



Universidade Federal da Paraíba

Centro de Tecnologia

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E

AMBIENTAL

– MESTRADO –

**INFLUÊNCIA DE DOIS TIPOS DE METACAU LIM NO
COMPORTAMENTO REOLÓGICO E NAS PROPRIEDADES
FÍSICAS E MECÂNICAS DE MISTURAS A BASE DE CAL
HIDRATADA**

Por

Tayná Chaves Santana Lopes Ferreira

*Defesa Final de Mestrado apresentada à Universidade Federal da Paraíba
para obtenção do grau de Mestre*

João Pessoa – Paraíba

Março de 2025



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E
AMBIENTAL**
– MESTRADO –

**INFLUÊNCIA DE DOIS TIPOS DE METACaulim NO
COMPORTAMENTO REOLÓGICO E NAS PROPRIEDADES
FÍSICAS E MECÂNICAS DE MISTURAS A BASE DE CAL
HIDRATADA**

Defesa Final submetida ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Civil e
Ambiental da Universidade Federal da
Paraíba, como parte dos requisitos para
a obtenção do título de Mestre.

Tayná Chaves Santana Lopes Ferreira

Orientador: Profa. Dra. Aline Figueirêdo da Nóbrega

João Pessoa – Paraíba

Março de 2025

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

F383i Ferreira, Tayná Chaves Santana Lopes.

Influência de dois tipos de metacaulim no comportamento reológico e nas propriedades físicas e mecânicas de misturas a base de cal hidratada / Tayná Chaves Santana Lopes Ferreira. - João Pessoa, 2025.
77 f. : il.

Orientação: Aline Figueirêdo da Nóbrega.
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Caulim calcinado. 2. Reologia de pastas. 3. Placas paralelas. 4. Cilindro coaxial. I. Nóbrega, Aline Figueirêdo da. II. Título.

UFPB/BC


CDU 666.321(043)

TAYNÁ CHAVES SANTANA LOPES FERREIRA


**INFLUÊNCIA DE DOIS TIPOS DE METACAU LIM NO
COMPORTAMENTO REOLÓGICO E NAS PROPRIEDADES
FÍSICAS E MECÂNICAS DE MISTURAS A BASE DE CAL
HIDRATADA**

Banca Final aprovada em 28/03/2025 como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil e Ambiental do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba.


BANCA EXAMINADORA:

Documento assinado digitalmente
 **ALINE FIGUEIREDO DA NOBREGA**
Data: 26/04/2025 14:06:08-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>


Profa. Dra. Aline Figueirêdo da Nóbrega – UFPB
(Orientador)

Prof. Dr. Normar 
(Exa

Documento assinado digitalmente
NORMANDO PERAZZO BARBOSA
Data: 25/04/2025 17:38:42-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Documento assinado digitalmente
 **ANA CECILIA VIEIRA DA NOBREGA**
Data: 25/04/2025 09:53:31-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Ana Cecilia Vieira da Nóbrega – UFRN
(Examinador Externo)

Documento assinado digitalmente
 **LAURA SILVESTRO**
Data: 25/04/2025 08:45:19-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Laura Silvestro – UTFPR
(Examinador Externo)

*Aos meus pais que, sob muito sol, me
fizeram chegar até aqui na sombra.*

AGRADECIMENTOS

A **Deus** que me amparou e permitiu que eu chegasse até aqui. Seu consolo me manteve firme no propósito a mim confiado. Até aqui nos ajudou o Senhor.

A **minha família, minha mãe, meu pai e minha irmã** que nunca mediram esforços para a realização dos meus sonhos. O seu apoio foi fundamental para que eu concluísse este trabalho.

A **minha orientadora, Prof^a. Dr^a. Aline Figueirêdo da Nóbrega**, pelo suporte e assistência em todas as etapas da pesquisa. Sua maneira de nos guiar transforma a experiência acadêmica e nos dá esperança de cenários melhores na pesquisa.

Ao **Grupo de Pesquisa – GEM**, por todo o apoio e incentivo durante a jornada da pesquisa. Dividir esses momentos com quem partilha do mesmo faz com que a caminhada, apesar de dura, seja mais feliz e leve.

Aos **funcionários Laboratório de Ensaios de Materiais e Estruturas (LABEME) da Universidade Federal da Paraíba (UFPB)**, pelo amparo e disposição para ajudar no que lhes cabia para o desenvolvimento da pesquisa.

Ao **Laboratório de Mecânica**, na pessoa do técnico Breno, pela disponibilidade e realização dos ensaios necessários.

Ao **Laboratório Tecnológico em Segurança Alimentar e Nutricional (LTSAN – CTDR/UFPB)**, especialmente na pessoa de Natasha, por realizar todos os ensaios no reômetro e pelas longas discussões dos resultados durante os ensaios.

A **CAPES** pela bolsa de mestrado concedida a mim através do Programa de Pós graduação em Engenharia Civil e Ambiental.

A todos contribuíram de forma direta ou indireta para a realização deste trabalho, meu sincero agradecimento.

RESUMO

Argamassas à base de cal são geralmente empregadas no restauro e conservação de edifícios históricos devido a sua compatibilidade com os materiais seculares utilizados. A inserção de adições pozolânicas contribui para o melhoramento quanto à permeabilidade, durabilidade e resistência mecânica, porém os resultados não competem com o que se encontra no mercado para materiais convencionais, como o cimento Portland. Além disso, existem poucos trabalhos voltados para a avaliação do comportamento reológico em misturas à base de cal. Nesse sentido, a pesquisa objetiva avaliar o desempenho de pastas e argamassas de cal hidratada com adição de metacaulim comercial (MC) e caulim calcinado (CC) em diferentes proporções cal:pozolana. Nove misturas foram investigadas para cada tipo de metacaulim, aumentando o teor de pozolana progressivamente de 10 a 90%, com o intuito de analisar o impacto nas propriedades reológicas e no desempenho mecânico. Quanto à reologia, as pastas foram estudadas no estado fresco através no ensaio de mini slump e reometria rotacional, utilizando as geometrias de placas paralelas e cilindro concêntrico, e as argamassas foram submetidas ao ensaio da mesa de consistência, densidade de massa fresca, squeeze-flow e resistência à tração na flexão e à compressão. Através dos ensaios de reometria de fluxo, as pastas se comportaram como fluido não-newtoniano e se ajustaram ao modelo de Hershel – Bulkley (HB) e Bingham (B). A mudança da geometria utilizada no ensaio do reômetro evidenciou maiores tensões de cisalhamento com as placas paralelas. A viscosidade das pastas aumenta à medida que se eleva o teor de pozolana. As misturas apresentaram uma área de histerese com comportamento tixotrópico para ambas as pastas com MC e CC. A água demandada nas argamassas contendo MC foram maiores do que com CC e as resistências mecânicas das argamassas com CC foram maiores que aquelas com MC, atingindo valores máximos de 0,98 MPa para tração na flexão e 8,90 MPa para compressão. Os resultados do squeeze-flow indicam que argamassas com CC formam uma estrutura mais rígida inicialmente e o teor de pozolana desempenha papel na evolução da rigidez das misturas, já que as argamassas com maiores teores de metacaulim apresentam maiores resistências em menor tempo.

PALAVRAS-CHAVE: Caulim Calcinado, Reologia de pastas, Placas Paralelas, Cilindro Coaxial.

ABSTRACT

Lime-based mortars are commonly used in the restoration and conservation of historical buildings due to their compatibility with centuries-old construction materials. The incorporation of pozzolanic additives enhances properties such as permeability, durability, and mechanical strength. However, the performance still falls short when compared to conventional materials like Portland cement. Moreover, there is a lack of studies focusing on the rheological behavior of lime-based mixtures. In this context, the present research aims to evaluate the performance of hydrated lime pastes and mortars modified with commercial metakaolin (MK) and calcined kaolin (CK), using different lime:pozzolan ratios. Nine mixtures were investigated for each pozzolan type, with the pozzolan content gradually increasing from 10% to 90%, in order to assess its impact on rheological properties and mechanical performance. Regarding rheology, pastes were evaluated in the fresh state through mini-slump tests and rotational rheometry, using parallel plate and concentric cylinder geometries. Mortars were tested for flow spread, fresh bulk density, squeeze-flow behavior, flexural strength, and compressive strength. Rheological tests showed that the pastes exhibited non-Newtonian behavior and were well described by the Herschel–Bulkley (HB) and Bingham (B) models. The change in rheometer geometry revealed higher shear stress values with parallel plates. Paste viscosity increased with higher pozzolan content. Both MC and CC pastes demonstrated thixotropic behavior, characterized by a hysteresis area. Mortars containing MC required more water than those with CC, while CC mortars achieved higher mechanical strengths, with maximum values of 0.98 MPa in flexural strength and 8.90 MPa in compressive strength. Squeeze-flow results indicated that CC mortars formed a stiffer initial structure, and the pozzolan content played a key role in the development of mixture stiffness, as mortars with higher metakaolin content reached greater strength in shorter time periods.

KEYWORDS: Calcined Kaolin, Paste Rheology, Parallel Plates, Coaxial Cylinder.

SUMÁRIO

RESUMO

ABSTRACT

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	15
2.1 OBJETIVO GERAL	15
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	15
3 REFERENCIAL TEÓRICO	16
3.1 CONTEXTO HISTÓRICO.....	16
3.2 ARGAMASSAS DE CAL	17
3.3 POZOLANAS.....	17
3.4 ADITIVOS E ADIÇÕES	20
3.5 COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE MISTURAS NO ESTADO FRESCO.....	21
4 MATERIAL E MÉTODOS	26
4.1 MATERIAIS E CARACTERIZAÇÃO	26
4.1.1 Análise Física	28
4.1.2 Análise Química	30
4.1.3 Análise Mineralógica.....	31
4.1.4 Análise Microestrutural.....	33
4.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA AS PASTAS.....	34
4.2.1 Definição e Preparação das Pastas.....	34
4.2.2 Mini Slump.....	36
4.2.3 Reômetro	36
4.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA AS ARGAMASSAS	38
4.3.1 Estado Fresco	38
4.3.2 Estado Endurecido	40
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	41
5.1 PASTAS	41
5.1.1 Mini Slump.....	41

5.1.2 Reometria rotacional.....	44
5.1.2.1 Comparação entre placas paralelas e cilindro concêntrico.....	44
5.1.2.2 Comparação entre metacaulins utilizando o cilindro concêntrico.....	49
5.2 ARGAMASSAS	57
5.2.1 Mesa de consistência.....	57
5.2.2 Densidade de Massa	58
5.2.3 Squeeze-Flow.....	59
5.2.4 Resistência à tração na flexão e à compressão	62
6 CONCLUSÕES.....	65
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	68

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Comportamento reológico dos fluidos (1) newtoniano; (2) de Bingham; (3) pseudoplástico; (4) pseudoplástico com tensão de escoamento; (5) dilatante; (6) dilatante com tensão de escoamento.	22
Figura 2: Programa experimental da pesquisa.....	26
Figura 3: a) Cal Hidratada. b) Metacaulim Comercial. c) Caulim Calcinado.	27
Figura 4: Curva Granulométrica dos Materiais Finos.	29
Figura 5: Volume das Partículas dos Materiais Finos.	29
Figura 6: Difração de raios-x da Cal Hidratada.....	32
Figura 7: Difração de raios-x do metacaulim (MC) e caulim calcinado (CC).	32
Figura 8: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da cal hidratada (CAL), caulim calcinado (CC) e metacaulim comercial (MC).	34
Figura 9: Ensaio de Mini Slump. a) e c) medição do espalhamento das pastas de CC e MC, respectivamente b) e d) medição da espessura das pastas de CC e MC, respectivamente..	36
Figura 10: a) reômetro utilizado para o ensaio. b) e c) geometria de placas paralelas. d) e e) geometria de cilindro concêntrico. f) recipiente da geometria de cilindro concêntrico. g) aparato para proteção da amostra no cilindro concêntrico.	37
Figura 11: Rotina de ensaio para a reometria rotacional.	38
Figura 12: Ensaio da mesa de consistência para definição da relação água/aglomerante. a) Espalhamento para a argamassa com MC. b) e d) Medição do espalhamento. c)Espalhamento para a argamassa com CC.....	39
Figura 13: Ensaio de squeeze-flow nas argamassas após o deslocamento. a) Execução do ensaio nas argamassa com MC. b) Execução do ensaio nas argamassa com CC.....	40
Figura 14: a) Ensaio de tração na flexão no corpo de prova com MC. b) Ensaio de tração na flexão no corpo de prova com CC. c) Ensaio de compressão no corpo de prova com MC. d) Ensaio de com compressão no corpo de prova com CC.....	41
Figura 15: Resultado do ensaio de mini slump para as pastas contendo MC.....	42
Figura 16: Resultado do ensaio de mini slump para as pastas contendo CC.....	42
Figura 17: Comparação dos resultados de mini slump para pastas com MC e CC em diferentes proporções.....	43
Figura 18: Pastas com caulim calcinado no ensaio de mini slump. a) medição do espalhamento. b) Amostra após a retirada do mini cone.	44

Figura 19: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento (C50CC50) com a geometria de placas paralelas diferenciado pelo pré-cisalhamento.....	45
Figura 20: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento com placas paralelas e cilindro concêntrico. a) C70CC30 b) C60CC40 c) C50CC50 d) C40CC60 e) C30CC70..	46
Figura 21: Ajuste do Modelo de Herschel Bukley nas curvas de fluxo das pastas para as duas geometrias.....	48
Figura 22: Viscosidade Aparente versus tempo de pastas com diferentes proporções de cal e MC.....	50
Figura 23: Viscosidade Aparente versus tempo de pastas com diferentes proporções de cal e CC.....	50
Figura 24: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento das pastas com MC....	51
Figura 25: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento das pastas com CC.....	52
Figura 26: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (70:30) de MC e CC.	53
Figura 27: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (60:40) de MC e CC.	53
Figura 28: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (50:50) de MC e CC.	54
Figura 29: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (40:60) de MC e CC.	54
Figura 30: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (30:70) de MC e CC.	55
Figura 31: Ajuste do Modelo de Herschel Bukley nas curvas de fluxo das pastas de MC.	56
Figura 32: Ajuste do Modelo de Herschel Bukley nas curvas de fluxo das pastas de CC..	57
Figura 33: Resultados de squeeze-flow para as diferentes proporções de MC. a) Argamassas ensaiadas 10 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. b) Argamassas ensaiadas 15 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s. c) Argamassas ensaiadas 60 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. d) Argamassas ensaiadas 65 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s.	60
Figura 34: Resultados de squeeze-flow para as diferentes proporções de CC. a) Argamassas ensaiadas 10 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. b) Argamassas ensaiadas 15 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s. c) Argamassas ensaiadas 60 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento	

de 3 mm/s. d) Argamassas ensaiadas 65 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s.	61
Figura 35: Resistência à tração na flexão das argamassas de CC e MC.	63
Figura 36: Resistência à compressão das argamassas de CC e MC.	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Descrição dos materiais utilizados.	27
Tabela 2: Detalhamento dos ensaios de caracterização dos materiais.....	28
Tabela 3: Massa Específica Aparente e Massa Unitária dos materiais.	28
Tabela 4: Composição Química por Fluorescência de Raios-x e Atividade Pozolânica dos materiais.	30
Tabela 5: Detalhamento das misturas das pastas.....	35
Tabela 6: Parâmetros do Modelo da Lei da Potência para as pastas.	48
Tabela 7: Parâmetros do Modelo de Bingham para as pastas.	49
Tabela 8: Teor de água e espalhamento das argamassas analisadas.....	58
Tabela 9: Densidade de massa fresca das argamassas.....	59

1 INTRODUÇÃO

As argamassas constituídas a base de cal foram utilizadas para a construção de estruturas seculares e se destacam pela sua durabilidade e resistência ao tempo. A necessidade de restaurações nesse tipo de edificação exprime o desafio da compatibilização física e química das novas argamassas, em relação as antigas (Gameiro, et al., 2012).

Nesse sentido, alguns trabalhos têm sido desenvolvidos onde, por meio de estudos laboratoriais, se identificam a composição das argamassas históricas para que assim se obtenha um material que seja compatível física e quimicamente, permitindo a utilização sem comprometimento da edificação (Menezes, 2019; Veiga; Velosa; Magalhães, 2009).

A utilização da pozolana em argamassas de cal já é um tema consolidado no estado da arte. A inserção de materiais pozolânicos auxiliam no melhoramento das propriedades físicas e mecânicas e na durabilidade das misturas de cal. Porém, umas das desvantagens mais enfatizantes em termos de competitividade com materiais de matriz cimentícia, além de ser incipiente em termos do enfoque de pesquisas, é o tempo de endurecimento dessas argamassas à base de cal, tornando-a limitada e pouco frequente em termos de viabilidade de mercado (Veiga, 2018).

Quanto à avaliação do comportamento reológico de pastas e argamassas à base de cal e pozolana, existem diversas lacunas no estado da arte e poucos trabalhos são encontrados no que se refere a esse tema. Sales et al. (2021) analisaram os aspectos reológicos de pastas de cal e metacaulim e basearam as condições de ensaio no reômetro em trabalhos que envolviam materiais cimentícios devido à escassez de literatura. Apenas os trabalhos de Vejmelková, Keppert e Černý (2012), Bras e Henriques (2012), Salvador e Cavalaro (2015), Zizlavsky (2018), Arizzi (2019) e Sales (2021) foram encontrados tratando-se da medição direta da reometria de misturas com cal.

Gameiro et al. (2012) avaliaram a influência da porcentagem de metacaulim em pastas à base de cal e observaram que quanto maior o percentual desse tipo de pozolana, melhores os produtos hidratados resultantes no processo, porém não foi analisada o comportamento reológico das misturas com os diferentes teores de material pozolânico.

Nesse sentido, o enfoque desse trabalho é analisar a influência de diferentes tipos de metacaulins, sendo eles um metacaulim comercial e um caulim calcinado em laboratório, nas pastas e argamassas à base de cal com variações na proporção cal:pozolana, no que se refere a reologia das misturas e o desempenho mecânico.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar a influência de diferentes proporções para dois tipos de metacaulim nas propriedades físico- mecânicas de argamassas à base de cal.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o comportamento reológico das pastas e argamassas com diferentes proporções de pozolana através do reômetro rotacional e squeeze-flow;
- Analisar a influência do pré cisalhamento e diferentes tipos de geometria no comportamento reológico das pastas;
- Investigar a influência do tipo e da variação de pozolana e cal nas propriedades endurecidas das argamassas.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 CONTEXTO HISTÓRICO

A utilização da argamassa constituída por cal e cinzas vulcânicas tem seu desenvolvimento e emprego datado há cerca de 9000 anos atrás por meio dos gregos, sendo eles os predecessores a empregarem a mistura de cal e pozolana como aglomerante (Hartz, 2000). A tecnologia de produção do ligante partia do princípio do manuseio da cal dissolvida em água e misturada com areia, com posterior adição de cinzas vulcânicas moídas para o melhoramento da durabilidade da argamassa, da resistência à compressão e a resistência à água (Zongshou; Weihong; Wei, 2019).

Para os dias atuais, o desafio é a necessidade de conservação e reparação dessas estruturas históricas, tendo em vista a vida útil da obra e a própria utilização ao longo do tempo. O desenvolvimento desses reparos utilizando os materiais mais empregados nos dias atuais seria uma adversidade devido as incompatibilidades físicas e químicas das obras históricas com materiais convencionais contemporâneos (Gameiro et al., 2012) Nesse sentido, o cimento Portland é o material mais difundido atualmente em termos de aglomerante, possuindo alta resistência mecânica, baixa permeabilidade, alto módulo de elasticidade e a presença de hidróxidos alcalinos que podem reagir formando sais solúveis (Seabra et al., 2009).

Para a reparação dos casos mais severos de degradação de obras históricas, tem sido resgatada a utilização de argamassas à base de cal, que são aquelas que mais se aproximam da empregada originalmente. Apesar de existirem vastos estudos sobre argamassas de cal e pozolana, principalmente na Europa (Arizzi; Cultrone, 2012; Borges; Santos Silva; Veiga, 2014; Gameiro et al., 2012, 2014; Nezerka et al., 2014; Santos et al., 2018; Seabra et al., 2009; Silva et al., 2014; Veiga; Velosa; Magalhães, 2009), a utilização desse tipo de argamassa ainda não é tão ampla nas obras de reabilitação de construções antigas devido a necessidade de conhecimento científico em relação as condições locais e à natureza das matérias primas, a dificuldade de controlar o planejamento tendo em vista o tempo necessário de aplicação e secagem das camadas e à espera pelas condições favoráveis de temperatura (Veiga, 2017). Nesse sentido, umas das desvantagens que mais limitam a utilização das argamassas à base de cal é o tempo de endurecimento muito longo em relação a argamassas que têm base cimentícia, restringindo o uso devido ao revés de aplicação e produção na construção.

3.2 ARGAMASSAS DE CAL

O emprego da cal nas argamassas proporciona vantagens como a melhora na retenção, plasticidade e trabalhabilidade no estado fresco, viabilizando a utilização desse material para o uso no revestimento em edificações (Rago e Cincotto, 1999). Já algumas das desvantagens mais enfatizantes é a baixa durabilidade, resistência mecânica e o endurecimento lento (Nezerka et al., 2014). As cals hidráulicas são as mais encontradas na Europa, cuja matéria prima tem, além do calcário, 20% de argila. No Brasil, a cal aérea é encontrada no mercado, sendo mais comum a utilização da cal hidratada. A cal aérea endurece apenas em contato com o CO₂, ocorrendo das camadas mais externas para as internas, tornando o processo mais lento. Já o endurecimento da cal hidráulica acontece tanto em contato com o ar quanto com a água.

A ABNT NBR 7175:2003 traz a classificação das cals hidratadas encontradas no Brasil, sendo subdivididas em três tipos: CH I, CH II e CH III, diferenciadas a partir do grau de pureza do material.

As limitações encontradas nas argamassas de cal podem ser sanadas parcialmente com a inserção de pozolanas em seu arranjo, oferecendo a composição melhora no desempenho quanto à permeabilidade, durabilidade e resistência mecânica (Arizzi; Cultrone, 2018).

3.3 POZOLANAS

A pozolana é composta predominantemente por óxidos de alumínio e de silício que, quando em contato com o hidróxido de cálcio e água em temperaturas ambientes desenvolvem a capacidade aglomerante. Segundo a NBR 16653 (2015), as pozolanas podem ser classificadas em dois tipos, naturais (de origem vulcânica ou sedimentar, tais como argila calcinada) e artificiais (como cinzas volantes, sílica ativa e metacaulim). As pozolanas que mais vêm sendo estudadas nesse tipo de argamassa são o metacaulim, escória de alto forno, sílica ativa, cinza volante, nanossílica e entre outras (Kumar, 2022; Sánchez, et al., 2021; Veiga, Velosa e Magalhães, 2006; Zhang, et al., 2020).

