foi considerada a área real de sua seção transversal, levando em consideração a degradação sofrida pelas argamassas. Observa-se que, com exceção da A-REF, houve redução da resistência em todas as argamassas com o ataque devido à deterioração dos corpos de prova pelo ácido sulfúrico (Siad *et al.*, 2010; Usman; Sam, 2017; De Siqueira; Cordeiro, 2022). A manutenção da resistência da A-REF atacada pode ser explicada pela menor seção transversal dessa argamassa, uma vez que boa parte da superfície degradada desprende-se dos corpos de prova, resultando em uma fina camada aderida, como já apresentado na Tabela 15. Nesse caso, fica claro que a camada degradada exerceu menor influência sobre o resultado de resistência para a A-REF.

Embora tenha sido a argamassa que sofreu menor variação de massa durante o ataque ácido, A-QTZ20 foi a que apresentou maior perda percentual de resistência, de 52% em relação aos valores médios, diferente estatisticamente de todas as argamassas. Um resultado semelhante foi encontrado por Lara e Cordeiro (2019) para argamassas contendo substituição de cimento por quartzo. Novamente, esse resultado está relacionado à formação da camada degradada aderida aos corpos de prova, que apresentou espessura considerável para essa argamassa, conforme a Tabela 15. Para A-CFB-AD20, a argamassa que apresentou maior perda de massa e,

também, camada degradada de maior espessura, a perda na resistência média foi de 39%, confirmando a influência negativa da camada degradada na resistência.

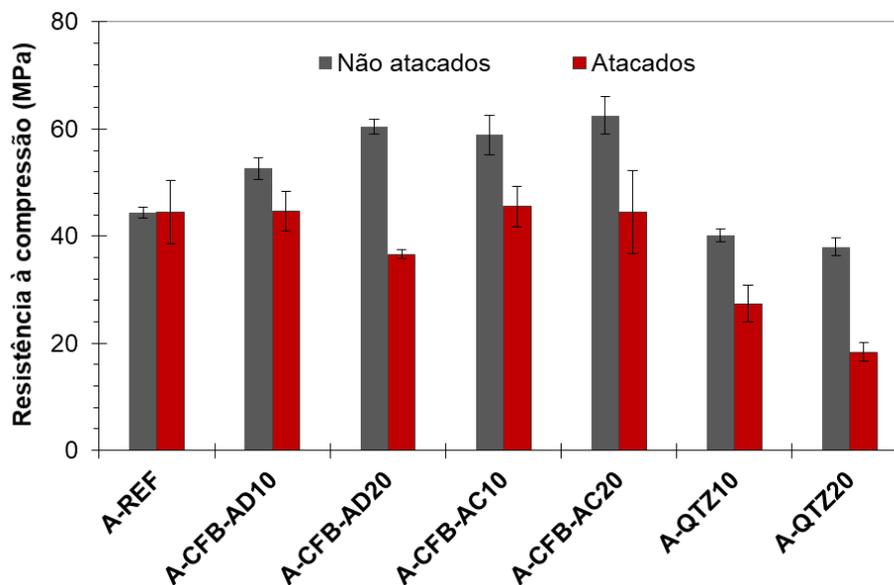


Figura 72 – Resistência à compressão aos 84 dias das argamassas expostas ou não ao ataque ácido, considerando sua área real.

Ao final do ataque, os valores de resistência residual das argamassas A-REF, A-CFB-AD10, A-CFB-AC10 e A-CFB-AC20 foram estatisticamente semelhantes de acordo com o teste de médias de Duncan. Isso indica que, embora as argamassas contendo cinzas tenham apresentado menor resistência ao ataque ácido, ao final do período de exposição, não houve diferença entre essas misturas e a referência, uma vez que a resistência à compressão das argamassas com adição pozolânica antes do ataque foi muito superior à mistura de controle.

Para avaliar a variação da resistência à compressão com o ataque, outra análise foi feita, comparando os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova antes do ataque (28 dias) e aqueles submetidos ao ataque considerando sua área original (área dos corpos de prova aos 28 dias, antes de serem submetidos ao ataque). Essa análise permite observar o efeito da perda de seção íntegra das argamassas em sua resistência à compressão, desconsiderando a camada degradada. Em termos práticos, essa é a avaliação mais importante, pois simula o que ocorre em um ambiente de serviço, quando há perda de integridade do material cimentício pelo contato com o ambiente agressivo, em dutos de esgoto, por exemplo.

Os resultados dessa análise estão apresentados na Figura 73. A Tabela 16 mostra a variação percentual de cada uma das argamassas nesse caso.

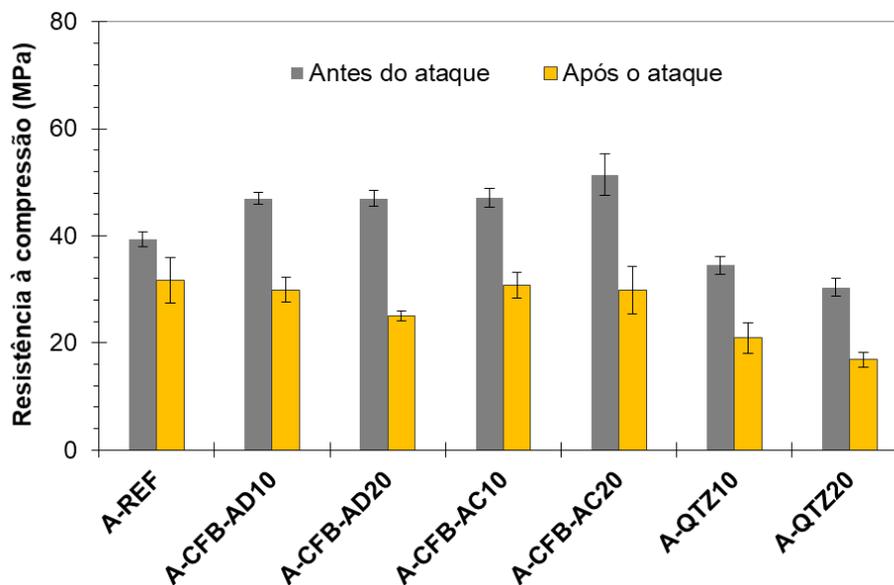


Figura 73 – Resistência à compressão das argamassas antes e após o ataque ácido, considerando sua área original.

Tabela 16 – Variação percentual da resistência à compressão das argamassas com o ataque ácido.

Argamassa	Variação percentual da resistência das argamassas antes e após o ataque (%)
A-REF	-19,4
A-CFB-AD10	-36,3
A-CFB-AD20	-46,7
A-CFB-AC10	-34,8
A-CFB-AC20	-41,9
A-QTZ10	-39,4
A-QTZ20	-44,4

Com relação à resistência à compressão final das argamassas calculada em função de sua área original (após o ataque), entre as misturas contendo CFB, apenas A-CFB-AD20 diferiu estatisticamente da A-REF. Embora os resultados de perda de massa tenham mostrado maiores perdas em relação à referência para as argamassas com adição pozolânica, novamente, A-CFB-AD10, A-CFB-AC10 e A-CFB-AC20 apresentaram resistência final semelhante à A-REF, o que foi possibilitado pela resistência inicial superior das argamassas com CFB (antes do ataque).

Foi possível observar que, para as argamassas contendo CFB, os resultados de perda de resistência considerando a área original dos corpos de prova estão

relacionados aos resultados de perda de massa no ataque ácido. A maior variação percentual de resistência foi obtida pela A-CFB-AD20 (-46,7%), que foi a argamassa que apresentou maior perda de massa ao final do ataque. No entanto, não foi possível estabelecer essa correlação para as argamassas com adição de quartzo. A argamassa que obteve menor variação de massa ao final do ataque, A-QTZ20, apresentou uma perda de resistência elevada (-44,4%). Vale ressaltar que a perda de massa está relacionada à degradação superficial dos corpos de prova e ao desprendimento da camada degradada. A argamassa A-QTZ20 foi a que apresentou maior absorção de água aos 28 dias (idade em que o ataque foi iniciado). Embora sua degradação na superfície não tenha sido tão pronunciada, é possível que, devido à sua elevada absorção, o ácido tenha penetrado nos corpos de prova, provocando deterioração considerável em seu interior, o que pode ter contribuído para a perda de resistência dessa argamassa. Ao excluir as argamassas A-QTZ10 e A-QTZ20, foi possível obter uma boa correlação entre a variação percentual da resistência à compressão e a perda de massa das argamassas ao final do ataque, como mostra a Figura 74.

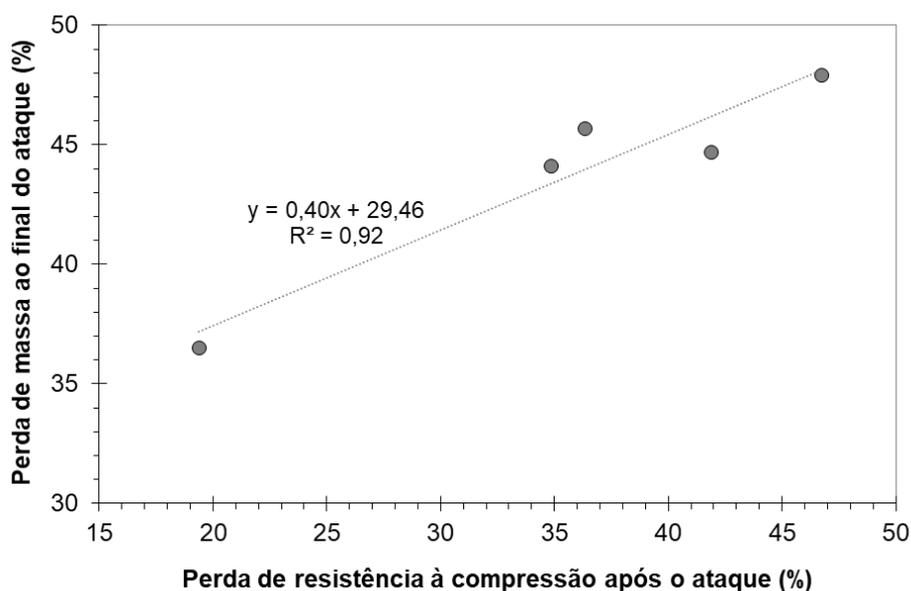


Figura 74 – Correlação entre as perdas de massa e de resistência à compressão ao final do ataque das argamassas contendo CFB e da referência.

