# PRODUÇÃO E APLICAÇÃO EM SISTEMAS CIMENTÍCIOS DE CINZAS LEVES DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR COM DIFERENTES GRANULOMETRIAS

**KETLYNN PASSOS ALVARENGA** 

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO - UENF CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ AGOSTO, 2023

# PRODUÇÃO E APLICAÇÃO EM SISTEMAS CIMENTÍCIOS DE CINZAS LEVES DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR COM DIFERENTES GRANULOMETRIAS

## **KETLYNN PASSOS ALVARENGA**

"Dissertação 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. D.Sc. 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.

A473 Alvarenga, Ketlynn Passos.

PRODUÇÃO E APLICAÇÃO EM SISTEMAS CIMENTÍCIOS DE CINZAS LEVES DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR COM DIFERENTES GRANULOMETRIAS / Ketlynn Passos Alvarenga. - Campos dos Goytacazes, RJ, 2023.

118 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 do bagaço de cana-de-açúcar. 2. Pozolana. 3. Pasta cimentícia. 4. Hidratação. 5. Reologia. I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. II. Título.

CDD - 624

# PRODUÇÃO E APLICAÇÃO EM SISTEMAS CIMENTÍCIOS DE CINZAS LEVES DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR COM DIFERENTES GRANULOMETRIAS

## KETLYNN PASSOS ALVARENGA

"Dissertação 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:



Prof<sup>a</sup>. Samantha Coelho Pinheiro (D.Sc. – UEA)

lamplis Mara Seis & Jouge

Prof<sup>a</sup>. Lourdes Maria Silva de Souza (Ph.D. – PUC-Rio)

Documento assinado digitalmente SAULO ROCHA FERREIRA Data: 06/11/2023 14:55:18-0300 Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Saulo Rocha Ferreira (D.Sc. – UFLA)

kidn

Prof. Guilherme Chagas Cordeiro (Orientador, D.Sc. - LECIV/UENF)

Dedico este trabalho aos meus pais, Luiz Henrique e Deni Carla, que sempre me incentivaram a investir meus esforços na minha educação. Essa é a melhor herança.

"Quando somos bons para os outros, somos ainda melhores para nós".

- Benjamin Franklin

#### AGRADECIMENTOS

Antes de começar os meus agradecimentos, eu gostaria de dizer que a elaboração e implementação dessa pesquisa foi um dos processos mais difíceis e, ao mesmo tempo, engrandecedores da minha vida. Iniciar um mestrado durante a pandemia não foi fácil, mas foi uma das melhores escolhas que eu fiz. Nada disso teria sido possível se não fosse todas as pessoas que me apoiaram direta ou indiretamente. Por isso, meu muito obrigada. Essa vitória não é só minha, é nossa.

Primeiro, agradeço à Deus e a Nossa Senhora de Aparecida por todas as bênçãos concedidas, por serem meus guias e pela proteção na superação de todos os desafios que foram encontrados e superados ao longo do caminho.

Aos meus pais, pelo apoio e incentivo aos meus estudos. Nunca vou me esquecer das noites em claro em que surgiam xícaras de café com leite, um biscoito, um bolo ou que só se sentavam ao meu lado para garantir que eu estava bem e para demonstrar apoio. Mãe, você me ensinou a buscar a independência, defender o meu ponto de vista, mas acima de tudo a dar o meu melhor. Pai, você me ensinou uma das coisas mais difíceis que tive que aprender: as vezes dar o melhor é o melhor que a gente pode fazer naquele momento, mas que nunca se deve desistir de se esforçar e melhorar ainda mais. Você também me ensinou que "a vida é uma loucura e uma correria só", mas que devemos valorizar isso porque significa que estamos vivendo.

Agradeço ao meu noivo e parceiro, William Rosa Pereira, que esteve ao meu lado em todos os momentos, desde o processo seletivo à versão final da pesquisa. Então "Mozão, obrigada!". Obrigada por ter compreendido as minhas ausências, pela coleta da cinza e pelo ombro/ouvido amigo. Eu amo você.

Ao meu orientador, professor Guilherme, minha gratidão pela confiança depositada em mim e por todo aprendizado. Na minha opinião, todo mundo merecia ter, pelo menos, um professor que fosse como o senhor. Obrigada por me apresentar ao grupo de pesquisa do Nexmat e por dividir comigo tanto conhecimento. Agradeço pela paciência, pela boa vontade, pelos ensinamentos e pela motivação. Foi uma honra trabalhar com o senhor.

Aos meus amigos que me ajudaram a superar cada obstáculo, meu muito obrigada. Vocês são especiais para mim e foram parte da minha base em diversos momentos dessa pesquisa: Bianca Côrrea, Pedro Henrique, Paulo Vitor, Maria Luiza

vii

("Malu") Marchetti, Regina Pinheiro ("Gina"), Laura Velasco e Raíza Machado. Malu e Gina, vocês foram a melhor parte da pandemia. A amizade de vocês não tem preço e o grupo de "Livros" foi minha melhor terapia ao longo desses dois anos de pesquisa. Laura, obrigada pelo apoio ao longo dessa pesquisa. Seu apoio foi muito além de uma amizade de "grupo de pesquisa".

À professora Ana Bárbara Freitas Rodrigues, CCTA, desde o momento que conheci a senhora, fiquei impressionada e, ao longo de toda a pesquisa, sempre que pensava nas dificuldades e desafios, me lembrava da senhora e de toda a resiliência, generosidade, inteligência e gentileza que a senhora demonstrou nos quase dois anos de extensão. A senhora é a minha professora heroína e uma das minhas maiores referências sobre a professora que almejo ser.

Aos professores Thuany Lima, Fabrício Borges e André Manhães, obrigada por todo o incentivo à minha candidatura ao mestrado. Esse apoio veio desde a graduação e serei sempre grata por ter pessoas e professores tão bons como os senhores na minha vida.

Agradeço aos colegas do Nexmat, em especial à Bárbara Klen, que passou junto comigo os perrengues deste trabalho referentes à reologia e que superamos, juntas, as dificuldades encontradas no caminho. À Ana Amélia, pela aula sensacional sobre reologia. Agradecimento especial, à Beatriz e Laura Velasco, por toda a ajuda com ensaios e pela parceria. À Andréia Arenari por ser sempre solícita.

A todos os funcionários, professores e técnicos do LECIV, que contribuíram para minha formação e auxiliaram no desenvolvimento desta pesquisa.

À Usina Canabrava pelo fornecimento dos materiais utilizados no trabalho. Ao LBCT, em especial, o professor Fábio Olivares pelo auxílio na realização do ensaio de microscopia eletrônica de varredura. À COPPE pelo auxílio no ensaio de reatividade com cal e pela realização dos ensaios de adsorção à gás.

Meus sinceros agradecimentos à instituição UENF pela oportunidade de realizar este sonho, onde aprendi e evolui profissionalmente e como pessoa. Guardarei com muito carinho os momentos vividos dentro do campus. À CAPES, pelo auxílio financeiro fundamental para desenvolvimento desta pesquisa.

Por fim, deixo aqui minha homenagem àqueles que se foram enquanto estava no mestrado. D. Isabel e Tio Gil, vocês são os membros da família que escolhi e a

viii

saudade será eterna. Ao meu amado cachorro Freddy (15 anos), você me mostrou o que é a verdadeira amizade e a luta pela vida.

#### RESUMO

O objetivo da presente pesquisa foi a produção de cinzas leves do bagaço de canade-açúcar (CLBC) em três diferentes tamanhos de partículas ( $D_{50}$  de 10, 20 e 30  $\mu$ m), visando sua aplicação em sistemas cimentícios. As cinzas foram minuciosamente caracterizadas por meio de ensaios de granulometria a laser, massa específica, composição química, difratometria de raios X, microscopia eletrônica de varredura, adsorção de nitrogênio e atividade pozolânica. Posteriormente, pastas e argamassas foram elaboradas com substituição parcial de 20%, em massa, de cimento pelas cinzas. No caso das pastas, os efeitos foram avaliados por meio de ensaios de reologia, calorimetria isotérmica e retração química. Argamassas foram investigadas em testes de absorção de água, resistência à compressão e durabilidade frente ao ataque por ácido sulfúrico. Os resultados mostraram que as cinzas apresentaram uma composição química adequada e que a atividade pozolânica aumentou com a diminuição do tamanho das partículas. As cinzas leves não exerceram uma influência significativa nas reações de hidratação, mas provocaram um aumento na tensão de escoamento e viscosidade plástica em comparação com uma pasta de referência. No geral, as argamassas com CLBC, nas diferentes granulometrias, apresentaram aumento de resistência e redução de absorção de água. Quando sujeitas ao ataque de ácido sulfúrico, entretanto, as argamassas com CLBC apresentaram perdas de massa moderadas, um aumento na absorção de água e uma diminuição na resistência à compressão devido à formação de uma camada degradada espessa. Consequentemente, as cinzas produzidas podem ser empregadas como material cimentício suplementar, especialmente com partículas com  $D_{50}$  igual ou inferior a 20 µm, em ambientes que não sejam ácidos.

**Palavras-chave:** pozolana; cinza leve do bagaço de cana-de-açúcar; cinza leve; pasta cimentícia; hidratação; reologia; ataque ácido.

#### ABSTRACT

The objective of this research was the production of sugarcane bagasse fly ash (CLBC) in three different particle sizes ( $D_{50}$  of 10, 20 and 30  $\mu$ m) aiming for their application in cement-based materials. The ashes were thoroughly characterized through granulometry, density, chemical composition, X-ray diffraction, scanning electron microscopy, nitrogen adsorption, and pozzolanic activity tests. Subsequently, pastes and mortars were prepared with a partial replacement of 20%, by mass, of cement with the ashes. In the case of pastes, the effects were evaluated using rheology, isothermal calorimetry, and chemical shrinkage tests. Mortars were investigated in water absorption, compressive strength and durability by sulfuric acid attack. The results showed that the ashes had an adequate chemical composition, and the pozzolanic activity increased with decreasing particle size. The fly ash did not influence the hydration, but caused increases in yield stress and plastic viscosity compared to a reference paste. Overall, mortars with CLBC, in different particle sizes, presented increase in compressive strength and reduction in water absorption. However, when subjected to sulfuric acid attack, CLBC mortars showed moderate mass losses, increase in water absorption, and decrease in compressive strength due to the formation of a thick degraded layer. Consequently, the produced ashes can be used as a supplementary cementitious material, especially with particles with a  $D_{50}$  equal or less than 20 µm, in non-acidic environments.

**Keywords:** pozzolan; sugarcane bagasse fly ash; cement-based paste; hydration; rheology; acid attack.

# SUMÁRIO

RESUMO	X
ABSTRACT	xi
LISTA DE FIGURAS	xiv
LISTA DE TABELAS	xviii
LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS, SÍMBOLOS E UNIDADES	xx
CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO	1
1.1 Considerações Iniciais	1
1.2 Objetivos	4
1.2.1 Objetivo Geral	4
1.2.2 Objetivos Específicos	4
1.3 Justificativa	4
CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
2.1 Materiais cimentícios suplementares	7
2.2 Cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBCA)	11
2.3 Considerações	
CAPÍTULO III – PROGRAMA EXPERIMENTAL	
3.1 Coleta e produção de cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar	31
3.2 Materiais complementares usados nas pastas e argamassas	
3.2.1 Cimento Portland	33
3.2.2 Areia normal	35
3.2.3 Água e aditivo superplastificante	
3.2.4 Reagentes químicos	
3.3 Métodos	
3.3.1 Caracterização das cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar	
3.3.1.1 Composição química e perda ao fogo	
3.3.1.2 Difratometria de raios X	
3.3.1.3 Massa específica	40
3.3.1.4 Microscopia eletrônica de varredura	40
3.3.1.5 Análise granulométrica	41
3.3.1.6 Superfície específica BET e porosidade	42
3.3.1.7 Atividade pozolânica	42

3.3.1.7.1 Índice de desempenho	.42
3.3.1.7.2 Reatividade com cal	.44
3.3.1.7.3 Chapelle modificado	.46
3.3.2 Produção das pastas e ensaios de hidratação e de reologia	.47
3.3.3 Produção e caracterização de argamassas – resistência à compressão e atac	que
ácido	.51
3.4 Análise estatística dos resultados experimentais	.58
CAPÍTULO IV – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	.60
4.1 Caracterização das cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar	.60
4.2 Estudo da hidratação em pasta	.70
4.3 Reologia em pasta	.75
4.4 Aplicação em argamassas - avaliação da evolução da resistência à compress	são
no tempo, absorção total e por capilaridade	.78
4.5 Aplicação em argamassas – ataque por ácido sulfúrico	.81
CAPÍTULO V – CONSIDERAÇÕES FINAIS	.95
5.1 Conclusões	.95
5.2 Sugestão para trabalhos futuros	.97
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	.99
ANEXO 1 – ANÁLISE ESTATÍSTICA1	115

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Representação esquemática de partículas de cimento Portland em pastas
sem adições (a), com aditivo superplastificante (b) e com superplastificante e adição
mineral de elevada finura (c) (Cordeiro, 2006)10
Figura 2: Fontes energéticas no Brasil (EPE, 2021)12
Figura 3: Processo produtivo de açúcar e álcool a partir da cana-de-açúcar (adaptado
Cordeiro, 2006)
Figura 4: Morfologia de uma CBCA após moagem vibratória por 8 min (a) e por 240
min (b) - (Cordeiro <i>et al.</i> , 2009)21
Figura 5: Morfologia de uma CBCA composta por quartzo (* em preto) e por estruturas
celulares (+ em vermelho) após moagem vibratória por 8 min (a) e por 960 min (b) -
(Cordeiro; Kurtis, 2017)21
Figura 6: Morfologia de CBCA de topo (a) e de fundo (b) - (Andreão <i>et al.</i> , 2019)22
Figura 7: Dados de liberação de calor obtidos através do ensaio de calorimetria
isotérmica para pastas referência e com substituições parciais no teor de 20% (a)
detalhe das primeiras 5 h de ensaio (b) - (adaptado de Cordeiro; Kurtis, 2017)23
Figura 8: Dados de liberação de calor obtidos através do ensaio de calorimetria
isotérmica para pastas referência e com substituições parciais no teor de 20% (a)
detalhe para as primeiras 6 h de ensaio (b) - (adaptado de Cordeiro et al., 2020)24
Figura 9: Organograma com as fases do programa experimental da pesquisa30
Figura 10: Usina Nova Canabrava, localizada no município de Campos dos
Goytacazes/RJ
Figura 11: Saída do bagaço para as esteiras de alimentação da caldeira (a) e
armazenamento do bagaço de cana-de-açúcar (b)32
Figura 12: Moinho de bolas SL-34 da Solab e vaso de 10 L da Chiarotti33
Figura 13: Homogeneização da areia de rio (a) e quarteamento (b)
Figura 14: Distribuição do tamanho de partícula da areia do Rio Paraíba do Sul36
Figura 15: Espectrômetro Shimadzu EDX-720 do LECIV/UENF37
Figura 16: Forno mufla M.S. Mistura do Nexmat/LECIV/UENF
Figura 17: Amostras de perda ao fogo antes (a) e após queima em forno mufla (b).39
Figura 18: Difratômetro Miniflex 600, Nexmat/LECIV/UENF40

Figura 19: Equipamento SCD 050 BAL-TEC com bomba para impregnação metálica (a) e microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVA 40 (b), ambos do LBCT/UENF. Figura 20: Granulômetro a laser Malvern Mastersizer 3000 e unidade de dispersão Hydro LV, Nexmat/LECIV/UENF......41 Figura 21: Mesa do ensaio de consistência com molde e soquete metálicos (a) e misturador de bancada utilizado para a produção das misturas (b), Nexmat/LECIV/UENF......44 Figura 22: Determinação do espalhamento no ensaio de reatividade com cal da Figura 23: Embalagem dos moldes em plástico filme (a), em saco plástico (b), colocação de moldes em sacos plásticos para cura em estufa (c) e máquina de ensaios mecânicos do Labest-COPPE-UFRJ utilizada para rompimento dos corpos de prova (d)......46 Figura 24: Ensaio de miniabatimento do tronco do cone da P-REF (a) e P-CLBC10 (b). Figura 25: Equipamento para leitura da liberação de calor durante a hidratação inicial com calorímetro I-CAL 2000 (a) e interior do calorímetro com seus dois canais (b), Nexmat/LECIV/UENF......48 Figura 26: Detalhe do sistema montado para monitoramento da retração química Figura 27: Detalhe do sistema para o monitoramento da retração química com as amostras preparadas (a) e com o auxílio da câmera digital (b), Nexmat/LECIV/UENF. Figura 28: Histórico de carregamento para o ensaio de reologia. (Cordeiro; De Alvarenga; Rocha, 2016)......51 Figura 29: Viscosímetro de taxa controlada Brookfield do tipo DV-3 T, equipado com Figura 30: Consistência das argamassas A-REF (a), A-CLBC10 (b) e A-CLBC30 (c). Máquina universal de ensaios 32: Shimadzu UH-F500kNI, Figura Nexmat/LECIV/UENF......54

Figura 33: Aparência do corpo de prova cúbico sendo atacado após o procedimento
de lavagem55
Figura 34: Balança utilizada para pesagem de corpos de prova56
Figura 35: Aplicação da primeira camada de verniz após secagem em estufa para
realização do ensaio de capilaridade58
Figura 36: Monitoramento da capilaridade aos 28 dias (a) e aos 120 dias (b)58
Figura 37: Difratograma de raios X da CLBC63
Figura 38: Granulometrias das amostras de cimento, CLBC10, CLBC20 e CLBC30.
Figura 39: imagens de microscopia eletronica de varredura da CLBC30 com estrutura
de intolitos, quanzo e silica esterica (a), esponja e silica esterica (b), epiderme (c) e fava da mal a guartza (d).
Tavo de mei e qualizo (d)
de fitélites, questre (a) a efficience (b)
Cience 41: Imagana de misroacenia eletrônica de verredure de CLRC10 com fitélite e
rigura 41: imagens de microscopia eletronica de variedura da CLBCTO com itolito e
quartzo (a) e a formação de nucleos (b)
cupeção
CLBC30
Figura 43: Valores de liuxo de calor calculado pela massa de material cimenticio para
todas as pastas (detaine para as primeiras 3 n de ensaio).
rigura 44: Curvas de calor acumulado calculada em relação a massa de material cimentício para todas as pastas
Figura 45: Curvas de retração química calculada em relação à massa de material
cimentício para todas as pastas
Figura 46. Resultados experimentais da taxa de cisalbamento e tensão de
cisalhamento do ensajo de reologia obtidos com o viscosímetro Brookfield para as
nastas P-REF, P-CI BA10, P-CI BC20 e P-CI BC30
Figura 47: Valores de resistência à compressão aos 7, 28 e 120 dias para todas as
argamassas
Figura 48: Absorção capilar aos 28 dias para todas as argamassas 81
Figura 49: Monitoramento do pH da solução ácida (concentração de 1.5% de ácido
sulfúrico em volume) durante os 92 dias de ataque para todas as argamassas 82

Figura 50: Corpos de prova cúbicos não atacados e atacados aos 120 dias: A-REF (a,
b), A-CLBC10 (c, d), A-CLBC20 (e, f) e A-CLBC30 (g, h)84
Figura 51: Monitoramento da variação de massa durante os 92 dias de ataque ácido
para todas as argamassas85
Figura 52: Seção transversal da parte central dos corpos de prova cilíndricos após os
92 dias de ataque ácido: A-REF (a), A-CLBC10 (b), A-CLBC20 (c) e A-CLBC30 (d).
Figura 53: Difratograma de raios X da camada degradada formada no corpo de prova
atacado por solução de ácido sulfúrico88
Figura 54: Valores de absorção total para as argamassas não atacadas e atacadas
aos 120 dias
Figura 55: Absorção capilar aos 120 dias para argamassas não atacadas (a) e
atacadas por ácido (b)91
Figura 56: Valores de resistência à compressão aos 120 dias para argamassas não
atacadas e atacadas

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Tipo de cimento Portland (CP) produzidos no Brasil (NBR 16697, 20	18)7
Tabela 2: Requisitos físicos para que uma adição mineral seja considerada	como
material pozolânico (NBR 12653, 2014)	9
Tabela 3: Requisitos químicos para que uma adição mineral seja considerada	a como
material pozolânico (NBR 12653, 2014)	9
Tabela 4: Teores de SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> e Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> presente na cinza do bagaço em dife	rentes
pesquisas	14
Tabela 5: Teores de SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> e Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> presente na cinza do bagaço em dife	rentes
pesquisas	15
Tabela 6: Tamanho de partícula da CBCA em diferentes pesquisas	18
Tabela 7: Composição química e características físicas do cimento CPP Class	e G.34
Tabela 8: Composição química e características físicas do cimento CP II F-32.	34
Tabela 9: Dosagem de superplastificante e índice de consistência das dife	rentes
argamassas	52
Tabela 10: Composição de óxidos e perda ao fogo da CLBC	61
Tabela 11: Propriedades físicas da CLBC10, CLBC20 e CLBC30	64
Tabela 12: Valores de atividade pozolânica das cinzas CLBC10, CLBC20 e C	LBC30
obtidos em ensaios de índice de desempenho, reatividade com cal e Ch	napelle
modificado	69
Tabela 13: Tempo de fim da dormência, fluxo máximo e calor acumulado to	tal das
pastas	71
Tabela 14: Parâmetros reológicos de Bingham das pastas e coeficiente de corr	elação
do ajuste linear R²	76
Tabela 15: ANOVA para resistência à compressão aos 7 dias	115
Tabela 16: ANOVA para resistência à compressão aos 28 dias	115
Tabela 17: ANOVA para resistência à compressão aos 120 dias	115
Tabela 18: ANOVA para absorção total aos 28 dias	115
Tabela 19: ANOVA para absorção capilar aos 28 dias.	116
Tabela 20: ANOVA para variação de massa aos 28 dias de ataque	116
Tabela 21: ANOVA para variação de massa aos 56 dias de ataque	116

Tabela 22: ANOVA para variação de massa aos 92 dias de ataque	.116
Tabela 23: ANOVA para absorção total para as argamassas não atacadas aos	120
dias	.117
Tabela 24: ANOVA para absorção total após 92 dias de ataque	.117
Tabela 25: ANOVA para absorção capilar aos 120 dias	.117
Tabela 26: ANOVA para absorção capilar após 92 dias de ataque	.117
Tabela 27: ANOVA para resistência à compressão após 92 dias de ataque	.118

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS, SÍMBOLOS E UNIDADES

- % Porcentagem.
- ° Grau.
- °C Grau Celsius.
- µm Micrômetro.
- A Ampère.
- a/c Relação água-cimento.
- ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas.
- $AI_2O_3 Oxido de alumínio.$
- ASTM American Society for Testing and Materials
- At Absorção por imersão total.
- BET Brunauer, Emmett e Teller.
- $C_{(t)}$  Massa do corpo de prova sem imersão em ácido sulfúrico em uma idade t.
- C<sub>2</sub>S Silicato dicálcico.
- C<sub>3</sub>A Aluminato tricálcico.
- C<sub>3</sub>S Silicato tricálcico.
- Ca(OH)<sub>2</sub> Hidróxido de cálcio.
- C-A-H Aluminato de cálcio hidratado.
- CaO Óxido de cálcio.
- CBCA Cinza do bagaço de cana-de-açúcar.
- CCA Cinza da casca do arroz.
- CCM Cinza do cavaco de madeira.
- CFB Cinza da folha de bambu.
- CH Hidróxido de cálcio ou portlandita.
- CIF Crystallographic Information Files.
- CLBCA Cinza leve do bagaço de cana-de-açúcar
- CO<sub>2</sub> Dióxido de carbono.
- COP Conferência das partes.

COPPE – Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa em Engenharia.

CP – Cimento Portland.

- CP II-E Cimento Portland composto com escória.
- CP II-F Cimento Portland composto com fíler.
- CP II-Z Cimento Portland composto com pozolana.
- CP I-S Cimento Portland comum com adição.
- CPP Cimento para poços petrolíferos.
- CS<sub>(t)</sub> Retração química no tempo t.
- C-S-H Silicato de cálcio hidratado.
- $D_{10}$  Tamanho abaixo do qual se encontra 10% da massa de material.
- $D_{50}$  Tamanho abaixo do qual se encontra 50% da massa de material.
- $D_{80}$  Tamanho abaixo do qual se encontra 80% da massa de material.
- $D_{90}$  Tamanho abaixo do qual se encontra 90% da massa de material.
- EDX Espectroscopia de energia dispersiva de raio X.
- EPE Empresa de Pesquisa Energética.
- Fcalc Valor de F calculado.
- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Óxido Férrico.
- Ftab Valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.
- g/cm<sup>3</sup> Grama por centímetros cúbicos.
- GL Graus de liberdade.
- h Hora.
- $h_{(t)}$  Nível de água no tubo capilar em um tempo t.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Ácido sulfúrico.
- ICSD Inorganic Crystal Structure Database.
- ISO International Organization for Standardization.
- lv Índice de vazios.
- K<sub>2</sub>O Óxido de potássio.
- kg Quilograma.
- L Litro.

LBCT – Laboratório de Biologia Celular e Tecidual da UENF.

LECIV – Laboratório de Engenharia Civil da UENF.

m – Metro.

 $m_{110}$  – Massa da amostra após secagem em estufa a 110°C por 8 h com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

m<sub>950</sub> – Massa da amostra referente à queima em um forno mufla por 15 min à temperatura de 950°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

M<sub>cim</sub> – Massa de material cimentício.

MgO – Óxido de magnésio.

Mi – Massa submersa.

- min Minuto.
- MnO Óxido de manganês.
- MPa Mega Pascal.
- MQ Média quadrada.
- Ms Massa seca.
- Msss Massa saturada superfície seca.

N – Newton.

Na<sub>2</sub>O – Óxido de sódio.

- NBR Norma Brasileira Regulamentadora.
- Nexmat Núcleo de Excelência em Materiais Cimentícios da UENF.
- Nm Nanômetro.
- NM Norma Mercosul.
- P2O5 Pentóxido de fósforo
- Pa Pascal.
- PF Perda ao fogo.
- R<sup>2</sup> Fator de correlação linear.

RJ - Rio de Janeiro.

rpm – Rotação por minuto.

- S Área da seção transversal.
- s Segundo.

SiO<sub>2</sub> – Dióxido de sílica.

- SNIC Sindicato Nacional da Indústria do Cimento.
- SO<sub>3</sub> Óxido sulfúrico.
- SP- São Paulo.
- t Tonelada.
- TiO<sub>2</sub> Dióxido de titânio.
- UENF Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro.
- UFRGS Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

UFRJ – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

USP - Universidade de São Paulo.

V – Volt.

- Wt-Massa do corpo de prova imerso em ácido sulfúrico em uma idade t.
- $\gamma$  Taxa de cisalhamento.
- $\mu$  Viscosidade plástica.
- $\tau$  Tensão de cisalhamento.
- $\tau_0$  Tensão de escoamento.

## CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO

#### 1.1 Considerações Iniciais

O cimento Portland é o principal aglomerante hidráulico utilizado na produção de pastas, argamassas e concretos. Produzido a partir da queima em forno rotativo, este aglomerante contribui para emissões globais de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) para a atmosfera. Estas emissões, quando em grande escala, agravam o efeito estufa. Tendo em vista que o CO<sub>2</sub> é considerado o principal gás intensificador desse efeito, ações como a criação do Protocolo de Kyoto e a realização da COP 21 foram implementadas. Nestas ações, os países participantes, também chamados de partes, se comprometeram a reduzir as emissões globais de CO<sub>2</sub> (UNFCCC, 2021a; UNFCCC, 2021b).

A produção cimentícia brasileira apresentou um crescimento de 200% entre os anos de 1980 e 2018. Ao se considerar que o cimento é um dos materiais mais consumidos no mundo, foram elaboradas medidas que buscam reduzir a emissão de dióxido de carbono de forma que a emissão nacional fique abaixo da média global. Entre as medidas adotadas pelo Brasil, devem ser mencionadas a mudança do processo de produção do cimento de via úmida para a via seca e a utilização de material cimentício suplementar (SNIC, 2019; EPE, 2021; SNIC, 2021).

Com a necessidade de redução da produção do material cimentício versus a crescente demanda desse material com o desenvolvimento do setor da construção civil, houve o aumento do interesse por materiais cimentícios suplementares. Pesquisas desenvolvidas em diferentes países passaram a considerar a utilização de novos materiais como substitutos parciais do cimento e demonstraram um enfoque em cinzas residuais (Arif; Clark; Lake, 2016; Cordeiro; Kurtis, 2017; Andreão *et al.*, 2019; Chindaprasirt; Sujumnongtokul; Posi, 2019; Barbosa; Cordeiro, 2021). Essas pesquisas buscam implementar e avaliar os efeitos da utilização dessas cinzas na matriz cimentícia. Entre os efeitos promovidos pela incorporação das cinzas residuais em sistemas cimentícios, devem ser considerados as reações pozolânicas e os efeitos físicos (fíler, nucleação heterogênea e diluição).

Inúmeros materiais têm sido empregados em pesquisas como substitutos parciais do cimento, com destaque para as cinzas oriundas da casca do arroz (Cordeiro et al., 2012; Vayghan et al., 2012; De Souza et al., 2014; Joshaghani; Moeini, 2018; Vieira et al., 2021), da palha do milho (Cordeiro et al., 2020; Nassar et al., 2022), da folha de bambu (Rodier et al., 2019; Cordeiro et al., 2020) e do capim elefante (Cordeiro; Sales; 2015). No caso das cinzas oriundas do bagaço da cana-de-açúcar, a sua cultura representa grande importância para a economia brasileira. Classificada como um resíduo Classe II A, segundo os parâmetros da NBR 10004 (ABNT, 2004), é armazenado na própria indústria que, em muitos casos as descarta em aterros ou as utiliza como fonte de adubo, mesmo que não apresentem altos teores de compostos fertilizantes (Cordeiro; Toledo Filho; Fairbairn, 2008b; Sales; Lima, 2010; Gupta; Sachan; Kumar, 2022). É importante destacar que a utilização e armazenamentos dessas cinzas, quando inadequados, podem possivelmente promover danos à saúde devido à inalação das partículas. Essas partículas são compostas por óxido de silício caracterizando-as como um promissor material pozolânico (Ahmad et al., 2021).

As cinzas residuais do bagaço podem ser classificadas como pesadas, que se depositam no fundo da caldeira, e leves, que são carregadas pelos gases gerados durante a queima. A cinza pesada, denominada em geral como cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBCA), tem sido amplamente estudada nas últimas duas décadas devido ao seu potencial para emprego como material cimentício suplementar. Os efeitos positivos da CBCA na hidratação (De Souza et al., 2014; Cordeiro; Kurtis, 2017; Andrade Neto et al., 2021), nas propriedades mecânicas (Cordeiro et al., 2018a; Andreão et al., 2019; Chindaprasirt et al., 2020; Mali; Nanthagopalan, 2021; Nassar et al., 2022) e na durabilidade (Arif; Clark; Lake, 2016; Rajasekar et al., 2018; Franco-Luján et al., 2021; De Siqueira; Cordeiro, 2022a) de sistemas cimentícios têm sido reportados. No entanto, embora apresentem muitas vantagens, sejam um material renovável a cada safra de cana-de-açúcar e estejam disponíveis em grande escala, essas cinzas ainda não são utilizadas como um material pozolânico comercial que podem ser aplicadas junto ao cimento. Isso está associado principalmente à variabilidade na composição química dependendo dos aspectos de coleta (Frías; Villar; Savastano, 2011; Bahurudeen et al., 2015; Mali; Nanthagopalan, 2021.) e presença de contaminantes (Bahurudeen et al., 2014; Cordeiro; Tavares; Toledo Filho, 2016; Cordeiro; Kurtis, 2017 Almeida; Cordeiro, 2023), principalmente quartzo e compostos carbonáceos que influenciam na sua reatividade em sistemas cimentícios.

As características da CBCA podem ser melhoradas por meio de processos de moagem mecânica e requeima. A moagem é o método mais empregado para aumentar a reatividade da CBCA por meio do aumento da superfície específica (Arenas-Piedrahita et al., 2016; Cordeiro; Tavares; Toledo Filho, 2016; Cordeiro; Kurtis, 2017; Jittin; Bahurudeen, 2022) e até mesmo pela redução de contaminantes quando realizada utilizando classificadores e múltiplos estágios de cominuição (Cordeiro; Tavares; Toledo Filho, 2016). A moagem possibilita que a distribuição dos tamanhos de partículas da cinza que substituirá parcialmente o cimento sejam inferiores ao do próprio cimento o que, por sua vez, contribui com a melhoria dos efeitos físicos (fíler e nucleação heterogênea) e da atividade pozolânica de forma a compensar o efeito de diluição. A requeima, por sua vez, possibilita o emprego de CBCA sem comprometer as reações de hidratação do cimento Portland e promove melhorias referentes a composição química da cinza quando efetuada de forma adequada (Cordeiro; Barroso; Toledo Filho, 2018b; Andreão et al., 2019; Andrade Neto et al., 2021). Entretanto, quando comparada a moagem, é um processo que resulta em um maior consumo de energia quando não realizada de forma autógena (Bahurudeen; Santhanam, 2015; Cordeiro; Barroso; Toledo Filho, 2018b; Rodier et al., 2019).

Embora a CBCA seja a mais amplamente estudada pelos pesquisadores, as cinzas leves (CLBC) se apresentam como um material potencialmente pozolânico devido às suas características distintas de coleta nas caldeiras. Essas cinzas têm sido separadas dos gases de exaustão em filtros do tipo manga ou em sistemas especiais de coleta, com tubos de desvio. Devido às características de coleta, as cinzas leves aparentemente exibem composição química e distribuição de tamanhos de partículas menos variáveis em comparação com as cinzas pesadas. Barbosa e Cordeiro (2021) observaram que cinzas leves produzidas em laboratório apresentaram comportamento próximo ao de uma cinza da casca de arroz, reconhecido como um material pozolânico, de elevada reatividade.

Ao se partir da premissa que a cinza do bagaço é um material reconhecidamente pozolânico e diante do cenário apresentado, esta pesquisa buscou

produzir e caracterizar cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar com diferentes granulometrias. Levou-se em conta o fato de que essas cinzas não foram amplamente estudadas, e que o processo de beneficiamento mecânico promove melhorias em suas características sem a necessidade da utilização de um tratamento com alto consumo de energia. Pretendeu-se demonstrar, nesse trabalho, que essas cinzas quando finamente moídas são altamente reativas e possuem baixa contaminação por quartzo e carbono.

## 1.2 Objetivos

## 1.2.1 Objetivo Geral

Estudar a influência da cinza leve como material cimentício suplementar com diferentes granulometrias na hidratação e reologia de pastas cimentícias, na resistência à compressão e durabilidade das argamassas produzidas.

## 1.2.2 Objetivos Específicos

Foram objetivos específicos desta pesquisa:

- Produzir e caracterizar, em laboratório, cinzas leves finamente moídas (*D*<sub>50</sub> iguais a 10, 20 e 30 μm) utilizando o beneficiamento por moagem rotativa.
- Estudar, em pastas cimentícias, as diferentes cinzas produzidas por meio dos ensaios de reologia, calorimetria isotérmica e retração química, buscando determinar a influência da substituição parcial do cimento Portland no teor de 20% (em massa).
- Estudar em argamassas a influência da substituição parcial no teor de 20%, em massa, do cimento Portland pelas cinzas por meio dos ensaios de resistência à compressão, absorção de água por imersão e por capilaridade e durabilidade frente ao ataque por ácido sulfúrico.

### 1.3 Justificativa

O setor da construção civil foi responsável por 37% das emissões globais de dióxido de carbono em 2021. Desses 37%, 6% da emissão foi gerada pela indústria do concreto, do aço e do alumínio (IEA citado por UNEP, 2022). Além disso, o setor

de edificação e construção é responsável por 34% da demanda de energia (oriundas de biomassa, óleo, carvão mineral, eletricidade, calor, renováveis e de gás natural) existente no mundo. Do consumo total de energia pelo setor de edificação e construção, 4% dessa energia é consumida pela indústria do concreto, do aço e do alumínio e envolve desde a coleta desses materiais até a produção do produto final. No Brasil, dados da SNIC (2021) indicam que o país apresenta a capacidade de produzir anualmente 94 milhões de toneladas de cimento. Dessa capacidade, 49% seriam produzidos somente pela região Sudeste (SNIC, 2019).

Resíduos de diversos setores, como o setor agrícola, são apresentados como potenciais substitutos parciais do cimento por viabilizarem uma redução na dependência do cimento para a produção de sistemas cimentícios. No entanto, para que esses resíduos sejam empregados, seja durante a produção do clínquer ou como substitutos parciais do cimento, se faz necessário o atendimento às normas regulamentadoras vigentes e que sejam ofertados em grande escala a fim de atenderem sua demanda. Um dos principais problemas para utilização de materiais pozolânicos, também chamados de pozolanas, é a sua oferta em alta qualidade (Villar-Cociña et al., 2021). A CBCA, proveniente da cultura canavieira, é um resíduo que não tem seu potencial totalmente explorado pela indústria apesar de sua grande oferta e de ser amplamente estudado. Segundo a CONAB (2021), a safra canavieira brasileira de 2020/2021 produziu, aproximadamente, 655 milhões de toneladas. Considerando-se que 1 t de cana-de-açúcar gera cerca de 260 kg de bagaço e que esse bagaço produz cerca de 2,3% de CBCA após a sua queima, ou seja, aproximadamente 4 milhões de toneladas de CBCA foram produzidas (Cortez et al., 1992; Cordeiro, 2006; Cordeiro et al., 2020). Este material, reconhecido por ser potencialmente pozolânico, em diversas ocasiões são descartados incorretamente, o que compromete tanto o meio ambiente quanto a saúde da população.

Normalmente, os estudos que avaliam a viabilidade de utilização da CBCA como material cimentício suplementar optam pelo emprego de cinzas pesadas (Cordeiro *et al.*, 2009; Jagadesh; Ramachandramurthy; Murugesan, 2018; Andreão *et al.*, 2019; Cordeiro; Andreão; Tavares, 2019; Barbosa; Cordeiro, 2021), que se depositam no fundo das caldeiras, onde também se depositam o solo impregnado no bagaço, a areia utilizada para limpeza da caldeira e partículas ferrosas oriundas do desprendimento da grelha de queima. Neste trabalho, entretanto, optou-se pela

utilização de uma cinza leve do bagaço, obtida com o auxílio de um tubo de desvio por onde passam os gases oriundos da queima. Por se tratarem de materiais potencialmente pozolânicos e pela pouca atenção a esse material pelos pesquisadores, nessa pesquisa optou-se pelo estudo de cinzas leves moídas.

## CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Materiais cimentícios suplementares

O processo de produção do cimento Portland envolve desde a extração de matérias primas não-renováveis à adição de materiais cimentícios suplementares, resultando assim em diferentes tipos de cimento. Na Tabela 1 são apresentados os diferentes tipos de cimento produzidos no Brasil, suas siglas, resistência característica e a composição de suas adições (em % em massa), segundo a NBR 16697 (ABNT, 2018).

Design normali	ação zada	Sigla	Classe de resistência (MPa)	Sufixo	Clínquer + sulfatos de cálcio (%)	Escória granulada de alto- forno (%)	Material pozolânico (%)	Material carbonático (%)
Cimento Portland comum		CP I			95 - 100	0 – 5		
		CPI- S			90 - 94	0	0	6 – 10
Cimento F composto co granulada de	Cimento Portland composto com escória granulada de alto-forno			51 - 94	6 – 34	0	0 – 15	
Cimento Portland composto com material pozolânico		CP II-Z	25, 32 ou 40	) RS ou BC	71 - 94	0	6 - 14	0 – 15
Cimento Portland composto com material carbonático		CP II-F			75 - 89	0	0	11 – 25
Cimento Portland de alto forno		CPIII			25 - 65	35 - 75	0	0 – 10
Cimento Portland pozolânico		CP IV			45 - 85	0	15 - 50	0 – 10
Cimento Portland de alta resistência inicial		CP V*	ARI		90 -100	0	0	0 – 10
Cimento Portland	Estrutural	СРВ	25, 32 ou 40		75 - 100	-	-	0 – 25
branco	Não estrutural		-	-	50 - 74	-	-	26 – 50

Tabela 1: Tipo de cimento Portland (CP) produzidos no Brasil (NBR 16697, 2018).

\* No caso de cimento Portland de alta resistência inicial resistente a sulfatos (CP V-ARI RS), podem ser adicionadas escórias granuladas de alto forno ou materiais pozolânicos.

No Brasil, o tipo de cimento mais utilizado é o composto (CP II), que apresenta em sua constituição escória granulada de alto-forno, fíler calcário ou pozolana. De acordo com AECweb (2018), mais de 60% da produção de cimento Portland em 2018 de CP II. Os materiais cimentícios suplementares contribuem para a redução do fator clínquer no cimento e também com melhorias nas características técnicas do cimento, como redução do calor de hidratação, em alguns casos, ganho de durabilidade e até de mesmo de resistência à compressão a longas idades (Mehta; Monteiro, 2008). Além dos efeitos físicos inerentes da incorporação de materiais ultrafinos no cimento, as reações pozolânicas merecem atenção.

A reação pozolânica, de modo geral, consiste em um processo no qual uma pozolana, ao entrar em contato com água e portlandita (CH), formada principalmente durante a reações de hidratação dos silicatos do cimento (C<sub>2</sub>S e C<sub>3</sub>S), reage formando silicato de cálcio hidratado (C-S-H), aluminato de cálcio hidratado (C-A-H) e, eventualmente, sílico-aluminato de cálcio hidratado (C-A-S-H). Essas reações, em geral, são lentas e, portanto, liberam menos calor e reduzem a interconexão entre os poros (Massazza, 1993; Cordeiro, 2006; Mehta; Monteiro, 2008).

Segundo Cordeiro (2006), o teor de sílica amorfa presente no aditivo, a razão CH–pozolana, a quantidade de pozolana na mistura, a natureza das fases ativas, a área superficial da pozolana, a temperatura e a relação água-sólido na mistura devem ser considerados como influentes sobre a reação. Inicialmente, a utilização do termo pozolana era aplicado para duas categorias: rochas piroclásticas e materiais inorgânicos que reagiam, quando em contato, com a água e qualquer material que reagisse com materiais compostos por hidróxido de cálcio (Massazza, 1993). Atualmente, a divisão dos tipos de pozolanas se alterou para sua origem: materiais que são de origem natural e os produzidos artificialmente (Mehta; Monteiro, 2008; Neville, 2016). As pozolanas naturais são compostas por cinzas oriundas de erupções vulcânicas, pumicita, terras diatomáceas, entre outras. As pozolanas artificiais, por sua vez, são as cinzas oriundas de algum processo ou que passaram por algum beneficiamento, seja ele térmico, mecânico ou ambos (Mehta; Monteiro, 2008; Neville, 2016). Neste grupo estão presentes as cinzas volantes, sílica ativa, argilas calcinadas e as cinzas agroindustriais, dentre outros.

De acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2014), os materiais pozolânicos podem ser definidos como "Materiais silicosos ou silicoaluminosos que, sozinhos possuem pouca ou nenhuma propriedade ligante, mas que, quando finamente divididos e na presença da água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente formando compostos com propriedades ligantes" (NBR 12653, 2014, p. 2). Dessa forma, nas Tabelas 2 e 3 são apresentados os requisitos químicos e físicos que devem ser atendidos para que um material seja classificado como pozolana no Brasil. Neste caso, os materiais pozolânicos podem ser considerados em três classes distintas: N (composta por pozolanas naturais e artificiais), C (composta por cinzas volantes oriundas da queima de carvão mineral em usinas termoelétricas) e E (qualquer pozolana que não se encaixe nas classes anteriores).

Tabela 2: Requisitos físicos para que uma adição mineral seja considerada como material pozolânico (NBR 12653, 2014).

Requisitos físicos	Classe de material pozolânico			
	N	С	E	
Material retido na peneira de 45 µm	< 20,00%	< 20,00%	< 20,00%	
Índice de desempenho com cimento Portland	≥ 90 00%	≥ 90 00%	≥ 90 00%	
aos 28 dias, em relação ao controle	_ 00,0070	_ 00,0070	_ 00,0070	
Atividade pozolânica com cal aos 7 dias (MPa)	≥ 6,00	≥ 6,00	≥ 6,00	

Tabela 3: Requisitos químicos para que uma adição mineral seja considerada como material pozolânico (NBR 12653, 2014).

Requisitos químicos	Classe de material pozolânico			
Requisitos químicos	N (%)	C (%)	E (%)	
$SiO_2 + AI_2O_3 + Fe_2O_3$	≥ 70,00	≥ 70,00	≥ 50,00	
SO₃	≤ 4,00	≤ 5,00	≤ 5,00	
Teor de umidade	≤ 3,00	≤ 3,00	≤ 3,00	
Perda ao fogo	≤ 10,00	≤ 6,00	≤ 6,00	
Álcalis disponíveis em Na <sub>2</sub> O	≤ 1,50	≤ 1,50	≤ 1,50	

De acordo com Mehta e Monteiro (2008), a utilização de pozolanas promove o aumento da durabilidade de pastas quando submetidas a um ambiente ácido. Esse aumento é promovido pelos efeitos físicos fíler e nucleação heterogênea, além das reações pozolânicas. O efeito fíler pode ser definido como o aumento de compacidade de um sistema cimentício obtido em razão da incorporação de um MCS, cuja granulometria é diferente da distribuição de tamanhos do cimento. Em geral, entendese que o efeito fíler é maior quanto mais fino for o MCS. A Figura 1 apresenta a forma a que o efeito fíler ocorre em um sistema cimentício com substituição parcial do cimento Portland por pozolanas. O cimento Portland (Figura 1a) é um material composto por partículas com diferentes tamanhos e formas. As partículas, ao serem dispersas com o uso de superplastificante (Figura 1b), permitem as adições minerais, que ao estarem finamente moídas, promovem esse efeito de preenchimento dos vazios presentes na matriz cimentícia (Figura 1c) sem promover um grande comprometimento na trabalhabilidade.

O efeito da nucleação heterogênea se inicia quando as partículas pozolânicas passam a ser consideradas como núcleos, assim como o cimento, para a deposição de hidratos oriundos das reações de hidratação. O efeito pozolânico, por sua vez, é promovido pelas reações pozolânicas, citadas anteriormente. Além desses efeitos físicos e químicos descritos anteriormente, há um terceiro efeito físico que é considerado negativo: diluição. Esse efeito consiste na redução na formação de produtos hidratados pelo cimento devido à diminuição do teor de cimento provocada pela adição de materiais cimentícios suplementares (Cordeiro, 2006).



Figura 1: Representação esquemática de partículas de cimento Portland em pastas sem adições (a), com aditivo superplastificante (b) e com superplastificante e adição mineral de elevada finura (c) (Cordeiro, 2006).

Por último, apesar de diversos materiais serem reconhecidamente aceitos como materiais pozolânicos, é necessário pontuar que somente é possível confirmar de fato a pozolanicidade através de ensaios específicos. Para confirmar a influência positiva das adições, antes da realização desses ensaios, deve-se considerar as diferentes variáveis que influenciam na reatividade das adições ao serem inseridas na matriz cimentícia. Essas variáveis incluem, por exemplo, o teor de sílica amorfa, a microestrutura da cinza, a presença de contaminantes e o tipo de cimento com o qual ela irá interagir (Cordeiro, 2006; Neville, 2016).

#### 2.2 Cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBCA)

Segundo James (2004), há um entrelaçamento entre o início do cultivo da cana--de-açúcar e o da história da humanidade. As primeiras espécies cultivadas dessa cultura pertenciam a família Gramineae (Poaceae) e ao gênero Saccharum. Apesar do cultivo no início da história da humanidade, a cultura canavieira chegou ao Brasil apenas no período após a descoberta do país pelos portugueses sendo cultivada no Nordeste, em 1532, a cana-de-açúcar nobre Saccharum officinarum (Cortez, 2018). Com o avanço da cultura canavieira em regiões tropicais perenes, o país também passou a cultivar canas híbridas: Saccharum barberi e Saccharum sinense (James, 2004). Com a participação dessa planta tropical na economia brasileira, o século XX foi considerado como a "Era de Ouro". Esse período foi marcado pela modernização da indústria açucareira, pela criação do programa Proálcool, modernização automobilística e pela segunda guerra mundial (Moreira; Goldemberg, 1999; Cortez, 2018). Este programa foi criado como forma de incentivar a produção do "álcool de cana-de-açúcar" a fim de reduzir a dependência da importação de petróleo e de valorizar a produção de cana (Frías; Villar; Savastano, 2011). Dessa forma, a cana passou a ser considerada como fonte energética. Dados da EPE (2021), apresentados na Figura 2, indicam que, no século XX, o bagaço, foi a maior fonte energética brasileira. A partir do ano de 2010, este material passou a ser considerado como a segunda maior fonte energética, menor apenas que a eletricidade.



A produção de cana-de-açúcar é capaz de gerar cerca de 25% de bagaço e entre 2 a 3% de cinza do bagaço da cana-de-açúcar (Cordeiro, 2006; Frías; Villar; Savastano, 2011). Na Figura 3, adaptada de Cordeiro (2006), o processo produtivo da cana-de-açúcar é apresentado. Ao ser recebida na usina sucroalcooleira, a cana-deaçúcar é submetida a um processo de lavagem. Este processo tem como objetivo a promoção da remoção de areia, terra, cinzas (se houver sido queimada) e outras impurezas. Também é possível executar esse processo utilizando uma limpeza a seco. Em seguida, ocorre a extração do caldo com a geração do bagaço de cana-deaçúcar como subproduto. O caldo gerado pode ser utilizado para a produção de açúcar ou álcool, porém precisa ser submetido à um tratamento. A separação do açúcar do xarope por cristalização. No caso da produção do açúcar também ocorre a formação do subproduto da torta de filtro. Para a geração do álcool, por sua vez, é necessário que o caldo tratado seja fermentando e destilado gerando torta de filtro, levedura, vinhaça e o álcool desejado. Em relação ao bagaço gerado, após a extração do caldo, esse material é constituído por água, fibras e matérias em solução em água compostas por açúcares e impurezas. Por se tratar de um material volumoso, ele é prensado quando necessário (Hugot, 1969). Ao ser queimado na caldeira, o bagaço gera vapores de alta e baixa pressão. Os vapores de alta pressão são responsáveis por movimentar uma turbina geradora de energia elétrica e os de baixa pressão são utilizados em diversos pontos como, por exemplo, na hidratação do próprio bagaço e

no fornecimento de calor em diferentes pontos do processo. Como resultado da cogeração de energia são produzidas as cinzas do bagaço (Zacura Filho; Piccirilli, 2012). Em 2019, 25% da fonte energética utilizada para a produção de álcool e açúcar foi atendida através da queima do bagaço (EPE, 2021).



Figura 3: Processo produtivo de açúcar e álcool a partir da cana-de-açúcar (adaptado Cordeiro, 2006).

A seguir, serão demonstrados estudos sobre a viabilidade da aplicação da cinza do bagaço em sistemas cimentícios com o objetivo de se conferir valor agregado ao resíduo e possibilitar a produção de pastas e argamassas com menor quantidade de cimento.

A cinza do bagaço pode ser utilizada como material pozolânico atuando como material cimentício suplementar pozolânico desde que atenda a NBR 12653 (ABNT, 2014). Este material apresenta, de forma geral, em sua composição a presença de sílica em estado amorfo. Nas Tabelas 4 e 5 são apresentados dados referentes aos teores de sílica, alumina e óxido de ferro de cinzas presentes em pesquisas voltadas para a avaliação da utilização desse material como substituto parcial do cimento. Do ponto de vista da NBR 12653 (ABNT, 2014), para um material ser classificado como
pozolana, ele deve apresentar, dentre outras exigências, um somatório de sílica, alumina e óxido de ferro igual ou superior a 70%. Assim, das 25 composições químicas apresentadas anteriormente, 21 atenderam esse pré-requisito.

Poforôncia	Teor de	Teor de	Teor de
Referencia	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
Payá <i>et al.</i> (2002)	59,87	20,69	5,76
Ganesan, Rajagopal e Thangavel (2007)	64,15	9,05	5,52
Arenas-Piedrahita et al. (2016)	66,12	14,99	7,16
	80,80	5,10	1,60
	84,00	3,80	1,10
Cordeiro, Tavares e Toledo Filho	77,6	8,30	1,80
(2016)	74,10	8,50	6,40
	78,70	7,60	5,00
	70,50	10,10	7,40
Cordeiro e Kurtis (2017)	80,80	5,10	1,60
Jagadesh, Ramachandramurthy e Murugesan (2018)	66,50	4,82	4,67
Cordeiro, Andreão e Tavares (2019)	63,30	8,10	3,60
	63,90	7,00	3,40
Andreão <i>et al.</i> (2019)	60,00	6,60	2,30
	73,50	8,50	2,90
Rodier <i>et al.</i> (2019)	36,20	12,30	8,76
Chindaprasirt et al. (2020)	65,10	8,20	3,20
Cordeiro <i>et al.</i> (2020)	90,80	-	1,60
Zhang <i>et al.</i> (2020)	76,16	8,38	2,71
Jagadesh, Ramachandramurthy e Murugesan (2020)	66,50	4,82	4,67
	70,00	13,30	6,50
Barbosa e Cordeiro (2021)	59,30	7,60	2,60
	81,70	3,80	1,80

Tabela 4: Teores de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presente na cinza do bagaço em diferentes pesquisas

Deferêncie	Teor de	Teor de	Teor de
Referencia	SiO <sub>2</sub> (%)	$AI_2O_3(\%)$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
Moraes <i>et al.</i> (2021)	51,40	9,50	5,10
Andrade Neto <i>et al.</i> (2021)	63,10	7,56	4,59

Tabela 5: Teores de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presente na cinza do bagaço em diferentes pesquisas.

Com o objetivo de avaliar uma CBCA sem beneficiamento, De Soares *et al.* (2016) compararam essa cinza com sílicas amorfa e cristalina. Apesar do alto teor de SiO<sub>2</sub> (72,3%) presente, a CBCA apresentou variação de condutividade elétrica próxima a do quartzo (material cristalino). Neste ensaio, os resultados mostraram que parte da cinza reage, enquanto uma parcela permanece inerte. A avaliação da mineralogia por difração de raios X permitiu identificar a existência de picos de quartzo na CBCA. Pela análise termogravimétrica de uma pasta produzida com 20%, em massa, de CBCA em relação à massa de material cimentício, foi possível observar a presença de altos teores de hidróxido de cálcio, o que indica uma pozolanicidade reduzida.