O metacaulim é o material pozolânico amplamente estudado em argamassas à base de cal e pozolana, sendo formada a partir da calcinação de argila caulinítica, numa temperatura entre 600°C e 850°C (Veiga, 2006). Pesquisas referentes a essa configuração de mistura destacam melhoras significativas nas propriedades das argamassas induzidas pela atividade pozolânica do material (Aggelakopoulou; Bakolas; Moropoulou, 2011; Arizzi; Cultrone,

2012, 2018; Azeredo; Struble; Carneiro, 2015; Gameiro et al., 2012, 2014; Grilo et al., 2014; Nežerka et al., 2014; Silva et al., 2014)

Quanto à reação do metacaulim com a cal, há o apontamento de que ela se desenvolve de forma lenta, com taxas de liberação de calor e ganho de resistência retardados (Mehta; Monteiro, 2014). No estudo desenvolvido por Velosa, Rocha e Veiga (2009), ao comparar três metacaulins em argamassas à base de cal, os melhores resultados para as propriedades mecânicas foram encontrados em materiais com maior teor de alumina e menor teor de álcalis.

Na reação pozolânica com o hidróxido de cálcio em pastas e argamassas de cal/metacaulim, os principais compostos formados são aluminatos e silicoaluminatos cálcio hidratados como a estratlingita, o aluminato tetracálcio hidratado, hidrogarnet, mono carboaluminato e silicato de cálcio hidratado (Arizzi; Cultrone, 2012; Azeredo; Struble; Carneiro, 2015; Gameiro et al., 2012, 2014; Silva et al., 2014). Segundo Azeredo; Struble; Carneiro (2015), um dos aspectos que mais influência na formação desses compostos, nas características das argamassas e no processo de endurecimento é a condição de cura. Os resultados dessa pesquisa mostraram que a cura úmida favoreceu a reação pozolânica em detrimento da carbonatação, atingindo também maiores resistências mecânicas.

O que se encontra no estado da arte em relação a proporções de misturas é de que em termos de substituição da cal por metacaulim, ocorre uma variação de substituição de 2,5% (Aggelakopoulou; Bakolas; Moropoulou, 2011) até 60% (Azeredo; Struble; Carneiro, 2015). Em relação a proporção de aglomerante:agregado, os valores variam de 1:1 a 1:4, tendo a proporção de 1:3 adotada como referência para Veiga (2017).

Outro material empregado em argamassas de cal é a sílica ativa, que apresenta um alto nível de atividade pozolânica (Arizzi; Cultrone, 2018). Em um estudo desenvolvido por Veiga, Velosa e Magalhães (2009), onde foi estudada a aplicação e desempenho de argamassas de revestimento com cal e diferentes pozolanas aplicadas na recuperação de antigas fortalezas na costa de Lisboa, verificou-se que o desempenho da sílica ativa foi inferior em termos de resistência mecânica quando em comparação ao metacaulim e a pozolana do Cabo Verde, a qual foi indagada em relação a menor proporção utilizada para a sílica considerando sua maior reatividade, sugerindo assim trabalhos futuros com proporções similares para todas as pozolanas para efeito de comparação.

Zhang et al., (2020) avaliou a influência de duas pozolanas nas propriedades das argamassas a base de cal hidráulica natural (CHN), analisando três tipos de mistura,

cal/escória, cal/sílica ativa e uma argamassa apenas com cal para efeito de comparação e referência, com faixas de 10% e 20% de substituição da cal pelo material pozzolânico. Os resultados indicam que houve uma diminuição na fluidez das argamassas com ambas as adições. A sílica ativa teve efeito mais positivo na resistência à compressão inicial enquanto a escória teve uma melhora mais significativa a longo prazo. Em relação a resistência ao sulfato das argamassas, a sílica ativa mostrou um resultado melhor e no que se refere a atividade pozzolânica, a sílica ativa apresentou maior efeito antes dos 28 dias e a escória teve melhor desempenho para idades posteriores a essa.

Na pesquisa desenvolvida por Kumar (2022), foram analisadas argamassas de cal aérea com substituição de 0% a 75% de cal por cinza volante e escória de alto forno moída. Os pesquisadores observaram que as misturas que continham as adições pozzolânicas demandaram um menor teor de água para chegarem a mesma consistência quando comparadas a referência que continha apenas cal. As misturas que continham escória apresentaram características de pega mais rápida em relação àquelas com cinza volante e notou-se um melhoramento em termos de resistência mecânica para as argamassas com adição de cinza volante.

Em relação a utilização de resíduos em argamassas a base de cal, Torres I. e Matias G. (2016) analisaram a viabilidade de resíduos cerâmicos (tijolos, telhas, cerâmicas, porcelanato esmaltado, grés esmaltado e não esmaltado) em argamassas de cal hidráulica natural. No estado fresco, os autores observaram que a absorção de água dos materiais cerâmicos influenciou na quantidade de água necessária para obter uma trabalhabilidade aceitável. As argamassas com resíduos cerâmicos vermelhos apresentaram um aumento na capacidade de secagem e uma diminuição na permeabilidade ao vapor. E as misturas com o resíduo de argila vermelha atenderam aos requisitos que Veiga et al. (2010) recomendam para o reboco e rejuntamento de reabilitação.

Torres I. et al, (2020) analisou a substituição do agregado por resíduos de indústria de cerâmicas que fabricam tijolos, telhas e vasos em argamassas de cal hidráulica natural. Na pesquisa foi utilizada uma substituição 0% a 40% da areia pela resíduo em traços de argamassa de 1:3 e 1:4. A incorporação dos resíduos aumentou a porosidade aberta, a absorção de água por capilaridade e a permeabilidade ao vapor de água. A inserção também aumentou o módulo de elasticidade dinâmica e as resistências mecânicas das argamassas. Os autores afirmaram que as argamassas com traços 1:4 apresentaram um comportamento mais adequado para reabilitação de rebocos.

3.4 ADITIVOS E ADIÇÕES

A utilização de aditivos em argamassas de cal podem trazer benefícios em relação as propriedades no estado fresco e endurecido. Ainda é pouco explorado o uso de aditivos, em misturas com cal e pozolana, que foram originalmente fabricados para reagir quimicamente com materiais cimentícios (Veiga, 2017).

Nas pesquisas referentes a esse tema, são avaliados os seguintes tipos de aditivos: repelentes de água, retentores de água, plastificantes e superplastificantes (Izaguirre; Lanas; Álvarez, 2011; Pérez-nicolás et al., 2016; silva et al., 2019; Arizzi; Cultrone, 2012).

Izaguirre; Lanas; Álvarez (2011) avaliaram o desempenho de argamassas com a inserção de dois aditivos retentores de água examinando as misturas em termos de viscosidade e tempo de endurecimento. Para ambos os aditivos, houve um retardo no tempo de pega nas argamassas estudadas. Em relação a viscosidade, apenas o aditivo à base de goma guar correspondeu às expectativas dos pesquisadores.

Na pesquisa desenvolvida por Pérez-Nicolás et al. (2016), foi avaliado o desempenho de dois aditivos superplastificantes em argamassas de cal e cal e nanossílica. Os resultados apontaram um aumento no tempo de pega nas pastas de cal e nanossílica em relação as pastas de cal pura e também notou-se o aumento no tempo de pega nas pastas com os aditivos. As vantagens encontradas foram a redução dos poros, formação de silicato de cálcio hidratado (CSH) e um consequente aumento na resistência mecânica.

Silva et al. (2019) também avaliou o desempenho de argamassas à base de cal com a utilização de dois aditivos superplastificantes. Em relação ao tempo de endurecimento, as argamassas com aditivos obtiveram menores valores de espalhamento ao longo do tempo e menor penetração quando comparado a referência. Os autores justificam citando que a perda de fluidez ocorre pela evaporação da água e floculação das partículas de cal devido a perda da capacidade de dispersão do superplastificante.

Arizzi; Cultrone (2012) analisaram 8 argamassas de cal e matacaulim variando diferentes tipos de aditivos (perlita, derivado de celulose e policarboxilato), o teor de pozolana e a proporção de aglomerante:agregado. Os resultados mostram que a utilização do aditivo demandou um teor de água menor, sucedendo uma menor porosidade e aumento da resistência, sem alterar a morfologia e mineralogia das argamassas.

Na pesquisa de Silva et al. (2020) foi analisado o impacto da utilização de um aditivo modificador de viscosidade (AMV) em argamassas de cal. No estado fresco, o AMV teve efeito espessante, apresentado valores maiores de torque, tensão de escoamento e

viscosidade plástica para as dosagens com o aditivo. Já em relação as resistências mecânicas, o aditivo não apresentou benefícios, sendo justificado pelo aumento de poros dilatados.

Sánchez, et al. (2021) desenvolveram uma pesquisa relacionada a argamassas para reboco à base cal e adições. Foram estudadas misturas que envolviam a adição de copolímero de etileno-acetato de vinila (EVA), um agente hidro-repelente (oleato de sódio), um melhorador de viscosidade (derivado de amido) e adição pozolânica de nanossílica ou metacaulim. Em relação ao efeito das adições na necessidade de água na mistura, o uso do EVA aumenta ligeiramente a fluidez quando comparado com a referência ou com as amostras contendo oleato de sódio, a adição das pozolanas aumentou a necessidade de água para atingir o valor alvo de espalhamento e houve um aumento ainda mais acentuado na demanda de água com a adição do intensificador de viscosidade.

A pesquisa de Sales (2022) estudou a influência do cloreto de cálcio em pastas a base de cal e pozolana (metacaulim (mc) e caulim calcinado (cc)). Em relação a cinética do endurecimento, o ganho de resistência a penetração mostrou que as pastas contendo cal e mc endurecem mais rapidamente que as contendo cc. Nas pastas contendo caulim calcinado, o cloreto de cálcio retardou o ganho de rigidez na pastas, enquanto para as pastas com metacaulim houve uma aceleração nesse ganho.

Mesmo observando que a inserção de pozolanas e aditivos parte da prerrogativa da melhoria de, entre outras propriedades, o tempo de pega, o único trabalho que comenta e analisa de forma detalhada o tempo de endurecimento das amostras é o de Sales (2022).

3.5 COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE MISTURAS NO ESTADO FRESCO

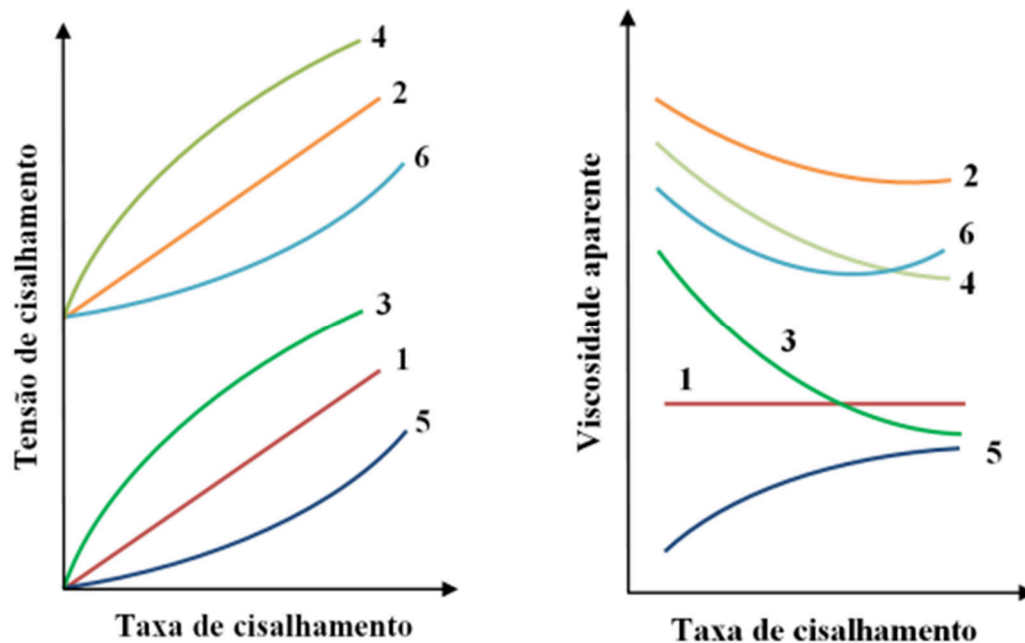
A avaliação do comportamento reológico de pastas no estado fresco está ligada as simulações de solicitações que esse material pode sofrer durante a mistura, transporte e aplicação. Reologia, de modo geral, é a ciência que estuda o fluxo e a deformação de um fluido sob a ação de tensões externas. A deformação pode ser dividida em dois tipos: espontânea e reversível (elasticidade) e irreversível (escoamento).

As grandezas básicas do estudo da reologia são a viscosidade e a tensão de escoamento. A viscosidade, pela concepção física, é a propriedade que caracteriza a resistência do fluido ao escoamento. Já a tensão de escoamento indica a tensão de cisalhamento mínima necessária para o fluido começar a escoar.

Os fluidos, por sua vez, podem ser classificados como newtonianos e não-newtonianos. Os fluidos newtonianos são considerados os ideais, apresentando tensão de

escoamento nula e viscosidade constante. Já os fluidos não-newtonianos se classificam como binghamiano, pseudoplásticos e dilatantes, sendo diferenciados pela relação entre tensão e taxa de cisalhamento. (Figura 1)

Figura 1: Comportamento reológico dos fluidos (1) newtoniano; (2) de Bingham; (3) pseudoplástico; (4) pseudoplástico com tensão de escoamento; (5) dilatante; (6) dilatante com tensão de escoamento.



Fonte: (WATANABE, ISHIKAWA, WAKAMATSU, 1989 apud ROMANO, CARDOSO e PILEGGI, 2011).

Os fluidos newtonianos apresentam um comportamento com viscosidade constante, independente da taxa de cisalhamento, já no fluido pseudoplástico a viscosidade diminui com o aumento da taxa de cisalhamento, apresentando uma curva côncava para baixo, enquanto nos fluidos dilatantes a viscosidade aumenta com a taxa de cisalhamento. O fluido de Bingham necessita de uma tensão de escoamento para começar a fluir, assim como o pseudoplástico e dilatante com tensão de escoamento.

Argamassas e concretos são classificados como fluidos não-newtonianos e misturas envolvendo materiais cimentícios se caracterizam como fluidos de Bingham (Struble e Leit, 1995; Azerêdo et al., 2008). Quando adições pozolânicas são inseridas ao materiais cimentícios, o modelo que mais se ajusta ao comportamento é o de Hershel-Bulkley (HB), que é o fluido pseudoplástico com tensão de escoamento (Ferrara et al., 2012; Giordani and Masuero, 2019; Betioli et al., 2009; Safi et al., 2011).

O modelo de HB é conhecido como fluido de potência com limite de escoamento e definido a partir de três parâmetros. A equação que o define é:

$$\tau = \tau_0 + k(\dot{\gamma})^n \quad \text{Eq. 1}$$

Onde: τ é a tensão de cisalhamento (Pa); τ_0 é a tensão de escoamento (Pa); $\dot{\gamma}$ a taxa de cisalhamento (s^{-1}); k o índice de consistência ($Pa \cdot s^n$); e 'n' é o índice da lei de potência. Quando $n = 1$ o fluido é Binghamiano, $n < 1$ pseudoplástico com tensão de escoamento ou Herschel-Bulckley e $n > 1$ dilatante com tensão de escoamento.

Os materiais que são “fluidos tempo-dependentes” (aqueles em que a relação de taxa de cisalhamento e tensão de cisalhamento depende do tempo) são classificados em dois grupos: tixotópico e reopéxico.

Os fluidos tixotrópicos diminuem a viscosidade sob uma taxa ou tensão de cisalhamento constante. Considerando os ciclos de cisalhamento para este tipo de fluido, a curva de aceleração apresenta valores de tensão de cisalhamento maiores que os valores da curva de desaceleração. Entre as curvas de ida e volta, existe uma área chamada “área de histerese” que corresponde ao grau de tixotropia (BETIOLI, 2007; PILEGGI et al., 2001).

Os fluidos reopéxicos, por sua vez, são caracterizados pelo aumento da viscosidade aparente sob cisalhamento constante. Nos fluidos deste tipo, a curva de aceleração apresenta valores menores de tensão de cisalhamento que os da curva de desaceleração. Para ambos os fluidos, esse comportamento reológico é considerado reversível (BETIOLI, 2007). Esse tipo de fenômeno pode ser avaliado submetendo a amostra em três intervalos de taxas de cisalhamento (baixa – alta – baixa) durante um intervalo de tempo (MEZGER, 2011).

Existem escassas referências quando se trata de reologia para pastas de cal e pozolana, além de não existir uma parametrização das condições de ensaios favoráveis para o estudo do comportamento reológico das pastas. Sales et al. (2021) analisaram o comportamento reológico de pastas contendo cal e metacaulim. Os autores observaram que a presença do metacaulim reduziu a tensão de escoamento inicial e a viscosidade das pastas, que se ajustaram ao comportamento de HB. Fourmentin et al. (2015) analisaram pastas à base de cal e também observou um melhor ajuste ao modelo de Hershel-Bulkley.

Arizzi (2019) analisou a reologia de pastas de cal com aditivos à base de biopolímeros, enquanto Žižlavský (2018) avaliou a influência da adição de biopolímeros em

pastas à base de cal aérea. Ambos os resultados demonstraram que a adição dos biopolímeros diminuiu a tensão de escoamento inicial.

Vejmelková, Keppert e Černý (2012) analisaram a reologia de pastas com cal com adição de metacaulim através da reometria rotacional. A adição do metacaulim aumentou a viscosidade e a tensão de escoamento das misturas e o comportamento das pastas foi descrito como pseudoplástico, com redução da viscosidade à medida que a taxa de cisalhamento aumenta.

Salvador e Cavalaro (2015) investigaram a reologia de pasta com metacaulim para aplicações em restauração. As pastas apresentaram um comportamento tixotrópico, com recuperação da estrutura após aplicação do cisalhamento. O metacaulim melhorou a aderência e resistência mecânica das pastas, tornando-as adequadas para aplicações de restauração.

Na pesquisa de Bras e Henriques (2012) foi abordada a reologia de pastas de metacaulim e pó de tijolo. Ambas as adições aumentaram a viscosidade e tensão de escoamento das pastas e o pó de tijolo melhorou a trabalhabilidade e estabilidade das misturas, enquanto o metacaulim aumentou a resistência mecânica.

Žižlavský (2018) em sua análise do comportamento reológico em argamassas de cal, observou um comportamento reopéxico para misturas que continham adições de biopolímeros. Já Fourmentin et al. (2015), notaram um comportamento tixotrópico das pastas à base de cal através das curvas de fluxo.

Em relação aos procedimentos de ensaio, Silvestro et al. (2024) em sua revisão sistemática da literatura sobre o ensaio de reometria rotacional de materiais à base de cimento Portland, destaca que a escolha da geometria depende de vários fatores, como a disponibilidade, características do material, limitação da quantidade de material necessário no ensaio, entre outros. A maioria dos artigos analisados pelos autores utilizam as geometrias de palheta, cilindro concêntrico e placas paralelas, respectivamente.

Sobre a rotina de ensaio de cisalhamento dinâmico, geralmente são empregados dois tipos de rotina, sendo elas a de rampa, onde há um ciclo de aceleração e desaceleração constante para obter o valor da tensão, e a rotina de passos, aplicando uma taxa de cisalhamento com o tempo de estabilização, garantindo um fluxo estacionário e resultados mais precisos. (Silvestro et al., 2024; Peng et al., 2021; Campos; Maciel, 2021).

Tratando-se da reologia das argamassas através do squeeze-flow, de acordo com Cardoso, Pileggi e John (2010), o ensaio consiste em comprimir uma amostra, moldada em

um recipiente cilíndrico, entre duas placas paralelas. O método permite a variação da taxa de solicitação e a magnitude das deformações, possibilitando simular situações práticas em obras.

A velocidade de 3 mm/s é interessante para avaliar o material sob uma condição diferente, enquanto a velocidade de 0,1 mm/s é recomendada por sempre ocorrer em situações práticas. Dessa forma, o ensaio pode ser realizado por controle de força ou por controle de deslocamento (Cardoso, Pileggi e John, 2010).

A literatura sobre a aplicação do squeeze-flow em argamassas à base de cal não é tão abrangente. Pacheco-Torgal e Jalali (2011) investigaram como a adição de pozolana influencia a reologia e trabalhabilidade das pastas de cal aérea. O estudo demonstra que a pozolana melhora a coesão e a resistência mecânica das pastas e o comportamento reológico foi significativamente influenciado pela proporção cal/pozolana.

Já Veiga et al. (2018) avaliou as propriedades reológicas de argamassas de cal hidráulica com pozolana natural e cinza volante. O estudo concluiu que a pozolana aumenta a resistência à compressão e melhora a durabilidade das argamassas, além de otimizar o desempenho reológico.

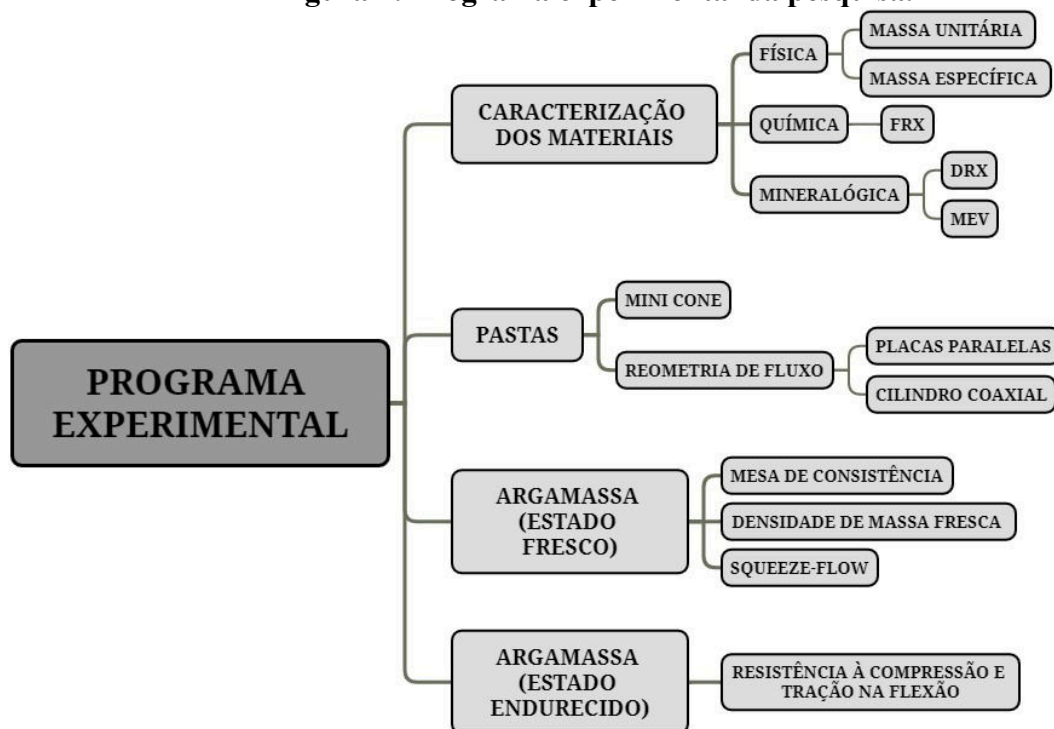
Fernandes et al. (2017) desenvolveu modelos matemáticos para prever o comportamento de pastas de cal hidratada e pozolana natural usando o squeeze-flow. A pozolana melhorou a coesão e resistências das pastas e aumentou a área superficial da reação, melhorando a hidratação.

