Avaliação do desempenho de cimentos para a era digital: Métodos tradicionais x alternativos

Performance evaluation of cements for the digital era: Traditional and alternative methods

Pedro C R A Abrão
Universidade de São Paulo | São Paulo, SP | pedro.abrao@lme.pcc.usp.br

Monique Palavro Lunardi
Universidade de São Paulo | São Paulo, SP | monique.lunardi@lme.pcc.usp.br

Fábio A Cardoso
Universidade de São Paulo | São Paulo, SP | fabio.cardoso@lme.pcc.usp.br

Arnaldo Battagin
Associação Brasileira de Cimento Portland | São Paulo, SP | arnaldo.battagin@abcp.org.br

Marcelo Pecchio
Associação Brasileira de Cimento Portland | São Paulo, SP | marcelo.pecchio@abcp.org.br

Vanderley M John
Universidade de São Paulo | São Paulo, SP | vmjohn@usp.br

Resumo

Os cimentos contemporâneos estão se tornando cada vez mais complexos e com menor teor de clínquer, demandando ensaios de controle de desempenho mais sofisticados que os métodos normativos atuais. Este estudo explora a relação entre dois ensaios alternativos, água combinada e calor de hidratação, e a resistência à compressão (ensaio normativo) de 117 cimentos comerciais brasileiros. A correlação direta entre água combinada, calor de hidratação e resistência à compressão é evidente em todas as idades, embora varie com base na composição do cimento. Os métodos alternativos apresentados requerem menos recursos materiais e humanos para cada ensaio e geram um volume maior de dados em comparação com o ensaio de resistência à compressão. Apesar de esses métodos não substituírem o teste de resistência, têm o potencial de complementar o controle de qualidade do cimento, contribuindo para o desenvolvimento de modelos preditivos mais robustos e precisos. O que consequentemente pode auxiliar na redução de custos e impacto ambiental na produção do cimento, além de estarem mais alinhados com os princípios de digitalização da indústria 4.0.

Palavras-chave: Cimento; métodos de ensaio; resistência à compressão; água combinada; calor de hidratação.

ABSTRACT

Contemporary cements are becoming increasingly complex and with lower clinker content, requiring more sophisticated performance control tests than the current standards methods. This study explores the relation between two alternative tests, combined water and hydration heat, and compressive strength (standard test) of 117 Brazilian commercial cements. The direct correlation between combined water, hydration heat, and compressive strength is evident at all ages, although this correlation varies based on the cement composition. The presented alternative methodologies require fewer material and human resources for each test and generate a larger volume of data compared to the compressive strength test. Although these methods do not replace the strength test, they have the potential to complement cement quality control, contributing to the development of more robust and accurate predictive models. This, in turn, can reduce the costs and environmental impact in cement production, and is better aligned with the digitization principles of 4.0 Industry.

Keywords: Cement; testing methods; compressive strength; combined water; hydration heat.

1 INTRODUÇÃO

Os cimentos Portland vem evoluindo constantemente, como relatado por Battagin et al. [1]. Em 2018 uma transformação significativa ocorreu com a revisão da norma NBR 16697-2018, que elevou os limites de adição de fíler calcário de 10 para 25% no cimento CPII F – valor ainda inferior ao teto de 35% da Norma Europeia - e aumentou em 5% o teor máximo de fíler para todos os demais cimentos, além de elevar o teor de escória de alto forno para 75% no cimento CPIII.