Arif, Clark e Lake (2016), ao analisarem a mineralogia de uma CBCA, também identificaram que o alto teor de sílica presente na cinza (78,5%) era predominantemente composto por quartzo. Cordeiro (2006) aponta que é necessária a avaliação do efeito da temperatura de queima, responsável pela geração da cinza, pois a sílica amorfa, dependendo condições de queima, pode se transformar em sílica cristalina.

Ganesan, Rajagopal e Thangavel (2007) submeteram uma CBCA ao processo de beneficiamento por recalcinação e moagem almejando melhorias na composição química e do tamanho de partícula, respectivamente. A perda ao fogo da cinza reduziu de 11,2% para 4,9% e o  $D_{50}$  obtido foi de 5,4 µm. Dessa forma, o processo foi capaz de reduzir mais de 2 vezes o teor de material carbonáceo presente na cinza. Cordeiro *et al.* (2009), por outro lado, analisaram uma cinza com alto teor de sílica e uma perda ao fogo de apenas 0,4%, e identificaram que apesar da cinza não apresentar contaminação elevada por materiais carbonáceos, ela apresentava 75% de quartzo e cristobalita. Sendo assim, buscando promover uma maior reatividade, a cinza foi submetida ao processo de moagem com o objetivo de promover melhorias nos efeitos fíler e de nucleação heterogênea. É importante salientar que o quartzo observado

pelos autores é considerado um dos maiores contaminantes da CBCA. Este material é encontrado nas cinzas devido à contaminação pelo solo, conforme resultados apontados por diversos autores (Arenas-Piedrahita *et al.*, 2016; De Soares *et al.*, 2016; Cordeiro; Andreão; Tavares, 2019; Zhang *et al.*, 2020; Andrade Neto *et al.*, 2021). Além disso, as cinzas do bagaço apresentam heterogeneidade em suas propriedades. Um exemplo do quão variável as cinzas podem ser é o trabalho proposto pelos autores Mali e Nanthagopalan (2021). Esses autores coletaram 30 cinzas do bagaço de locais diferentes com o objetivo de determinar quais ensaios são realmente capazes de prever o efeito pozolânico dessas adições minerais. Dentre as cinzas analisadas, os autores identificaram não apenas uma variação nas composições químicas com cinzas apresentando óxido de silício variando entre os teores de 34 a 78%, mas também diferentes tamanhos de  $D_{50}$ , que variaram entre 48 µm e 290 µm, e diferentes fases mineralógicas.

Bahurudeen et al. (2014) estudaram formas distintas de pré-tratamento para tornar cinzas leves mais reativas, envolvendo beneficiamento por peneiramento, moagem e tratamentos térmicos. Os autores chegaram à conclusão que o método de beneficiamento mais indicado consiste inicialmente no peneiramento para a remoção de partículas fibrosas seguido pela moagem mecânica. Esse método permite que seja possível produzir uma cinza reativa sem um alto consumo de energia durante o seu tratamento. Cordeiro, Andreão e Tavares (2019) submeteram uma CBCA coletada durante a limpeza da caldeira de uma usina sucroalcooleira a um processo de queima conjugada, seguida de moagem. A queima conjugada envolveu duas queimas, sendo que a primeira foi realizada em um forno rotativo com temperatura queima variando entre 400 e 600°C, por aproximadamente 1 h. Essa queima teve por objetivo reduzir o volume do material através da redução da perda ao fogo da CBCA. A segunda queima foi realizada em mufla a 600°C por 1 h, com taxa de aquecimento de 10°C/min, e possibilitou a redução da perda ao fogo para 3,2%. Em relação à moagem, realizada após queima, os autores optaram por um moinho de bolas para produzir uma cinza  $com D_{50}$  igual a 10 µm. A combinação da queima combinada com a moagem capacitou a redução/eliminação dos materiais orgânicos e dos compostos carbonáceos existentes na cinza, além de reduzir o tamanho de partícula aumentando assim a superfície específica da CBCA. Apesar de não ser uma prática comum, é possível encontrar trabalhos que optaram pela moagem antes da queima (Jagadesh; Ramachandramurthy; Murugesan, 2020), o que não se justifica em termos de consumo energético.

Andreão et al. (2019) comprovaram que o processo de fracionamento densimétrico, seguido de queima em laboratório e moagem é capaz de produzir cinzas do bagaço de pozolanicidade mediana ou alta. O fracionamento densimétrico gerou duas cinzas: topo (parte sobrenadante) e fundo. Após o fracionamento, foi empregada uma queima conjugada. Inicialmente, as cinzas foram submetidas a uma queima autógena (o material a ser queimado é o combustível para a queima) em forno piloto. As cinzas obtidas dessa queima foram novamente queimadas, porém desta vez em uma mufla à temperatura de 600°C por 3 h com uma taxa de queima de 10°C/min. Em relação à moagem, ela permitiu que a cinza sobrenadante, a cinza do fundo, e a parcela da cinza que não foi submetida ao fracionamento densimétrico, mas foi queimada e moída, alcançassem um  $D_{50}$  de 10  $\mu$ m. Os autores observaram que a cinza de topo apresentou, majoritariamente, sílica amorfa em sua composição, de forma que a sua atividade pozolânica foi superior à obtida pelas outras cinzas analisadas. A cinza de fundo apresentou muito quartzo em sua composição. Rodier et al. (2019) realizaram um procedimento de queima semelhante ao de Andreão et al. (2019), porém em sequência os autores passaram a cinza pela peneira de 45 µm. No que se refere a composição da CBCA produzida, mesmo a sílica sendo o óxido predominante, o somatório de sílica, alumina e ferro apresentou um valor inferior a 70%. Diferente dos autores anteriores, Andrade Neto et al. (2021) produziram uma cinza submetida à lavagem, para retirada de impurezas, e posterior calcinação. Como resultado, produziram uma cinza composta majoritariamente por sílica amorfa (87,9%), além de quartzo e calcita.

Duas novas abordagens para a obtenção de cinzas do bagaço com características ótimas foram realizadas por Cordeiro *et al.* (2020) e Barbosa e Cordeiro (2021). Cordeiro *et al.* (2020) submeteram o material *in natura* a diferentes procedimentos, como lavagem do bagaço, queima em forno piloto com temperatura máxima de 650°C, lixiviação ácida, queima em mufla a 600°C por 3 h e moagem ultrafina, com o objetivo de produzir uma CBCA com  $D_{50}$  de em torno de 10 µm. Como resultado, a CBCA apresentou resultados insignificantes de fases cristalinas e predominância de fases amorfas (98%).

Em relação aos dados apresentados na Tabela 6 sobre cinzas, é possível observar que os autores optaram por determinar o tamanho de partícula em função do seu  $D_{50}$ . Para o  $D_{50}$  das cinzas, o tamanho de partícula sofreu uma variação de 2,06 µm a 53,91 µm. Normalmente esses valores ficam em torno de 10 µm (Cordeiro; Andreão; Tavares, 2019; Andreão *et al.*, 2019; Cordeiro *et al.*, 2020; Barbosa; Cordeiro, 2021; Moraes *et al.*, 2021) e próximos a 20 µm (Cordeiro; Kurtis, 2017; Chindaprasirt *et al.*, 2020).

Referência	<b>D</b> <sub>50</sub>	Referência	<b>D</b> <sub>50</sub>
Ganesan, Rajagopal e	5,40	Cordeiro <i>et al.</i> (2020)	9,20
I nangavel (2007)			
Arenas-Piedrahita <i>et al.</i> (2016)	53,91	Zhang e <i>t al.</i> (2020)	6,76
Arif, Clark e Lake (2016)	>10,00		3,36
Cordeiro e Kurtis (2017)	4 40 a	Jagadesh,	
	29,60	Ramachandramurthy e	30,00
		Murugesan (2020)	
Jagadesh, Ramachandramurthy	30.00		7 20
e Murugesan (2018)	00,00		7,20
Cordeiro, Andreão e Tavares	10.20	Barbosa e Cordeiro (2021)	7 90
(2019)	10,20		7,30
	11,37		9,10
Andreão <i>et al.</i> (2019)	9,79		13,63
	10,70	Moraes <i>et al.</i> (2021)	2,06
Rodier <i>et al.</i> (2019)	6,41		9,68
Chindaprasirt <i>et al.</i> (2020)	14,10	Andrade Neto <i>et al.</i> (2021)	36,68

Tabela 6: Tamanho de partícula da CBCA em diferentes pesquisas.

Buscando promover o efeito fíler, é importante que os tamanhos das partículas finas ou ultrafinas da CBCA sejam inferiores ao do cimento. Isto permite o preenchimento dos vazios existente entre as partículas cimentícias. Além disso, a redução do tamanho de partícula promove o efeito de nucleação heterogênea e pode influenciar na reatividade da CBCA. No entanto, quanto menor o tamanho de partícula,

maior será a demanda por água. Jagadesh, Ramanchandramurthy e Murugesan (2018) e Jagadesh, Ramanchandramurthy e Murugesan (2020) e Andrade Neto *et al.* (2021) optaram por estudar cinzas mais grosseiras com  $D_{50}$  de aproximadamente 30 µm.

Arenas-Piedrahita *et al.* (2016) avaliaram as propriedades mecânicas e de durabilidade de argamassas contendo cinza volante e CBCA como substitutas parciais do cimento, nos teores de 10% e 20% em massa. Antes da utilização da CBCA, os autores realizaram um peneiramento (malha de 75  $\mu$ m) por 5 min e, em seguida, submeteram-na à moagem, resultando em um tamanho de partícula  $D_{50}$  de 54  $\mu$ m. Os autores concluíram que, dentre as idades analisadas (3, 7, 14, 28, 56, 90 e 180 dias), as argamassas com 10% e 20% de CBCA apresentaram resistência à compressão superior à argamassa controle após 56 e 90 dias, respectivamente.

Cordeiro e Kurtis (2017), ao analisarem o efeito do tamanho de partículas na hidratação, moeram amostras de CBCA por diferentes tempos utilizando um moinho vibratório. As cinzas mais fina e mais grossa alcançaram  $D_{50}$  de 4,4 µm e 29,6 µm, respectivamente. Os autores chegaram à conclusão de que a moagem da CBCA promove melhorias na superfície específica e na exposição da sílica amorfa interna. Além disso, é possível estabelecer uma relação linear entre a superfície específica BET e o índice mecânico de atividade pozolânica (atualmente chamado de índice de desempenho), a partir da exposição dessa sílica.

Rodier *et al.* (2019), por outro lado, optaram por produzir em laboratório uma cinza com  $D_{50}$  de 6,4 µm para avaliar a atividade pozolânica e a hidratação em pastas cimentícias. Durante o estudo da hidratação, a pasta composta por 20% de CBCA foi a que apresentou menor liberação de calor devido ao efeito de diluição. Quanto ao ensaio de índice mecânico de atividade, a argamassa com 20% de CBCA apresentou desempenho superior à argamassa controle para as idades de 7 e 28 dias. Isso foi atribuído pelos autores ao aumento da densidade de empacotamento ao se utilizar uma CBCA com partículas de elevada finura.

Chindaprasirt *et al.* (2020) realizaram o procedimento de moagem que produziu uma cinza de 14,2 µm. Essa cinza foi utilizada para substituir parcialmente o cimento nos teores de 50%, 60% e 70%, com o objetivo de analisar as propriedades mecânicas, a resistência a penetração íons cloreto e a microestrutura do concreto. A

utilização da cinza influenciou negativamente na microestrutura com esses teores de substituição, de forma que o concreto se tornou menos denso. Os autores concluíram que o concreto com 50% de CBCA foi o que apresentou o melhor resultado de resistência à compressão entre as misturas com cinzas. Parâmetros como o teor de substituição, a alta perda ao fogo (indicando uma alta contaminação por materiais carbonáceos) e a redução da trabalhabilidade (identificada pelo aumento do uso de superplastificante com o aumento do teor de substituição) influenciaram negativamente o concreto. Quanto à durabilidade, para a idade de 90 dias, houve uma redução na penetração por cloreto para todos os concretos confeccionados com substituição parcial do cimento pelas cinzas devido às reações pozolânicas.

Diante do que foi exposto, a CBCA se apresenta como um material que quando submetido ao processo de beneficiamento por moagem apresenta melhorias em suas características (tamanho de partícula, superfície específica e reatividade). No entanto, é importante verificar se a redução do tamanho de partícula e o aumento da superfície específica não comprometerão a trabalhabilidade do sistema cimentício com substituição parcial do cimento pela CBCA. Como vimos anteriormente, há diferentes formas de realizar o beneficiamento por moagem da CBCA, porém, é necessário estar atento a fatores como temperatura e tempo de queima, que influenciam a mineralogia da cinza, qual tipo de moagem que consumirá menos energia sendo mais eficiente e o tamanho de partícula  $D_{50}$  escolhido, tendo em vista que ele deve ser similar ou inferior ao do cimento utilizado no sistema cimentício.

Do ponto de vista da análise morfológica, segundo Payá *et al.* (2002), as partículas de CBCA são fibrosas e prismáticas, contém material carbonáceo e poros. Arif, Clark e Lake (2016) apresentaram resultados semelhantes com estruturas porosas e irregulares de sílica, estruturas celulares, devido à queima incompleta do bagaço, e sílica cristalina. Por outro lado, Cordeiro *et al.* (2009) observaram, além das estruturas porosas e irregulares de sílica (Figura 4a), a existência de partículas grosseiras de quartzo (Figura 4a), que permaneceram sendo facilmente identificadas após a moagem, porém em tamanho reduzido (Figura 4b).



Figura 4: Morfologia de uma CBCA após moagem vibratória por 8 min (a) e por 240 min (b) - (Cordeiro *et al.*, 2009).

Cordeiro e Kurtis (2017) observaram que o processo de moagem foi capaz de reduzir o tamanho de estruturas celulares (identificadas por cruzes na Figura 5a) e quartzosas (identificadas por asteriscos na Figura 5b). Dessa forma, a CBCA com tamanho de partículas maiores apresentou uma morfologia composta por estruturas celulares e quartzosas maiores em comparação com a CBCA mais fina. Andreão *et al.* (2019) observaram que as cinzas oriundas do fracionamento densimétrico, topo e fundo (Figura 6), apresentaram partículas irregulares e prismáticas.



Figura 5: Morfologia de uma CBCA composta por quartzo (\* em preto) e por estruturas celulares (+ em vermelho) após moagem vibratória por 8 min (a) e por 960 min (b) - (Cordeiro; Kurtis, 2017).



Figura 6: Morfologia de CBCA de topo (a) e de fundo (b) - (Andreão *et al.*, 2019).

De acordo com Zhang et al. (2020), a presença de carbono é um dos fatores que pode afetar negativamente a trabalhabilidade. Enguanto a realização da gueima tem a capacidade de reduzir o teor de carbono presente na cinza, a moagem expõe esse elemento. Para Jagadesh, Ramachandramurthy e Murugesan (2020), aumentar a quantidade de areia e de substituição do cimento pela cinza do bagaço em argamassas foi responsável por aumentar a demanda de água. Neste caso, a água reagiria primeiro com a CBCA, devido às características hidrofílicas dela. Além disso, a estrutura porosa da cinza, em formato de esponja, e suas partículas mais finas aumentaram a demanda de água. Este comportamento foi similar ao observado por Arenas-Piedrahita et al. (2016), que analisaram a trabalhabilidade de argamassas com substituição parcial do cimento pela CBCA. Segundo os autores, foi necessário o uso de superplastificante para aumentar a trabalhabilidade das argamassas devido à morfologia da CBCA e à alta perda ao fogo. Payá et al. (2002) observaram que as argamassas compostas por cinzas pesadas apresentaram redução na trabalhabilidade quando comparadas à argamassa controle. Esse resultado se deve à contaminação por materiais carbonáceos mesmo apresentando contaminação por quartzo, o que indicaria um comportamento oposto ao que foi obtido.

Cordeiro e Kurtis (2017) apresentaram resultados referentes à influência do efeito de nucleação heterogênea para diferentes pastas com cinzas de diferentes tamanhos de partícula. Como resultado da substituição no teor de 20%, as pastas com partículas mais grosseiras apresentaram comportamentos de hidratação próximos aos obtidos pelas pastas referência e com quartzo. Por outro lado, as pastas compostas

por partículas mais finas exibiram uma redução do período de indução e um leve aumento do declive do período de aceleração, ou seja, um comportamento intermediário entre uma pasta com cinza da casca de arroz e uma com quartzo.



Figura 7: Dados de liberação de calor obtidos através do ensaio de calorimetria isotérmica para pastas referência e com substituições parciais no teor de 20% (a) detalhe das primeiras 5 h de ensaio (b) - (adaptado de Cordeiro; Kurtis, 2017).

Cordeiro *et al.* (2020) compararam os efeitos promovidos pela substituição de cimento em pastas, por CBCA, cinza da casca de arroz (CCA), cinza da folha de bambu (CFB) e cinza da casca de milho (CCM), no teor de 20%. As pastas apresentaram uma curva típica de hidratação (Figura 8). Entretanto, a utilização da CBCA influenciou na liberação de calor no período de aceleração e no segundo pico de hidratação. O período de indução das pastas com CBCA foi similar ao da pasta referência. No que se refere ao calor acumulado, indicativo da continuidade das reações de hidratação, as pastas contendo CBCA apresentaram menor calor acumulado devido aos valores reduzidos de superfície específica e da atividade pozolânica em relação às demais cinzas avaliadas no estudo. Para Barbosa e Cordeiro (2021), porém, pastas contendo 20% de substituição apresentaram um comportamento típico da curva de hidratação com algumas especificidades. As cinzas produzidas envolvendo os processos de recalcinação e moagem, sendo uma CBCA típica e outra uma CBCA leve, manifestaram um aumento no pico de C<sub>3</sub>A, provavelmente devido ao teor de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A CBCA obtida no coletor de partículas, que

controla a emissão de gases, apresentou um aumento no período de indução devido ao alto teor de carbono.



Figura 8: Dados de liberação de calor obtidos através do ensaio de calorimetria isotérmica para pastas referência e com substituições parciais no teor de 20% (a) detalhe para as primeiras 6 h de ensaio (b) - (adaptado de Cordeiro *et al.*, 2020).

Jiménez-Quero *et al.* (2013) notaram que a adição de cinza peneirada em sistemas cimentícios produz um aumento na tensão de escoamento e da viscosidade plásticas em pastas quanto maior o teor de substituição. Essas mudanças foram responsáveis por promover uma menor fluidez e um maior consumo de superplastificante a fim de manter a trabalhabilidade. De Siqueira e Cordeiro (2022a), por outro lado, avaliaram como a cinza do bagaço e o fíler calcário podem alterar os parâmetros de Bingham (tensão de escoamento e viscosidade plástica) quando cimentos pozolânicos foram produzidos. Os autores identificaram que a utilização de CBCA em pastas binárias e ternárias reduziu a fluidez e promoveu um aumento significativo da tensão de escoamento e da viscosidade plástica. Neste caso, a elevada superfície específica da cinza foi responsável pelo aumento nos parâmetros.

Outro trabalho que buscou avaliar a influência de cinzas em sistemas cimentícios foi o de Jittin e Bahurudeen (2022). Os autores perceberam que, ao substituir um cimento parcialmente (entre 0 a 30%) por CBCA, ocorreu um efeito negativo nos parâmetros reológicos. Esse efeito ocorreu não apenas devido à

morfologia das partículas, mas também pela presença de partículas de carbono. No entanto, esse comportamento diverge do que foi observado por Athira e Bahurudeen (2022), que usaram uma cinza coletada em filtros manga. Essa cinza foi capaz de reduzir esses parâmetros, segundo o modelo de Bingham modificado. Esse mesmo comportamento de melhoria da microestrutura da cinza já havia sido anteriormente identificado por Cordeiro, Toledo Filho e Fairbairn (2008b) e por Cordeiro *et al.* (2009) ao utilizarem cinzas finamente moídas como substitutas parciais do cimento em concretos.

Em relação ao estado endurecido, é necessário pontuar a influência da substituição parcial de cimento pela CBCA na resistência à compressão de sistemas cimentícios. Ganesan, Rajagopal e Thangavel (2007) realizaram substituições parciais do cimento por CBCA nos teores de 5 a 30%, em massa, em concretos. Como resultado, eles concluem que o aumento da resistência à compressão para misturas contendo até 20% de CBCA pode ter ocorrido devido à reação pozolânica e ao efeito de nucleação.

Cordeiro *et al.* (2009) conduziram ensaios de resistência à compressão em concretos com substituição parcial de 10, 15 e 20% de CBCA. Observaram que os concretos produzidos com substituição de até 20% da massa de cimento por uma CBCA com  $D_{50}$  de 5,4 µm apresentaram resistência à compressão sem diferença significativa em comparação com o concreto de referência.

Arif, Clark e Lake (2016) analisaram a resistência de argamassas com substituição parcial do cimento pela CBCA (5 a 20%). Concluíram que o aumento do teor de substituição do cimento pela cinza influenciou negativamente na atividade pozolânica das argamassas. Assim, as argamassas não atingiram a atividade pozolânica mínima necessária para serem consideradas materiais pozolânicos (75%, de acordo com a norma utilizada pelos autores). No entanto, as cinzas promoveram o efeito filler, considerando que 65% das partículas da CBCA tinham um tamanho de partícula inferior a 50 µm.

Jagadesh, RachamandraMurthy e Murugesan (2018) observaram que concretos com cinzas do bagaço sem beneficiamento apresentavam resistência inferior à obtida pelo concreto de referência. No entanto, ao processarem a CBCA com moagem e queima, conseguiram produzir concretos com resistência superior à

referência, com substituições parciais do cimento de até 20%. Isso pode ter ocorrido devido à formação de C-S-H secundário a partir das reações pozolânicas e do efeito fíler.

Andreão *et al.* (2019) demonstraram efeitos positivos ao submeterem argamassas parcialmente compostas por cinzas do bagaço ao ensaio de resistência à compressão. As cinzas foram obtidas através do processo de beneficiamento por fracionamento densimétrico, queima e moagem. Os autores alcançaram resultados médios de resistência à compressão, para a idade de 28 dias, superiores ao utilizarem a cinza sobrenadante (41,8 MPa) para substituição em teor de 20%, em massa, quando comparados aos resultados das argamassas de referência (40 MPa). Resultados semelhantes foram obtidos por Barbosa e Cordeiro (2021) em argamassas contendo duas cinzas do bagaço submetidas a recalcinação e moagem ultrafina. Os autores indicaram que, apesar de não haver diferença significativa para a idade de 7 dias, aos 28 dias as argamassas com cinzas apresentaram resistência superior à referência.

Os autores normalmente avaliam ao final de um ataque a influência da substituição parcial do cimento pelas cinzas na matriz cimentícia através do ensaio de resistência à compressão (Bassuoni; Nehdi, 2007; Arif; Clark; Lake, 2017; Chindaprasirt; Sujumnongtokul; Posi, 2019; Khan; Sayyed; Ali, 2020). Ganesan, Rajagopal e Thangavel (2007) realizaram ensaios de penetração e difusão de cloreto em concreto contendo CBCA para as idades de 28 e 90 dias. Como resultado, os concretos produzidos com CBCA apresentaram uma queda na penetração e difusão de cloreto com o aumento do teor de substituição, devido ao refinamento da estrutura porosa do concreto. Esse refinamento foi promovido pelo uso de uma CBCA ultrafina (tamanho de partícula  $D_{50}$  de 5,4 µm), cujo tamanho da partícula e finura são as principais características responsáveis pelo ganho de resistência nas primeiras idades. O mesmo resultado foi obtido Arenas-Piedrahita *et al.* (2016) para substituições parciais do cimento nos teores de 10 e 20%. Os autores atribuíram este comportamento a dificuldade de passagem de íons de cloreto a presença da CBCA.

Cordeiro *et al.* (2009) realizaram ensaios de penetração acelerada de íons de cloreto em concretos (ASTM C1202-05, 2005) com substituições de cimento nos teores, em massa, de 10, 15 e 20%. Como resultado, os autores observaram uma

redução na penetração de cloreto próxima de 30%, permitindo que o concreto fosse classificado como com permeabilidade muito baixa (carga elétrica entre 774 C e 882 C) independente do teor de substituição do cimento, devido ao refinamento da estrutura porosa do concreto promovido pela reação pozolânica da CBCA ultrafina. Por sua vez, Rajasekar et al. (2018) constataram, seguindo os parâmetros da ASTM C1202-17 (2017), que a penetração de cloreto independe do tipo de cura (em água, ou térmica) e do tempo de cura (28 e 56 dias), sendo influenciada pelo teor de CBCA. Ao avaliarem concretos produzidos com substituições parciais do cimento, em massa, nos teores de 5 a 20% de CBCA, os autores observaram uma redução da penetração de cloreto quanto maior foi o teor de CBCA substituindo o cimento. Todos os concretos alcançaram um valor de carga elétrica total inferior a 500 C, indicando uma permeabilidade de íons de cloreto muito baixa e a alta densidade de empacotamento promovida pela CBCA, ao ser tratada termo-mecanicamente antes de ser aplicada no concreto. Resultados semelhantes foram obtidos por Klathae et al. (2021), que apontaram a CBCA, previamente tratada, como a chave para reduzir a carga passante para menor que 800 C, determinada segundo a ASTM C1202 (2011), em concretos com substituição parcial do cimento, em massa, nos teores de 60, 70 e 80%. Para Jittin e Bahurudeen (2022), ao se realizar o ensaio de penetração de cloreto seguindo as diretrizes da ASTM C1202 (2012), o uso da CBCA como MCS contribui para redução devido aos efeitos fíler e pozolânicos. Como resultado, esses autores apontaram que concretos produzidos com 20 e 30% de CBCA, em massa, em substituição parcial do cimento, apresentaram queda da permeabilidade de cloreto de moderada (entre 2000 C e 4000 C, segundo a norma) para muito baixa (entre 100 C e 1000 C) para a idade de 56 dias. Neste caso, os concretos com CBCA apresentaram classificação menor do que a obtida para o concreto referência, que alcançou uma carga elétrica passante um pouco acima que 2500 C.

Arif, Clark e Lake (2016) submeteram argamassas confeccionadas com 5, 10, 15 e 20% de substituição do cimento, em massa, a um ataque por uma solução composta por de ácido sulfúrico (concentração igual a 1%) por 28 e 90 dias. As argamassas submetidas ao ataque apresentaram perda de resistência (exceto a argamassa com teor de 20%) inferior à sofrida pela argamassa referência. Sendo assim, para a idade de 28 dias, o teor de 10% de CBCA foi o que apresentou a maior resistência após o ataque. Para a idade de 90 dias, o teor de 20% de CBCA

apresentou uma menor perda. Os autores concluíram que a resistência ao ataque das argamassas com CBCA pode ser devido ao impedimento da formação de etringita expansiva e gipsita ou a um refinamento dos poros, e que a argamassa com 20% de CBCA sofreu uma degradação superficial inferior à referência.