4 MATERIAL E MÉTODOS

O programa experimental dessa pesquisa foi desenvolvido com base na revisão bibliográfica relacionada a pastas e argamassas à base de cal para definir as proporções a serem estudadas e possíveis variáveis adicionais.

O detalhamento das etapas da pesquisa está descrito na Figura 2, destacando o que foi desenvolvido na caracterização dos materiais, pastas e argamassas.

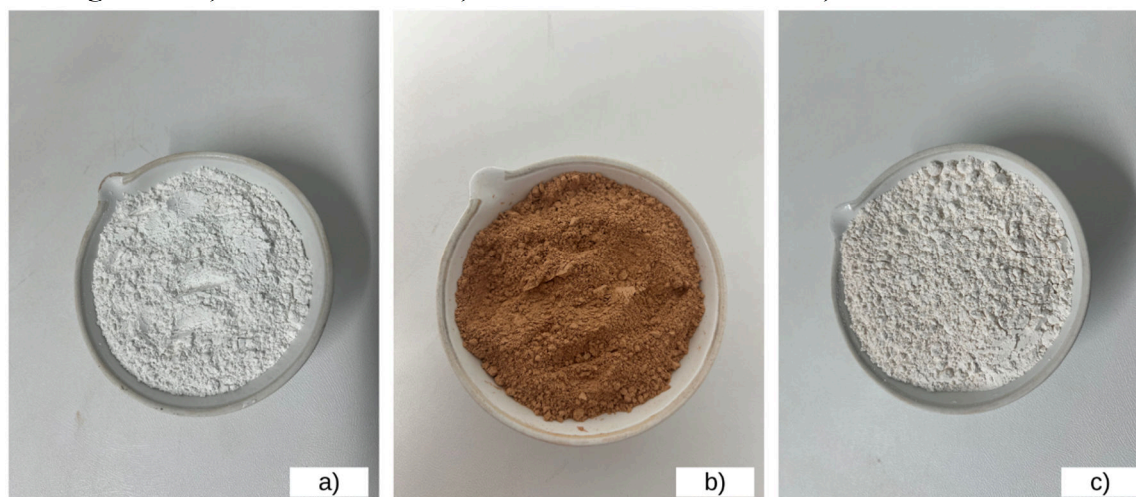
Figura 2: Programa experimental da pesquisa.



4.1 MATERIAIS E CARACTERIZAÇÃO

A metodologia partiu utilizando os seguintes materiais apresentados na Tabela 1. O metacaulim foi escolhido como adição pozolânica por ser a principal pozolana presente em argamassas históricas e o caulim foi designado pela grande abundância no estado da Paraíba, além de ser considerado um material de alta qualidade por sua coloração e alto potencial pozolânico após a calcinação, como visto nos trabalhos de Oliveira (2004) e Nóbrega (2007). (Figura 3)

Figura 3: a) Cal Hidratada. b) Metacaulim Comercial. c) Caulim Calcinado.



O caulim utilizado na pesquisa foi o material passante na peneira de malha nº 325 (45µm) calcinado em laboratório em forno tipo mufla por 2 horas a uma temperatura de 700°C, conforme Azerêdo (2012), Sales (2021) e Sales (2022).

Tabela 1: Descrição dos materiais utilizados.

Material	Descrição
Cal Hidratada (C)	CH I – Carbomil Adquirida no Mercado Local/João Pessoa-PB
Metacaulim (MC)	Fabricado pela empresa Caulim Nordeste, situada em Ipojuca/PE Adquirido no Mercado Local de João Pessoa-PB
Caulim Calcinado (CC)	Proveniente de fábrica em Juazeirinho – PB e calcinado em laboratório.

A primeira etapa desenvolvida na pesquisa foi a de caracterização física, química, mineralógica e microestrutural dos materiais utilizados. O detalhamento referente a esta etapa está descrito na Tabela 2.

Tabela 2: Detalhamento dos ensaios de caracterização dos materiais.

Tipo de Caracterização	Ensaio	Referência
Análise Física	Massa Unitária - agregados	NBR NM 45 (ABNT, 2006)
	Massa Específica - agregados	NBR NM 52 (ABNT, 2009)
	Massa Específica - finos	NBR 16605 (ABNT, 2017)
	Granulometria à laser – finos	
	Granulometria por peneiramento - agregado	NBR NM 248 (ABNT, 2003)
Análise Química	Fluorescência de Raios X (FRX)	
Análise Microestrutural	Difratometria de Raios X (DRX)	
	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	

4.1.1 Análise Física

A caracterização física dos materiais foi realizada através dos ensaios de massa específica, seguindo as diretrizes da NBR 16605 (ABNT, 2007), de massa unitária (determinada no estado solto através de um recipiente com volume e massa conhecidos, onde se considerou a média de três leituras para cada material) e granulometria. Os dados referentes aos ensaios de massa específica e unitária estão descritos na Tabela 3.

Tabela 3: Massa Específica Aparente e Massa Unitária dos materiais.

Material	Massa Específica (g/cm³)	Massa unitária (g/cm³)
Cal Hidratada (C)	2,22	0,37
Metacaulim (MC)	2,59	0,41
Caulim Calcinado (CC)	2,54	0,43

Em relação a granulometria dos materiais, a distribuição granulométrica foi obtida através do método de Difração de Raios Laser com o material seco, por meio do

granulômetro CILAS 1090, utilizando uma faixa de tamanho do material entre 0,04 μm e 500 μm . O ensaio foi realizado no laboratório de Materiais na Universidade Federal da Paraíba. Os resultados estão detalhados nas Figuras 4 e 5 onde são apresentadas a curva granulométrica e volume de partículas, respectivamente.

Figura 4: Curva Granulométrica dos Materiais Finos.

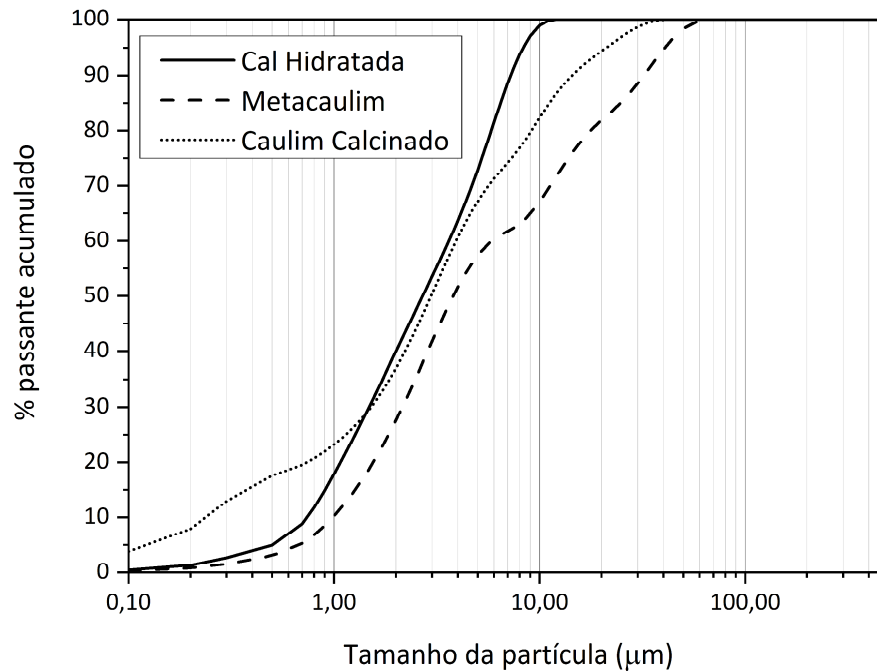
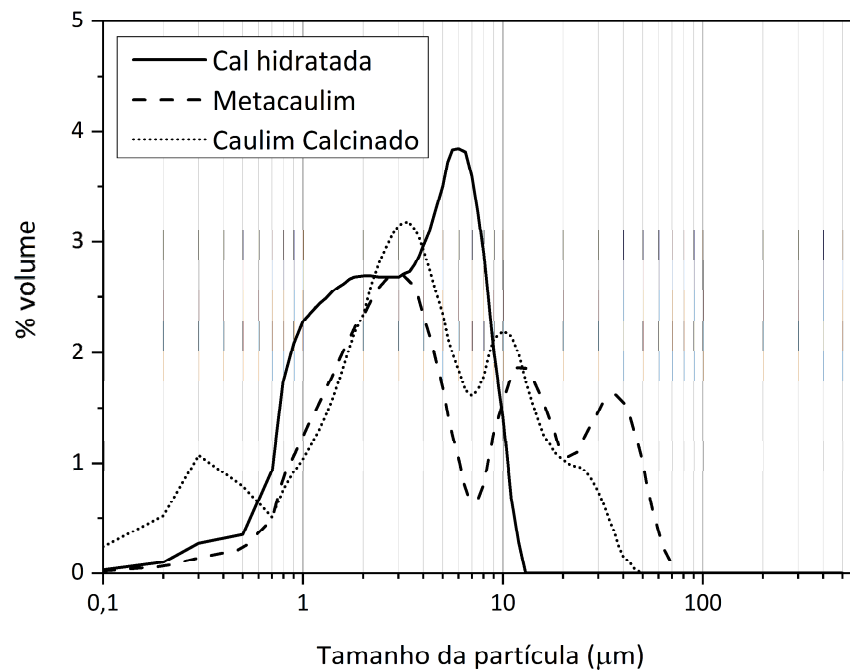


Figura 5: Volume das Partículas dos Materiais Finos.



Observando o gráfico da Figura 4, nota-se que a cal apresenta partículas de menor tamanho quando comparado às pozolanas, alcançando um valor máximo de cerca de 15 µm. O metacaulim alcança um diâmetro máximo de 70 µm. Como o caulim foi adquirido antes da calcinação com fração abaixo de 45 µm, o mesmo possui partículas limitadas a essa malha da peneira. Neste caso, a calcinação não teve influência na granulometria do caulim, assim como visto por Azerêdo (2012) e Sales (2022).

Em relação ao tamanho das partículas, apresentado na Figura 5, observa-se que a cal apresenta um maior volume de grãos de tamanho de cerca de 6 µm, enquanto o caulim calcinado e o metacaulim se mantem com um maior volume de partículas com o tamanho de 3 e 4 µm. A distribuição tende a ser bem graduada, visto que não há um único pico no gráfico.

A NBR 15894 (ABNT, 2010) traz parâmetros especificamente para o metacaulim, determinando um percentual de retenção na peneira de malha de 45µm em 10%. Na curva granulométrica observa-se que para o metacaulim o percentual retido na peneira mencionada foi de 5%, enquanto para o caulim calcinado a porcentagem foi de 0%, validando a classificação deste material como metacaulim destinado à aplicação em materiais cimentícios, conforme a norma citada.

4.1.2 Análise Química

Para a análise e composição química dos materiais, foi realizado o ensaio de fluorescência de raios-x através do equipamento da marca Shimadzu (modelo 720). Na Tabela 4 são apresentados os dados obtidos.

Tabela 4: Composição Química por Fluorescência de Raios-x e Atividade Pozolânica dos materiais.

<i>Composição Química (%)</i>											
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	Outros	LOI**
Cal	0,62	-	0,24	96,51	1,43	0,79	-	0,36	-	-	8,80
MC	53,49	32,91	7,36	0,47	1,98	0,56	-	1,72	1,47	-	2,90
CC	54,49	40,47	0,67	0,35	-	0,69	-	2,16	-	-	1,60
MC								CC	Ref.*		
Índice de atividade pozolânica com cal (MPa)							5,32	6,17	> 6,0		

*Valor normativo NBR 12653 (ABNT, 2012); **Loss of ignition / Perda ao Fogo.

A partir dos dados observados na Tabela 4, a cal pode ser classificada como CH-I segundo a NBR 7175 (ABNT, 2003) já que a soma do óxido de cálcio (CaO) e do óxido de magnésio (MgO) resulta em mais de 90 %. Em relação ao metacaulim, os compostos com

maiores percentuais são o óxido de silício (SiO_2) e o óxido de alumínio (Al_2O_3). Esses teores são geralmente encontrados em argilas cauliníticas (GAMEIRO et. al, 2014; SANTOS et. al 2017; STEFANIDOU et. al, 2017; ZHANG et. al, 2020).

A NBR 12653 (ABNT, 2014) define que se o teor de SO_3 for menor que 4% e a soma de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 for maior que 70% o material pozolânico é classificado como Classe N, assim como o resultado encontrado para os dois materiais em questão. Em relação as recomendações da NBR 15894 (ABNT, 2010), o MC e CC possuem teor de Al_2O_3 dentro do intervalo definido pela norma de 32% - 46%.

A atividade pozolânica dos dois metacaulins utilizados na pesquisa foi analisada a partir dos resultados do procedimento normatizado pela NBR 5751 (ABNT, 2015), onde se utilizou a cal como aglomerante principal. O resultado para o ensaio de resistência média à compressão aos 7 dias foi apresentado na Tabela 4. A resistência mínima para que este tipo de material seja considerado pozolânico é de 6 MPa, dessa forma, o caulim atendeu as especificações enquanto o metacaulim comercial teve sua resistência abaixo do requerido, porém considerando um desvio-padrão para o resultado, o valor se aproxima do designado.

Na análise desse resultado é importante observar outros aspectos como a composição química, granulometria e consumo de portlandita (AZERÊDO, 2012; SALES, 2021), além de levar em consideração que a norma não se aplica especificamente ao metacaulim.

4.1.3 Análise Mineralógica

As características mineralógicas foram determinadas a partir do ensaio de Difração de Raios-X (DRX), realizado no equipamento SHIMADZU, modelo Lab X/XRD-6000 sob as seguintes condições de ensaio: radiação $\text{CuK}\alpha$ de comprimento de onda $\lambda = 1.5418$ com raios-x em 30kv e 30mA, potência de 2kVA, velocidade de leitura de $1^\circ/\text{min}$ num intervalo de 5° a $65^\circ 2\theta$ a um passo angular de $0,02^\circ 2\theta$. A identificação dos picos foi feita pelo uso do software X'Pert High Core Plus.

As Figuras 6 e 7 mostram o difratograma da cal hidratada e dos dois metacaulins, respectivamente.

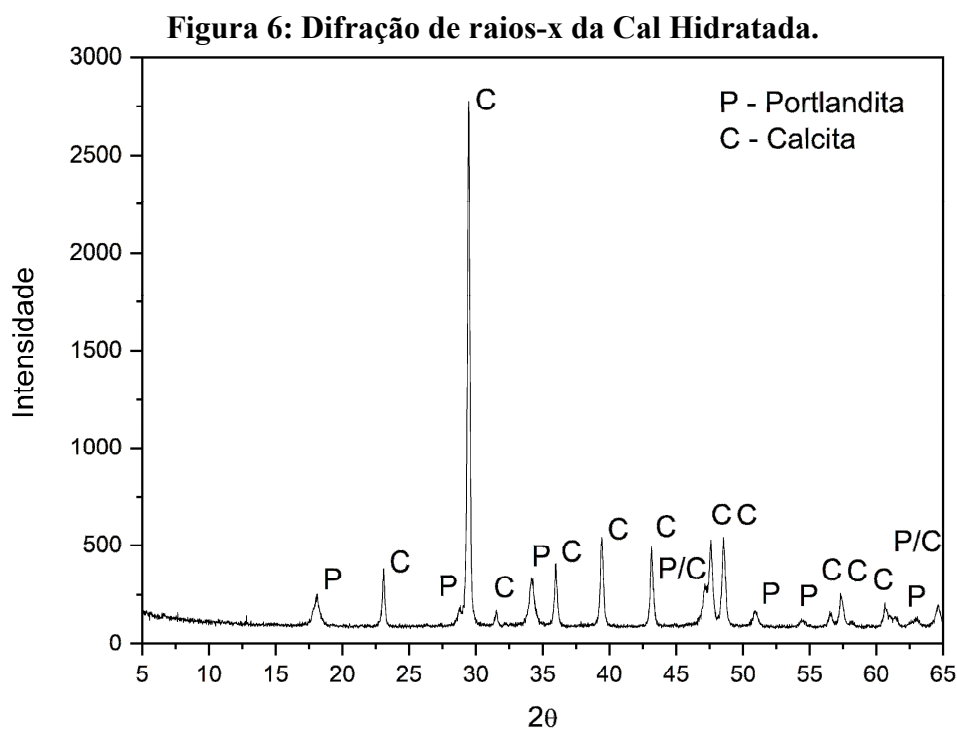
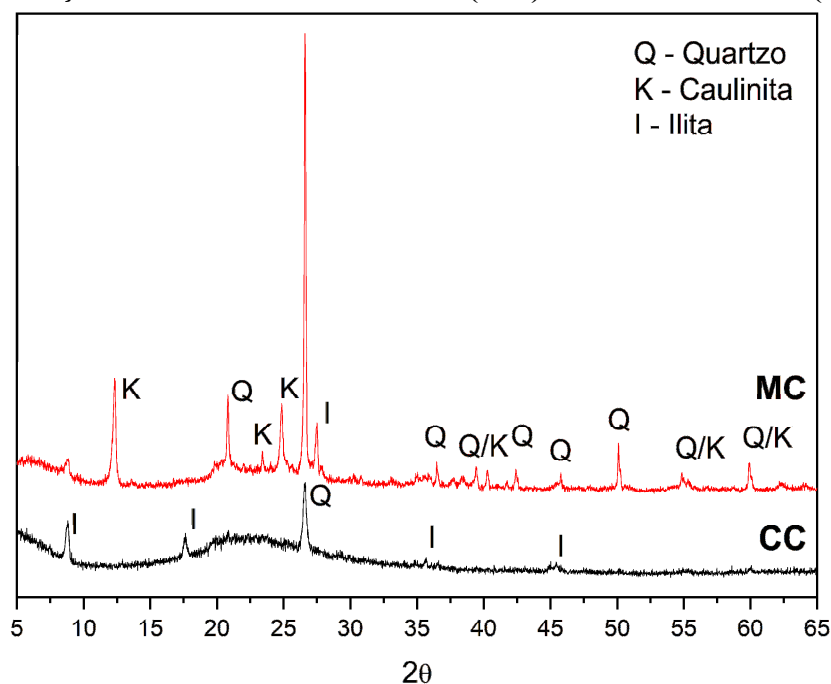


Figura 7: Difração de raios-x do metacaulim (MC) e caulim calcinado (CC).



No difratograma da cal hidratada as principais fases que a constituem são a portlandita (CaOH_2) e a calcita (CaCO_3). Já o metacaulim comercial é composto por caulinita, quartzo e ilita e, por sua vez, o caulim calcinado é composto por quartzo e, predominantemente, por ilita. Os resultados mostram que a temperatura e duração da calcinação do caulim foram adequadas, visto que o metacaulim ainda mantém picos de

caulinita, diferentemente do caulim, que não apresentou os mesmos após a calcinação. A presença de caulinita no MC indica uma provável falha no procedimento de ativação térmica, que resultou na conversão parcial do argilomineral, causando impacto na reatividade deste material.

Existe um halo entre 20° e 30° (2θ) no caulim calcinado, indicando amorficidade do material, o que não foi visto no difratograma do metacaulim comercial.

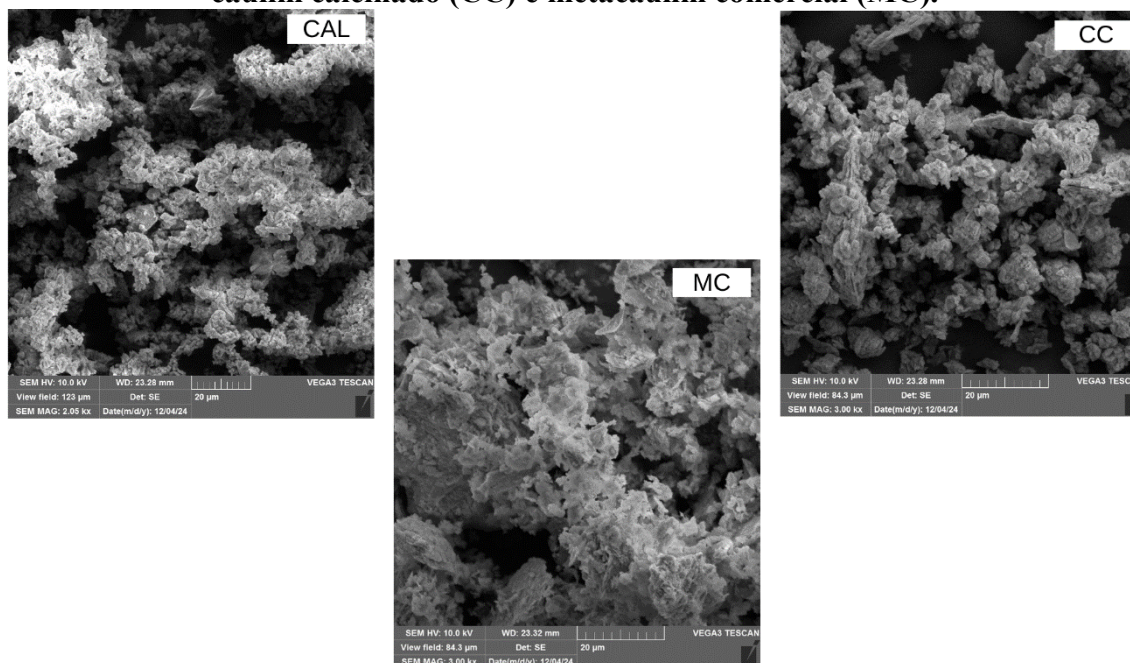
4.1.4 Análise Microestrutural

A realização da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi desenvolvida no Laboratório de Caracterização de Minerais e Materiais (Lacamm) do IFRN Campus Natal-Central através do MEV Tescan VEGA 3.

Na Figura 8 são mostradas as imagens obtidas para a cal hidratada (CAL), caulim calcinado (CC) e metacaulim comercial (MC). Observa-se que a cal apresenta uma morfologia altamente porosa e aglomerada, contendo partículas de aspecto floculado. As partículas aparentam demonstrar uma estrutura mais aberta e menos compacta, possivelmente justificada pela presença de hidróxidos de cálcio. O caulim calcinado e o metacaulim comercial apresentam partículas mais finas e compactas o que reflete sua composição rica em SiO_2 e Al_2O_3 , fundamentais para a atividade pozolânica.

A resolução de aumento da imagem da Cal é de 2000x, enquanto para o MC e CC o aumento é de 3000x.

Figura 8: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da cal hidratada (CAL), caulim calcinado (CC) e metacaulim comercial (MC).



4.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA AS PASTAS

Na etapa posterior à caracterização dos materiais se deu o “estudo das pastas” onde foram analisadas diferentes proporções de cal e pozolana buscando observar a influência que essa mudança poderia causar no comportamento reológico destas pastas. Para esta análise, foram realizados os ensaios de *Mini Slump* e de *reometria rotacional* para a análise da reologia no estado fresco.

Os ensaios com o mini slump foram realizados no Laboratório de Ensaio de Materiais e Estrutura (LABEME – CT/UFPB) e para a análise com o reômetro, os ensaios foram desenvolvidos no Laboratório Tecnológico em Segurança Alimentar e Nutricional (LTSAN – CTDR/UFPB).

