



**INSTITUTO LATINO-AMERICANO DE  
TECNOLOGIA, INFRAESTRUTURA E  
TERRITÓRIO (ILATIT)**

**ENGENHARIA CIVIL E INFRAESTRUTURA**

**PROTOCOLO PARA QUANTIFICAÇÃO DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO PRESENTE  
NA SOLUÇÃO LIXIVIANTE DE MATERIAIS A BASE DE CIMENTO.**

**PATRICK GARCIA GOULART**

Foz do Iguaçu - PR

2025

**PROTOCOLO PARA QUANTIFICAÇÃO DE HIDROXIDO DE CÁLCIO PRESENTE NA  
SOLUÇÃO LIXIVIANTE DE MATERIAIS A BASE DE CIMENTO.**

**PATRICK GARCIA GOULART**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território (ILATIT) da Universidade Federal da Integração Latino-Americana, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Civil e Infraestrutura.

Orientadora: Prof. Dra. Ana Carolina Parapinski dos Santos

Foz do Iguaçu - PR  
2025

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este Trabalho de Conclusão de Curso à minha família, por todo amor, apoio e incentivo incondicional em cada etapa desta jornada. Sem vocês, este caminho teria sido muito mais difícil. Agradeço por cada palavra de encorajamento, por cada gesto de carinho e pela paciência nos momentos de desafio.

Vocês são minha base, minha inspiração e minha maior motivação. Este trabalho é, também, uma conquista de cada um de vocês.

Com todo meu amor e gratidão.

Patrick Garcia Goulart

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, em primeiro lugar, a Deus, pela força, sabedoria e perseverança ao longo desta caminhada. Sem Sua luz e Sua graça, esta conquista não seria possível.

À Nossa Senhora, por sua intercessão, amparo e proteção em todos os momentos de desafios e superação.

À minha orientadora, Prof.<sup>a</sup> Ana Carolina Parapinski dos Santos, expresse minha profunda gratidão por sua dedicação, paciência e pelos ensinamentos valiosos que guiaram o desenvolvimento deste trabalho. Seu apoio foi essencial para a realização desta pesquisa.

Agradeço também às mestras Dalila Sella e Raquel Pedroso Dias, pelo suporte, incentivo e por compartilharem seus conhecimentos de forma generosa, contribuindo para o meu crescimento acadêmico e profissional.

Minha gratidão se estende a todos os professores do curso de Engenharia da UNILA – Universidade Federal da Integração Latino-Americana, pelos ensinamentos transmitidos ao longo da minha formação. Cada aula, conselho e orientação foram essenciais para a construção do conhecimento que me trouxe até aqui.

Meu sincero agradecimento à Itaipu Binacional, pela disponibilização dos laboratórios e recursos necessários para a execução deste estudo. O acesso à infraestrutura foi fundamental para a realização das análises e experimentos.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para esta conquista, deixo aqui meu reconhecimento e gratidão. Muito obrigado!

*“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.”*

(Madre Teresa de Calcutá)

GOULART, Patrick Garcia. **Protocolo para quantificação de hidróxido de cálcio presente na solução lixiviante de materiais a base de cimento**. 2025. 91 pg. Trabalho de Conclusão de Curso para a obtenção de título de Bacharel em Engenharia Civil e Infraestrutura – Universidade Federal da Integração Latino-Americana, Foz do Iguaçu, 2025.

## RESUMO

A lixiviação compromete a durabilidade de estruturas cimentícias expostas a ambientes agressivos, promovendo a dissolução e o transporte de íons cálcio. Esse processo aumenta a porosidade, reduz a resistência mecânica e acelera a degradação estrutural. Este trabalho propõe um protocolo analítico para quantificação de hidróxido de cálcio extraído durante ensaios de lixiviação acelerada, utilizando titulação volumétrica com EDTA e Murexida. As soluções lixiviantes empregadas foram compostas por nitrato de amônio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) e cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). A metodologia permite correlacionar a perda de cálcio com o dano mecânico, contribuindo para avaliar a cinética da lixiviação e a eficácia de diferentes cimentos na mitigação desse processo. Os experimentos demonstraram que a lixiviação é influenciada pela composição do cimento e pela solução agressiva utilizada. Cimentos pozolânicos apresentaram maior resistência, enquanto o nitrato de amônio causou degradação mais acelerada. A relação água/cimento foi determinante na progressão do dano, evidenciando a importância do controle desses parâmetros. O protocolo desenvolvido inova na quantificação da lixiviação em materiais cimentícios e pode servir como base para pesquisas futuras e normatização de ensaios voltados à avaliação da resistência de estruturas expostas a ambientes agressivos.

**Palavras-chave:** Lixiviação. Patologia das construções. Titulação Volumétrica. Durabilidade de estruturas. Materiais Cimentícios

GOULART, Patrick Garcia. **Quantification protocol for calcium hydroxide present in the leaching solution cement-based materials**. 2025. 91 pg. Course Conclusion Paper for obtaining a Bachelor's degree in Civil Engineering and Infrastructure - Universidade Federal da Integração Latino-Americana, Foz do Iguaçu, 2025.

## ABSTRACT

Leaching compromises the durability of cementitious structures exposed to aggressive environments, promoting the dissolution and transport of calcium ions. This process increases porosity, reduces mechanical strength and accelerates structural degradation. This work proposes an analytical protocol for quantifying calcium hydroxide extracted during accelerated leaching tests, using volumetric titration with EDTA and Murexide. The leaching solutions employed were composed of ammonium nitrate ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) and ammonium chloride ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). The methodology allows correlating calcium loss with mechanical damage, contributing to evaluate the kinetics of leaching and the effectiveness of different cements in mitigating this process. The experiments demonstrated that leaching is influenced by the cement composition and the aggressive solution used. Pozzolanic cements presented greater resistance, while ammonium nitrate caused more accelerated degradation. The water/cement ratio was decisive in the progression of damage, evidencing the importance of controlling these parameters. The protocol developed innovates in the quantification of leaching in cementitious materials and can serve as a basis for future research and standardization of tests aimed at evaluating the resistance of structures exposed to aggressive environments.

**Keywords:** Leaching. Construction pathology. Volumetric titration. Durability of structures. Cementitious materials

GOULART, Patrick Garcia. **Protocolo para la cuantificación del hidróxido de calcio presente en la solución de lixiviación de materiales a base de cemento**. 2025. 91 pág. Documento de Conclusión del Curso para la obtención de la Licenciatura en Ingeniería Civil e Infraestructura -Universidade Federal da Integração Latino-Americana, Foz do Iguaçu, 2025.

## RESUMEN

La lixiviación compromete la durabilidad de las estructuras de cemento expuestas a ambientes agresivos, favoreciendo la disolución y transporte de iones calcio. Este proceso aumenta la porosidad, reduce la resistencia mecánica y acelera la degradación estructural. Este trabajo propone un protocolo analítico para la cuantificación de hidróxido de calcio extraído durante pruebas de lixiviación acelerada, mediante valoración volumétrica con EDTA y Murexide. Las soluciones de lixiviación utilizadas estuvieron compuestas por nitrato de amonio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) y cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). La metodología permite correlacionar la pérdida de calcio con el daño mecánico, ayudando a evaluar la cinética de lixiviación y la efectividad de diferentes cementos para mitigar este proceso. Los experimentos demostraron que la lixiviación está influenciada por la composición del cemento y la solución agresiva utilizada. Los cementos puzolánicos mostraron mayor resistencia, mientras que el nitrato de amonio provocó una degradación más acelerada. La relación agua/cemento fue determinante en la progresión del daño, poniendo de relieve la importancia del control de estos parámetros. El protocolo desarrollado innova en la cuantificación de la lixiviación en materiales cementosos y puede servir de base para futuras investigaciones y estandarización de ensayos destinados a evaluar la resistencia de estructuras expuestas a ambientes agresivos.

Palabras clave: Lixiviación. Patología de la construcción. Titulación volumétrica. Durabilidad de las estructuras. Materiales cementosos

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Relação do tempo de exposição e a porosidade. ....	20
Figura 2 - Transporte de íons sob fluxo de água, no interior de uma estrutura. ....	24
Figura 3 - Corpos de prova moldados cilíndricos (5 x 10 cm) e cúbicos (5 x 5 x 5 cm) .....	36
Figura 4 - Preparação dos corpos de prova para o início do ensaio de lixiviação acelerada.....	37
Figura 5 - Sentido do fluxo da solução nos corpos de prova, sendo: A) Corpos de prova cilíndricos B) Corpos de prova cúbicos. ....	38
Figura 6 - Processo de resinagem dos CPs cilíndricos .....	39
Figura 7 - Posicionamento dos CPs, e volume de solução agressiva .....	41
Figura 8 - Medição da área lixiviada com o auxílio de um paquímetro.....	42
Figura 9 - Amostras para a realização do MEV. ....	44
Figura 10 - Medição do PH da solução .....	45
Figura 11 - Coleta das amostras de solução lixiviante .....	45
Figura 13 - Solução preparada para o início da titulação .....	47
Figura 13 - Solução titulada.....	47
Figura 14 - Protocolo de Quantificação do $\text{Ca(OH)}_2$ Lixiviado.....	48
Figura 15 - Avanço da lixiviação em amostras submetidas a lixiviação por 7 dias....	52
Figura 16 - Concentração de cálcio obtido através de titulação química .....	54
Figura 17 - Análise da influência do agente agressivo na concentração de cálcio lixiviado. ....	55
Figura 18 - Análise do avanço da lixiviação em cimentos pozolânicos a curto prazo. .....	56
Figura 19 - Análise do avanço da lixiviação em cimentos pozolânicos a longo prazo. .....	57
Figura 20 - Quantificação do cálcio extraído de cimentos pozolânicos a curto prazo .....	58
Figura 21 - Difratogramas das pastas no dia 0 (270 dias de cura úmida). ....	59
Figura 22 - Difratogramas de todas as pastas.....	60
Figura 23 - Curvas de TGA/DTG.....	61
Figura 24 - Massa calculada de hidróxido de cálcio (CH) entre 424 °C e 475 °C. ....	62
Figura 25 - Massa calculada de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) entre 599 °C e 764 °C.	

.....	63
Figura 26 - Quantificação do cálcio extraído em cimentos pozolânicos a longo prazo	
.....	64
Figura 27 - Análise do agente agressivo em cimentos pozolânicos a longo prazo....	65
Figura 28 - Avanço da lixiviação em cimentos LC <sup>3</sup> .....	66
Figura 29 - Concentração de hidróxido de cálcio lixiviado dos cimentos LC <sup>3</sup> .....	67
Figura 30 - Presença de portlandita na amostra de CP II F .....	69
Figura 31 - Amostra de CII F, a/c 0,55 .....	69
Figura 32 - Amostras lixiviadas A) CP IV aos 105 dias de exposição; B) CP IV aos 56 dias de exposição;.....	70
Figura 33 - Amostra de CP II F aos 0 dias de exposição.....	71

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Processo de hidratação e formação do C-S-H na estrutura da matriz cimentícia .....	18
Tabela 2 - Limites de composição do cimento portland (porcentagem de massa) ....	19
Tabela 3 - Cimentos comerciais brasileiros normatizados.....	32
Tabela 4 - Cimentos LC <sup>3</sup> .....	32
Tabela 5 - Nomenclatura dos cimentos LC <sup>3</sup> estudados.....	40
Tabela 6 - Faixas de temperatura consideradas para avaliação do TG. ....	43

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CaCO<sub>3</sub> – Carbonato de cálcio  
NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> – Nitrato de amônio  
NH<sub>4</sub>Cl – Cloreto de amônio  
ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas  
ASTM – American Society for Testing and Materials  
pH – Potencial hidrogeniônico  
CO<sub>2</sub> – Dióxido de carbônico  
CPs – Corpos de prova  
Mg<sub>2</sub> – Magnésio  
Ca<sub>2</sub> – Cálcio  
OH<sup>-</sup> – Hidroxila  
NaCl – Cloreto de sódio  
EDTA – Ácido etilenodiamino tetra-acético  
NaOH – Hidróxido de sódio  
IPT – Instituto de Pesquisas Tecnológicas  
M – Molar, ou molaridade  
N – Normalidade, ou normal  
C-S-H – Silicato de Cálcio Hidratado  
CH – Portlandita  
AFm – Monossulfo aluminato  
C<sub>4</sub>ACH<sub>12</sub> – Monocarboaluminato  
C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub> – Quarto hidrato de aluminato de cálcio  
DRX – Difractometria de Raios X  
LC3 – Lime Calcined Clay Cement

## Sumário

<b>1.</b>	<b>INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA .....</b>	<b>12</b>
1.1.	HISTÓRICO DA PESQUISA E INCENTIVOS FINANCEIROS .....	13
1.2.	OBJETIVO GERAL.....	15
1.3.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	15
<b>2.</b>	<b>LIXIVIAÇÃO.....</b>	<b>16</b>
2.1.	LIXIVIAÇÃO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS.....	16
2.2.	MEDIÇÃO DA LIXIVIAÇÃO: TITULAÇÃO VOLUMÉTRICA .....	27
<b>3.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>31</b>
3.1.	PROJETO DE EXPERIMENTO.....	31
3.2.	MATERIAIS .....	31
3.2.1.	Cimentos .....	31
3.2.2.	Areia Normal Brasileira.....	33
3.2.3.	Hidróxido de Cálcio .....	33
3.2.4.	Cloreto de Amônio .....	33
3.2.5.	Nitrato de Amônio .....	34
3.2.6.	Resina Epóxi .....	34
3.3.	METODOLOGIA DA LIXIVIAÇÃO .....	34
3.3.1.	Obtenção dos Corpos de Prova (CP's). .....	35
3.3.2.	Preparação da Solução Agressiva.....	40
3.4.	METODOLOGIA DOS ENSAIOS DE CONTROLE E COMPLEMENTARES.....	41
3.4.1.	Ensaio de controle.....	42
3.4.2.	Ensaio de termogravimetria.....	42
3.4.3.	Ensaio complementar – microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	43
3.5.	TITULAÇÃO VOLUMETRICA COM INDICADOR MUREXIDA.....	44
3.5.1.	Coleta das amostras da solução. ....	44
3.5.2.	Materiais.....	45
3.5.3.	Reagentes .....	45
3.5.4.	Método Utilizado Para a Titulação. ....	46
<b>4.</b>	<b>RESULTADOS E ANÁLISES.....</b>	<b>52</b>
4.1.	INFLUÊNCIA DA RELAÇÃO ÁGUA/CIMENTO E SOLUÇÃO LIXIVIANTE EMPREGADA.....	52
4.2.	INFLUÊNCIA DA POZOLANA NO PROCESSO DE LIXIVIAÇÃO .....	55
4.3.	LIXIVIAÇÃO EM CIMENTOS LC <sup>3</sup> .....	65
4.4.	ANÁLISES ENSAIO COMPLEMENTAR.....	68

**5. CONCLUSÕES..... 72**

**REFERÊNCIAS ..... 74**

## 1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Com o avanço de construções eficientes e novas tecnologias que abrangem os materiais e métodos empregados, muito tem se discutido sobre desempenho, eficiência e principalmente durabilidade de estruturas de concreto. Fazendo frente a estes levantamentos é que surgiu a ABNT NBR 15575 (ABNT, 2013) que aborda, principalmente, a questão de durabilidade das edificações, e seu desempenho ao longo de toda a sua vida útil.

A fim de garantir a durabilidade das construções tecnológicas, vem se buscado gerar conhecimento sobre alguns mecanismos que afetam a vida útil das edificações e estruturas, mais precisamente as manifestações patológicas envolvidas em uma construção, dentre elas destaca-se a lixiviação. Segundo NBR 6118 (ABNT, 2018) o processo de lixiviação ocorre quando materiais de matriz cimentícia são expostos a ações de soluções agressivas que dissolvem e carregam os íons de cálcio presentes nos compostos hidratados dos cimentos Portland. Este processo de lixiviação ocorre principalmente em construções que estão em contato direto com esta soluções, um grande exemplo são as usinas hidrelétricas, que estão em contato constante com a ação de águas puras (PATEL *et al.*, 2018). Outro exemplo trata-se de invólucros de concreto para a contenção e descarte de materiais radioativos, os quais possuem grande capacidade de dissolução dos compostos hidratados dos cimentos Portland pois tratam-se geralmente de soluções de baixo pH. (ARRIBAS *et al.*, 2018)

Ao longo dos estudos realizados por Haga *et al.* (2015) observa-se sempre que com o início do processo de lixiviação ocorre um aumento na porosidade cimentícia devido ao carregamento do cálcio presente em seu interior. Com esse aumento na porosidade pode ocorrer uma queda na resistência mecânica a compressão axial. Porém, naturalmente, este processo de degradação demanda muito tempo, décadas. Para estudos em laboratório, este tempo torna-se muito extenso se fazendo necessário a utilização de métodos de aceleração da lixiviação, entre eles a exposição dos componentes cimentícios a soluções agressivas de baixo pH (ARRIBAS *et al.*, 2018). Estudos de lixiviação acelerada estão direcionados para avaliar a perda de resistência mecânica relacionada ao tempo de exposição a solução lixiviante, no entanto, quando se quer relacionar a resistência mecânica a perda de hidróxido de cálcio, é que surge a grande problemática, não existe uma metodologia

específica para quantificar a perda do hidróxido de cálcio extraído da matriz cimentícia durante o processo de lixiviação.

Alguns estudos quantificam através de Termogravimetria, as quantidades de  $\text{CaCO}_3$  presentes nos materiais cimentícios não lixiviados, com os materiais cimentícios submetidos ao processo de lixiviação. Entretanto, nessa análise podem ocorrer inúmeros erros de manipulação, de coleta de amostras e variação no processo de geração dos hidróxidos durante processo de hidratação do cimento Portland.

