

# Estudo do comportamento reológico de pastas de cimento contendo resíduo catalítico de petróleo por *squeezeflow* e reometria rotacional

*Study of the rheological behavior of cement pastes containing catalytic residue of oil by squeeze flow and rotational rheometry techniques*

Francisco Gabriel Santos Silva  
Heloya Martins Carvalho Andrade  
Jardel Pereira Gonçalves

## Resumo

O craqueamento catalítico em leito fluidizado (FCC) é usado para melhorar a eficiência do refino de petróleo e o resíduo catalítico gerado é denominado como “catalisador de equilíbrio” (Ecat). O seu uso em matrizes cimentícias vem sendo estudado por diversos laboratórios de pesquisas internacionais, avaliando a sua influência na pozolanicidade, comportamento mecânico, formação de produtos hidratados e durabilidade. Entretanto, sua influência na reologia de pastas de cimento ainda é pouco conhecida. Neste trabalho foi avaliada a influência do Ecat no comportamento reológico de pastas de cimento utilizando teores de substituição do cimento pelo resíduo em 10%, 20%, 30% e 40% em massa. Foram avaliados o tempo de pega e o comportamento reológico ao longo do tempo por meio dos ensaios de mesa de consistência, *squeezeflow* e reometria rotacional. Os resultados mostraram que o uso do Ecat influenciou no tempo de pega e no comportamento reológico das pastas estudadas. O módulo de fluidez proposto para o ensaio de *squeezeflow* se mostrou eficiente na análise do comportamento reológico das pastas estudadas.

**Palavras-chaves:** Pasta de cimento. Reologia. Tempo de pega. Resíduo catalítico de petróleo.

## Abstract

*Fluid bed catalytic cracking (FCC) is used to improve the efficiency of petroleum refining and the exhausted catalyst is referred to as "equilibrium catalyst", Ecat. The use of this catalytic residue in cementitious matrices has been studied by various international research laboratories, seeking to assess its influence on pozzolanicity, mechanical behavior, formation of hydrated products and durability. However, the influence of Ecat replacements on the Rheological behavior of cement pastes is not yet fully understood. Hence, this study evaluated the rheological properties of cement pastes with 10%, 20%, 30% and 40% by weight cement replacements. Setting time and time-dependent rheological behavior were investigated using consistency tests, squeeze flow and rotational rheometry. The results showed that the use of Ecat influenced the setting time and the rheological behavior of the pastes. The flow module proposed for the squeeze flow test was effective in analyzing the rheological behavior of the studied pastes.*

**Keywords:** Cement paste. Rheology. Setting time. Ecat.

Francisco Gabriel Santos Silva  
Universidade Federal da Bahia  
Salvador - BA - Brasil

Heloya Martins Carvalho  
Andrade  
Universidade Federal da Bahia  
Salvador - BA - Brasil

Jardel Pereira Gonçalves  
Universidade Federal da Bahia  
Salvador - BA - Brasil

Recebido em 11/12/15  
Aceito em 10/11/17

## Introdução

As unidades de craqueamento catalítico em leito fluidizado (FCC) de refinarias de petróleo utilizam um catalisador (zeólita com altos teores de em sílica e alumina) com a finalidade de melhorar a eficiência no refino do petróleo para a produção de gasolina e gás natural. Durante o processo de refino o catalisador perde eficiência devido aos elementos químicos presentes na carga do petróleo que se depositam na sua superfície, tornando-o inativo para o uso, gerando assim o resíduo catalítico de petróleo ou catalisador de equilíbrio (Ecat) (SILVA, 2015; SILVA *et al.*, 2015). A produção mundial desse resíduo catalítico em 2009 chegou a 400.000 t/ano (ZORNOZA *et al.*, 2009) e, no Brasil, estudos de Faria (2012) e Corradi (2008) mostram uma produção de 40.000 t/ano em 2008.

Em função de sua composição química e elevado potencial de uso na construção civil, muitos trabalhos estudaram a aplicação do Ecat como aditivo mineral em matrizes cimentícias (ANTONOVIC *et al.*, 2012; AL-JABRI *et al.*, 2013; PAYÁ *et al.*, 2013; DWECK *et al.*, 2013; VELÁZQUES *et al.*, 2014; SILVA, 2015; SILVA *et al.*, 2015), na qual demonstraram que o Ecat tem atividade pozolânica, aumentando as resistências mecânicas e de durabilidade frente ao ataque por cloretos e sulfatos. No entanto, não há muitos estudos sobre a avaliação do comportamento reológico do estado fresco de misturas cimentícias contendo Ecat.

O uso das adições minerais em matrizes cimentícias promove muitos benefícios econômicos e ambientais porque diminuem o consumo de cimento e as emissões de CO<sub>2</sub> associadas à sua produção (ISAIA; GASTALDINI, 2004), bem como melhoria no comportamento mecânico promovida pela reação pozolânica e efeito filer (SILVA *et al.*, 2005). Entretanto, as características físicas das partículas da adição, principalmente dimensão, forma e textura superficial, influenciam de forma significativa nas características reológicas da mistura no estado fresco, principalmente a fluidez e coesão (SENF; HOTZA; REPETTE, 2010; PIOVEZAM; MELEIRO; ISA, 2008; LIBORIO; CASTRO, 2004), que podem gerar impactos na trabalhabilidade da mistura.

Além das características do aditivo mineral e do teor de finos, outros fatores podem influenciar o comportamento reológico do material cimentício, tais como:

- (a) relação água/cimento;
- (b) fatores químicos e mineralógicos como composição do cimento e suas modificações estruturais devido a processos de hidratação;

- (c) condições de mistura tais como taxa;
- (d) tipo de misturador;
- (e) condições de medição como instrumentos; e
- (f) procedimentos experimentais e presença de aditivos (FERRARIS; OBLA; HILL, 2001; PAPO; PIANI, 2004; SENFF; HOTZA; REPETTE, 2010).

Para se caracterizar o comportamento reológico no estado fresco dessas matrizes cimentícias é necessário o uso de métodos de ensaios que permitam identificar esses parâmetros reológicos, bem como as suas alterações quando se utiliza as adições minerais na mistura. Dentre os métodos mais adequados para essa avaliação tem-se a reometria rotacional e o *squeeze-flow* (ABNT, 2010), utilizado em pesquisas com pastas e argamassas (BETIOLI *et al.*, 2009; CARDOSO *et al.*, 2014; MARYLINDA; CARDOSO; PILEGGI, 2013; CARDOSO *et al.*, 2015).

O ensaio de mesa de consistência é largamente utilizado como parâmetro de avaliação do comportamento reológico de argamassas, medida indiretamente por meio de uma correlação com a consistência da argamassa, na qual a NBR 13276 (ABNT, 2005) estabelece uma consistência padrão de 255 mm ± 10 mm. Esse método tem a vantagem de ser dinâmico, considerando a viscosidade do material e não só a tensão de escoamento, além de avaliar qualitativamente a tendência à segregação de fases no sistema em decorrência da aplicação de energia por meio dos impactos (CARDOSO; PILEGGI; JOHN, 2005). Contudo, segundo Koehler, Fowler e Ferraris (2003), os resultados obtidos pela mesa de consistência não dissociam a contribuição dos parâmetros reológicos de viscosidade e tensão de escoamento, sendo apresentados na forma de índice de consistência. Para Cardoso, Pileggi e John (2005) outra desvantagem desse método quando utilizado para caracterização de argamassas é que não reproduz as condições de aplicação práticas do material (lançamento com alto impacto e espalhamento sob intenso cisalhamento).

Para ensaios de fluxo, com reometria rotacional, aplicação de torque (tensão) ou deformação (taxa de cisalhamento). No caso de testes oscilatórios pode haver a variação desses parâmetros e também da frequência de oscilação. Embora utilizada em muitas pesquisas (PAIVA, 2005; KUDO; CARDOSO; PILEGGI, 2013; MARYLINDA; CARDOSO; PILEGGI, 2013; ROMANO *et al.*, 2014; CARDOSO *et al.*, 2015; COSTA; CARDOSO; JOHN, 2016; FRANÇA; CARDOSO; PILEGGI, 2016), a reometria rotacional não é

normatizada no Brasil, ficando os parâmetros do teste a critério do operador, e no âmbito internacional existe a ASTM C1749-17 (AMERICAN..., 2017). Uma limitação desse método é a capacidade de torque do equipamento quando se deseja avaliar o comportamento reológico de compósitos com maiores densidades e cuja geometria do agregado seja maior, como os concretos. Segundo Cardoso *et al.* (2014) e Carlesso (2015), a reometria rotacional é capaz de ultrapassar as limitações dos métodos tradicionais de avaliação de um ponto único, pois permite a avaliação variando os principais parâmetros reológicos como taxas de cisalhamento, velocidade de rotação, tempo, etc. Para Carlesso (2015) a utilização da técnica de reometria permite uma compreensão detalhada do impacto que cada um dos componentes exerce sobre o comportamento dos materiais cimentícios no estado fresco.

Cardoso, Pileggi e John (2005) afirmam que, no caso da caracterização de argamassas, essa é uma questão bastante relevante, pois devido à sua natureza plástica, podem ocorrer problemas de deslizamento e perda de contato entre a massa e a ferramenta que aplica o cisalhamento, o que compromete a avaliação. Ainda, as solicitações impostas por esse tipo de equipamento não são semelhantes às condições de aplicação das argamassas.

O *squeezeflow* é um método de ensaio preconizado pela NBR 15839 (ABNT, 2010) para avaliação reológica de pastas e argamassas. Segundo Cardoso *et al.* (2014), o método de *squeezeflow* é uma ferramenta poderosa para avaliação de argamassas, capaz de identificar alterações nas argamassas em função do tipo de mistura aplicado. Esse método tem sido utilizado largamente para avaliação do comportamento reológico de pastas e argamassas de cimento e cal. Além disso, Cardoso *et al.* (2014) afirma que essa técnica tem boa relação com a percepção do pedreiro, pois a argamassa com difícil deformação no *squeezeflow* promoverá mais esforço durante a aplicação pelo pedreiro.

As técnicas de avaliação reológica podem ser utilizadas para medir o comportamento do material nos instantes iniciais de sua produção, como também avaliar as alterações promovidas pelas reações de hidratação do cimento ao longo do tempo, avaliando o perfil da diminuição de sua fluidez e aumento da viscosidade plástica, associando com o aumento da tensão de escoamento que pode trazer implicações no uso desse material.

Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi o de avaliar a influência do uso do Ecat no comportamento reológico de pastas de cimento, utilizando as técnicas de *squeezeflow* e reometria rotacional.

## Materiais e métodos

### Caracterização dos materiais

Neste estudo foram utilizados cimento Portland CPV ARI, resíduo catalítico de FCC (Ecat) coletado em refinaria de petróleo. O Ecat foi utilizado tanto para as análises químicas quanto para a produção das pastas no estado natural em que foi coletado (pó seco), sem passar por processos de beneficiamento.