4.2.1 Definição e Preparação das Pastas

Para a preparação das pastas, definiu-se a variação da proporção cal:pozolana de tal maneira a proporcionar a avaliação do número viável de composições. A relação água/aglomerante (a/a) foi fixada em 1,0 para todas as pastas, seguindo o padrão dos estudos de Bakolas et al. (2006), Azerêdo (2012), Sales (2021) e Sales (2022). Na Tabela 5 estão descritos os detalhes para cada mistura.

Tabela 5: Detalhamento das misturas das pastas.

Proporção em massa (%)				
Pasta	Cal	MC	CC	Água
C90MC10	90	10	-	1,0
C80MC20	80	20	-	
C70MC30	70	30	-	
C60MC40	60	40	-	
C50MC50	50	50	-	
C40MC60	40	60	-	
C30MC70	30	70	-	
C20MC80	20	80	-	
C10MC90	10	90	-	
C90CC10	90	-	10	
C80CC20	80	-	20	
C70CC30	70	-	30	
C60CC40	60	-	40	
C50CC50	50	-	50	
C40CC60	40	-	60	
C30CC70	30	-	70	
C20CC80	20	-	80	
C10CC90	10	-	90	

**Abreviaturas: C = Cal; MC = Metacaulim Comercial; CC = Caulim Calcinado.*

Para a preparação das amostras, o material seco foi misturado previamente, conforme recomendação da NBR 5751 (ABNT, 2015), e o processo de mistura seguiu as diretrizes dispostas na NBR 13999 (ABNT, 1999).

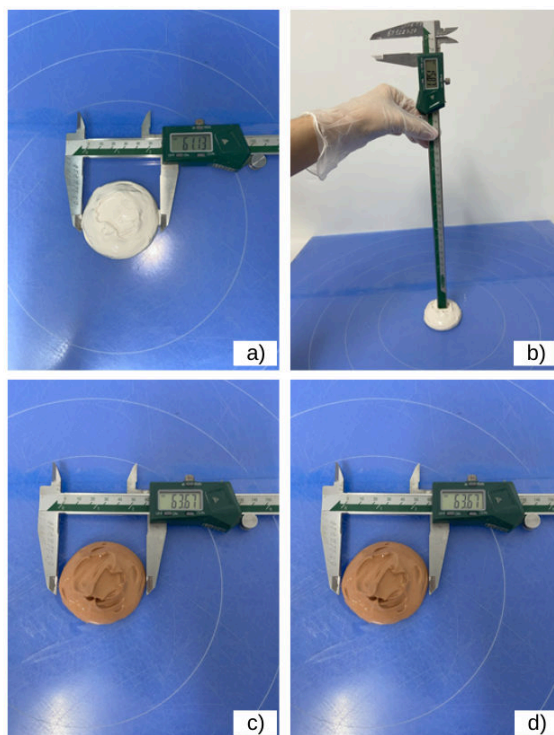
O material seco foi adicionado a água, previamente colocada no recipiente, e esperou-se 30 segundos nesta etapa. Em seguida a mistura mecânica começou por 90 segundos, realizada com o Agitador Mecânico de Hélice da marca Novatecnica em uma velocidade de 500 RPM. Após o tempo mencionado, o aparelho foi desligado e o recipiente e a hélice são raspados e a mistura reiniciou por mais 90 segundos.

4.2.2 Mini Slump

Para o ensaio do mini slump, foram utilizadas 100g de aglomerante, atentado as suas diferentes proporções detalhadas na Tabela 5, combinadas com 100g de água. O aparelho utilizado no ensaio possui no formato do cone de Abramns reduzido com dimensões de 19mm de diâmetro superior, 38mm de diâmetro inferior e altura de 64mm. As pastas, após a mistura, foram colocadas até o topo do cone e rasadas com espátula. Em seguida, o cone é erguido e verifica-se o espalhamento, a espessura final da pasta e o slump, calculado a partir da altura do cone e a espessura da amostra (Eq. 2), todos medidos em duplicatas. (Figura 9)

$$\text{Slump} = \text{altura do cone} - \text{espessura da amostra} \quad \text{Eq. 2}$$

Figura 9: Ensaio de Mini Slump. a) e c) medição do espalhamento das pastas de CC e MC, respectivamente b) e d) medição da espessura das pastas de CC e MC, respectivamente.

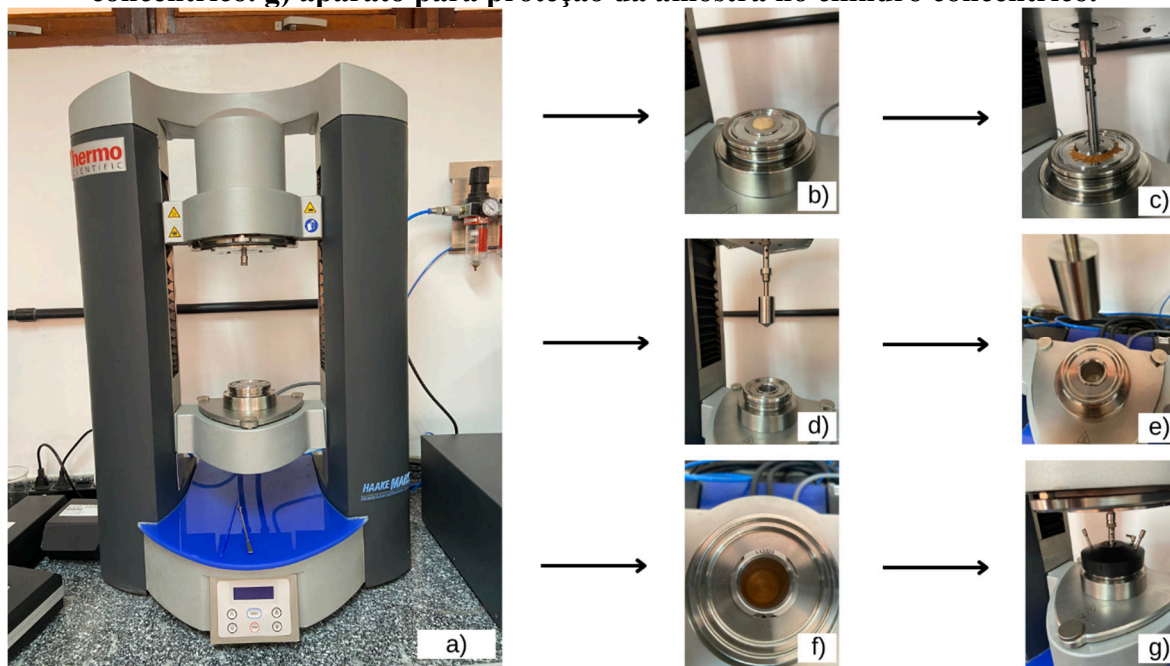


4.2.3 Reômetro

A realização do ensaio de reometria foi efetuada no CTDR- UFPB através do reômetro HAAKE MARS (Modular Advanced Rheometer System), equipado com geometria de placas paralelas com superfície ranhurada e diâmetro de 35mm e com o cilindro

concêntrico com dimensões de 25 mm de diâmetro e 37,60 mm de comprimento em um recipiente de 27,2 mm de diâmetro, controlado a uma temperatura de 25°C. (Figura 10)

Figura 10: a) reômetro utilizado para o ensaio. b) e c) geometria de placas paralelas. d) e e) geometria de cilindro concêntrico. f) recipiente da geometria de cilindro concêntrico. g) aparato para proteção da amostra no cilindro concêntrico.

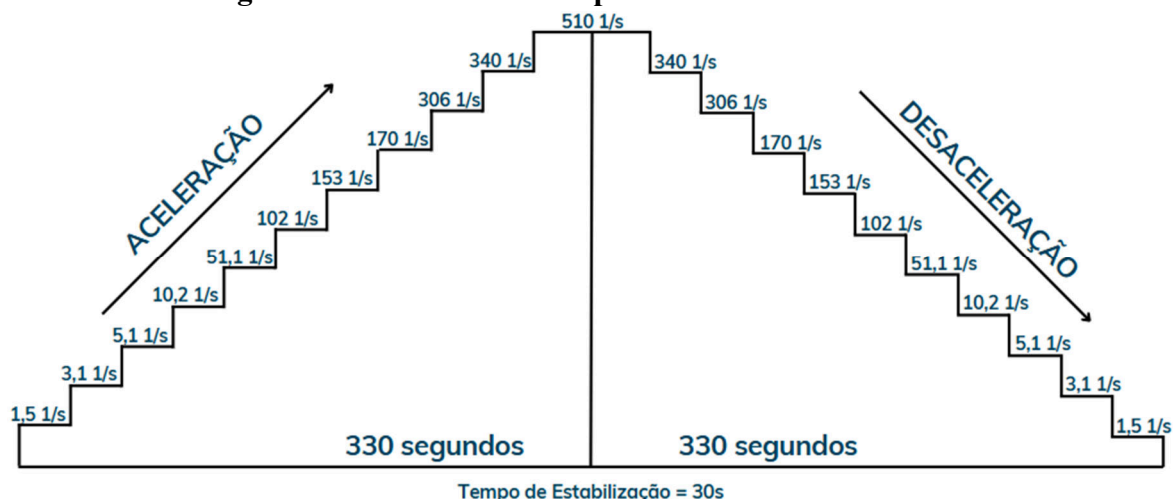


Nos ensaios realizados no reômetro foram utilizadas as mesmas misturas descritas na Tabela 5, excluindo as seguintes proporções: C90CC10, C80CC20, C10CC90, CC20CC80. C90MC10, C80MC20, C10MC90 E C20MC80, já que estas se tornaram inviáveis na execução no reômetro devido as condições de ensaio. Para a preparação das pastas, foram utilizadas 60g de materiais secos, seguindo as proporções pré-definidas. Logo após o fim da mistura, o material é colocado na geometria do equipamento e o ensaio é realizado. Os ensaios foram realizados baseados nas condições vistas em revisão bibliográfica para a reologia de materiais cimentícios, tendo em vista a escassez de pesquisas que envolvam pastas de cal e pozolana.

Para ambas as geometrias, levou-se em consideração o que foi realizado por Zizlavsky (2018), Arizzi (2019) e Sales (2021), seguindo as seguintes condições de ensaio: antes do início de cada teste, uma tensão de 50 Pa foi aplicada durante 45s com o intuito de eliminar tensões e deformações residuais. Após esta etapa, a pasta ficou em repouso durante 60s até o início efetivo do teste. Para a obtenção da viscosidade e tensão de cisalhamento, o ensaio foi realizado considerando uma taxa de cisalhamento variável de $1,5$ a 510s^{-1} durante

330s (com a seguinte fixação de incrementos: 1,5; 3,1; 5,1; 10,2; 51,1; 102; 153; 170; 306; 340; 510s⁻¹ com tempo de estabilização de 30s cada) para a aceleração e uma desaceleração de 510 a 1,5s⁻¹, seguindo o mesmo padrão de incrementos e durante o mesmo período. A Figura 11 demonstra os procedimentos da rotina de ensaio.

Figura 11: Rotina de ensaio para a reometria rotacional.



4.3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA AS ARGAMASSAS

As argamassas utilizadas nesta etapa serão compostas pelas misturas de pastas reproduzidas no reômetro com a adição de agregado miúdo. Foi estabelecido uma proporção aglomerante:agregado de 1:3 em massa, baseado no que recomenda a NBR 7215 (ABNT, 2019).

O agregado miúdo utilizado nas argamassas foi a areia natural e a quantidade de água para cada mistura foi definida através do espalhamento da mesa de consistência padrão de 260 ± 5 mm, definido pela NBR 13276 (ABNT, 2016). Para o preparo das argamassas, seguiu-se as diretrizes da NBR 16541 (ABNT, 2016).

4.3.1 Estado Fresco

Para a avaliação do comportamento das argamassas no estado fresco, foi realizado o ensaio de mesa de consistência e o ensaio de densidade de massa e teor de ar incorporado.

O ensaio da mesa de consistência seguiu as recomendações da NBR 13276 (ABNT, 2016). Neste procedimento, foi definido a quantidade de água necessária para que a mistura

chegasse ao espalhamento ideal de 260 ± 5 mm (valor de referência para argamassas de assentamento e revestimento). (Figura 12)

Figura 12: Ensaio da mesa de consistência para definição da relação água/aglomerante. a) Espalhamento para a argamassa com MC. b) e d) Medição do espalhamento. c) Espalhamento para a argamassa com CC.



A realização do ensaio de Densidade de Massa Fresca seguiu as diretrizes dispostas na NBR 13278 (ABNT, 2005), encontrando valores correspondentes à relação entre massa e volume da argamassa fresca, fazendo a medição em triplicatas.

No ensaio de squeeze-flow, seguiu-se o que rege a norma ABNT NBR 15839:2010 (ABNT, 2010), que estabelece o método de ensaio para determinar as propriedades reológicas de argamassas no estado fresco por meio deste ensaio (Figura 13). O ensaio foi realizado no laboratório de mecânica da Universidade Federal da Paraíba, para os tempos de

10 e 60 min na velocidade de deslocamento de 3 mm/s e para os tempos de 15 e 65 min na velocidade de 0,1 mm/s, conforme NBR 15839 (ABNT,2010b). Foi utilizada uma máquina universal de ensaios da marca Shimadzu utilizando célula de carga de 10kN. A temperatura do laboratório durante a realização do ensaio era de 23 °C.

Figura 13: Ensaio de squeeze-flow nas argamassas após o deslocamento. a) Execução do ensaio nas argamassa com MC. b) Execução do ensaio nas argamassa com CC.



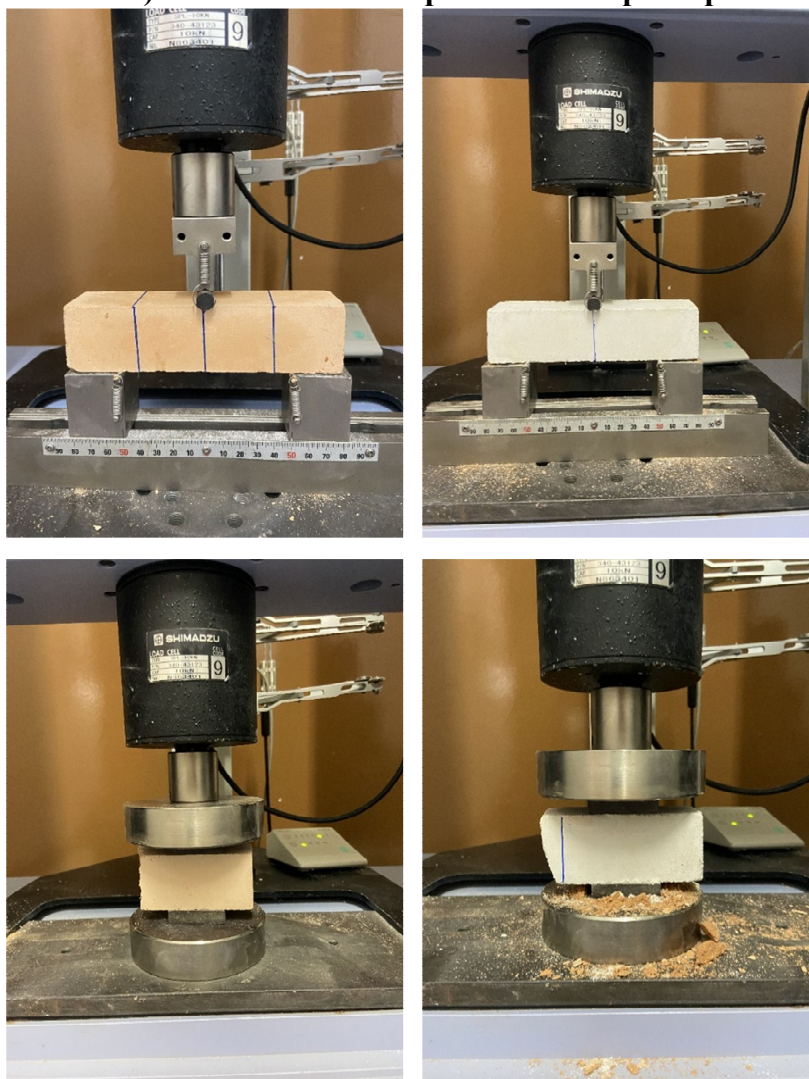
a)

b)

4.3.2 Estado Endurecido

Em relação as propriedades no estado endurecido, foram realizados os ensaios de resistência a compressão e à tração na flexão, guiados pelas diretrizes da NBR 13279 (ABNT, 2005), utilizando a mesma máquina universal de ensaios utilizada para o squeeze-flow, conforme a Figura 14.

Figura 14: a) Ensaio de tração na flexão no corpo de prova com MC. b) Ensaio de tração na flexão no corpo de prova com CC. c) Ensaio de compressão no corpo de prova com MC. d) Ensaio de compressão no corpo de prova com CC.



5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 PASTAS

5.1.1 Mini Slump

Na Figura 15 e 16 estão detalhados os resultados do ensaio de mini slump de pastas contendo MC e CC com o objetivo de entender o impacto das diferentes proporções avaliadas. Além das medidas para o espalhamento, também é apresentado os resultados referentes à espessura e abatimento da pasta.

Ambas as misturas, sendo elas com MC e CC, não apresentaram aspecto fluido e esta característica pode ser notada pelos baixos valores de espalhamento apresentados nas figuras abaixo.

Figura 15: Resultado do ensaio de mini slump para as pastas contendo MC.

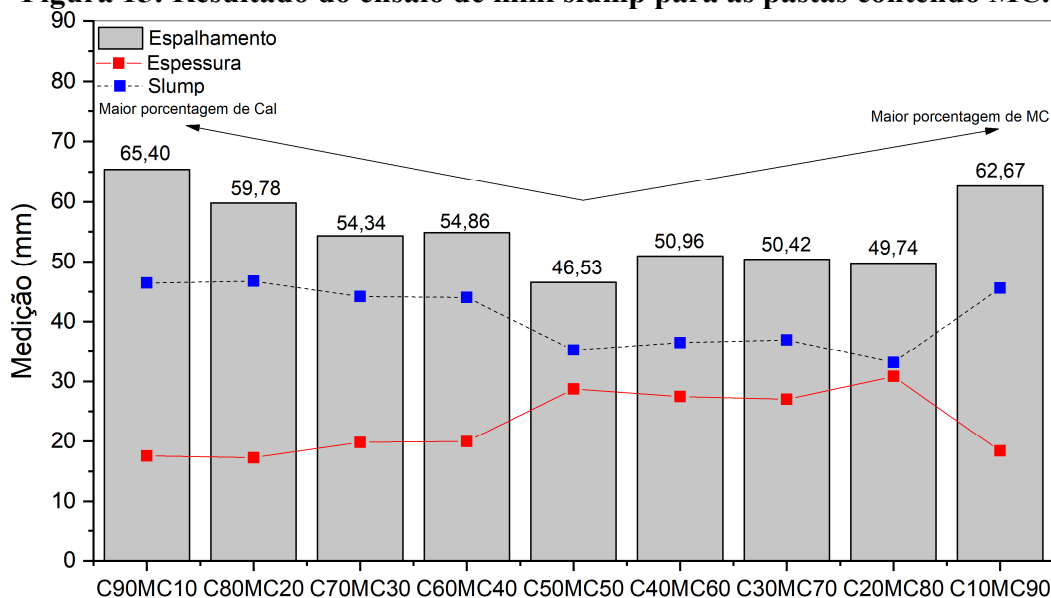
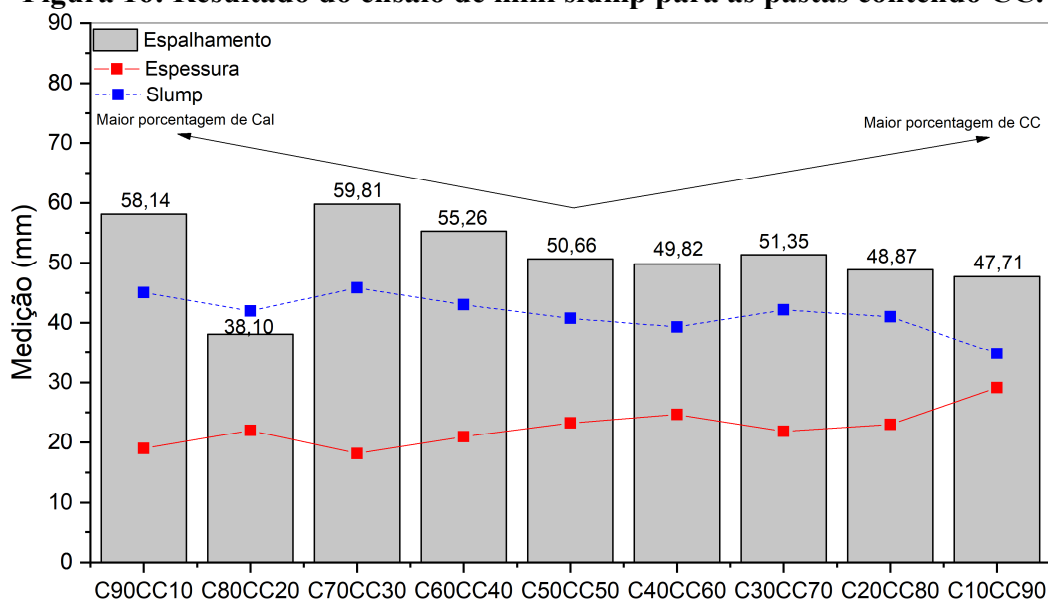


Figura 16: Resultado do ensaio de mini slump para as pastas contendo CC.

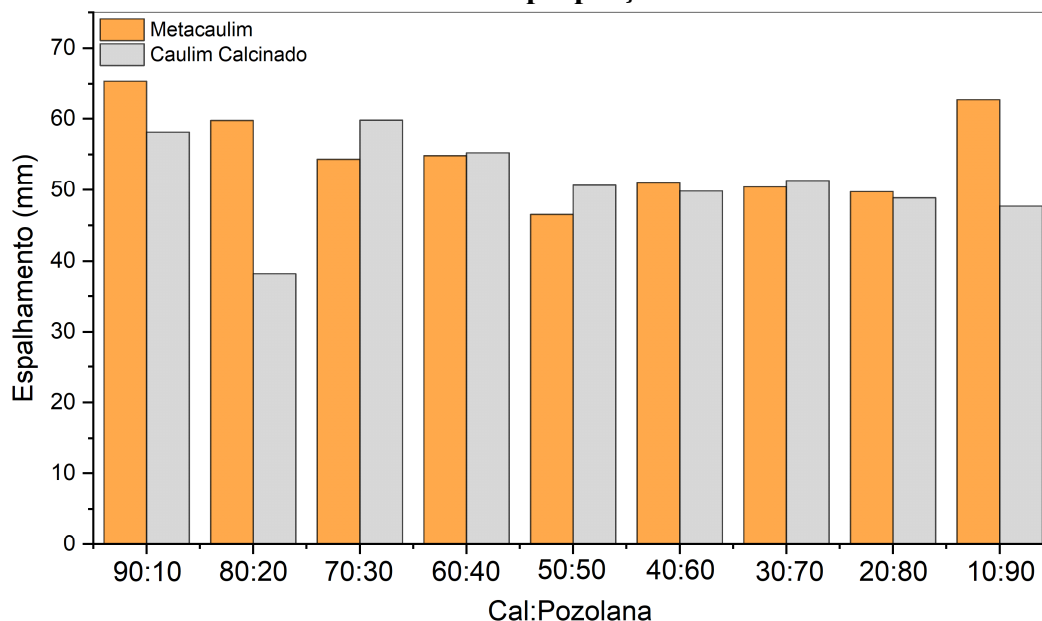


Para as pastas ambas as pastas, não existe uma linearidade de valores a medida que as proporções de cal:pozolana tendem a aumentar. Nas pastas envolvendo o MC, os maiores espalhamentos foram encontrados nas misturas com o maior valor de cal e MC, sendo elas

C90MC10 e C10MC90, com valores de espalhamento de 65,40 e 62,67mm, respectivamente. Já nas pastas com o caulim calcinado, o menor espalhamento foi encontrado com uma proporção majoritária de cal (C80CC20).