Levando essas afirmações em conta, é que se observou que o hidróxido de cálcio extraído permanece na solução lixiviante. Tendo isso como base, surgiu a hipótese de que seria possível quantificar de forma mais precisa o hidróxido de cálcio extraído do material cimentício, através de titulação química de uma solução agressiva de baixo PH, podendo assim relacionar a resistência mecânica com a perda de hidróxido de cálcio.

Ao se buscar na bibliografia um método para se quantificar o cálcio presente em soluções lixivantes através de titulação, não se encontrou nenhum estudo que se trata especificamente deste processo. Por esse motivo é que se optou por elaborar um protocolo de coleta e análise química para quantificar o cálcio presente na solução lixiviante de materiais a base de cimento.

## 1.1. HISTÓRICO DA PESQUISA E INCENTIVOS FINANCEIROS

Este estudo tem suas origens em investigações realizadas no programa de pós-graduação da Universidade Federal da Integração Latino-Americana (UNILA), com destaque para a dissertação de mestrado de Cláudio Neumann Junior, publicada em 2019. O objetivo principal dessa pesquisa foi investigar o processo de lixiviação no concreto massa da fundação da Casa de Força da Usina Hidrelétrica de Itaipu Binacional, sendo esta defesa a primazia dos estudos e análises desse fenômeno na comunidade acadêmica da UNILA.

Em continuidade aos estudos de Neumann, foi iniciado um projeto de pesquisa em parceria com o CEASB (Centro Avançado em Soluções para Barragens), CAPES (Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), Itaipu Binacional, Itaipu Parquetec e a UNILA. O objetivo desse projeto foi aprofundar

as análises sobre a degradação de cimentos em ambientes agressivos, fornecendo a base para o desenvolvimento deste estudo. As primeiras investigações sobre o comportamento dos cimentos Portland e LC3 em relação à lixiviação foram fundamentais para a construção da metodologia proposta.

O projeto contou com o apoio financeiro de Itaipu Binacional, Itaipu Parquetec, CEASB, CAPES e UNILA, o que permitiu a aquisição de reagentes, insumos laboratoriais e equipamentos necessários para a realização dos experimentos. Dentre estes apoios, a Itaipu Binacional, por meio de parcerias institucionais, também disponibilizou infraestrutura laboratorial essencial para os ensaios. Além disso, a pesquisa foi beneficiada por programas internos de incentivo à pesquisa da UNILA e por agências de fomento à ciência e tecnologia, garantindo a continuidade dos trabalhos.

Esta parceria permitiu a utilização de equipamentos como o microscópio eletrônico de varredura, o termoanalisador, o difratômetro de raios X, entre outros equipamentos de ponta. Os avanços alcançados ao longo desta pesquisa resultaram em várias publicações e apresentações em eventos acadêmicos. Dentre as principais contribuições, destacam-se artigos publicados em periódicos internacionais, que discutem metodologias de ensaio, o comportamento de diferentes tipos de cimentos frente à lixiviação e estratégias para mitigar esse processo. Os resultados também foram apresentados em eventos significativos, como o Congresso Latino-Americano de Patologia das Construções e o Simpósio Internacional de Durabilidade do Concreto, consolidando a relevância do estudo na comunidade científica.

O protocolo desenvolvido neste trabalho representa uma inovação na quantificação da lixiviação em materiais cimentícios, podendo servir como base para futuras pesquisas, além de contribuir para a normatização de métodos de ensaio voltados à avaliação da resistência de estruturas expostas a ambientes agressivos.

Neste contexto, destaca-se a recente publicação da Prática Recomendada IBRACON "Procedimento de Ensaio de Avaliação da Lixiviação do Concreto" (2024), que fornece diretrizes atualizadas e complementares para a execução de ensaios e interpretação dos resultados. Essa prática recomendada reforça a importância dos avanços alcançados por este estudo e possibilita sua integração aos padrões técnicos nacionais e internacionais. Dessa forma, a pesquisa contribui para a construção de estruturas mais duráveis e sustentáveis.

## 1.2. OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem por objetivo geral elaborar um protocolo de análise química por meio de titulação volumétrica para a quantificação de hidróxido de cálcio presente na solução utilizada no processo de lixiviação acelerada de materiais a base de cimento Portland.

## 1.3. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Verificar a influência da solução empregada no processo de lixiviação acelerada em materiais a base de cimento, analisando as variações ocorrentes na titulação das soluções de nitrato de amônio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) e de cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{CL}$ ).
- b) Analisar a influência dos tipos de cimento empregados na lixiviação acelerada, e qual a variação no processo de titulação da solução lixiviante relacionada.
- c) Analisar a implicações da variação da relação água/cimento no processo de lixiviação acelerada.

## 2. LIXIVIAÇÃO

Desde os avanços tecnológicos e a evolução das construções, muito tem se falado de durabilidade, sendo a NBR 15575 (ABNT, 2013) uma das normativas brasileiras precursoras nas análises de desempenho, aborda a durabilidade como um fator importante para garantir a vida útil. A durabilidade é definida pela norma como sendo o período de tempo no qual o edifício, ou seus sistemas mantêm as suas características funcionais, mantendo também o desempenho esperado, quando submetidos apenas às atividades de manutenção pré-definidas em projeto (ABNT, 2013).

A durabilidade do concreto é tão importante quanto a sua resistência, devendo ser capaz de resistir às condições adversas e intempéries para as quais foi projetado e assim cumprir sua vida útil estabelecida (NEVILE, 2015). Além disso a durabilidade de uma estrutura de concreto depende diretamente da permeabilidade da superfície exposta, a qual deve impedir a entrada de agentes agressivos, como os cloretos, os sulfatos, e as águas puras ou carbonáticas que provocam a lixiviação e demais manifestações patológicas (EFNARC, 2002).

### 2.1. LIXIVIAÇÃO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

A lixiviação é definida pela ABNT NBR 6118 (ABNT, 2014) em seu item 6.3.2.1 como sendo o mecanismo responsável por dissolver e carrear os compostos hidratados da pasta de cimento, entre eles o hidróxido de cálcio, sendo desencadeada pela ação de agentes agressivos (ABNT, 2018).

A lixiviação em materiais cimentícios ocorre quando estes entram em contato com soluções que atuam como solventes (NEUMANN, 2019). O concreto é um material composto por múltiplas fases, incluindo vazios, que consistem em uma mistura de ar e vapor de água concentrados na parte interna da pasta de cimento. A porosidade, definida como a relação entre o volume de vazios e o volume total aparente, varia, em média, de 10% em concretos de alto desempenho a 15% em concretos convencionais após 28 dias de hidratação. Essa porosidade torna os materiais cimentícios suscetíveis à penetração de agentes agressivos, facilitando o

transporte de compostos para o meio exterior por meio dos poros interconectados (OLLIVIER e TORRENTI, 2014).

A simples alteração na composição dos cimentos impacta todas as características dos materiais cimentícios, desde a cinética de hidratação até a composição dos produtos hidratados formados. Essas variações são mais evidentes em cimentos pozolânicos (Lothenbach *et al.*, 2011). Além do aumento das fases AFm, a Portlandita é consumida em idades mais avançadas devido à reação com materiais silicosos ou sílico-aluminosos. Os compostos C-S-H formados a partir de cimentos pozolânicos apresentam menores relações Ca/Si e um maior teor de aluminato incorporado, o que influencia diretamente as propriedades mecânicas e a durabilidade de concretos e argamassas ao interagir com agentes agressivos (Cuesta *et al.*, 2021; Dai *et al.*, 2014). Além disso, a substituição parcial do clínquer por materiais pozolânicos contribui para mitigar os efeitos da lixiviação na matriz cimentícia (GOÑI *et al.*, 2013).

Os cimentos com adição pozolânica possuem hidratação mais lenta em comparação ao cimento comum, mas apresentam vantagens como o aumento do desempenho mecânico e da durabilidade dos materiais cimentícios. No entanto, ainda há muito a ser estudado sobre o comportamento da matriz cimentícia com adição pozolânica quando submetida à lixiviação (ARRIBAS *et al.*, 2018).

De acordo com Gaitero *et al.* (2008), os compostos pozolânicos melhoram o desempenho dos materiais cimentícios contra a lixiviação. Esse efeito ocorre devido à redução da porosidade, que dificulta a penetração de agentes agressivos, e à reação pozolânica, que converte o hidróxido de cálcio (CH) — componente mais suscetível à lixiviação — em C-S-H, tornando a pasta de cimento menos vulnerável à degradação. Além disso, esse processo modifica a estrutura interna do gel C-S-H, aumentando o tamanho das cadeias de silicato e promovendo a estabilização do cálcio na microestrutura da pasta de cimento.

Tabela 1 - Processo de hidratação e formação do C-S-H na estrutura da matriz cimentícia

<b>Cimento Portland</b>	<b>Hidratação</b>	<b>Velocidade de hidratação</b>	<b>Produto hidratado</b>
Convencional	$C_3S + H$	Rápida	C - S - H + CH
Com adição de Pozzolana	Pozzolana + C H + H	Lenta	C - S - H

Fonte: MEHTA & MONTEIRO (2001)

Arribas *et al.* (2018) estudaram a influência da adição pozolânica no cimento através de um processo acelerado de lixiviação, e verificaram que os corpos de prova confeccionados com 20% de adição de carvão ativado tiveram redução na porosidade, conseqüentemente, a redução da resistência à compressão foi menos significativa em comparação aos corpos de prova sem adição pozolânica.

Gaitero *et al.* (2008) estudaram a redução da taxa de lixiviação do hidróxido de cálcio em pastas de cimento devido à adição de nanopartículas de sílica nos corpos de prova. Para isso, utilizaram um método de lixiviação acelerada e chegaram a três principais conclusões sobre os benefícios dessa adição para as propriedades da pasta de cimento.

Primeiramente, observaram que a adição de nanopartículas de sílica reduz a porosidade, influenciando diretamente a resistência e a durabilidade dos materiais cimentícios. Em segundo lugar, verificaram que ocorre a reação pozolânica, impedindo a formação de hidróxido de cálcio, que é suscetível à lixiviação. Por fim, constataram que a estrutura interna do silicato de cálcio hidratado é aprimorada pelo aumento das cadeias de silicato, proporcionando maior estabilização à pasta de cimento (GAITERO *et al.*, 2008).

Jorge (2001) estudou a lixiviação em concreto compactado com rolo (CCR) sob a ação de águas puras, analisando a influência da adição de sílica ativa nesse processo. Para isso, foram moldados corpos de prova de pasta de cimento CP II-F, além de corpos de prova com 90% de cimento CP II-F e 10% de sílica ativa. Os ensaios de lixiviação foram realizados por meio de imersão em água deionizada e percolação de água deionizada em permeâmetro.

Os resultados mostraram que os corpos de prova sem adição de sílica ativa, quando submetidos à percolação, apresentaram uma redução de 18,5% na resistência após quatro meses de lixiviação. Por outro lado, os corpos de prova com sílica ativa tiveram sua permeabilidade reduzida e não apresentaram perda

significativa de resistência após o ensaio de lixiviação por percolação de água deionizada.

A composição do cimento afeta diretamente o processo de lixiviação e em 2018, as proporções de adições nos cimentos brasileiros foram alteradas. Os cimentos utilizados na pesquisa são comerciais e atendem a norma de Cimento Portland - NBR 16697 (ABNT, 2018). As mudanças foram implementadas para alinhar os cimentos brasileiros a padrões normativos internacionais e aos requisitos da Agência Internacional de Energia (IEA) e da Iniciativa pela Sustentabilidade do Cimento (CSI), que visam reduzir as emissões específicas de CO<sub>2</sub> por tonelada de cimento (ABCP, 2019). É importante destacar que as estruturas que apresentam efeitos de lixiviação já possuem mais de 30 anos de exposição. Isso indica que foram construídas com cimentos antigos, antes das atualizações normativas.

Entre as principais alterações, destaca-se o aumento do teor máximo de filler calcário em 15% para o cimento CP II-F e em 5% para os demais cimentos. Além disso, no cimento CP III, o teor máximo de escória de alto-forno foi elevado de 70% para 75%.

Tabela 2 - Limites de composição do cimento portland (porcentagem de massa)

Designação normalizada	Sigla	Classe de resistência	Sufixo	Clínquer + sulfatos de cálcio	Escória granulada de alto-forno	Material pozolânico	Material carbonático
Cimento Portland composto com material pozolânico	CP II-Z	25, 32 ou 40	RS ou BC	71 – 94	0	6 – 14	0 – 15
Cimento Portland composto com material carbonático	CP II-F			75 – 89	0	0	11 – 25
Cimento Portland pozolânico	CP IV			45 – 85	0	15 – 50	0 – 10
Cimento Portland de alta resistência inicial	CP V a	ARI		90 – 100	0	0	0 – 10
a No caso de cimento Portland de alta resistência inicial resistente a sulfatos (CP V-ARI RS), podem ser adicionadas escórias granuladas de alto-forno ou materiais pozolânicos.							

Fonte: Adaptado de: ABNT NBR 16697:2018

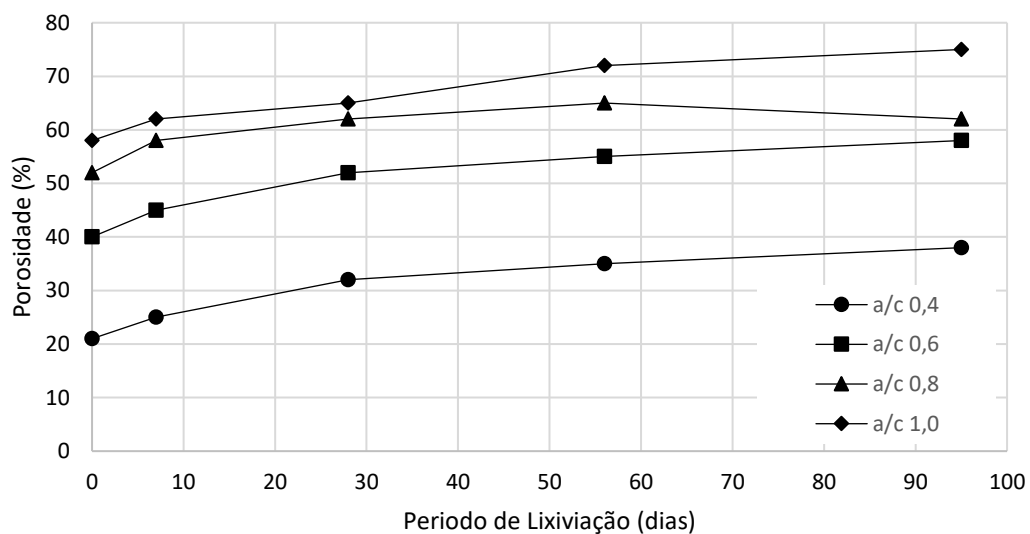
Durante o processo de hidratação do cimento, formam-se grandes cristais de hidróxido de cálcio e etringita na zona de transição, o que aumenta a porosidade e gera microfissuras nessa região. Esse fenômeno torna o material mais suscetível à penetração de agentes agressivos e facilita a lixiviação, pois a solução encontra caminhos que favorecem o transporte de massa (MEHTA; MONTEIRO, 2001).

O mecanismo de degradação na zona de transição é intensificado

devido à elevada porosidade e à alta concentração de Portlandita, um dos compostos mais vulneráveis à dissolução na presença de agentes agressivos. Esses dois fatores aceleram tanto a lixiviação quanto o transporte de material, resultando na perda de coesão na interface entre o agregado e a pasta de cimento (JEBLI *et al.*, 2016).

Além disso, a porosidade dos materiais cimentícios em processo de degradação tende a aumentar ao longo do tempo de exposição aos agentes agressivos, conforme ilustrado na Figura 1 (HAGA *et al.*, 2005).

Figura 1 - Relação do tempo de exposição e a porosidade.



Fonte: Adaptado de (HAGA *et al.*, 2005)

Além das propriedades do concreto citadas por Mehta e Monteiro (2001) e também por Jebli *et al.* (2016), as características da água em contato com o concreto também afetam a velocidade de atuação da lixiviação, como a atuação de águas com baixo pH ou grandes quantidades de CO<sub>2</sub> também aceleram o carreamento de hidróxido de cálcio (EKSTRÖM, 2001).

De acordo com Hu (2020) durante os ensaios de lixiviação observa-se que se trata de um processo de degradação química que compreende dois mecanismos: a dissolução das fases sólidas, principalmente do hidróxido de cálcio, e a difusão dos íons dissolvidos para o exterior. A dissolução das fases sólidas é impulsionada pelo equilíbrio termodinâmico entre a solução de poros e os produtos de hidratação circundantes, enquanto a difusão de íons para fora do material é causada por gradientes de concentração entre a solução externa e a solução de poros da pasta

de cimento (ROSENQVIST *et al.*, 2017; HU, 2020).