A Figura 75 mostra os resultados de absorção total de água por imersão das argamassas aos 84 dias, comparando as que não passaram pelo ataque ácido com aquelas atacadas. Ao contrário do que se esperava com base em trabalhos anteriores

(De Lima, 2019; Almeida, 2020; De Siqueira; Cordeiro, 2022), o ataque não provocou aumento da absorção em todas as argamassas. Houve redução da absorção na A-REF e na A-QTZ10, bem como uma manutenção desse valor na A-CFB-AD10.

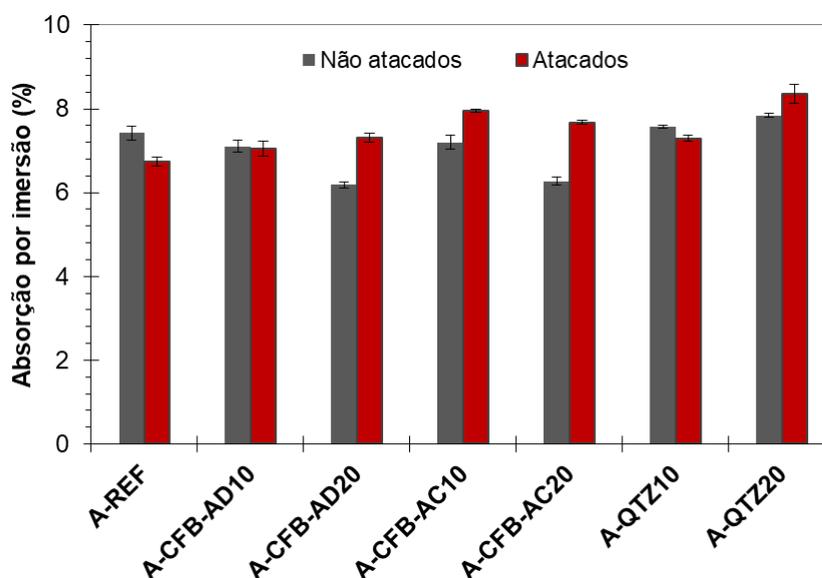


Figura 75 – Absorção de água por imersão aos 84 dias das argamassas expostas ou não ao ataque ácido.

Ao avaliar os resultados apenas das argamassas que foram atacadas, não foram observadas diferenças significativas nos valores de absorção de A-CFB-AD20 e A-QTZ10. As demais argamassas apresentaram absorção significativamente maior que a da A-REF. Entre todas as misturas, A-QTZ-20 exibiu o maior valor de absorção total. Embora essa argamassa tenha apresentado a menor perda de massa durante o ataque, sua camada degradada ficou aderida à superfície e, por ser porosa, provocou aumento na absorção dos corpos de prova.

Os maiores aumentos de absorção em relação às argamassas não atacadas foram observados nas misturas A-CFB-AD20 (18%) e A-CFB-AC20 (20%). Essas misturas continham o mais alto teor de cinza e foram as mais afetadas pelo ácido quanto à perda de massa. Provavelmente, o ataque ácido provocou alterações na estrutura de poros dessas argamassas. Resultado semelhante a esse foi encontrado por De Siqueira e Cordeiro (2022) para argamassas produzidas com cimento composto com cinza de bagaço de cana de açúcar e por De Lima (2019) para uma argamassa produzida com 30% de substituição de cimento por cinza de folha de milho lixiviada com ácido cítrico. O ataque por ácido sulfúrico atua na descalcificação do C-

S-H, gerando maior porosidade e, portanto, provocando maiores variações na absorção dos corpos de prova (De Lima, 2019).

Os resultados de absorvidade dos corpos de prova atacados, calculados após 6h de contato com a água durante o ensaio de absorção por capilaridade, estão apresentados na Tabela 17. Percebe-se, neste caso, que nas primeiras horas de absorção por capilaridade, as argamassas A-REF, A-CFB-AC10, A-QTZ10 e A-QTZ20 apresentaram comportamento similar, com valores de absorvidade muito próximos e mais elevados do que um outro grupo, formado por A-CFB-AD10, A-CFB-AD20 e A-CFB-AC20. Entretanto, no decorrer do ensaio, foi possível notar diferenças entre as argamassas quanto à capilaridade, como mostram as curvas de absorção capilar apresentadas na Figura 76.

Tabela 17 – Absortividade das argamassas submetidas ao ataque por ácido sulfúrico por 56 dias.

<b>Argamassa</b>	<b>Absortividade (mm/s<sup>0,5</sup>)</b>
<b>A-REF</b>	0,0121
<b>A-CFB-AD10</b>	0,0089
<b>A-CFB-AD20</b>	0,0082
<b>A-CFB-AC10</b>	0,0118
<b>A-CFB-AC20</b>	0,0088
<b>A-QTZ10</b>	0,0119
<b>A-QTZ20</b>	0,0128

As misturas atacadas seguiram o mesmo padrão de absorção por capilaridade que as que não foram submetidas ao ataque (apresentadas na Figura 66). As argamassas com quartzo continuaram com maior absorção capilar que a referência, enquanto a capilaridade das argamassas contendo cinzas ficou menor do que a A-REF. Entretanto, a diferença de capilaridade entre a referência e as misturas com CFB foi menor para os corpos de prova atacados. Isto é, o ataque ácido promoveu um maior incremento de absorção nas argamassas contendo cinzas, especialmente CFB-AD.

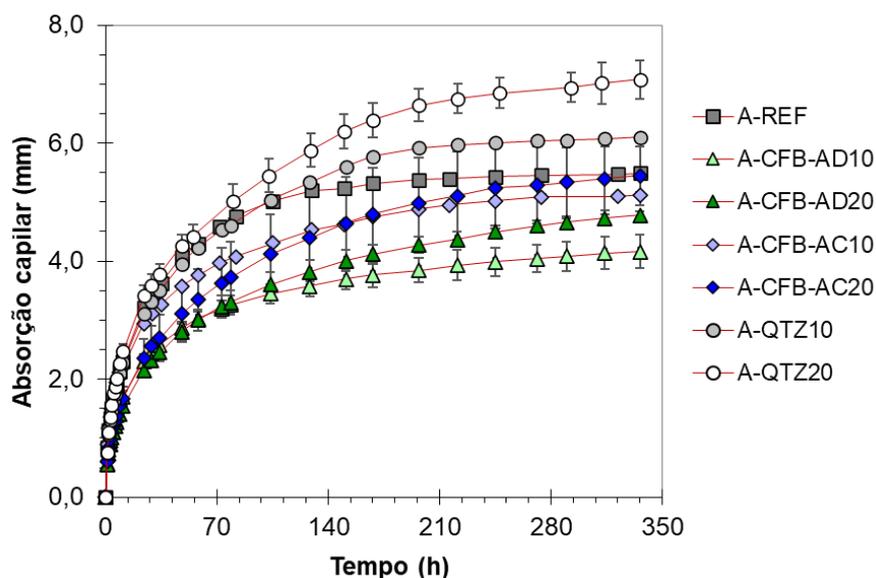


Figura 76 – Absorção de água por capilaridade das argamassas após 56 dias de ataque por ácido sulfúrico.

Esse comportamento também ficou visível na Figura 77, que apresenta os resultados finais (após 14 dias de ensaio) de absorção por capilaridade das misturas atacadas e não atacadas. Avaliando os resultados entre as argamassas atacadas, não foram encontradas diferenças significativas, de acordo com o teste de Duncan, entre A-REF, A-CFB-AC10 e A-CFB-AC20. Esse bloco diferiu significativamente do grupo formado por A-CFB-AC10 e A-CFB-AD20. A maior capilaridade foi alcançada pela A-QTZ20, assim como na absorção por imersão.

No entanto, ao contrário dos resultados de absorção por imersão, neste ensaio, todas as argamassas atacadas apresentaram aumento na absorção por capilaridade em relação às não atacadas. A Tabela 18 apresenta a variação na capilaridade das argamassas com o ataque ácido. Os maiores aumentos foram obtidos pelas argamassas com CFB, sobretudo aquelas com 20% de substituição, cujas capilaridades mais do que dobraram em relação às misturas não atacadas. Para a A-CFB-AD20, o aumento foi de 116%, enquanto para A-CFB-AC20, foi de 105%. Vale ressaltar que essas foram as argamassas que perderam mais massa durante o ataque ácido. Possivelmente, o ataque ácido provocou aumento no volume de microporos das argamassas, contribuindo para o incremento de poros capilares. O menor aumento na absorção por capilaridade foi o da A-QTZ20 (1,7%), a argamassa que foi menos afetada na perda de massa. É provável que, durante o ataque ácido, essa mistura tenha sofrido apenas alterações de macroporos, o que justifica a diferença

nos resultados de absorção por imersão e absorção por capilaridade para essa argamassa.