Nassar *et al.* (2022) estudaram argamassas com substituição parcial do cimento por diferentes cinzas (CCA, CBCA, cinza do milho e cinza da madeira) submetidas ao ataque por sulfato de sódio. Eles observaram um aumento significativo da resistência ao ataque para as idades de 7, 28, 56 e 90 dias com substituição parcial do cimento por 5, 10 e 15% das cinzas. Dessa forma, segundo os autores, as perdas de resistência à compressão foram menores para as argamassas contendo CCA e CBCA quando comparadas à argamassa controle. Isso se deu devido aos efeitos fíler e pozolânico promovidos pela utilização dessas cinzas. Ali *et al.* (2022) avaliaram a influência de cinzas do bagaço com cinco granulometrias diferentes ao ataque por ácido sulfúrico (1 e 3%) de argamassas. A partir dos resultados, os autores observaram que, independentemente do teor de ácido sulfúrico utilizado, as argamassas compostas por cinzas do bagaço (20% de substituição de cimento) alcançaram uma resistência à compressão superior à obtida para a argamassa de controle.

De Siqueira e Cordeiro (2022b) estudaram argamassas utilizando CBCA e fíler calcário em cimentos binários (clínguer e CBCA ou fíler calcário) e ternários (clínguer, CBCA e fíler calcário). Neste caso, as adições minerais foram usadas para a confecção de cimentos pozolânicos, com teores entre 14 e 28% em relação à massa total de cimento. As argamassas foram produzidas com relação água-cimento de 0,48 e relação areia-cimento de 3. A avaliação da durabilidade frente ao ataque por ácido sulfúrico (1% de concentração) foi feita por 56 dias. Os autores identificaram que houve queda na resistência após o ataque devido a descalcificação do C-S-H. A parte degradada das argamassas com substituição parcial do cimento foi predominantemente formada por sulfato de cálcio.

## 2.3 Considerações

Após todos os dados apresentados na revisão, percebeu-se que a CBCA é um material atrativo do ponto de vista da sua composição química, visto que podem

promover efeitos positivos, como fíler, nucleação heterogênea e reações pozolânicas. No entanto, é importante se atentar aos fatores relacionados à sua composição química heterogênea, à presença de contaminantes, como quartzo, materiais carbonáceos e óxidos alcalinos, e à distribuição granulométrica variável. É possível melhorar a composição química da cinza, se necessário, através da realização de queima conjugada, tratamento químico e separação densimétrica. O tamanho de partícula da cinza deve ser preferencialmente inferior ao do cimento utilizado. Esse tamanho pode ser obtido através do beneficiamento por moagem mecânica. A cinza ao ser utilizada para substituir parcialmente o cimento, deve ser submetida a ensaios para a determinação da sua composição química. A partir dessa caracterização, ela pode substituir o cimento em teores de até 20%, em massa. Com a substituição do cimento, esse material deve ser submetido a ensaios que possibilitem determinar a sua influência em pastas, argamassas e concretos.

# **CAPÍTULO III – PROGRAMA EXPERIMENTAL**

O programa experimental foi organizado em quatro fases, como pode ser observado no organograma da Figura 9. A fase 1 trata da coleta e da produção de cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar com diferentes tamanhos de partículas. Posteriormente, na fase 2 foi realizada a caracterização química, física, mineralógica, morfológica, além da determinação da reatividade das cinzas. Na Fase 3, foi implementado um estudo em pasta para avaliação da hidratação e da reologia. Por fim, na fase 4 foi determinado o efeito das cinzas leves na resistência à compressão e na durabilidade de argamassas.



Figura 9: Organograma com as fases do programa experimental da pesquisa.

# 3.1 Coleta e produção de cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar

A cinza leve do bagaço de cana-de-açúcar (CLBC) foi coletada na Usina Nova Canabrava (Figura 10), localizada no distrito de São Diogo, no município de Campos dos Goytacazes-RJ, durante a safra de produção de cana-de-açúcar de 2021/2022. O material foi removido com a instalação de um desvio de tubulação de saída dos gases oriundos da queima do bagaço em uma caldeira aquatubular com grelha do tipo *pin-hole*. A coleta da cinza leve foi realizada em um único dia durante a operação de limpeza das caldeiras. É importante destacar que durante a coleta houve o controle e a remoção de forma adequada das cinzas leves a fim de evitar a poluição do meio ambiente e garantir as regulamentações ambientais tendo em mente que as partículas de cinzas podem causar problemas respiratórios devido a presença de óxido de silício (De Almeida *et al.*, 2023).



Figura 10: Usina Nova Canabrava, localizada no município de Campos dos Goytacazes/RJ.

É importante salientar que a caldeira utilizada no processo de queima do bagaço foi alimentada por esteiras transportadoras com o bagaço proveniente do processo de extração de caldo de cana-de-açúcar (Figura 11a). Para controle da temperatura e a pressão do vapor da caldeira, a usina usa o monitoramento da injeção de ar na fornalha e da alimentação de bagaço armazenado na própria usina (Figura 11b). Nesse sentido, não foram definidos parâmetros da temperatura de queima específicos para a geração da cinza leve aqui estudada. No entanto, em geral, as temperaturas de queima variam entre 900 e 1000°C, o que pode comprometer parcialmente a atividade pozolânica da CLBC. Segundo Cordeiro *et al.* (2009), temperaturas entre 700 e 900°C promovem a cristalização da sílica na forma de cristobalita, o que pode comprometer a reatividade da cinza.



Figura 11: Saída do bagaço para as esteiras de alimentação da caldeira (a) e armazenamento do bagaço de cana-de-açúcar (b).

Após o procedimento de coleta, a CLBC foi seca em estufa a 100 °C e submetida a um processo de homogeneização. Para o processo de homogeneização, foi determinada a densidade aparente (0,54 g/cm<sup>3</sup>). A cinza leve foi moída utilizando um moinho de bolas SL-34 da Solab e um vaso de alumina de 10 L da Chiarotti (Figura 12), com 25% do volume do vaso sendo alimentado com 1,35 kg de cinza, 3 kg de cada um dos corpos moedores esféricos de alumina com diâmetros de 22 mm e 13 mm, e 4 kg com o corpo moedor com 6 mm de diâmetro. A moagem de homogeneização foi efetuada a seco, em circuito aberto, rotação de 28 rpm por 12 min. Esse tempo foi o suficiente para produzir uma cinza com o  $D_{50}$  de aproximadamente 30 µm. Essa cinza foi denominada CLBC30. O prosseguimento da moagem até 240 min possibilitou a produção de duas cinzas com valores de  $D_{50}$  aproximadamente iguais a 20 µm (moagem por 45 min) e a 10 µm (moagem por 240 min), que foram denominadas CLBC20 e CLBC10, respectivamente. Cerca de 4 kg de amostra foram produzidas de cada cinza.



Figura 12: Moinho de bolas SL-34 da Solab e vaso de 10 L da Chiarotti.

### 3.2 Materiais complementares usados nas pastas e argamassas

# 3.2.1 Cimento Portland

O cimento utilizado nesse trabalho, exceto para o ensaio de índice de desempenho, foi o CPP Classe G, cujas propriedades são definidas pela NBR 9831 (ABNT, 2020). Esse material não possui adições minerais de forma que sua utilização permitiu avaliar efetivamente a influência das cinzas leves em sistemas cimentícios. A Tabela 7 apresenta os dados de composição química, em termos de óxidos, perda ao fogo e que foram obtidos junto a empresa Lafarge-Holcim, que produziu o cimento. Além disso, os tamanhos de partículas  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  foram determinados em ensaio de granulometria a laser com o equipamento Malvern Mastersizer 3000 com unidade de dispersão HydroLV, velocidade de bomba de 2200 rpm e 1 min de ultrassom a 50% de intensidade. A amostra foi dispersa por 5 min em álcool etílico com 95% de pureza.

O cimento utilizado para o ensaio de índice de desempenho foi o cimento Portland tipo II com adição de fíler calcário (CP II F) com classe de resistência à compressão de 32 MPa para cumprimento das exigências da NBR 16697 (ABNT, 2018). Os parâmetros apresentados na Tabela 8 se referem à sua composição química, perda ao fogo e superfície específica Blaine, que foram obtidas junto a cimenteira Mauá, localizada em Cantagalo, e à sua granulometria, que foi determinada seguindo os mesmos parâmetros utilizados para o CPP Classe.

Composto	Cimento	
SiO <sub>2</sub> (%)	21,9	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	3,6	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	4,5	
CaO (%)	64,3	
K <sub>2</sub> O (%)	0,3	
SO <sub>3</sub> (%)	2,7	
Na <sub>2</sub> O (%)	0,1	
MgO (%)	1,5	
Perda ao fogo (%)	1,1	
Massa específica (g/cm³)	3,17	
Superfície específica Blaine (m²/kg)	290	
<i>D</i> <sub>10</sub> (μm)	3,7	
<i>D</i> <sub>50</sub> (μm)	18,5	
D <sub>90</sub> (μm)	47,2	

Tabela 7: Composição química e características físicas do cimento CPP Classe G.

Composto	Cimento	
SiO <sub>2</sub> (%)	16,9	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	1,7	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	3,1	
CaO (%)	62,3	
K <sub>2</sub> O (%)	0,3	
SO <sub>3</sub> (%)	2,5	
Na <sub>2</sub> O (%)	0,2	
MgO (%)	1,3	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	0,1	
TiO <sub>2</sub> (%)	0,2	
Perda ao fogo (%)	11,4	
Superfície específica Blaine (m²/kg)	403,4	
<i>D</i> <sub>10</sub> (μm)	2,6	
<i>D</i> <sub>50</sub> (μm)	14,7	
<i>D</i> <sub>90</sub> (μm)	37,3	

Tabela 8. Composição	auímica e	características	fícicae do	cimento (	D II F-32
	quinica e	caracteristicas	1131043 40		JI II I -JZ.

### 3.2.2 Areia normal

Foram utilizados dois tipos de agregados miúdos (NBR 7214, 2015) para a produção das argamassas: a areia normal proveniente do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), localizado em São Paulo, para os ensaios de índice de desempenho e de reatividade com cal, e uma areia de rio média proveniente do Rio Paraíba do Sul, em Campos dos Goytacazes/RJ, aplicada nos outros ensaios em argamassas.

Antes da utilização da areia normal do IPT, as suas quatro frações secas (grossa, média grossa, média fina e fina) foram devidamente homogeneizadas. Por sua vez, a areia de rio média, obtida úmida, foi previamente seca em estufa à 105°C por 24 h antes de ser submetida ao processo de homogeneização (Figura 13a), quarteamento (Figura 13b) e classificação granulométrica (NM 248, 2003).



(a) (b) Figura 13: Homogeneização da areia de rio (a) e quarteamento (b).

Para a classificação granulométrica da areia de rio média foi necessária a realização de um peneiramento mecânico para o tempo de 15 min, onde a cada 5 min a frequência do peneiramento aumentou em 5 Hertz. Esse procedimento foi realizado na Universidade Candido Mendes (UCAM) *campus* Campos dos Goytacazes/RJ. A Figura 14 mostra a distribuição do tamanho de partícula desse agregado. A areia apresentou tamanho máximo de 1,18 mm, módulo de finura igual a 2,25 e massa específica de 2,66 g/cm<sup>3</sup>.



Figura 14: Distribuição do tamanho de partícula da areia do Rio Paraíba do Sul.

### 3.2.3 Água e aditivo superplastificante

A água utilizada neste trabalho foi proveniente da concessionária Águas do Paraíba, responsável pela rede de abastecimento de água e tratamento de esgoto do Município de Campos dos Goytacazes/RJ. Antes de sua utilização, toda água foi submetida à filtragem e deionização (ou desmineralização). Na confecção das pastas e argamassas, foi utilizado um aditivo superplastificante a base de éter carboxílico modificado (Glenium 51, Basf), com um teor de sólidos fornecido pelo fabricante de 28,9% (em massa) foi utilizado, quando necessário.

### 3.2.4 Reagentes químicos

O fornecedor dos reagentes químicos hidróxido e carbonato de cálcio p.a., hidróxido e sulfato de potássio p.a. foi a Casa Americana de Artigos para Laboratório LTDA (CAAL), localizada em São Paulo. Já o fornecedor do ácido sulfúrico foi a Vetec Química Fina, localizada no Rio de Janeiro.

O hidróxido de cálcio p.a. utilizado neste trabalho para a cura em solução saturada de cal e para o ensaio de reatividade com cal era composto por 90% de pureza, segundo informações do fabricante. Já a pureza do carbonato de cálcio p.a. necessário para o ensaio de reatividade com cal foi 99%. O hidróxido de potássio e sulfato de potássio p.a. necessários neste trabalho para o ensaio de reatividade com

cal apresentaram, segundo o fabricante, solução aquosa em concentração de 1N/1M e 99,4% de pureza, respectivamente. Por último, para o ácido sulfúrico em meio aquoso para a produção da solução do ataque por ácido sulfúrica sua pureza era de 99,9%.

# 3.3 Métodos

# 3.3.1 Caracterização das cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar

# 3.3.1.1 Composição química e perda ao fogo

A composição química da cinza leve foi determinada através do ensaio de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX). Para a determinação da composição química CLBC foi previamente seca em estufa a 80°C por 12 h. O equipamento utilizado para a realização da análise semiquantitativa foi um espectrômetro Shimadzu EDX-720 (Figura 15) do LECIV/UENF.



Figura 15: Espectrômetro Shimadzu EDX-720 do LECIV/UENF.

A perda ao fogo da CLBC foi realizada de acordo com a NM 18 (2012). Para a realização do ensaio, duas amostras foram secas em estufa a 80°C por 24 h, e queimadas em um forno mufla da M. S. mistura (Figura 16) por 15 min à temperatura de 950°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min. A pesagem das cinzas antes da queima (Figura 17a) e após a queima (Figura 17b) foram realizadas na balança com precisão de quatro casas decimais. A Equação 1 permite calcular a perda ao fogo através da eliminação dos materiais carbonáceos que se encontravam presentes na

amostra antes que fosse submetida a queima. Segundo os parâmetros da NBR 12653 (ABNT, 2014), a perda ao fogo precisa ser menor ou igual a 10% para que o material seja considerado pozolânico.

$$PF = \frac{m_{110} - m_{950}}{m_{110}} \times 100$$
 (Equação 1)

Onde:

PF é a perda ao fogo (%);

 $m_{110}$  é a massa da amostra após secagem em estufa a 110°C por 12 h;

 $m_{950}$  é a massa da amostra após queima em um forno mufla por 15 min à temperatura de 950°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.



Figura 16: Forno mufla M.S. Mistura do Nexmat/LECIV/UENF.



Figura 17: Amostras de perda ao fogo antes (a) e após queima em forno mufla (b).

# 3.3.1.2 Difratometria de raios X

O ensaio de difratometria de raios X permite identificar as fases cristalinas que compõem um material. Este ensaio considera apenas as fases cristalinas, de forma que, elas representam 100% da amostra. No entanto com a utilização do método de Rietveld, no qual consiste na quantificação dos perfis teóricos 20 utilizando como refinamento o método dos mínimos quadrados (Liu; Kuo, 1996), se torna possível a quantificação do teor fases cristalinas e amorfas. A quantificação dessas fases foi possível com o emprego de um padrão externo. O padrão externo selecionado foi o anatásio (99,5% de pureza e substituição de 29%, em massa). As informações cristalográficas necessárias para as análises por Rietveld, foram retiradas dos arquivos de informações cristalográficas (CIF) do *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD).

Para a realização dos ensaios qualitativo e quantitativo CLBC foi previamente homogeneizada manualmente com o auxílio de um almofariz de ágata e prensada em porta-amostra metálico antes de ser inserida no difratômetro Miniflex 600, da Rigaku (Figura 18). Os parâmetros de análise foram: radiação Cu k- $\alpha$ , tensão de 40 kV, corrente de 15 mA, velocidade de rotação de 5°/min e passo de 0,03°. Os dados foram coletados entre os ângulos 20 de 8° e 70°. Para quantificação do teor amorfo, os mesmos parâmetros foram utilizados com a agitação do porta-amostra (*spinner*). O fator de erro do perfil ponderado (Rwp) na análise obtido foi entre 5 e 6%. Todas as análises foram feitas no programa PDXL 2.0 (Rigaku).



Figura 18: Difratômetro Miniflex 600, Nexmat/LECIV/UENF.

### 3.3.1.3 Massa específica

A determinação da massa específica das cinzas foi realizada, em triplicata, pelo método de *Le Chatelier*, em consonância com a NBR 16605 (ABNT, 2017). O ensaio consistiu na colocação de querosene em um frasco volumétrico entre as marcas de volume de 0 e 1. Após a primeira leitura do volume do querosene, a cinza leve, previamente seca em estufa por 24 h a 80°C, foi adicionada de forma que se promoveu um deslocamento do volume entre as marcas no frasco volumétrico de 18 e 24 cm<sup>3</sup>.

### 3.3.1.4 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada nessa pesquisa para a análise morfológica das três cinzas produzidas. Nesta análise, as amostras foram primeiramente pulverizadas sobre adesivo de carbono aderido ao porta-amostra com o auxílio de um pincel e uma peneira para melhor dispersão das partículas e posteriormente recobertas com uma fina camada metálica. Essa aplicação ocorreu com o auxílio do equipamento SCD 050 BAL-TEC com bomba para cobrimento metálico de paládio (Figura 19a) do Laboratório de Biologia Celular e Tecidual (LBCT)/UENF. O microscópio utilizado foi o Zeiss EVA 40 (Figura 19b), do LBCT/UENF, com detecção de imagens a partir de elétrons secundários.



Figura 19: Equipamento SCD 050 BAL-TEC com bomba para impregnação metálica (a) e microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVA 40 (b), ambos do LBCT/UENF.

# 3.3.1.5 Análise granulométrica

A técnica de granulometria a laser foi utilizada para a determinação da distribuição do tamanho de partícula das cinzas leves. Esta técnica consiste na medição por variação angular na intensidade da luz espalhada quando um feixe de laser passa através de uma amostra de partículas dispersas (Malvern Panalytical, 2022). O tempo total de dispersão das amostras foi de 5 min, com velocidade de bomba de 2200 rpm, com 1 min de ultrassom. A dispersão foi feita em água deionizada para as cinzas. O equipamento utilizado foi o Malvern Mastersizer 3000 com uma unidade de dispersão Hydro LV (Figura 20) do Nexmat/LECIV/UENF.



Figura 20: Granulômetro a laser Malvern Mastersizer 3000 e unidade de dispersão Hydro LV, Nexmat/LECIV/UENF.

#### 3.3.1.6 Superfície específica BET e porosidade

A determinação da superfície específica pelo método do BET (Brunauer; Emmett; Teller, 1938) e da porosidade das cinzas leves foram realizados ensaios de adsorção-dessorção de nitrogênio. Este método é considerado eficaz para materiais de elevada porosidade, pois permite a consideração da área interna de partículas ultrafinas (Neville, 2016).

O ensaio consiste na deposição de moléculas gasosas sobre as partículas sólidas. Após a retirada do gás, através da diferença entre o gás que foi inserido e o que foi retirado, é possível determinar a área superficial das amostras (Cordeiro, 2006). Antes da realização do ensaio, as amostras foram secas em estufa a 80°C por 24 h e depois tratadas a 200°C por 8 h. Este ensaio foi realizado pelo Laboratório de Estruturas e Materiais do PEC-COPPE-UFRJ. O equipamento utilizado foi um ASAP 2020, da Micromeritics.

### 3.3.1.7 Atividade pozolânica

Neste trabalho, a atividade pozolânica das cinzas foi determinada com o emprego dos ensaios de índice de desempenho mecânico, reatividade com cal e Chapelle modificado.

### 3.3.1.7.1 Índice de desempenho

O índice de desempenho foi determinado de acordo com a NBR 5752 (ABNT, 2014). Para a realização desse ensaio, as relações de água-cimento e areia-cimento foram de 0,48 e 3,0, respectivamente. Quatro argamassas foram confeccionadas: uma de referência (A-REF), contendo apenas o cimento CP II F-32 como material cimentício, e outras três com 25% de substituição, em massa, do cimento por cada cinza leve. O espalhamento das argamassas foi fixado em 250 ± 10 mm e determinado com o auxílio do ensaio de espalhamento em mesa (Figura 21a), segundo a NBR 7215 (ABNT, 2019). Os teores de superplatificantes, em massa, para as argamassas para A-REF, A-CLBC10, A-CLBC20 e A-CLBCA30 a fim de manter o espalhamento na faixa desejada foram 0,05%, 0,11%, 0,15% e 0,19%, respectivamente.

O procedimento para mistura dos materiais foi realizado em 5 min tendo como base nos procedimentos da NBR 7215 (ABNT, 2019) e consistiu na mistura da água, superplastificante e dos materiais cimentícios na cuba do misturador mecânico de bancada (Figura 21b) por 30 s. Após, a mistura foi feita em velocidade baixa durante 30 s, seguida de adição da areia durante 30 s, ainda em velocidade baixa. Em seguida, a mistura continuou em velocidade alta por 1 min, se realizou a retirada da cuba metálica para raspagem com espátula e descanso por 1 min, e foi finalizada em velocidade alta por mais 1 min.

Para cada argamassa foram confeccionados cinco corpos de prova cúbicos (50 mm de aresta), compostos por 2 camadas que receberam 20 golpes cada com soquete metálico. A primeira camada recebeu uma vibração de 40 s para a eliminação de vazios e a segunda camada, 1 min. Após moldados, os corpos de prova permaneceram em uma cura em temperatura ambiente por 24 h, protegidos da perda de umidade. Após, eles foram imersos em uma solução saturada de cal até 28 dias de idade.

Após 28 dias, os corpos de prova foram rompidos à compressão em uma máquina universal Shimadzu UH-F500kNI (LECIV/UENF), com taxa de deslocamento de 0,5 mm/min. O índice de desempenho é obtido pela razão entre as resistências das argamassas com cinza e de referência. Para que as cinzas leves sejam classificadas como pozolânicas, o índice de desempenho deve ser, no mínimo, 90% (NBR 12653, 2014).



Figura 21: Mesa do ensaio de consistência com molde e soquete metálicos (a) e misturador de bancada utilizado para a produção das misturas (b), Nexmat/LECIV/UENF.

## 3.3.1.7.2 Reatividade com cal

A reatividade com cal foi obtida a partir das recomendações de Kasaniya, Thomas e Moffatt (2019). Os autores propuseram parâmetros específicos para se determinar o quão reativo um material pozolânico pode ser, reduzindo a influência de fatores como a demanda de água, a superfície específica e o tamanho das partículas do material. Neste ensaio, três argamassas foram confeccionadas e compostas por CLBC, areia normal, hidróxido de cálcio p.a., carbonato de cálcio p.a. e por uma solução Alk-Sus-Cal (281,7 g de água deionizada, 1,12 g de hidróxido de potássio p.a. e 5,60 g de sulfato de potássio p. a.). As relações solução-CLBC, hidróxido de cálcio-CLBC, carbonato de cálcio-CLBC, e areia-aglomerante (CLBC, hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio) foram de 0,7, 0,67, 0,12 e 2,5, respectivamente. O espalhamento foi fixado em 250 ± 10 mm (Figura 22) sem a necessidade de uso de superplastificante neste caso.

Para cada mistura foram confeccionados três corpos de prova cúbicos de 50 mm de aresta. O adensamento foi realizado em duas camadas, que foram moldadas e vibradas, e que permaneceram no molde por 24 h. Passadas as 24 h, os moldes foram embalados em plástico filme (Figura 23a) e colocados em sacos plásticos (Figura 23b) devidamente vedados para evitar a evaporação da solução para o

ambiente. Após esse procedimento, foram submetidos a uma cura em estufa à temperatura de 50°C por 48 h (Figura 23c). Após esse período, os corpos de prova foram desmoldados, embalados em plástico filme e armazenados novamente em sacos plásticos antes de serem imersos em um banho térmico a 40°C até 7 dias. Aos esse período, os corpos de prova foram rompidos à compressão em máquina universal de ensaios Shimadzu 1000kN (Figura 23d), a taxa de deslocamento de 0,5 mm/min, no Laboratório de Estruturas e Materiais (Labest) da COPPE-UFRJ.



Figura 22: Determinação do espalhamento no ensaio de reatividade com cal da CLBC20.









Figura 23: Embalagem dos moldes em plástico filme (a), em saco plástico (b), colocação de moldes em sacos plásticos para cura em estufa (c) e máquina de ensaios mecânicos do Labest-COPPE-UFRJ utilizada para rompimento dos corpos de prova (d).

## 3.3.1.7.3 Chapelle modificado

O ensaio Chapelle modificado foi desenvolvido por J. Chapelle, em 1958, e modificado por Raverdy *et al.* (1980). Este ensaio permite determinar a atividade pozolânica através do teor de hidróxido de cálcio fixado. Conforme a NBR 15895 (ABNT, 2010), este ensaio consistiu em manter em banho maria a 90°C por 16 h em solução aquosa de óxido de cálcio a amostra para determinação do hidróxido de cálcio fixado. Para isso, 1 g de amostra foi misturada com 2 g de CaO e 250 mL de água. Quanto maior o teor de hidróxido de cálcio fixado mais reativa será a amostra ao interagir com o óxido de cálcio e a água. Ao final do ensaio, a solução formada foi resfriada naturalmente para que 100 mL da solução fosse filtrado e depois 50 mL fosse pipetado para determinação do volume de solução. O cálculo do teor de hidróxido fixado foi estabelecido através da diferença entre o volume da solução com a CLBC e a de um frasco em branco. Este ensaio foi realizado no Laboratório de materiais para produtos de construção do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT)/SP.

### 3.3.2 Produção das pastas e ensaios de hidratação e de reologia

Para o estudo da hidratação e da reologia, quatro pastas foram confeccionadas, sendo uma de referência (denominada P-REF), composta apenas por cimento como material cimentício, e outras três com substituição de 20% da massa de cimento por CLBC10, (P-CLBC10), por CLBC20 (P-CLBC20) e por CLBC30 (P-CLBC30). A relação água-material cimentício foi mantida fixa em 0,4 (De Siqueira; Cordeiro, 2022a) e o teor de superplastificante foi fixado em 0,02%, em massa, para todas as pastas.

Antes da realização de qualquer ensaio, todos os materiais foram armazenados previamente por 24 h na sala em que o ensaio seria realizado para aclimatação térmica. Para a produção das pastas, os materiais foram misturados manualmente com espátula por 30 s, seguida de mistura em velocidade baixa (260 rpm) por mais 30 s e velocidade alta (600 rpm) por 1 min com o auxílio de um misturador elétrico Hamilton Beach.

O ensaio de miniabatimento do tronco do cone (Kantro, 1980) foi utilizado para a identificação do espalhamento das pastas. As leituras foram realizadas após 3 min do contato do material cimentício com a água e o superplastificante. Dessa forma, no minuto final antes do início do ensaio, as pastas foram cobertas com um pano úmido para evitar a evaporação da água para o meio. Como resultado, um espalhamento de 110 mm foi obtido para a pasta P-REF (Figura 24a), enquanto um espalhamento fixo de 45 ± 5 mm foi apresentado pelas pastas P-CLBC10 (Figura 24b), P-CLBC20 e P-CLBC30. A temperatura das pastas, aferidas com o auxílio de um termômetro de mercúrio, foi de 25 ± 0,1°C.