Assim sendo, a perda do hidróxido de cálcio pela lixiviação causa um desequilíbrio na microestrutura do material cimentício, pois ele é responsável por manter estáveis os silicatos e aluminatos (BRANDÃO, 1998). Uma das principais consequências ocasionadas pela lixiviação é a perda de resistência mecânica do material cimentício, sendo capaz de colocar em risco a durabilidade de estruturas executadas em concreto, pois a lixiviação completa do hidróxido de cálcio pode causar uma diminuição de até 70% na resistência mecânica dos materiais cimentícios (BABAAHMADI *et al.*, (2015)). Outra consequência gerada pela lixiviação é a redução da reserva alcalina da matriz cimentícia o que proporciona a despassivação da armadura, ocasionada pela redução do pH e aumento da porosidade, esta redução degrada o filme de passivação em estruturas de concreto armado desprotegendo-a da corrosão. Enquanto houver elevada alcalinidade e a concentração de íons despassivantes permanecerem abaixo de certo limite, a corrosão não ocorre (POSSAN *et al.*, 2018; RIBEIRO *et al.*, 2013). A reserva alcalina consiste na quantidade de hidróxido de cálcio e de outros compostos alcalinos presentes em uma matriz cimentícia além do necessário para o desenvolvimento das reações de hidratação. Neste sentido, a reserva alcalina tem a função de retardar o efeito da lixiviação na redução do pH da matriz e, conseqüentemente, o início da corrosão (CASCUDO; HELENE, 2001). Por se tratar de uma manifestação patológica ligada à ação direta da água, as estruturas mais vulneráveis são as que permanecem em contato constante com a mesma, sendo as estruturas hidráulicas, principalmente reservatórios, canais e barragens, as mais afetadas.

Considerando as consequências associadas a aspectos estruturais e estéticos, a lixiviação é um processo de degradação de matrizes à base de cimento que deve ser evitada.

O processo da lixiviação em matrizes bem hidratadas pode ser explicado em três etapas principais: fase inicial, intermediária e final (FENG *et al.*, 2014).

Neste processo de degradação, inicialmente o cálcio sólido da estrutura começa a se dissolver gradualmente devido a diminuição de concentração de íons na solução interna dos poros, estes já dissolvidos migram para a solução agressiva em função do seu contato permanente com a solução, (GAITERO; CAMPILLO; GUERRERO, 2008), (ARRIBAS *et al.*, 2018), (TANG *et al.*, 2018),

Na fase inicial, a dissolução das fases sólidas é impulsionada para o equilíbrio termodinâmico entre a solução dos poros e o ambiente circundante aos produtos de hidratação. A portlandita (CH) e os aluminatos ( $C_4ACH_{12}$  e  $C_4AH_{13}$ ) são os primeiros a serem dissolvidos, pois são os compostos hidratados mais solúveis presentes na matriz cimentícia. A portlandita (CH) só é estável quando a concentração de cálcio na solução dos poros é superior a 20 mmol/l. No caso do silicato de cálcio hidratado (C-S-H), esse valor de equilíbrio pode variar entre 2 e 20 mmol/l, a depender da relação cálcio/silício (GAITERO *et al.*, 2008).

A taxa de lixiviação é determinada pela cinética das reações de neutralização na superfície, dependendo do teor de cimento por unidade de volume do concreto/argamassa, da composição do cimento e da solução. A dissolução e a difusão lenta dos íons de cálcio e hidróxidos resultam em gradientes de concentração dos produtos de hidratação (portlandita, etringita e C-S-H) que diminuem continuamente a partir da área íntegra do material à superfície exposta (ROSENQVIST *et al.*, 2017).

Quando a alcalinidade da pasta de cimento é reduzida, as fases hidratadas começam perder seu equilíbrio termodinâmico, dissolvendo-se na solução presente nos poros da pasta de cimento, de acordo com sua solubilidade. A portlandita (CH) é a primeira fase a ser dissolvida em íons de cálcio ( $Ca^{2+}$ ) e hidroxilas ( $OH^-$ ). Esta dissolução da portlandita começa quando o pH atinge níveis abaixo de 12,5, o que corresponde a uma concentração de íons cálcio de 22 mmol/l (882 mg/l) (BERNER, 1988).

A diluição de íons cálcio, álcalis e hidroxila na água dos poros do concreto causa a dissolução de portlandita (CH) que, em excesso, tampona a solução em relação aos íons cálcio e hidroxila. Enquanto o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) dissolve-se para precipitar com uma relação cálcio/silício mais baixa, levando a uma homogeneização gradual da pasta, a portlandita dissocia-se completamente em íons  $Ca^{2+}$  e  $OH^-$ , deixando um novo poro em seu lugar (GAITERO *et al.*, 2008).

Seguindo o processo, na etapa intermediária, o pH da solução diminui como consequência da dissolução da portlandita, que não pode mais tamponar a solução, gerando o início de uma descalcificação progressiva do gel C-S-H até a completa degradação deste composto, (BERNARD e KAMALI-BERNARD, 2010; GERARD *et al.*, 2012), esta descalcificação ocorre com diferentes valores de pH (8,8 a 10,5) (ROSENQVIST *et al.*, 2017). À medida que a lixiviação progride, a

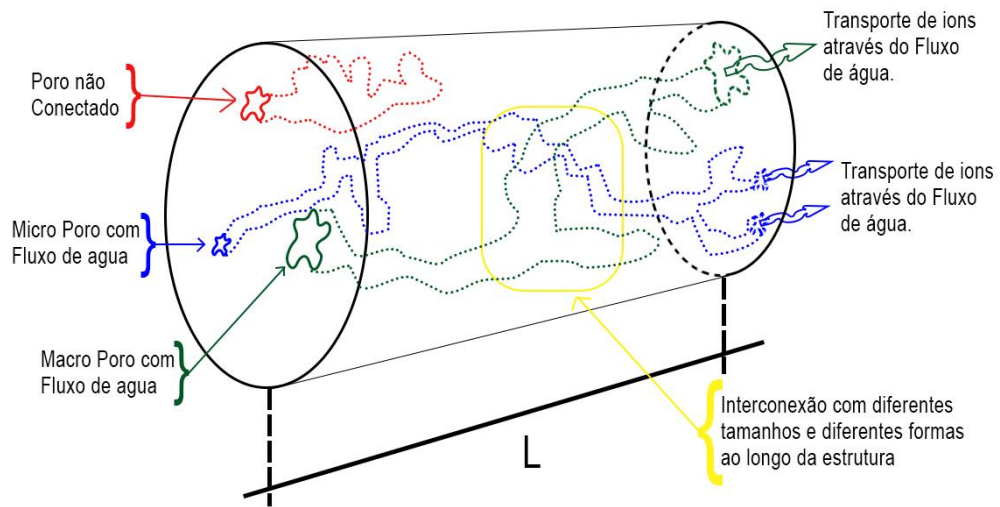
dissolução da portlandita em íons  $\text{Ca}^{2+}$  e em hidroxilas, como consequência da difusão de íons através de poros interligados, este processo leva a um aumento significativo da porosidade, uma vez que a degradação do concreto continua a ocorrer, resultando em um material com menor resistência mecânica e maior permeabilidade (JEBLI *et al.*, 2016) (CHOI *et al.*, 2013).

Na fase final, a maior parte cálcio presente no material cimentício, proveniente dos compostos hidratados, principalmente o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) já foi lixiviada, conferindo ao material um alto índice de vazios e material amorfo, tornando-o fraco e sujeito à desintegração, pois a parte amorfa presente, apresenta alto teor de sílica. (FENG *et al.*, 2014). Neste estágio do processo de lixiviação, o material já está degradado a ponto de que não cumpre mais sua função.

A taxa na qual a lixiviação ocorre depende do fluxo de água e da facilidade de ela penetrar na matriz cimentícia. Analisando o fluxo no processo de lixiviação se observam duas situações extremas: a primeira, na qual o material lixiviado forma uma camada protetora na superfície, na fissura ou nos poros, reduzindo, assim, a continuidade do processo e, a segunda, mais grave, em que nenhuma camada de colmatação é formada ou quando a camada protetora é removida (decorrente de limpeza de superfície, geada, erosão ou similares), permitindo a continuação do processo de lixiviação ao longo do tempo.

Este conceito de transporte do cálcio corresponde ao esquema de fluxo apresentado por Ekstrom (2001) demonstrado na Figura 2, onde este transporte ocorre sob fluxo e pressão de água, no interior do concreto, que possui alta porosidade (EKSTRÖM, 2001). Com a ação dos fluxos de lixiviação e extração de cálcio, ao longo do tempo está porosidade aumenta proporcionalmente à raiz quadrada do tempo e, em consequência disso, a perda de cálcio da matriz cimentícia também segue a mesma proporção. Isto pode ser facilmente explicado pelo fato de que o coeficiente de fluxo segue uma função exponencial com a porosidade (MAINGUY *et al.*, 2000).

Figura 2 - Transporte de íons sob fluxo de água, no interior de uma estrutura.



Fonte: Adaptado de Ekstrom (2001)

O processo de lixiviação é relativamente acelerado no começo, porém sua cinética é geralmente lenta (ROSENQVIST *et al.*, 2017). Com isso, o seu avanço ocorre com a velocidade de poucos milímetros em centenas de anos sob condições naturais, sendo necessários alguns anos para estudar o fenômeno (PHUNG *et al.*, 2016), Para o conhecimento do fenômeno em condições naturais podem ser analisadas algumas estruturas monitoradas metodicamente, como barragens, e estruturas hidráulicas já que estas podem fornecer uma gama de dados reais ao longo de suas vidas úteis (NEUMANN JUNIOR, *et al.*, 2021). No entanto, quando se pretende realizar novos estudos em laboratório os processos acelerados se tornam necessários, proporcionando uma obtenção de dados em um período mais curto de tempo.

Levando em consideração a necessidade de obtenção de dados laboratoriais acelerados e fidedignos com a realidade, alguns pesquisadores ao longo dos anos desenvolveram métodos de ensaio, os quais já estão consolidados, dentre os quais podem ser destacados os ensaios por imersão em água deionizada, dos pesquisadores Goñi *et al.* (2015) que verificaram a lixiviação de íons de cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) em corpos de prova prismáticos (1 x 1 x 6 cm). O ensaio foi realizado após 28 dias de cura dos corpos de prova, utilizando água deionizada com uma condutividade inferior a 5  $\mu\text{Ohms/cm}$ , pH igual a 6 e temperatura de 20°C, durante o processo de lixiviação.

As amostras foram imersas na água deionizada durante 90 dias. Os resultados de lixiviação indicaram que a concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  no material lixiviado é baixa, evidenciando a baixa agressividade da água deionizada quando comparada às demais soluções, de baixo pH. Segundo os autores, a baixa concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  no material lixiviado se deveu ao elevado pH da pasta de cimento, que aumentou o pH da água deionizada, diminuindo a taxa de lixiviação ao longo do tempo.

Ao analisar os métodos que utilizam as soluções agressivas de baixo pH, destacam-se os ensaios com as soluções de nitrato de amônio, de cloreto de amônio ou cloreto de potássio, estas são amplamente estudadas por serem considerados os processos mais rápidos e eficazes (ARRIBAS *et al.*, 2018). Dentre os métodos de utilização destas soluções destacam-se alguns autores como Arribas *et al.* (2018) que realizaram estudos, utilizando solução de nitrato de amônio para realizar lixiviação acelerada. O ensaio de lixiviação foi realizado após os 28 dias de cura dos corpos de prova em solução saturada de cal. Em seguida, foi realizada a imersão das amostras em uma solução de nitrato de amônio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) com concentração igual a 6 mol/l, por apenas 21 dias, não havendo a substituição da solução agressiva durante todo o processo. Apesar do curto período do ensaio, foi possível obter conclusões satisfatórias a respeito do processo de lixiviação estudado. Assim também Choi e Yang (2013) utilizaram metodologia semelhante, alterando a concentração de solução de nitrato de amônia [6M] e analisando durante 90 dias.

Song *et al.* (2017) basearam seus estudos sobre lixiviação acelerada na utilização da solução agressiva de cloreto de amônio. Apesar de ser um método acelerado, este apresenta resposta mais lenta que o ensaio em solução de nitrato de amônio. O ensaio de lixiviação foi realizado após os 28 dias de cura dos corpos de prova, utilizando a imersão das amostras em uma solução de cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) com concentração de 1 mol/l, durante 140 dias.

Tang *et al.* (2018) realizaram ensaios de lixiviação acelerada em três diferentes meios. Os corpos de prova foram submetidos a soluções de cloreto de sódio [1M], cloreto de amônio [1M] e a mistura de cloreto de sódio [1M] e nitrato de amônio [3M]. As amostras de pastas foram curadas durante 28 dias e, posteriormente, cortadas em cubos, com aresta igual a 4 cm. As quatro faces adjacentes dos corpos de prova foram seladas com resina epóxi e as duas faces opostas ficaram sem revestimento para que a lixiviação ocorresse a partir dessas superfícies. Os corpos de prova foram ensaiados após 10, 20, 30, 40, 50 e 60 dias de imersão. Os resultados

mostraram que a solução de cloreto de sódio [1M] não foi suficientemente agressiva. Os corpos de prova imersos nas demais soluções apresentaram profundidades degradadas por lixiviação mais expressivas. As amostras submetidas à solução composta por cloreto de sódio e nitrato de amônio apresentaram lixiviação três vezes mais rápida que as submetidas à solução de cloreto de amônio, indicando a melhor eficiência da utilização de nitrato de amônio como reagente para solução agressiva de baixo pH para ensaios acelerados de degradação de materiais cimentícios por lixiviação (TANG *et al.*, 2018)

Além dos métodos de imersão destacam-se a utilização dos métodos de aplicação de diferença de potencial elétrico, os quais utilizam a teoria eletroquímica, que quando um gradiente de potencial elétrico é aplicado a um eletrólito, os cátions migrarão para o cátodo e os ânions para o ânodo. Saito *et al.* (1992) utilizaram de método semelhante ao proposto pela ASTM C1202 (ASTM, 2019), posicionando as amostras cimentícias entre as células anódicas e catódicas. Após a fixação das células, foi colocada água destilada e deionizada nas células anódica (onde ficam os eletrodos de polos positivos) e catódica (onde ficam os eletrodos de polos negativos). No início do ensaio, a água foi renovada diariamente e, após o décimo dia, a renovação foi realizada a cada 10 dias. Em todos os dias foram coletadas amostras da água para determinar a quantidade de  $\text{Ca}^{2+}$  dissolvido. As soluções foram analisadas por meio de absorção atômica para determinar a quantidade de cálcio lixiviado. O pH e a condutividade elétrica da solução também foram monitorados. As amostras foram avaliadas visualmente após 48, 92 e 290 dias do início do ensaio para observar as condições superficiais e examinar mudanças em constituintes hidratados de cimento por difração de raios-X (DRX) e análises químicas dos compostos presentes na água e na célula catódica.

Poucos estudos utilizaram o permeâmetro para o estudo da lixiviação, apesar de Ekström (2001) ter verificado que o processo de lixiviação dos compostos hidratados do cimento é determinado pela permeabilidade do concreto, associada ao fluxo de água e carreamento dos compostos lixiviados. No entanto, apesar deste método ser adequado para este estudo, o grande aparato necessário para sua execução, além do longo tempo de ensaio, quando comparados aos demais métodos, o torna desvantajoso para as análises a curto prazo.

Jorge (2001) analisou a influência da pressão de água na lixiviação do concreto. O procedimento de ensaio consiste na avaliação da percolação de água

deionizada em corpos de prova por meio do ensaio de permeabilidade à água sob pressão, conforme norma NBR 10786 (ABNT, 2013). Foi verificada a percolação do fluido e, após 125 dias de ensaio, os corpos de prova foram ensaiados à compressão axial, juntamente com corpos de prova de referência.

Ekström (2001) também utilizou a passagem de água pressurizada através de corpos de prova, introduzindo um fluxo de água deionizada nas amostras, com o intuito de descrever o processo de lixiviação ao longo do tempo. No experimento, o autor verificou o aumento da permeabilidade ao longo dos primeiros meses devido ao carregamento de hidróxido de cálcio, criando caminhos preferenciais para a água. Após oito meses de ensaio, a permeabilidade foi reduzida devido ao fechamento dos poros pelo hidróxido de cálcio carregado e, a partir do fechamento de caminhos preferenciais, o fluxo de água encontrou novos caminhos, degradando o concreto de forma mais intensa.

Analisando os métodos e com base nos conceitos de dissolução e transporte dos compostos hidratados do cimento, é que se observou que existem dois métodos bem conceituados de ensaios acelerados de lixiviação. O primeiro é mais conhecido e consiste em utilizar uma solução agressiva de baixo pH, como a solução de nitrato de amônio, de cloreto de amônio ou água deionizada para dissolver o hidróxido de cálcio, sendo este processo mais rápido e eficaz (ARRIBAS *et al.*, 2018). Já o outro método é o menos utilizado e se trata do ensaio de diferença de potencial elétrico o qual consiste na aplicação de um forte campo elétrico nos corpos de prova, fazendo com que ocorra a migração de íons de cálcio e ocasionando uma diminuição e dissolução de componentes hidratados do cimento (SAITO *et al.*, 1992).

## 2.2. MEDIÇÃO DA LIXIVIAÇÃO: TITULAÇÃO VOLUMÉTRICA

Alguns estudos analisam a perda de cálcio em uma determinada matriz cimentícia, através da Termogravimetria, porém nessa análise podem ocorrer inúmeros erros, de manipulação, de coleta de amostras e variação no processo de geração dos hidróxidos durante processo de hidratação do cimento Portland, estes erros ocorrem principalmente porque ao se analisarem as amostras, estas foram coletadas de regiões distintas de uma mesma matriz cimentícia, em proporções distintas de lixiviação.

Levando essas afirmações em conta e, com base no conceito de transporte por fluxo de EKSTRÖM (2001), pode-se pressupor que o hidróxido de cálcio extraído permanece na solução lixiviante. A partir disso, a hipótese existente é de que seria possível quantificar de forma mais precisa o hidróxido de cálcio extraído do material cimentício através de titulação química da solução agressiva de baixo pH, podendo assim relacionar a resistência mecânica à perda de cálcio (ROZIÈRE *et al.*, 2009).