A Figura 17 apresenta um comparativo entre os dois diferentes metacaulins utilizados neste estudo, para a mesma proporção de mistura.

Figura 17: Comparação dos resultados de mini slump para pastas com MC e CC em diferentes proporções.



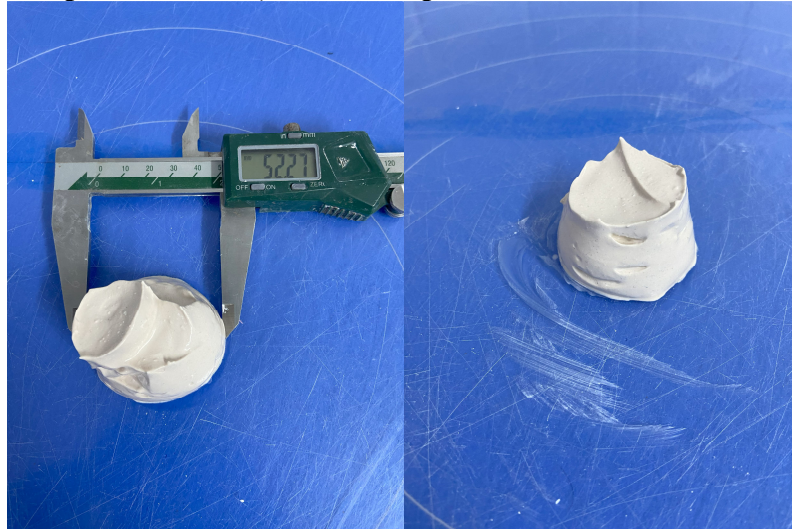
Não existe um padrão linear na comparação entre os tipos de metacaulim. De maneira geral, os espalhamentos para as pastas contendo MC e CC foram similares, mostrando que em alguns casos a diferença foi ínfima. Esse resultado evidencia que as pastas contendo MC demandam uma maior quantidade de água quando comparadas àquelas com CC. Uma possível justificativa para essa tendência é a maior quantidade de partículas de tamanho menor que existem no caulim calcinado.

A forma das partículas das pozolanas também pode ser um fator que influencia na consistência e demanda de água. Segundo Małaszkievicz e Osipiuk (2020), que avaliou a influência de diferentes adições minerais em pastas cimentícias, o metacaulim formado por grãos arredondados demandou um menor teor de água quando comparado a pozolana com partículas lamelares.

Apesar do mini slump possuir uma boa correlação com a tensão de escoamento, além de ser uma ferramenta simples e de baixo custo, o desenvolvimento do ensaio para pastas com consistências mais elevadas não foi tão eficaz, visto que, para as misturas feitas nesta

pesquisa, existiu uma dificuldade para manuseio e tombamento das pastas após o levantamento do cone, exprimindo pouca confiabilidade nos resultados. (Figura 18)

Figura 18: Pastas com caulim calcinado no ensaio de mini slump. a) medição do espalhamento. b) Amostra após a retirada do mini cone.



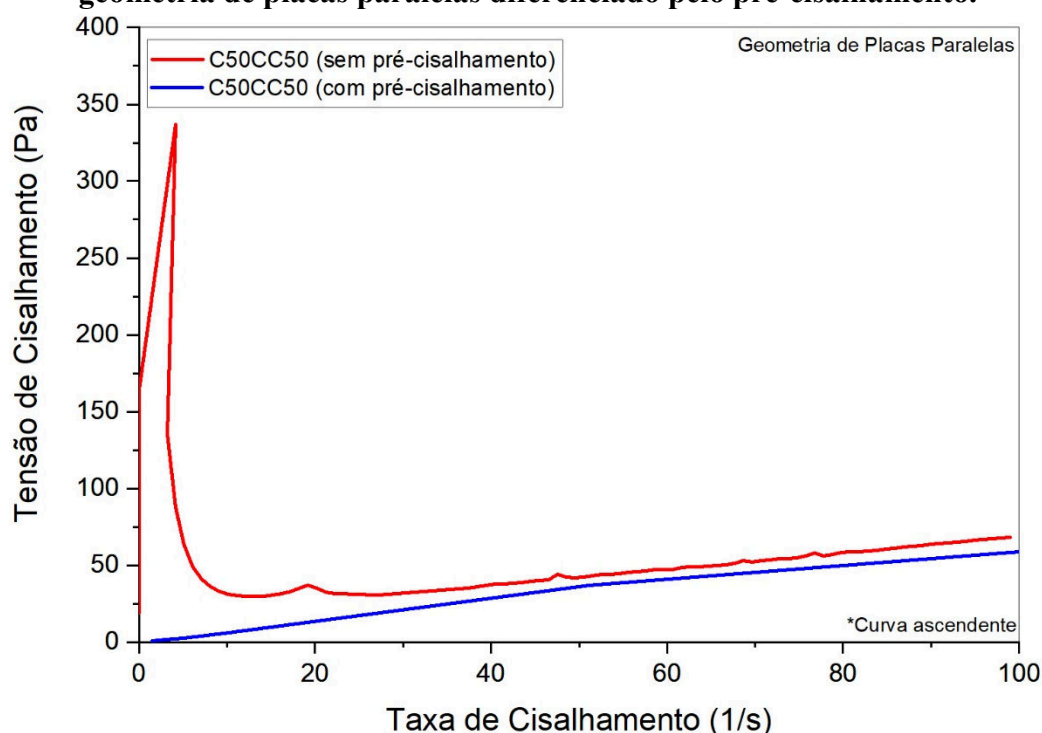
5.1.2 Reometria rotacional

5.1.2.1 Comparação entre placas paralelas e cilindro concêntrico

Inicialmente os ensaios foram realizados utilizando a geometria de placas paralelas, com a condição de ensaio descrita no item 4.2.3, submetendo as amostras em ciclos com e sem a presença de pré-cisalhamento a fim de observar o seu impacto nas curvas de fluxo.

A Figura 19 mostra o comparativo dos resultados da Taxa de Cisalhamento x Tensão de Cisalhamento no ensaio para a mistura C50CC50.

Figura 19: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento (C50CC50) com a geometria de placas paralelas diferenciado pelo pré-cisalhamento.



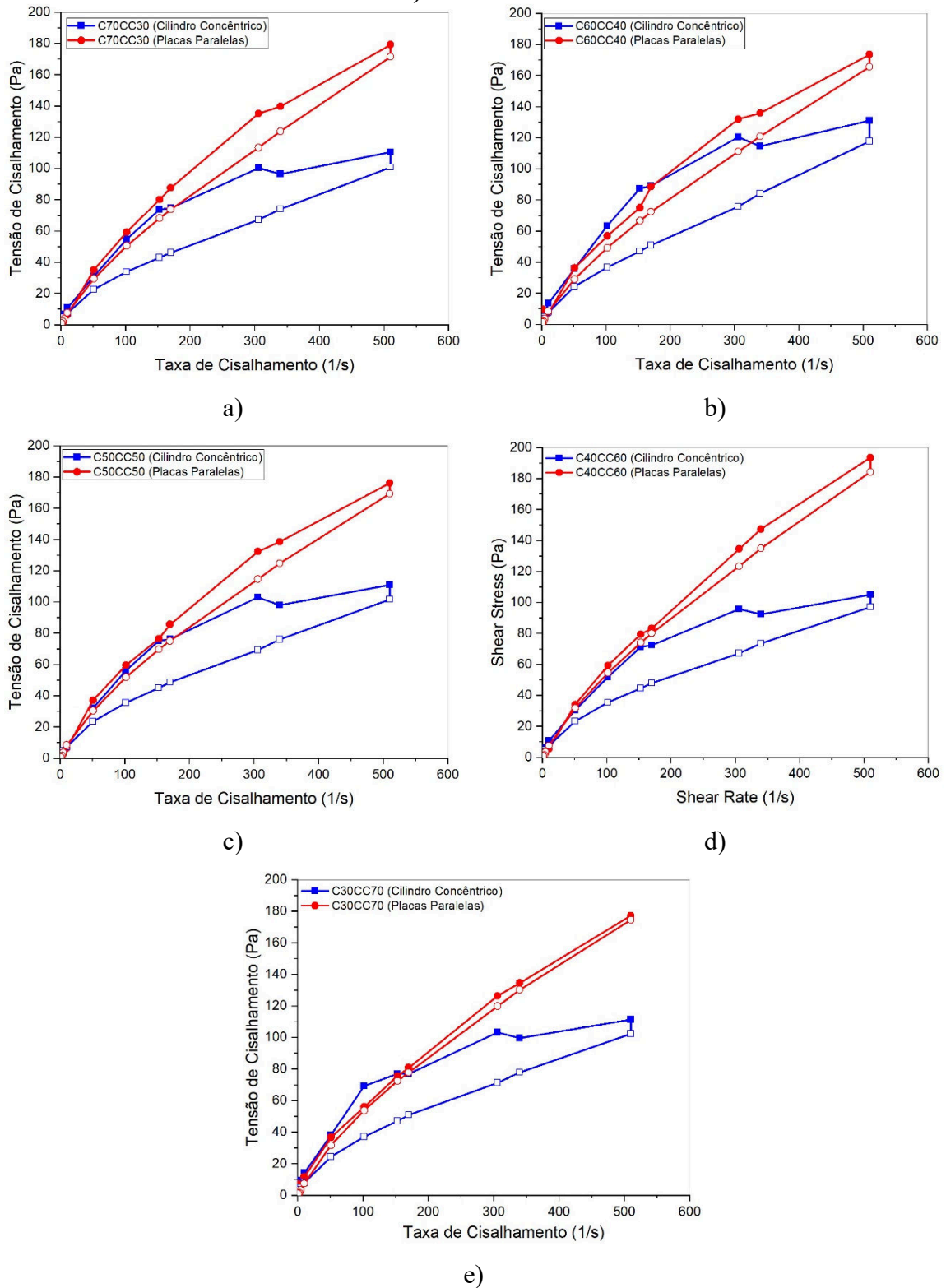
Pode-se observar que o resultado da curva obtida sem o pré cisalhamento apresenta picos de tensão inicial e ruídos durante toda a leitura. Sato (2015) avaliou o comportamento reológico de pastas com adição de resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais e em relação a eficiência da geometria de placas paralelas, a autora observou que o processo de mistura com o pré – cisalhamento trouxe melhores resultados, quebrando a estrutura das partículas e tornando a mistura mais homogênea. Azevedo et al. (2021) e Fernandes et al. (2017) indicam que o pré cisalhamento torna a mistura mais homogênea trazendo resultados mais consistentes para fluidos tixotrópicos, como os encontrados neste estudo.

A medida que o teor de metaculim (MC) foi aumentando nas misturas pré definidas anteriormente para o ensaio do mini slump, tornou-se inviável a realização dos ensaios nesta geometria devido o escapamento do material no gap das placas e o endurecimento das amostras durante o ciclo. A partir disto, os próximos resultados de comparação entre geometrias serão focados apenas para a reologia das pastas com CC, levando em consideração a uniformidade dos resultados obtidos.

A Figura 20 apresenta os resultados referentes a Tensão de Cisalhamento x Taxa de Cisalhamento, comparando a mesma proporção de cal:pozolana para as duas geometrias

avaliadas. As linhas com os símbolos preenchidos indicam a curva ascendente, enquanto as linhas com símbolos vazados indicam a curva descendente.

Figura 20: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento com placas paralelas e cilindro concêntrico. a) C70CC30 b) C60CC40 c) C50CC50 d) C40CC60 e) C30CC70.



Pode-se observar que as curvas obtidas com as placas paralelas apresentam valores de tensão de cisalhamento maiores do que àquelas alcançadas com o cilindro concêntrico. Os resultados estão em conformidade com o que se encontra na literatura, indicando que a geometria de placas paralelas pode superestimar a tensão de cisalhamento devido a fatores como atrito entre partículas e menor efeito de escorregamento das paredes, encontrado na geometria de cone. Outro ponto que pode influenciar nos resultados é a espessura da amostra na geometria de placas, podendo gerar deslizamento nas bordas resultando nas maiores tensões evidenciadas.

Os gráficos evidenciam um comportamento tixotrópico, já que a tensão de cisalhamento na fase de desaceleração é menor do que a observada na fase de aceleração, formando uma área de histerese fechada. Além disso, nota-se que as áreas de histerese para curvas obtidas através da geometrias de placas paralelas são menores quando comparadas com as obtidas pelo cilindro concêntrico, o que pode indicar maior estabilidade do sistema e maior homogeneidade da mistura. (SATO, 2015; JANOTKA et al. 2010)

Para ambos os tipos de geometrias, observa-se um aumento linear entre a taxa e tensão de cisalhamento, indicando um comportamento típico de fluidos não newtonianos, com tensão de escoamento inicial, viscosidade decrescente ao longo do aumento da taxa de cisalhamento e curvas com tendências não lineares.

Existem poucos trabalhos que avaliam o comportamento reológico das pastas de cal, mas, de modo geral, misturas envolvendo materiais cimentícios e adições pozolânicas se comportam como fluidos não – newtonianos e apresentam –se de acordo com o modelo de Herschel-Bulkley (HB) (BETIOLI et al., 2009; JANOTKA et al., 2010; MASUERO, 2019; AZERÊDO, 2012; SALES, 2021).

Diante da não-linearidade das curvas de fluxos das pastas estudadas, foi realizado o ajuste das curvas através do modelo de matemático de ajuste não linear, descrita na Eq. 1 do item 3.5, através do software Origin Pro 2018. A figura 21 mostra que as curvas obtidas se ajustam ao modelo de HB e a Tabela 6 mostra os parâmetros dos modelos ajustados. Para o ajuste do modelo, foram utilizadas as curvas descendentes que, segundo Campos e Maciel (2021), apresentam resultados com maior consistência e reprodutibilidade.

Observa-se que as curvas se alinham ao Modelo da Lei de Potência, sendo corroborado pelo $R^2 > 0,99$.

Figura 21: Ajuste do Modelo de Herschel Bukley nas curvas de fluxo das pastas para as duas geometrias.

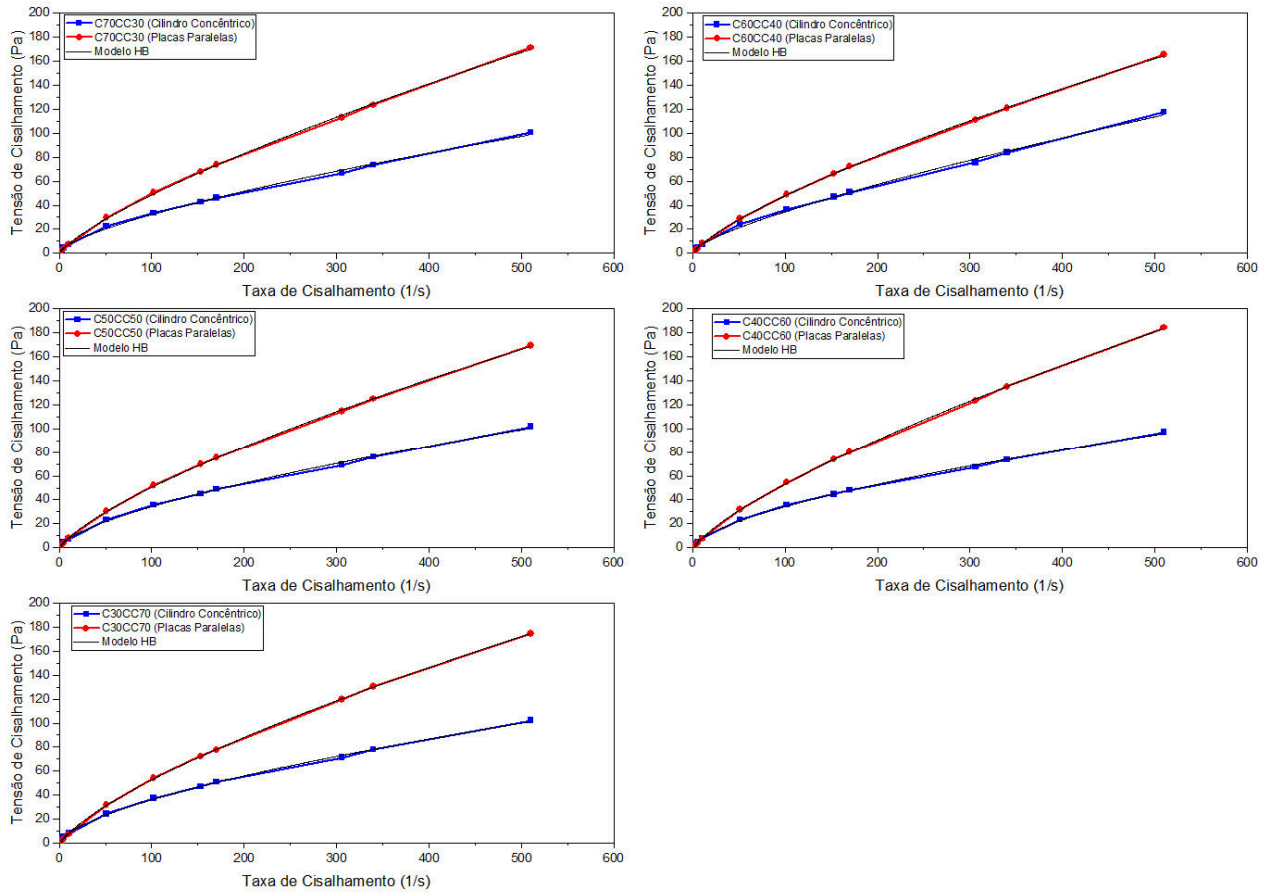


Tabela 6: Parâmetros do Modelo da Lei da Potência para as pastas.

MISTURA	τ_0 (Pa)	K ($Pa \cdot s^n$)	n	R^2
C70CC30 (Cilindro Concêntrico)	$0,92287 \pm 0,92106$	$1,25725 \pm 0,18151$	$0,69868 \pm 0,02284$	0,9987
C60CC40 (Cilindro Concêntrico)	$1,84623 \pm 1,16115$	$0,98942 \pm 0,17363$	$0,76073 \pm 0,02788$	0,99821
C50CC50 (Cilindro Concêntrico)	$0,10024 \pm 0,83833$	$1,61821 \pm 0,19363$	$0,66165 \pm 0,01886$	0,99907
C40CC60 (Cilindro Concêntrico)	$-0,26998 \pm 0,78576$	$1,89826 \pm 0,20763$	$0,62928 \pm 0,01717$	0,9992
C30CC70 (Cilindro Concêntrico)	$-0,30587 \pm 0,72602$	$1,97727 \pm 0,18993$	$0,63173 \pm 0,01508$	0,99939
C70CC30 (Placas Paralelas)	$-1,14684 \pm 0,67987$	$1,5296 \pm 0,1035$	$0,75677 \pm 0,01075$	0,99973
C60CC40 (Placas Paralelas)	$-1,11677 \pm 0,45838$	$1,58643 \pm 0,07332$	$0,74583 \pm 0,00733$	0,99987
C50CC50 (Placas Paralelas)	$-2,09487 \pm 0,4474$	$1,87167 \pm 0,07892$	$0,72389 \pm 0,00668$	0,99989
C40CC60 (Placas Paralelas)	$-2,24724 \pm 0,48706$	$1,81576 \pm 0,07916$	$0,74228 \pm 0,00692$	0,99989
C30CC70 (Placas Paralelas)	$-2,88534 \pm 0,37781$	$2,06797 \pm 0,06959$	$0,71412 \pm 0,00533$	0,99993

Nazar et al. (2020) e Feys et al. (2007) destacam que modelos que resultam em parâmetros negativos devem ser desconsiderados, já que significado físico para isto. Dessa forma, foi realizado um novo ajuste, desta vez para o modelo de Bingham, descrito pela equação a seguir:

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \cdot \dot{\gamma} \quad Eq.3$$

Onde: τ é a tensão de cisalhamento (Pa), τ_0 é a tensão de escoamento (Pa), μ_p é a viscosidade plástica (Pa·s) e $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (s⁻¹).

A Tabela 7 mostra os parâmetros para o novo modelo ajustado.

Tabela 7: Parâmetros do Modelo de Bingham para as pastas.

MISTURA	τ_0 (Pa)	μ_p (Pa.s)	R²
C70CC30 (Cilindro Concêntrico)	7,76748 ± 2,94674	0,33861 ± 0,01336	0,98617
C60CC40 (Cilindro Concêntrico)	7,62204 ± 1,99265	0,22458 ± 0,0904	0,98564
C50CC50 (Cilindro Concêntrico)	8,35264 ± 2,46761	0,19674 ± 0,01119	0,97170
C40CC60 (Cilindro Concêntrico)	8,82211 ± 206095	0,18778 ± 0,01183	0,96548
C30CC70 (Cilindro Concêntrico)	9,21618 ± 2,74392	0,19865 ± 0,01244	0,96589
C70CC30 (Placas Paralelas)	7,74618 ± 2,14404	0,19324 ± 0,00972	0,97772
C60CC40 (Placas Paralelas)	8,04027 ± 2,98729	0,32791 ± 0,01355	0,98487
C50CC50 (Placas Paralelas)	8,44523 ± 3,36171	0,33707 ± 0,01525	0,98129
C40CC60 (Placas Paralelas)	8,19760 ± 3,39909	0,36702 ± 0,01542	0,98437
C30CC70 (Placas Paralelas)	8,61687 ± 3,64591	0,35018 ± 0,01654	0,97814

5.1.2.2 Comparação entre metacaulins utilizando o cilindro concêntrico

Para os próximos resultados, foi fixada a utilização da geometria de cilindro concêntrico, e os parâmetros de ensaio utilizados estão descritos no item 4.2.3, empregando a rotina de passos, realizando a análise para os dois tipos de metacaulim. Nas Figuras 22 e 23 estão detalhados os resultados do ensaio de fluxo no reômetro referentes a viscosidade aparente para as misturas contendo MC e CC.

Figura 22: Viscosidade Aparente versus tempo de pastas com diferentes proporções de cal e MC.