Figura 24: Ensaio de miniabatimento do tronco do cone da P-REF (a) e P-CLBC10 (b).

A influência da utilização das cinzas leves como material cimentício suplementar na hidratação das pastas foi avaliada em ensaios de calorimetria isotérmica e de retração química. Para o ensaio de calorimetria isotérmica, um calorímetro isotérmico I-CAL 2000 (Figura 25a) de dois canais da Calmetrix (Figura 25b) foi utilizado; Pastas com cerca de 50 g foram pesadas em duplicatas e o ensaio foi iniciado quando se completou 6 min de contato do material cimentício com a água e o superplastificante. Após a mistura com duração de 2 min, o material foi inserido no calorímetro até o início do ensaio.



Figura 25: Equipamento para leitura da liberação de calor durante a hidratação inicial com calorímetro I-CAL 2000 (a) e interior do calorímetro com seus dois canais (b), Nexmat/LECIV/UENF.

Os ensaios de retração química foram realizados de acordo com a ASTM C1608 (ASTM, 2017). Esse ensaio pode ser definido como a mudança de volume interno absoluto resultante da hidratação de pastas cimentícias. Neste ensaio, cerca

de 6 g de pasta foram inseridas em um frasco de vidro com capacidade para 25 mL. Após cerca de 1 h, os frascos foram preenchidos com água e vedados com rolha de silicone (Figura 26) com uma pipeta graduada de 1 mL. Uma gota de óleo de parafina com corante vermelho foi inserida sobre a água para evitar sua evaporação durante os 7 dias de ensaio. As leituras dos frascos, iniciadas cerca de 100 min após a mistura, foram realizadas com os frascos imersos em banho termostático a 25 °C. Uma câmera fotográfica digital foi utilizada para aquisição de fotografias das pipetas a cada 30 min, o que possibilitou a leitura (Figuras 27a e 27b) do nível das mesmas utilizando uma rotina do matlab. Após ensaio, os valores de retração foram calculados de acordo com a Equação 2.



Figura 26: Detalhe do sistema montado para monitoramento da retração química (BARBOSA, 2018).



Figura 27: Detalhe do sistema para o monitoramento da retração química com as amostras preparadas (a) e com o auxílio da câmera digital (b), Nexmat/LECIV/UENF.
$$CS_{(t)} = \frac{[h_{(t)} - h_{(t=0)}]}{M_{cim}}$$
 (Equação 2)

Onde:

CS<sub>(t)</sub> é a retração química no tempo t (mL/g cimento);

 $h_{(t)}$  é o nível de água no tubo capilar em um tempo t (mL);

 $h_{(t=0)}$  é o nível de água no tubo capilar quando se inicia o ensaio (mL).

 $M_{cim}$  é a massa de material cimentício presente em cada frasco (g);

O ensaio de reologia possibilitou identificar o efeito das cinzas leves através da determinação da tensão de escoamento ( $\sigma_0$ ) e da viscosidade plástica ( $\mu$ ) com as leituras sendo realizadas em duplicatas após 6 min do contato do material cimentício com a água. Para a realização desse ensaio foram pesadas 900 g de material cimentício e a temperatura do ambiente foi fixada em 25,9 ± 0,4°C. A programação do ensaio seguiu os parâmetros definidos por Cordeiro, De Alvarenga e Rocha (2016) e consistiu em um pré-cisalhamento com taxa de cisalhamento constante de 0,2 s<sup>-1</sup> por 4 min, seguida por uma taxa de cisalhamento elevada para 48 s<sup>-1</sup> em 1 min e descarregada até 0 s<sup>-1</sup> no minuto final (Figura 28). O modelo utilizado considerou a existência de um comportamento linear entre a tensão cisalhante e a taxa de cisalhamento (Equação 3), ou seja, admitiu-se que as pastas se comportarem como um fluido de Bingham. Os equipamentos utilizados foram um viscosímetro de taxa controlada Brookfield do tipo DV-3T, equipado com palheta Vane do tipo V-73 (Figura 29), e o programa Recalc do Laboratório Nexmat/LECIV/UENF.

$$\tau = \tau_0 + \mu \Upsilon$$
 (Equação 3)

Onde:

 $\tau$ : tensão de cisalhamento (Pa);

 $\tau_0$ : tensão de escoamento (Pa);

 $\mu$ : viscosidade plástica (Pa.s);

 $\gamma$ : taxa de cisalhamento (1/s).



Figura 28: Histórico de carregamento para o ensaio de reologia. (Cordeiro; De Alvarenga; Rocha, 2016).



Figura 29: Viscosímetro de taxa controlada Brookfield do tipo DV-3 T, equipado com um eixo de geometria Vane do tipo V-73, Nexmat/ LECIV/UENF.

# 3.3.3 Produção e caracterização de argamassas – resistência à compressão e ataque ácido

Para a avaliação da resistência à compressão e da durabilidade frente ao ataque por ácido sulfúrico foram produzidas quatro argamassas sendo uma

argamassa referência (A-REF) e outras três com substituição parcial do cimento CPP Classe G pelas cinzas leves no teor de 20%, em massa. As argamassas utilizaram como parâmetros relações água-material cimentício e areia-material cimentício de 0,48 e 3,0, respectivamente (De Siqueira; Cordeiro, 2022a).

O procedimento de mistura das argamassas, realizado utilizando um misturador padrão, teve como base os procedimentos da ASTM C109/109M (ASTM, 2021) e De Siqueira (2021). Inicialmente se promoveu uma homogeneização da água com o superplastificante, seguida de produção manual da pasta com o auxílio de uma espátula durante 30 s. A partir desse momento a mistura mecânica foi empregada em velocidade baixa durante 30 s antes, adicionou-se a areia quartzosa e se manteve a mistura em velocidade baixa por mais 30 s antes de mudar para a velocidade alta por 1 min. Completados o tempo de mistura na velocidade alta, a cuba metálica foi removida do misturador para raspagem e descanso por 1 min, sendo coberta por um pano úmido. No minuto final, a cuba foi novamente inserida no misturador metálico para uma última mistura em velocidade alta.

O índice de consistência para todas as misturas foi fixado entre 180 e 200 mm, conforme apresentado na (Tabela 9). O teor de superplastificante das argamassas foi obtido com o auxílio do ensaio de consistência (Figura 30) a fim de alcançar essa faixa (ASTM C1437, 2020) de forma que para as argamassas A-REF (Figura 30a), A-CLBC10 (Figura 30b), A-CLBC20 e A-CLBC30 (Figura 30c), os teores foram de 0,09%, 0,14%, 0,16% e 0,20%, em massa, respectivamente. A pesagem dos materiais sólidos (cimento CPP Classe G, cinzas e areia quartzosa) foram feitas em uma balança com um dígito de precisão enquanto a pesagem da água e do superplastificante foram realizadas em uma balança com precisão de três casas decimais.

Tabela 9: Dosagem de superplastificante e índice de consistência das diferentes argamassas.			
Argamassa	Superplastificante (%)*	Índice de consistência (mm)	
A-REF	0,09	180	
A-CLBC10	0,14	200	
A-CLBC20	0,16	200	
A-CLBC30	0,20	180	

\*Teor relativo à massa de material cimentício.



(a) (b) (c) Figura 30: Consistência das argamassas A-REF (a), A-CLBC10 (b) e A-CLBC30 (c).

A moldagem dos corpos de prova foi realizada conforme uma adaptação da ASTM C109/109M (ASTM, 2021). Foram moldados quatro corpos de prova cúbicos com 50 mm de aresta para avaliação da evolução da resistência à compressão para as idades 7, 28 e 120 dias. Foram preenchidas duas camadas de cerca de 25 mm de espessura. Cada camada após preenchida foi submetida a 20 golpes, com auxílio de um soquete metálico. A primeira camada foi vibrada mecanicamente por 40 s enquanto a segunda camada foi vibrada por 1 min.

A desmoldagem foi realizada passadas 24 h da moldagem. Em seguida, o período de cura consistiu na imersão em um tanque com água saturada com cal até a idade dos testes (Figura 31).



Figura 31: Cura dos corpos de prova em solução saturada com cal.

Antes da submissão dos corpos de prova ao ensaio de resistência à compressão (ASTM C267, 2020), os cubos foram lavados com água para a remoção da solução saturada com cal e levemente lixados para garantir paralelismo e planicidade nas faces de aplicação da carga. Uma máquina universal de ensaios Shimadzu UH-F500kNI (Figura 32) do LECIV/UENF foi utilizada para o ensaio, que foi realizado com taxa de deslocamento de 0,5 mm/min.



Figura 32: Máquina universal de ensaios Shimadzu UH-F500kNI, Nexmat/LECIV/UENF.

Para a moldagem dos corpos de prova cilíndricos, a moldagem consistiu em três camadas. A primeira e segunda camadas foram vibradas por 40 s cada e a última vibrada por 1 min. Antes da vibração, cada camada foi submetida aos 20 golpes manuais com o soquete metálico.

A avaliação da durabilidade foi realizada com base nos parâmetros de Arif, Clark e Lake (2016) e Paiva (2016). Os ensaios realizados para essa avaliação foram o monitoramento da perda de massa durante os 92 dias de exposição, de resistência à compressão, e absorção total por imersão em água e absorção por capilaridade.

Antes da imersão dos corpos de prova, a solução ácida foi preparada considerando 1,5% de concentração de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), em volume. A relação volumétrica entre a solução e os corpos de prova foi mantida em 4. O pH inicial da solução foi de aproximadamente 1.

Para a realização da leitura das massas dos corpos de prova e para aferir o pH foram utilizados uma balança com precisão de duas casas decimais e um pHmetro

Kasvi (modelo K39-0014PA), respectivamente. Antes das pesagens e durante as trocas de soluções realizadas para as idades de 28 e 56 de exposição, os corpos de prova foram lavados em água filtrada para remoção de material solto depositado sobre ele (Figura 33). Para controle do ataque ácido, a variação de massa (Equação 4) dos corpos de prova cúbicos e o pH da solução foram monitorados para as seguintes idades: 1, 2, 3, 4, 7, 9, 11, 14, 17, 21, 24, 28, 31, 35, 38, 42, 45, 49, 52, 56, 59, 63, 66, 70, 73, 77, 80, 84, 87 e 92 dias. A troca da solução pela aproximação do pH de 2 ocorreu aos 28 e 56 dias de ataque.



Figura 33: Aparência do corpo de prova cúbico sendo atacado após o procedimento de lavagem.

$$Variação \ da \ massa_{(t)} = \frac{(W_{(t)} \times 100)}{C_{(t)}} - 100$$
 (Equação 4)

#### Onde:

Variação da massa é a comparação entre a massa do corpo de prova não imerso no ácido aos 28 dias e a do corpo de prova imerso (%);

 $W_{(t)}$  é a massa do corpo de prova imerso em ácido sulfúrico em uma idade t (g);

 $C_{(t)}$  é a massa do corpo de prova sem imersão em ácido sulfúrico aos 28 dias (g).

Após o fim do ataque, o material coletado no fundo do recipiente de ataque foi submetido à técnica de difratometria de raios X com o objetivo de confirmar a formação

de sulfato de cálcio (gipsita) a partir da reação entre a solução ácida, o CH livre e, eventualmente, o C-S-H. Para isso foram implementados os mesmos parâmetros de difração de raios X definidos para a caracterização qualitativa das cinzas leves.

Para o ensaio de resistência à compressão, as faces superior e inferior dos cinco corpos de prova cúbicos foram preparadas utilizando gesso tipo IV da Herostone para garantir que a planicidade e o paralelismo entre as faces superior e inferior. A máquina universal de ensaios Shimadzu UH-F500kNI foi utilizada para o ensaio.

Para os ensaios de absorção por imersão total (NBR 9778, 2009), quatro corpos de prova cúbicos (50 mm de aresta) foram utilizados nas idades de 28 dias (antes do ataque) e 120 dias (não atacados e atacados). As pesagens para determinação das foram realizadas em uma balança com precisão de três dígitos (Figura 34). A partir das massas seca, saturada com a superfície seca e submersa foi possível determinar a absorção de água por imersão total (At), Equação 5, nas idades de 28 e 120 dias.



Figura 34: Balança utilizada para pesagem de corpos de prova.

$$A_{t} = \frac{m_{sss} - m_{s}}{m_{s}} \times 100$$
 (Equação 5)

Onde:

At: é a absorção de água por imersão (%);

m<sub>sss</sub>: é a massa saturada em água após imersão a 23 ± 2°C (g);

m<sub>s</sub>: é a massa da amostra seca em estufa a 60°C por 7 dias (g).

Para o ensaio de absorção por capilaridade NBR 9779 (ABNT, 2012) nas idades 28 e 120 dias, três corpos de prova cilíndricos foram confeccionados (50 mm de diâmetro e 100 mm de altura) para cada idade e mistura. Após atingir a idade desejada para a realização do ensaio, os corpos de prova foram lavados para remoção da solução e foram secos em uma estufa com circulação de ar a 60°C por 7 dias. Em seguida, foram aplicadas duas camadas de verniz epóxi (Figura 35) para impedir a absorção de água e sua evaporação pela face lateral do corpo de prova garantindo assim que a água seja absorvida apenas pela base.

O ensaio de absorção capilar se iniciou com a submissão dos corpos de prova a uma imersão parcial com 5 mm de água filtrada em um aquário (Figura 36). A checagem e correção do nível da água foi verificada periodicamente. As leituras da massa do corpo de prova em contato com a água, com o auxílio de uma balança com três dígitos de precisão, foram realizadas para os tempos de 1, 3, 6, 9,4, 24, 32, 48, 72, 120, 168, 287, 336 e 416 h. A partir dos resultados foi possível determinar a absorção de água por capilaridade (C) pela Equação 6. Ao final do ensaio de capilaridade, esses corpos de prova atacados (Figura 37b) foram cortados ao meio com auxílio de disco diamantado. Após o ataque, fotos foram tiradas e o programa Image J foi utilizado para a determinação da área dos corpos de prova e também da espessura da camada degradada com fenolftaleína tendo sido aplicada sobre a seção transversal do corpo de prova para aferição do pH. Neste caso, utilizou-se uma aspersão com solução alcoólica com fenolftaleína para a melhor visualização da



Figura 35: Aplicação da primeira camada de verniz após secagem em estufa para realização do ensaio de capilaridade.



Figura 36: Monitoramento da capilaridade aos 28 dias (a) e aos 120 dias (b).

$$C = \frac{m_{sat} - m_{seco}}{S}$$
(Equação 6)

Onde:

m<sub>sat</sub>: é a massa do corpo de prova em contato com a água durante um tempo t (g);

 $m_s$ : é a massa do corpo de prova seco a 23 ± 2°C (g);

S: é a área de seção transversal (cm<sup>2</sup>).

## 3.4 Análise estatística dos resultados experimentais

A diferença entres os valores obtidos pelas quatro argamassas submetidas aos ensaios de resistência à compressão, absorção de água por imersão total, absorção de água por capilaridade e durabilidade ao ataque por ácido sulfúrico foram determinadas através da análise da variância e de teste de Duncan com probabilidade de 5%.

## CAPÍTULO IV – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

## 4.1 Caracterização das cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar

A CLBC apresentou massa específica igual a 2,32 g/cm<sup>3</sup>, que está de acordo com a massa específica de cinzas densas do bagaço (Arenas-Piedrahita *et al.*, 2016; Cordeiro; Kurtis, 2017; Barbosa; Cordeiro, 2021; Amin *et al.*, 2022; Athira; Bahurudeen, 2022). A Tabela 10 apresenta a composição de óxidos e a perda ao fogo da CLBC, que é predominantemente composta por SiO<sub>2</sub> (67,7%). Este teor é superior ao de cinzas densas de origens distintas (Rodier *et al.*, 2019; Chindaprasirt *et al.*, 2020; Jagadesh; Rachamandramurthy; Murugesan, 2020; Moraes *et al.*, 2021; Andrade Neto *et al.*, 2021). Além de sílica, a cinza leve exibiu 12,1% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5,0% de CaO, 4,9% de K<sub>2</sub>O, 3,7% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 2,3% de SO<sub>3</sub> como principais constituintes. Quando comparada à cinza coletada usando filtros manga (Bahurudeen *et al.*, 2014), a CLBC apresentou não apenas maior teor de sílica e alumina, mas também menor contaminação por CaO, K<sub>2</sub>O e SO<sub>3</sub>. Estes resultados da CLBC foram similares aos de uma cinza coletada em um retentor e que foi tratada em laboratório por separação densimétrica e requeima por Barbosa e Cordeiro (2021).

É importante destacar que a presença do K<sub>2</sub>O pode ser consequência do uso de fertilizantes no cultivo da cana-de-açúcar (Silveira; Medina, 2015; Cordeiro; Tavares; Toledo Filho, 2016; Andreão *et al.*, 2019; Rodier *et al.*, 2019) ou de nutrientes do próprio solo. O emprego em sistemas cimentícios da CLBC requer cuidados em função da possibilidade de reações álcali-agregado (Mehta; Monteiro, 2008; Roselló *et al.*, 2015; Rodier *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2020; Lyra *et al.*, 2021), que tem a capacidade de comprometer a durabilidade desses sistemas devido a reações entre materiais silicosos do agregado com álcalis (neste caso, K<sub>2</sub>O) presentes nas pastas. Como resultado, ocorre a formação de um gel de álcali-silicato responsável por expansão, fissuração e desagregação do concreto (Neville, 2016).

O ensaio de perda ao fogo permitiu estimar qual o teor de materiais carbonáceos na CLBC. Na Tabela 10 é possível observar que a cinza apresentou 2,8% de perda ao fogo, que é um resultado inferior ao das cinzas coletadas por Mali e Nanthagopalan (2020) em diferentes momentos durante uma safra completa. Além

disso, a CLBC apresentou perda ao fogo inferior à que foi obtida pela cinza coletada em filtro manga, que apresentou perda ao fogo de 21% (Bahurudeen et al., 2014) e a cinza de um coletor de fuligem recalcinada cuja perda ao fogo foi 18% (Barbosa; Cordeiro, 2021). A partir desse resultado, é possível inferir que a queima do bagaço na caldeira que gerou a CLBC foi eficiente e, consequentemente, houve uma baixa contaminação da cinza por materiais carbonáceos. Neste caso, a CLBC atendeu às exigências da NBR 12653 (ABNT, 2014), que estabelece um somatório de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O3 e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de no mínimo 70% e uma perda ao fogo inferior a 10% para classificar um material como pozolânico.

bela 10: Composição (	de oxídos e perda a	o logo da CLI
Compos	ição CLB	C
SiO <sub>2</sub> (%	67,	7
$AI_2O_3$ (	%) 12,	1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (	%) 3,7	7
CaO (%	%) 5,0	)
K <sub>2</sub> O (%	ó) 4,9	)
SO <sub>3</sub> (%	ó) 2,3	3
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%	%) 0,6	3
TiO <sub>2</sub> (%	6) 0,8	3
MnO (9	<b>%)</b> 0,1	
Perda ao fo	go (%) 2,8	3

Tabela 10<sup>-</sup> Composição de óxidos e perda ao fogo da CLBC.

A Figura 37 mostra o difratograma de raios X da CLBC, que revelou a presença de picos relacionados à contaminação da cinza por quartzo, sendo essa sua única fase cristalina. A presença do quartzo pode ser justificada pela areia presente no solo onde a cana-de-açúcar foi cultivada e pela sua aderência ao bagaço, que foi posteriormente queimado para a geração da cinza na usina. A CLBC apresentou um halo de amorfismo entre 15 e 30°, o que demonstra a existência de fases amorfas. A presença do halo de amorfismo está coerente com o que é esperado para uma cinza do bagaço (Bahurudeen et al., 2014; Barbosa; Cordeiro, 2021; Mali; Nanthagopalan, 2021).

A análise quantitativa permitiu identificar que a cinza apresentou 44% de SiO<sub>2</sub> na forma de quartzo. Essa quantidade de quartzo, entretanto, é inferior ao que foi observado por Cordeiro *et al.* (2018a) e Cordeiro, Linhares e Lemos (2022) para amostras de CBCA. Essa é uma característica interessante da CLBC e novamente está associada ao método de coleta da cinza. As cinzas pesadas são coletadas no fundo das caldeiras, enquanto a CLBC foi coletada em um tubo de desvio localizado na saída dos gases de exaustão da queima do bagaço. Como o quartzo é um material denso, a tendência é a de que apenas as suas partículas muito finas de quartzo sejam carregadas junto aos gases.

Avaliando os resultados de refinamento de Rietveld e de composição química, é possível inferir que a CLBC apresenta 37,9% de sílica amorfa (Rwp de 5,74%), que é uma quantidade similar à quantidade observada para amostras de CBCA (Cordeiro, Toledo Filho; Almeida, 2011; Mali; Nanthagopalan, 2021; Andrade Neto *et al.*, 2021; De Pádua; Cordeiro, 2022). A CLBC contou, ainda, com 12,1% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, o que pode contribuir para a atividade pozolânica da cinza. Portanto, o total de fases amorfas presente na cinza leve é de aproximadamente 56%. Este amorfismo é superior ao das CBCA de topo (45 ± 1%) e de fundo (30 ± 0,2%) do fracionamento densimétrico determinado em ensaios de fração solúvel (Andreão *et al.*, 2019). Também foram superiores aos de cinzas sujeitas a diferentes procedimentos de moagem estudadas por Cordeiro *et al.* (2008), cujo amorfismo foi de 24%, e por Cordeiro, Tavares e Toledo Filho (2016), com amorfismos entre 13 e 51% Para as cinzas submetidas à queima controlada a 600°C (Cordeiro; Andreão; Tavares, 2019), o amorfismo determinado pelo ensaio de fração solúvel foi de 32 ± 2%.



Figura 37: Difratograma de raios X da CLBC.

O ensaio de granulometria a laser permitiu determinar as curvas granulométricas das três cinzas leves em comparação com a granulometria do cimento. Todas as curvas estão apresentadas na Figura 38. A CLBC30 alcançou um  $D_{50}$  de 30,3 µm (Tabela 11) após a moagem de homogeneização. A CLBC20 e a CLBC10, por sua vez, apresentaram  $D_{50}$  de 19,9 e 9,9 µm, respectivamente, conforme definido pelas estratégias de moagem adotadas na pesquisa. É relevante destacar que a CLBC20 apresentou granulometria similar à do cimento (Figura 38). Um tempo de moagem bem superior foi necessário para a produção da CLBC10 quando comparada à produção de CLBC20.



Figura 38: Granulometrias das amostras de cimento, CLBC10, CLBC20 e CLBC30.

Propriedades	CLBC10	CLBC20	CLBC30
D <sub>10</sub> (μm)	1,8	3,6	5,8
D <sub>50</sub> (μm)	9,9	19,9	30,3
D <sub>90</sub> (μm)	46,0	83,7	120,0
Superfície específica BET (m²/g)	16,2	13,9	17,1

A Figura 39 apresenta imagens de microscopia da CLBC30, cujas estruturas morfológicas foram facilmente identificadas. Essa cinza é composta por partículas de sílica amorfa com aparência esférica (seta verde nas Figuras 39a e 39b), o que indica à queima na caldeira em temperatura elevada. A estrutura celular em cadeia de fitólitos no formato de haltere (seta rosa na Figura 39a) também indica a presença de sílica amorfa. Além disso, é possível observar sílica na forma de uma espécie de esponja (seta vermelha na Figura 39b) e um corte transversal das epidermes externa e interna (seta azul na Figura 39c). Partículas de quartzo foram identificadas em formatos irregulares (seta amarela nas Figuras 39a e 39d). Um padrão pouco comum e que também pode ser identificado na CLBC30 foi o esqueleto de sílica na forma de favo de mel (seta laranja na Figura 39d), que foi previamente identificado por Cordeiro e Sales (2015) na cinza do capim elefante.



Figura 39: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da CLBC30 com estrutura de fitólitos, quartzo e sílica esférica (a), esponja e sílica esférica (b), epiderme (c) e favo de mel e quartzo (d).

A CLBC20 (Figura 40), por sua vez, exibiu estruturas de fitólitos em formato de haltere, em uma posição que permite observar os fitólitos de um ângulo diferente (seta branca na Figura 40a). Dessa forma, a sílica amorfa (seta branca na Figura 40a) e o quartzo (seta amarela na Figura 40a) continuaram sendo facilmente identificados. Também foi possível identificar a presença de sílica no formato esférico em tamanho superior a 30 µm (seta verde na Figura 40b).





Figura 40: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da CLBC20 com estrutura de fitólitos, quartzo (a) e sílica esférica (b).

Na CLBC10 (Figura 41) foi mais difícil identificar estruturas morfológicas típicas devido à intensa redução do tamanho das partículas, mas ainda foram observados fitólitos em formato de haltere (seta lilás na Figura 41a), juntamente com o quartzo (seta amarela na Figura 41a). Essas estruturas morfológicas são similares às observadas em amostras de CBCA por Chusilp, Jaturapitakkul e Kiattikomol (2009), Cordeiro e Kurtis (2017) e Andreão *et al.* (2020), o que reforça que a CLBC apresenta uma estrutura morfológica típica de um material pozolânico com contaminação por quartzo. Um formato mais alongado (seta azul claro na Figura 41b), que parece indicar o início da formação de núcleos na sílica devido à temperatura de queima, também foi identificado na CLBC10.



Figura 41: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da CLBC10 com fitólito e quartzo (a) e a formação de núcleos (b).

As isotermas de adsorção-dessorção de nitrogênio das cinzas leves estão apresentadas na Figura 42. Todas as cinzas revelaram um comportamento semelhante entre si em relação ao formato da curva de adsorção-dessorção. Elas apresentaram um comportamento de sobreposição entre a quantidade de gás adsorvido-dessorvido para a pressão relativa de 0,4, seguido de um aumento na diferença entre essa quantidade a partir desse ponto, formando uma curva sem diferença brusca. Com a determinação da histerese tipo H3 foi possível identificar que essas cinzas são compostas por mesoporos (diâmetro entre 0,002 µm e 0,05 µm), com estruturas interconectadas (THOMMES *et al.*, 2015). As três cinzas leves podem ser classificadas como Tipo II segundo IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*). Isso significa que essas cinzas apresentaram uma rede de poros composta por macroporos (diâmetro acima de 0,05 µm).



Figura 42: Isotermas de adsorção-dessorção de nitrogênio da CLBC10, CLBC20 e CLBC30.

A CLBC30 foi a cinza que adsorveu um volume de gás ligeiramente superior ao adsorvido pelas outras cinzas, o que indica uma maior porosidade de suas partículas, corroborando as análises de MEV (Figura 40). O comportamento observado pelas cinzas leves é o mesmo observado por amostras de CBCA estudadas por Barbosa e Cordeiro (2021) e por Cordeiro *et al.* (2020).