A área superficial (BET) e densidade do cimento e Ecat foram determinados usando os equipamentos Micromeritics ASAP 2020 e Micromeritics Accupyc 1340 GasPycnometer, respectivamente. A composição química dos materiais foi determinada usando o equipamento ShimadzuEDX720 spectrometer. O tamanho médio das partículas do Ecat foi determinado por um Granulômetro a laser CILAS 1180L. As análises por difração de raios X foram realizadas em um equipamento Shimadzu XRD-6000, operando com CuK $\alpha$  (40 kV and 30 mA) e foram comparadas com a base de dados ISCD. A morfologia do Ecat foi determinada por um microscópio eletrônico de varredura Jeol JSM-6610LV.

As propriedades texturais do cimento e Ecat são mostradas na Tabela 1. Nota-se que o Ecat tem menor densidade, maior área superficial (BET) com valor 50x maior que a do cimento e maior tamanho médio de partículas que o cimento. Essas características são ocasionadas pela estrutura de poros da zeólita Y (faujasita) que compõe o Ecat, levando a uma área superficial BET maior do que a determinada para a amostra de cimento, o qual é composto por uma mistura de óxidos não porosa.

A composição química dos materiais de partida é mostrada na Figura 1 e Tabela 2. As quantidades de óxidos de silício e alumínio presentes no Ecat são superiores às do cimento. Além disso, a quantidade de hidróxido de cálcio no cimento é próxima a 80%, muito superior ao Ecat.

Na Figura 2 é apresentado o histograma e a curva da distribuição granulométrica a laser realizados para as partículas do resíduo Ecat.

Tabela 1 - Características físicas do cimento e Ecat

Material	S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> /g)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Diâmetro médio das partículas (µm)
Ecat	105	2,72	88,0
Cimento	2	3,11	18,0

Figura 1 - Composição química do cimento e Ecat

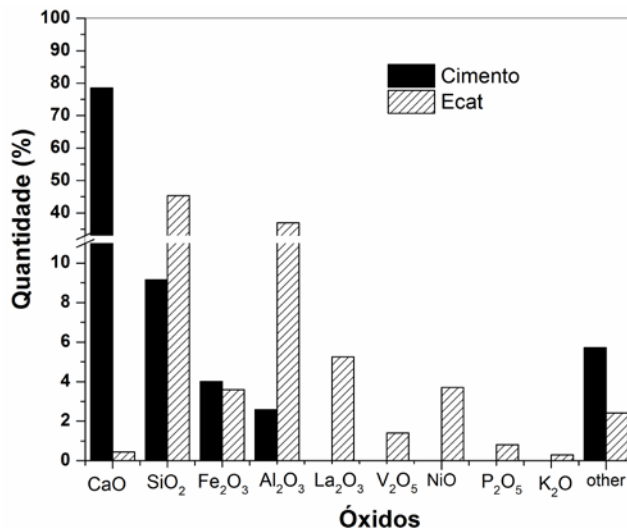
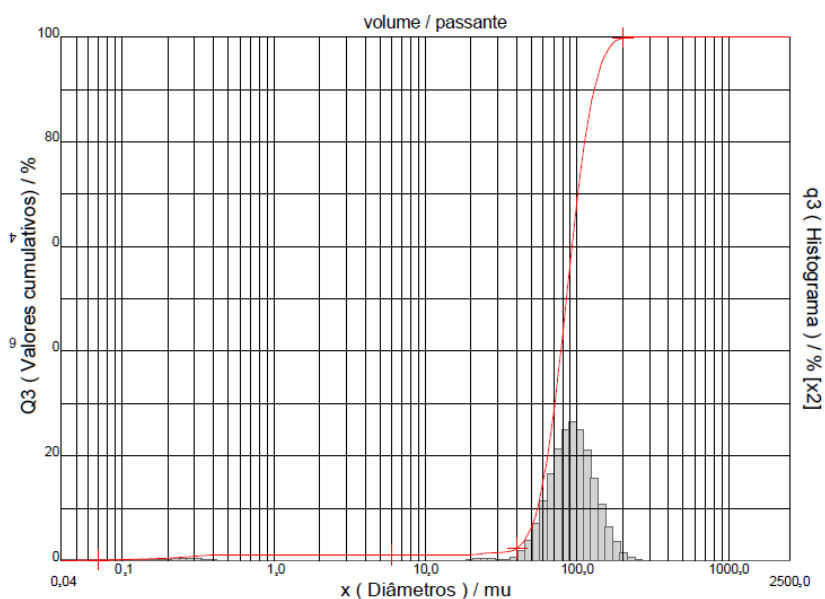


Tabela 2 - Composição química dos elementos em %

	Si	Al	La	Fe	V	S	Ni	Ca	P	K	Sb	Outros
Cimento	9,15	2,58	0,00	4,09	0,00	1,96	0,00	78,55	0,00	1,25	0,00	9,01
Ecat	45,30	36,90	5,25	3,59	1,40	0,11	3,70	0,45	0,80	0,29	0,16	2,04

Figura 2 - Distribuição granulométrica a laser das partículas do Ecat



A distribuição do tamanho dos grãos é apresentada na Tabela 3: o diâmetro médio do Ecat é de 88,67  $\mu\text{m}$  e o coeficiente de uniformidade é de 1,70, mostrando que o Ecat é uniforme, conforme a NBR 6502 (ABNT, 1995).

A composição mineralógica do Ecat é apresentada na Figura 3, na qual se pode notar a presença da faujasita (zeólita do tipo FAU) com fórmula química aproximada de  $\text{Na}_{5,12}\text{Al}_{52,35}\text{Si}_{139}\text{O}_{362,88}(\text{OH})_{32}\text{H}_{39,594}$  (ICSD# 24867), caulinita:  $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  (ICSD# 186723), e boemita:  $\text{AlO}(\text{OH})$  (ICSD# 100390).

Na Figura 4 são mostradas as microscopias eletrônicas do Ecat. Nota-se o contorno esférico e a superfície levemente rugosa, impregnada por partículas finas formadas por aglomeração, devido ao processo de sinterização durante o craqueamento catalítico (LIU, 1995).

## Método

### Ensaio de tempo de pega

O ensaio de tempo de pega foi realizado em um equipamento de Vicat automático da marca Formtest, modelo B2650, utilizando pastas de 500 g de cimento, com substituição parcial do cimento por Ecat nos teores de 0%, 10%, 20%, 30% e 40% em massa, chamados neste trabalho de 0E, 10E, 20E, 30E e 40E, respectivamente, e água, sendo a consistência normal de relação água/sólidos de 0,32

em massa, obtida de acordo com a NBR NM 43 (ABNT, 2003).

### Preparo das pastas para os ensaios reológicos

As pastas foram preparadas de acordo com os procedimentos metodológicos normativos para cada ensaio, assim como no ensaio de tempo de pega, as pastas de cimento tiveram substituição do cimento por Ecat em massa nos teores de 0%, 10%, 20%, 30% e 40%. Na Tabela 4 são mostradas as proporções em massa e volume das pastas.

Nas misturas apresentadas na Tabela 4, a concentração de cimento + água diminui com o aumento do teor de Ecat, mas as concentrações volumétricas não sofrem maiores alterações.

### Ensaio de mesa de consistência

O ensaio de mesa de consistência foi realizado de acordo com a NBR 13276 (ABNT, 2005), nos tempos de 15 min, 60 min, 100 min e 130 min, após a mistura dos materiais com água, o procedimento de mistura foi feito misturando os materiais secos, adicionando água, misturando por 90 s na argamassadeira em velocidade baixa, após isso se deixou em repouso por 15 min, em seguida homogeneizou-se com estátula manualmente para então realizar o ensaio de consistência.

Tabela 3 - Distribuição do tamanho das partículas

Diâmetros ( $\mu\text{m}$ )	Ecat
<10% ( $D_{10}$ )	54,53
<60% ( $D_{60}$ )	92,84
<90% ( $D_{90}$ )	129,41
Diâmetro médio	88,67
$C_U$	1,70

Figura 3 - Composição mineralógica do Ecat

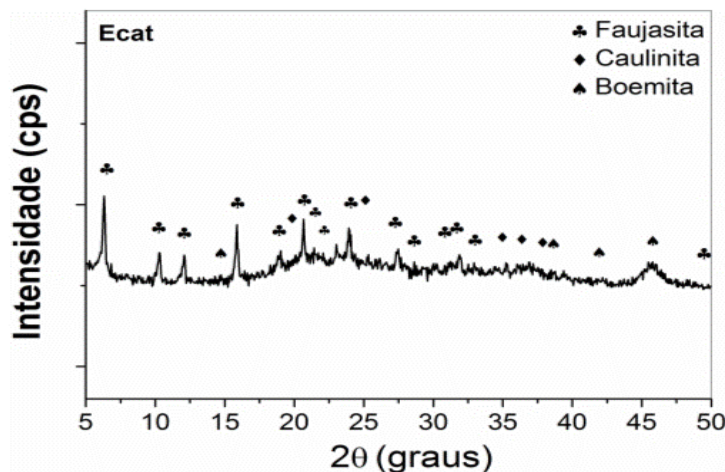
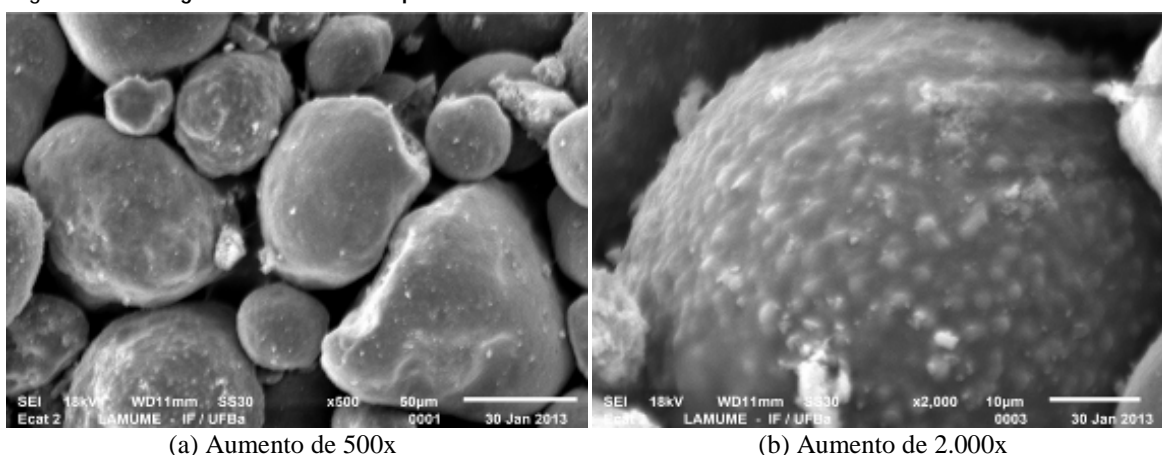


Figura 4 - Micrografia do Ecat feita por MEV



(a) Aumento de 500x

(b) Aumento de 2.000x

Tabela 4 - Proporções em massa e volumétrica das pastas

Mistura	Proporção unitária (em massa)			Proporção volumétrica (%)				Consumos (kg/m <sup>3</sup> )		
	Cimento	Ecat	Água/mat. sólidos	Cimento	Ecat	Cimento+Ecat	Água	Cimento	Ecat	Água
0E	1	0	0,5	39,14	0,00	39,14	60,86	1217	0	609
10E	0,9	0,1	0,5	35,03	4,45	39,48	60,52	1089	121	605
20E	0,8	0,2	0,5	30,96	8,85	39,81	60,19	963	241	602
30E	0,7	0,3	0,5	26,94	13,20	40,15	59,85	838	359	599
40E	0,6	0,4	0,5	22,97	17,51	40,48	59,52	714	476	595

### Ensaio de *squeezeflow*

O ensaio de *squeezeflow* foi realizado de acordo com a NBR 15839 (ABNT, 2010), utilizando uma máquina universal de ensaios, da marca Emic, com controle de deslocamento e capacidade 1 kN de carga compressiva com resolução mínima de 10 N. O ensaio foi realizado em duas etapas, a primeira com velocidade de 0,1 mm/s com início em 10 min após o processo de mistura, e ao longo do tempo com tempos após a mistura com a água 60, 100 e 130 min. Em seguida com velocidade de 3 mm/s, o ensaio foi realizado com início após 15 min do processo de mistura, e ao longo do tempo com idades de hidratação de 65 min, 105 min e 135 min.