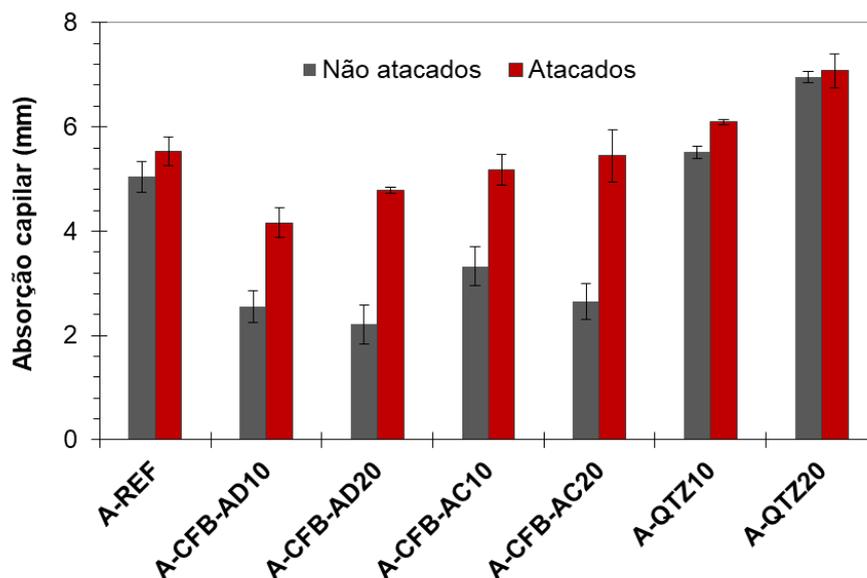


Figura 77 – Absorção capilar aos 84 dias das argamassas expostas ou não ao ataque ácido.

Tabela 18 – Variação percentual da capilaridade das argamassas com o ataque ácido.

Argamassa	Variação percentual da capilaridade das argamassas antes e após o ataque (%)
A-REF	9,7
A-CFB-AD10	63,1
A-CFB-AD20	115,9
A-CFB-AC10	55,6
A-CFB-AC20	104,9
A-QTZ10	10,6
A-QTZ20	1,7

Embora não tenha sido possível estabelecer uma correlação linear entre o aumento da absorção capilar e a perda de massa das argamassas, de forma geral, os maiores aumentos foram obtidos pelas misturas com maior perda de massa, enquanto as argamassas menos afetadas pelo ataque ácido quanto à perda de massa foram as que tiveram menores aumentos de capilaridade.

De forma geral, a incorporação de cinzas de folha de bambu, embora tenha provocado aumento da resistência à compressão e diminuição da absorção de água

de argamassas, não foi eficiente para promover uma resistência satisfatória ao ataque ácido, provocando maiores perdas de massa e maiores variações de resistência à compressão e de absorção frente à exposição ao ácido sulfúrico. Possivelmente, esse resultado foi influenciado pela alta reatividade da cinza, que provocou o esgotamento da reserva alcalina das argamassas, tornando-as suscetíveis a um ataque mais severo pelo ácido sulfúrico devido à degradação do C-S-H.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 5.1 CONCLUSÕES

Com base nos objetivos propostos e nos resultados experimentais obtidos neste estudo, foi possível tomar as seguintes conclusões:

- Através dos procedimentos de lixiviação, queima conjugada e moagem ultrafina, foi possível produzir cinzas de folha de bambu de baixa contaminação (teor de  $K_2O$  maior que 3,0% e perda ao fogo inferior a 3,0%), ricas em sílica (teor superior a 87,0%) e de alta reatividade (consumo de hidróxido de cálcio no ensaio de Chapelle modificado maior que 1100 mg/g);
- Não houve diferenças expressivas entre a CFB-AD e a CFB-AC quanto à caracterização. Ambas as cinzas apresentaram composições química e mineralógica similares, alta superfície específica e elevada reatividade, tornando-as aptas para aplicação em materiais cimentícios. Dessa forma, o procedimento de lixiviação com água à temperatura ambiente foi eficaz na produção de cinzas com características semelhantes às aquelas lixiviadas com ácido cítrico;
- A comparação do comportamento de pastas e argamassas com adição mineral inerte com aquelas produzidas com aditivos pozolânicos permitiu dissociar o efeito de diluição provocado pelas adições e, dessa forma, perceber mais claramente a ação química e a nucleação heterogênea provocadas pelas cinzas. O efeito físico de fíler não pôde ser bem definido a partir dos resultados encontrados;
- A incorporação das CFBs provocou modificação na consistência das pastas devido à alta superfície específica das cinzas. Esse efeito pode ser visualizado ao observar os altos teores de superplastificante exigidos pelas pastas contendo CFB para manter a mesma consistência da P-REF. Por isso, não foi possível incorporar as cinzas em teores acima de 20% sem provocar a segregação da mistura devido aos teores muito altos de superplastificante que seriam necessários. Por outro lado, o quartzo, devido à sua superfície específica baixa, melhorou a trabalhabilidade da mistura, sendo necessário um teor de superplastificante inferior à pasta de referência;

- As cinzas de folha de bambu de alta superfície específica provocaram modificações na cinética de hidratação de pastas, com aceleração apesar dos altos teores de superplastificante utilizados, além de aumento no calor liberado e maior retração química, indicando um pronunciado efeito de nucleação heterogênea, suficiente para compensar a diluição provocada pela substituição de cimento;
- As argamassas contendo cinzas de folha de bambu apresentaram aumento significativo da resistência à compressão em comparação com a argamassa de controle, mesmo em baixa idade de cura. Para A-CFB-AD20 e A-CFB-AC20, o aumento da resistência com relação à A-REF foi de 50% aos 7 dias, comprovando a alta reatividade das cinzas em idades iniciais. Devido ao refinamento da estrutura de poros causada pela maior formação de hidratos, a absorção de água das argamassas foi reduzida com a adição de cinzas de folha de bambu, em relação à referência. Para A-CFB-AD20, essa redução foi 17% aos 84 dias. Tanto na resistência à compressão quanto na absorção de água das argamassas, melhores resultados foram encontrados para teores de substituição de 20%, o que é positivo para reduzir o consumo de cimento. Nesse sentido, a produção de uma mistura ternária com substituição de 30% de cimento – 20% de cinza e 10% de quartzo – se apresentou como uma alternativa viável para reduzir ainda mais o consumo de cimento sem prejuízos às propriedades das argamassas. Pelo contrário, a adição de quartzo pouco influenciou nos resultados, fazendo com que a P-TERN apresentasse resultados próximos a P-CFB-AD20;
- Quanto à durabilidade, a incorporação das CFB não foi suficiente para aumentar a resistência das argamassas ao ataque por ácido sulfúrico, uma vez que as misturas contendo cinzas foram as que apresentaram maior perda de massa (entre 44 e 48%, contra 37% na A-REF) e maiores variações de resistência à compressão e de absorção ao final do tempo de exposição. Vale ressaltar que esse comportamento, provavelmente, está relacionado à alta reatividade das cinzas, que contribui para o esgotamento de CH nas argamassas, fazendo com que o ataque ácido, supostamente, ocorra de forma mais severa no C-S-H;
- Os efeitos provocados pela adição das cinzas nas pastas cimentícias e nas argamassas, quanto às propriedades avaliadas, foram similares para CFB-AD

e para CFB-AC. Esses resultados validam o procedimento de lixiviação com água à temperatura ambiente para a adequação da composição química e aumento da reatividade da cinza da folha de bambu, possibilitando um procedimento mais limpo e menos dispendioso, eliminando a necessidade de utilização de um ácido.

## 5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Embora este trabalho tenha realizado diversas análises a respeito das propriedades de pastas e argamassas contendo cinzas de folha de bambu como material cimentício suplementar, algumas discussões ainda podem ser complementadas com novos resultados, a fim de ampliar os conhecimentos acerca do assunto, tão pertinente no cenário mundial atual. Dessa forma, sugere-se os seguintes tópicos para trabalhos futuros:

- Avaliar a microestrutura das argamassas produzidas através de ensaio de porosimetria a fim de verificar possíveis diferenças estruturais causadas pela incorporação de cinzas à mistura;
- Investigar a natureza das fases formadas, tanto nas reações de hidratação em pastas quanto nos produtos precipitados durante o ataque ácido, de forma qualitativa e quantitativa, por meio de microscopia eletrônica de varredura, difratometria de raios X, análises térmicas e ressonância magnética nuclear;
- Estudar o efeito da incorporação das cinzas na reologia de pastas cimentícias;
- Avaliar outros parâmetros de durabilidade dos sistemas cimentícios, tais como resistência ao ataque por sulfatos, carbonatação acelerada e reações álcali-sílica, inclusive em argamassas com incorporação da CFB-IN, a fim de verificar os possíveis problemas causados pelo alto teor de potássio presente nessa cinza;
- Investigar de forma aprofundada o mecanismo de ação do ácido sulfúrico no ataque a argamassas contendo cinzas pozolânicas altamente reativas;
- Estudar a microestrutura da camada degradada formada na superfície das argamassas durante a exposição ao ataque ácido, a fim de entender os efeitos provocados nas propriedades físicas do material cimentício, sobretudo quanto ao aumento da porosidade;

- Estudar a incorporação da cinza de folha de bambu em concretos, avaliando suas propriedades tanto no estado fresco como no estado endurecido;
- Estudar outros teores de substituição de cimento pela combinação de cinza de folha de bambu e quartzo, nas propriedades das pastas e argamassas, e expandir a investigação para os parâmetros de durabilidade, partindo da hipótese de que a mistura ternária possa apresentar um melhor comportamento frente ao ataque ácido;
- Realizar um estudo de viabilidade econômica e energética do sistema de produção da cinza de folha de bambu adotado nesta pesquisa, bem como realizar a análise do ciclo de vida de sistemas cimentícios com cinza de bambu, a fim de verificar a viabilidade de sua utilização sob o ponto de vista da captura e armazenamento de CO<sub>2</sub>.