Essa mudança reflete uma profunda transformação na indústria, marcada pela substituição do clínquer por uma variedade crescente de materiais cimentícios suplementares (MCSs), como fíler calcário, escórias, cinzas volantes, argilas calcinadas, entre outros. Essa transição é crucial para reduzir as emissões de CO_2 [2–4], sem

comprometer desnecessariamente o custo do produto com operações onerosas de captura e armazenamento de carbono. No entanto, cada adição implica em algum grau de diluição [5], exigindo da indústria uma compensação que pode ser feita aumentando o grau de moagem do cimento [6], tornando o material mais fino, o que consequentemente altera o perfil de crescimento de resistência. Esse cenário de substituição do clínquer deve acelerar nos próximos anos, com a previsão de que o fator médio de clínquer diminua dos atuais 0.7 para aproximadamente 0.5 até 2050 [2,7]. Isso implica em aumentar a variedade de adições, elevar o teor de fíler e possivelmente a finura. Acompanhar sistematicamente essas transformações é fundamental para subsidiar pesquisas e contribuir para os processos de normalização.

A avaliação da reatividade química do cimento é atualmente realizada por meio da medida da resistência mecânica, um método que perdura há mais de um século [8]. O ensaio padrão é realizado em corpos de prova cilíndricos de argamassas com traço 1:3:0.485, utilizando areia normal brasileira. Esses ensaios são intensivos em recursos humanos e materiais, além de possuírem um longo tempo de resposta, normalmente 28 dias. Devido a essa complexidade operacional, as fábricas de cimento tendem a realizar o mínimo de ensaios necessários, resultando em um conjunto de dados limitados, dificultando o aprendizado de modelos de inteligência artificial, uma tendência crescente na indústria. Além disso, é importante observar que esse ensaio não fornece informações sobre as reações químicas entre o clínquer e os MCSs.

Existe, portanto, uma necessidade de desenvolver novos métodos para controle de qualidade de cimentos que: (i) avaliem as propriedades primárias dos materiais cimentícios; (ii) possuam correlação com o desempenho do cimento nos produtos cimentícios; (iii) tenham baixo custo, alta produtividade e menor tempo de resposta; (iv) possam ser automatizadas sendo compatíveis com a indústria 4.0; (v) sejam correlacionáveis com os ensaios atuais; e (vi) possam ser incorporados em modelos de ecoeficiência.

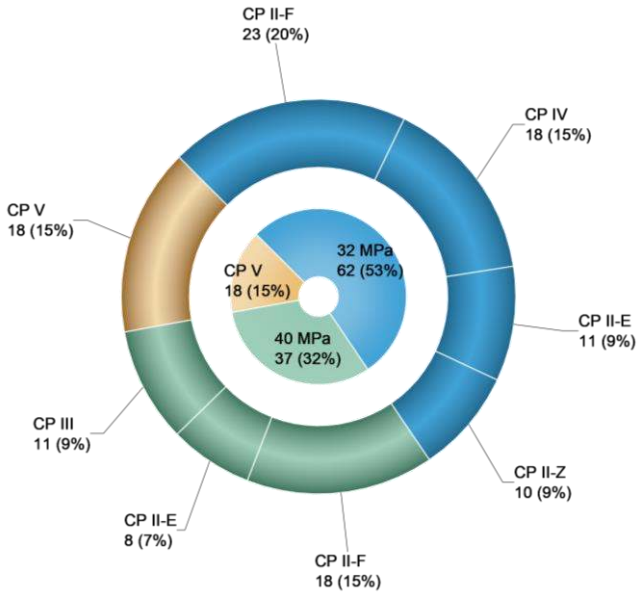
O objetivo deste trabalho é apresentar um panorama do cimento brasileiro atual, produzido a partir de métodos tradicionais e de métodos alternativos que tem potencial de serem utilizados no futuro, bem como explorar as correlações entre os métodos. Para isso a resistência à compressão de 117 cimentos comerciais brasileiros foi medida de acordo com a metodologia normativa da NBR 7215 [9], e os resultados foram correlacionados com os ensaios de calorimetria isotérmica e água combinada. Por fim foram realizadas análises comparativas dos métodos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

MATERIAIS

Foram testados 117 cimentos comerciais brasileiros (Figura 1) de diferentes tipos, classes e fabricantes fornecidos pela Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP), abrangendo todo o mercado brasileiro de cimentos.

Figura 1 – Cimentos analisados por tipo e classe de resistência.