### Metodologia de análise dos gráficos de *squeezeflow*

Na Figura 5a é mostrado um perfil típico de uma curva carga *versus* deslocamento obtida no ensaio de *squeezeflow*, com controle por deslocamento. Pode-se notar a ocorrência de três regiões bem definidas (BETIOLI *et al.*, 2009; CARDOSO; PILEGGI; JOHN, 2005):

(a) Região I: essa região, sob pequenas deformações, é caracterizada por um comportamento elástico linear, na qual o material

se comporta como um sólido e está relacionado provavelmente à tensão de escoamento do material;

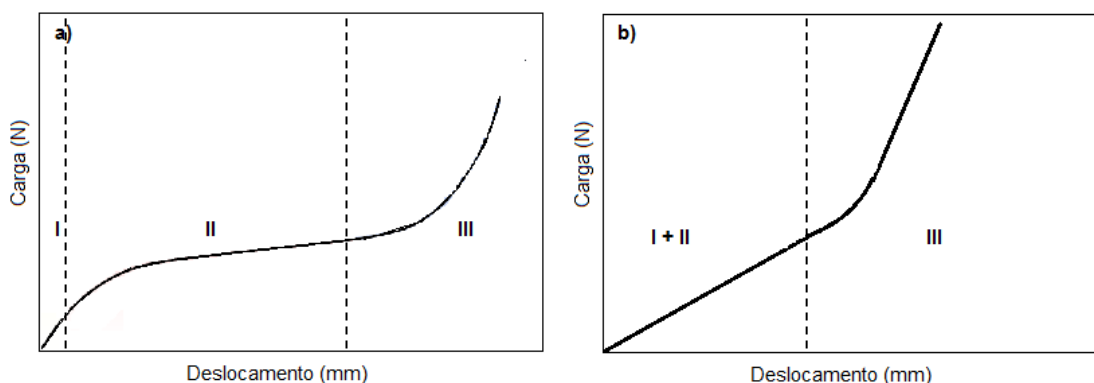
(b) Região II: essa região é caracterizada pela ocorrência da deformação plástica, na qual o material pode se deformar consideravelmente com pequeno aumento na força aplicada, que é um comportamento que favorece a produtividade na aplicação de argamassas; e

(c) Região III: nessa última região ocorre uma grande deformação no material associada a um crescimento exponencial da carga necessária para prosseguir a deformação do material.

Em algumas situações no perfil da curva ocorre a junção das regiões I e II sobrepostas, conforme Figura 5 (SILVA *et al.*, 2015).

Todavia, os comportamentos mostrados nas Figuras 5a e 5b não refletem sempre o comportamento real da curva de pastas cimentícias. Na Figura 6 é mostrado o padrão de curvas obtido no ensaio com taxa de 0,1 mm avaliado no tempo de 10 min. Nota-se que a identificação do limite da região II é muito difícil da forma em que as curvas se apresentam, com alta escala, por isso é necessário fazer a alteração da escala gráfica, a fim de tornar possível a identificação da região II, conforme apresentado na Figura 7.

Figura 5 - Perfil típico de uma curva carga *versus* deslocamento de um ensaio de *squeeze-flow* com controle de deformação



(a) Perfil típico de uma curva carga *versus* deslocamento com as regiões I, II e III

(b) Perfil típico de uma curva carga *versus* deslocamento com as regiões I+ II e III

Fonte: (a) Betioli *et al.* (2009) e Cardoso, Pileggi e John (2005); e (b) Silva (2015).

Figura 6 - Perfil típico das curvas do *squeeze-flow* realizado com taxa de 0,1 mm/s

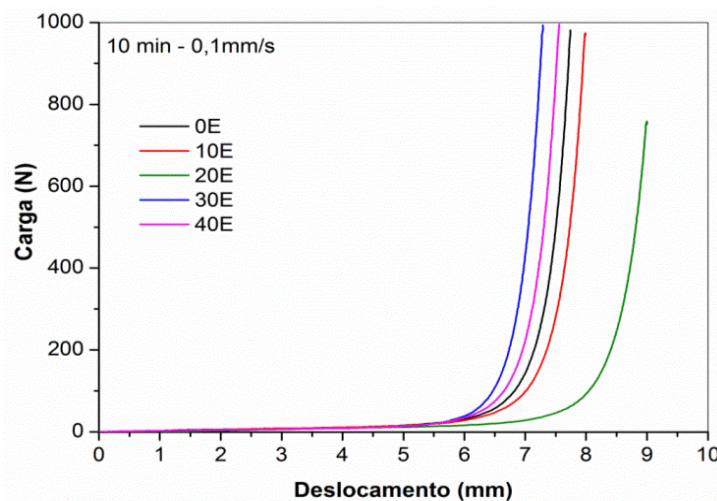
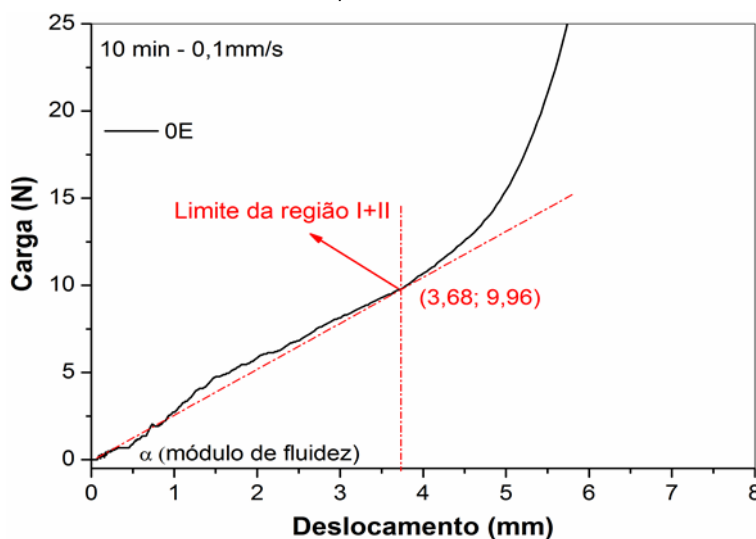


Figura 7 - Identificação do limite da região I+II da curva 0E no *squeeze-flow* aos 10 min, encontrado no ensaio de *squeeze-flow* realizado com taxa de 0,1 mm/s



Após a maximização do gráfico por meio da redução da escala, foi identificado em cada curva o limite da região I+II com a região III, carga e deslocamento e, de posse desses dados, foi realizada uma análise da variação da carga em função da variação do deslocamento, sendo então proposta a utilização de um índice designado por “módulo de fluidez”, cujo cálculo é apresentado na Equação 1:

$$\text{Módulo de fluidez} = \frac{\text{Carga}_{(\text{Região I+II})}}{\text{Deslocamento}_{(\text{Região I+II})}} \quad \text{Eq. 1}$$

Onde:

Módulo de fluidez – indica uma taxa constante de deslocamento sob carga do material, dado por N/mm;

Carga<sub>(Região I+II)</sub> – valor da carga obtida na curva do *squeezeflow*, em escala gráfica reduzida, das regiões I+II, na transição da região I+II e III; e

Deslocamento<sub>(Região I+II)</sub> – valor do deslocamento obtido na curva do *squeezeflow*, em escala gráfica reduzida, na transição da região I+II e III.

Esse módulo de fluidez é um indicador da mobilidade do material por deformação da pasta no estado fresco e, quanto maior o seu valor, mais rígida é a pasta avaliada, e para efeitos de cálculo considera-se a região I e II como uma única região plástica.

O aumento do módulo de fluidez indica maior dificuldade de deslocamento do material sob carga, o que pode ser associado a maior coesão, fricção entre grãos, etc.

## Metodologia de análise da reometria rotacional

O ensaio de reometria rotacional foi realizado com um reômetro coaxial da marca Rheotest RN 4.1 (Figuras 8 e 9). Não existe normativa nacional para utilização da reometria rotacional em matrizes cimentícias, no âmbito internacional existe a ASTM C1749-17. Para este estudo foi montada uma metodologia adaptada do trabalho de Paiva (2005), Cardoso *et al.* (2014) e Carlesso (2015), na qual foram feitas duas avaliações, uma pontual com aumento e respectivo decréscimo de velocidade de rotação com vistas à avaliação reológica pontual em um dado tempo (0 rpm a 120 rpm e 120 rpm a 1 rpm), e outra com manutenção da velocidade de rotação constante (120 rpm) ao longo do tempo para avaliar a alteração reológica ao longo do período de hidratação das pastas. Entre essas avaliações foi estabelecido o tempo de descanso de 1 min entre cada avaliação para que as pastas se reconstituíssem e não houvesse interferência nos resultados.

A metodologia do ensaio é descrita abaixo e mostrada (parcialmente) na Figura 10.

- (a) velocidade de 0 rpm - 120 rpm durante 1 min;
- (b) velocidade de 120 rpm - 1 rpm durante 1 min;
- (c) velocidade constante de 1 rpm por 1 min;
- (d) velocidade constante de 120 rpm durante 15 min;
- (e) velocidade constante de 1 rpm por 1 min; e
- (f) repetição dos ciclos anteriores (a-e) até o tempo de 226 min.