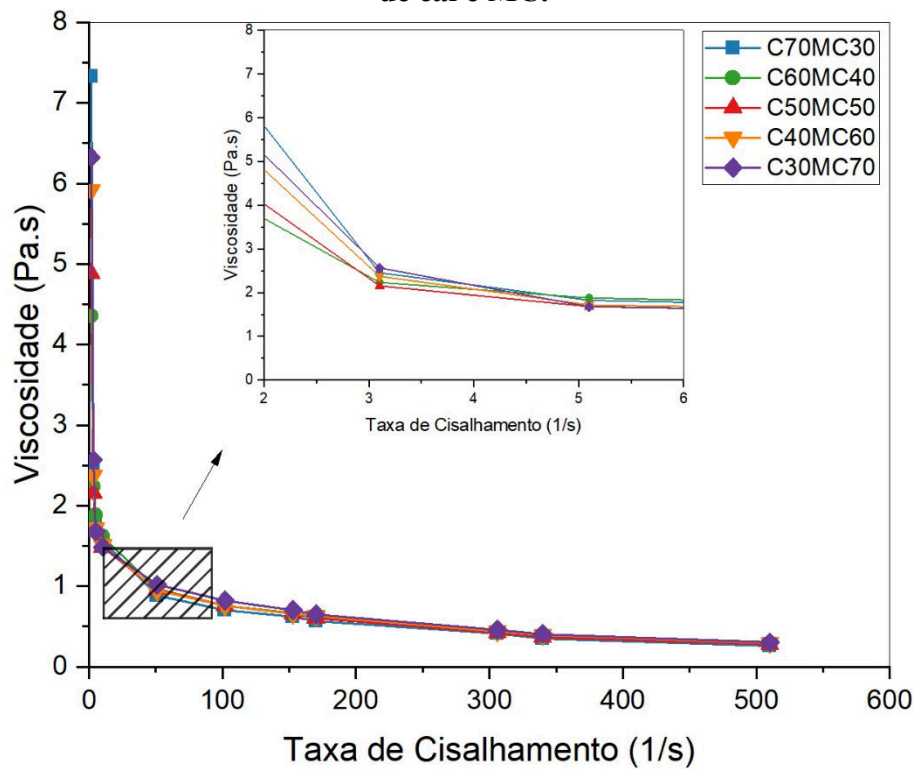
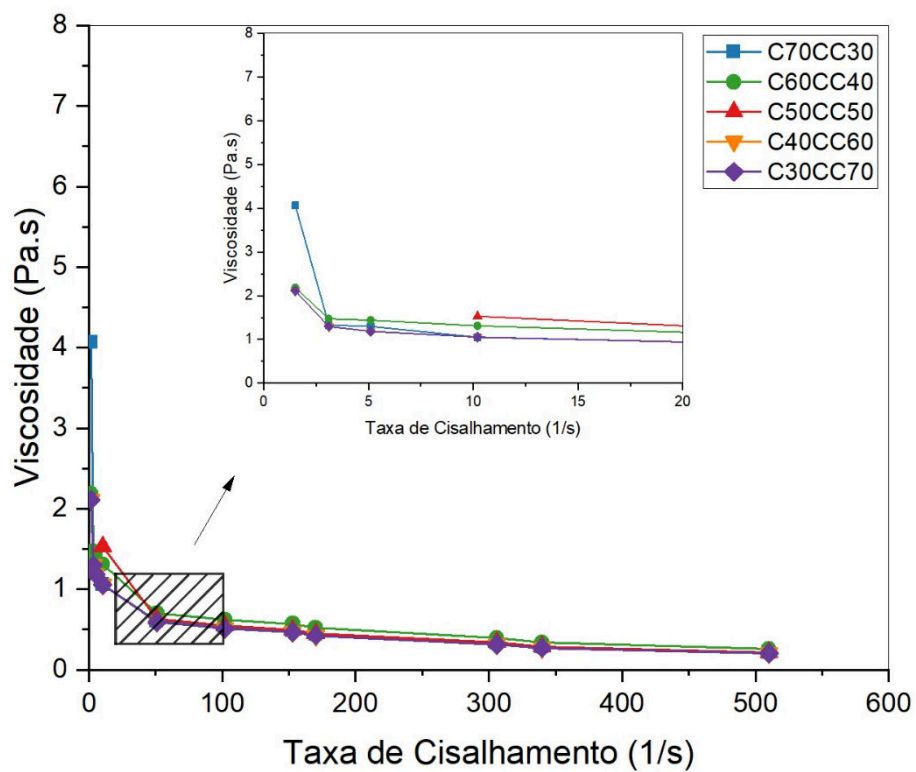


Figura 23: Viscosidade Aparente versus tempo de pastas com diferentes proporções de cal e CC.



Em ambas as misturas com MC e CC a viscosidade diminuiu à medida que a taxa de cisalhamento aumentou ao longo do tempo. Este comportamento é característico de fluidos não-newtonianos, observado anteriormente. (SALES, 2021; SALES, 2022; OLIVEIRA, 2019).

Existe uma certa linearidade quando se trata de viscosidade versus proporção de metacaulim. Observa-se que a medida que a mistura tem mais partículas de pozzolana, maior é a viscosidade aparente. Uma possível justificativa para isso seria a concentração de partículas dispersas na solução, quando maior essa concentração, maior a viscosidade da pasta (TRADOS, 2010; AZERÊDO, 2012).

De maneira geral, observa-se também que as pastas contendo MC possuem valores maiores de viscosidade quando comparadas as pastas com CC, demonstrando que para esta segunda, a demanda de água nas pastas é menor.

As figuras 24 e 25 apresentam os dados referentes a tensão de cisalhamento versus a taxa de cisalhamento para as diferentes proporções de MC e CC das pastas.

Figura 24: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento das pastas com MC.

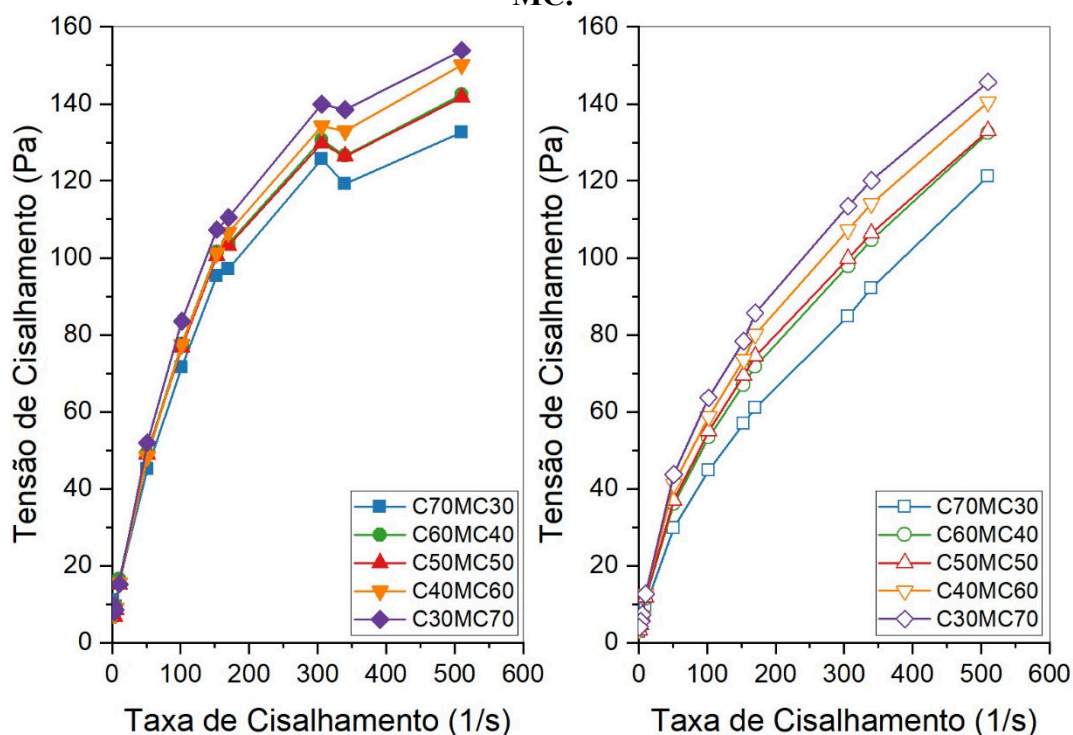
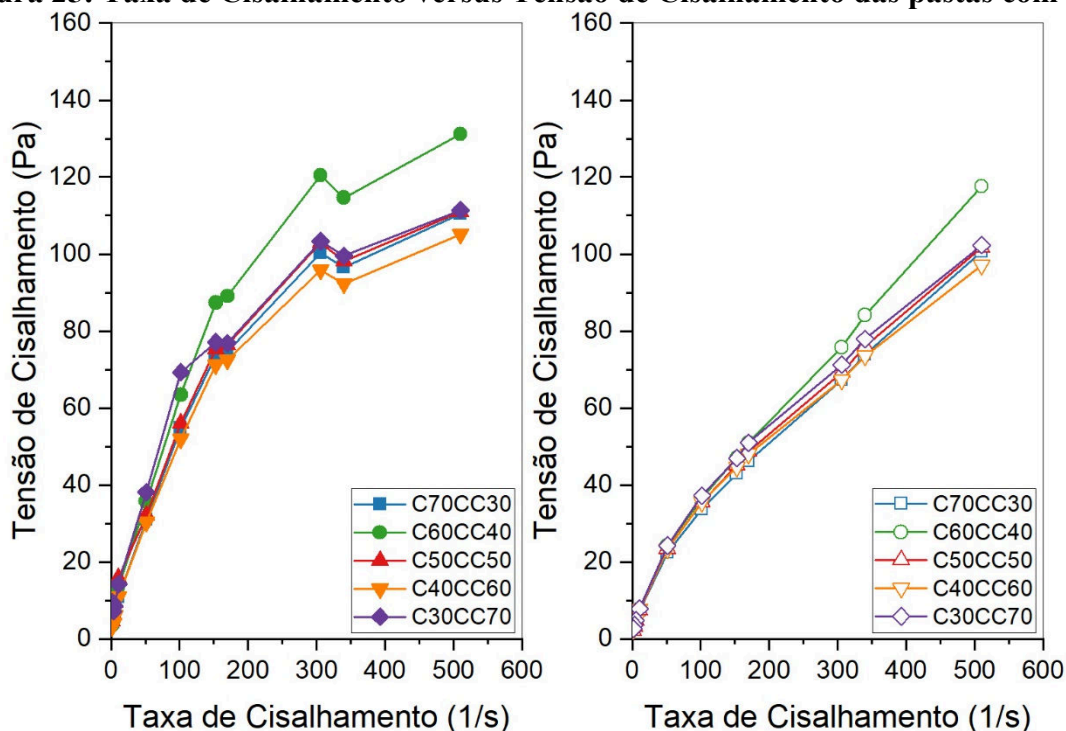


Figura 25: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento das pastas com CC.



Como observado nas figuras acima, ambas as pastas possuem características de fluidos não - newtonianos, com tensão de escoamento inicial, viscosidade decrescente ao longo do aumento da taxa de cisalhamento e curvas com tendências não lineares.

Verifica-se que a medida que aumenta a teor de pozolana, as tensões de cisalhamento crescem, mantendo uma relação diretamente proporcional para a maioria das amostras. Quando se compara os tipos de pozolana, tensões de cisalhamento maiores são encontradas para as pastas com MC, o que é se justifica pela maior viscosidade encontrada para a mesma mistura vista anteriormente.

As Figuras 26-30 apresentam os dados referentes a tensão de cisalhamento versus a taxa de cisalhamento comparando a mesma proporção para as duas pozolanas.

Figura 26: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (70:30) de MC e CC.

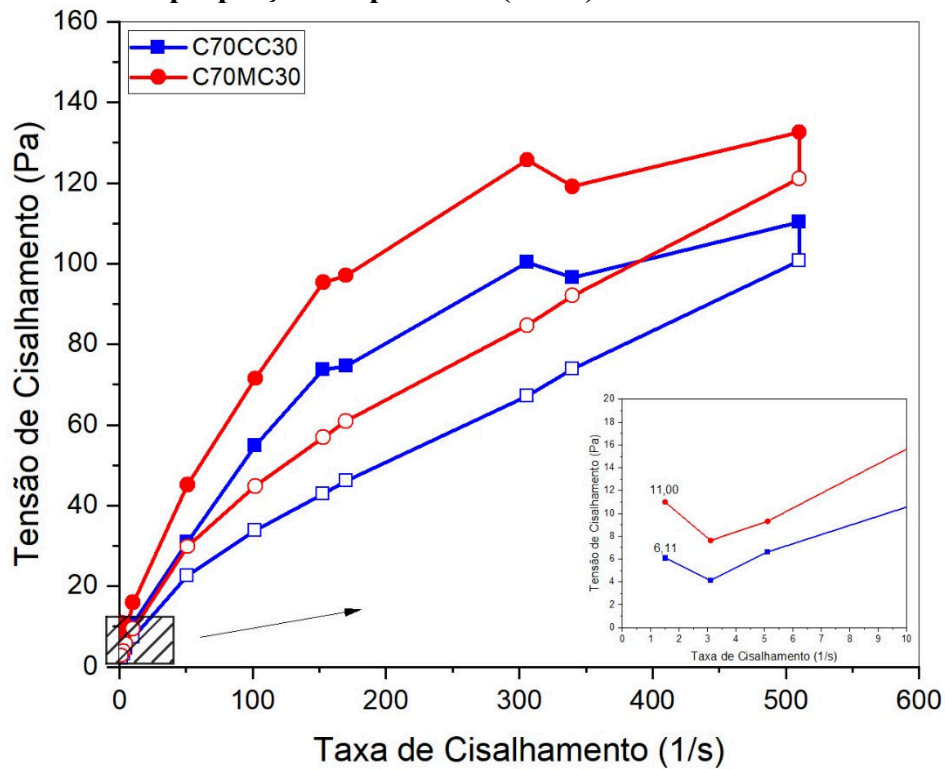


Figura 27: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (60:40) de MC e CC.

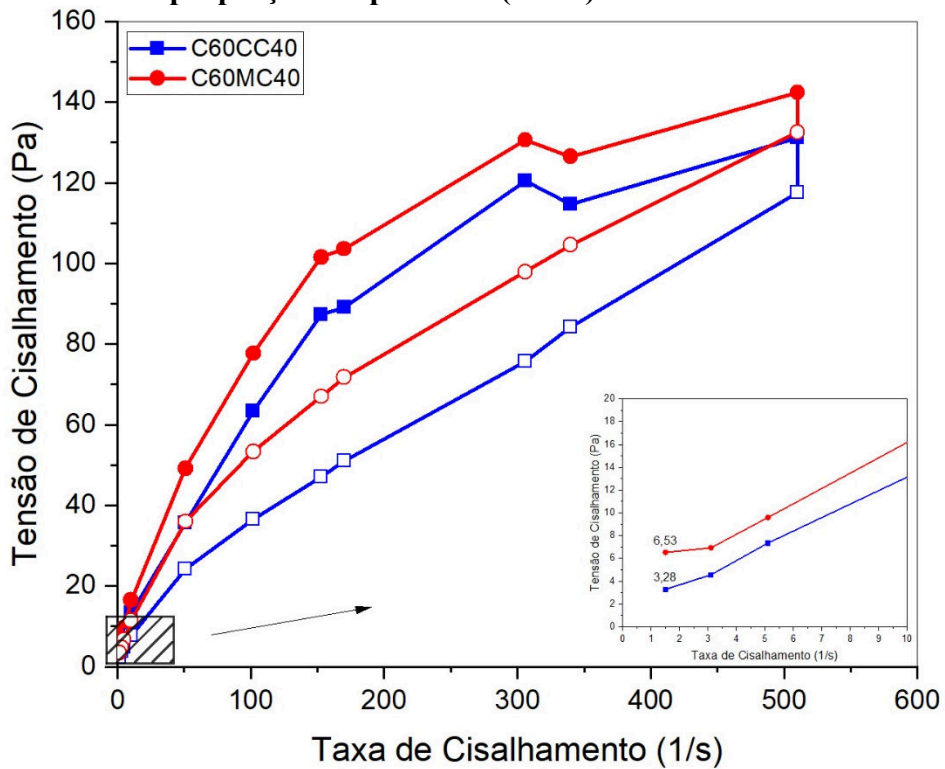


Figura 28: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (50:50) de MC e CC.

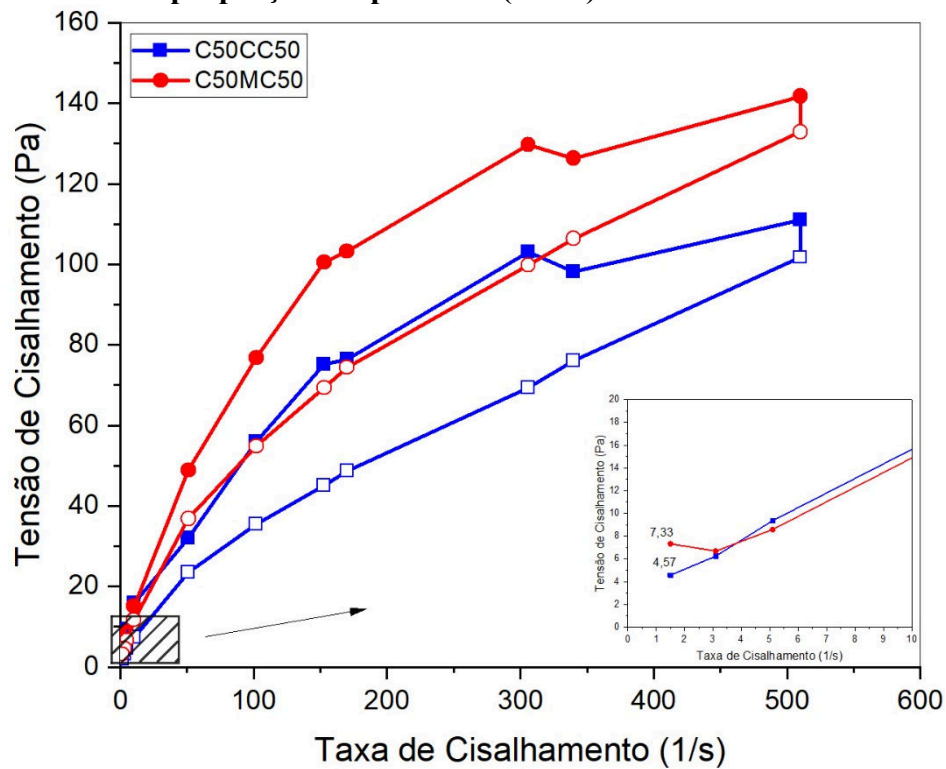


Figura 29: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (40:60) de MC e CC.

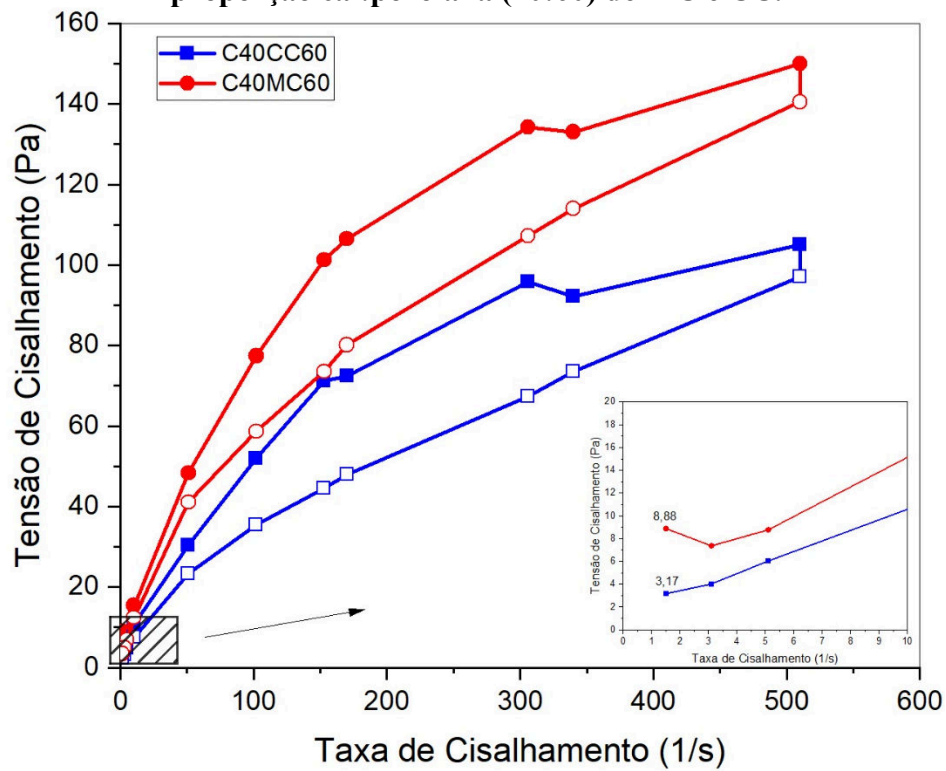
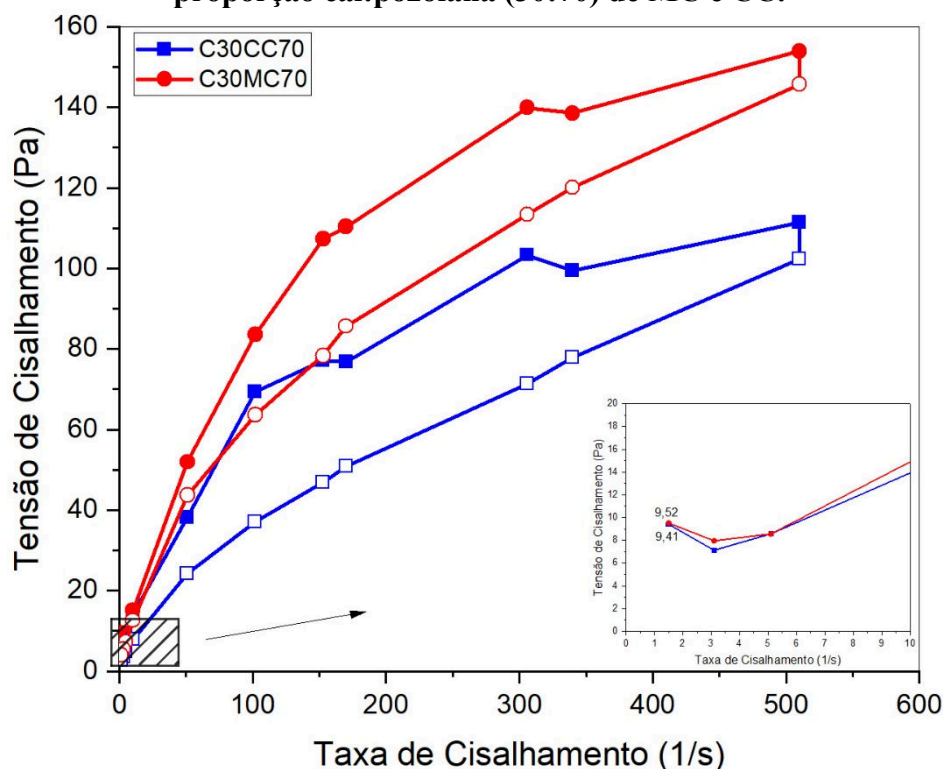


Figura 30: Taxa de Cisalhamento versus Tensão de Cisalhamento para a mesma proporção cal:pozolana (30:70) de MC e CC.