MÉTODO TRADICIONAL

Os ensaios normativos foram realizados pela ABCP, para este trabalho será discutido apenas os resultados de resistência à compressão em 3, 7 e 28 dias realizados conforme a norma NBR 7215. Adicionalmente foi feita uma análise do teor de fíler calcário de cada cimento, neste caso foi utilizado o resultado de anidrido

carbônico obtido através do ensaio descrito na norma NBR NM 20 para estimar o teor de $CaCO_3$ de cada cimento.

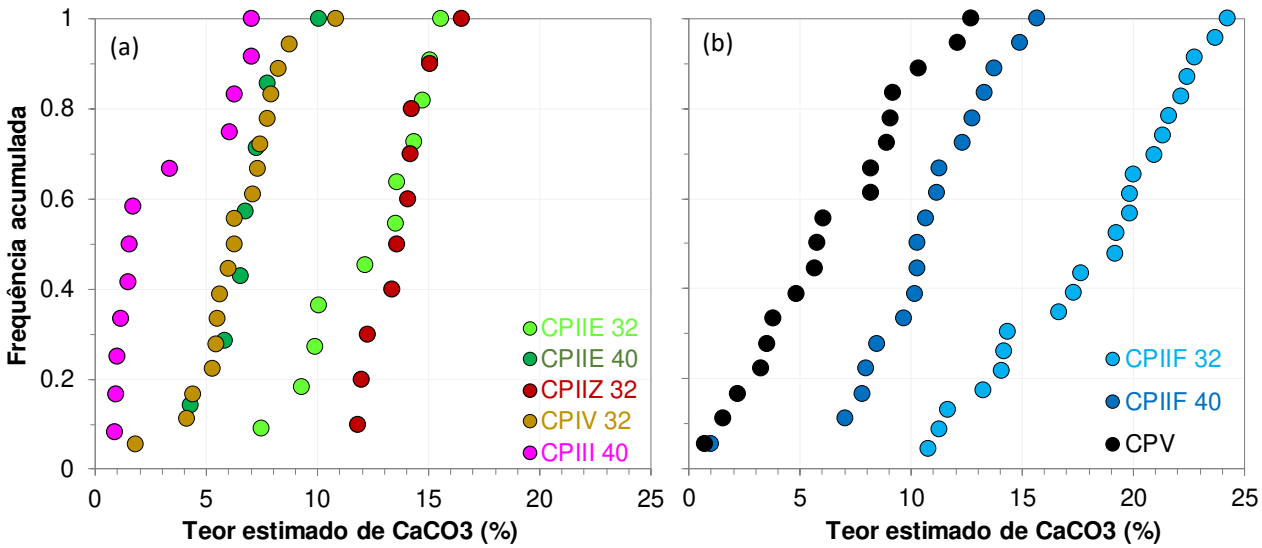
MÉTODOS ALTERNATIVOS

O calor de hidratação de pastas com 50g de cimento e 25g de água foi medido via calorímetro de condução isotérmica (Calmetrix I-Cal 8000 HPC) a uma temperatura de 23°C por 7 dias. A mistura foi realizada diretamente no recipiente de ensaio, onde a água foi vertida no cimento em 5 segundos, seguido de uma mistura manual com espátula de plástico por 45 segundos, seguindo as instruções da norma ASTM C1679. A coleta de dados iniciou após 90 segundos do primeiro contato do cimento com a água.
Outro método interessante para avaliar a reatividade química de cimentos é através da quantificação da água combinada quimicamente pelo ligante ao longo do tempo. Neste caso foram produzidas pastas com 100g de cimento e 50g de água que foram misturadas e curadas conforme a metodologia descrita em [8,10]. A paralisação da hidratação das amostras foi realiza por troca de solventes conforme a metodologia indicada pela RILEM TC 238 [11]. Após esse processo as amostras foram mantidas em dessecador à vácuo por no máximo 7 dias até análise. Antes do ensaio de termogravimetria as amostras foram moídas com almofariz de ágata até passar totalmente na peneira #200 (<75µm). Na sequência, 50mg da amostra foi alocada em um cadinho de alumina e inserido na termobalança (TG 209 F1 Libra, NETZSCH). A taxa de aquecimento seguiu 20°C/min até atingir 1000°C. Para o cálculo da água combinada utilizou-se a perda de massa entre 50°C e 550°C. A termobalança utilizada possui amostrador rotativo blindado com N2 e robô, permitindo a realização de ensaios 24 horas por dia.