A bibliografia existente não aponta uma metodologia para a quantificação do hidróxido de cálcio presente em soluções lixiviantes. Dessa maneira, existe a necessidade de determinar um protocolo de coleta e análise química, permitindo a quantificação do cálcio presente na solução agressiva.

Com base em análises químicas gerais encontrou-se uma metodologia possível de ser testada, sendo muito mais precisa para a quantificação do hidróxido de cálcio presente na solução, a titulação química. A titulação química é um dos procedimentos analíticos mais exatos, sendo amplamente utilizadas para determinar ácidos, bases, oxidantes, redutores, íons metálicos entre tantas outras substâncias. Tal determinação consiste na reação de um analito, com um reagente titulante, sendo quantificado o volume do reagente empregado para atingir a equivalência química relacionada à quantidade de analito presente na solução. Em qualquer titulação, o ponto de equivalência química é verificado pela mudança de coloração de um indicador (FERREIRA; RIBEIRO, 2012).

A titulação volumétrica é um dos procedimentos mais utilizados pois analisa a medida de volume de uma solução de concentração conhecida necessária para reagir completamente com a solução lixiviante. Por se tratar de uma análise precisa e volumétrica, esta titulação é realizada pela lenta adição de um reagente padronizado a uma solução de analito até que a reação química entre os dois seja completamente complexada (WEST; SKOOG, 1976).

SKOOG (1976), afirma que o ponto de equivalência que é buscado durante o processo de titulação pode ser determinado pelas variações ocorridas nos indicadores, em que principalmente apresentam variação na sua coloração, tanto pela variação do pH da solução, quanto quando um dos compostos do analito são completamente complexados garantindo assim uma precisão na determinação do ponto de equivalência da solução.

Para titulações de componentes como o cálcio, o indicador utilizado

deve apresentar grande sensibilidade com relação ao íon metálico. O grupo de indicadores mais adequado para este processo são os metlocromicos, pois garantem que a mudança de coloração ocorra o mais próximo possível do ponto de equivalência, sendo o negro de Eriocromo T e a Murexida exemplos de indicadores desse grupo (FERREIRA E RIBEIRO, 2012).

O Negro de Eriocromo T é um dos indicadores mais utilizados para determinar o ponto de equivalência na titulação de  $Mg_2$  e  $Ca_2$  presentes em analitos com pH igual a 10, sendo ideal para a titulação do magnésio, mas totalmente insatisfatório para a quantificação do cálcio, pois forma quelatos muito facilmente com o magnésio. Portanto em uma solução aonde os dois compostos estejam presentes, os mesmos tendem a se ligar e complexar com o magnésio (WEST; SKOOG, 1976).

A Murexida é um indicador amplamente utilizado em titulações complexométricas para a determinação de íons cálcio ( $Ca^{2+}$ ) em soluções aquosas. Em meio alcalino, especialmente em pH próximo a 12, a Murexida forma um complexo rosa com os íons cálcio presentes na solução. Um dos reagentes mais indicados para a titulação do cálcio é o EDTA (ácido etilenodiamino tetra-acético) pois possui uma grande eficiência em minimizar ou eliminar a interferência de silicato, fosfato e sulfato na determinação de cálcio (WEST; SKOOG, 1976).

Durante a titulação com EDTA (ácido etilenodiamino tetra-acético), este se liga preferencialmente aos íons cálcio, resultando na liberação da Murexida livre, que apresenta uma coloração roxa. Essa mudança de cor de rosa para roxo indica o ponto final da titulação, permitindo a quantificação precisa do cálcio na amostra. (RAIJ, 1966). Para tal determinação, tendo o EDTA como titulante, é preciso um bom indicador que deve apresentar os seguintes requisitos apresentados por FERREIRA (2012).

- (I) a solução deve apresentar coloração quando praticamente todo o íon metálico estiver complexado pelo EDTA;*
- (II) deve ser seletivo;*
- (III) o complexo do metal com o indicador deve ser menos estável do que com o EDTA, sendo que o deslocamento do equilíbrio metalindicador para o metal-EDTA deve ser rápido e nítido;*
- (IV) o indicador deve ser muito sensível aos íons metálicos;*
- (V) o indicador deve possuir as propriedades apresentadas acima no intervalo de pH em que é feita a titulação*

A NBR NM 11-1 (ABNT, 2012) propõe que para análise do cálcio seja feita previamente uma padronização do ponto final de titulação com EDTA- $\text{Na}_2$ , utilizando-se a Murexida como indicador e ajustando-se o pH para 12,5 com NaOH (SILVA, 2019). A Murexida (ou purpurato de amônio) é uma substância bastante conhecida e comumente utilizada como indicador para análise de metais em compleximetria (GALO; COLOMBO, 2009).

Sendo assim, Raij (1966) propõe uma titulação de cálcio utilizando o EDTA (ácido etilenodiamino tetra-acético), a um pH maior que 12, empregando como indicador a Murexida. Em outros estudos mais avançados pode-se verificar a mesma descrição na normativa L5.173, (COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2016) que também aborda determinação de cálcio pelo método titulométrico do EDTA (TORIBARA; KOVAL, 1961).

A padronização de um protocolo para a quantificação do cálcio extraído pelo processo de lixiviação é essencial para assegurar a reprodutibilidade e a comparabilidade dos ensaios realizados em distintos laboratórios. Apesar da ausência de um método normatizado especificamente voltado para a lixiviação, a titulação volumétrica com EDTA e Murexida se destaca como uma técnica amplamente consolidada para a determinação de cálcio. Além disso, os ensaios acelerados de lixiviação vêm demonstrando elevada eficiência em análises comparativas, possibilitando uma avaliação mais precisa do fenômeno. Assim, a adoção de um protocolo padronizado contribuiria significativamente para a confiabilidade dos resultados obtidos, fomentando uma base científica mais robusta para estudos sobre a durabilidade e o desempenho das estruturas de concreto.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Para melhor compreender os processos empregados na execução destes procedimentos optou-se por subdividi-los em etapas, sendo a primeira o procedimento para a execução do processo de lixiviação e para a obtenção das amostras de solução lixiviante, e posteriormente a descrição da metodologia empregada para a realização da titulação volumétrica.

#### 3.1. PROJETO DE EXPERIMENTO

O processo de lixiviação consiste em submeter corpos de prova (CPs) de argamassa, confeccionados com os cimentos Portland, à ação das soluções agressivas de baixo pH, por tempos pré estabelecidos, o ensaio inicia com a exposição a solução agressiva, o tempo “0” é a argamassa sem contato com a solução agressiva. As datas propostas de ensaio são 1, 3, 7, e 21 dias para as campanhas de análise da influência da relação água cimento (a/c), bem como da variação do tipo de cimento. Já para as análises de comportamento dos cimentos com adição de pozolana, a longo prazo de exposição ao agente agressivo determinou-se as datas de 0, como referência, 28, 56, 90 e 105 dias de exposição.

#### 3.2. MATERIAIS

Os materiais que foram utilizados na pesquisa são: cimentos, areia normal brasileira, cal hidratada, cloreto de amônio, nitrato de amônio, resina epóxi e água.

##### 3.2.1. Cimentos

Os cimentos utilizados na pesquisa foram os cimentos comerciais brasileiros os quais atendem a norma de Cimento Portland, ABNT NBR 16697:2018 - Cimento Portland - Requisitos, e estão relacionados na Tabela 3, além dos cimentos

convencionais os cimentos LC3, desenvolvidos pelo programa de pós graduação da universidade federal da integração latino-americana, os quais foram desenvolvidos e analisados para as dissertações das mestras Dalila Sella, e Raquel Dias, as quais abordaram e caracterizaram os cimentos LC<sup>3</sup> frente a produção, ensaios de resistência, composição mineralógica e análise de eficiência frente a captura de CO<sub>2</sub> também foram empregados neste trabalho..

Tabela 3 - Cimentos comerciais brasileiros normatizados

Designação normalizada	Sigla	Classe de resistência	Sufixo	Clínquer + sulfatos de cálcio (%)	Escória granulada de alto-forno (%)	Material pozolânico (%)	Material carbonático (%)
Cimento Portland composto com material pozolânico	CP II-Z	25, 32 ou 40	RS ou BC	71 – 94	0	6 – 14	0 – 15
Cimento Portland composto com material carbonático	CP II-F			75 – 89	0	0	11 – 25
Cimento Portland pozolânico	CP IV			45 – 85	0	15 – 50	0 – 10
Cimento Portland de alta resistência inicial	CP V a	ARI		90 – 100	0	0	0 – 10

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

Fonte: Adaptado de: ABNT NBR 16697:2018)

Tabela 4 - Cimentos LC<sup>3</sup>

Designação normalizada	Sigla	Moagem			Clínquer + sulfatos de cálcio (%)	Gipsita (%)	Argila Calcificada (%)	Material carbonático (%)
		Clínquer	Argila calcinada	Material Carbonático				
O cimento OPC é equivalente ao CP I da NBR 16697/2018	OPC	12	-	-	96,5	3,5	0	0
LC3 - UNB	LC3 - B	Sem Dados			50	5	30	15
LC3 8-6-12	LC3	8	6	12	50	5	30	15
LC3 12-6-12	LC3	12	6	12	50	5	30	15
LC3 18-6-12	LC3	18	6	12	50	5	30	15

Fonte: Autoral (2025)

### 3.2.2. Areia Normal Brasileira

A areia utilizada é a areia normal brasileira, material padronizado para ensaios de pasta de cimento utilizado nos laboratórios de materiais. Se utilizou as frações de 16, 30, 50 e 100 e suas características são definidas pela norma NBR 7215: 2019 Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. A produção e fornecimento deste material é feita pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), de acordo com o estabelecido na NBR 7214:2019 - Areia normal para ensaio de cimento (ABNT, 2019).

### 3.2.3. Hidróxido de Cálcio

O hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) foi empregado exclusivamente para preparar uma solução saturada de cal, utilizada no processo de cura dos corpos de prova. Destaca-se a relevância dessa saturação, uma vez que ela impede o início do processo de lixiviação durante a cura, garantindo a integridade das amostras e a confiabilidade dos resultados experimentais. O material utilizado tem como características ser uma cal hidratada dolomítica CH III e atender aos requisitos técnicos da norma ABNT NBR 7175:2003 - Cal hidratada para argamassas – Requisitos.

### 3.2.4. Cloreto de Amônio

O cloreto de amônio é um dos reagentes utilizados para as soluções agressivas na lixiviação acelerada. O composto químico é inorgânico, possui fórmula química  $\text{NH}_4\text{Cl}$  com peso molecular 53,49 g/mol e tem grande solubilidade em água, possibilitando obter soluções de cloreto de amônio com baixo pH.

### 3.2.5. Nitrato de Amônio

O nitrato de amônio, assim como o cloreto de amônio, é um dos reagentes utilizados nas soluções agressivas para lixiviação acelerada. O composto químico também é inorgânico, possui fórmula química  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  com peso molecular 80,04 g/mol.

### 3.2.6. Resina Epóxi

Foi utilizada a resina epóxi transparente 2001 (0,670 Kg) com Endurecedor 3154 (0,330 Kg), da marca Redelease, que é um sistema epoxídico indicado para ser usado em formulações isentas de solventes e que necessitem de boa retenção de cores.

## 3.3. METODOLOGIA DA LIXIVIAÇÃO

Os métodos adotados nesta pesquisa foram fundamentados em experimentos previamente conduzidos, servindo como referência para a estruturação das análises e a validação dos procedimentos experimentais. Dentre os estudos que embasaram esta investigação, destacam-se:

- **DIAS, R. P.; DOS SANTOS, A. C. P.; GOULART, P. G.** *Proceso de lixiviación en pastas y morteros fabricados a partir de cementos brasileños. XIV simposio de investigación en sistemas constructivos, computacionales y arquitectónicos, 2021, Gomes Palacios no Mexico. Actas del XIV simposio de investigación en sistemas constructivos, computacionales y arquitectónicos. Durango: UJED, 2021. v. 1. Este estudo explorou os mecanismos de lixiviação em pastas e argamassas fabricadas com cimentos brasileiros, contribuindo para o entendimento dos fenômenos de degradação associados.*
- **BETANCOURT CHAVEZ, J. R.; GOULART, P. G.; DIAS, R. P.; DOS SANTOS, A. C. P.; SOTO, J. R.** *Leaching Process in Paste and Mortars Manufactured from Brazilian Cements. International Journal of Innovative Science, Engineering & Technology, v. 09, p. 42-49, 2022. Este artigo apresenta uma abordagem aprofundada sobre o processo de lixiviação em diferentes composições de pastas e argamassas à base de cimento Portland brasileiro.*

- **DOS SANTOS, A. C. P.; GOULART, P. G.; DIAS, R. P.** *Caracterização do comportamento de pastas e argamassas de cimentos Portland durante o processo de lixiviação acelerada. Apresentado no Congresso Latino-Americano de Patologia de Construção, edição online de 2021, este trabalho investiga a degradação acelerada de materiais cimentícios sob influência do fenômeno de lixiviação, permitindo uma análise detalhada dos impactos na durabilidade das estruturas.*
- **ALMEIDA, F. do C. R.; FARIA, É. F. de; GOULART, P. G.; MEIRA, G. R.; NEUMANN JR, C.; POSSAN, E.; RIBEIRO, D. V.; SANTANA, H. A.; SANTOS, A. C. P. dos.** *Prática Recomendada IBRACON: Procedimento de Ensaio de Avaliação da Lixiviação do Concreto. 1. ed. São Paulo: IBRACON, 2024. 36 p. ISBN 978-65-89675-29-7. Esta Prática recomendada, foi elaborada com a pesquisa deste estudo, e esta padroniza o procedimento de ensaio de lixiviação.*
- **DOS SANTOS, A. C. P.; GOULART, P.G.** *Estudo dos efeitos da lixiviação de cal no concreto: procedimento de ensaio. Relatório de pesquisa. Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território. Universidade Federal da Integração Latino-Americana, 2023. Relatório do avanço da pesquisa de lixiviação, com a elaboração da base do procedimento de ensaio de quantificação de cálcio presente na solução lixiviante.*

Essas pesquisas forneceram subsídios essenciais para a condução dos experimentos descritos neste estudo, permitindo a comparação de resultados e contribuindo para uma compreensão mais ampla dos efeitos da lixiviação em materiais cimentícios.

### 3.3.1. Obtenção dos Corpos de Prova (CP's).

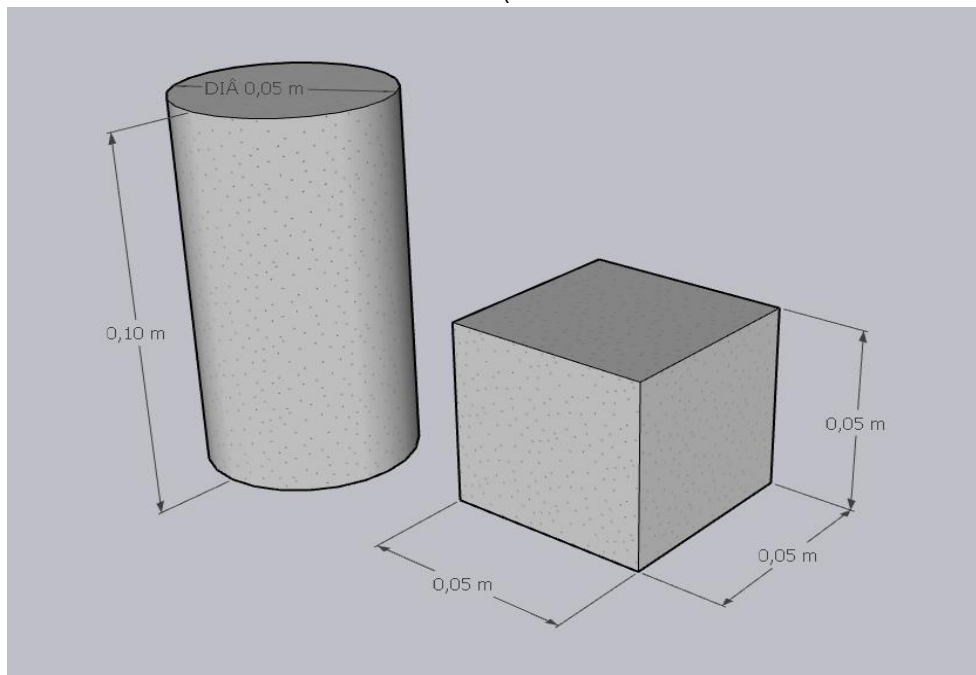
Durante o desenvolvimento do procedimento se realizou ensaios com o intuito de compreender as nuances das variáveis empregadas nos materiais cimentícios expostos às ações de lixiviação, destes procedimentos se analisou alguns parâmetros, sendo o primeiro a influência da relação água cimento e da solução lixiviante empregada, em seguida a influência da pozolana no processo de lixiviação, e essa influência analisada a curta e longa exposição ao agente agressivo. Por último se observou o efeito da pozolana de origem argilomineral local empregada na produção de cimentos LC<sup>3</sup>, para todas estas etapas, a obtenção dos CPs está descrita a seguir.

### 3.3.1.1. *Influência da Relação Água/Cimento e Solução Lixiviante Empregada.*

Para a execução desta etapa foram realizadas 3 dosagens para cada solução agressiva, com cimento CP V – ARI e a areia normal do IPT, na proporção de 1:3, variando a relação a/c em 0,50, 0,55 e 0,60.

No total foram produzidos 90 corpos de prova cilíndricos (5 x 10 cm) e 30 cúbicos (5 x 5 x 5 cm) conforme Figura 3, sendo 30 corpos de prova cilíndricos e 10 corpos de prova cúbicos para cada dosagem. As amostras foram moldadas de acordo com as recomendações da ABNT NBR 7215:2019.