Figura 8 - Vista do aparato do ensaio de reometria rotacional

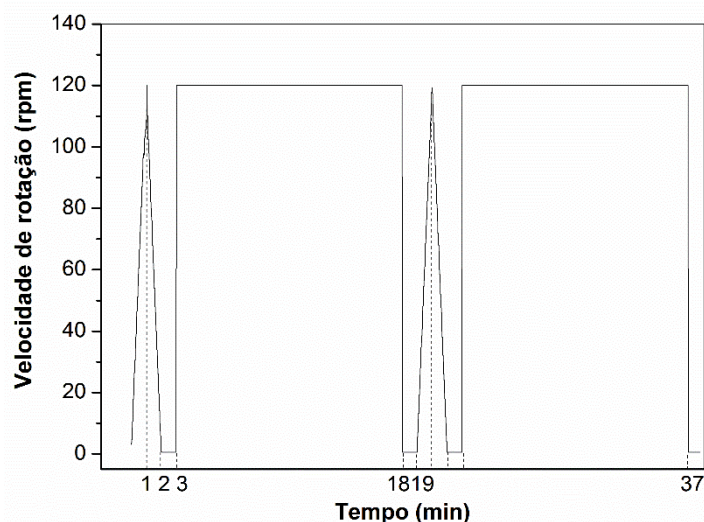




Figura 9 - Detalhe do recipiente de pasta e da haste de rotação



Figura 10 - Esquema de rotação versus tempo utilizado (parcial)



As curvas de fluxo (Figura 6) obtidas no ensaio de reometria são representações da variação do torque em função da velocidade de rotação, a partir das quais é possível determinar constantes proporcionais à viscosidade plástica ( $h$ ) e à tensão de escoamento ( $g$ ) (PAIVA, 2005).

Por meio da inclinação da reta e da ordenada na origem, respectivamente, considerando o comportamento tipicamente Binghamiano (Figura 11) das matrizes cimentícias, conforme Equação 2, que é utilizada apenas na avaliação pontual da pasta, ou seja, na aceleração (0 rpm a 120 rpm) e desaceleração (120 rpm a 1 rpm).

$$T = g + h.N \quad \text{Eq. 2}$$

Onde:

$T$  = torque (mN.m);

$g$  = tensão de escoamento de torque (mN.m);

$h$  = viscosidade plástica de torque (mN.m.min); e

$N$  = velocidade de rotação (rpm).

As pastas de cimento contendo Ecat utilizadas neste ensaio obedeceram aos mesmos procedimentos de preparação utilizados no ensaio de mesa de consistência, mas na avaliação prévia por reometria não foi percebido alteração do comportamento reológico ao longo do tempo, pois a pasta estava muito fluida, com isso foi feita a alteração da relação água/agl para 0,4 e com isso foi possível detectar essa alteração. Na Tabela 5 nota-se que em relação aos dados da Tabela 4 ocorre um leve aumento na proporção volumétrica dos materiais secos (cimento e Ecat) e uma leve redução na concentração volumétrica da água.

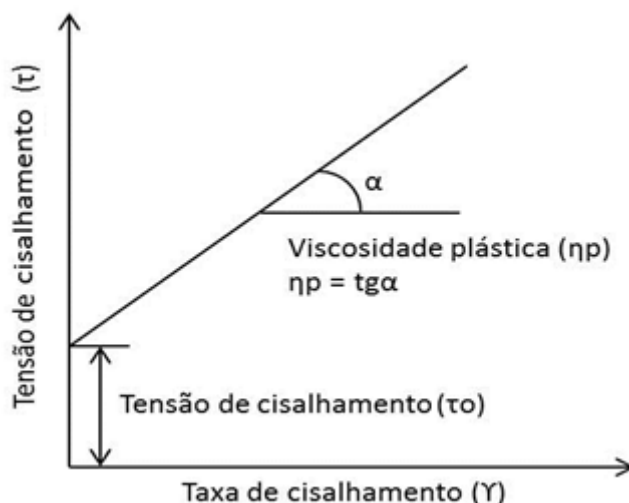
### Avaliação intermitente do comportamento reológico

Ao longo dos 226 min de avaliação, foram feitas 12 medições pontuais, uma a cada 19 min. Na Figura 12a são mostradas as curvas de aceleração e desaceleração aos 2 min de ensaio da pasta 0E, e na Figura 12b as curvas com 21 min de ensaio da

mesma pasta. Nota-se que a área de histerese da curva com 2 min é muito superior à da curva de 21 min, confirmando os resultados encontrados por Banfill (1987, 1992), corroborados por Paiva (2005), que associa esse fato ao fenômeno de destruição estrutural irreversível durante o decorrer do ensaio, detectado a partir dos 15 min de

avaliação, que constatou a redução brusca da área de histerese nas avaliações após 15 min de ensaio. Todas as avaliações realizadas ao longo do tempo mostraram área de histerese semelhante à do ensaio com 21 min. Esse comportamento ocorreu em todas as pastas ensaiadas.

Figura 11 - Comportamento reológico de Bingham

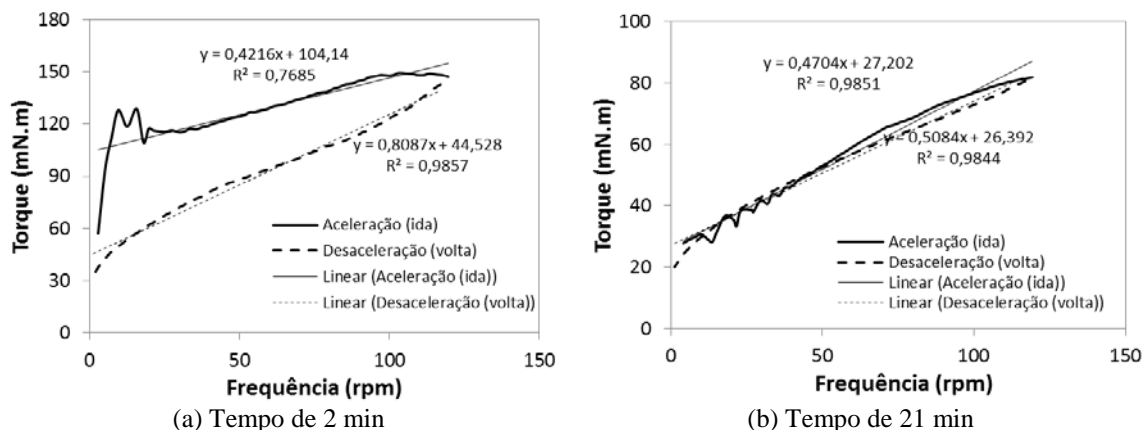


Fonte: adaptado de Lima (2006).

Tabela 5 - Proporções em massa e volumétrica das pastas para reometria rotacional

Mistura	Proporção unitária (em massa)			Proporção volumétrica (%)				Consumos (kg/m³)		
	Cimento	Ecat	Água/mat. sólidos	Cimento	Ecat	Cimento+Ecat	Água	Cimento	Ecat	Água
0E	1	0	0,4	44,56	0,00	44,56	55,44	1386	0	554
10E	0,9	0,1	0,4	39,85	5,06	44,92	55,08	1239	138	551
20E	0,8	0,2	0,4	35,20	10,06	45,26	54,74	1095	274	547
30E	0,7	0,3	0,4	30,61	15,00	45,61	54,39	952	408	544
40E	0,6	0,4	0,4	26,07	19,87	45,94	54,06	811	541	541

Figura 12 - Curvas de aceleração e desaceleração da pasta 0E



O perfil das curvas das Figuras 12a e 12b mostra um comportamento reológico típico do modelo de Bingham. A curva de desaceleração, sendo utilizada para fins de avaliação e comparação da curva de desaceleração para a obtenção dos parâmetros reológicos de tensão de escoamento de torque ( $\tau$ ) e viscosidade plástica de torque ( $h$ ), conforme Equação 2.

## Resultados

### Tempos de pega

Na Figura 13 são apresentados os resultados dos ensaios de tempo de pega.

Nota-se nas curvas de tempo de pega mostradas na Figura 13 que a pasta 10E promoveu um aumento no início da pega em relação à 0E em 6,48%; já as pastas 20E, 30E e 40E ocasionaram uma redução no início do tempo de pega em 2,77%, 13,03% e 30,55%, ou seja, a presença do Ecat em teores acima de 10% reduziu o tempo de início de pega. O fim de pega destas pastas obedeceu ao mesmo comportamento do início de pega.

O aumento dos tempos de início e fim de pega observado na pasta 10E está associado à ocorrência da reação pozolânica promovida pelo Ecat, com o aumento do teor de Ecat os tempos de pega diminuem, pois com o aumento do teor de material pozolânico as reações pozolânicas demandam maiores quantidades de hidróxido de cálcio para ocorrerem, e isso acontece com tempo maior do que 140 min.

Com base nas informações obtidas na Figura 13, o maior tempo de pega foi de 120 min para a pasta 10E. Diante disso foi determinado que as avaliações reológicas seriam feitas até 130 min para poder avaliar as alterações reológicas logo após o tempo de início de pega das pastas.

### Ensaio de mesa de consistência

Na Figura 14 estão representadas as curvas de espalhamento das pastas avaliadas no ensaio de mesa de consistência ao longo do tempo.

O espalhamento das pastas na Figura 14 mostra que nos primeiros 15 min de avaliação, a pasta 0E apresenta espalhamento de 388 mm ( $390 \pm 10$  mm); já as pastas 20E e 30E têm espalhamento iguais de 375 mm, inferior ao de 10E. As pastas 10E e 40E mantiveram o espalhamento próximo a 410 mm. Na avaliação ao longo do tempo nota-se a ocorrência de três períodos:

(a) Período I – 15 min a 60 min: nesse período ocorreu queda no espalhamento das pastas 0E, 10E e 40E de 3,35%, 6,91% e 2,4%, respectivamente; a pasta 30E manteve o mesmo espalhamento e a pasta 20E teve crescimento de 1,87%. Esse comportamento está associado ao início das reações de hidratação do cimento;

(b) Período II – 60 min a 100 min: nesse período há um pequeno aumento no espalhamento das pastas, principalmente nas pastas 0E, 30E e 40E, com crescimento percentual de 4,8%, 2,93% e 1,25%. Esses resultados corroboram com o ensaio de tempo de pega (Figura 11), que mostra o início de pega dessas pastas dentro do intervalo avaliado de 60 min a 100 min. As pastas 10E e 20E mantiveram o mesmo espalhamento; e

(c) Período III – 100 min a 130 min: nesse período as pastas mantiveram pequena queda da consistência, fato associado ao início da pega do cimento. Quando avaliada a variação da consistência de 15 min a 130 min, observa-se uma tendência geral de queda no valor do espalhamento.