3 RESULTADOS

O teor médio de fíler estimado nos cimentos analisados é de 10% (Figura 2). Há uma considerável variação nos teores de adição entre os diferentes cimentos de uma mesma classe, devido a fatores técnicos como reatividade do clínquer, e à importância do mercado do cimento em saco. Apenas alguns fabricantes operam com teores máximos de fíler estabelecidos, indicando espaço para melhorias adicionais com substanciais mitigação de CO_2. À medida que o teor de fíler aumenta, ocorre uma maior diluição do clínquer, e devido a limites práticos de moagem, é esperada uma redução na classe de resistência, resultante da menor reatividade do cimento (clínquer + adições reativas + fíler). Os dados mostram que os cimentos CPIIF 32 tem teor de fíler substancialmente superior (8 a 10%) ao CPIIF 40. A comparação entre o CPIIE 32 e CPIIE 40 leva a conclusões similares. O cimento tipo V, que é um cimento de alta resistência inicial e normalmente atinge 40MPa em 28 dias, possui substancialmente menos fíler quando comparado aos cimentos CPIIF 32 e 40.

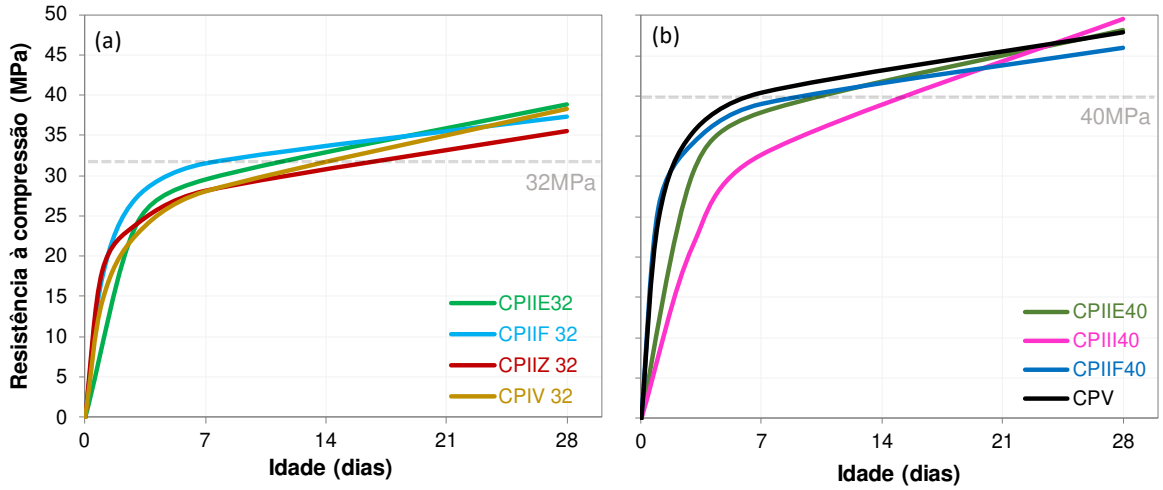
Figura 2 – Distribuição da frequência acumulada do teor de $CaCO_3$ estimado para os cimentos (a) CPIIE, CPIIZ, CPIII e CPIV; e (b) CPIIF e CPV.