## REFERÊNCIAS

- ABEBAW, G.; BEWKET, B.; GETAHUN, S. Experimental investigation on effect of partial replacement of cement with bamboo leaf ash on concrete property. **Advances in Civil Engineering**, v. 2021, 9 p., 2021. DOI: <https://doi.org/10.1155/2021/6468444>.
- ABIB Brasil Biomassa. Mapeamento biomassa da agricultura e do beneficiamento agroindustrial e sucroenergético. 2023. Disponível em: <https://www.abibbrasil.com.br/c%C3%B3pia-mapeamento-florestal-madeira>. Acesso em 12 out. 2023.
- ABOLUWARIN, O.; KEHINDE, A.; IDOWU, T.; AKINYEYE, O.; ABDULRASAQ, Y. Investigating the Effect of Bamboo Trunk Ash Blended Cement in Engineering Properties of Mortar. **International Journal of Science and Research (IJSR)**, v. 6, n. 7, pp. 2037–2040, 2017. DOI: <https://doi.org/10.21275/art20175631>.
- ADEMOLA, S. A.; BUARI, T. A. Behaviour of Bamboo Leaf Ash Blended Cement Concrete in Sulphates Environment. **IOSR Journal of Engineering**, v. 4, n. 6, pp. 01–08, 2014.
- ADESANYA, D. A.; RAHEEM, A. A. Development of corn cob ash blended cement. **Construction and Building Materials**. v. 23, 2009, pp. 347-352. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.11.013>.
- AFFANDI, S.; SETYAWAN, H.; WINARDI, S.; PURWANTO, A.; BALGIS, R. Facile method for the production of high purity silica xerogels from bagasse ash. **Journal of Advanced Powder Technology**, v. 20, p. 468-472, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.appt.2009.03.008>.
- ALMEIDA, R. P. A.; CORDEIRO, G. C. Sustainable approach to simultaneously improve the pozzolanic activity of sugarcane bagasse ash and the vinasse fertilization potential. **Cleaner Engineering and Technology**, v. 13, e100617, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.clet.2023.100617>.
- ALMEIDA, R. P. A. **Propriedades de cinzas do bagaço de cana-de-açúcar produzidas com lixiviação com vinhoto, queima controlada e moagem ultrafina**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Centro de Ciência e Tecnologia – Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2020.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C267: Standard test methods for chemical resistance of mortars, grouts, and monolithic surfacings and polymer concretes**. 2020b. 7p
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C311: Standard test methods for sampling and testing fly ash or natural pozzolans for use in Portland-cement concrete**. 2005. 9p

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1585: Standard test method for measurement of rate of absorption of water by hydraulic-cement concretes**<sup>1</sup>. 2020a. 6p.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1608-17. Standard test method for chemical shrinkage of hydraulic cement paste**. 2017. 5p.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1697-21. Standard specification for blended supplementary cementitious materials**. 2021. 5p.
- ANDREÃO, P. V.; SULEIMAN, A. R.; CORDEIRO, G. C.; NEHDI, M. L. Sustainable use of sugarcane bagasse ash in cement-based materials. **Green Materials**, v. 7, pp. 61-70, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1680/jgrma.18.00016>.
- ANTONI, M.; ROSSEN, J.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. **Cement and Concrete Research**, v. 42, pp. 1579–1589, 2012. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.09.006>.
- ARUM, C.; IKUMAPAYI, C. M.; ARALEPO, G. O. Ashes of biogenic wastes: pozzolanicity, prospects for use, and effects on some engineering properties of concrete. **Materials Sciences and Applications**, v. 4, p. 521-527, 2013. DOI: <https://doi.org/10.4236/msa.2013.49064>.
- ARVANITI, E. C.; JUENGER, M. C. G.; BERNAL, S. A.; DUCHESNE, J.; COURARD, L.; LEROY, S.; PROVIS, J. L.; KLEMM, A.; DE BELIE, N. Physical characterization methods for supplementary cementitious materials. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 48, p. 3675-3686, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-014-0430-4>.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5751: Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias**. Rio de Janeiro, 2015b, 4p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5752: Materiais pozolânicos — Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias**. Rio de Janeiro, 2014b, 4p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6458: Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8 mm - Determinação da massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água**. Rio de Janeiro, 2016, 10 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211: Agregados para concreto – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2022, 10p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento – Especificação**. Rio de Janeiro, 2015a, 4p.

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos.** Rio de Janeiro, 2019, 12p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica.** Rio de Janeiro, 2009, 4p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9831: Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos: requisitos e métodos de ensaios.** Rio de Janeiro, 2020. 73p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11172: Aglomerantes de origem mineral.** Rio de Janeiro: ABNT, 1990. 5p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653: Materiais pozolânicos – Requisitos.** Rio de Janeiro: ABNT, 2014a. 10p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15895: Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chapelle modificado.** Rio de Janeiro: ABNT, 2010. 6p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 18: Cimento Portland – Análise química - Determinação de perda ao fogo.** Rio de Janeiro, 2012, 4p.
- BARRETT, E. P.; JOYNER, L. G.; HALENDA, P. P. The determination of pore volume and area distributions in porous substances - Computations from nitrogen isotherms. **Journal of the American Chemical Society**, v. 73, n. 1, pp. 373-380, 1951. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja01145a126>.
- BARBOSA, F. L.; CORDEIRO, G. C. Partial cement replacement by different sugar cane bagasse ashes: Hydration-related properties, compressive strength and autogenous shrinkage. **Construction and Building Materials**, v. 272, e121625, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121625>.
- BARBOSA, F. L. **Hidratação e retração autógena de sistemas cimentícios com diferentes cinzas do bagaço de cana-de-açúcar.** 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2018.
- BERODIER, E. M. J.; SCRIVENER, K. Understanding the Filler Effect on the Nucleation and Growth of C-S-H. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 97, n. 12, pp. 3764-3773, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1111/jace.13177>.
- BIRICIK, H.; AKOZ, F.; BERKTAY, I.; TULGAR, A. N. Study of pozzolanic properties of wheat straw ash. **Cement and Concrete Research**, v. 29, pp. 637-643, 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00249-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00249-X).

- BLANCO, F.; GARCIA, M. P.; AYALA, J. Variation in fly ash properties with milling and acid leaching. **Fuel**, v. 84, n. 1, pp. 89-96, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2004.05.010>.
- BRADY, J. E.; HUMISTON, G. E. **Química Geral**, volume 1. 2 ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2014. 410 p.
- BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, pp. 309-319, 1938. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja01269a023>.
- CALLIGARIS, G. A.; FRANCO, M. K. K. D.; ALDRIGE, L. P.; RODRIGUES, M. S.; BERALDO, A. L.; YOKAICHIYA, F.; TURRILLAS, X.; CARDOSO, L. P. Assessing the pozzolanic activity of cements with added sugar cane straw ash by synchrotron X-ray diffraction and Rietveld analysis. **Construction and Building Materials**, v. 98, pp. 44–50, 2015. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.08.103>.
- CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000.
- CAMPOS, R. F. **Potencial energético da biomassa e do carvão de espécies de bambu**. 2017. Dissertação (Mestrado em Bioenergia) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2017.
- CARVALHO, Y. M.; VELASCO, L. F. Bamboo ashes as an eco-friendly alternative to cement – a review. **ForScience**, vol. 4, n. 2, e00889, 2021. DOI: <https://doi.org/10.29069/forscience.2021v9n2.e889>.
- CHAKRAVERTY, A.; MISHRA, P.; BANERJEE, H.D. Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica. **Journal of Materials Science**, v. 23, p. 21-24, 1988. DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/BF01174029>.
- CHEN, M.; WANG, K.; XIE, L. Deterioration mechanism of cementitious materials under acid rain attack. **Engineering Failure Analysis**, 27, pp. 272-285, 2013. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2012.08.007>.
- CHUSILP, N.; JATURAPITAKKUL, C.; KIATTIKOMOL, K. Utilization of bagasse ash as a pozzolanic material in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 23, pp. 3352–3358, 2009. DOI: <https://10.1016/j.conbuildmat.2009.06.030>.
- CORDEIRO, G. C.; BARROSO, T. R.; TOLEDO FILHO, R. D. enhancement the properties of sugar cane bagasse ash with high carbon content by a controlled re-calcination process. **KSCE Journal of Civil Engineering**, v. 18, n. 4, p. 1250-1257, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000400467>.
- CORDEIRO, G. C.; KURTIS, K. E. Effect of mechanical processing on sugar cane bagasse ash pozzolanicity. **Cement and Concrete Research**, v. 97, p. 41-49, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.03.008>.