Figura 13 - Tempos de início e final de pega das pastas de cimento contendo Ecat

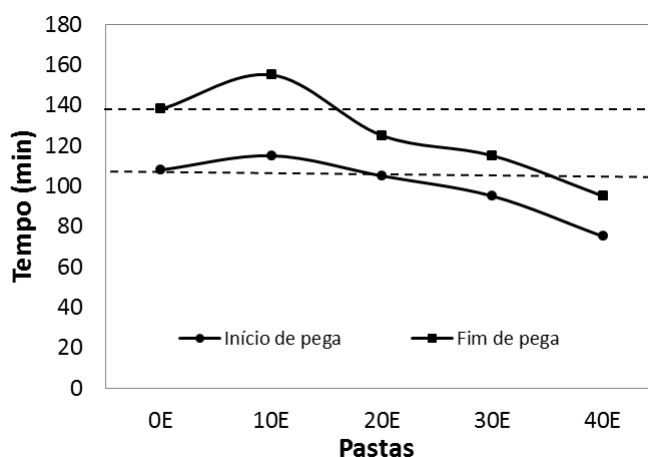
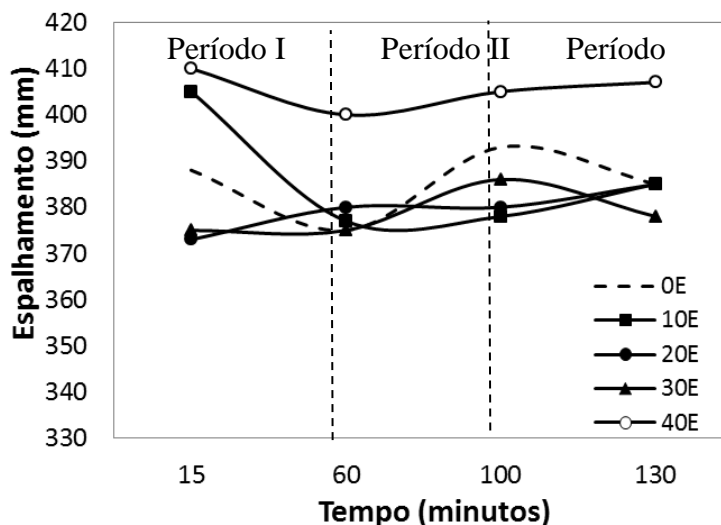


Figura 14 - Ensaio de mesa de consistência nas pastas de cimento contendo Ecat ensaiadas



De maneira geral a variação da consistência ao longo do tempo não foi expressiva, bem como a presença do Ecat não promoveu maiores interferências nos resultados, estando as variações muito próximas à taxa de variação de  $\pm 10$  mm.

### Ensaio de *squeezeflow*

Os gráficos de carga *versus* deslocamento das pastas de cimento contendo Ecat, ao longo do tempo, para o ensaio realizado com taxa de deformação de 0,1 mm/s, são apresentados na Figura 15.

Na Tabela 6 estão apresentados os dados de carga e deslocamento da região I + II, obtidos nos gráficos da Figura 15.

Na Figura 16 são mostrados os valores do módulo de fluidez das pastas de cimento contendo Ecat, obtidos no ensaio de *squeezeflow* de 1 mm/s, em função do tempo de hidratação, calculado por meio da Equação 1.

Os valores do módulo de fluidez, apresentados na Figura 16, mostram que de maneira geral o aumento do teor de Ecat provocou sua diminuição e, por conseguinte, aumentou o escoamento das pastas avaliadas. Na avaliação em relação ao tempo nota-se também a ocorrência de três períodos:

(a) Período I – 15 min a 60 min: no tempo de 10 min ocorrem dois agrupamentos, o primeiro com as pastas 0E e 10E, e o segundo com as pastas 20E, 30E e 40E, que tiveram diminuição percentual em relação à 0E de 13,76%, 19,11% e 18,57%, respectivamente. No tempo de 60 min ocorre o aumento percentual do valor do módulo de fluidez em todas as pastas, nos valores de

20,84%, 42,41%, 33,67%, 79,20% e 22,4% para as pastas 0E, 20E, 30E e 40E, respectivamente;

(b) Período II – 60 min a 100 min: nesse período, as únicas pastas que têm aumento no módulo de fluidez são 0E em 62,88% e 20E com 29,83%, as pastas 10E, 30E e 40E tiveram diminuição em 25,50%, 57,4% e 9,21%, respectivamente. Nesse intervalo, as pastas 20E, 30E e 40E já iniciaram o tempo de pega (105 min, 95 min e 75 min, respectivamente, Figura 13), mas isso não se refletiu no ensaio do *squeezeflow* nesse intervalo, o que pode indicar que as reações de hidratação ocorridas ainda formaram conectividade entre as fases de forma a contribuir de maneira expressiva para a reologia; e

(c) Período III – 100 min a 130 min: nesse período, as pastas 0E, 10E, 20E e 30E apresentam aumento percentual no módulo de fluidez em 0,52%, 90,75%, 5,66% e 50,30%, respectivamente, já a pasta 40E tem diminuição percentual de 42,10%. Nesse último período fica claro que esses aumentos de módulo de fluidez são indicativos do final de pega em todas as pastas, nas quais ocorre o endurecimento.

Na Figura 17 são apresentados os gráficos de carga *versus* deslocamento do ensaio de *squeezeflow* realizado com taxa de deformação de 3 mm/s.

Na Tabela 7 estão apresentados os dados de carga e deslocamento da região I + II, obtidos nos gráficos da Figura 17.

Na Figura 18 são apresentados os valores do módulo de fluidez das pastas de cimento contendo Ecat, obtidos no ensaio de *squeezeflow* de 3 mm/s, em função do tempo de hidratação, calculado por meio da Equação 1.

Figura 15 - Ensaio de *squeezeflow* com taxa de 0,1 mm/s

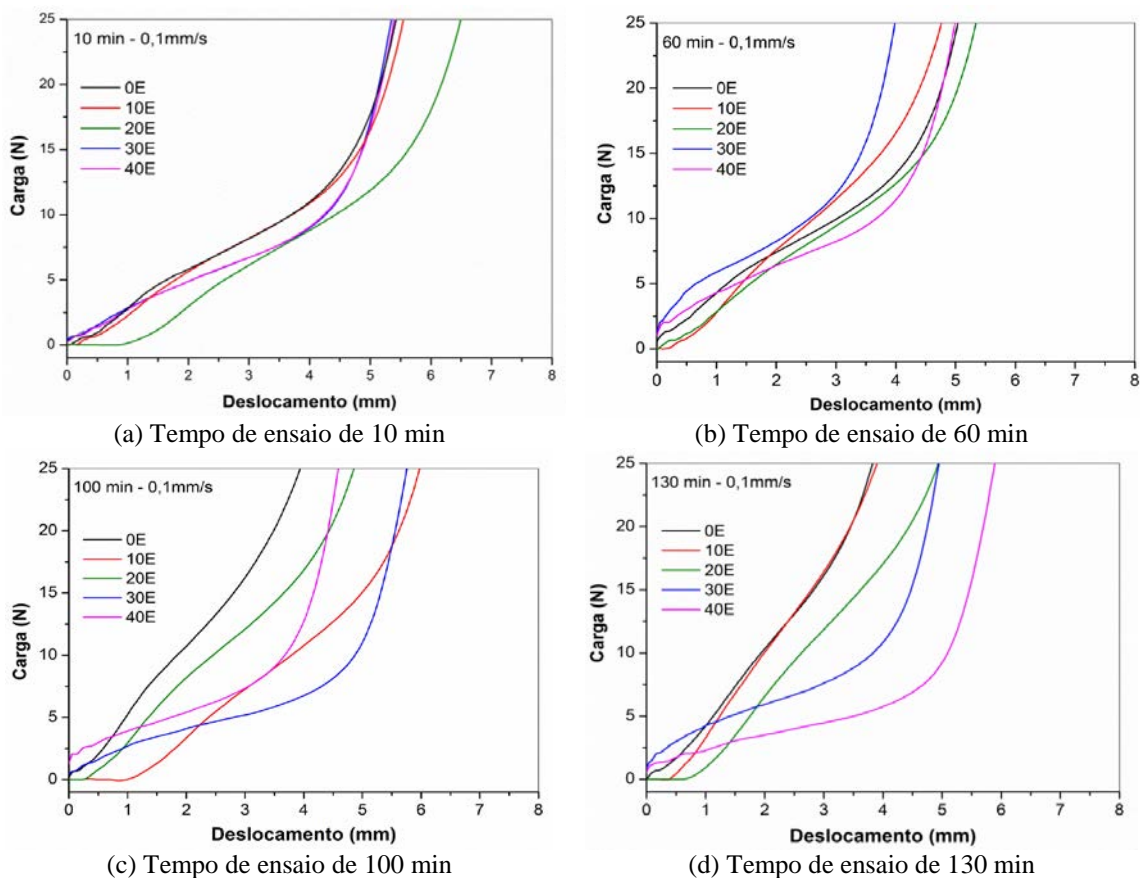


Tabela 6 - Valores de carga e deslocamento da região I + II do ensaio de 0,1 mm/s

Tempo (min)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)
	0E		10E		20E		30E		40E	
10	3,68	9,96	3,81	10,34	4,82	11,25	3,54	7,75	3,58	7,89
60	3,29	10,76	3,33	12,87	3,59	11,2	2,49	9,77	3,24	8,74
100	2,69	14,33	4,68	13,47	3,57	14,46	3,48	5,81	2,85	6,98
130	2,93	15,69	3,02	16,58	4,05	17,33	3,2	8,03	3,79	5,37

Figura 16 - Módulo de fluidez, encontrado no ensaio de *squeezeflow* realizado com taxa de 0,1 mm/s

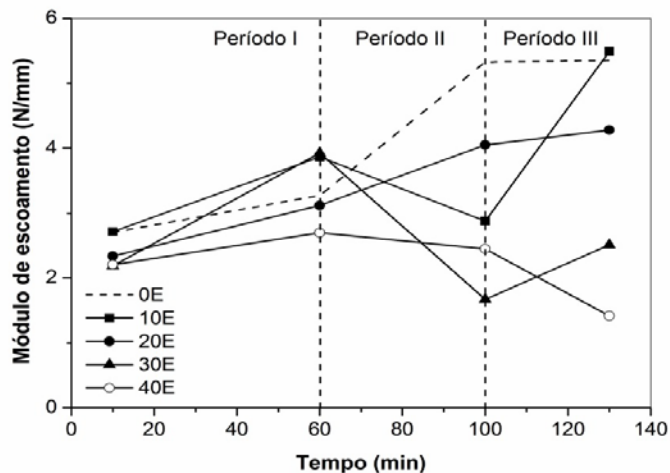


Figura 17 - Carga versus deslocamento das pastas de cimento contendo Ecat em função do tempo, encontrada no ensaio de *squeeze-flow* realizado com taxa de 3 mm/s