Figura 3 - Corpos de prova moldados cilíndricos (5 x 10 cm) e cúbicos (5 x 5 x 5



Fonte: Autoral (2025)

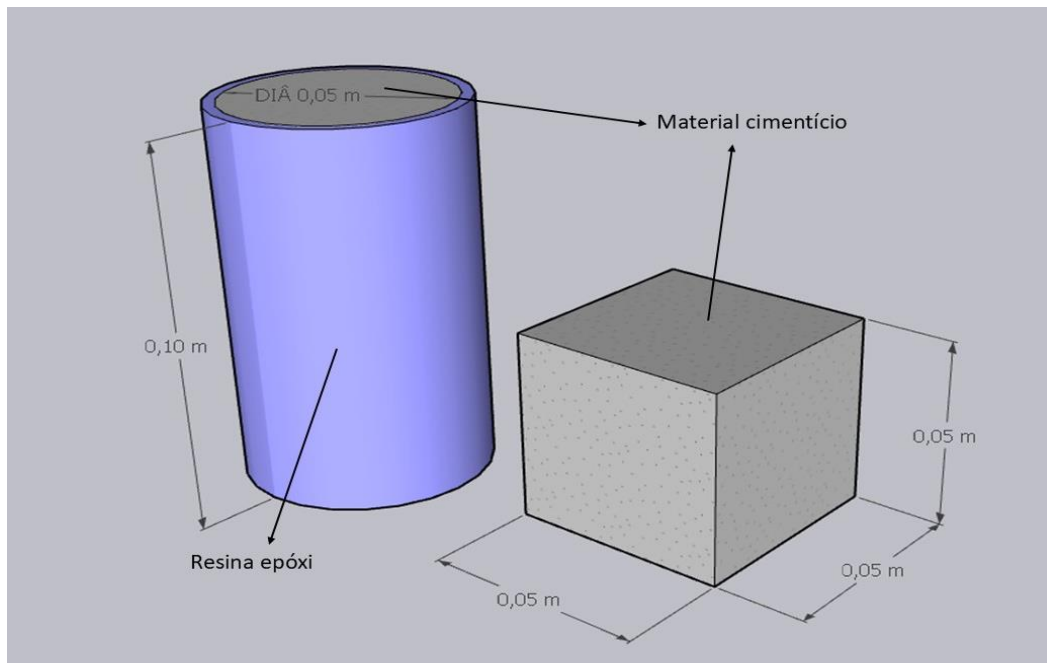
Após a moldagem, os corpos de prova foram curados em câmara úmida durante 24 horas à temperatura ambiente dentro das fôrmas, e posteriormente desmoldados. Em seguida, foram colocados em cura por mais 135 dias, por meio de imersão em solução de hidróxido de cálcio (cal hidratada) saturada em água, para evitar a perda de cálcio dos corpos de prova. Cada dosagem foi colocada em imersão separadamente dentro de caixas plásticas individuais.

O período de cura prolongado foi adotado com o objetivo de garantir uma hidratação mais eficiente das amostras, assegurando que os corpos de prova

atingissem um estado adequado para a realização dos ensaios subsequentes. Inicialmente, o planejamento da pesquisa previa um tempo de cura de 90 dias; entretanto, imprevistos decorrentes da pandemia de COVID-19 impossibilitaram a continuidade dos experimentos dentro do prazo estabelecido. Como resultado, os corpos de prova permaneceram submersos na solução de cura até que fosse possível retomar os ensaios de lixiviação acelerada.

Após a finalização do período de 136 dias de cura, os corpos de prova foram devidamente identificados para garantir o rastreamento dos dados experimentais. Em seguida, deu-se início ao ensaio de lixiviação acelerada, no qual medidas específicas foram adotadas para controlar as condições experimentais. Os corpos de prova cilíndricos tiveram suas superfícies laterais impermeabilizadas com resina epóxi, de modo a restringir a lixiviação às superfícies axiais opostas, garantindo um controle mais preciso do fenômeno estudado. Por outro lado, os corpos de prova cúbicos permaneceram sem revestimento, permitindo que a solução agressiva atuasse em todas as faces simultaneamente, possibilitando uma análise mais abrangente dos efeitos da lixiviação. A Figura 4 ilustra a configuração dos corpos de prova e as condições do ensaio.

Figura 4 - Preparação dos corpos de prova para o início do ensaio de lixiviação



Fonte: Autoral (2025)

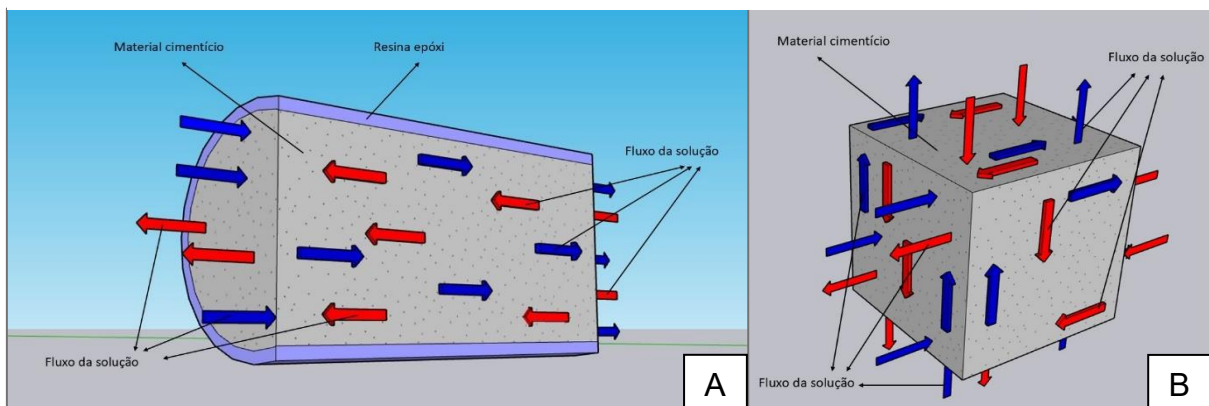
### 3.3.1.2. Influência da Pozolana no Processo de Lixiviação.

Para a compreensão desta etapa foram preparadas argamassas com traço 1 : 3 : 0.55 e moldados 15 CPs cilíndricos (5 cm de diâmetro × 10 cm de altura) padronizados de acordo com o ensaio de resistência à compressão (ABNT, 2019) o qual foi utilizado para a coleta de material para os ensaios de termogravimetria; e 5 CPs cúbicos de 125 cm<sup>3</sup> (5 × 5 × 5 cm) para a medição do avanço da lixiviação.

Após a moldagem, todos os CPs permaneceram dentro dos moldes por 24 horas e depois foram submetidos a 270 dias de cura úmida em um tanque de imersão de água saturada com cal hidratada para evitar a perda de cálcio para o meio, o ensaio de lixiviação acelerada não é normatizado e o protocolo estabelecido inicialmente foi de uma cura de 90 dias, garantindo estado avançado das reações pozolânicas. Em virtude da impossibilidade de acesso aos laboratórios ocasionada pela pandemia do COVID-19, os CPs permaneceram por mais tempo em cura.

Após a conclusão do período de 270 dias de cura úmida, os corpos de prova foram lavados para remover o excesso de cal aderido à sua superfície. Em seguida, foram mantidos em temperatura ambiente por 24 horas, permitindo a secagem superficial visível. Após esse processo, as laterais dos corpos de prova cilíndricos foram impermeabilizadas com resina, de modo a restringir a lixiviação apenas à direção axial. Por outro lado, os corpos de prova cúbicos permaneceram sem qualquer tipo de impermeabilização, permitindo a atuação da solução agressiva em todas as suas faces. A Figura 5 ilustra a configuração dos corpos de prova, enquanto a Figura 6 apresenta o processo de secagem da resina.

Figura 5 - Sentido do fluxo da solução nos corpos de prova, sendo:  
A) Corpos de prova cilíndricos B) Corpos de prova cúbicos.



Fonte: Autoral (2025)

Após 24 horas do processo de resinagem, os CPs cilíndricos foram retificados para remover eventuais imperfeições que pudessem interferir no ensaio de resistência à compressão axial (ABNT, 2019).

Figura 6 - Processo de resinagem dos CPs cilíndricos



Fonte: Autoral (2025).

### 3.3.1.3. Lixiviação em cimentos LC<sup>3</sup>.

O processo de lixiviação acelerada dos cimentos LC<sup>3</sup> teve como objetivo analisar diferentes composições cimentícias, incluindo aquelas desenvolvidas no âmbito do programa de pós-graduação da Universidade Federal da Integração Latino-Americana (UNILA), em estudos conduzidos pelos mestres Dalila Sella e Raquel Pedroso Dias, além de amostras de cimentos LC<sup>3</sup> cedidas por outros pesquisadores.

Para uma abordagem abrangente do fenômeno de degradação, o estudo foi estruturado em três ensaios fundamentais, voltados para a obtenção de dados significativos sobre o comportamento dos materiais frente à lixiviação. As análises foram realizadas a partir da produção de argamassas utilizando os cimentos LC<sup>3</sup> 18-6-12, LC<sup>3</sup> 12-6-12, LC<sup>3</sup> 8-6-12, LC<sup>3</sup>-B, OPC-12 e o cimento de referência CPV-ARI. No total, foram moldados 21 corpos de prova para cada tipo de cimento, resultando em uma amostragem de 126 corpos de prova.

Tabela 5 - Nomenclatura dos cimentos LC<sup>3</sup> estudados.

<b>Cimento</b>	<b>Descrição</b>
OPC-12	Cimento convencional com a granulometria intermediária de clínquer
LC <sup>3</sup> -08-6-12	Cimento LC <sup>3</sup> com granulometria mais fina de clínquer, mais fina de argila calcinada e menos fina de calcário
LC <sup>3</sup> -12-6-12	Cimento LC <sup>3</sup> com granulometria intermediária de clínquer, mais fina de argila calcinada e menos fina de calcário
LC <sup>3</sup> -18-6-12	Cimento LC <sup>3</sup> com granulometria menos fina de clínquer, mais fina de argila calcinada e menos fina de calcário
CPV-ARI	Cimento comercial convencional
LC <sup>3</sup> -B	Cimento LC <sup>3</sup> produzido pela UNB, com granulometria intermediária de clínquer, mais fina de argila calcinada e menos fina de calcário

Fonte: Adaptado de DIAS (2022)

As amostras foram preparadas conforme NBR 7215 (ABNT, 2019) com o traço de 1:3 (cimento: areia normalizada) e relação água / cimento de 0,48. A água utilizada na mistura foi água potável em temperatura ambiente. Após a preparação da argamassa estas foram colocadas em moldes de 2cm x 2cm x 2cm, após a moldagem, todos os CPs foram submetidos a 63 dias de cura úmida em tanques de imersão com água saturada com cal hidratada para evitar a perda de cálcio para o meio. Após os 63 dias de cura os CPs foram submetidos a uma lavagem para remover o excesso de cal aderida à superfície, em seguida foram deixados em temperatura ambiente durante 24 horas para uma secagem superficial visível.

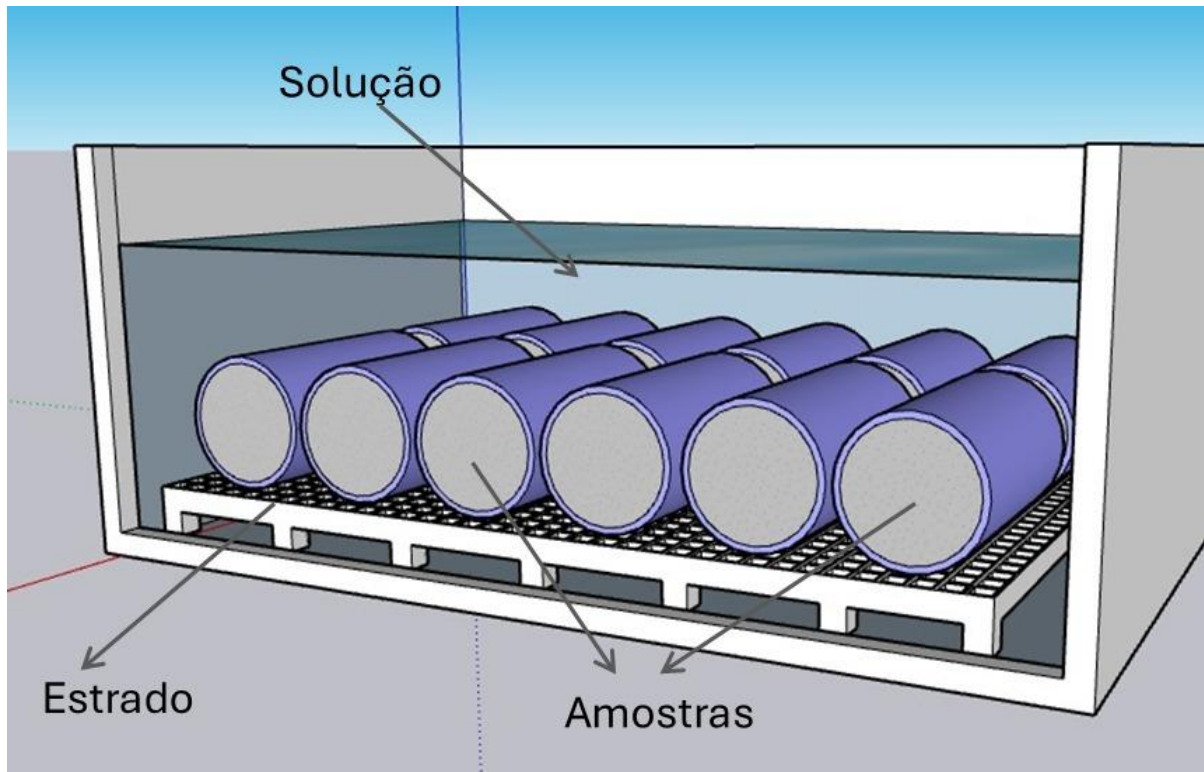
### 3.3.2. Preparação da Solução Agressiva

Foram empregadas soluções de cloreto de amônio (NH<sub>4</sub>Cl) e nitrato de amônio (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>), ambas com concentração de 2M. A solução de cloreto de amônio foi preparada dissolvendo-se 106,98 gramas do reagente em um litro de água deionizada. Da mesma forma, a solução de nitrato de amônio foi obtida dissolvendo-se 160,08 gramas do composto. A dissolução dos reagentes foi realizada por meio de agitação mecânica.

Após o período de cura dos CPs deu-se início ao ensaio de lixiviação acelerada. Metade dos corpos de prova de cada traço foram colocados em solução de cloreto de amônio (NH<sub>4</sub> CL) de 2M e, a outra metade, em solução de nitrato de

amônio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) de 2M. Estas soluções foram preparadas com volume suficiente para cobrir os corpos de prova por completo, e também para suprir as retiradas das amostras de solução para análise química, como observa-se na Figura 7.

Figura 7 - Posicionamento dos CPs, e volume de solução agressiva



Fonte: DOS SANTOS, A. C. P. GOULART, P.G. (2023)

#### 3.4. METODOLOGIA DOS ENSAIOS DE CONTROLE E COMPLEMENTARES.

Os corpos de prova submetidos à lixiviação foram analisados nas idades de 1, 3, 7, e 21 dias após o início da lixiviação para as análises a curto prazo, enquanto para análises de exposição a longo prazo adotou-se as datas de 0, como referência, 28, 56, 90 e 105 dias, em todas as idades foram realizadas as coletas de CPs para os ensaios de controle e de amostras da solução lixiviante, para a quantificação da lixiviação por meio de análise titulométrica.

### 3.4.1. Ensaio de controle

O ensaio de controle consistiu em seccionar ao meio um corpo de prova cúbico (5 cm × 5 cm × 5 cm), aplicar uma solução de fenolftaleína em sua superfície e, em seguida, medir a área lixiviada em todas as direções com o auxílio de um paquímetro, conforme demonstrado na Figura 8, permitindo uma análise precisa do avanço do processo de degradação.

Figura 8 - Medição da área lixiviada com o auxílio de um paquímetro



Fonte: Autoral (2025)

### 3.4.2. Ensaio de termogravimetria

Para uma melhor análise optou-se por realizar o ensaio de termogravimetria como ensaio de controle nos ensaios utilizando cimentos com adição de pozolana, para compreender melhor a influência da pozolana no processo de lixiviação, para este ensaio de controle consistiu em romper 3 CP's, selecionar o CP com valor de resistência mediana entre os 3, e tritura-lo até a obtenção de um pó passante na peneira 200, em seguida foi homogeneizado este pó, separado 50 mg e realizado o ensaio de termogravimetria, utilizando como parâmetros o ensaio

apresentado por Neumann (2019) o qual foi realizado em equipamento STA 8000 (Perkins Elmer) com aquecimento da amostra a 35 °C por 60 minutos para evaporação da água livre e, posteriormente, rampa de aquecimento de 35 °C a 1000 °C a uma taxa de 10 °C/min, em atmosfera de nitrogênio com vazão de 20 ml/min. Com base nas curvas de perda de massa obtidas pelo teste TG e na Tabela 6, elaborada a partir dos resultados de pesquisas anteriores em conjunto com a Itaipu Binacional, foram quantificadas as perdas de Portlandita (CH).

Tabela 6 - Faixas de temperatura consideradas para avaliação do TG.