- CORDEIRO, G. C.; LEMOS, M. N.; XAVIER, K. V.; DE LIMA, C. P. F. Production of agroindustrial ashes with pozzolanic activity via acid leaching, conjugated burning and ultrafine grinding. **Ambiente Construído**, v. 20, n. 4, p. 189-203, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000400467>.
- CORDEIRO, G. C.; PAIVA, O. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R.; TAVARES, L. M. Long-term compressive behavior of concretes with sugarcane bagasse ash as a supplementary cementitious material. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 46, n. 2, pp. 564-573, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1520/JTE20160316>.
- CORDEIRO, G. C.; SALES, C. P. Pozzolanic activity of elephant grass ash and its influence on the mechanical properties of concrete. **Cement and Concrete Composites** v. 55, pp. 331–336, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.09.019>.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R. Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash. **Construction and Building Materials**, v. 23, p. 3301-3303, 2009b. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.02.013>.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R. Use of ultrafine rice husk ash with high-carbon content as pozzolan in high performance concrete. **Materials and Structures**, v. 42, pp. 983–992, 2009a. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-008-9437-z>.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R.; HEMPEL, S. Influence of particle size and specific surface area on the pozzolanic activity of residual rice husk ash. **Cement and Concrete Composites**, vol. 33, p. 529–534, 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.02.005>.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Pozzolanic activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement and lime mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, p. 410-418, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.01.001>.
- CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 39, p. 110–115, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.11.005>.
- CORDEIRO, G. C.; VIEIRA, A. P. LOPES, E. S. Study on the pozzolanic activity of sugar cane straw ash produced using different pretreatments. **Química Nova**, v. 40, p. 264-269, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170002>.
- CORDEIRO, G. C. **Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz como aditivos minerais em concreto**. 2006. Tese (Doutorado em Ciências em Engenharia Civil) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2006.

- DAVID, N. L.; HASSAN, L. K. Physical and mechanical properties of cement mortar using lime and bamboo-ash as partial replacements. **Malaysian Journal of Civil Engineering**, v. 30, n. 2, p. 254-268, 2018. DOI: <https://doi.org/10.11113/mjce.v30.16028>.
- DE LIMA, C. P. F. **Cinzas pozolônicas da folha de milho: avaliação da produção, hidratação em pastas cimentícias e resistência à compressão e durabilidade em argamassas**. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Centro de Ciência e Tecnologia – Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2019.
- DE LIMA, C. P. F.; CORDEIRO, G. C. Evaluation of corn straw ash as supplementary cementitious material: Effect of acid leaching on its pozzolanic activity. **Cement**, v. 4, e100007, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cement.2021.100007>.
- DE PÁDUA, P. G. L.; CORDEIRO, G. C. Effect of K<sub>2</sub>O content on properties of sugar cane bagasse ash-cement-based systems. **Advances in Cement Research**, v. 34, n. 2, pp. 57-66, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1680/jadcr.20.00082>.
- DE SENSALÉ, G. R. Effect of rice-husk ash on durability of cementitious materials. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, pp. 718–725, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.07.008>.
- DE SIQUEIRA, A. A.; CORDEIRO, G. C. Sustainable cements containing sugarcane bagasse ash and limestone: Effects on compressive strength and acid attack of mortar. **Sustainability**, v. 14, e5683, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/su14095683>.
- DEPARTMENT of Ecology, Evolution and Organismal Biology. **Distribuição geográfica dos bambus lenhosos no mundo**. 2018. Disponível em: <http://www.eeob.iastate.edu/research/bamboo/maps/world-total-woody.gif>. Acesso em 10 ago. 2023.
- DIERCKS, M.; SAND, W.; BOCK, E. Microbial corrosion of concrete. **Experientia**, v. 47, pp. 514-516, 1991. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF01949869>.
- DHINAKARAN, G.; CHANDANA, G. H. Compressive strength and durability of bamboo leaf ash concrete. **Jordan Journal of Civil Engineering**, v. 10, n. 3, p. 279-289, 2016. DOI: <https://doi.org/10.14525/jjce.10.3.3601>.
- DRUMOND, P. M.; WIEDMAN, G. **Bambus no Brasil: da Biologia à Tecnologia**. 1 ed. Rio de Janeiro: EMBRAPA, 2017.
- DWIVEDI, V. N.; SINGH, N. P.; DAS, S. S.; SINGH, N. B. A new pozzolanic material for cement industry: Bamboo leaf ash. **International Journal of Physical Sciences**, v. 1, n. 3, pp. 106–111, 2006.

- EMBRAPA – EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Mapa de solos do Brasil. 2020. Disponível em: [http://geoinfo.cnps.embrapa.br/layers/geonode%3Abrasil\\_solos\\_5m\\_20201104#more](http://geoinfo.cnps.embrapa.br/layers/geonode%3Abrasil_solos_5m_20201104#more). Acesso em 17 de outubro de 2023.
- FRÍAS, M. SAVASTANO, H.; VILLAR-COCIÑA; E.; ROJAS, M. I. S.; SANTOS, S. Characterization and properties of blended cement matrices containing activated bamboo leaf wastes. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 9, p. 1019-1023, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.05.005>.
- GCCA, Associação Global de Cimento e Concreto. **Concrete Future: The GCCA 2050 Cement and Concrete Industry Roadmap for Net Zero Concrete**. 2021. Disponível em: <https://gccassociation.org/concretefuture/wp-content/uploads/2021/10/GCCA-Concrete-Future-Roadmap-Document-AW.pdf>. Acesso em 3 mar. 2023.
- GIVI, A. N.; RASHID, S. A.; AZIZ, F. N. A.; SALLEH, M. A. M. Assessment of the effects of rice husk ash particle size on strength, water permeability and workability of binary blended concrete. **Construction and Building Materials**, v. 24, pp. 2145–2150, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.04.045>.
- GONÇALVES, D. **Bambu é alternativa de renda na produção familiar**. 2018. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/34230725/bambu-e-alternativa-de-renda-na-producao-familiar>. Acesso em 16 de outubro de 2023.
- GUARNETTI, R. L. **Cogeração de eletricidade utilizando bambu no Brasil: aspectos técnicos, econômicos e ambientais**. 2013. Tese (Doutorado em Energia) – Instituto de Energia e Ambiente, Universidade de São Paulo, 2013.
- HAMAD, M. A. KHATTAB, L. A. Effect the combustion process on the structure of rice hull silica. **Thermochimica Acta**, v. 48, 1981, p. 343-349. DOI: [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(81\)80255-9](https://doi.org/10.1016/0040-6031(81)80255-9).
- IBGE, Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Indicadores IBGE: Pesquisa Nacional por Amostra de Domicílios Contínua – Primeiro Trimestre de 2023**. 2023. Disponível em: [https://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/periodicos/2421/pnact\\_2023\\_1tri.pdf](https://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/periodicos/2421/pnact_2023_1tri.pdf). Acesso em 7 jul. 2023.
- IKEAGWUANI, C. C.; NWONU, D. C.; OBETULE, D. A.; OMEJE, M. U.; FESTUS, T. Potential of bamboo stem ash as supplementary cementitious material in concrete production. **International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT)**, v. 8, n. 8, pp. 75-80, 2019. DOI : 10.17577/IJERTV8IS080028.
- IKUMAPAYI, C. M.; ARUM, C.; ALANEME, K. K. Reactivity and hydration behavior in groundnut shell ash based pozzolanic concrete. **Materials Today: Proceedings**, v. 38, pp. 508-513, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.385>.

- IKUMAPAYI, C. M. Crystal and microstructure analysis of Pozzolan properties of bamboo leaf ash and locust beans pod ash blended cement concrete. **Journal of Applied Sciences and Environmental Management**, v. 20, p. 943, 2016. DOI: <https://doi.org/10.4314/jasem.v20i4.6>.
- IPEA, Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada. **Diagnóstico dos resíduos orgânicos do setor agrossilvopastoril e agroindústrias associadas**. Relatório de Pesquisa. Brasília, 2012. Disponível em: [https://www.ipea.gov.br/portal/images/stories/PDFs/relatoriopesquisa/120917\\_relatorio\\_residuos\\_organicos.pdf](https://www.ipea.gov.br/portal/images/stories/PDFs/relatoriopesquisa/120917_relatorio_residuos_organicos.pdf). Acesso em 3 nov. 2021.
- JAMES, J.; SUBBA RAO, M. Reaction product of lime and silica from rice husk ash. **Cement and Concrete Research**, v. 16, n. 1, pp. 67-73, 1986. DOI: [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(86\)90069-4](https://doi.org/10.1016/0008-8846(86)90069-4).
- JATURAPITAKKUL, C.; KIATTIKOMOL, K.; TANGCHIRAPAT, W.; SAETING, T. Evaluation of the sulfate resistance of concrete containing palm oil fuel ash. **Construction and Building Materials**, v. 21, pp. 1399–1405, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.07.005>.
- JENDIROBA, E. **Aproveitamento de resíduos da indústria sucroalcooleira**. In: SPADOTTO, C.; RIBEIRO, W. *Gestão de Resíduos na Agricultura e Agroindústria*. 1 ed. Botucatu: EMBRAPA, 2006. p. 138-156.
- KANTRO, D. L. Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste: a miniature slump test. **Cement, Concrete and Aggregates**, v. 2, pp. 95-102, 1980. DOI: <https://doi.org/10.1520/CCA10190J>.
- KASANYA, M.; THOMAS, M. D. A.; MOFFATT, E. G. Development of Rapid and Reliable Pozzolan Reactivity Test Method. **ACI Materials Journal**, v. 116, n. 4, pp. 145-154, 2019. DOI: <https://doi.org/10.14359/51716718>.
- KHAN, H. A.; CASTEL, A.; KHAN, M. S. H.; MAHMOOD, A. H. Durability of calcium aluminate and sulphate resistant Portland cement based mortars in aggressive sewer environment and sulphuric acid. **Cement and Concrete Research**, v. 124, e105852, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105852>.
- KONG, F.; PAN, L.; WANG, C.; ZHANG, D.; XU, N. Effects of polycarboxylate superplasticizers with different molecular structure on the hydration behavior of cement paste. **Construction and Building Materials**, v. 105, pp. 545–553, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.178>.
- KRISHNARAO, R. V.; SUBRAHMANYAM, J.; KUMAR, T. J. Studies on the formation of black particles in rice husk silica ash. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 21, pp. 99-104, 2001. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(00\)00170-9](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00170-9).
- KUMAR, R.; CHANDRASHEKAR, N. Fuel properties and combustion characteristics of some promising bamboo species in India. **Journal of Forestry Research**, v. 25, n. 2, p. 471-476, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11676-014-0478-6>.