Os resultados de superfície específica BET das três cinzas estão apresentados na Tabela 11. A CLBC30 alcançou uma superfície específica BET típica de uma CBCA

produzida em laboratório (De Siqueira; Cordeiro, 2022a; Tripathy *et al.*, 2022). Sua superfície específica BET de 17,1 m<sup>2</sup>/g foi alcançada apenas com uma moagem de homogeneização. Ao se reduzir o  $D_{50}$  para 20 µm (CLBC20), houve uma redução na superfície específica para 13,9 m<sup>2</sup>/g. Essa mudança aparentemente contraditória está associada ao colapso da estrutura porosa devido as condições brandas de moagem. Esse colapso já foi previamente identificado para pesquisas envolvendo à moagem da cinza da casca de arroz, que é um material reconhecido por ser altamente poroso (Cordeiro *et al.*, 2011; Van *et al.*, 2013; Vieira *et al.*, 2020). Com a continuidade da moagem para a produção da cinza mais fina, houve um aumento na superfície específica, e a CLBC10 alcançou 16,2 m<sup>2</sup>/g, que é um valor comparável ao da CLBC30.

O resultado de superfície específica BET da CLBC10 foi similar ao de uma CBCA com mesmo  $D_{50}$  estudada por De Siqueira e Cordeiro (2022a e 2022b). A partir do ponto da produção da CLBC10, caso fosse necessário produzir uma cinza com tamanho de partículas ainda menores, a tendência seria um aumento contínuo de superfície específica, da mesma forma como pode ser observado para a CBCA convencional (Cordeiro *et al.*, 2009; Bahurudeen; Santhanam, 2015; Cordeiro; Kurtis, 2017). É importante destacar que quanto maior a superfície específica, mais reativa é a cinza (Cordeiro *et al.*, 2009). No entanto, é necessário considerar que quanto menor o tamanho de partícula desejado, maior será a energia necessária para a moagem. No caso das cinzas leves, a elevada superfície específica foi o resultado da presença de partículas porosas, da baixa contaminação e da melhoria física promovida pela moagem.

A atividade pozolânica das cinzas foi avaliada através dos ensaios de índice de desempenho, reatividade com cal e Chapelle modificado, conforme apresentado na Tabela 12. Todas as cinzas atingiram índices de desempenho superiores a 90%, atendendo ao requisito mínimo estabelecido pela NBR 12653 (ABNT, 2014) para materiais pozolânicos. A CLBC10 obteve o maior índice de desempenho (133%), seguida pela CLBC20 (118%) e CLBC30 (113%). Surpreendentemente, mesmo a cinza submetida apenas à moagem de homogeneização apresentou um desempenho mecânico superior ao da referência. Esse aumento do índice de desempenho com a redução do tamanho de partícula está de acordo com o comportamento observado

para amostras de CBCA (Cordeiro; Toledo Filho; De Almeida, 2011; Cordeiro; Kurtis, 2017).

Os valores aproximados de índice de desempenho da CLBC30 e da CLBC20 podem ser resultado do colapso da estrutura porosa, que ocorreu com o avanço da moagem. É relevante ressaltar que o índice de desempenho das cinzas leves foi superior ao de amostras de CBCA estudadas em pesquisas anteriores (Cordeiro *et al.*, 2009; Bahurudeen; Santhanam, 2015; Cordeiro; Tavares; Toledo Filho, 2016; Cordeiro *et al.*, 2018a; Mali; Nanthagopalan, 2020), demonstrando o grande potencial reativo das cinzas leves.

A redução do tamanho de partícula resultou em maior homogeneidade das partículas da CLBC, além da criação de novas superfícies para a exposição da sílica amorfa, contribuindo para a melhoria na reatividade (Cordeiro; Kurtis, 2017). Esse efeito conjugado dos efeitos físicos e químicos compensou o efeito de diluição proporcionado pela substituição de 25% da massa de cimento pela cinza (Moraes *et al.*, 2021).

Propriedades	CLBC10	CLBC20	CLBC30
Índice de desempenho (%)	133	118	113
Reatividade com cal (MPa)	8,2	7,1	7,1
Chapelle modificado (mg/g)	530	485	465

Tabela 12: Valores de atividade pozolânica das cinzas CLBC10, CLBC20 e CLBC30 obtidos em ensaios de índice de desempenho, reatividade com cal e Chapelle modificado.

O desempenho mecânico do ensaio de reatividade com cal, também indicados na Tabela 12, confirmaram a alta reatividade da cinza ultrafina, que já havia sido anteriormente indicada no ensaio de índice de desempenho. Nesse aspecto, a CLBC10 mostrou-se mais reativa, apresentando uma resistência à compressão de 8,2 MPa após 7 dias de cura. Esse valor foi próximo ao de uma argamassa com uma cinza volante pozolânica produzida Kasaniya, Thomas e Moffatt (2019). As argamassas com CLBC30 e CLBC20 exibiram o mesmo valor de resistência à compressão (7,1 MPa). Esse resultado, juntamente com os de índice de desempenho mecânico, sugere que a superfície específica BET superior da CLBC30 pode ter compensado sua granulometria mais grossa.

O ensaio de Chapelle modificado (Tabela 12) permitiu uma análise mais profunda sobre o comportamento pozolânico das cinzas leves nos diferentes tamanhos de partícula. Nesta metodologia, que se baseia no consumo de hidróxido de cálcio em condições de supersaturação, observou-se que à medida que ocorre a redução do tamanho de partícula, houve um aumento significativo da atividade pozolânica. A CLBC10 foi a cinza leve que apresentou a maior reatividade (530 mg/g). Essa reatividade foi 9% superior à reatividade obtida pela CLBC20 (485 mg/g) e aproximadamente 14% superior àquela obtida pela CLBC30 (465 mg/g). É possível ressaltar que as cinzas mais grosseiras apresentaram reatividades similares, da mesma forma como ocorreu para o ensaio de índice de desempenho. A diferença entre os resultados de reatividade obtidos pela CLBC30 e CLBC20 para os ensaios de índice de desempenho e o de Chapelle modificado foi de 4%.

É interessante notar que a faixa de atividade Chapelle alcançada pelas cinzas leves foi superior aos valores observados por Cordeiro *et al.* (2018a) e Mali e Nanthagopalan (2021) para amostras de CBCA. O aumento na atividade pozolânica pode estar associado ao aumento da exposição da sílica amorfa promovido pela moagem, principalmente a utilizada para produzir uma cinza com  $D_{50}$  igual a 10 µm. Cordeiro e Kurtis (2017) já haviam observado um aumento significativo da solubilidade da sílica presente na CBCA quando o tamanho das partículas foi continuamente reduzido por moagem ultrafina.

### 4.2 Estudo da hidratação em pasta

A Figura 43 apresenta os resultados de calorimetria isotérmica das pastas, calculados a partir das massas de materiais cimentícios. O primeiro pico não pode ser avaliado, pois as amostras foram inseridas no calorímetro somente após a produção das pastas. Ao analisar as curvas de fluxo de calor, pode-se observar que as pastas com CLBC apresentaram um período de dormência levemente menor que o observado para a P-REF, como indicado no detalhe da Figura 43. Uma possibilidade para a redução do período de indução pelas pastas contendo cinzas leves é a elevada superfície específica das cinzas, o que aumentou a área para deposição dos hidratos. Esse comportamento foi anteriormente observado para uma CBCA, que substituiu parcialmente o cimento no teor de 20% (Barbosa, 2018).



Figura 43: Valores de fluxo de calor calculado pela massa de material cimentício para todas as pastas (detalhe para as primeiras 3 h de ensaio).

Os valores de tempo final do período de dormência para as quatro pastas estão apresentados na Tabela 13. O final do período de dormência da pasta P-REF e da P-CLBC10 ocorreu após 1 h e 44 min e 1 h e 45 min, respectivamente. As pastas P-CLBC20 e P-CLBC30, por sua vez, apresentaram o fim do período de dormência cerca de 10 min antes da pasta P-REF. É possível que a similaridade entre as superfícies específicas das três cinzas tenha sido a causa desse comportamento.

Característica	P-REF	P-CLBC10	P-CLBC20	P-CLBC30
Fim da dormência (h: min)	1:44	1:45	1:38	1:36
Fluxo máximo de calor (mW/g mat. cim.)	2,85	2,74	2,70	2,72
Calor acumulado total (J/g)	254,64	228,10	226,09	227,82

Mesmo que a moagem tenha melhorado os efeitos físicos e aumentado a exposição do material amorfo para contribuir com as reações pozolânicas, as pastas com cinzas leves não conseguiram compensar totalmente o efeito de diluição durante as primeiras 72 h de hidratação. Isso pode ser identificado através da redução do pico relacionado à reação de C<sub>3</sub>S nas pastas com cinza. Analisando o fluxo máximo de calor alcançado pelas pastas com cinza e pela referência, conforme apresentado na Tabela 15, observa-se que as pastas com cinzas apresentaram resultados similares entre si. Os valores de fluxo máximo alcançados nas pastas P-CLBC10, P-CLBC20 e P-CLBC30 foram de 2,74 mW/g, 2,70 mW/g e 2,72 mW/g, respectivamente. Esses valores representam uma queda de aproximadamente 5% em relação à pasta de referência (P-REF). No entanto, o fato dos picos relacionado ao C<sub>3</sub>S das pastas com cinzas terem sido formados antes da pasta referência também pode estar associado ao efeito de nucleação heterogênea promovido pelas cinzas (De Siqueira; Cordeiro, 2022a).

O pequeno "ombro" formado no trecho de desaceleração (Figura 43) após 14 h de hidratação indica o esgotamento do gesso (Andreão *et al.*, 2020). Esse "ombro" se formou para todas as pastas com cinzas leves antes da pasta P-REF. Para a pasta P-CLBC10, ele é mais facilmente identificado e apresentou um fluxo de calor superior ao da P-REF. Já para as pastas P-CLBC20 e PCLBC30, os tempos e as liberações de calor durante a depleção de gesso foram similares. A presença de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SO<sub>3</sub> nas cinzas do bagaço contribuíram para a formação desse "ombro", como foi observado anteriormente em um estudo em pasta contendo CBCA (Moraes *et al.*, 2021). É importante lembrar que a CLBC é composta por quantidades consideráveis de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

As curvas de calor acumulado liberado por grama da massa de material cimentício (Figura 44) mostraram que a liberação de calor nas pastas P-CLBC10, P-CLBC20 e P-CLBC30 foi menor em comparação com a P-REF. Isso ocorreu devido ao efeito de diluição (Barbosa; Cordeiro, 2021). No detalhe da Figura 44, é possível perceber a diferença expressiva entre o valor acumulado máximo alcançado pela pasta P-REF e pelas pastas com cinza leve ao longo dos 3 dias de ensaio.

Apesar das pastas com cinzas leves liberarem menos calor ao longo do ensaio em relação à P-REF, os valores de calor acumulado máximo alcançados pelas três pastas foram similares entre si. A Tabela 15 mostra que calor acumulado máximo obtido pela pasta P-REF (254,64 J/g) foi cerca de 12% superior ao observado para as pastas P-CLBC10, P-CLBC20 e P-CLBC30. Esse comportamento reforça o efeito de diluição e indica que, apesar da moagem possivelmente ter aumentado a exposição do material amorfo, essa exposição não foi suficiente para promover diferenças significativas na liberação de calor nos três dias iniciais de hidratação.

A curva da mistura P-CLBC10 se destacou um pouco mais das outras pastas com CLBC, indicando um leve aumento na liberação de calor. Isso pode ser atribuído ao incremento da reatividade, o que está em consonância com o índice de desempenho observado e com o que foi observado em pastas com CBCA (De Siqueira; Cordeiro, 2022a; Cordeiro; Linhares; Lemos, 2022).



Figura 44: Curvas de calor acumulado calculada em relação à massa de material cimentício para todas as pastas.

Os resultados do ensaio de retração química das pastas são mostrados na Figura 45. Nas primeiras 12 h do ensaio, todas as pastas apresentaram retração química similares. Neste ponto, as pastas com cinzas leves, com exceção da P-CLBC10, apresentaram resultados de retração química inferiores à P-REF, evidenciado pela mudança nas inclinações das curvas. Esse comportamento se deve ao efeito de diluição, que indica a formação de menos produtos hidratados devido à substituição do cimento pelas cinzas leves, ao tamanho das partículas da CLBC20 e CLBC30 e à reatividade dessas cinzas. A redução da retração para as pastas com cinzas leves em relação a pasta referência também foi observada em trabalhos envolvendo pastas binárias e ternárias de cinza da casca de arroz e cinza do bagaço (De Moraes *et al.*, 2023) e para pastas compostas por CBCA submetidas à lixiviação ácida (Almeida; Cordeiro, 2023). Ao comparar as pastas P-CLBC10, P-CLBC20 e P-CLBC30, observou-se um aumento na retração com a redução do tamanho de partícula. A pasta P-CLBC10 apresentou retração química similar à P-REF, indicando uma melhoria na reatividade promovida pela moagem. Esse aumento na retração pode possivelmente ser atribuído ao efeito físico (fíler e de nucleação heterogênea) e às reações pozolânicas, como discutido por Cordeiro e Kurtis (2017) e Barbosa e Cordeiro (2022), que estudaram pastas compostas por 20% de CBCA.



Figura 45: Curvas de retração química calculada em relação à massa de material cimentício para todas as pastas.

É importante notar que as pastas contendo cinzas leves nesta pesquisa apresentaram retração química inferior à P-REF ao final do ensaio (com exceção da P-CLBC10) e retração inferior a todas as cinzas estudadas por Barbosa e Cordeiro (2021), De Siqueira e Cordeiro (2022a) e Almeida e Cordeiro (2023). Essa diferença pode estar atribuída à alta demanda de água das pastas com cinzas leves, identificada pela diferença no espalhamento quando comparada à pasta referência (HU *et al.*, 2017).

#### 4.3 Reologia em pasta

O modelo adotado para o ajuste das curvas tensão cisalhante *versus* taxa de cisalhamento foi o de Bingham, que se caracteriza por estabelecer uma regressão linear entre as variáveis por considerar a pasta cimentícia como um fluido não newtoniano. Esse modelo permitiu estabelecer que, para que ocorra o deslocamento das pastas cimentícias, é necessária uma tensão mínima, ou seja, a tensão de escoamento. No entanto, a tendência é que a pasta, com o início do escoamento, resista às deformações. Essa resistência é a viscosidade plástica, determinada pela inclinação da curva do modelo de Bingham. Os resultados experimentais do ensaio de reologia com o viscosímetro Brookfield são apresentados na Figura 46. O modelo utilizado mostrou-se adequado, com um coeficiente de correlação R<sup>2</sup> superior a 0,99 para todas as pastas.

A análise dos resultados revela que as pastas contendo cinzas leves apresentaram, para uma dada taxa de deformação, valores de tensão cisalhante maiores que os observados para P-REF. As diferenças nos comportamentos reológicos das pastas com cinzas leves ficam mais evidentes ao se analisar os resultados de tensão de escoamento e viscosidade plástica (parâmetros de Bingham), que estão apresentados na Tabela 14. A pasta P-REF apresentou uma tensão de escoamento de 9,60 Pa, enquanto as pastas P-CLBC30, P-CLBC20 e P-CLBC10 apresentaram tensões de escoamento superiores.



Figura 46: Resultados experimentais da taxa de cisalhamento e tensão de cisalhamento do ensaio de reologia obtidos com o viscosímetro Brookfield para as pastas P-REF, P-CLBA10, P-CLBC20 e P-CLBC30.

Tabela 14: Parâmetros reológicos de Bingham das pastas e coeficiente de correlação do ajuste linear

IX.			
т <sub>0</sub> (Ра)	μ (Pa.s)	R <sup>2</sup>	
9,60 (± 0,63)	0,77 (± 0,06)	0,9986	
33,57 (± 0,11)	1,53 (± 0,11)	0,9995	
31,46 (± 2,16)	1,56 (± 0,11)	0,9992	
25,78 (± 1,40)	1,64 (± 0,07)	0,9971	
	<b>T</b> <sub>0</sub> ( <b>Pa</b> ) 9,60 (± 0,63) 33,57 (± 0,11) 31,46 (± 2,16) 25,78 (± 1,40)	τ₀ (Pa) μ (Pa.s)   9,60 (± 0,63) 0,77 (± 0,06)   33,57 (± 0,11) 1,53 (± 0,11)   31,46 (± 2,16) 1,56 (± 0,11)   25,78 (± 1,40) 1,64 (± 0,07)	

A pasta P-CLBC10 foi a que apresentou maior tensão de escoamento, atingindo 33,57 Pa. Essa tensão é 250% superior à obtida pela mistura P-REF, o que indicou uma queda na fluidez dessa mistura. A pasta P-CLBC20 apresentou uma tensão de escoamento similar à da pasta P-CLBC10 e 227% superior à P-REF. No entanto, a pasta P-CLBC30 alcançou uma tensão inferior de 25,78 Pa. Por mais que essa tensão seja inferior à obtida pela P-CLBC20, ela se manteve significativamente elevada (168%) quando comparada à tensão obtida pela pasta P-REF. Esse comportamento indica que a tensão de escoamento reduz quanto mais grossa foi a cinza utilizada. Essa diferença entre os resultados ocorreu devido às granulometrias serem distintas. O aumento da tensão de escoamento devido à utilização de CBCA já foi anteriormente observado em pastas produzidas com cimentos pozolânicos com CBCA e fíler calcário nos teores de 7 e 14% (De Siqueira; Cordeiro, 2022a). Além

disso, a tensão de escoamento obtida pela P-CLBC30 está próxima daquela obtida por Jittin e Bahurudeen (2022), que analisaram pastas com 20% (em massa) de CBCA e relação água-material cimentício igual a 0,4. Os resultados das tensões de escoamento obtidos ao se estudar a reologia nas pastas com cinzas leves diferem dos resultados obtidos por Athira e Bahurudeen (2022). Esses autores observaram uma melhora na tensão de escoamento ao compararem pastas produzidas com cinza *in natura* e cinza beneficiada para o mesmo teor de substituição (20%, em massa) e mesma relação água-material cimentício (0,4). Para os autores a queda na tensão escoamento na pasta com cinza beneficiada ocorreu devido à redução na interação física entre as partículas da matriz cimentícia promovida pela remoção das partículas fibrosas que estavam presentes na cinza *in natura*, o que não foi o caso das pastas com cinzas leves.

Com relação à viscosidade plástica, os resultados obtidos pelas quatro pastas estão apresentados na Tabela 14. A pasta P-REF foi a que obteve o menor valor de viscosidade (0,77 Pa.s), indicando que apresentou menor resistência à deformação. Os valores de viscosidade para P-CLBCA10, P-CLBC20 e P-CLBC30 foram 1,53 Pa.s, 1,56 Pa.s e 1,64 Pa.s, respectivamente. As pastas com cinzas leves apresentaram resultados similares entre si e aproximadamente 105% superiores à P-REF. Apesar das cinzas leves apresentarem granulometrias distintas, devido à similaridade entre suas superfícies específicas, não ocorreram alterações significativas na viscosidade das pastas. De Siqueira e Cordeiro (2022) observaram que a viscosidade plástica de uma pasta composta por um cimento pozolânico com 14% de CBCA foi 1,57 Pa.s, resultado superior ao da pasta com CP I e similar ao obtido pelas pastas com as cinzas leves aqui estudadas. Os autores concluíram que houve um aumento na viscosidade plástica de plástica devido a elevada superfície específica e finura da CBCA e as partículas porosas e fibrosas.

A tensão de escoamento das pastas com as cinzas aumentou com a redução do tamanho de partícula da cinza. A viscosidade plástica, por sua vez, não foi influenciada pela granulometria das cinzas. Esse parâmetro seria alterado apenas se houvesse diferença significativa entre os resultados de superfície específica (Dos Santos, 2021), o que não foi o caso.

# 4.4 Aplicação em argamassas - avaliação da evolução da resistência à compressão no tempo, absorção total e por capilaridade

A evolução da resistência à compressão média para todas as argamassas nas idades de 7, 28 e 120 dias pode ser observada na Figura 47. O gráfico exibe os valores médios de quatro corpos de prova para as idades de 7 e 120 dias, cinco corpos de prova para a idade de 28 dias e os valores de desvio-padrão. Os resultados da análise de variância (ANOVA) relativos aos valores médios de resistência à compressão estão indicados no Anexo 1 (Tabelas 15, 16 e 17). Aos 7 dias, não foram identificadas diferenças significativas, ao nível de significância de 5%, entre as argamassas A-REF, A-CLBC10 e A-CLBC20, que apresentaram resistência média em torno de 26 MPa. Essa equiparação inicial entre as resistências das argamassas A-REF, A-CLBC10 e A-CLBC20 ocorreu devido ao efeito físico e reatividade das cinzas CLBC10 e CLBC20, que compensaram o efeito de diluição. Resultados similares foram alcançados pelo uso de CBCA em avaliação da resistência à compressão aos 7, 14 e 28 dias de concretos compostos por 20% de cinza (Ganesan; Rajagopal; Thangavel, 2007).



Figura 47: Valores de resistência à compressão aos 7, 28 e 120 dias para todas as argamassas.

Aos 7 dias, a mistura A-CLBC30 apresentou uma resistência média cerca de 20% inferior em comparação com as outras argamassas. A diferença na reatividade entre as cinzas resultou em uma diferença significativa na resistência da argamassa

contendo a cinza mais grossa em relação às demais misturas. Isso pode ser atribuído à maior solubilidade da sílica presente nas cinzas quando o tamanho das partículas é menor, conforme discutido por Cordeiro e Kurtis (2017). É interessante observar que as argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 conseguiram compensar o efeito de diluição, principalmente por meio dos efeitos pozolânicos, de nucleação heterogênea e da ação como fíler desde as idades iniciais. Resultados similares foram observados por Ganesan, Rajagopal e Thangavel (2007) e Joshaghani e Moeini (2017).

Após 28 dias de cura, ficou evidente uma clara diferenciação nos valores médios de resistência à compressão entre todas as argamassas, com diferenças significativas entre elas. O melhor desempenho foi observado na argamassa A-CLBC10, que alcançou 37 MPa, corroborando os resultados de atividade pozolânica.

É importante notar que aos 28 dias a A-CLBC20 não apresentou um desempenho superior ao da argamassa A-REF (35 MPa), apesar da distribuição semelhante dos tamanhos de partículas entre o cimento e a CLBC20. Seu desempenho de 33 MPa foi 6% inferior a A-REF. Isso indica a importância de uma moagem ultrafina para as cinzas com o objetivo de se obter um desempenho mecânico superior ao da A-REF. Essa melhoria de desempenho com a utilização da cinza já foi observada em diferentes estudos com CBCA (Cordeiro *et al.*, 2008a; Cordeiro; Toledo; Almeida, 2011; Jagadesh *et al.*, 2018).

A argamassa A-CLBC30 apresentou uma grande evolução na resistência aos 28 dias ao alcançar 30 MPa. Entre as idades de 7 e 28 dias, seu ganho de resistência foi de aproximadamente 43%. No entanto, esse ganho de resistência não foi suficiente para compensar o efeito de diluição causado pela substituição de 20% do cimento. Em outras palavras, a superfície específica da A-CLBC30 não foi capaz de superar o efeito negativo promovido pela redução da quantidade de cimento na mistura.

Nos ensaios realizados aos 120 dias de cura, as argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 demonstraram resistências significativamente superiores em relação à mistura A-REF. Não houve diferença significativa entre os valores médios de resistência de A-CLBC10 e A-CLBC20. É importante notar que entre as idades de 7 e 120 dias, A-CLBC10 e A-CLBC20 apresentaram um ganho de resistência de 51% e 49%, respectivamente. No entanto, a mistura A-CLBC10 apresentou uma menor evolução de resistência média da idade de 28 para 120 dias, quando comparada à A- CLBC20. Isso pode estar associado ao aumento da exposição da sílica amorfa com a redução do tamanho de partícula, o que contribuiu para o aumento da intensidade das reações pozolânicas em idades mais iniciais para a mistura A-CLBC10.

A mistura A-CLBC30 apresentou a menor resistência também nesta idade final de avaliação, indicando que, para um teor de substituição de 20%, o efeito de diluição suplantou a moderada atividade pozolânica do material. Os resultados de resistência indicaram que é possível utilizar uma CLBC com *D*<sub>50</sub> próximo ao do cimento (20 μm) para obter ganhos de resistência a longo prazo. Essa característica é importante e confere maior valor agregado à cinza, uma vez que uma moagem ultrafina não é necessária nesse caso. Moraes *et al.* (2021) estudaram a resistência à compressão em pastas com CBCA e observaram que os efeitos físicos da cinza moída, que substituiu o cimento no teor de 20%, contribuíram levemente com o ganho de resistência após 28 dias. No caso das argamassas com cinzas leves, moer pode ter aumentado a exposição do material amorfo (Cordeiro; Kurtis, 2017), e, consequentemente, melhorado a reatividade das cinzas, o que justificaria os resultados de resistência de A-CLBC10 e A-CLBC20 serem superiores ao da argamassa A-CLBC30.

O ensaio de absorção de água por imersão aos 28 dias de cura foi realizado para analisar o impacto das cinzas na porosidade aberta das argamassas. Houve diferenças significativas entre as quatro argamassas de acordo com a análise ANOVA (Tabela 18 do Anexo 1). O teste de Duncan revelou que, a 5% de probabilidade, não houve diferença significativa nos resultados de absorção por imersão total entre as argamassas A-REF (7,9%) e A-CLBC10 (8,0%). No entanto, as argamassas A-CLBC20 e A-CLBC30 apresentaram valores de absorção de 8,4% e 9,1%, respectivamente, que foram superiores aos obtidos para as outras duas misturas. Dessa forma, quanto mais grosseira foi a cinza utilizada, maior foi a absorção total obtida pela argamassa aos 28 dias. É importante destacar que como as cinzas do bagaço são reconhecidas pela influência das reações pozolânicas de forma mais significativa em idades tardias, pode haver uma densificação da estrutura porosa para essas idades.

Os resultados do ensaio de absorção capilar realizado nas argamassas aos 28 dias estão indicados na Figura 48. Ao longo dos 18 dias de monitoramento, todas as

argamassas apresentaram absorção similar nas primeiras 3 h de ensaio. No entanto, ao final do período de ensaio, a análise de variância (Tabela 19 do Anexo 1) revelou que houve diferenças significar entre as argamassas A-REF e todas as argamassas com cinzas leves. Notadamente, a argamassa A-REF apresentou uma absorção capilar aproximadamente 55% superior aos resultados das argamassas com cinzas leves, o que demonstra que as cinzas leves provavelmente preencheram os vazios existentes nos poros capilares da argamassa. Isso, ao ocorrer, dificulta a passagem da água por esses poros e promove uma intensificação na densificação das argamassas. Comparando os resultados obtidos entre as argamassas com cinza leve, as misturas A-CLBC10, A-CLBC20 e A-CLBC30 apresentaram absorção de 0,33 g/cm<sup>2</sup>, 0,37 g/cm<sup>2</sup> e 0,40 g/cm<sup>2</sup>, respectivamente.



Figura 48: Absorção capilar aos 28 dias para todas as argamassas.