Elemento	Medição de temperatura
H <sub>2</sub> O livre, partes de etringita e CSH	35°C a 150°C
CaSO <sub>4</sub> • 2H <sub>2</sub> O	100°C a 165°C
Fases AFt (etringita) e AFm (monosulfatos)	200 °C a 400 °C
Hidróxidos	330°C a 500°C
Carbonatos	600°C a 800°C

Fonte: Adaptado de NEUMANN (2019)

### 3.4.3. Ensaio complementar – microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Como parte dos ensaios complementares, foram registradas imagens ao longo do processo de lixiviação acelerada. Para a realização desse procedimento, fragmentos dos corpos de prova cilíndricos, com dimensões aproximadas de 2 mm, foram coletados e devidamente acondicionados em recipientes hermeticamente selados, conforme ilustrado na Figura 9, a fim de evitar a ocorrência de carbonatação.

Figura 9 - Amostras para a realização do MEV.



Fonte: Autoral (2025)

### 3.5. TITULAÇÃO VOLUMETRICA COM INDICADOR MUREXIDA.

O processo de titulação química consiste em passos e materiais sensíveis, exigindo precisão e controle rigoroso das condições experimentais. Portanto, é aconselhável que sua execução ocorra em um laboratório adequado, equipado com vidrarias apropriadas, reagentes de alta pureza, condições ambientais controladas e medidas de segurança que garantam a confiabilidade dos resultados e a proteção dos envolvidos.

#### 3.5.1. Coleta das amostras da solução.

Realizou-se a coletas das amostras, nas datas acima citadas, com a finalidade de executar a análise química por titulação, homogeneizou-se a solução agitando-a, após com o auxílio de uma pipeta graduada coletou-se 20ml da solução, como na Figura 11, para a análise química em duplicata, em seguida armazenou-se a amostra em um recipiente fechado, e em temperatura de 2°C a 10° C, para evitar da evaporação da solução.

Figura 10 - Medição do PH da solução



Fonte: Autoral (2025).

Figura 11 - Coleta das amostras de solução lixiviante



Fonte: Autoral (2025).

### 3.5.2. Materiais

Os materiais para o processo de titulação das amostras químicas consistem em vidrarias utilizadas em laboratórios químicos descritas no Anexo 1.

### 3.5.3. Reagentes

- Amostra da solução lixiviante coletada e armazenada
- NaOH 5N (Hidróxido de Sódio com concentração de 5 normal).
- EDTA (Ácido Etilenodiamino Tetra-acético) com concentração de 0,025 Mol/L
- NaCl (Cloreto de Sódio)
- Murexida ou Purpurato de amônio ( $\text{NH}_4\text{C}_8\text{H}_4\text{N}_5\text{O}_6$ )
- Água Deionizada ou Destilada

A preparação dos reagentes empregados na titulação está descrita no Anexo 2.

#### 3.5.4. Método Utilizado Para a Titulação.

Por se tratar de um processo simples porém delicado deve-se primar pelos cuidados indispensáveis para a titulação, sendo a limpeza e descontaminação das vidrarias, e até o cuidado com o ponto de viragem, ambos são primordiais para uma quantificação precisa.

Antes de iniciar a titulação foi realizada a limpeza das vidrarias em seguida foi realizada a passagem do reagente utilizado, para a retirada completa de resíduos (na Bureta foi utilizado para a limpeza do sistema o EDTA, já nas demais vidrarias a limpeza foi realizada com água deionizada).

Em um erlenmeyer, depositou-se 1 ml da amostra coletada da solução lixiviante (nitrato de amônio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) ou cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{CL}$ )). No mesmo Erlenmeyer foram adicionados 100 ml de água deionizada e 1 ml de NaOH 5N, para ajustar o pH da solução em 12, verificado através da fita de pH. A seguir foi adicionado aproximadamente 0,1 g do indicador titulométrico murexida em seguida a solução foi agitada vigorosamente para que ocorresse a homogeneização completa da solução até que a mesma apresentasse a característica coloração rósea, conforme na Figura 13. Na Bureta, depositou-se quantidades conhecidas de EDTA.

Para o processo efetivo de titulação, o Erlenmeyer foi posicionado sob a bureta e o EDTA foi lentamente depositado na solução lixiviante, enquanto esta foi agitada constantemente até que o processo de viragem fosse observado. O processo de viragem é caracterizado pela mudança de coloração de rósea para violeta, conforme Figura 13. Para fins de comprovação uma amostra de referência já titulada e padronizada foi utilizada como parâmetro. Ao obter-se uma coloração bem próxima do violeta, a adição de EDTA foi suspensa e a solução agitada vigorosamente. Em algumas amostras a solução apresentou a tendência de retornar para a coloração rósea, sendo então adicionadas mais 2 a 3 gotas de EDTA na solução até que a mesma se estabilizasse. Após essa etapa concluída, anotou-se o volume de EDTA consumido.

Figura 13 - Solução preparada para o início da titulação

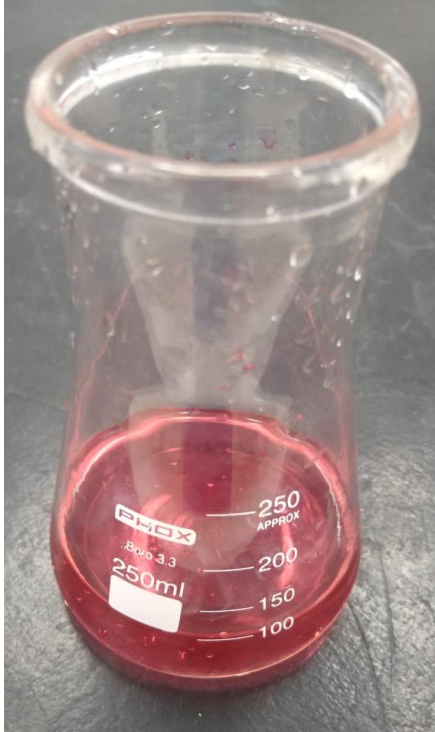



Figura 13 - Solução titulada.



Fonte: DOS SANTOS, A. C. P. GOULART, P.G. (2023)

Figura 14 - Protocolo de Quantificação do  $\text{Ca(OH)}_2$  Lixiviado

**1º PASSO**  
 Deposite 100 ml de água destilada no Erlenmeyer.



**2º PASSO**  
 Deposite 1 ml da solução lixiviante no Erlenmeyer.



**3º PASSO**  
 Adicione 1 ml de NaOH no Erlenmeyer.



**4º PASSO**  
 Coloque 0,1 g de Murexida no Erlenmeyer e agite.



**5º PASSO**  
 Coloque aproximadamente 30 ml de EDTA na Bureta.



**6º PASSO**  
 Comece a depositar lentamente o EDTA no Erlenmeyer que contém 1 ml da solução lixiviante + 100 ml de água destilada + 1 ml de NaOH + 0,1 g de Murexida.

**7º PASSO**  
 Observe o ponto de viragem de ROSA para VIOLETA ao atingir o ponto, suspenda o EDTA.  
 OBS: se a solução tender à retornar para a cor ROSA, adicione mais 2 a 3 gotas de EDTA.



Fonte: DOS SANTOS, A. C. P. GOULART, P.G. (2023)

### 3.5.4.1. Preparação das Amostras de Referência.

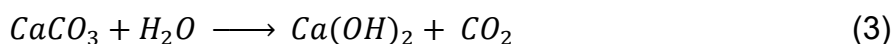
Para uma melhor quantificação do cálcio presente na solução lixiviante determinou-se que a realização de titulações de referência com quantidades conhecidas seria utilizada de base para as análises. Estas foram separadas em dois recipientes com 20 ml de água deionizada. Em uma das amostras foi adicionado 2M de nitrato de amônio e em outra, 2M de cloreto de amônio. Em cada um destes, após a dissolução completa, adicionou-se a quantidade conhecida de 0,05 g de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) agitando a solução vigorosamente. Em cada uma das soluções de referência se executou o processo de titulação completo, e como resultado, obtém-se o volume de EDTA consumido, relacionado à quantidade de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ), presente na solução de referência obtido através do cálculo estequiométrico estes valores foram utilizados como base nas determinações das análises.

### 3.5.4.2. Cálculo Estequiométrico para determinação do hidróxido.

Quando o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) reage com uma base forte como NaOH ou sofre decomposição térmica seguida de hidratação, forma-se hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ):



Portanto a reação global equivalente é dada pela junção de (1) e (2):



Determinação das massas molares

$$\text{CaCO}_3 = 40,08(\text{Ca}) + 12,01(\text{C}) + 3 \times 16,00 (\text{O}_3) = 100,09 \text{ g/mol} \quad (4)$$

$$\text{Ca(OH)}_2 = 40,08(\text{Ca}) + 2 \times [16,00 + 1,008]((\text{OH})_2) = 74,10 \text{ g/mol} \quad (5)$$

Assim utilizando a regra de três com os valores obtidos em (4) e (5) determinou-se a quantidade de hidróxido presente na solução de referência.

Sabendo que 100,09 g de  $CaCO_3$  produzem 74,10g de  $Ca(OH)_2$

Então para 0,05g de  $CaCO_3$  tem-se:

$$\frac{0,05g \times 74,1g}{100,09g} = 0,037g \quad (6)$$

Após o cálculo em (6) encontrou-se a quantidade conhecida do hidróxido presente na solução igual a 0,037 g, com este resultado encontrou-se o valor da titulação de referência (Ref., em g/l) substituindo (6) na equação (7).

$$Ref = \frac{0,037g \text{ de } Ca(OH)_2}{20 \text{ ml de solução agressiva}} \cdot 1000 \text{ ml} \quad (7)$$

Assim sendo se padronizou o valor de  $Ref = 1,85g/L$

#### 3.5.4.3. Cálculo para a quantificação do teor de cálcio lixiviado (titulação volumétrica)

Durante o processo de titulação química foi verificado o consumo de EDTA, por amostra. Estes valores foram relacionados ao teor de cálcio presente na solução agressiva, a qual permaneceu constante durante todo o processo de lixiviação acelerada. Por esse motivo, este valor de EDTA consumido foi tratado para a determinação da quantidade real de cálcio extraída dos CPs.

A primeira análise realizada foi quanto ao erro de operação,  $\varepsilon$  (equação 8).

$$\varepsilon = C_{EDTA_1} - C_{EDTA_2} \quad (8)$$

Em que  $C_{EDTA_1}$  representa o consumo de EDTA na primeira titulação

da amostra e  $C_{EDTA_2}$  é a quantidade utilizada de EDTA na titulação duplicata da amostra. Se Considerou aceitável um erro de operação ( $\Sigma$ ) entre -1,0 e 1,0. Caso o erro estivesse dentro desta faixa de valores, as medidas seriam descartadas e realizadas novas titulações.

O cálculo do teor de cálcio presente na solução foi realizado de acordo com a equação 9.

$$Ca(OH)_{2idade A} = \frac{(C_{EDTA_{idade A}} \cdot Ref)}{EDTA_{ref}} \quad (9)$$

Em que  $Ca(OH)_{2idade A}$  é a quantidade total de cálcio extraída para a idade A;  $C_{EDTA_{idade A}}$  é o consumo de EDTA na idade A; *Ref.* é o resultado da titulação de referência e  $EDTA_{ref}$  é o consumo de EDTA na titulação de referência.

A equação 9 fornece a quantidade de cálcio total extraída em cada amostra de solução. No entanto, como estavam sendo acomodados mais de um corpo de prova por solução, e em cada idade CPs foram retirados da solução, foi necessário corrigir o resultado, por meio da equação 10. Assim, foi possível determinar a quantidade de cálcio lixiviado por CP.

$$Ca(OH)_{2extraido real} = \frac{[Ca(OH)_{2ext-idade A} - Ca(OH)_{2ext-idade B} * \left\{ \frac{(V_{Si} - V_{Se})}{1000} \right\}]}{CPS_{iniciais} - CPS_{extraidos}} \quad (10)$$

Em que:  $Ca(OH)_{2Ext-Idade A}$  e  $Ca(OH)_{2Ext-Idade B}$  representam a quantidade de cálcio extraída da matriz cimentícia nas idades A e B, respectivamente;  $V_{Si}$  e  $V_{Se}$  representam os volumes de solução agressiva inicial e extraída nas análises anteriores, respectivamente;  $CPS_{iniciais}$  e  $CPS_{extraidos}$  representam as quantidades de CPs inicial e extraída nas análises anteriores, respectivamente.

Com base nesses cálculos, se pode analisar os valores obtidos de forma detalhada, permitindo a compreensão do comportamento dos materiais durante o processo de lixiviação. Além disso, essa análise possibilita a avaliação da eficiência do processo, a identificação de possíveis variações nos resultados e a correlação com fatores que influenciam a dissolução e o transporte dos constituintes lixiviados.

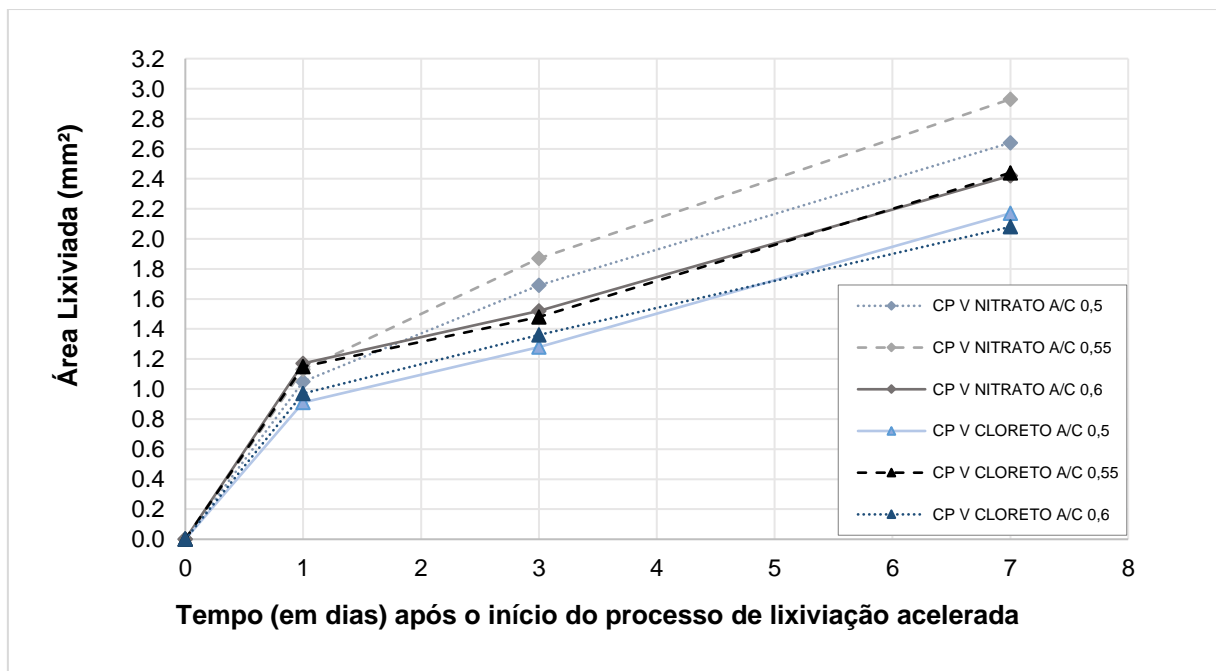
## 4. RESULTADOS E ANÁLISES

Para melhor compreender os resultados obtidos através destes procedimentos optou-se por subdividi-los em etapas, sendo a primeira a influência da relação água/cimento e da solução lixiviante empregada, em seguida a influência da pozolana no processo de lixiviação, e essa influência analisada a curta e longa exposição ao agente agressivo, por último se analisou o efeito da pozolana de origem argilomineral local empregada na produção de cimentos LC<sup>3</sup>. Para todas estas etapas, as concentrações de hidróxido de cálcio lixiviado foram quantificadas por meio do protocolo de titulação volumétrica, com ensaios de contraprova executados, sendo eles análise do avanço da lixiviação por meio de medição por aspersão de fenolftaleína.

### 4.1. INFLUÊNCIA DA RELAÇÃO ÁGUA/CIMENTO E SOLUÇÃO LIXIVIANTE EMPREGADA.

Na Figura 15 apresenta-se os resultados do avanço da lixiviação medidos em milímetros (mm) em função do tempo de ensaio acelerado.

Figura 15 - Avanço da lixiviação em amostras submetidas a lixiviação por 7 dias.



Fonte: Autoral (2025)

Nesta figura observa-se que profundidade de lixiviação foi maior nas amostras submetidas à solução agressiva de nitrato de amônia do que aquelas expostas ao cloreto de amônia.