Observa-se que para todas as proporções de cal:pozolana, as misturas com o MC obtiveram tensões de cisalhamento maiores que as pastas com CC. Uma possível justificativa é a distribuição granulométrica das partículas, o CC possui partículas menores e uma distribuição mais fina que o MC, resultando em um maior contato entre as partículas e maior dispersão durante a realização do ensaio.

Outra possível hipótese seria a forma das partículas de cada pozolana onde, através das imagens de MEV dos materiais, observa-se que o CC possui partículas um pouco maiores e com formato mais lamelar em comparação ao MC, que também foi visto nos trabalhos de Małaszkiwicz e Osipiuk (2020) e Cassagnabere et al. (2013), podendo indicar uma menor área superficial, reduzindo a demanda de água e facilitando a fluidez da pasta.

Quanto as áreas de histerese das misturas, observa-se um padrão de tixotropia para todas as pastas estudadas, com as curvas de ida com tensões de cisalhamento maiores que as curvas de volta. As áreas de histerese encontradas representam estabilidade do sistema e homogeneidade na mistura (Sato, 2015).

Foi realizado o ajuste das curva ao modelo de Herschel – Bulkley, mostrando que as curvas seguem o modelo quase perfeitamente dos fluidos de HB. A Figura 31 e 32 mostram

as curvas obtidas experimentalmente (curva descendente) para MC e CC, respectivamente, e a curva obtida pelo modelo matemático.

Figura 31: Ajuste do Modelo de Herschel Bukley nas curvas de fluxo das pastas de MC.

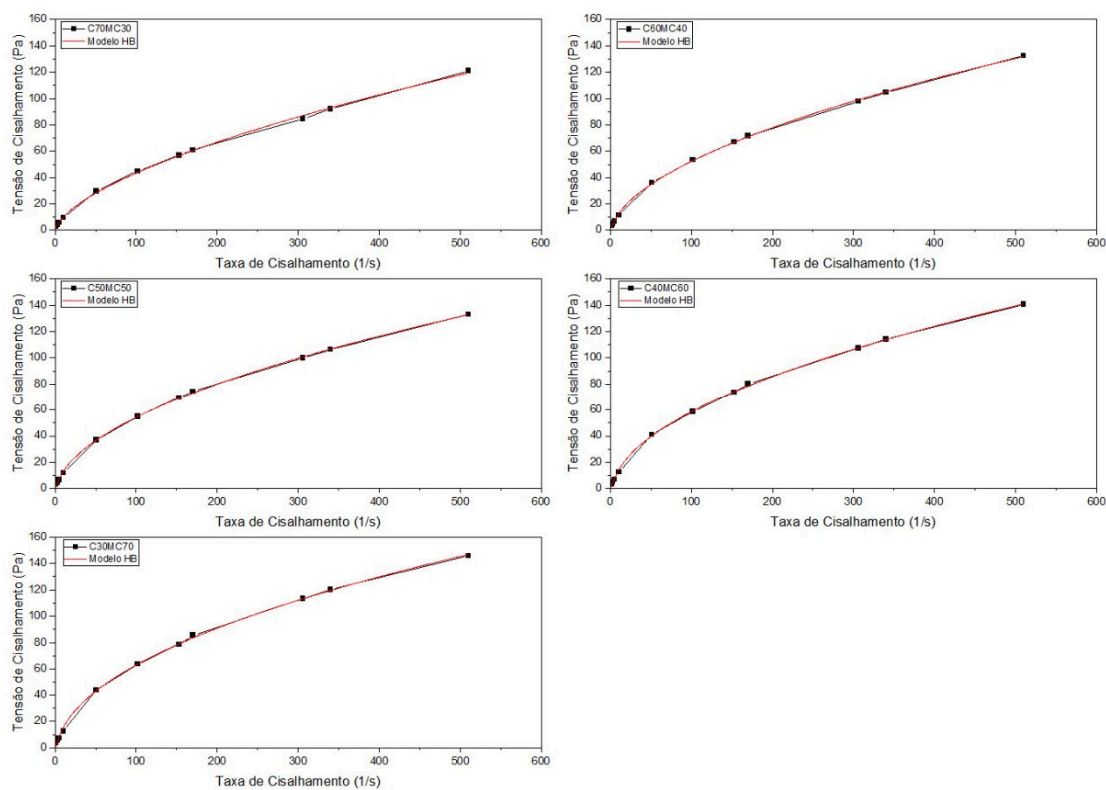
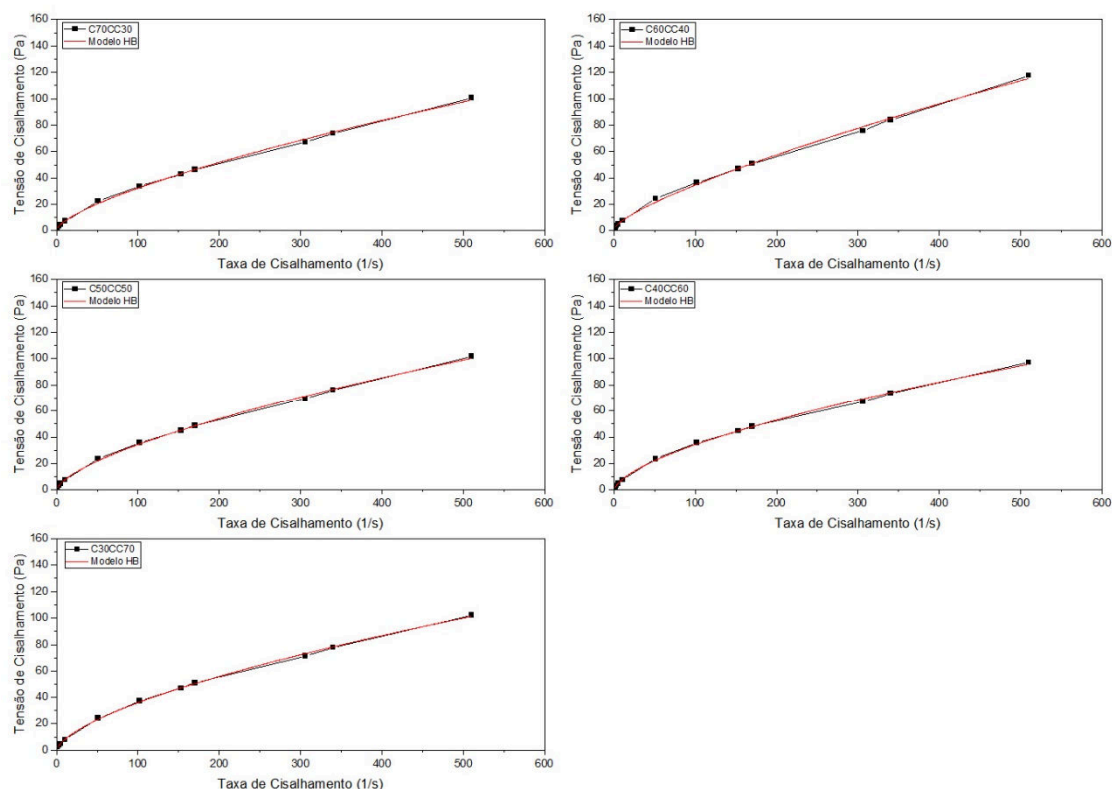


Figura 32: Ajuste do Modelo de Herschel Bukley nas curvas de fluxo das pastas de CC.



5.2 ARGAMASSAS

5.2.1 Mesa de consistência

Na Tabela 8 são apresentados os resultados referentes ao teor de água de cada mistura para se obter um espalhamento na mesa de consistência de 260 ± 5 mm definido pela NBR 13276 (ABNT, 2016).

Tabela 8: Teor de água e espalhamento das argamassas analisadas.

Identificação das argamassas conforme nomenclatura das pastas	Relação água/aglomerante	Relação água/sólidos	Espalhamento (mm)
C70CC30	1,000	0,25	256,97
C60CC40	1,000	0,25	260,94
C50CC50	1,000	0,25	259,01
C40CC60	1,000	0,25	259,49
C30CC70	1,038	0,265	256,10
C70MC30	1,063	0,266	258,40
C60MC40	1,063	0,266	261,40
C50MC50	1,187	0,297	256,12
C40MC60	1,187	0,297	263,07
C30MC70	1,187	0,297	255,25

Observa-se que para as misturas com o caulim calcinado, a relação água/aglomerante (a/ag) se manteve fixa em 1,0 para a maioria das amostras. A argamassa com maior porcentagem de CC demandou um aumento no teor de água, que pode ser justificada pela maior concentração de partículas menores na mistura.

As misturas envolvendo o MC exigiram mais água para atingir a trabalhabilidade fixada e a medida que o teor de MC aumenta, maior é a demanda de água para manter o espalhamento. Os resultados indicam que o MC tem maior demanda de água que o CC, o que pode ser explicado pela sua maior área específica e estrutura lamelar, retendo mais água na mistura.

5.2.2 Densidade de Massa

Os resultados da densidade de massa fresca das argamassas produzidas são apresentados da Tabela 9.

Tabela 9: Densidade de massa fresca das argamassas.

Identificação das argamassas conforme nomenclatura das pastas	Densidade de massa (kg/m³)
C70CC30	2425,66
C60CC40	2401,66
C50CC50	2390,49
C40CC60	2395,92
C30CC70	2392,05
C70MC30	2419,95
C60MC40	2372,71
C50MC50	2353,70
C40MC60	2341,55
C30MC70	2333,45

Os valores apresentados se diferenciam pouco entre si e segundo Carasek (2010) se classificam como argamassas normais para aplicações convencionais.

5.2.3 Squeeze-Flow

Nas Figuras 33 e 34 constam os resultados do ensaio de squeeze-flow após 10, 15, 60 e 65 minutos de mistura, com o deslocamento ocorrendo em duas velocidades, 3mm/s e 0,1mm/s, que representa as velocidades de solicitações comuns nas argamassas durante aplicação, conforme recomendado pela NBR 15.839 (ABNT, 2010b).

Figura 33: Resultados de squeeze-flow para as diferentes proporções de MC. a) Argamassas ensaiadas 10 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. b) Argamassas ensaiadas 15 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s. c) Argamassas ensaiadas 60 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. d) Argamassas ensaiadas 65 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s.

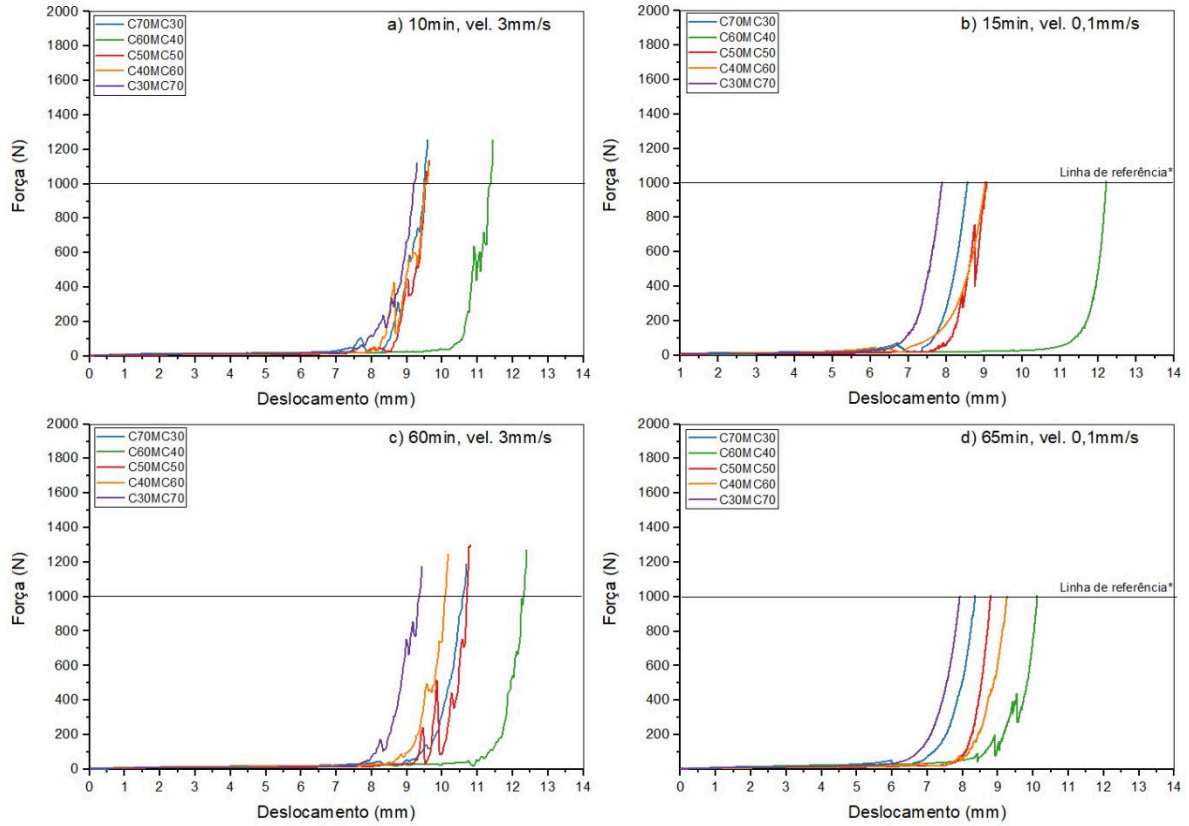
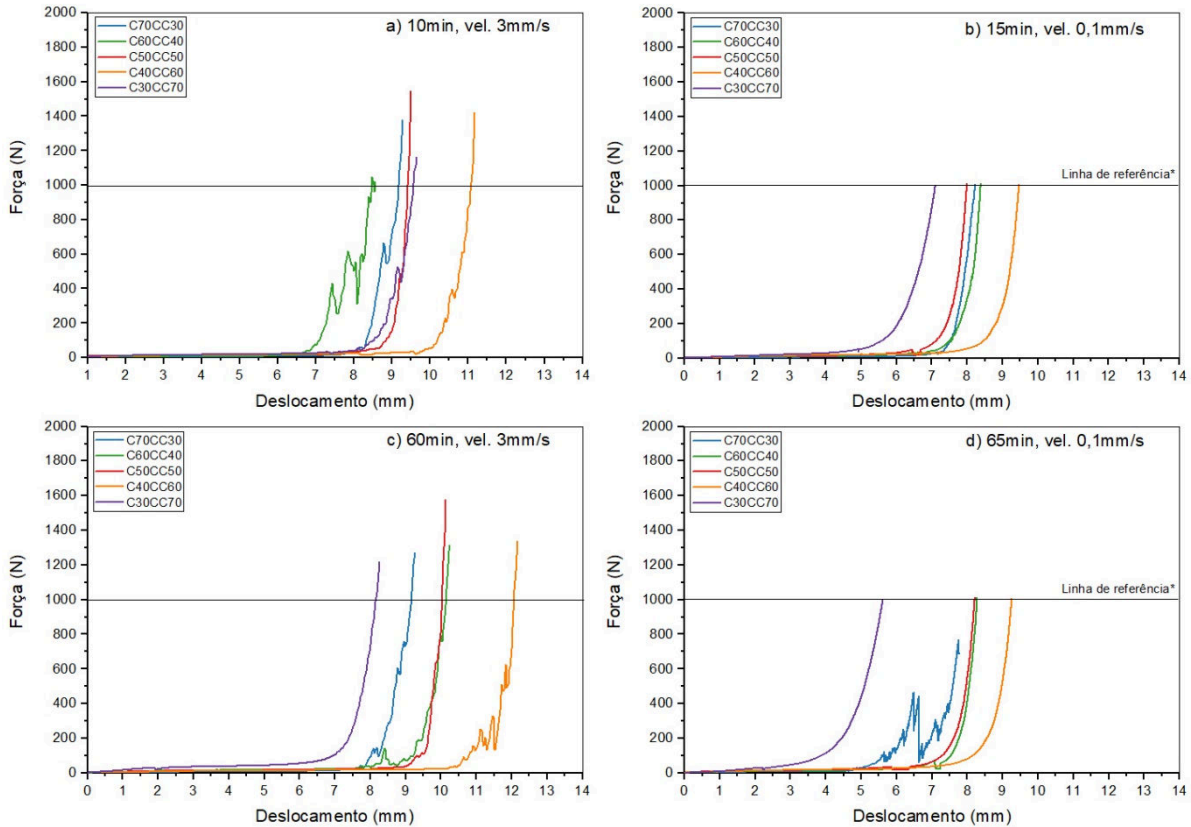


Figura 34: Resultados de squeeze-flow para as diferentes proporções de CC. a) Argamassas ensaiadas 10 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. b) Argamassas ensaiadas 15 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s. c) Argamassas ensaiadas 60 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 3 mm/s. d) Argamassas ensaiadas 65 minutos após a mistura com velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s.



Pode-se observar que a medida que o tempo de descanso aumenta (de 10min para 65min), há uma diminuição no deslocamento das curvas, indicando um endurecimento progressivo das misturas, através das reações e do desenvolvimento da estrutura do aglomerante.

A reatividade do MC contribui para a rápida formação de ligações coesivas, resultando em deslocamento menores no ensaio, além da influência da caulinita remanescente encontrada no MC, modificando a demanda de água nessas misturas. Já o CC tendeu a formar uma estrutura mais rígida inicialmente, possivelmente devido a diferença na morfologia das partículas dos metacaulins, o que corrobora com Pileggi et al. (2002) e Cardoso et al. (2010), que afirmam que a evolução do enrijecimento da mistura tem relação entre a composição química, interação entre as partículas e evolução estrutural dos aglomerantes e crescimento dos produtos hidratados.

O fenômeno de tixotropia das argamassas é evidenciado pelos resultados apresentados. Nos tempos menores (10 e 15min) as curvas apresentam menor resistência ao deslocamento, indicando que a estrutura da argamassa ainda está em formação e há maior mobilidade das partículas. Nos tempos de 60 e 65min, nota-se um aumento significativo na força necessária para o deslocamento, indicando que as misturas passam por um processo de estruturação e enrijecimento, fenômeno descrito por Cardoso et al. (2010) e Pileggi; Oliveira; John (2004).

Nos resultados para as misturas com o CC, misturas com maiores teores de cal geralmente apresentam menor resistência inicial, ou seja, menor força para um mesmo deslocamento nos primeiros minutos, resultado que pode ser atribuído à menor quantidade de partículas finas reativas no sistema, gerando uma menor coesão inicial. Já as misturas com maiores teores de CC, desenvolvem uma resistência maior mais rapidamente. As misturas contendo MC apresentaram comportamento similar, reforçando que o teor de pozolana desempenha um papel fundamental na evolução da rigidez.

Em relação a influência da taxa de deformação, Pileggi et al. (1999) e Cardoso et al. (2010) destacam que a velocidade de aplicação da carga no ensaio influencia no comportamento reológico das misturas. Nas velocidades mais altas (3 mm/s), há um deslocamento maior antes do aumento abrupto da força, sugerindo que a estrutura é mais facilmente rompida em altas taxas de deformação. Na velocidade de 0,1 mm/s, a força aumenta mais rapidamente indicando uma maior resistência ao deslocamento.

5.2.4 Resistência à tração na flexão e à compressão

Para a análise do desempenho mecânico das argamassas, os ensaios de resistência à tração na flexão e à compressão foram feitos aos 28 dias. Os resultados estão dispostos nas Figuras 35 e 36.

Figura 35: Resistência à tração na flexão das argamassas de CC e MC.

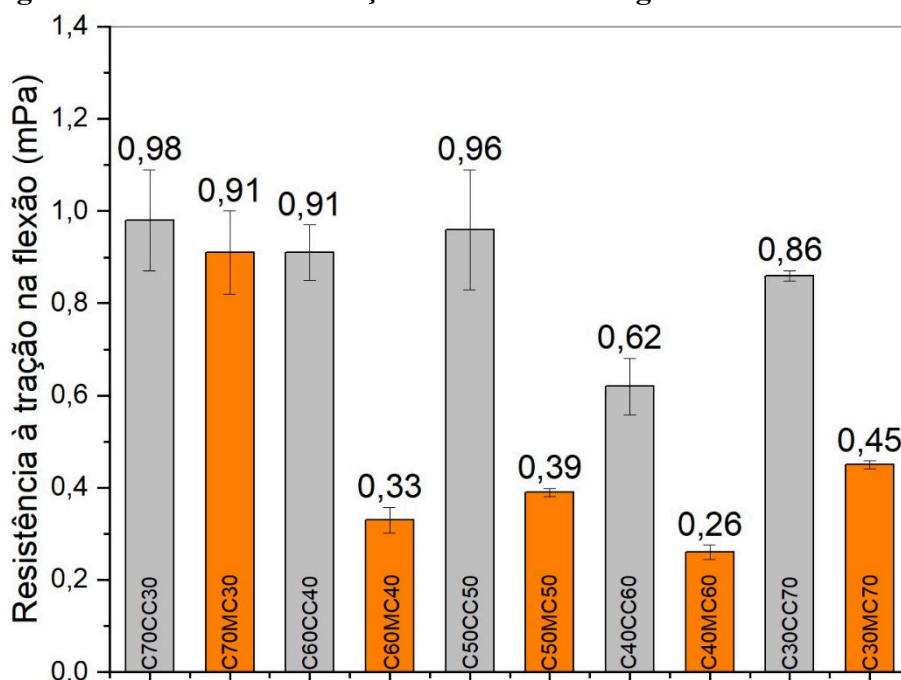
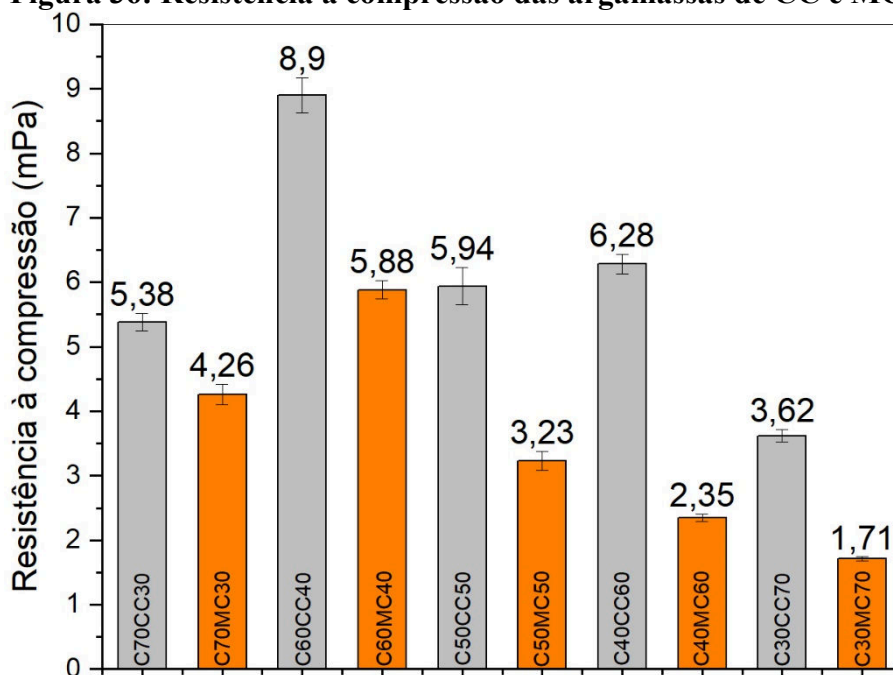


Figura 36: Resistência à compressão das argamassas de CC e MC.