#### 4.5 Aplicação em argamassas – ataque por ácido sulfúrico

A Figura 49 apresenta a variação do pH da solução ácida (concentração ácida de 1,5%, em volume) ao longo dos 92 dias de exposição das argamassas ao ataque ácido. As quedas bruscas de pH nas idades de 28 e 56 dias foram causadas pelas trocas de solução, feitas para acelerar o processo de ataque e evitar que o pH ultrapassasse o limite de 2, previamente estabelecido para simular um ambiente altamente agressivo. O aumento no pH registrado deve-se à produção do sulfato de cálcio ou gesso hidratado através da reação entre a solução de ácido sulfúrico e o

hidróxido de cálcio livre produzido pelas reações de hidratação do cimento Portland. Paiva (2016) identificou que durante o ataque, além da formação do gesso, é possível que ocorra a formação da etringita. Essa etringita, formada a partir da reação entre o sulfato de cálcio hidratado e C<sub>3</sub>A, se caracteriza por ser um material expansivo que, ao preencher os poros na matriz cimentícia, aumenta a pressão interna na matriz, o que consequentemente promove o surgimento de microfissuras. Essas microfissuras facilitarão a passagem da solução ácida e promoverão a perda de massa.



Figura 49: Monitoramento do pH da solução ácida (concentração de 1,5% de ácido sulfúrico, em volume) durante os 92 dias de ataque para todas as argamassas.

A exposição das diferentes argamassas à solução de ácido resultou em degradação visível, conforme apresentado na Figura 50. Ao comparar a A-REF que permaneceu em solução saturada de cal (Figura 50a) com a mesma argamassa após o ataque ácido (Figura 50b), nota-se uma superfície irregular, porém uniforme, com grãos de agregado miúdo visíveis. A aparência obtida pela argamassa referência foi similar às argamassas de referência produzidas por De Siqueira e Cordeiro (2022b) e Arif, Clark e Lake (2016). Por outro lado, ao comparar os corpos de prova das argamassas com cinzas leves A-CLBC10 (Figura 50c), A-CLBC20 (Figura 50e) e A-CLBC30 (Figura 50g) com e sem ataque (Figura 50d, 50f e 50h, respectivamente), é possível notar que além desses corpos de prova apresentarem uma degradação visualmente distinta da argamassa A-REF atacada (Figura 50b), com vários níveis de

desprendimento, eles também apresentaram suas extremidades arredondadas. Essa aparência é similar àquela obtida pela argamassa composta por 20% de CBCA

(tamanho de partícula  $D_{50}$  de 14,8 µm) quando submetida a 28 dias de exposição ácido sulfúrico, com concentração de 3% (Ali *et al.*, 2022).



(g) (h) Figura 50: Corpos de prova cúbicos não atacados e atacados aos 120 dias: A-REF (a, b), A-CLBC10 (c, d), A-CLBC20 (e, f) e A-CLBC30 (g, h).

O monitoramento da massa das argamassas está apresentado na Figura 51. De forma geral, a mistura A-REF perde mais massa ao longo do tempo do que as argamassas com as cinzas leves. Aos 28 dias de exposição, a argamassa A-REF alcançou uma variação de massa de aproximadamente 8,2%. A análise estatística (Tabela 20 do Anexo 1) mostrou que A-CLBC10 e A-CLBC20 não apresentaram diferenças significativas em relação à perda de massa nesta idade, pois tiveram variações de 2,4% e 2,5%, respectivamente. No entanto, houve diferenças significativas quando elas foram comparadas com a argamassa A-CLBC30, que alcançou uma variação de 3,8%. Comparando o resultado da mistura A-REF com a A-CLBC30, a perda de massa da A-REF foi aproximadamente duas vezes superior à argamassa composta pela cinza mais grossa.



Figura 51: Monitoramento da variação de massa durante os 92 dias de ataque ácido para todas as argamassas.

Aos 56 dias de ataque, observou-se a intensificação da degradação e uma diferença significativa entre todas as argamassas (Tabela 21 do Anexo 1), exceto para as argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20, que mantiveram uma variação de massa inferior a 10%. Durante esse período de exposição, a A-REF foi a que apresentou a maior variação, de 26%. As argamassas A-CLBC10 (variação de 8%) e A-CLBC20 (variação de 9%) alcançaram aproximadamente 33% da variação obtida pela referência no mesmo período de exposição. Por outro lado, a argamassa A-CLBC30
(variação de 14%) apresentou uma variação de massa superior em comparação com as outras duas misturas com cinzas, porém inferior à A-REF. Os comportamentos superiores das argamassas com cinzas podem ser atribuídos à resistência à penetração da solução ácida promovida por essas cinzas, principalmente pela CLBC10 e CLBC20.

O ataque foi interrompido aos 92 dias, guando a perda de massa da argamassa A-REF atingiu cerca de 44%, um valor expressivamente superior às perdas observadas para A-CLBC30 (35%), A-CLBC20 (27%) e A-CLBC10 (25%). A análise estatística (Tabela 22 do Anexo 1) mostrou que houve diferença significativa entre as argamassas com cinzas leves e A-REF ao final do ataque. No entanto, os valores de variação das argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 continuaram sendo similares, da mesma forma que ocorreu aos 56 dias de exposição. Esses valores inferiores de variação das massas para as argamassas com cinzas leves, principalmente A-CLBC10 e A-CLBC20, sugerem, em uma análise preliminar, uma menor degradação frente ao ataque ácido. No entanto, pela análise da seção média dos corpos de prova após o ataque, mostrada na Figura 52, foi possível notar que o mecanismo de degradação nas argamassas com CLBC foi completamente diferente do observado para A-REF (Figura 52a). As misturas A-CLBC10, A-CLBC20 e A-CLBC30 apresentaram espessura de camada degradada (sem variação de cor) de 4,0 mm (Figura 52b), 5,6 mm (Figura 52c) e 3,6 mm (Figura 52d), respectivamente. Essa camada apresenta pH abaixo de 8 e, por isso, não houve alteração de cor com a aplicação de fenolftaleína. Essa camada é composta por gipsita, conforme demonstrado na Figura 53, e por quartzo devido ao desprendimento do agregado miúdo durante o ataque. Os corpos de prova da argamassa A-REF não apresentaram uma camada degradada aderida considerável. A espessura da camada aderida de A-REF foi de apenas 0,6 mm, o que corresponde a aproximadamente 14% das espessuras obtidas pelas argamassas com cinzas leves. Essa espessura reduzida demonstra que a mistura A-REF apresentou um desprendimento da camada degradada ao longo dos 92 dias de ataque, o que justifica sua maior variação de massa, conforme apresentado na Figura 51. Esse comportamento interessante também foi observado em um estudo realizado por De Sigueira e Cordeiro (2022a) ao avaliarem a resistência ao ataque por ácido sulfúrico em argamassas com cimentos produzidos com CBCA e fíler calcário. Para os autores, a formação dessa camada está associada ao consumo de CH pelo ácido sulfúrico para a formação de sulfato de cálcio. A argamassa composta por um cimento pozolânico com CBCA e fíler foi a que apresentou a camada degradada mais grossa.



Figura 52: Seção transversal da parte central dos corpos de prova cilíndricos após os 92 dias de ataque ácido: A-REF (a), A-CLBC10 (b), A-CLBC20 (c) e A-CLBC30 (d).



Figura 53: Difratograma de raios X da camada degradada formada no corpo de prova atacado por solução de ácido sulfúrico.

A Figura 54 mostra os valores dos resultados do ensaio de absorção por imersão para argamassas não atacadas e atacadas em ácido aos 120 dias. Ao se analisar as argamassas não atacadas (Figura 54), todas apresentaram diferença significativa entre os seus valores de absorção (Tabela 23 do Anexo 1). As argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 apresentaram menor absorção total em comparação com a A-REF. Além disso, seus valores são inferiores aos obtidos aos 28 dias, como esperado (absorção total de 8,0% para A-CLBC10 e 8,4% para A-CLBC20). No entanto, a mistura A-CLBC30 não apresentou alteração na absorção aos 28 e 120 dias, que foi de 9%. Esse valor obtido pela A-CLBC30 é 27% superior ao obtido pela argamassa A-CLBC10 e 20% superior ao da mistura A-CLBC20 aos 120 dias. Ademais, o comportamento da A-CLBC30 corrobora os resultados obtidos anteriormente nos ensaios de resistência à compressão (desempenho inferior ao das misturas A-REF, A-CLBC10 e A-CLBC20 para as idades de 7, 28 e 120 dias) e nos ensaios de atividade pozolânica (comportamento inferior à CLBC10). Ganesan, Rajagopal e Thangavel (2007) comprovaram o efeito benéfico da moagem e utilização da CBCA ao analisar concretos compostos parcialmente por cinzas até o teor de 30%. Os autores notaram que ocorre uma queda na absorção entre as idades de 28 e 90 dias devido ao refinamento da estrutura de poros dos concretos.



Figura 54: Valores de absorção total para as argamassas não atacadas e atacadas aos 120 dias.

A argamassa atacada A-REF apresentou uma queda de aproximadamente 13% na sua absorção após o ataque e diferença significativa em relação as argamassas com cinzas leves submetidas ao ataque (Tabela 24 Anexo 1). No entanto, as argamassas A-CLBC30, A-CLBC20 e A-CLBC10 apresentaram um aumento na absorção de 10%, 25% e 28%, respectivamente, quando comparadas com suas respectivas argamassas não atacadas. A argamassa atacada A-CLBC30, dentre as com cinza, foi a que exibiu a maior absorção total ao final do ataque, com 9,9%. E possível notar que a redução do tamanho de partícula das cinzas leves, bem como a sua atividade pozolânica, contribuíram para o aumento da resistência à penetração da solução de ácido sulfúrico das argamassas, quando comparados os resultados de absorção por imersão das misturas atacadas. Dessa forma, a argamassa A-CLBC10 foi a que apresentou a menor absorção por imersão (7,1%) e a A-CLBC20 apresentou um comportamento similar à A-CLBC10. Esse aumento na absorção de água por imersão para argamassas com CLBC, quando comparadas à mistura atacada A-REF, pode ser atribuído à formação da camada degradada aderida aos corpos de prova, como mostra a Figura 52.

Os resultados do ensaio de absorção capilar para as quatro argamassas não atacadas aos 120 dias estão apresentados na Figura 55. As argamassas com cinzas leves não atacadas (Figura 55a) apresentaram diferenças significativas em relação à argamassa A-REF (Tabela 25 Anexo 1). Após 18 dias de monitoramento, a mistura A- REF não atacada alcançou uma absorção capilar de 0,46 g/cm<sup>2</sup>, valor que foi superior ao das quatro argamassas com cinzas leves. Isso pode ter ocorrido devido ao consumo de portlandita pelas cinzas leves, o que indica uma densificação das argamassas como resultado dos 92 dias adicionais de cura. As argamassas A-CLBC10, A-CLBC20 e A-CLBC30 alcançaram ao final do ensaio absorção capilar de 0,36 g/cm<sup>2</sup>, 0,34 g/cm<sup>2</sup> e 0,36 g/cm<sup>2</sup>, respectivamente. Esse resultado demonstra a pouca influência que a redução do tamanho de partículas das cinzas leves exerceu sobre a absorção não atacada. Além disso, corrobora com os resultados de absorção por imersão obtidos para A-CLBC10 e A-CLBC20, que apresentaram comportamentos similares. No entanto, enquanto as argamassas com cinzas leves não atacadas não apresentaram diferenças significativas em seus resultados, quando comparadas aos resultados obtidos após 28 dias de cura, a argamassa A-REF apresentou uma queda de 45%.

Ao se avaliar o comportamento das argamassas atacadas nos ensaios de absorção por capilaridade (Figura 55b), observamos uma inversão em comparação com as argamassas não atacadas (Figura 55a). É evidente que as argamassas contendo CLBC, quando submetidas ao ensaio de absorção por capilaridade, apresentaram maior absorção de água. Isso está em concordância com a formação da camada degradada aderida, resultando em valores de absorção nas misturas degradadas aproximadamente quatro vezes maiores em comparação com as mesmas argamassas mantidas em solução saturada de cal. Estatisticamente, as argamassas com as cinzas leves atacadas apresentaram valores de absorção significativamente diferentes do valor obtido para A-REF (Tabela 26 do Anexo 1). A absorção de A-REF foi de 0,81 g/cm<sup>2</sup>, o que representa um aumento de 57% em relação à mesma mistura quando não atacada. As argamassas atacadas A-CLBC10 e A-CLBC30, por sua vez, apresentaram valores de absorção similares entre si após o ataque, sendo aproximadamente 70% superiores aos de suas respectivas argamassas não atacadas. Essa semelhança entre os resultados dessas argamassas atacadas (A-CLBC10 e A-CLBC30) possivelmente se deve às espessuras das camadas degradadas em ambas provas misturas. A argamassa atacada A-CLBC20, por sua vez, apresentou uma absorção de 1,46 g/cm<sup>2</sup>, representando um aumento de 77% em relação à A-CLBC20 não atacada devido à camada degradada de 5,6 mm. Os resultados de absorção por capilaridade permitiram confirmar o comportamento do

aumento da absorção que havia sido anteriormente identificado nos ensaios de absorção por imersão.



Figura 55: Absorção capilar aos 120 dias para argamassas não atacadas (a) e atacadas por ácido (b).

Na Figura 56 estão apresentados os valores de resistência à compressão aos 120 dias para as argamassas não atacadas e atacadas, cujas análises estatísticas estão apresentadas nas Tabelas 17 e 27 do Anexo 1. Após 92 dias de ataque ácido, houve uma queda significativa na resistência à compressão para todas as argamassas, quando comparadas com suas respectivas argamassas não atacadas. A mistura A-REF, após o ataque, alcançou um valor médio de resistência à compressão de 26,1 MPa, representando uma queda de 40% na resistência. A argamassa atacada A-CLBC10, por sua vez, alcançou uma resistência à compressão de 20,6 MPa, que equivale a uma queda de 95% em comparação com sua respectiva mistura não atacada e uma queda de 27% em relação à A-REF atacada.

Observa-se que quanto mais grosseira foi a cinza leve que substituiu parcialmente o cimento, maior foi a diferença entre a sua resistência e a resistência da argamassa A-REF atacada. A resistência da argamassa atacada A-CLBC20 apresentou uma queda de resistência de 92%, similar ao que ocorreu com a argamassa composta por CLBC10, e foi 30% inferior à A-REF. Por outro lado, a argamassa A-CLBC30 alcançou uma resistência de 17,1 MPa ao ser atacada, representando uma queda de 88% em relação à A-CLBC30 não atacada. Apesar dessa queda dar a entender que a argamassa A-CLBC30 se comportou melhor durante o ataque, na realidade, essa queda se deve ao baixo desempenho obtido por essa argamassa ao permanecer em cura em solução saturada de cal até completar 120 dias.

A queda na resistência à compressão, que ocorreu para todas as argamassas com CLBC após a exposição ao ataque ácido, foi devida principalmente ao desempenho das argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 aos 28 dias (idade em que foram submetidas ao ataque). Essas argamassas provavelmente apresentaram um menor teor de CH livre devido às reações pozolânicas promovidas pelas cinzas CLBC10 e CLBC20, formando assim C-S-H secundário. Dessa forma, ao serem submetidas ao ataque, as argamassas com cinzas leves teriam uma quantidade reduzida de hidróxido de cálcio disponível para reagir com o ácido sulfúrico. Sendo assim, o ácido sulfúrico provavelmente atacou de maneira mais intensa o C-S-H para a formação de sulfato de cálcio hidratado.

Outro fator responsável pela queda significativa nos valores de resistência à compressão foi o cálculo da área da seção transversal que considerou a camada degradada formada por cada corpo de prova, apesar dessa camada não contribuir para a resistência às cargas a que os corpos de prova foram submetidos. Ao se considerar uma área inicial fixa de 25 cm<sup>2</sup>, a argamassa A-REF alcançou uma

resistência à compressão de 19,2 MPa após o ataque. Essa resistência não apresenta diferença significativa em relação à da argamassa atacada A-CLBC10 (19,7 MPa), é similar à obtida por A-CLBC20 (18,7 MPa) e 23% superior à da A-CLBC30 (14,8 MPa). Na Figura 52, o gesso que permaneceu aderido ao corpo de prova resultou em uma menor variação de massa nas argamassas com cinzas leves. Essa redução da variação de massa, particularmente evidente ao utilizar a CLBC10, teve um efeito positivo na capacidade de carga do sistema cimentício. O gesso desempenhou um papel protetor ao manter a camada de argamassa do núcleo do corpo de prova íntegra contra os ataques sofridos e outros possíveis ataques. Isso foi contrastado com a situação da referência, para a qual se observou uma significativa variação de massa e, consequentemente, de área. Além disso, em uma situação de serviço, a argamassa A-REF estaria vulnerável a outros tipos de degradação, como a carbonatação. Quanto à argamassa A-CLBC20, seu comportamento mecânico foi similar ao da A-REF. A A-CLBC30, por sua vez, apresentou um desempenho mecânico inferior em relação às outras argamassas, o que reforça a necessidade de redução da granulometria para tamanho similares ou inferiores aos típicos de cimentos comerciais.

Os ensaios de absorção permitiram confirmar os ensaios de resistência à compressão considerando a área real do corpo de prova a partir do aumento da absorção após a exposição ao ataque. Em condições normais, as cinzas leves, ao substituírem parcialmente o cimento, promoveriam uma densificação das misturas, resistindo assim à passagem de água. No entanto, o gesso formado não resistiu à passagem da água, tanto para o ensaio de absorção por imersão quanto para o ensaio de absorção por capilaridade. Além disso, como demonstrado pela Figura 50, os corpos de prova com argamassas com cinzas leves apresentaram degradação com formação de uma camada degradada aderida, o que contribuiu para a redução da resistência à compressão. Resultados similares já foram observados em diferentes estudos com CBCA (Arif; Clark; Lake, 2016; Khan; Sayyed; Ali, 2020; De Siqueira; Cordeiro, 2022b). É importante destacar que a influência desse mecanismo de degradação e o seu efeito sobre o comportamento mecânico argamassas exigem uma análise mais profunda e devem ser objeto de pesquisas futuras.



Figura 56: Valores de resistência à compressão aos 120 dias para argamassas não atacadas e atacadas.

## CAPÍTULO V – CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 5.1 Conclusões

Com base nos resultados obtidos e nas discussões apresentadas na pesquisa, pode-se concluir que:

• A composição química e mineralógica permitiu classificar a cinza leve como um material cimentício suplementar pozolânico majoritariamente amorfo (56%), com baixa contaminação por quartzo (44%) e por materiais carbonáceos (2,8%). No entanto, é importante salientar que, devido à presença de óxido de potássio (4,9%), o equivalente alcalino da cinza foi superior ao máximo permitido pela NBR 12653 (ABNT, 2014).

• Os ensaios de atividade pozolânica (índice de desempenho, reatividade com cal e Chapelle modificado) demonstraram que as cinzas leves CLBC20 e CLBC30 apresentam reatividade similares, enquanto o desempenho da CLBC10 foi superior.

• Os resultados de calorimetria isotérmica mostraram que as pastas com cinzas leves não apresentaram diferenças expressivas em relação à referência. Essas pastas apresentaram uma redução no período de indução em relação à pasta referência. Todas pastas com cinzas leves alcançaram seus valores de fluxo máximo de calor antes da referência e similares entre si. Não houve diferença significativa entre os valores de calor acumulado das pastas com cinzas leves cuja liberação máxima foi 5% inferior a obtida pela pasta P-REF;

• A análise de retração química tornou mais perceptível as diferenças existentes entre as pastas contendo as três cinzas leves. Houve um aumento na retração quanto menor o tamanho de partícula devido a melhoria da reatividade das cinzas com a moagem.

 As propriedades reológicas das pastas foram alteradas com a incorporação dos materiais cimentícios suplementares pozolânicos como substitutos parciais ao cimento. A utilização das três cinzas provocou aumentos na tensão de escoamento, influenciados principalmente pelo tamanho de partícula. A similaridade entre os valores de viscosidade plástica deve-se à similaridade entre os valores de superfície específica. • A evolução da resistência à compressão para as três argamassas nas idades de 7, 28 e 120 dias foi distinta da argamassa referência (A-REF). Aos 7 dias, as argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 foram capazes de compensar o efeito de diluição devido aos efeitos físicos e à reatividade da cinza. A argamassa A-CLBC30 foi a que apresentou a menor resistência não sendo capaz de compensar o efeito de diluição. Aos 28 dias de idade, apenas a argamassa A-CLBC10 foi capaz de alcançar um desempenho superior a A-REF. Apesar desse comportamento, aos 120 dias, somente a argamassa A-CLBC30 não alcançou resistência superior à argamassa referência. Isso demonstra que em idades mais tardias os efeitos físicos exercem uma exercem menor influência sendo necessário produzir uma cinza leve de pelo menos 20 µm.

 Os resultados de absorção total indicaram que não houve diferença significativa na absorção de água entre as argamassas A-REF e A-CLBC10, mas houve diferença significativa quando comparadas as argamassas A-CLBC20 e A-CLBC30. Para o ensaio de absorção por capilaridade, A-REF apresentou absorção 55% superior ao das argamassas com cinzas leves. Essas argamassas, por sua vez, não apresentaram diferenças referente aos valores de absorção após 18 dias de monitoramento.

• As cinzas leves modificaram o desempenho das argamassas frente aos 92 dias de exposição ao ácido sulfúrico (concentração de 1,5%). Aos 28 dias de exposição, a argamassa A-REF apresentou perda de massa duas vezes superior argamassa A-CLBC30. Não houve diferença significativa entre as perdas das argamassas A-CLBC20 e A-CLBC10. Aos 56 dias, esse comportamento se manteve, com a argamassa A-REF alcançando uma variação de 26% e as argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 mantendo suas variações abaixo de 10%. Ao final do ataque, a argamassa A-REF alcançou uma variação expressivamente superior à das argamassas com cinzas leves, principalmente A-CLBC10 e A-CLBC20.

• Foi possível identificar que as argamassas atacadas, compostas por cinzas leves, apresentaram absorção de água por imersão superior à A-REF aos 120 dias. Esse comportamento contradiz o que foi determinado para as argamassas não atacadas. Para as argamassas não atacadas, houve diferença significativa entre os valores obtidos pelas quatro argamassas, sendo que as argamassas A-CLBC10 e A-CLBC20 foram as que apresentaram os menores valores. A menor absorção pelas

argamassas não atacadas A-CLBC10 e A-CLBC20 pode ser atribuída à maior densificação da mistura e corrobora os resultados obtidos pelos ensaios de resistência à compressão e reatividade. No entanto, após o ataque a argamassa atacada A-REF foi a que obteve menor absorção, seguida pelas argamassas A-CLBC10, A-CLBC20 e A-CLBC30, respectivamente. Essa mudança de comportamento se deve ao mecanismo de degradação das argamassas com cinzas que é distinto de A-REF.

• Os resultados de absorção capilar permitiram identificar que não houve diferença significativa entre as três argamassas não atacadas com cinzas leves apesar de haver diferença significativa em relação a argamassa A-REF. Aos 120 dias, essas argamassas, apresentaram absorção capilar inferior à argamassa A-REF. Após o ataque, as argamassas A-CLB10, A-CLBC20 e A-CLBC30 e apresentaram diferença significativa quando comparadas à A-REF. Essa diferença está associada a camada degradada das quatros argamassas. A camada da argamassa A-REF foi insignificante quando comparada às outras argamassas.

• Os valores de resistência à compressão das argamassas atacadas foram inferiores às suas respectivas argamassas não atacadas devido à degradação dos corpos de prova ao serem submetidos à exposição ácida. A argamassa A-REF foi a que apresentou a maior resistência à compressão após o ataque. Não houve diferença significativa entre os valores de resistência à compressão das argamassas atacadas A-CLBC10 e A-CLBC20. A argamassa A-CLBC30 manteve-se como a argamassa com pior comportamento mecânico.

Com base nas discussões levantadas e nos resultados expostos nesta pesquisa, entende-se que é possível substituir até 20% do cimento Portland pelas cinzas leves do bagaço, com tamanho de partícula  $D_{50}$  de pelo menos 20 µm. Isso garante um bom desempenho para idades iniciais e tardias em aplicações que não envolvam ambientes altamente agressivos.

#### 5.2 Sugestão para trabalhos futuros

Diversas características e propriedades de sistemas cimentícios compostos com cinzas leves do bagaço de cana-de-açúcar foram investigadas neste trabalho. Contudo, outras análises poderiam ser realizadas para complementar os resultados obtidos e agregar mais conhecimentos e discussões acerca do tema principalmente

por se tratar de um material novo e praticamente inexplorado. Com isso, sugere-se os seguintes tópicos para trabalhos futuros:

• Estudar outros teores de substituição do cimento pelas cinzas leves do bagaço. Isso permitirá avaliar se substituir o cimento por teores superiores de cinza leve manterá um bom desempenho em idades iniciais e tardias;

• Estudar cimentos pozolânicos produzidos com as cinzas leves do bagaço;

 Investigar granulometrias menores do que 10 µm para aplicação como substitutas parciais do cimento Portland, e identificar seus efeitos sobre o desempenho mecânico e a reologia;

• Realizar um estudo sobre o consumo energético envolvido para a produção de cinzas leves com tamanho de partículas D50 de 20 µm ou inferiores;

• Avaliar qualitativa e quantitativamente as fases formadas na hidratação de cimentos compostos com cinza leve do bagaço por meio de ensaios de difratometria de raios X, termogravimetria e espectroscopia por transformada de Fourier, por exemplo;

 Aplicar as cinzas em concretos para avaliação de propriedades como reologia, retração autógena, fluência, resistência à compressão e módulo de elasticidade;

 Analisar a durabilidade de sistemas cimentícios com essas cinzas em outros meios agressivos, como ataques por diferentes tipos de ácido, sulfatos e cloretos, com investigação microestrutural acoplada;

• Executar uma análise sobre a formação da camada degradada presente nas argamassas compostas por cinzas leves, buscando identificar se houve comprometimento do núcleo com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura e microtomografia computadorizada.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Agregados – Determinação da composição granulométrica: NBR NM 248. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Areia normal para ensaio de cimento – Especificação: NBR 7214. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica: NBR 9778, versão corrigida 2. 2009.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Argamassa e concreto endurecidos — Determinação da absorção de água por capilaridade: NBR 9779, 2012

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos - Requisitos e métodos de ensaio**: NBR 9831. Rio de Janeiro, 2020.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica: NBR 16605. Rio de Janeiro, 2017.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Cimento Portland - Requisitos: NBR 16697. Rio de Janeiro. 2019.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Cimento Portland -Análise química – Determinação de perda ao fogo: NBR NM 18. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão**: NBR 7215. Rio de Janeiro, 2019.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Materiais pozolânicos: NBR 12653, Errata 1. Rio de Janeiro, 2014.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Materiais pozolânicos – Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias: NBR 5752. Rio de Janeiro, 2014.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método de Chapelle modificado: NBR 15895. Rio de Janeiro. 2010.

ABNT, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Resíduos sólidos – Classificação: NBR 10004, 2004.

AECWEB. **Cimento: diferentes tipos e aplicações**. AECweb, 2018. Disponível em: <u>https://www.aecweb.com.br/revista/materias/cimento-diferentes-tipos-e-</u> <u>aplicacoes/11959</u>.

AHMAD, W.; AHMAD, A.; OSTROWSKI, K. A.; ASLAM, F.; JOYKLAD, P.; ZAJDEL, P. Sustainable approach of using sugarcane bagasse ash in cement-based composites: a systematic review. **Case Studies in Construction Materials**, v. 15, p. 00698, 2021. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2021.e00698.