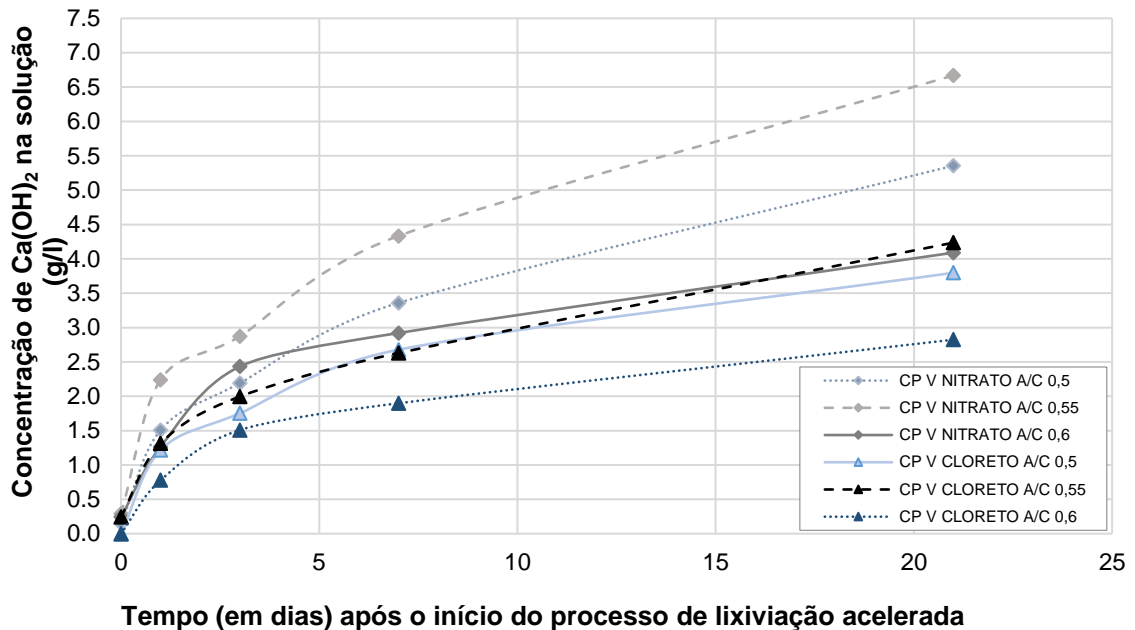
Além disso, a avaliação da relação água/cimento ( $a/c$ ) das amostras indica que aquelas com uma proporção de 0,55 apresentaram um avanço mais significativo no processo de lixiviação em comparação com as demais. Esse resultado contraria as expectativas iniciais, uma vez que a relação de 0,55 representa a condição intermediária do estudo, na qual se esperava um comportamento distinto em relação à progressão da lixiviação.

Com base nesses dados, conclui-se que, apesar do que afirmam estudiosos como Brandão (1998) — que recomenda uma relação  $a/c$  máxima de 0,45 para reduzir a vulnerabilidade do concreto exposto a ambientes agressivos por águas puras ou carbonáticas —, os resultados obtidos indicam um comportamento diferente. Essa divergência pode estar associada à influência da relação  $a/c$  na estrutura da matriz cimentícia.

Uma matriz cimentícia com relação água/cimento ( $a/c$ ) de 0,50 apresenta um elevado índice de consistência, o que dificulta tanto a fluidez quanto o adensamento do material. Como consequência, ocorre a formação de macroporos interconectados, que comprometem a densificação e a uniformidade da microestrutura. Em contrapartida, uma relação  $a/c$  de 0,60 favorece uma maior compacidade da matriz cimentícia, restringindo a porosidade capilar a microporos, predominantemente originados por moléculas de água adsorvidas às partículas do cimento. No caso da matriz com relação  $a/c$  de 0,55, observa-se a coexistência desses dois fenômenos, combinando a presença de macroporos interconectados com microporos resultantes da retenção hídrica pelo sistema coloidal do aglomerante. Esse comportamento sugere que a matriz com  $a/c$  de 0,55 pode apresentar uma porosidade total superior às demais, influenciando diretamente parâmetros como permeabilidade, difusividade e durabilidade da estrutura cimentícia, um resultado que diverge das previsões iniciais.

Na Figura 16 podemos observar a concentração de cálcio presente na solução lixiviante relacionada ao tempo de ensaio acelerado, obtidos através do ensaio de quantificação do cálcio por titulação química. Os valores apresentados estão relacionados as amostras de argamassas com relações  $a/c$  distintas, e aos agentes agressivos empregados no ensaio acelerado de lixiviação.

Figura 16 - Concentração de cálcio obtido através de titulação química



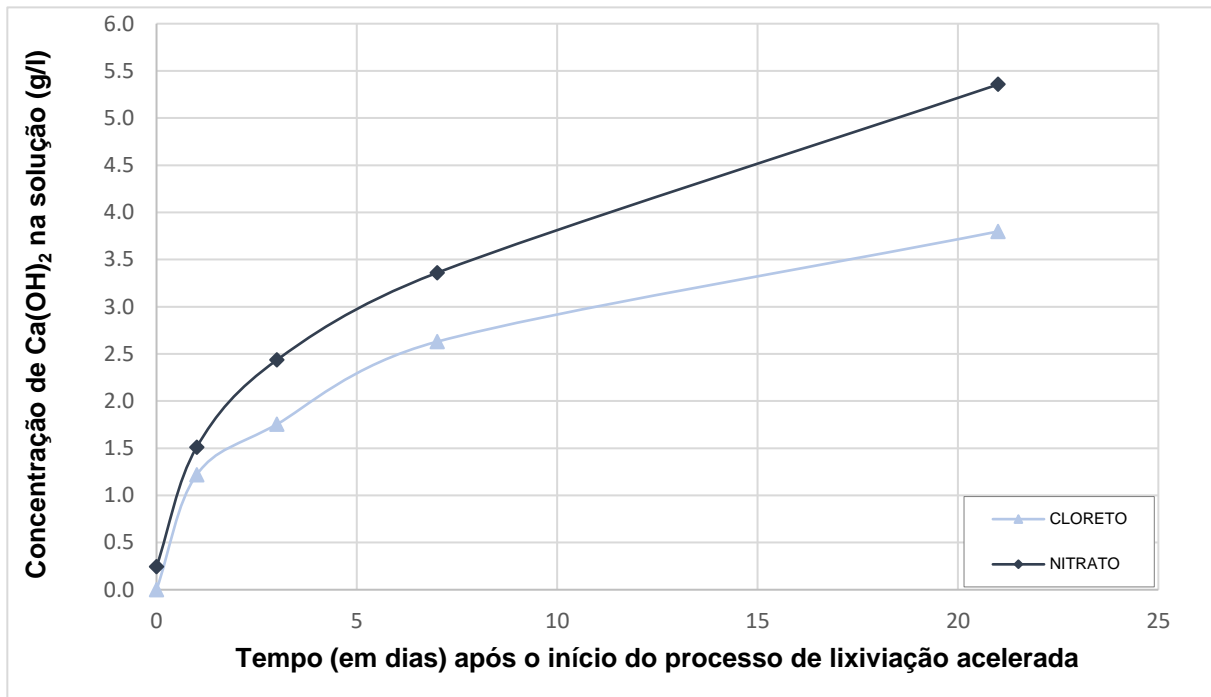
Fonte: Autoral (2025)

Com base nas amostras tituladas, se observou que as amostras com relação A/C de 0,55 apresentaram valores de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) lixiviado maiores que as outras amostras, sendo 6,67 g/l para as amostras submetidas a ação do Nitrato de amônio, e de 4,24 g/l para as amostras submetidas a ação do Cloreto de amônio. Os resultados obtidos pela medida de hidróxido de cálcio nas soluções de nitrato de amônio e cloreto de amônio para as argamassas com diferentes relações a/c se mostram na Figura 16. Tais valores podem ser associados ao fator compacidade da matriz cimentícia das amostras.

Ao relacionar os dados obtidos no ensaio de controle, demonstrado na Figura 15, com os dados gerados pelo protocolo de quantificação de cálcio proposto, observou-se uma tendência de comportamento similar entre os gráficos. Essa correlação confirma a eficiência do protocolo na quantificação do cálcio extraído, uma vez que os resultados obtidos demonstram coerência com os padrões esperados de lixiviação do material cimentício.

Na Figura 17, são apresentados os valores médios da concentração de cálcio lixiviado na solução, independentemente das relações a/c adotadas. Esses valores estão relacionados ao tempo de exposição no ensaio acelerado para cada um dos agentes agressivos utilizados nos experimentos.

Figura 17 - Análise da influência do agente agressivo na concentração de cálcio lixiviado.



Fonte: Autoral (2025)

Ao analisar os dados obtidos por titulação volumétrica, é possível verificar a influência do agente agressivo no processo de lixiviação. Ao calcular os valores médios de hidróxido de cálcio extraídos em diferentes idades para cada solução agressiva, obtém-se um gráfico que evidencia que o nitrato de amônio provoca um processo de degradação mais intenso em comparação ao cloreto de amônio.

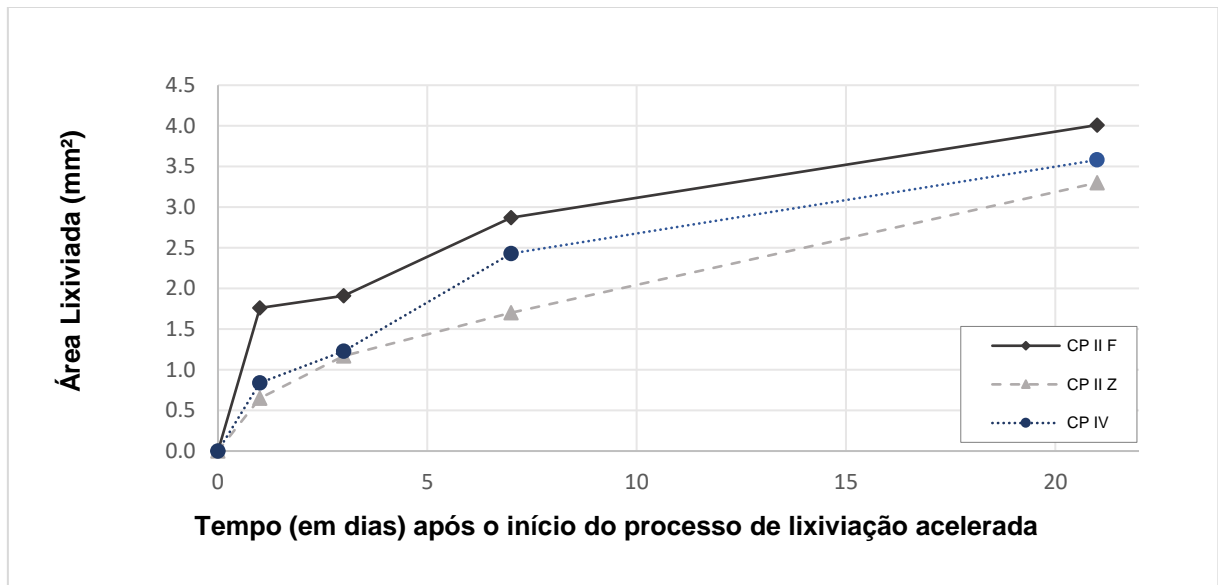
#### 4.2. INFLUÊNCIA DA POZOLANA NO PROCESSO DE LIXIVIAÇÃO.

Esta seção fornece uma análise dos dados obtidos sobre a influência da adição de pozolana no processo de lixiviação em materiais cimentícios. A investigação examina diferentes tipos de cimentos regulamentados com adições de pozolanas, avaliando como essas variáveis impactam a resistência à lixiviação e a durabilidade dos materiais cimentícios.

A Figura 18 apresenta a progressão do fenômeno de lixiviação, quantificada em milímetros (mm), em matrizes cimentícias formuladas com cimento Portland pozolânico e cimento de referência. A avaliação foi realizada por meio de

ensaios acelerados de degradação química em curto prazo, considerando um período de exposição de até 21 dias. A análise dos resultados permite inferir o comportamento da microestrutura cimentícia frente à lixiviação, considerando a influência das composições cimentícias e a interação com os agentes agressivos presentes no meio de exposição.

Figura 18 - Análise do avanço da lixiviação em cimentos pozolânicos a curto prazo.



Fonte: Autoral (2025)

Na Figura 18 observa-se que as argamassas elaboradas com o CP II F apresentaram maior avanço da lixiviação dentre os três cimentos avaliados seguindo pelo CP IV e por último o CP II Z.

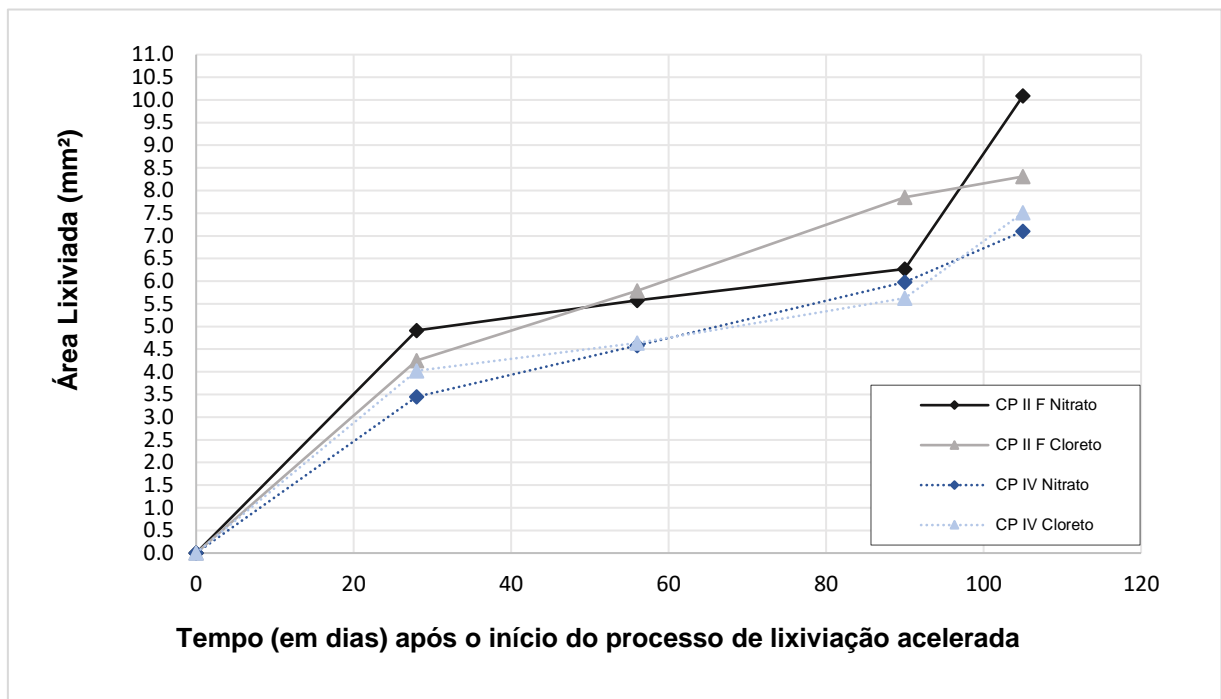
O cimento CP II-F apresentou maior avanço da lixiviação nas primeiras idades com 13.58% da área da seção transversal lixiviada após um dia de exposição ao agente agressivo. Esse valor corresponde, provavelmente, à lixiviação do hidróxido de cálcio, produto menos presente nos outros dois cimentos em virtude da presença de pozolanas.

Apesar do CP II-F ter apresentado áreas lixiviadas superiores às dos outros cimentos em todas as idades de ensaio, a partir dos sete dias a taxa de avanço da lixiviação nos cimentos pozolânicos se iguala à taxa do cimento CP II-F. Isso pode ser um indicativo que após a lixiviação das estruturas da portlandita do CP II-F, a frente de lixiviação passa a carrear os íons de cálcio das estruturas de C-S-H, apresentando, dessa maneira, um avanço uniforme e paralelo ao avanço da lixiviação dos cimentos pozolânicos em virtude da menor presença da Portlandita no CP II-Z e no CP IV, que,

por ventura, possuem o início da lixiviação das estruturas de C-S-H antes do CP II-F.

Na Figura 19 apresenta-se a evolução do processo de lixiviação, expressa em milímetros (mm), nas matrizes cimentícias formuladas com cimento CP II-F e CP IV. A avaliação foi conduzida por meio de ensaios acelerados de degradação química em longo prazo, abrangendo um período de exposição de 105 dias. A análise dos resultados possibilita uma compreensão aprofundada do comportamento da microestrutura cimentícia diante do fenômeno de lixiviação, levando em consideração a influência das diferentes composições cimentícias e a interação com os agentes agressivos presentes no meio de exposição.

Figura 19 - Análise do avanço da lixiviação em cimentos pozolânicos a longo prazo.



Fonte: Autoral (2025)

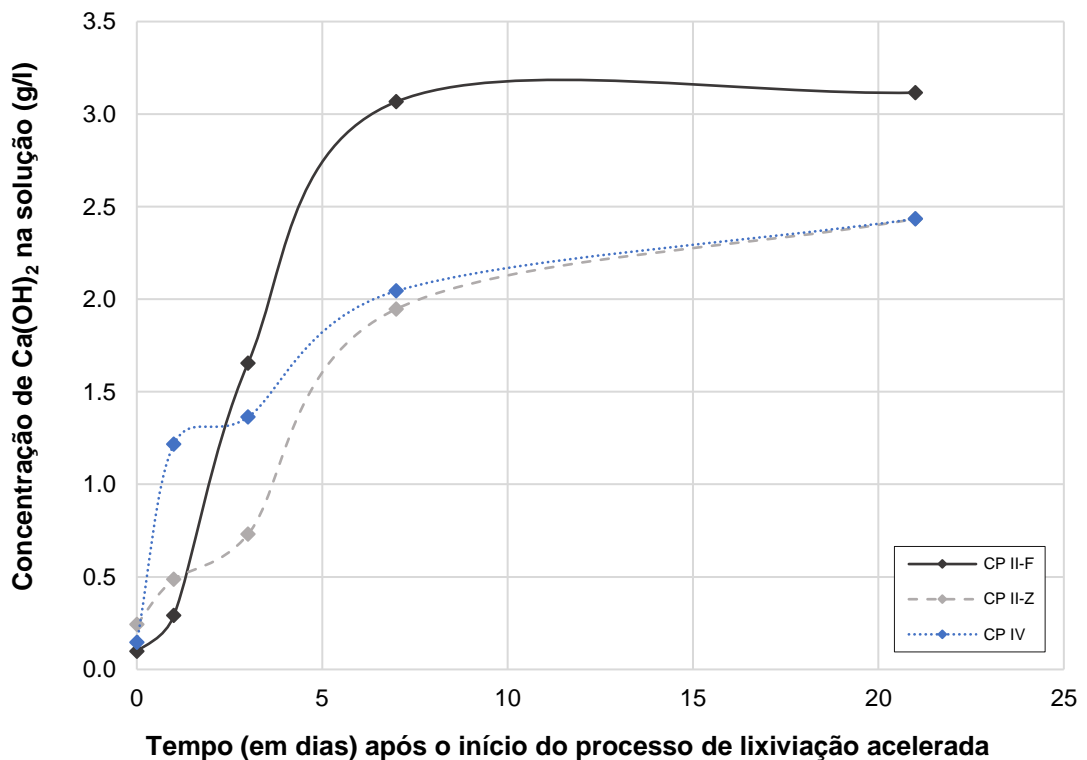
Com base nas análises anteriores foi então iniciado uma nova análise sendo então prolongado o tempo de exposição dos cimentos CP II F e CP IV aos agentes agressivos nitrato de amônio e cloreto de amônio com a finalidade de observar o seu comportamento a longo prazo.