A resistência à tração na flexão das argamassas atingiram valores que variam de 0,98 a 0,26 Mpa (Figura 34). Quanto a resistência à compressão, os valores atingiram valores na faixa de 8,90 a 1,71 Mpa (Figura 35).

As misturas contendo CC apresentaram valores mais elevados de resistência à tração em comparação com àquelas contendo MC. A mistura de C70CC30 obteve um valor de 0,98

Mpa enquanto a correspondente C70MC30 apresentou um valor de 0,33, mostrando uma diferença de 66,33%. O mesmo padrão foi observado para as outras proporções, evidenciando que todas as misturas com CC tem valores de resistência mais elevados. Isto pode ser atribuído à melhor compactação e interação das partículas de CC na matriz, promovendo maior aderência e menor formação de micropartículas.

Em relação a resistência à compressão, as misturas com CC também apresentam maior resistência quando comparas as suas equivalentes com MC. A menor resistência dessas misturas pode ser associada a maior demanda de água, como visto na Tabela 7, levando a um aumento da porosidade e, conseqüentemente, menor resistência.

As resistências obtidas nas misturas são comuns para a sua natureza de composição. Moro, M. C.; Schmidt, D. (2017) e Silva, R. D.; Gomes, J. P.; Veiga, M. R. (2014) apresentaram em seus trabalhos que argamassas de cal geralmente apresentam resistência à compressão entre 0,5 e 2 Mpa, enquanto misturas com pozolanas podem atingir de 3 a 5 Mpa. Para a resistência à tração na flexão, geralmente segue-se uma proporção típica de 10% a 30% da resistência à compressão.

6 CONCLUSÕES

Este trabalho investigou a influência de dois metacaulins nas propriedades reológicas e mecânicas em pastas e argamassas à base de cal. A pesquisa foi desenvolvida utilizando o metacaulim comercial (MC) e o metacaulim resultante da calcinação de caulim em laboratório (CC). As propriedades reológicas das pastas foram avaliadas a partir dos ensaios de mini slump e reometria rotacional utilizando dois tipos de geometria. Em relação as argamassas, as propriedades no estado endurecido foram avaliadas a partir do squeeze-flow, do ensaio da mesa de consistência, densidade de massa fresca e resistência à tração na flexão e à compressão. Diante dos resultados obtidos, pode-se destacar os seguintes pontos:

- Quanto as propriedades reológicas das pastas:

Com base nos resultados do mini slump, observou-se que as pastas com CC e MC apresentaram espalhamentos similares, com valores ligeiramente maiores para as pastas com MC em algumas das misturas, o que pode ser justificado pela possível formação de aglomerados em consequência da finura do CC, bem como as diferentes morfologias das partículas dos metacaulins utilizados.

Em relação a reometria de fluxo, a análise feita com placas paralelas comparando rotinas de ensaio com e sem pré – cisalhamento, ficou evidenciado a influência benéfica do pré – cisalhamento, que tornou a mistura mais homogênea quebrando a estrutura das partículas, trazendo resultados mais consistentes e com menos picos de tensão e ruídos na curva de fluxo.

A análise feita com as pastas contendo CC e utilizando as geometrias de placas paralelas e cilindro concêntrico, com o intuito observar o impacto da mudança de geometria nas curvas de fluxo das misturas, evidenciaram que as curvas obtidas com as placas paralelas apresentam valores de tensão de cisalhamento maiores do que aquelas alcançadas com o cilindro concêntrico. Os resultados corroboram com a afirmativa de que a geometria de placas paralelas pode superestimar a tensão de cisalhamento devido a fatores como atrito entre partículas e menor efeito de escorregamento das paredes.

Fixando a geometria de cilindro concêntrico para a análise da reologia de fluxo dos dois metacaulins, observou-se em ambas as misturas com MC e CC a viscosidade diminuiu à medida que a taxa de cisalhamento aumentou ao longo do tempo, caracterizando os fluidos como não- newtonianos. De maneira geral, observa-se que as pastas contendo MC possuem valores maiores de viscosidade quando comparadas com CC, demonstrando que para as

pastas com CC a demanda de água nas pastas é menor, possivelmente justificado pelo teor de caulinita remanescente encontrado no difratograma do MC.

A partir dos gráficos de tensão de cisalhamento versus a taxa de cisalhamento, verificou-se que a medida que o teor de pozolana aumenta, as tensões de cisalhamento crescem, mesmo que em proporções pequenas. As misturas com o MC obtiveram tensões de cisalhamento maiores que as pastas com CC. Uma possível justificativa é a distribuição granulométrica das partículas, o CC possui partículas menores e uma distribuição mais fina que o MC, resultando em um maior contato entre as partículas e maior aglomeração.

Os fluidos apresentam comportamento tixotrópico, com tensões de cisalhamento menores na curva de desaceleração. A área de histerese formada pelas curvas obtidas através das placas paralelas são menores quando comparadas com aquelas obtidas pelo cilindro concêntrico, indicando para a primeira maior estabilidade e homogeneidade no sistema.

- Quanto ao comportamento das argamassas:

As misturas com MC exigiram maior quantidade de água que as com CC para atingir a trabalhabilidade fixada. Para ambos os traços, a medida que o metacaulim (MC e CC) aumenta, a demanda de água para manter o espalhamento é maior. Em relação ao comportamento mecânico, as misturas contendo CC apresentaram valores mais elevados de resistência à tração e à compressão em comparação com aquelas contendo MC, o que pode ser associado a maior demanda de água das misturas com MC, aumentando sua porosidade e a finura e amorficidade do CC.

Em relação as análises do squeeze-flow, os resultados indicam um endurecimento progressivo nas misturas (de 10 para 65 min). As argamassas com CC tenderam a formar uma estrutura mais rígida inicialmente, possivelmente devido a diferença na morfologia das partículas dos metacaulins. A tixotropia das argamassas é evidenciada pelos resultados, onde nos tempos menores as curvas apresentam menor resistência ao deslocamento e nos tempos maiores nota-se um aumento significativo na força necessária para o deslocamento. O teor de pozolana desempenha papel fundamental na evolução da rigidez, visto que misturas com maiores teores de cal geralmente apresentam menor resistência para o mesmo deslocamento nos primeiros minutos, já as misturas com maiores teores de metacaulim, a maior resistência se desenvolve rapidamente.

Sugestões para futuros trabalhos:

- Análise reológica utilizando a geometria de palhetas;
- Análise da influência de diferentes taxas de cisalhamento para uma mesma amostra;
- Análise da reologia oscilatória para as pastas de cal e metacaulim;
- Avaliação de diferentes pozolanas nas pastas de cal, como por exemplo, sílica ativa;
- Análise da formação dos produtos hidratados para os diferentes teores de metacaulim.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGGELAKOPOULOU, E.; BAKOLAS, A.; MOROPOULOU, A. Properties of limemetakolin mortars for the restoration of historic masonries. **Applied Clay Science**, v. 53, n. 1, p. 15–19, 2011.

ARIZZI, A.; CULTRONE, G. Aerial lime-based mortars blended with a pozzolanic additive and different admixtures: A mineralogical, textural and physical-mechanical study. **Construction and Building Materials**, v. 31, p. 135–143, jun. 2012.

ARIZZI, A.; CULTRONE, G. Comparing the pozzolanic activity of aerial lime mortars made with metakaolin and fluid catalytic cracking catalyst residue: A petrographic and physicalmechanical study. **Construction and Building Materials**, v. 184, p. 382–390, 2018.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 13276: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – preparo da mistura e determinação de consistência**. Rio de Janeiro, 2016.

_____. NBR 7175: **Cal hidratada para argamassas – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2003.

_____. NBR 7215: **Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2019.

_____. NBR 12653: **Materiais pozolânicos – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2014.

_____. NBR 13277: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – determinação da retenção de água**. Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 13278: **Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado.** Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 13279: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão.** Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 13280: **Argamassa para assentamento de paredes e revestimento de paredes e tetos. Determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido.** Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 13528: **Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - Determinação da resistência de aderência à tração.** Rio de Janeiro, 2019.

_____. NBR 14399: **Cal hidratada para argamassas - Determinação da água da pasta de consistência normal.** Rio de Janeiro, 1999.

_____. NBR 15259: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade.** Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 15261: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – determinação da variação dimensional (retração ou expansão linear).** Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 15839: **Argamassa de assentamento e revestimento de paredes e tetos – Caracterização reológica pelo método squeeze-flow.** Rio de Janeiro, 2010.

_____. NBR 15894-1: **Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 1: Requisitos.** Rio de Janeiro, 2010.

_____. NBR 16541: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura para a realização de ensaios.** Rio de Janeiro, 2016.

_____. NBR 16605: **Cimento portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica**. Rio de Janeiro, 2017.

_____. NBR 9778: **Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR NM 248: **Agregados – Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro, 2003.

_____. NBR NM 45: **Agregados – Determinação da massa unitária e volume de vazios**. Rio de Janeiro, 2006.

_____. NBR NM 52: **Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente**. Rio de Janeiro, 2009.

AZEREDO, G. A. de and JEAN CLAUDE MOREL., Applicability of rheometers to characterizing earth mortar behavior. Part I: experimental device and validation. **Materials and Structure**, vol. 41, p. 1465-1472, 2008.

AZERÊDO, A. F. N. DE. **Estudo Do Resíduo De Caulim Em Argamassas a Base De Cal Quanto Às Suas Propriedades Frescas, Endurecidas E Microestruturais**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2012. 229p.

AZEREDO, A. F. N. DE; STRUBLE, L. J.; CARNEIRO, A. M. P. Microstructural characteristics of lime-pozzolan pastes made from kaolin production wastes. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 48, n. 7, p. 2123–2132, 2015.

AZEVEDO, N. H. de; MATOS, P. R. de; GLEIZE, P. J. P.; BETIOLI, A. M. Effect of thermal treatment of SiC nanowhiskers on rheological, hydration, mechanical and microstructure properties of Portland cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 117, p. 103903, 2021.

BAKOLAS, A. et al. Evaluation of pozzolanic activity and physicomechanical characteristics in metakaolin-lime pastes. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 84, n. 1, p. 157–163, 2006.

BETIOLI, A. M. **Influência dos polímeros MHEC e EVA na hidratação e comportamento reológico de pastas de cimento portland**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - PPGEC. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2007. 188p.

BETIOLI, A. M. et al. Caracterização reológica de pasta cimentícia: associação de técnicas complementares. p. 37–48, 2009.

BORGES, C.; SANTOS SILVA, A.; VEIGA, R. Durability of ancient lime mortars in humid environment. **Construction and Building Materials**, v. 66, p. 606–620, 2014.

BRAS, A.; HENRIQUES, F. M. A. Rheology of lime-based grouts with metakaolin and brick dust. **Materials and Structures**, v. 45, n. 9, p. 1351-1364, 2012.

CARASEK, Helena. Argamassas. In: ISAIA, G. C. (Ed.) **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. São Paulo: IBRACON, 2010. p.892-944.

CARDOSO, FÁBIO A.; PILEGGI, RAFAEL G.; JOHN, VANDERLEY M. **Caracterização reológica de argamassas pelo Método de squeeze-flow**. In: VI Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas. Anais.... Florianópolis-SC, Maio de 2005.

CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M. **Rheological behavior of mortars under different squeezing rates**. *Cement and Concrete Research*, v. 40, n. 5, p. 775-782, 2010.

CARDOSO, F.A.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M. **Squeeze-flow aplicado a argamassas de revestimento: Manual de Utilização**. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP. BT/PCC, v. 1, p. 1- 29, 2010.

CAMPOS, R. S.; MACIEL, G. F. Test protocol and rheological model influence on determining the rheological properties of cement pastes. **Journal of Building Engineering**, [s. l.], v. 44, p. 103206, 2021.

FERNANDES, H. C.; MORAIS, P. C.; SANTOS, T. J. Squeeze flow rheometry for lime-pozzolan pastes: Experimental and modeling approaches. **Rheologica Acta**, v. 56, n. 5, p. 457-469, 2017.

FERNANDES, R. R.; ANDRADE, D. E. V.; FRANCO, A. T. Influence of pre-shear on rheometric measurements of oil-based drilling fluids. **Rheologica Acta**, [s. l.], v. 56, p. 743-752, 2017.

FERRARA, L. et al. On the identification of rheological properties of cement suspensions: Rheometry, Computational Fluid Dynamics modeling and field test measurements. **Cement and Concrete Research**, v. 42, n. 8, p. 1134–1146, 2012.

FEYS, D.; VERHOEVEN, R.; DE SCHUTTER, G. Evaluation of time independent rheological models applicable to fresh self-compacting concrete. **Applied Rheology**, v. 17, p. 56244-1–56244-10, 2007.

FOURMENTIN, M. et al. Rheology of lime paste—a comparison with cement paste. **Rheologica Acta**, v. 54, n. 7, p. 647–656, 2015.

GAMEIRO, A. et al. Hydration products of lime-metakaolin pastes at ambient temperature with ageing. **Thermochimica Acta**, v. 535, p. 36–41, 2012.

GAMEIRO, A. et al. Physical and chemical assessment of lime-metakaolin mortars: Influence of binder:aggregate ratio. **Cement and Concrete Composites**, v. 45, p. 264–271, 2014.

GIORDANI, C.; MASUERO, A. B. Blended mortars: Influence of the constituents and proportioning in the fresh state. **Construction and Building Materials**, v. 210, p. 574–587, 2019.

GRILO, J. et al. Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime metakaolin mortars in different curing conditions. **Construction and Building Materials**, v. 51, p. 287–294, 2014.

HART, John. Ancient Cementitious Materials. Carlsbad: **John Hart and Associates**, 2000.

IZAGUIRRE, A.; LANAS, J.; ÁLVAREZ, J. I. Characterization of aerial lime-based mortars modified by the addition of two different water-retaining agents. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n. 2, p. 309–318, 2011.

JANOTKA, I. et al. Metakaolin sand-blended-cement pastes: Rheology, hydration process and mechanical properties. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 5, p. 791–802, 101 2010.

KUMAR, D. N., P. R., Investigations on alternate lime-pozzolana based mortars for repair of heritage structures, **Construction and Building Materials**, Volume 341, 2022.

MAŁASZKIEWICZ, D. e OSIPIUK, M. **Effect of Mineral Additions on Rheology and Fresh Properties of Cement Pastes and Mortars**. In: Mechtcherine V., Khayat K., Secrieru E. (eds) *Rheology and Processing of Construction Materials*. RheoCon 2019, SCC 2019. RILEM Bookseries, v. 23. Springer, Cham, 2020.

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P.J.M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**, PINI, São Paulo, 1994.

MENEZES, A. L. R. DE. **Caracterização das argamassas históricas existente na Usina Ilha Bela localizada no município de Ceará Mirim/RN**. Dissertação. Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2019.

MEZGER, T. G. **The Rheology Handbook: For Users of Rotational and Oscillatory Rheometers**. Hannover: Vincentz Network, 2006.

MORO, M. C.; SCHMIDT, D. Influence of pozzolanic materials on the mechanical properties of lime mortars. **Revista Matéria**, v. 22, n. 3, 2017.

NASSIRI, S. et al. Comparison of unique effects of two contrasting types of cellulose nanomaterials on setting time, rheology, and compressive strength of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 123, p. 104201, 2021.

NAZAR, S.; YANG, J.; THOMAS, B. S.; AZIM, I.; UR REHMAN, S. K. Rheological properties of cementitious composites with and without nano-materials: a comprehensive review. **Journal of Cleaner Production**, v. 272, p. 122701, 2020.

NEŽERKA, V. et al. Comprehensive study on mechanical properties of lime-based pastes with additions of metakaolin and brick dust. **Cement and Concrete Research**, v. 64, p. 17–29, 2014.

NÓBREGA, A. F. **Potencial de Aproveitamento de Resíduos de Caulim Paraibano Para o Desenvolvimento de Argamassas de Múltiplo Uso**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia Urbana), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PB, 2007.

OLIVEIRA, M.P. **Estudo de um caulim calcinado do estado da Paraíba como material de substituição parcial do cimento Portland**. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola), UFCG, Campina Grande, 2004.

OLIVEIRA, S. V. **Reologia de pastas cimentícias contendo adições de minerais**. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2019.

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Squeeze flow behavior of lime-pozzolan pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 2, p. 191-199, 2011.

PENG, Y. et al. Method for calculating dynamic yield stress of fresh cement pastes using a coaxial cylinder system. **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], p. 1-14, 2021.

PÉREZ-NICOLÁS, M. et al. Study on the effectiveness of PNS and LS superplasticizers in air lime-based mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 82, p. 11–22, 2016.

PILEGGI, R. G.; FARAGE, M. C. R.; JOHN, V. M. **Microstructure and rheology of cement pastes**. *Cement and Concrete Research*, v. 29, n. 5, p. 695-702, 1999.

PILEGGI, R. G.; HELENE, P. R. L.; JOHN, V. M. **Propriedades reológicas de matrizes cimentícias: uma abordagem multi-escala para a caracterização de materiais aplicados por projeção**. *Revista Materiais*, v. 4, n. 1, p. 11-20, 2002.

PILEGGI, R. G.; OLIVEIRA, I. R.; JOHN, V. M. **Effect of particle packing on the fluidity of cement pastes modified with limestone filler**. *Cement and Concrete Research*, v. 34, n. 6, p. 1089-1098, 2004.

PILEGGI, R. G.; STUDART, A. R.; PANDOLFELLI, V. C. How mixing affects the rheology of refractory castables, part 1, part 2. In: **American Ceramic Society Bulletin, Estados Unidos**, v. 80, n. 6, p. 27-42, 2001.

RAGO, Fabiola; CINCOTTO, Maria A. **Influência do tipo de cal hidratada na reologia das pastas**. Boletim técnico da Escola Politécnica da USP. São Paulo: Departamento de Engenharia de Construção Civil, BT/PCC/233, 1999.

RILEM TC 119-TCE. Avoidance of Thermal Cracking in Concrete in Early Ages. *Materials and Structures*, 30, 451-464. 1997.

SAFI, B.; BENMOUNAH, A.; SAIDI, M. Rheology and zeta potential of cement pastes containing calcined silt and ground granulated blast-furnace slag. **Materiales de Construcción**, v. 61, n. 303, p. 353–370, 2011.

SALES, L. P. B. et al. Study of rheological properties of lime–metakaolin slurries. **Applied Clay Science**, v. 215, n. June, 2021.

SALES, Leane Prisciplla Bonfim. **Influência do cloreto de cálcio nas propriedades reológicas de pastas de cal e adições pozolânicas**. 2022. 116 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Centro de Tencologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2022.

SALVADOR, R. P.; CAVALARO, S. H. P. Rheological properties of lime-metakaolin pastes for restoration applications. **Journal of Cultural Heritage**, v. 16, n. 4, p. 499-507, 2015.

SÁNCHEZ, J. F. G., FERNÁNDEZ, J. M., BLASCO, I. N., J.I. Alvarez, Improving lime-based rendering mortars with admixtures, *Construction and Building Materials*, Volume 271, 2021.

SANTOS, A. R. et al. Evolution of the microstructure of lime based mortars and influence on the mechanical behaviour: The role of the aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 187, p. 907–922, 2018.

SANTOS, F. N. et al. Rheological study of cement paste with metakaolin and/or limestone filler using Mixture Design of Experiments. **Construction and Building Materials**, v. 143, p. 92–103, 2017.

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

SEABRA, M. P. et al. Admixtures effect on fresh state properties of aerial lime based mortars. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 2, p. 1147–1153, 2009.

SILVA, A. S. et al. Long-term behavior of lime-metakaolin pastes at ambient temperature and humid curing condition. **Applied Clay Science**, v. 88–89, p. 49–55, 2014.

SILVA, B. et al. Fresh and hardened state behaviour of aerial lime mortars with superplasticizer. **Construction and Building Materials**, v. 225, p. 1127–1139, 2019.

SILVA, B.A., PINTO, A.P. F., GOMES, A., CANDEIAS, A., Impact of a viscosity-modifying admixture on the properties of lime mortars, **Journal of Building Engineering**, Volume 31, 2020.

SILVA, R. D.; GOMES, J. P.; VEIGA, M. R. Lime-based mortars: properties and applications. **Construction and Building Materials**, v. 73, p. 694-707, 2014.

SILVESTRO, Laura et al. Rotational rheometry test of Portland cement-based materials – A systematic literature review. **Journal of Building Engineering**, [s. l.], v. 45, 2022.

STEFANIDOU, M.; TSARDAKA, E. C.; PAVLIDOU, E. Influence of nano-silica and nanoalumina in lime-pozzolan and lime-metakaolin binders. **Materials Today: Proceedings**, v. 4, n. 7, p. 6908–6922, 2017.

STRUBLE, L. J., LEIT W., Rheological changes associated with setting of cement paste, **Advanced Cement Based Materials**, v. 2, n. 6, p. 224-230, 1995.

TORRES I., MATIAS G., Sustainable mortars for rehabilitation of old plasters, **Engineering Structures**, v. 129, p. 11-17, 2016.

TADROS, T.F. **Rheology of Dispersions: Principles and Applications**. Wiley-VCH. Verlag GmbH & Co, KGaA, Weinheim. 2010.

VEJMELOVÁ, E.; KEPPERT, M.; ČERNÝ, R. Rheological behavior of lime-based pastes with metakaolin addition. **Construction and Building Materials**, v. 30, p. 645-652, 2012.

VEIGA, M. R.; CARASEK, H.; SILVA, A. S. Rheological properties of lime-based mortars with pozzolanic additions. **Construction and Building Materials**, v. 183, p. 637-647, 2018.

VEIGA, M. R.; VELOSA, A.; MAGALHÃES, A. Experimental applications of mortars with pozzolanic additions: Characterization and performance evaluation. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 1, p. 318–327, 2009.

VEIGA M., FRAGATA A., VELOSA A., MAGALHÃES A., MARGALHA G. Lime-based mortars: viability for use as substitution renders in historical buildings. **Int J Arch Heritage**, 2010.

VEIGA, R. Air lime mortars: What else do we need to know to apply them in conservation and rehabilitation interventions? A review. **Construction and Building Materials**, v. 157, p. 132–140, 2017.

VEIGA, M. DO R. Argamassas de cal para conservação e reabilitação de edifícios: conhecimento consolidado e necessidades de investigação. **Ambiente Construído**, v. 18, n. 4, p. 85–96, 2018.

VELOSA, A. L. P. L. **Argamassas de cal com pozolanas para revestimento de paredes antigas**. Tese. Universidade de Aveiro. Aveiro, 2006.

VELOSA, A. L.; ROCHA, F.; VEIGA, R. Influence of Chemical and Mineralogical Composition of. **Acta Geodynamica et Geomaterialia**, v. 6, n. 1, p. 121–126, 2009.

ZHANG, Dajiang *et al.*, Influence of pozzolanic materials on the properties of natural hydraulic lime based mortars, **Construction and Building Materials**, Volume 244, 2020.

ZONGSHOU, Lin; WEIHONG, Xing; WEI, Chen. **Cementitious Materials Science: theories and applications**. Berlim/Boston: De Gruyter, 2019.