ALI, S. E.; AZAM, R.; RIAZ, M. R.; ZAWAM, M. Effect of fineness of ash on pozzolanic properties and acid resistance of sugarcane bagasse ash replaced cement mortars. **Frontiers of Structural and Civil Engineering**, v. 16, n. 10, p. 1287-1300, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1007/s11709-022-0872-7</u>.

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, p. 100617, 2023. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.clet.2023.100617</u>.

AMIN, M. N.; AHMAD, A.; SHAHZADA, K.; KHAN, K.; JALAL, F. E.; QADIR, M. G. Mechanical and microstructural performance of concrete containing high-volume of bagasse ash and silica fume. **Scientific Reports**, v. 12, n. 1, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1038/s41598-022-08749-1</u>.

ANDRADE NETO, J. S.; FRANÇA, M. J. S.; AMORIM JÚNIOR, N. S.; RIVEIRO, D. V. Effects of adding sugarcane bagasse ash on the properties and durability of concrete.

**Construction and Building Materials**, v. 266, Part A, p. 120959, 2021. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120959</u>.

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, n. 2, p. 61-70, 2019. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1680/jgrma.18.00016</u>.

ANDREÃO, P. V.; SULEIMAN, A. R.; CORDEIRO, G. C.; NEHDI, M. L. Beneficiation of sugarcane bagasse ash: pozzolanic activity and leaching behavior. **Waste and Biomass Valorization**, v. 11, p. 4393-4402, 2020. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1007/s12649-019-00721-x</u>.

ARENAS-PIEDRAHITA, J. C.; MONTES-GARCÍA, P.; MENDOZA-RANGEL, J. M.; CALVO, H. Z. L.; VALDEZ-TAMEZ, P. L.; MARTÍNEZ-REYES, J. Mechanical and durability properties of mortars prepared with untreated sugarcane bagasse ash and untreated fly ash, **Construction and Building Materials**, v. 105, p. 69-81, 2016. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.047</u>.

ARIF, E.; CLARK, M. W.; LAKE, N. Sugar cane bagasse ash from a high efficiency cogeneration boiler: applications in cement and mortar production. **Construction and Building Materials**, v. 128, p. 287-297, 2016. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.10.091</u>.

ARIF, E.; CLARK, M. W.; LAKE, N. Sugar cane bagasse ash from a high-efficiency cogeneration boiler as filler in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 151, p. 692-703, 2017. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.136</u>.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for chemical shrinkage of hydraulic cement paste: ASTM C1608-17. 2017.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars (using 2-in. or [50mm] cube specimens): ASTM C109/C109M- 21: 16a. 2021.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for electrical indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration: ASTM C1202-12. 2012.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for electrical indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration: ASTM C1202-12. 2017.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for electrical indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration: ASTM C1202-12. 2005.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for electrical indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration: ASTM C1202-12. 2011.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test methods for chemical resistance of mortars, grouts, and monolithic surfacings and polymer concretes: ASTM C267-20. 2020.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test method for flow of hydraulic cement mortar**: ASTM C1437-20. 2017.

ATHIRA, G.; BAHURUDEEN, A. Rheological properties of cement paste blended with<br/>sugarcane bagasse ash and rice straw ash. Construction and Building Materials, v.332,p.127377,2022.Disponívelem:http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127377.

BAHURUDEEN, A.; KANRAJ, D.; DEV, V. G.; SANTHANAM, M. Performance evaluation of sugarcane bagasse ash blended cement in concrete. **Cement and Concrete Composites**, v. 59, p. 77-88, 2015. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.03.004.

BAHURUDEEN, A.; MARCKSON, A. V.; KISHORE, A.; SANTHANAM, M. Development of sugarcane bagasse ash based Portland pozzolana cement and evaluation of compatibility with superplasticizers. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 465-475, 2014. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.07.013</u>.

BAHURUDEEN, A.; SANTHANAM, M. Influence of different processing methods on the pozzolanic performance of sugarcane bagasse ash. **Cement and Concrete**  **Composites**, v. 56, p. 32-45, 2015. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.11.002</u>.

BARBOSA, F. L. **Hidratação e retração autógena de sistemas cimentícios com diferentes cinzas do bagaço de cana-de-açúcar**. 2018. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), 2018.

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, p. 121625, 2021. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121625</u>.

BASSUONI, M. T.; NEHDI, M. L. Resistance of self-consolidating concrete to sulfuric acid attack with consecutive pH reduction. Cement and Concrete Research, v. 37, n.
7, p. 1070-1084, 2007. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.04.014">http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.04.014</a>.

BOUASKER, M.; MOUNANGA, P.; TURCRY, P.; LOUKILI, A.; KHELIDJ, A. Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: effect of limestone filler and granular inclusions. **Cement and Concrete Composites**, v. 30, n. 1, p. 13-22, jan. 2008. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2007.06.004</u>.

BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, n. 2, p. 309–319, 1938. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1021/ja01269a023</u>.

CHINDAPRASIRT, P.; KROEHONG, W.; DAMRONGWIRIYANUPAP, N.; SURIYO, W.; JATURAPITAKKUL, C. Mechanical properties, chloride resistance and microstructure of Portland fly ash cement concrete containing high volume bagasse ash. **Journal of Building Engineering**, v. 31, p. 101415, 2020. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101415</u>.

CHINDAPRASIRT, P.; SUJUMNONGTOKUL, P.; POSI, P. Durability and mechanical properties of pavement concrete containing bagasse ash. **Materials Today**: Proceedings, v. 17, p. 1612-1626, 2019. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2019.06.191</u>.

CHUSILP, N.; JATURAPITAKKUL, C.; KIATTIKOMOL, K. Effects of LOI of ground bagasse ash on the compressive strength and sulfate resistance of mortars. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 12, p. 3523-3531, 2009. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.06.046</u>.

CONAB, Companhia Nacional de Abastecimento. **Safra de cana-de-açúcar no país aponta produção menor para o ciclo 2021/22.** Disponível em: <u>https://www.conab.gov.br/ultimas-noticias/3998-safra-de-cana-de-acucar-no-pais-</u> <u>aponta-producao-menor-para-o-ciclo-2021-22</u>.

CORDEIRO, G. C. **Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz como aditivos minerais em concreto**. Tese (Doutorado) – PEC/COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2006.

CORDEIRO, G. C.; ANDREÃO, P. V.; TAVARES, L. M. Pozzolanic properties of ultrafine sugar cane bagasse ash produced by controlled burning. **Heliyon**, v. 5, n. 10. 2019. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02566</u>.

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 recalcination process. **Ksce Journal of Civil Engineering**, v. 22, n. 4, p. 1250-1257, 2018b. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1007/s12205-017-0881-6.

CORDEIRO, G. C.; DE ALVARENGA, L. M. S. C.; ROCHA, C. A. A. Rheological and mechanical properties of concrete containing crushed granite fine aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 111, p. 766-773, mai. 2016. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.178</u>.

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. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.03.008</u>.

CORDEIRO, G. C.; LEMOS, M. N.; XAVIER, K. V.; 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. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212020000400467</u>.

CORDEIRO, G. C.; LINHARES, B. D. F.; LEMOS, M. N. Production of a highly pozzolanic sugarcane bagasse ash via densimetric fractionation and ultrafine grinding. **Ambiente Construído**, v. 22, n. 4, p. 49-58, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212022000400627</u>.

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, p. 20160316, 2018a. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1520/jte20160316</u>.

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, p. 331-336, 2015. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.09.019</u>.

CORDEIRO, G. C.; TAVARES, L. M.; TOLEDO FILHO, R. D. Improved pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash by selective grinding and classification. **Cement and Concrete Research**, v. 89, p. 269–275, 2016. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.08.020</u>.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; DE ALMEIDA, R. S. Influence of ultrafine wet grinding on pozzolanic activity of submicrometre sugar cane bagasse ash. **Advances in Applied Ceramics**, v. 110, n. 8, p. 453-456, 2011. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1179/1743676111y.000000050</u>.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. de M. R. Use of ultra-fine sugar cane bagasse ash as mineral admixture for concrete. **Aci Materials Journal**, v. 105, n. 5, p. 487-493, 2008b. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.14359/19978</u>.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. de M. R. Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 2, p. 110-115, 2009. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.11.005</u>.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. de 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**, v. 33, n. 5, p. 529-534, 2011. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.02.005</u>.

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, n. 5, p. 410-418, 2008a. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.01.001</u>.

CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Experimental characterization of binary and ternary blended-cement concretes containing ultrafine residual rice husk and sugar cane bagasse ashes. **Construction and Building Materials**, v. 29, p. 641-646, 2012. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.08.095</u>.

CORTEZ, L. A. B. **Proálcool 40**: Universidades e Empresas: 40 Anos de Ciência e Tecnologia para o Etanol Brasileiro. São Paulo: Editora Blucher, 2018.

CORTEZ, L.; MAGALHAES, P.; HAPPI, J. Principais subprodutos da agroindústria canavieira e sua valorização. **Revista Brasileira de Energia**, v. 2, n. 2, p. 1–17, 1992. Disponível em: <u>https://sbpe.org.br/index.php/rbe/article/view/45/45</u>.

DE ALMEIDA, S. G. C.; FOGARIN, H. M.; COSTA, M. A. M.; DUSSÁN, K. J. Study of sugarcane bagasse/straw combustion and its atmospheric emissions using a pilotburner. **Environmental Science and Pollution Research**, 2023. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1007/s11356-023-28171-y</u>.

DE MORAES, M. C.; TAMBARA JÚNIOR, L. U. D.; CHERIAF, M.; ROCHA, J. C.; DA LUZ, C. A. Mechanisms of chemical and autogenous shrinkage in alkali-activated hybrid systems. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 35, n. 6, p. 04023157, jun. 2023. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1061/jmcee7.mteng-13808</u>.

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, p. 57-66, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1680/jadcr.20.00082</u>.

DE SIQUEIRA, A. A. Hidratação, resistência à compressão e durabilidade de misturas binárias e ternárias com cimento Portland tipo I, cinza do bagaço da

**cana-de-açúcar e fíler calcário**. 2021. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), 2021.

DE SIQUEIRA, A. A.; CORDEIRO, G. C. Properties of binary and ternary mixes of cement, sugarcane bagasse ash and limestone. **Construction and Building Materials**, v. 317, p. 126150, 2022a. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126150</u>.

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, n. 9, p. 5683, 2022b. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.3390/su14095683</u>.

DE SOARES, M. M. N. S.; GARCIA, D. C. S.; FIGUEIREDO, R. B.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Comparing the pozzolanic behavior of sugar cane bagasse ash to amorphous and crystalline SiO<sub>2</sub>. **Cement and Concrete Composites**, v. 71, p. 20-25, 2016. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.04.005</u>.

DE SOUZA, L. M. S.; FAIRBAIRN, E. de M. R.; TOLEDO FILHO, R. D.; CORDEIRO, G. C. Influence of initial CaO/SiO<sub>2</sub> ratio on the hydration of rice husk ash-CA(OH)<sub>2</sub> and sugar cane bagasse ash-Ca(OH)<sub>2</sub> pastes. **Química Nova**, v. 37, p. 1600-1605, 2014. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.5935/0100-4042.20140258</u>.

DOS SANTOS, A. A. M. Influência da diatomita na reologia e hidratação de pastas cimentícias e nas propriedades de argamassas de alta resistência. 2021. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), 2021.

EPE, Empresa de Pesquisa Energética. Atlas da eficiência energética Brasil – 2020. **EPE (Empresa de Pesquisa Energética)**, 8 mar. 2021. Disponível em: <u>https://www.epe.gov.br/sites-pt/publicacoes-dados-abertos/publicacoes /Publicacoes</u> <u>Arquivos/publicacao-556/Atlas%20consolidado\_08\_03\_2021.pdf</u>.

FRANCO-LUJÁN, V. A.; MENDOZA-RANGEL, J. M.; JIMÉNEZ-QUERO, V. G.; MONTES-GARCÍA, P. Chloride-binding capacity of ternary concretes containing fly ash and untreated sugarcane bagasse ash. **Cement and Concrete Composites**, v. 120, p. 104040, 2021. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104040</u>.

FRÍAS, M.; VILLAR, E.; SAVASTANO, H. Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n. 4, p. 490-496, 2011. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.02.003</u>.

GANESAN, K.; RAJAGOPAL, K.; THANGAVEL, K. Evaluation of bagasse ash as supplementary cementitious material. Cement and Concrete Composites, v. 29, n.
6, p. 515-524, 2007. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/b</u>
<u>j.cemconcomp.2007.03.001</u>.

GUPTA, C. K.; SACHAN, A. K; KUMAR, R. Utilization of sugarcane bagasse ash in mortar and concrete: a review. **Materials Today**: Proceedings, v. 65, p. 798-807, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.304</u>.

HU, X.; SHI, C.; SHI, Z.; TONG, B.; WANG, D. Early age shrinkage and heat of hydration of cement-fly ash-slag ternary blends. **Construction and Building Materials**, v. 153, p. 857-865, out. 2017. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.138</u>.

HUGOT, E. **Manual da Engenharia Açucareira**: Volume II. São Paulo: Editora Mestre Jou, 1969.

JAGADESH, P.; RAMACHANDRAMURTHY, A.; MURUGESAN, R. Effect of processed sugar cane bagasse ash on mechanical and fracture properties of blended mortar. **Construction and Building Materials**, v. 262, p.120846, 2020. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120846</u>.

JAGADESH, P.; RAMACHANDRAMURTHY, A.; MURUGESAN, R. Evaluation of mechanical properties of sugar cane bagasse ash concrete. **Construction and Building Materials,** v. 176, p. 608-617, 2018. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.037</u>.

JAMES, G. (ed.). Sugarcane. 2. ed. Oxford: Blackwell Science Ltd, 2004.

JIMÉNEZ-QUERO, V. G.; LEÓN-MARTÍNEZ, F. M.; MONTES-GARCÍA, P.; GAONA-TIBURCIO, C.; CHACÓN-NAVA, J. G. Influence of sugar-cane bagasse ash and fly ash on the rheological behavior of cement pastes and mortars. **Construction and**  **Building Materials**, v. 40, p. 691-701, 2013. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.023</u>.

JITTIN, V.; BAHURUDEEN, A. Evaluation of rheological and durability characteristics of sugarcane bagasse ash and rice husk ash based binary and ternary cementitious system. **Construction and Building Materials**, v. 317, p. 125965, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125965</u>.

JOSHAGHANI, A.; MOEINI, M. A. Evaluating the effects of sugar cane bagasse ash (SCBA) and nanosilica on the mechanical and durability properties of mortar. **Construction and Building Materials**, v. 152, p. 818-831, 2017. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.041</u>.

JOSHAGHANI, A.; MOEINI, M. A. Evaluating the effects of sugarcane-bagasse ash and rice-husk ash on the mechanical and durability properties of mortar. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 30, n. 7, p. 04018144, 2018. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0002317</u>.

KANTRO, D. L. Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste
– a miniature slump test. Cement and Concrete Aggregates, v. 2, n. 2, p. 95-108,
1980. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1520/CCA10190J</u>.

KASANIYA, M.; THOMAS, M. D. A.; MOFFATT, E. G. Development of A Rapid and Reliable Pozzolanic Reactivity Test Method. **Aci Materials Journal**, v. 116, n. 4, p. 145-154, 2019. American Concrete Institute. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.14359/51716718</u>.

KHAN, M. I.; SAYYED, M. A. A.; ALI, M. M. A. Examination of cement concrete containing micro silica and sugarcane bagasse ash subjected to sulphate and chloride attack. **Materials Today**: Proceedings, v. 39, p. 558-562, 2020. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.08.468</u>.

KLATHAE, T.; TRAN, T. N. H.; MEN, S.; JATURAPITAKKUL, C.; TANGCHIRAPAT, W. Strength, chloride resistance, and water permeability of high volume sugarcane bagasse ash high strength concrete incorporating limestone powder. **Construction and Building Materials**, v. 311, p. 125326, 2021. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125326</u>.

LIU, H.; KUO, C. Quantitative multiphase determination using the Rietveld method with high accuracy. **Materials Letters**, v. 26, n. 3, p. 171–175, 1996. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/0167-577X(95)00221-9</u>.

LYRA, G. P.; BORRACHERO, M. V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.; ROSSIGNOLO, J. A. Comparison of original and washed pure sugar cane bagasse ashes as supplementary cementing materials. **Construction and Building Materials**, v. 272, p. 122001, fev. 2021. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122001</u>.

MALI, A. K.; NANTHAGOPALAN, P. A systematic assessment for the determination of sugarcane bagasse ash variation potential throughout the harvesting season. **Materials Today**: Proceedings, v. 32, p. 888-895, 2020. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.04.511</u>.

MALI, A. K.; NANTHAGOPALAN, P. Development of a framework for the selection of best sugarcane bagasse ash from different sources for use in the cement-based system: a rapid and reliable path. **Construction and Building Materials**, v. 293, p. 123386, 2021. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123386</u>.

MALVERN PANALYTICAL. Laser Diffraction (LD). 2022. Disponível em: <u>https://www.malvernpanalytical.com/en/products/technology/light-scattering/laser-</u><u>diffraction</u>?.

MASSAZZA, F. Pozzolanic Cements. **Cement and Concrete Composites**, n. 15, p. 185-214, 1993. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/B978-075066256-7/50022-9</u>.

MEHTA, K. P.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto**: Microestrutura, Propriedades e Materiais. 3 ed. São Paulo: IBRACON, 2008.

MORAES, J. C. B.; CORDEIRO, G. C.; AKASAKI, J. L.; VIEIRA, A. P.; PAYÁ, J. Improving the reactivity of a former ground sugarcane bagasse ash produced by autogenous combustion through employment of two different additional grinding procedures. **Construction and Building Materials**, v. 270, p. 121471, 2021. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121471</u>.

MOREIRA, J. R.; GOLDEMBERG, J. The alcohol program. **Energy Policy**, v. 27, n. 4, p. 229-245, 1999.

NASSAR, Roz-Ud-Din; SINGH, Navdeep; VARSHA, Samridhi; SAI, A.Ravindra; SUFYAN-UD-DIN, Muhammad. Strength, electrical resistivity and sulfate attack resistance of blended mortars produced with agriculture waste ashes. **Case Studies in Construction Materials**, v. 16, p. e00944, jun. 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2022.e00944</u>.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto**. 5 ed. Porto Alegre: Editora Bookman, 2016.

PAIVA, O. A. **Durabilidade de concretos contendo cinza do bagaço da cana-deaçúcar**. 2016. Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). 2016.

PAYÁ, J.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; DÍAZ-PINZÓN, L.; ORDÓÑEZ, L.M. Sugar-cane bagasse ash (SCBA): studies on its properties for reusing in concrete production. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 77, n. 3, p. 321-325, fev. 2002. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1002/jctb.549</u>.

RAJASEKAR, A.; ARUNACHALAM, K.; KOTTAISAMY, M.; SARASWATHY, V. Durability characteristics of Ultra High Strength Concrete with treated sugarcane bagasse ash. **Construction and Building Materials**, v. 171, p. 350-356, 2018. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.140</u>.

RAVERDY, M.; BRIVOT, F.; PAILLERE, A. M.; DRON, R. "Appréciation de l'activité pouzzolanique de constituents secondaires". In: 7e Congrés International de la Chimie des Ciments, Paris, France, v. 3, pp. 36-41, 1980. Disponível em: <u>https://trid.trb.org/view/1048663</u>.

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. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.208</u>.

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. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1017/s1431927615015019</u>.

SALES, A.; LIMA, S. A. Use of Brazilian sugarcane bagasse ash in concrete as sand replacement. **Waste Management**, v. 30, n. 6, p. 1114-1122, jun. 2010. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2010.01.026</u>.

SILVEIRA, M. A. G.; MEDINA, N. H. Distribuição de Potássio em Cana-de-Açúcar. **Brazilian Journal of Radiation Sciences**, v. 3, n. 1, p. 1-2, mai. 2015. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.15392/bjrs.v3i1a.138</u>.

SNIC, Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. **Dados do setor**. Disponível em: <u>http://snic.org.br/numeros-do-setor.php</u>. Acesso em: 29 de nov. de 2021.

SNIC, Sindicato Nacional da Indústria do Cimento. **Relatório Anual**: 2019. Disponível em: <u>snic.org.br/assets/pdf/relatorio\_anual/rel\_anual\_2019.pdf</u>. Acesso em: 7 de out. de 2021.

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, n. 9-10, p. 1051-1069, 2015. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1515/pac-2014-1117</u>.

TRIPATHY, A.; ACHARYA, P. K. Characterization of bagasse ash and its sustainable use in concrete as a supplementary binder – A review. **Construction and Building Materials**, v. 322, p. 126391, mar. 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126391</u>.

UNFCCC, Convenção-Quadro das Nações Unidas sobre a Mudança do Clima. **Kyoto protocol to the United Nations framework convention on climate change**. 2021a. Disponível em: <u>https://unfccc.int/resource/docs/convkp/kpeng.pdf</u>.

UNFCCC, Convenção-Quadro das Nações Unidas sobre a Mudança do Clima. **The Paris Agreement**. 2021b. Disponível em: <u>https://unfccc.int/process-and-meetings/the-paris-agreement/the-paris-agreement</u>.

UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME (Quênia). **2022 Global status report for buildings and construction**: towards a zero-emissions, efficient and resilient buildings and construction sector. Nairobi, 2022. 101 f. Disponível em:

https://www.unep.org/resources/publication/2022-global-status-report-buildings-andconstruction.

VAN, V.; RÖßLER, C.; BUI, D.; LUDWIG, H. Mesoporous structure and pozzolanic reactivity of rice husk ash in cementitious system. **Construction and Building Materials**, v. 43, p. 208-216, 2013. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.02.004</u>.

VAYGHAN, A. G.; KHALOO, A. R.; NASIRI, S.; RAJABIPOUR, F. Studies on the effect of retention time of rice husk combustion on the ash's chemo-physical properties and performance in cement mixtures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 24, n. 6, p. 691-697, 2012. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0000426</u>.

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, p. 117553, 2020. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117553</u>.

VIEIRA, A. P.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L. M.; CORDEIRO, G. C. Mitigation of autogenous shrinkage of high-strength concrete using rice husk ashes with distinct pore structures. **Advances in Cement Research**, v. 34, n. 4, p. 151-160, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1680/jadcr.21.00031</u>.

VILLAR-COCIÑA, E.; FRÍAS, M.; SAVASTANO, H.; RODIER, L.; ROJAS, M. I. S. de; BOSQUE, I. F. S. del; MEDINA, C. Quantitative comparison of binary mix of agroindustrial pozzolanic additions for elaborating ternary cements: kinetic parameters. Materials, 14, n. 11, р. 2944, 2021. V. Disponível em: http://dx.doi.org/10.3390/ma14112944.

WU, N.; JI, T.; HUANG, P.; FU, T.; ZHENG, X.; XU, Q. Use of sugar cane bagasse ash in ultra-high performance concrete (UHPC) as cement replacement. **Construction and Building Materials**, v. 317, p. 125881, 2022. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125881</u>.

ZACURA FILHO, G.; PICCIRILLI, J. P. **O processo de fabricação do açúcar e álcool**: Desde a lavoura da cana até o produto acabado. 1 ed. São Paulo: Editora Viena, 2012.

ZHANG, P.; LIAO, W.; KUMAR, A.; ZHANG, Q.; MA, H. Characterization of sugarcane bagasse ash as a potential supplementary cementitious material: Comparison with coal combustion fly ash. **Journal of Cleaner Production**, v. 277, p. 123834, 2020. Disponível em: <u>https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123834</u>.

# ANEXO 1 – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Tabe	la 15: AN	OVA para res	sistência à cor	npressão ao	s 7 dias.
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	31,92	91,70	3,49	Significativo
Resíduo	12	0,35			
Total	15				
GL = graus de lib	erdade;	MQ = méd	ia quadrada	a; Fcalc = v	alor de F calculado;
Ftab = v	valor de	F tabelado	ao nível de	significân	cia de 5%.
Tabel	a 16: ANC	OVA para res	istência à con	npressão aos	28 dias.
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	leste
Tratamento	3	47,75	173,05	3,24	Significativo
Resíduo	16	0,28			
Total	19				
GL = graus de lib	erdade;	MQ = méd	ia quadrada	a; Fcalc = v	valor de F calculado;
Ftab = v	valor de	F tabelado	ao nível de	significân	cia de 5%.
Tabela	a 17: ANO	VA para resi	stência à com	pressão aos	120 dias.
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	48,59	47,74	3,49	Significativo
Resíduo	12	1,02			
Total	15				

GL = graus de liberdade; MQ = média quadrada; Fcalc = valor de F calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	1,16	27,66	3,49	Significativo
Resíduo	12	0,04			
Total	15				

calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Tabela 19: ANOVA para absorção capilar aos 28 dias.						
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste	
Tratamento	3	0,162	167,38	4,07	Significativo	
Resíduo	8	0,001				
Total	11					

GL = graus de liberdade; MQ = média quadrada; Fcalc = valor de F calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Tabela 20: ANOVA para variação de massa aos 28 dias de ataque.

	Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
	Tratamento	3	43,82	120,89	3,10	Significativo
	Resíduo	20	0,36			
	Total	23				
G	GL = graus de libero	lade; M	Q = média	quadrada;	Fcalc = va	lor de F calculado;

Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Tabela 21: Al	NOVA para	a variação de	massa aos 5	56 dias de a	ataque.
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	396,08	150,80	3,10	Significativo
Resíduo	20	2,63			
Total	23				

GL = graus de liberdade; MQ = média quadrada; Fcalc = valor de F calculado;

Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Tabela 22	: ANOVA	para variação	de massa ao	os 92 dias de	e ataque.
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	430,64	34,49	3,10	Significativo
Resíduo	20	12,49			
Total	23				

GL = graus de liberdade; MQ = média quadrada; Fcalc = valor de F calculado;

Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

	3		<u> </u>		
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	2,64	109,32	3,49	Significativo
Resíduo	12	0,02			
Total	15				

Tabela 23: ANOVA para absorção total para as argamassas não atacadas aos 120 dias.

GL = graus de liberdade; MQ = média quadrada; Fcalc = valor de F calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	6,47	55,87	3,49	Significativo
Resíduo	12	0,12			
Total	15				

calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Tabela 25: ANOVA para absorção capilar aos 120 dias.							
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste		
Tratamento	3	0,008	4,68	4,07	Significativo		
Resíduo	8	0,002					
Total	11						
GL = graus de libero	dade; M	lQ = méd	ia quadra	ada; Fcal	c = valor de F		

calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Tabela 26: ANC	Tabela 26: ANOVA para absorção capilar após 92 dias de ataque.							
Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste			
Tratamento	3	0,220	62,81	4,07	Significativo			
Resíduo	8	0,003						
Total	11							
GL = graus de liber	GL = graus de liberdade; MQ = média quadrada; Fcalc = valor de F							

calculado; Ftab = valor de F tabelado ao nível de significância de 5%.

Fator	GL	MQ	Fcalc	Ftab	Teste
Tratamento	3	69,65	17,72	3,24	Significativo
Resíduo	16	3,93			
Total	19				
GL = graus de lib	erdade; N	1Q = méc	lia quadra	ada; Fcal	c = valor de F
calculado; Ftab = \	alor de F	tabelado	o ao nível	de signif	ficância de 5%.

Tabela 27: ANOVA para resistência à compressão após 92 dias de ataque.