Na Figura 3 apresenta-se a resistência à compressão média dos diferentes cimentos ao longo do tempo, vale ressaltar que as idades avaliadas foram 3, 7 e 28 dias. Observa-se que os cimentos que contêm escória e pozolanas apresentam uma resistência inicial inferior aos que contêm apenas fíler. Todos os cimentos pozolânicos se concentram na classe de 32MPa (EN ~42.5), enquanto os cimentos com escória e fíler aparecem tanto na classe de 32 quanto de 40MPa.

A variedade de cimentos e classes avaliadas apresenta diferenças marcantes em relação àquelas retratadas por Battagin em 2014 [1]. O surgimento mais notável é o CPIIF 40, com uma velocidade média de ganho de resistência muito similar aos CPV, enquanto o CPIII 32 desapareceu, indicando um aumento na demanda por cimentos rápidos de alta reatividade, alinhado com a evolução recente da construção. De maneira geral, aos 14 dias, os cimentos já alcançam a classe de resistência estabelecida, exceto pelos cimentos CPIII e CPIIZ. No entanto, o crescimento médio até os 28 dias é ligeiramente inferior ao registrado em 2014 [1], provavelmente devido ao aumento do teor de adições.

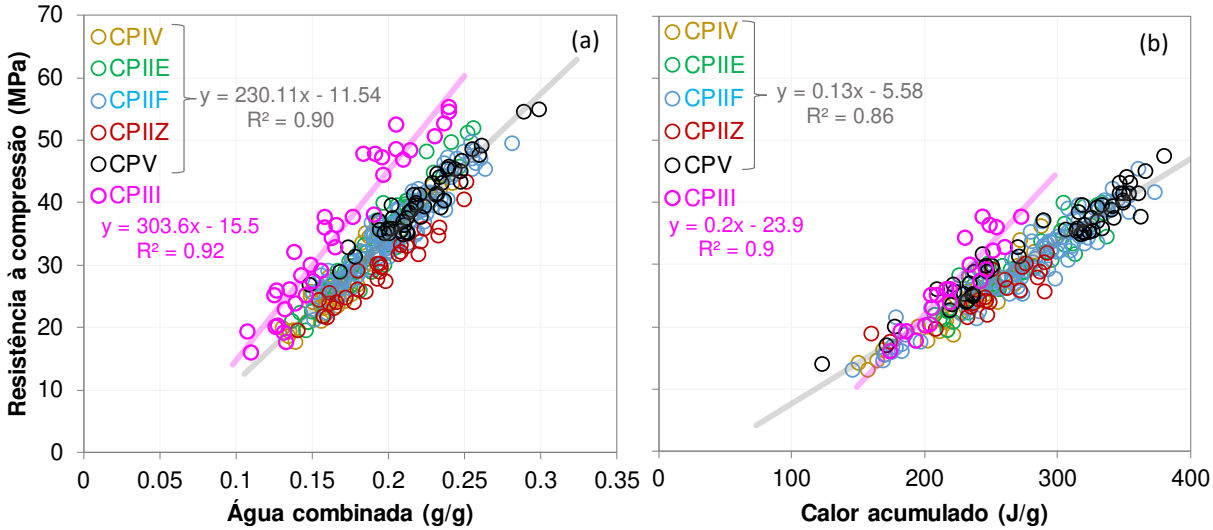
Figura 3 – Resistência à compressão média ao longo do tempo para os cimentos classificados em: (a) 32 MPa e (b) 40 MPa e CPV.



A resistência média a 28 dias do cimento 32 MPa fica entre 3-5 MPa (9-16%) acima da resistência mínima exigida aos 28 dias pela norma NBR 16697. Já para os cimentos classe 40, a resistência média é de 6-9 MPa (15-23%) maior do que a exigida, indicando que as indústrias operam com uma ampla margem de segurança. A falta de previsibilidade da resistência do cimento é um dos fatores que contribui para essa margem de segurança. Em um cenário onde houvesse alta previsibilidade, essa margem certamente poderia ser reduzida, proporcionando a adição de uma maior quantidade de fíler calcário, reduzindo custos e impacto ambiental na produção do cimento. No entanto, para o desenvolvimento de modelos de previsibilidade mais robustos e eficazes, é crucial que o volume de dados gerados seja maior e de mais fácil obtenção que o atual.