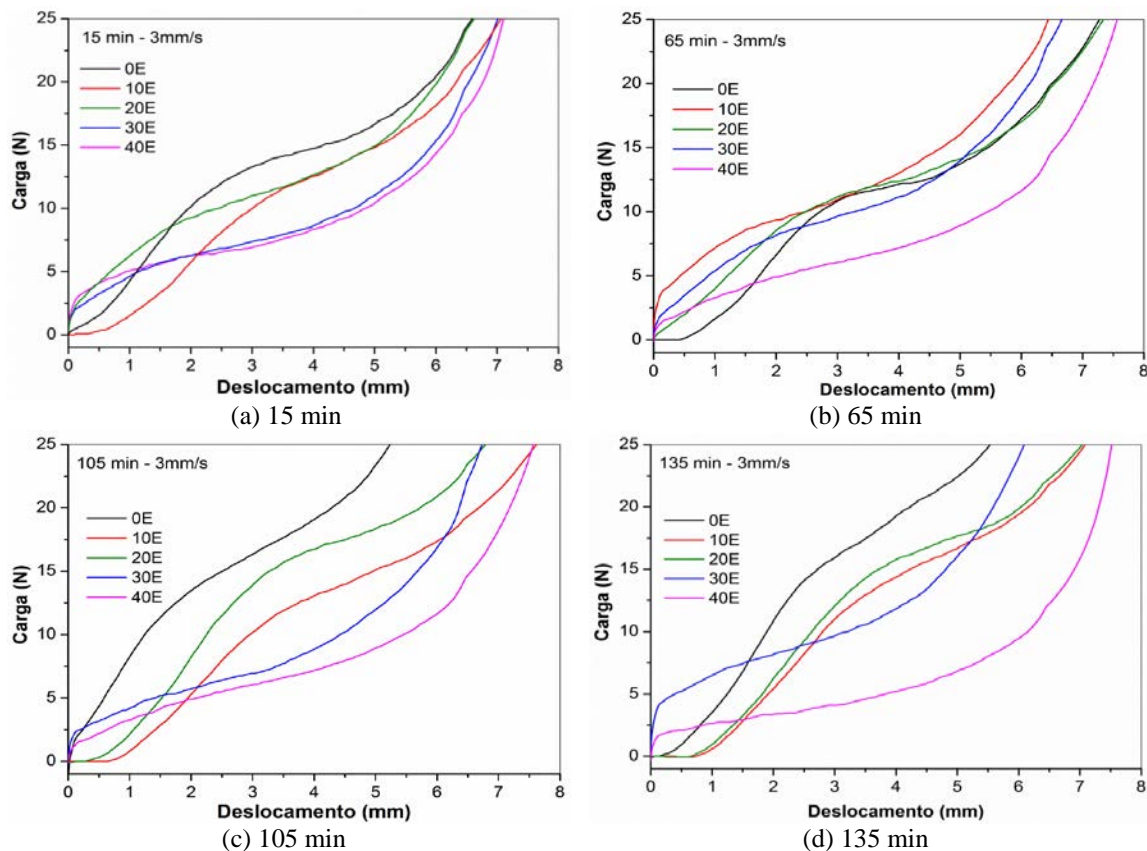
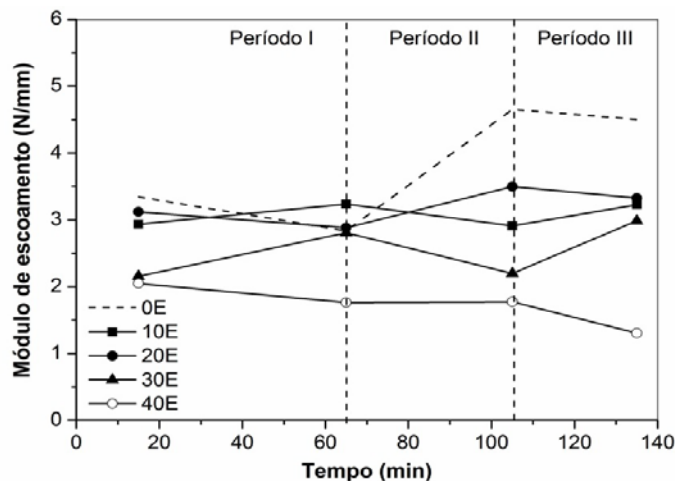


Tabela 7 - Valores de carga e deslocamento da região I + II do ensaio de 3 mm/s

Tempo (min)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)	Desloc. (mm)	Carga (N)
	0E		10E		20E		30E		40E	
15	4,83	16,16	5,3	15,57	4,1	12,8	4,03	8,69	4,17	8,54
65	4,37	12,4	4,07	13,17	4,73	13,64	5,06	14,2	4,64	8,18
105	4,27	19,87	5,5	16,03	5,74	20,08	3,53	7,75	4,11	7,29
135	4,89	22,02	5,77	18,62	5,62	18,7	3,63	10,9	3,69	4,82

Figura 18 - Módulo de fluidez, encontrado no ensaio de *squeeze-flow* realizado com taxa de 3 mm/s



Os valores do módulo de fluidez, apresentados na Figura 18, mostram que o aumento do teor de Ecat promoveu aumento na fluidez das pastas, assim como ocorreu no ensaio de 0,1 mm/s. Na avaliação em relação ao tempo tem-se que:

(a) Período I – 15 min a 60 min: nesse período ocorrem dois agrupamentos de curvas, o primeiro com as pastas 0E, 10E e 20E, com valores de módulo de fluidez muito próximos entre si, 3,34 N/mm, 2,93 N/mm e 3,12 N/mm, respectivamente. O segundo com as pastas 30E e 40, cujos valores de módulo de fluidez são de 2,16 N/mm e 2,05 N/mm. No intervalo (15 min a 65 min) as pastas 0E, 20E e 40E tiveram queda percentual de 15,19%, 7,63% e 13,92%, respectivamente, já as pastas 10E e 30E tiveram aumento percentual de 10,15% e 30,33%;

(b) Período II – 60 min a 100 min: nesse período, as únicas pastas que tiveram aumento no módulo de fluidez foram 0E e 20E, com valores de crescimento percentual de 63,99% e 21,31%, respectivamente. As pastas 10E, 30E e 40E mantiveram-se praticamente constantes no intervalo avaliado, considerando a tendência das curvas, embora o início da pega das pastas 30E e 40E já tenha ocorrido nesse intervalo (95 min e 75 min, respectivamente), não houve alteração do comportamento reológico; e

(c) Período III – 100 min a 130 min: nesse intervalo as pastas 0E, 10E e 20E mantiveram módulo de fluidez praticamente constante, a pasta

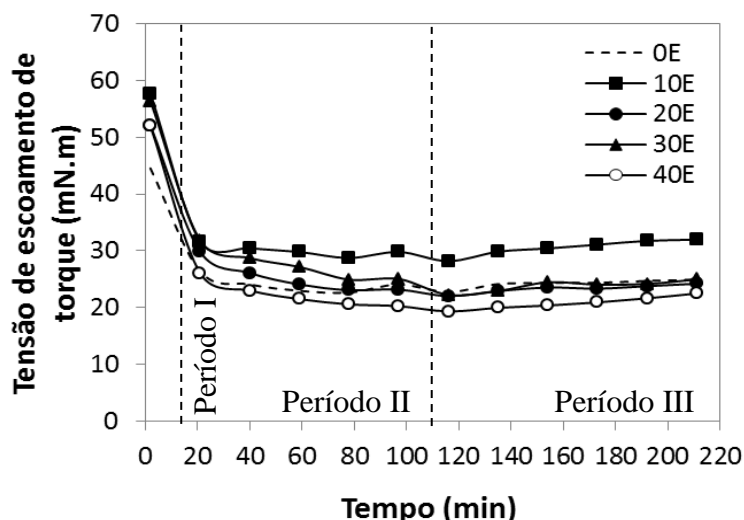
30E teve aumento percentual de 36,14% e a pasta 40E queda de 26,40%. Apesar de nesse intervalo a pega já ter iniciado em todas as pastas e o fim de pega já ter ocorrido nas pastas 20E, 30E e 40E (125 min, 115 min e 95 min, respectivamente), e as pastas já terem entrado na fase de endurecimento, a única pasta que sofreu influência da pega foi a pasta 30E. Isso pode estar associado ao fato de que a velocidade mais elevada do ensaio tenha interferido nos resultados, bem como a quantidade de água ser superior à água utilizada no ensaio de tempo de pega, deixando as pastas mais fluidas e, por conseguinte, alterando o seu comportamento reológico.

O ensaio de reologia por *squeezeflow* geralmente é avaliado pelo perfil das curvas, o que torna a sua avaliação qualitativa muito difícil, pois as regiões I, II e III mostrados na Figura 1a e Figura 1b não ocorrem. O módulo plástico avalia o regime elástico linear e plástico, definindo assim o regime comum da curva e o seu comportamento na carga x deformação, permitindo assim uma análise numérica mais real do comportamento reológico da pasta e facilitando a comparação entre pastas cimentícias com comportamentos distintos.

## Ensaio de reometria rotacional

Na Figura 19 estão mostrados os valores de tensão de escoamento avaliados nas pastas de cimento contendo Ecat, obtidas por meio das curvas de desaceleração.

Figura 19 - Valores da tensão de escoamento das pastas de cimento contendo Ecat ao longo do tempo



Na avaliação em função do teor de Ecat, os dados da Figura 19 mostram que aos 2 min de ensaio o aumento percentual da tensão de escoamento das pastas 10E, 20E, 30E e 40E em relação à referência (0E) foi de 29,47%, 16,93%, 26,64% e 16,78%, respectivamente. No final do ensaio, aos 211 min, esse aumento foi de 28,19% e 0,15% para as pastas 10E e 30E, respectivamente, já as pastas 20E e 40E tiveram diminuição em 2,90% e 9,78%, respectivamente. Esses resultados mostram que o aumento do teor de Ecat nas pastas promove diminuição na tensão de escoamento, com exceção da pasta 10E, que teve aumento em todas as avaliações feitas, indicando que é necessário o emprego de mais energia para promover o seu escoamento.