- LARA, R. C.; CORDEIRO, G. C. Effect of rice husk ash as supplementary cementitious material on the performance of cement-based pastes continuously exposed to organic acid solution (vinasse). **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 31, n. 7, e04019102-1, 2019. DOI: [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002739](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002739).
- LAWRENCE, P.; CYR, M.; RINGOT, E. Mineral admixtures in mortars – Effect of inert materials on short-term hydration. **Cement and Concrete Research**, v. 33, n. 12, pp. 1939-1947, 2003. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00183-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00183-2).
- LAWRENCE, C. D. **The constitution and specification of Portland cements**. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-075066256-7/50016-3>. In: HEWLETT, C. *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*. 4 ed. London: Elsevier Science & Technology, 1998. pp. 131-193.
- LEHNE, J.; PRESTON, F. **Making Concrete Change: Innovation in Low-carbon Cement and Concrete**. 2018. Disponível em: <https://www.chathamhouse.org/2018/06/making-concrete-change-innovation-low-carbon-cement-and-concrete>. Acesso em 18 nov. 2021.
- LEUNG, H. Y.; KIM, J.; NADEEM, A.; JAGANATHAN, J.; ANWAR, M. P. Sorptivity of self-compacting concrete containing fly ash and silica fume. **Construction and Building Materials**, v. 113, pp. 369–375, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.071>.
- LIMA, J. **Avaliação das consequências da produção de concreto no Brasil para as mudanças climáticas**. 2010. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Construção Civil, EPUSP, 2010.
- LIU, Y.; TANG, Q.; YOU, Y.; ZENG, S.; LI, Y.; CHEN, D.; LIU, A.; FENG, C.; LI, C.; CHEN, D. **Evaluation of the bamboo shoots' development status and nutrition in Sichuan, China**. In: *International Conference on Education, Sports, Arts and Management Engineering*. Dordrecht: Atlantis Press, 2016. <http://dx.doi.org/10.2991/icesame-16.2016.112>.
- LOTTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R. D. Supplementary cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, v. 41, pp. 1244–1256, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>.
- MA, J. F.; TAKAHASHI, E. **Soil, Fertilizer, and Plant Silicon Research in Japan**. 1 ed. Amsterdam: Elsevier Science B.V., 2002.
- MAKHLOUFI, Z.; BEDERINA, M.; BOUHICHA, M.; KADRI, E. Effect of mineral admixtures on resistance to sulfuric acid solution of mortars with quaternary binders. **Physics Procedia**, v. 55, pp. 329-335, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2014.07.048>.

- MARTIRENA-HERNÁNDEZ, J. F. MIDDENDORF, B.; GEHRKE, M.; BUDELMANN, H. Use of wastes of the sugar industry as pozzolana in lime-pozzolana binders: study of the reaction. **Cement and Concrete Research**, v. 28, n. 11, p. 1525-1536, 1998. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00130-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00130-6).
- MASSAZZA, F. **Pozzolana and pozzolanic cements**. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-075066256-7/50022-9>. In: HEWLETT, C. *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*. 4 ed. London: Elsevier Science & Technology, 1998. pp. 471-635.
- MASSAZZA, F. Pozzolanic cements. **Cement and concrete composites**, v. 15, n. 4, pp. 185-214, 1993. DOI: [https://doi.org/10.1016/0958-9465\(93\)90023-3](https://doi.org/10.1016/0958-9465(93)90023-3).
- MENDONÇA, M. F. **Substituição parcial do cimento Portland por cinzas de bambu (*Bambusa Vulgaris*)**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, 2018.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 3 ed. São Paulo: IBRACON, 2008. 674p. ISBN 978-85-98576-12-1.
- MEHTA, P. K.; PIRTZ, D. Use of rice hull ash to reduce temperature in high strength mass concrete. **ACI Journal**, v. 75, n. 7, pp. 60-63, 1978. DOI: <https://doi.org/10.14359/10477>.
- MEHTA, P. K., Reducing the environmental impact of concrete. **Concrete International**, v. 23, pp. 61-66, 2001.
- MEMON, S. A.; KHAN, M. K. Ash blended cement composites: Eco-friendly and sustainable option for utilization of corncob ash. **Journal of Cleaner Production**, v. 175, pp. 442-455, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.12.050>.
- MEMON, S. A.; KHAN, S.; WAHID, I.; SHESTAKOVA, Y.; ASHRAF, M. Evaluating the effect of calcination and grinding of corn stalk ash on pozzolanic potential for sustainable cement-based materials. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2020, 13p. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1155/2020/1619480>.
- MEMON, S. A.; WAHID, I.; KHAN, M. K.; TANOLI, M. A.; BIMAGANBETOVA, M. Environmentally friendly utilization of wheat straw ash in cement-based composites. **Sustainability (Switzerland)**, v. 10, n. 5, pp. 1-21, 2018. DOI: <https://doi.org/10.3390/su10051322>.
- MSINJILI, N. S.; SCHMIDT, W.; ROGGE, A.; KÜHNE, H. C., Performance of rice husk ash blended cementitious systems with added superplasticizers. **Cement and Concrete Composites**, v. 100, n. 83, Pp. 202-208, 2017. DOI: <https://10.1016/j.cemconcomp.2017.07.014>.

- MORAES, M. J. B.; MORAES, J. C. B.; TASHIMA, M. M.; AKASAKI, J. L.; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; PAYÁ, J. Production of bamboo leaf ash by auto-combustion for pozzolanic and sustainable use in cementitious matrices. **Construction and Building Materials**, v. 208, p. 369-380, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.007>.
- MORALES, E. V.; VILLAR-COCIÑA, E.; FRÍAS, M.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JUNIOR, H. Effects of calcining conditions on the microstructure of sugar cane waste ashes (SCWA): Influence in the pozzolanic activation. **Cement and Concrete Composites**, v. 31, pp. 22–28, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.10.004>.
- MOREIRA, A. C. **Utilização de resíduos agroindustriais baseado nos princípios da produção mais limpa**. UNICESUMAR - Centro Universitário de Maringá, 2019.
- MOSLEY, S. **All About Bamboo Plants: (How to Grow a Bamboo Plant)**. [s.l.] Lulu Press Inc., 2013.
- MOTOMURA, H.; FUJII, T.; SUZUKI, M. Silica deposition in abaxial epidermis before the opening of leaf blades of *Pleioblastus chino* (*Poaceae*, *Bambusoideae*). **Annals of Botany**, v. 97, n. 4, pp. 513-519, 2006. DOI: <https://doi.org/10.1093/aob/mcl014>.
- MOTOMURA, H.; HIKOSAKA, K.; SUZUKI, M. Relationships between photosynthetic activity and silica accumulation with ages of leaf in *Sasa veitchii* (*Poaceae*, *Bambusoideae*). **Annals of Botany**, v. 101, n. 3, p. 463–468, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1093/aob/mcm301>.
- MUJEDU, K. A.; LAMIDI, I. O.; OLOMO, R. O.; ALAO, M. O. Evaluation of physical and mechanical properties of partially replaced bamboo ash cement mortar. **The International Journal of Engineering and Science**, v. 7, p. 35-41, 2018. DOI: <https://doi.org/10.9790/1813-0703013541>.
- NAGARAJAN, V. K.; DEVI, S. A.; MANOHARI, S. P.; SANTHA, M. M. Experimental study on partial replacement of cement with coconut shell ash in concrete. **International Journal of Science and Research (IJSR)**, v. 3, n. 3, pp. 651-661, 2014.
- NDUKA, D. O.; OLAWUYI, B. J.; AJAO, A. M.; OKOYE, V. C.; OKIGBO, O. M. Mechanical and durability property dimensions of sustainable bamboo leaf ash in high-performance concrete. **Cleaner Engineering and Technology**, v. 11, e100583, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.clet.2022.100583>.
- NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto**. 5 ed. Porto Alegre: Bookman, 2016. 888p. ISBN 978-85-8260-365-9.