Uma maneira de aumentar a geração de dados é adotar métodos mais acessíveis de serem aplicadas do que o ensaio de resistência. Dado que o ensaio normativo atual emprega uma relação água/cimento fixa, a resistência resultante é um indicador da reatividade química do cimento. Portanto, ensaios que avaliem essa propriedade, como a calorimetria isotérmica e a determinação da água combinada, podem ser empregados. Isso é evidenciado pela Figura 4 a-b, que apresenta a excelente correlação entre a resistência à compressão, água combinada e calor acumulado dos diferentes cimentos. Essa correlação vai depender da composição química do clínquer e das características apresentadas pelas fases reativas e não reativas presentes. Cimentos com um teor elevado de escória (CP III) são notavelmente distintos dos demais. Para um único tipo de cimento, a correlação geralmente atinge um coeficiente de determinação (R^2) superior a 90% [8].

Figura 4 – (a) Resistência à compressão vs. Água combinada em 3, 7 e 28 dias; e (b) Resistência à compressão vs. Calor acumulado em 3 e 7 dias.



Na Tabela 1 apresenta-se uma análise comparativa dos métodos utilizados a partir dos seguintes critérios: (i) quantidade de materiais necessários para um ensaio; (ii) tempo para produção das amostras, suo do equipamento e análise dos dados; (iii) número de ensaios realizáveis com um técnico em um dia e uma semana; (iv) número de dados gerados por ensaio. A quantidade de material necessária para execução de um ensaio de água combinada e calor de hidratação é de 98 a 95% menor em comparação com o ensaio de resistência à compressão. Em média, um técnico de laboratório treinado dedica entre 3.5 a 4 horas para realizar todos os procedimentos necessários na execução de um ensaio de resistência, incluindo a pesagem dos materiais, mistura, moldagem, cura, desmoldagem, preparação do corpo de prova e o próprio ensaio na prensa universal. Já para os ensaios de água combinada e calor de hidratação, esse tempo é significativamente reduzido para 1.75 e 0.5 horas, respectivamente. Vale ressaltar que no caso da água combinada e calorimetria a hora trabalhada do técnico não é contabilizada durante o uso do equipamento. Em ambos os casos o técnico apenas colocar as amostras no equipamento e pode seguir com suas atividades normalmente.

Nestas condições, seria possível a execução de dois ensaios de resistência por dia e dez por semana. Em contrapartida, para a água combinada, seriam possíveis 8 ensaios diários e 40 semanais, enquanto com a calorimetria, seriam realizados 16 ensaios diários e semanais. Para a água combinada o técnico pode fazer a preparação das amostras durante o dia, e no final do expediente alocá-las no carrossel de amostras da termobalança para serem analisadas durante a noite.

Cada ensaio de resistência e água combinada gera um único dado na idade de interesse, enquanto para o calor de hidratação, são gerados milhares de dados por ensaio, com resultados parciais de alta frequência. A calorimetria isotérmica, por ser um método de análise continua, apresenta a vantagem de permitir o acompanhamento em tempo real da cinética de hidratação, facilitando intervenções caso os resultados não atendam às expectativas. Além disso, esse método pode ser utilizado para avaliar diferentes parâmetros como o tempo de pega, dosagem de sulfatos e compatibilidade cimento-aditivo. No entanto, suas desvantagens incluem o fato de que a amostra ocupa o equipamento durante todo o período do ensaio, limitando a quantidade de análises possíveis, e a sua sensibilidade diminui consideravelmente após 7 dias, sendo mais indicada para idades iniciais [12].