Na avaliação do comportamento das pastas em relação ao tempo de ensaio, também foram identificados três períodos, mas em tempos diferentes dos encontrados nos ensaios de mesa de consistência e *squeeze-flow*:

(a) Período I – 2 min a 21 min: nesse período ocorre um pico de tensão em todas as pastas aos 2 min de ensaio, devido à alta demanda de energia necessária para promover o escoamento das pastas. Notam-se três agrupamentos de pastas, o primeiro é apenas a 0E com tensão de escoamento de 44,52 mN.m, o segundo composto pelas pastas 20E e 40E com 52,52 mN.m e o terceiro com as pastas 10E e 30E com 57,52 mN.m. A diminuição percentual do valor da tensão de escoamento foi de 40,71%, 45,07%, 42,68%, 43,46% e 49,83% para as pastas 0E, 10E, 20E, 30E e 40E, respectivamente. Observa-se que a redução foi expressiva para todas as pastas, com valores acima de 40%, e essa queda brusca da tensão de escoamento se justifica pela quebra da estrutura da pasta, observada na diminuição da curva de histerese, mostrada na Figura 12. Esse comportamento corrobora com os resultados encontrados por Paiva (2005);

(b) Período II – 21 min a 116 min: nesse período os valores de tensão de escoamento mantêm decréscimo, mas em intensidade menor que a do primeiro período, as curvas das pastas com Ecat ficam mais deslocadas da curva de referência durante o intervalo observado, ocorrendo nas pastas 20E e 30E uma convergência com a pasta

0E aos 116 min. Os valores de redução da tensão de escoamento são de 13,81%, 10,96%, 26,20%, 30,22% e 25,87% para as pastas 0E, 10E, 20E, 30E e 40E, respectivamente. Apesar de o início da pega ter ocorrido em todas as pastas, não houve influência desta na avaliação do comportamento reológico. Isso está relacionado ao caráter dinâmico do ensaio que promove a quebra das ligações formadas pelos hidratos formados nos primeiros minutos de hidratação, inclusive das pastas 30E e 40E, cujo final de pega ocorreu em 115 min e 95 min, respectivamente, já estando na fase de endurecimento das pastas. Além disso, a quantidade de água utilizada para produzir as pastas foi maior do que foi no ensaio de pega; e

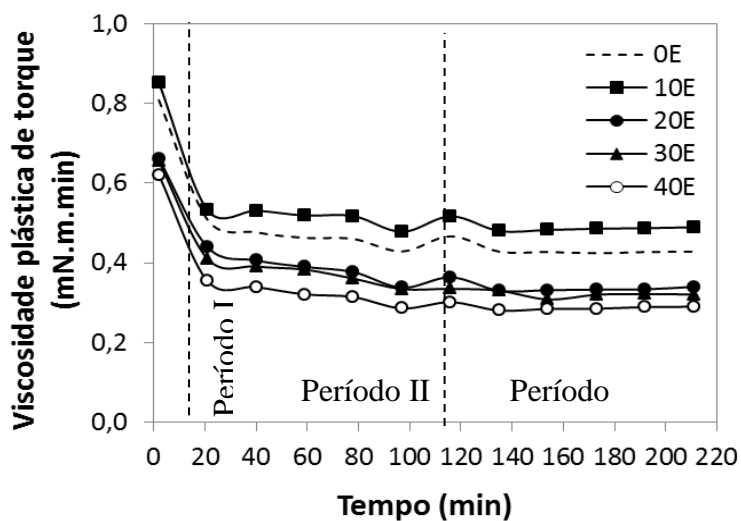
(c) Período III – 116 min a 211 min: nesse período a tensão de escoamento das pastas tem aumento de valor devido ao final de pega do cimento. O aumento percentual no valor da tensão de escoamento é de 9,59%, 13,37%, 9,92%, 12,25% e 16,33% para as pastas 0E, 10E, 20E, 30E e 40E. Isso mostra que nesse período a energia utilizada para promover o escoamento das pastas não foi suficiente para quebrar as ligações formadas pelos hidratos.

Na Figura 20 são mostradas as curvas da viscosidade plástica das pastas de cimento contendo Ecat, avaliadas de forma intermitente ao longo do tempo.

Na avaliação em função do teor de Ecat, os dados da Figura 20, mostram que na primeira medição, a pasta 10E teve valor superior à referência em 5,40%, enquanto as pastas 20E, 30E e 40E mantiveram valores menores, com reduções percentuais de 18,17%, 18,95% e 23,19%. Na avaliação em 211 min, a pasta 10E teve aumento de 14,26%, já as pastas 20E, 30E e 40E tiveram diminuição em relação à 0E de 20,66%, 25,05% e 32,33%. Esses dados corroboram com o perfil das curvas de tensão de escoamento, na qual a pasta 10E foi a única que manteve valores de tensão muito superiores à pasta de referência, o que indica que o aumento do teor de Ecat, com consequente diminuição do teor de cimento, provoca a redução da viscosidade plástica, pois a quantidade de produtos hidratados nesses primeiros momentos é menor.



Figura 20 - Valores da viscosidade plástica das pastas de cimento contendo Ecat ao longo do tempo



Na avaliação do comportamento das pastas em relação ao tempo de ensaio, também foram identificados três períodos:

(a) Período I – 2 min a 21 min: nesse período, assim como ocorreu nas curvas de tensão de escoamento, houve um pico no valor da viscosidade plástica aos 2 min de ensaio e após a quebra da estrutura a viscosidade diminuiu bruscamente, e os valores percentuais de redução foram 37,13%, 37,51%, 33,56%, 37,36% e 42,93% para as pastas 0E, 20E, 30E e 40E, respectivamente;

(b) Período II – 21 min a 116 min: nesse período há uma pequena diminuição da viscosidade plástica das pastas, com oscilações em 100 min e 116 min de ensaio. No intervalo avaliado, as reduções percentuais foram de 8,16%, 2,92%, 17,24%, 18,44% e 14,98% para as pastas 0E, 10E, 20E, 30E e 40E, respectivamente; e

(c) Período III – 116 min a 211 min: nesse período, a viscosidade plástica tem aumento de valor em todas as pastas, cujos valores percentuais foram de 8,26%, 5,33%, 6,59%, 4,12% e 3,81% para as pastas 0E, 10E, 20E, 30E e 40E, refletindo a influência do final de pega na viscosidade das pastas.

Com base nos resultados encontrados, nota-se que de maneira geral o comportamento reológico encontrado no ensaio de mesa de consistência se difere do comportamento do ensaio de reometria rotacional e *squeezeflow*, na medida em que

aumentando o teor de Ecat os ensaios de reometria e *squeezeflow* mostram que a mistura se fluidifica, aumentando o espalhamento e diminuindo a tensão de escoamento com conseqüente diminuição da viscosidade plástica, o que não ocorre no ensaio de mesa de consistência, exceto para a mistura 40E.

Ao comparar o ensaio de *squeezeflow* com reometria rotacional nota-se que as duas técnicas mostram que as pastas avaliadas possuem o mesmo comportamento reológico no intervalo de tempo avaliado, corroborando para a precisão da análise das duas técnicas.

#### Avaliação do torque ao longo do tempo pelo método de reometria rotacional

Na Figura 21 são mostradas as curvas de torque *versus* tempo das pastas ao longo do tempo.

As curvas da Figura 21, corroboram com os resultados encontrados na tensão de escoamento e viscosidade plástica, sendo que a pasta 10E tem valores de torque superiores à pasta 0E e as demais pastas têm valores de torque menor.

O primeiro pico de torque está associado à alta demanda de energia que o equipamento necessita para promover o escoamento das pastas. Esse torque cai ao longo do tempo até atingir um nível mínimo e cresce após isso, mas em tempos diferentes para cada pasta. Na Tabela 8 são mostrados os tempos em que ocorreu o início do aumento de torque e o tempo de pega de cada pasta.

Figura 21 - Valores do torque obtidos na análise de reometriadas pastas de cimento contendo Ecat

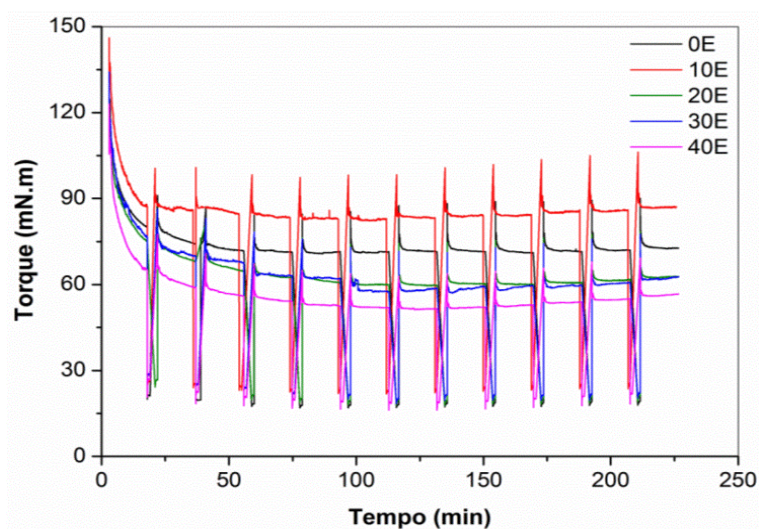


Tabela 8 - Tempo de aumento do torque x início de pega

Pasta	Início do aumento do torque (min)	Início da pega de pega (min)
0E	107	108
10E	112	115
20E	103	105
30E	106	95
40E	138	75

Nota-se que o torque começou a aumentar quando foi atingido o tempo de pega das pastas 0E, 10E, 20E e 30E, mostrando a sensibilidade da técnica e do método adotado para identificar as alterações reológicas de pastas de cimento ao longo do tempo, corroborando os resultados obtidos por Paiva (2005) e Carlesso (2015). A amostra 40E teve aumento de torque em 138 min e seu início e fim de pega ocorreram em 75 min e 95 min, respectivamente. Esses dados evidenciam que altos teores de Ecat influenciam no comportamento reológico e esses dados corroboram com os resultados encontrados nas avaliações reológicas de mesa de consistência e *squeezeflow*.

De maneira geral, o uso do Ecat aumentou a fluidez das pastas de cimento, observando os valores de área superficial da Tabela 1, na qual o Ecat possui área superficial BET de 105 m<sup>2</sup>/g e o cimento valor de 2 m<sup>2</sup>/g. O comportamento das pastas poderia ser diferente pelo fato da área superficial BET do Ecat ser cerca de 53 vezes maior que a do cimento. Observa-se que o método de ensaio de BET para análise de área superficial tem limitações quando se trata de superfícies porosas, porque pelo princípio do método, a absorção de gás pode ser elevada devido ao preenchimento desses poros presentes na estrutura do material. Esse é o caso do Ecat que por ser um composto zeolítico.

Estudos de Creplive (2008), Cunha (2012) e Guilhermino (2008) mostram que a estrutura das zeólitas apresenta canais e cavidades interligadas de dimensões moleculares, onde se encontram os íons de compensação, moléculas de água ou outros adsorvatos e sais, o que dá ao material uma superfície interna muito grande quando comparada à sua superfície externa. Por esse motivo, as zeólitas apresentam propriedades como: elevada área superficial e grande volume de vazios quando desidratada; propriedades de troca catiônica; canais uniformes nos cristais desidratados; condutividade elétrica; estabilidade da estrutura cristalina quando desidratada; adsorção de gases e vapores e propriedades catalíticas que são de grande importância para os processos industriais (CUNHA, 2012; REBELO, 2009; GUILHERMINO, 2008).

Assim, a avaliação da influência do Ecat no comportamento reológico das pastas de cimento não pode considerar apenas a área BET, mas sim outros parâmetros físicos como o diâmetro médio e a distribuição das partículas, na qual o Ecat tem diâmetro médio cerca de 5 vezes maior que o cimento, demonstrando que a sua área superficial real é menor que a do cimento, corroborando com os resultados encontrados.