- NIJLAND, T. G.; LARBI, J. A. **Microscopic examination of deteriorated concrete.** p. 137-179. *In: MAIERHOFER, C.; REINHARDT, H.; DOBMANN, G. Non-Destructive Evaluation of Reinforced Concrete Structures: Deterioration Processes and Standard Test Methods.* 1 ed. [s.l.] Woodhead Publishing, 2010. 264 p.
- ODEYEMI, S. O.; ATOYEBI, O. D.; KEGBEYALE, O. S.; ANIFOWOSE, M. A.; ODEYEMI, O. T.; ADENIYI, G.; ORISADARE, O. A. Mechanical properties and microstructure of High-Performance Concrete with bamboo leaf ash as additive. **Cleaner Engineering and Technology**, v. 6, e100352, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100352>.
- OLUTOGE, F. A.; OLADUNMOYE, O. M. Bamboo leaf ash as supplementary cementitious material. **American Journal of Engineering Research**, v. 6, p. 1-8, 2017.
- ONIKEKU, O.; SHITOTE, S. M.; MWERO, J.; ADEDEJI, A. A. Evaluation of characteristics of concrete mixed with bamboo leaf ash. **The Open Construction & Building Technology Journal**, v. 13, p. 67-80, 2019. DOI: <https://doi.org/10.2174/1874836801913010067>.
- PARIS, N.; CHUSID, M. Color in Concrete: Beauty and Durability. **Concrete International**, v. 21, pp. 60-63, 1999.
- QUDOOS, A.; KIM, H. G.; REHMAN, A. U.; RYOU, J. S. Effect of mechanical processing on the pozzolanic efficiency and the microstructure development of wheat straw ash blended cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 193, pp. 481-490, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.229>.
- RIBAS, L.; CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M. Measuring the strength of irregularly-shaped fine particles in a microcompression tester. **Minerals Engineering**, v. 65, pp. 149-155, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.05.021>.
- ROCHA, C. A. A., CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D. Influência de resíduos de corte de rochas e de blocos cerâmicos moídos na hidratação e no empacotamento de pastas cimentícias. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 6, n. 4, p. 661-680, 2013.
- RODIER, L.; BILBA, K.; ONÉSIPPE, C.; ARSÈNE, M. A. Study of pozzolanic activity of bamboo stem ashes for use as partial replacement of cement. **Materials and Structures**, v. 50, n. 1, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-016-0958-6>.
- RODIER, L.; VILLAR-COCIÑA, E.; BALLESTEROS, J. M.; SAVASTANO JUNIOR, H. Potential use of sugarcane bagasse and bamboo leaf ashes for elaboration of green cementitious materials. **Journal of Cleaner Production**, v. 231, p. 54-63, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.208>.

- ROSELLÓ, J.; SORIANO, L.; SANTAMARINA, M. P.; AKASAKI, J. L.; MELGES, J. L. P.; PAYÁ, J. Microscopy characterization of silica-rich agrowastes to be used in cement binders: bamboo and sugarcane leaves. **Microscopy and Microanalysis**, v. 21, n. 5, p. 1314-1326, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1017/S1431927615015019>.
- SCRIVENER, K. L.; JUILLAND, P.; MONTEIRO, P. J. M. Advances in understanding hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 78, parte A, p. 38-56, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.025>.
- SENHADJI, Y.; ESCADEILLAS, G.; MOULI, M.; KHELAFI, H.; BENOSMAN. Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar. **Powder Technology**, v. 254, pp. 314–323, 2014. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2014.01.046>.
- SIAD, H.; MESBAH, H. A.; KHELAFI, H. KAMALI-BERNARD, S. MOULI, M. Effect of mineral admixture on resistance to sulphuric and hydrochloric acid attacks in selfcompacting concrete. **Canadian Journal of Civil Engineering**, v. 37, n. 3, pp. 441-449, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1139/L09-157>.
- SILVA, L. H. P.; TAMASHIRO, J. R.; DE PAIVA, F. F. G.; SANTOS, L. F. dos; TEIXEIRA, J. R.; KINOSHITA, A.; ANTUNES, P. A. Bamboo leaf ash for use as mineral addition with Portland cement. **Journal of Building Engineering**, v. 42, e102769, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.102769>.
- SINGH, N. B.; DAS, S. S.; SINGH, N. P.; DWIVEDI, V. N. Hydration of bamboo leaf ash blended Portland cement. **Indian Journal of Engineering and Materials Sciences**, v. 14, p. 69-76, 2007.
- SUGITA, S. **Method of producing active rice husk ash**. United States Patent, US n. 5329867 A, 1994.
- TAVARES, J. C.; LUCENA, L. F. L.; HENRIQUES, G. F.; FERREIRA, R. L. S.; ANJOS, M. A. S. dos. Use of banana leaf ash as partial replacement of Portland cement in eco-friendly concretes. **Construction and Building Materials**, v. 346, e128467, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128467>.
- THOMAS, M. **Supplementary cementing materials in concrete**. 1 ed. Boca Raton: CRC Press, 2013, 181p. ISBN 978-1-4665-7301-7.
- THOMMES, M.; KANEKO, K.; NEIMARK, A. V.; OLIVIER, J. P.; RODRIGUEZ-REINOSO, F.; ROUQUEROL, J.; SING, K. S. W. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 87, pp. 1051-1069, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>.
- TRIPATHI, N.; HILLS, C. D.; SINGH, R. S.; ATKINSON, C. J. Biomass waste utilization in low-carbon products: harnessing a major potential resource. **Nature NPJ: Climate and Atmospheric Science**, v. 2, n. 35, pp. 1-10, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41612-019-0093-5>.

- UMEDA, J.; KONDOH, K. Process Optimization to Prepare High-purity Amorphous Silica from Rice Husks via Citric Acid Leaching Treatment. **Transactions of JWRI**, v. 37, n. 1, pp. 13-17, 2008.
- UMOH, A. A.; ODESOLA, I. Characteristics of bamboo leaf ash blended cement paste and mortar. **Civil Engineering Dimension**, v. 17, n. 1, p. 22-28, 2015. DOI: <https://doi.org/10.9744/ced.17.1.22-28>.
- UMOH, A. A.; UJENE, A. O. Empirical study on effect of bamboo leaf ash in concrete. **Journal of Engineering and Technology**, v. 5, n. 2, pp. 71-82, 2014.
- USMAN, J.; SAM, A. M. Acid resistance of palm oil fuel ash and metakaolin ternary blend cement mortar. **Sustainable Environment Research**, v. 27, n. 4, pp. 181-187, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.serj.2017.02.003>.
- VASSILEV, S. V.; BAXTER, D.; ANDERSEN, L. K.; VASSILEVA, C. G. An overview of the chemical composition of biomass. **Fuel**, v. 89, n. 5, p. 913–933, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2009.10.022>.
- VAYGHAN, A. G.; KHALOO, A. R.; RAJABIPOUR, F. The effects of a hydrochloric acid pre-treatment on the physicochemical properties and pozzolanic performance of rice husk ash. **Cement and Concrete Composites**, v. 39, pp. 131-140, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.03.022>.
- VIEIRA, A. P.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; CORDEIRO, G. C. Effect of particle size, porous structure and content of rice husk ash on the hydration process and compressive strength evolution of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 236, e117553, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117553>.
- VILLAR-COCIÑA, E.; MORALES, E. V.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JUNIOR, H.; FRÍAS, M. Pozzolanic behavior of bamboo leaf ash: Characterization and determination of the kinetic parameters. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, pp. 68-73, 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.09.003>.
- VILLAR-COCIÑA, E.; SAVASTANO, H.; RODIER, L.; LEFRAN, M.; FRÍAS, M. Pozzolanic characterization of cuban bamboo leaf ash: calcining temperature and kinetic parameters. **Waste Biomass Valor**, v. 9, p. 691-699, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12649-016-9741-8>.
- XU, W.; LO, Y. T.; OUYANG, D.; MEMON, S. A.; XING, F.; WANG, W.; YUAN, X. Effect of rice husk ash fineness on porosity and hydration reaction of blended cement paste. **Construction and Building Materials**, v. 89, p. 90-101, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.04.030>.
- XU, W.; WEI, J.; CHEN, J.; ZHANG, B.; XU, P.; REN, J.; YU, Q. Comparative study of water-leaching and acid-leaching pretreatment on the thermal stability and reactivity of biomass silica for viability as a pozzolanic additive in cement. **Materials**, v. 11, n. 9, e1697, 2018. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma11091697>.

YANG, H.; YAN, R.; CHEN, H.; LEE, D. H.; ZHENG, C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. **Fuel**, v. 86, pp. 1781–1788, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>.

YEMAL, J. A.; TEIXEIRA, N. O. V.; NAAS, I. A. **Sustentabilidade na Construção Civil**. *In*: International Workshop: Advances in Cleaner Production, 3, 2011, São Paulo. Anais... São Paulo: Donald Huisingh et al. (Orgs.), 2011. 7p.

## ANEXO A – ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise de variância (ANOVA) permite a comparação simultânea das médias de diversos grupos de dados, chamados de tratamentos, a fim de verificar se existe diferenças significativas entre eles. Entretanto, caso a diferença seja constatada, a ANOVA não permite a identificação de quais grupos diferem entre si, sendo, portanto, um teste global. Dessa forma, uma análise *post hoc* foi realizada, o teste de médias de Duncan, que identifica diferenças entre pares de médias e, baseando-se em uma diferença mínima significativa, indica quais pares diferem entre si.

As análises foram realizadas considerando como tratamentos as argamassas produzidas. As variáveis dependentes foram as propriedades das argamassas avaliadas em cada ensaio. O quadro de ANOVA e a matriz de comparação de médias para cada uma das análises serão apresentados neste anexo. Os valores indicados em vermelho nos quadros de ANOVA indicam que houve diferença significativa entre os tratamentos para o nível de significância de 5%. Nas tabelas de comparação de médias, os tratamentos estatisticamente semelhantes recebem a mesma letra, indicando um grupo homogêneo.