Por outro lado, a medida da água combinada e resistência podem ser realizadas em qualquer idade. Entretanto, para determinar a água combinada, é necessário realizar o procedimento de paralisação da hidratação e a quantificação da perda de massa em uma termobalança, mas ambos processos podem ser otimizados. No caso da paralisação da hidratação, existem métodos mais práticos que não utilizam a troca de solventes [13], e para a determinação da perda de massa, uma mufla pode ser utilizada ao invés da termobalança [14], reduzindo custos e aumentando a praticidade do ensaio.

Tabela 1 - Análise comparativa das metodologias utilizadas para estimar a reatividade química dos cimentos.

Método		Resistência à compressão	Água combinada	Calor de hidratação
Quantidade cimento : areia : água (g)		624 :1872 : 300	~100 : 0 : 50	~50 : 0 : 25
Tempo médio para produção de amostras (h)		3	1,5	0.25
Tempo médio de uso do equipamento (h)		0.5	1.5	168
Tempo para análise de dados (h)		0.25	0.25	0.25
N° de ensaios (1 técnico e 1 equip)	1 dia (8 h)	2	8[a]	16[b]
	1 semana (40 h)	10	40[a]	16[b]
Número de medidas		1	1	Milhares
Idade máxima de ensaio		>28	> 28	7 dias

[a] Para amostras ensaiadas conforme metodologia descrita neste trabalho.
[b] Considerando a utilização de dois calorímetros com 8 canais cada.

Essa análise comparativa evidência a diferença no uso de recursos materiais e humanos, praticidade e na quantidade de dados gerados entre os métodos avaliados. A determinação da água combinada e a medida do calor de hidratação são métodos que poderiam ser automatizados e integrados ao controle de qualidade do cimento. Além disso, dado sua correlação com a resistência do cimento, essas técnicas têm o potencial de ampliar o volume de dados gerados, contribuindo para o desenvolvimento de modelos de previsão mais robustos e precisos. Consequentemente, auxiliando na redução de custos e impacto ambiental na produção do cimento.

4 CONCLUSÕES

Este estudo analisou uma amostra de 117 cimentos brasileiros. Ele constatou a evolução da indústria do cimento, em resposta às necessidades de mitigação de CO_2 e às demandas do mercado por cimentos mais reativos. Observa-se tambem um crescente domínio da tecnologia de substituição de clínquer, particularmente por fíler, como demonstra a introdução do cimento CPIIF 40. No entanto esta estratégia ainda não está sendo completamente explorada pelo mercado, indicando oportunidades de mitigação de CO_2 sem modificação da norma.

Além disso, investigou-se o potencial dos ensaios de água combinada e calor de hidratação para serem utilizados como indicador da reatividade química dos cimentos e complementarem o controle que hoje é realizado com o ensaio de resistência à compressão. Os resultados demonstraram uma forte correlação linear entre os resultados destes três ensaios, em todas as idades testadas. Essas correlações são mais elevadas quando se analisam resultados para cada cimento individualmente.

Os ensaios de água combinada e calorimetria permitiriam aumentar significativamente a frequencia de ensaios e a quantidade de resultados, sem aumento de recursos humanos em comparação ao método tradicional de resistência. Estes métodos alinham-se aos princípios de digitalização da indústria 4.0, que demanda grandes quantidades de dados e automação. A água combinada, assim como a resistência mecânica, tem a vantagem de poderem ser realizados aos 28 dias de cura, ou até mais tarde. Já os resultados de calorimetria estão limitados em termos práticos a 3 ou, no máximo, 7 dias.

Acredita-se que o ensaio de resistência à compressão deve continuar sendo a referência, enquanto os métodos alternativos, após calibração da correlação com o método de referência para cada conjunto de materiais, poderão ser utilizados como ensaios secundários de mais alta frequência, complementando o controle de qualidade do cimento a nível da fábrica e alimentando os modelos de previsão.