## Conclusões

Com base nos resultados obtidos nas avaliações feitas neste trabalho, conclui-se que:

- (a) o ensaio de tempo de pega mostrou que a pasta com 10% de Ecat promoveu aumento no tempo de início e final de pega;
- (b) no ensaio de reometria rotacional a pasta 10E apresentou maiores valores de tensão de escoamento, viscosidade plástica e torque em todos os tempos avaliados;
- (c) as pastas 20E, 20E, 30 e 40E tiveram valores inferiores à amostra de referência, mostrando que o aumento do Ecat e a consequente diminuição do teor de cimento promoveram diminuição dos produtos hidratados da pasta no tempo avaliado;
- (d) o módulo de fluidez do ensaio de *squeeze-flow* se mostrou um importante indicador do comportamento reológico das pastas, pois relaciona a carga e a deformação, principais variáveis obtidas no ensaio, descrevendo melhor o enrijecimento das pastas, bem como o seu comportamento plástico global, ao invés da análise isolada da carga e deformação; e
- (e) o módulo de fluidez mostrou que as pastas 0E, 10E e 20E tiveram diminuição da rigidez após os 60 min, fato associado ao início do tempo de pega. Nas pastas 30E e 40E houve diminuição da rigidez das pastas, até o tempo de 100 min, aumentando após isso, corroborando os dados obtidos no ensaio de tempo de pega.

## Referências

- AL-JABRI, K. *et al.* Potential Use of FCC Spent Catalyst as Partial Replacement of Cement or Sand in Cement Mortars. **Construction and Building Materials**, v. 39, p. 77-81, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1749-17a**: standard guide for measurement of the rheological properties of hydraulic cementitious paste using a rotational rheometer. West Conshohocken, 2017.
- ANTONOVIC, V. *et al.* Investigating the Hydration of Deflocculated Calcium Aluminate Cement-Based Binder with Catalyst Waste. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 109, p. 537-544, 2012.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13276**: argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos: preparo da mistura e determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2005.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15839**: argamassa de assentamento e revestimento de paredes e tetos: caracterização reológica pelo método squeeze-flow. Rio de Janeiro, 2010.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6502**: rochas e solos: requisitos. Rio de Janeiro, 1995.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 43**: cimento Portland: determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, 2003.
- BANFILL, P. G. Feasibility Study of a Coaxial Cylinders Viscometer for Mortar. **Cement and Concrete Research**, v. 17, p. 329-339, 1987.
- BANFILL, P. G. Structural Breakdown and rheology of cement mortar. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON RHEOLOGY, 11., Brussels, 1992. **Proceedings...** Brussels, 1992.
- BETIOLI, A. M. *et al.* Caracterização Reológica de Pasta Cimentícia: associação de técnicas complementares. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 9, n. 4, p. 37-48, out./dez. 2009.
- CARDOSO, F. A. *et al.* Characterisation Ofrendering Mortars by Squeeze-Flow and Rotationalrheometry. **Cement and Concrete Research**, v. 57, p. 79-87, 2014.
- CARDOSO, F. A. *et al.* Parallel-Plate Rotational Rheometry of Cement Paste: influence of the squeeze velocity during gap positioning. **Cement and Concrete Research**, v. 75, p. 66-74, 2015.
- CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G.; JOHN, V. M. Caracterização Reológica de Argamassas Através do Método de Squeeze-Flow. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TECNOLOGIA DE ARGAMASSAS, 6., Florianópolis, 2005. **Anais...** Florianópolis: ANTAC, 2005.
- CARLESSO, D. M. **Avaliação do Desempenho do Aditivo Superplastificante de Base Policarboxilato Pré-Tratado Por Sonicação no Comportamento Reológico de Pastas de Cimento Portland**. Florianópolis, 2015. 158 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.
- CORRADI, S. R. **Ecoeficiência na Indústria de Petróleo: o estudo do craqueamento catalítico na Petrobrás**. Rio de Janeiro, 2008. 74 f. Dissertação (Mestrado Executivo em Gestão Empresarial) – Fundação Getúlio Vargas, Rio de Janeiro, 2008.

- COSTA, E. B. C.; CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M. Efeito do Teor e da Dispersão de Fino Calcário na Aderência Substrato-Matriz Cimentícia. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 16, n. 2, p. 21-34, abr./jun. 2016.
- CREPLIVE, M. R. **Remoção de Vanádio a Partir de Catalisadores Termodinamicamente Estáveis**. Curitiba, 2008. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.
- CUNHA, A. L. C. **Caracterização e Estudo de Aplicação de Rejeito Catalítico de Unidade FCC Como Material Pozolânico**. Rio de Janeiro, 2012. 110 f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.
- DWECK, J. *et al.* M. Importance of Quantitative Thermogravimetry On initial Cement Mass Basis to Evaluate the Hydration of Cement Pastes and Mortars. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 113, n. 3, p. 1481–1490, 2013.
- FARIA, E. F. de. **Concretos Autoadensáveis de Alto Desempenho Com Catalisador Residual do Craqueamento Catalítico Fluido (Ecat) de Refinarias de Petróleo**. Rio de Janeiro, 2012, 222 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) –Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.
- FERRARIS, C. F.; OBLA, K. H.; HILL, R. The Influence of Mineral Admixtures on the Rheology of Cement Paste and Concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 2, p. 245-255, 2001.
- FRANÇA, M. S. de; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Influência da Sequência de Adição de Fibras e da Água no Comportamento de Mistura e Reológico de Argamassas Com Fibras de PVA. **RIEM-Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 9, n. 2, p. 226-243, 2016.
- GUILHERMINO, R. L. **Estudo de Laboratório de um Resíduo Catalisador de Equilíbrio para Utilização em Alvenaria na Construção Civil**. Rio de Janeiro, 2008. 152 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.
- ISAIA, G. C.; GASTALDINI, A. L. G. Perspectivas Ambientais e Econômicas do Concreto Com Altos Teores de Adições Mineraias: um estudo de caso. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 4, n. 2, p. 19-30, abr./jun. 2004.
- KOEHLER, E. P.; FOWLER, D. W.; FERRARIS, C. F.; Summary of Concrete Workability Test Methods. **ICAR Technical Reports**, 2003.
- KUDO, E. K.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Avaliação de Argamassas Colantes por Reometria Rotacional. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v.13, n. 2, p. 125-137, abr./jun. 2013.
- LIBORIO, J. B. L; CASTRO, A. L. A Importância da Avaliação Reológica de Pastas Com e Sem Sílica Ativa Para Produção de Concretos Estruturais Com Cimento Portland Para Obras Marítimas. In: SEMINARY AND WORKSHOP FOR OCEANIC ENGINEERING, Rio Grande, 2004. **Proceedings...** Rio Grande, 2004.
- LIMA, F. M. **Avaliação do Comportamento Reológico de Pastas de Cimento Para Poços de Petróleo Com Adição de Plastificantes**. Natal, 2006. 141 f. Dissertação (Mestrado Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2006.
- LIU, J. C. **Toxic Leached from Spent Hydroprocessing Catalysts During Land Treatment**. Research Report of the National Science Council, ROC. 1995.
- MARYLINDA, S. F.; CARDOSO, F. A.; PILEGGI, R. G. Influência do Procedimento de Mistura em Laboratório nas Propriedades de Argamassas. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 13, n. 2, p. 111-124, abr./jun. 2013.
- PAIVA, H. M. C. **Caracterização Reológica de Argamassas**. Aveiro, 2005, 98 f. Dissertação de Mestrado - Universidade de Aveiro, Aveiro, 2005.
- PAPO, A.; PIANI, L. Effect of Various Superplasticizers on the Rheological Properties of Portland Cement Pastes. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 11, p. 2097-2101, 2004.
- PAYÁ, J. *et al.* Pozzolan Reaction Rate of Fluid Catalytic Cracking Catalyst Residue (FC3R) in Cement Pastes. **Advances in Cement Research**, v.25, n. 2, p. 112–118. 2013.
- PIOVEZAM, I. A. R.; MELEIRO, L. P.; ISA, M. M. Influência da Adição no Comportamento Reológico da Pasta Auto Adensável de Alto Desempenho. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 30, n. 2, p. 155-159, 2008.
- REBELO, P. A. C. **Degradação Catalítica do Polietileno**. Minho, 2009, 106 f. Tese (Mestrado em Processamento e Caracterização e Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Minho, 2009.

ROMANO, R. C. O. *et al.* Caracterização Reológica de Suspensões Cimentícias Mistas Com Cales ou Filitos. **Ambiente Construído**, Porto Alegre v. 14, n. 1, p. 75-84, jan./mar. 2014.

SEFFF, L.; HOTZA, D.; REPETTE, W. L. Comportamento Reológico de Pastas de Cimento Com Adição de Sílica Ativa, Nanossílica e Dispersante Policarboxílico. **Revista Matéria**, v. 15, n. 1, p. 12-20, 2010.

SILVA, F. G. S. **Estudo do Uso de Resíduo Catalítico do Refino de Petróleo na Construção Civil**. Salvador, 2015. 217 f. Tese (Doutorado em Ciências, Energia e Ambiente) – Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2015.

SILVA, F. G. S. *et al.* Hydration of the Equilibrium Catalyst (Ecat) – calcium hydroxide system thermogravimetric study of the formation of main hydrated phases. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 120, n. 2, p. 1089-1098, 2015.

SILVA, F. G. S. *et al.* A. Influência dos Efeitos Pozolânico e Microfiller na Resistência à Compressão do Concreto. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 47., Recife, 2005. **Anais...** Recife: IBRACON, 2005.

VELÁZQUEZ, S. *et al.* Assessment of the Pozzolanic Activity of a Spent Catalyst by Conductivity Measurement of Aqueous Suspensions with Calcium Hydroxide. **Materials**, v. 7, n. 4, p. 2561-2576, 2014.

ZORNOZA, E. *et al.* Accelerated Carbonation of Cement Pastes Partially Substituted with Fluid Catalytic Cracking Catalyst Residue (FC3R). **Cement and Concrete Composites**, v. 31, n. 2, p. 134–138, 2009.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Capes, ao CNPq e à Fapesb pelas bolsas de estudo e pelo financiamento.

### Francisco Gabriel Santos Silva

Escola Politécnica | Universidade Federal da Bahia | Rua Aristides Novis, 2, Federação | Salvador - BA - Brasil | CEP 40210-730 | Tel.: (71) 3283-9526 | E-mail: fgabriel.ufba@gmail.com

### Heloyza Martins Carvalho Andrade

Departamento de Química Geral e Inorgânica, Instituto de Química | Universidade Federal da Bahia | Campus Universitário, Ondina | Salvador - BA - Brasil | CEP 40170-290 | Tel.: (71) 237-5784 Ramal 220 | E-mail: handrade.ufba@gmail.com

### Jardel Pereira Gonçalves

Departamento de Construção e Estruturas, Escola Politécnica | Universidade Federal da Bahia | Av. Aristides Novis, 2, Federação | Salvador - BA - Brasil | CEP 40210-630 | Tel.: (71) 3283-9485 | E-mail: jardelpg@ufba.br

### *Revista Ambiente Construído*

Associação Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído

Av. Osvaldo Aranha, 99 - 3º andar, Centro

Porto Alegre - RS - Brasil

CEP 90035-190

Telefone: +55 (51) 3308-4084

Fax: +55 (51) 3308-4054

www.seer.ufrgs.br/ambienteconstruido

E-mail: ambienteconstruido@ufrgs.br



This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License.