### A.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Essa análise avaliou as diferenças entre as 8 argamassas aos 7, 28 e 84 dias, considerando 6 repetições para cada mistura. Os quadros de ANOVA e as matrizes de grupos homogêneos para as diferentes idades estão apresentados nas Tabelas A.1 a A.6.

Tabela A.1 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão aos 7 dias. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	1975,92	7	282,27	134,92	2,25
Resíduo	83,69	40	2,09		
Total	2059,61	47			

Tabela A.2 – Comparação de médias de resistência à compressão aos 7 dias pelo teste de Duncan.

Argamassa	Média (MPa)	Significância
A-CFB-AC20	40,4	a
A-CFB-AD20	40,2	a
A-TERN	37,0	b
A-CFB-AD10	35,5	b
A-CFB-AC10	32,5	
A-REF	26,8	
A-QTZ10	24,3	c
A-QTZ20	23,6	c

Tabela A.3 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão aos 28 dias. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	2662,13	7	380,30	53,08	2,25
Resíduo	286,58	40	7,16		
Total	2948,72	47			

Tabela A.4 – Comparação de médias de resistência à compressão aos 28 dias pelo teste de Duncan.

Argamassa	Média (MPa)	Significância
A-CFB-AC20	51,4	a
A-TERN	50,7	a
A-CFB-AC10	47,2	b
A-CFB-AD20	47,0	b
A-CFB-AD10	47,0	b
A-REF	37,2	c
A-QTZ10	34,5	c
A-QTZ20	30,4	

Tabela A.5 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão aos 84 dias. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	3708,29	7	529,76	38,08	2,25
Resíduo	556,52	40	13,92		
Total	4264,81	47			

Tabela A.6 – Comparação de médias de resistência à compressão aos 84 dias pelo teste de Duncan.

Argamassa	Média (MPa)	Significância	
A-CFB-AC20	60,7	a	
A-CFB-AD20	60,4	a	
A-TERN	59,5	a	
A-CFB-AC10	56,7	a	b
A-CFB-AD10	52,6	b	
A-REF	44,4	c	
A-QTZ10	40,1	c	d
A-QTZ20	38,0	d	

## A.2 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO

Essa análise avaliou os resultados de absorção total aos 28 e 84 dias das 8 argamassas, com 3 repetições para cada argamassa em cada ensaio. Os quadros de ANOVA e as matrizes de grupos homogêneos para as diferentes idades estão apresentados nas Tabelas A.7 a A.10.

Tabela A.7 – Quadro de ANOVA para os resultados de absorção por imersão aos 28 dias. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	9,79	7	1,40	42,05	2,66
Resíduo	0,53	16	0,03		
Total	10,32	23			

Tabela A.8 – Comparação de médias de absorção por imersão aos 28 dias pelo teste de Duncan.

Argamassa	Média (%)	Significância
A-QTZ20	8,39	
A-QTZ10	7,83	a
A-CFB-AC10	7,82	a
A-REF	7,76	a
A-CFB-AD10	7,34	
A-CFB-AD20	6,67	b
A-CFB-AC20	6,61	b
A-TERN	6,59	b

Tabela A.9 – Quadro de ANOVA para os resultados de absorção por imersão aos 84 dias. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	7,34	7	1,05	61,89	2,66
Resíduo	0,27	16	0,02		
Total	7,62	23			

Tabela A.10 – Comparação de médias de absorção por imersão aos 84 dias pelo teste de Duncan.

Argamassa	Média (%)	Significância	
A-QTZ20	7,84		
A-QTZ10	7,58	a	
A-REF	7,42	a	b
A-CFB-AC10	7,20		b c
A-CFB-AD10	7,10		c
A-TERN	6,87		
A-CFB-AC20	6,27		d
A-CFB-AD20	6,19		d

### A.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE

A absorção por capilaridade das 8 argamassas foi avaliada aos 84 dias, com 3 repetições. O quadro de ANOVA e a matriz de grupos homogêneos para essa propriedade estão apresentados nas Tabelas A.11 e A.12.

Tabela A.11 – Quadro de ANOVA para os resultados de absorção por capilaridade aos 84 dias. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	0,68	7	0,10	109,46	2,66
Resíduo	0,01	16	0,00		
Total	0,69	23			

Tabela A.12 – Comparação de médias de absorção por capilaridade aos 84 dias pelo teste de Duncan.

<b>Argamassa</b>	<b>Média (mm)</b>	<b>Significância</b>
A-QTZ20	6,96	
A-QTZ10	5,51	a
A-REF	5,01	a
A-CFB-AC10	3,19	b
A-CFB-AC20	2,66	b c
A-CFB-AD10	2,55	c
A-CFB-AD20	2,21	c
A-TERN	2,20	c

## A.4 ATAQUE ÁCIDO

Os resultados de todas as medições de resistência das 7 argamassas ao ataque ácido (perda de massa, resistência à compressão, absorção por imersão e absorção por capilaridade) foram avaliados estatisticamente.

### A.4.1 PERDA DE MASSA

A perda de massa das argamassas foi avaliada após 56 dias de ataque ácido, utilizando 6 repetições para cada grupo. O quadro de ANOVA e a matriz de grupos homogêneos estão apresentados nas Tabelas A.13 e A.14.

Tabela A.13 – Quadro de ANOVA para os resultados de perda de massa após 56 dias de ataque ácido. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b><math>F_{calc}</math></b>	<b><math>F_{tab}</math></b>
Tratamento	3057,65	6	509,61	<b>326,41</b>	2,38
Resíduo	54,64	35	1,56		
Total	3112,29	41			

Tabela A.14 – Comparação de médias de perda de massa após 56 dias de ataque ácido pelo teste de Duncan.

Argamassa	Média (%)	Significância	
A-CFB-AD20	47,92		
A-CFB-AD10	45,68	a	
A-CFB-AC20	44,67	a	b
A-CFB-AC10	44,11		b
A-QTZ10	39,03		
A-REF	36,51		
A-QTZ20	20,95		

#### A.4.2 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

A resistência à compressão dos corpos de prova após 56 dias de ataque ácido foi testada com 6 repetições para cada grupo. Os valores foram calculados considerando a área real e a área original dos corpos de prova. O quadro de ANOVA e a matriz de grupos homogêneos estão apresentados nas Tabelas A.15 a A.18.

Tabela A.15 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido considerando a área real dos corpos de prova. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	3926,25	6	654,37	34,56	2,38
Resíduo	662,64	35	18,93		
Total	4588,89	41			

Tabela A.16 – Comparação de médias de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido pelo teste de Duncan, considerando a área real dos corpos de prova.

Argamassa	Média (MPa)	Significância
A-CFB-AD10	44,63	a
A-CFB-AC10	44,51	a
A-CFB-AC20	44,48	a
A-REF	43,64	a
A-CFB-AD20	36,63	
A-QTZ10	27,38	
A-QTZ20	18,37	

Tabela A.17 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido considerando a área original dos corpos de prova. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	1163,40	6	193,90	23,86	2,38
Resíduo	284,45	35	8,13		
Total	1447,85	41			

Tabela A.18 – Comparação de médias de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido pelo teste de Duncan, considerando a área original dos corpos de prova.

Argamassa	Média (MPa)	Significância
A-REF	31,72	a
A-CFB-AC10	30,74	a
A-CFB-AD20	29,91	a
A-CFB-AC20	29,87	a
A-CFB-AD20	25,04	
A-QTZ10	20,92	
A-QTZ20	16,89	

#### A.4.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO

A absorção por imersão das argamassas foi avaliada após 56 dias de ataque ácido, com 3 repetições. O quadro de ANOVA e a matriz de grupos homogêneos para essa propriedade estão apresentados nas Tabelas A.19 e A.20.

Tabela A.19 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido considerando a área original dos corpos de prova. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$
Tratamento	5,50	6	0,92	58,69	2,85
Resíduo	0,22	14	0,02		
Total	5,72	20			

Tabela A.20 – Comparação de médias de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido pelo teste de Duncan, considerando a área original dos corpos de prova.

<b>Argamassa</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Significância</b>
A-QTZ20	8,36	
A-CFB-AC10	7,95	
A-CFB-AC20	7,68	
A-CFB-AD20	7,31	a
A-QTZ10	7,29	a
A-CFB-AD10	7,05	
A-REF	6,73	

#### A.4.4 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE

A absorção por capilaridade das argamassas, avaliada após 56 dias de ataque ácido, foi feita com 3 repetições. O quadro de ANOVA e a matriz de grupos homogêneos para essa propriedade estão apresentados nas Tabelas A.21 e A.22.

Tabela A.19 – Quadro de ANOVA para os resultados de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido considerando a área original dos corpos de prova. SQ: soma de quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrados médios;  $F_{calc}$ : valor calculado de F;  $F_{tab}$ : valor tabelado de F.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b><math>F_{calc}</math></b>	<b><math>F_{tab}</math></b>
Tratamento	0,16	6	0,03	34,94	2,85
Resíduo	0,01	14	0,00		
Total	0,17	20			

Tabela A.20 – Comparação de médias de resistência à compressão após 56 dias de ataque ácido pelo teste de Duncan, considerando a área original dos corpos de prova.

<b>Argamassa</b>	<b>Média (mm)</b>	<b>Significância</b>
A-QTZ20	7,08	
A-QTZ10	6,10	
A-REF	5,49	a
A-CFB-AC20	5,44	a
A-CFB-AC10	5,13	a b
A-CFB-AD20	4,78	b
A-CFB-AD10	4,16	