AGRADECIMENTOS

Esta pesquisa faz parte do convênio USP/ABCP-SNIC hubIC e do CEMtec - Instituto Nacional de Tecnologias Avançadas em Cimentos Ecoeficientes, financiado pelo CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - Brasil (Processo 485340/2013-5) e pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP, Processo 14/50948-3 INCT/2014). O trabalho de P.C.R.A. Abrão foi apoiado por uma bolsa da FAPESP (19/13150-7). O trabalho de Monique P. Lunardi foi apoiado por uma bolsa hubIC. O trabalho de F.A. Cardoso foi parcialmente financiado por uma bolsa CAPES EMBRAPII. As informações apresentadas

neste estudo são de responsabilidade dos autores e não necessariamente refletem a opinião do CNPq, FAPESP, CAPES ou EMBRAPII.

REFERÊNCIAS

[1] A.F. BATTAGIN, F.A.C. MUNHOZ, I.L. BATTAGIN, Evolução da normalização, finura e resistência à compressão dos cimentos Portland brasileiros, Concreto Constr.-IBRACON São Paulo. 73 (2014) 39.
[2] Global Cement and Concrete Association, 2050 Net Zero Roadmap, (2020).
[3] S.A. Miller, V.M. John, S.A. Pacca, A. Horvath, Carbon dioxide reduction potential in the global cement industry by 2050, Cem. Concr. Res. (2017). https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.08.026.
[4] K.L. Scrivener, V.M. John, E.M. Gartner, Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO2 cement-based materials industry, Cem. Concr. Res. 114 (2018) 2–26. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.03.015.
[5] D.C. Reis, P.C.R.A. Abrão, T. Sui, V.M. John, Influence of cement strength class on environmental impact of concrete, Resour. Conserv. Recycl. 163 (2020) 105075. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.105075.
[6] J. Hu, Z. Ge, K. Wang, Influence of cement fineness and water-to-cement ratio on mortar early-age heat of hydration and set times, Constr. Build. Mater. 50 (2014) 657–663. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.011.
[7] SNIC, ROADMAP tecnológico do cimento: potencial de redução das emissões de carbono da indústria do cimento brasileira até 2050, (2019).
[8] V.M. John, Quattrone, M., P.C.R.A. Abrão, F.A. Cardoso, Rethinking cement standards: opportunities for a better future, Cem. Concr. Res. Accepted (2019).
[9] Associação Brasileira de Normas técnicas, ABNT - NBR 7215: Cimento Portland -Determinação da resistência à compressão, (1996).
[10] P.C.R.A. Abrão, F.A. Cardoso, V.M. John, Efficiency of Portland-pozzolana cements: Water demand, chemical reactivity and environmental impact, Constr. Build. Mater. 247 (2020) 118546. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118546.
[11] R. Snellings, J. Chwast, Ö. Cizer, N. De Belie, Y. Dhandapani, P. Durdzinski, J. Elsen, J. Haufe, D. Hooton, C. Patapy, M. Santhanam, K. Scrivener, D. Snoeck, L. Steger, S. Tongbo, A. Vollpracht, F. Winnefeld, B. Lothenbach, Report of TC 238-SCM: hydration stoppage methods for phase assemblage studies of blended cements—results of a round robin test, Mater. Struct. 51 (2018) 111. https://doi.org/10.1617/s11527-018-1237-5.
[12] K. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach, A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials, Crc Press, 2016. https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=yJ2mCwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PP1&dq=a+practical+guide+to+microstructural+analysis&ots=nPKxfqXqsr&sig=3YcjiWSMrOLbLaptJUKwfuUVD5g (accessed July 20, 2017).
[13] P.C.R.A. Abrão, F.A. Cardoso, M. Quattrone, V.M. John, Assessing the combined water of cement pastes: comparing solvent exchange and silica gel as hydration stoppage methods, Mater. Struct. Submitted (2023).
[14] F. Avet, R. Snellings, A. Alujas Diaz, M. Ben Haha, K. Scrivener, Development of a new rapid, relevant and reliable (R3) test method to evaluate the pozzolanic reactivity of calcined kaolinitic clays, Cem. Concr. Res. 85 (2016) 1–11. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.02.015.