Como analisado no gráfico observou-se que o cimento com adição de pozolana apresentou menor cinética de degradação quando comparado ao CP II F, porém o mais interessante desta análise é o comportamento do CP II F exposto ao nitrato de amônio, o qual apresentou uma degradação superior aos demais nas

primeiras idades, porém após apresentou um taxa de degradação menor, se mantendo praticamente estável até atingir as idades mais elevadas, tal comportamento pode ser explicado pela cinética da lixiviação, a qual nas primeiras idades atua degradando o CH, mais abundante no cimento CP II F, após essa degradação o mesmo tampona os poros até que ele seja completamente extraído da matriz, só então a solução consegue dar início a degradação do CSH, o que se pode observar nas idades mais avançadas, e sobre o efeito do nitrato de amônio que acelera o processo quando comparado ao cloreto.

Na Figura 20, são apresentados os valores da concentração de cálcio lixiviado na solução para as matrizes cimentícias com adição de pozolana. Esses valores estão diretamente relacionados ao tempo de exposição no ensaio acelerado de degradação química, considerando as diferentes formulações de cimento empregadas nos experimentos. A análise desses dados permite avaliar a evolução da lixiviação ao longo do tempo e compreender a influência da pozolana nas características de durabilidade das matrizes cimentícias em condições agressivas.

Figura 20 - Quantificação do cálcio extraído de cimentos pozolânicos a curto prazo



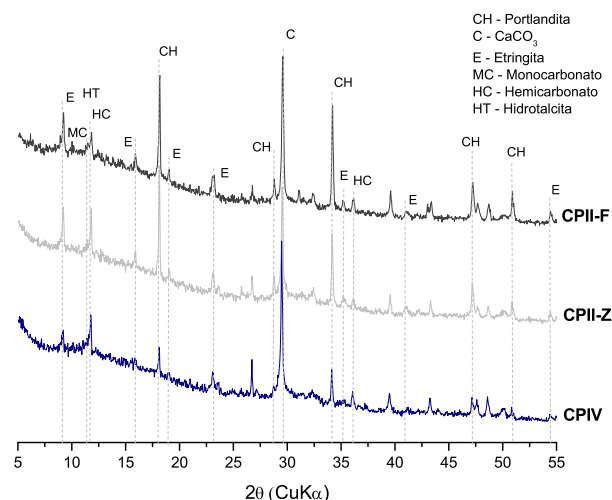
Fonte: Autoral (2025)

Com base na titulação química da solução, foi possível analisar o comportamento da adição de pozolana nos materiais cimentícios. A análise dos dados obtidos revelou que, no primeiro dia de exposição ao agente agressivo, os cimentos com adição de pozolana apresentaram uma maior quantidade de cálcio extraído da matriz cimentícia em comparação ao cimento sem essa adição. Foram quantificados 0,49 g/L para o CP II-Z e 1,22 g/L para o CP IV, enquanto o CP II-F apresentou um valor de 0,29 g/L. Esse comportamento, embora inesperado, já havia sido identificado nas análises de avanço da lixiviação, tornando-se, no entanto, mais evidente e acentuado por meio do método quantitativo.

Após o primeiro dia a ação o cimento CP II-F passa a apresentar maior quantidade de cálcio em solução (1,66 g/l), indicando um aumento na quantidade de cálcio lixiviado. Essa taxa crescente entre o dia 1 e 7 no CP II-F pode ser atribuída ao consumo da Portlandita, fase inicial da lixiviação (Feng *et al.*, 2014). Após o consumo da portlandita, a próxima estrutura a ser lixiviada é o C-S-H, possuindo uma taxa mais lenta do que quando comparada a portlandita.

A Figura 21 é resultado do ensaio de DRX nas matrizes cimentícias com adição de pozolana estudadas e ajuda a identificar algumas das fases presentes no dia 0 (condição inicial, 270 dias de cura, sem serem submetidos à solução lixiviante) e a fazer alguns comparativos entre os mesmos, visto que nenhuma normalização foi realizada. O CP IV possivelmente possuía maior teor de adição pozolânica em razão da menor quantidade de hidróxido de cálcio (CH).

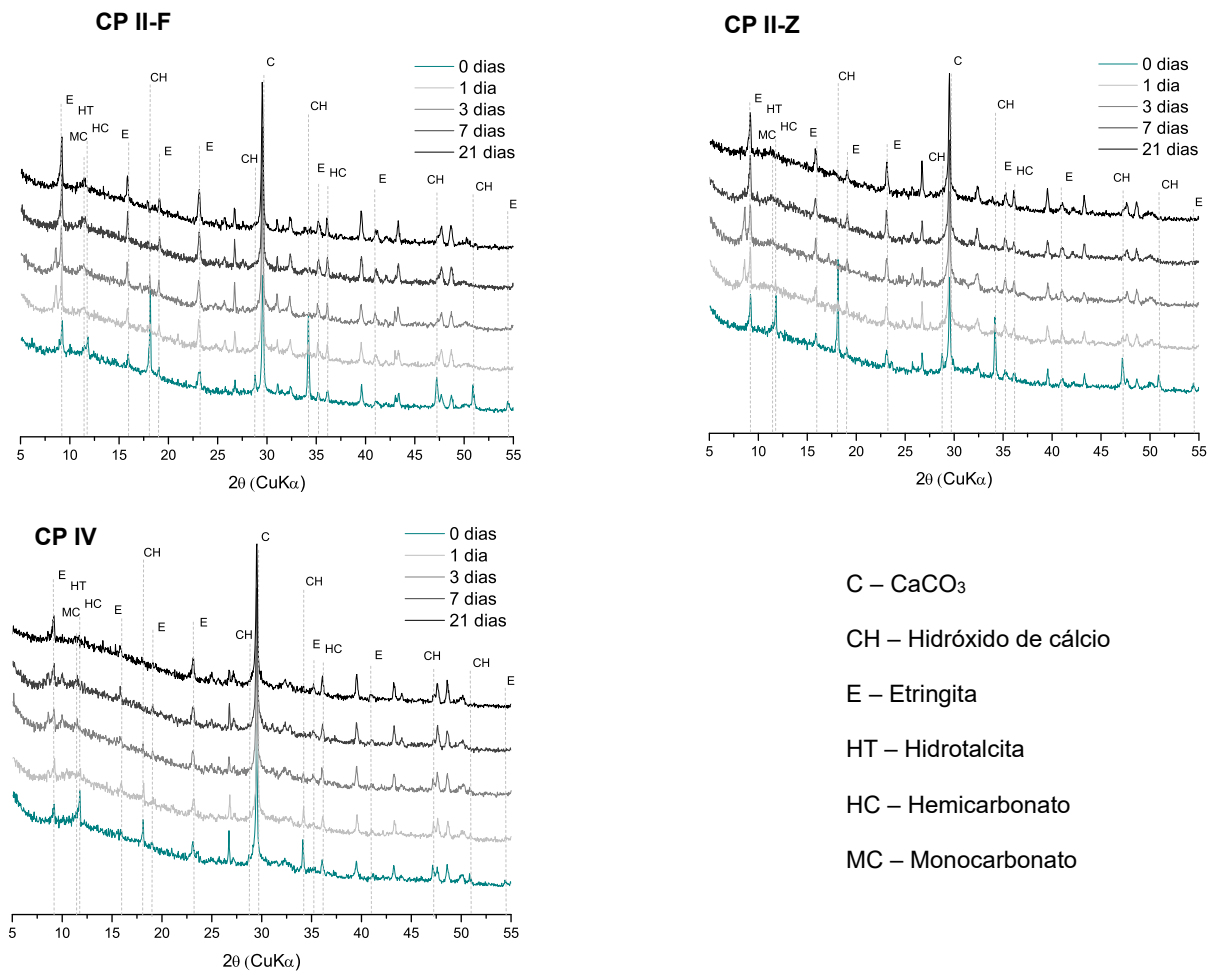
Figura 21 - Difratomogramas das pastas no dia 0 (270 dias de cura úmida).



Fonte: DIAS; SANTOS; GOULART (2021)

As demais comparações foram realizadas apenas entre os cimentos, conforme Figura 22. Nenhuma normalização foi realizada pois não se pode afirmar que algum dos produtos hidratados não sofrerá alteração quando em contato com a solução lixiviante.

Figura 22 - Difratomogramas de todas as pastas.

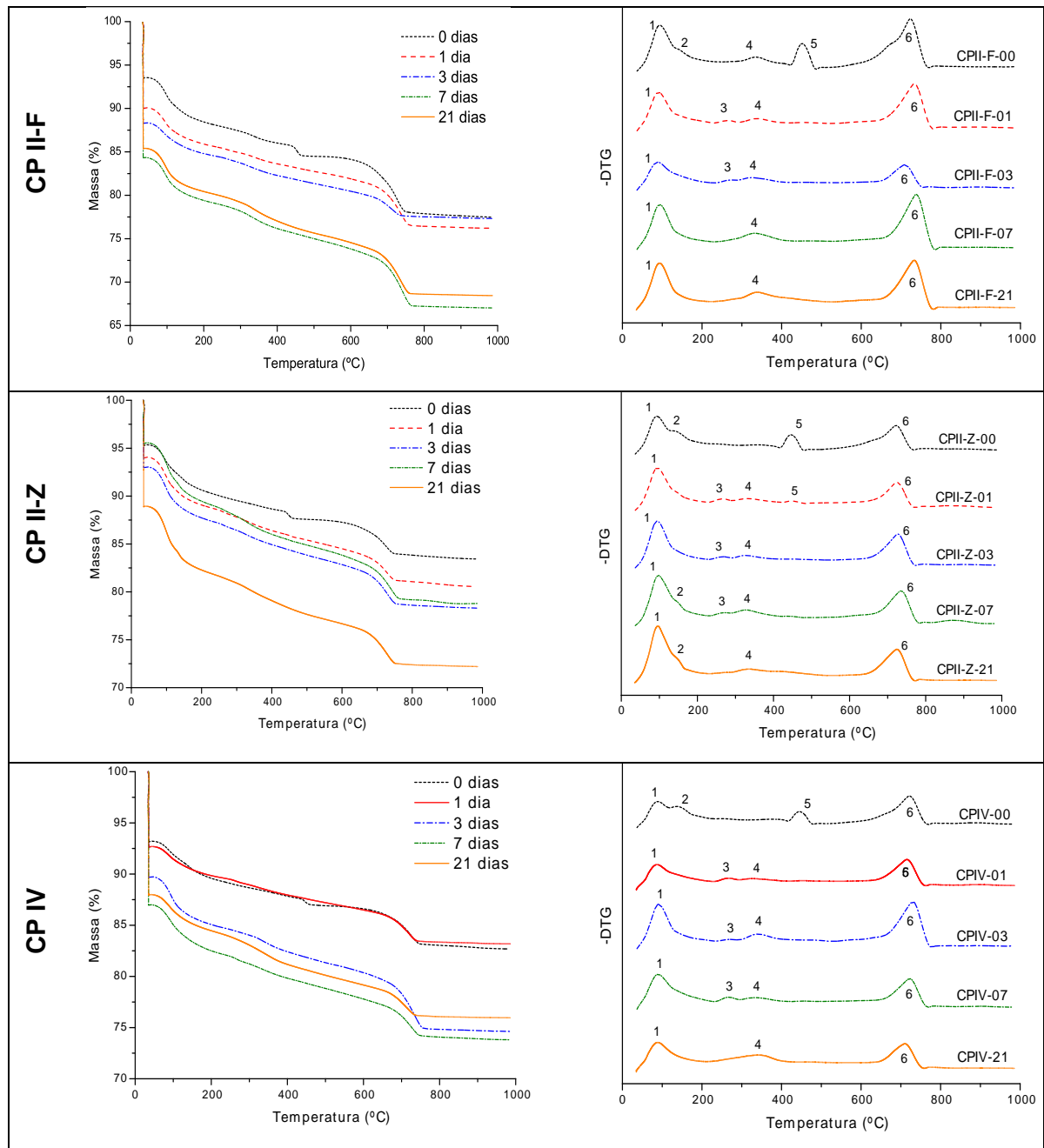


Fonte: DIAS; SANTOS; GOULART (2021)

A Figura 22 mostra a mudança nas fases das matrizes cimentícias ao longo de 21 dias de exposição à solução lixiviante, destacando a redução do hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ). No CP II-F e CP II-Z, essa queda foi acentuada já no primeiro dia. Embora o CP IV apresentasse menor teor inicial de hidróxido de cálcio, sua taxa de lixiviação aparentou ser menor. Além disso, apesar da etringita ser considerada solúvel em soluções lixiviantes, ela demonstrou maior estabilidade em comparação às demais fases cristalinas, corroborando as observações de Garcia Lodeiro *et al.* (2021).

Partindo da análise comparativa obtida por meio dos ensaios de DRX, uma análise quantitativa foi realizada por meio dos resultados das curvas de TGA/DTG (Figura 23). Em uma primeira análise das curvas de DTG é possível verificar o pico de hidróxido de cálcio apenas no dia 0, indicando um consumo muito rápido do mesmo pelo processo de lixiviação.

Figura 23 - Curvas de TGA/DTG



Fonte: DIAS; SANTOS; GOULART (2021)

\*OBS: Os picos observados no DTG são referentes a: 1 – H<sub>2</sub>O, C-S-H e Etringita; 2 – Mono e Hemicarboaluminatos; 3 e 4 – Hidrotalcita; 5 – Portlandita; 6 – Carbonatos.

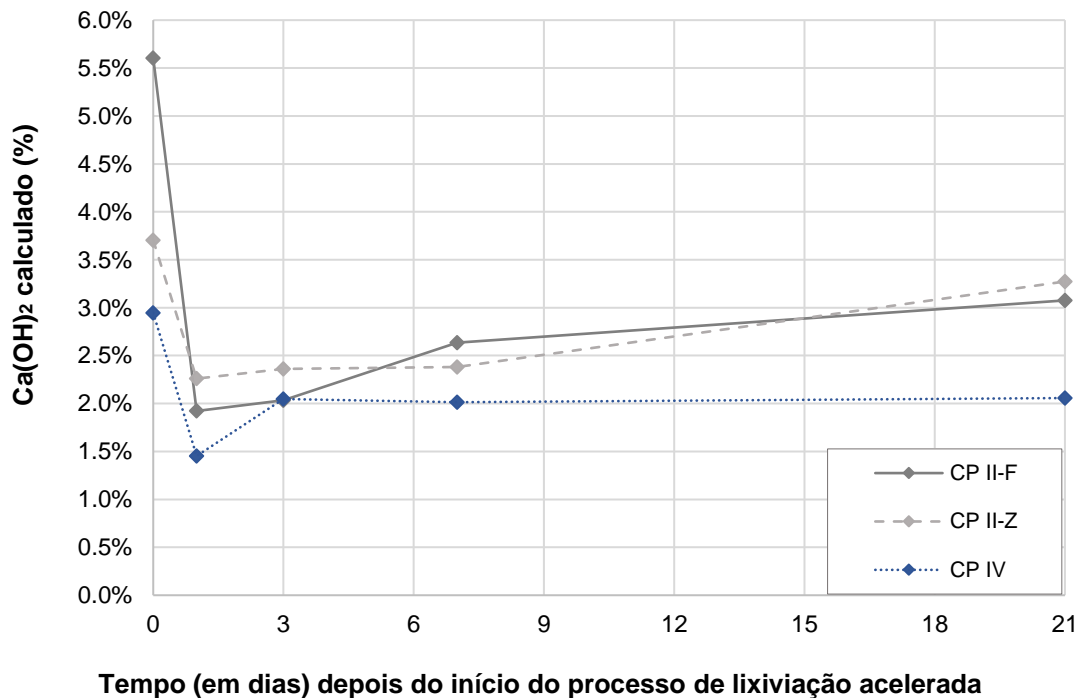
Por meio das Equações (11) e (12) propostas por Scrivener *et al.* (2018) é possível estimar as massas de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) e de carbonatos ( $\text{CaCO}_3$ ), respectivamente. Os resultados estão representados nas Figura 24 e Figura 25.

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{calculado}} = \frac{\text{Perda de massa de Ca(OH)}_2 \times \text{massa molecular Ca(OH)}_2}{\text{massa molecular H}_2\text{O}} \quad (11)$$

$$\text{CaCO}_{3,\text{calculado}} = \frac{\text{Perda de massa de CaCO}_3 \times \text{massa molecular CaCO}_3}{\text{massa molecular CO}_2} \quad (12)$$

Na Figura 24 pode-se observar a porcentagem de hidróxido de cálcio medido na amostra em relação ao tempo de ensaio acelerado.

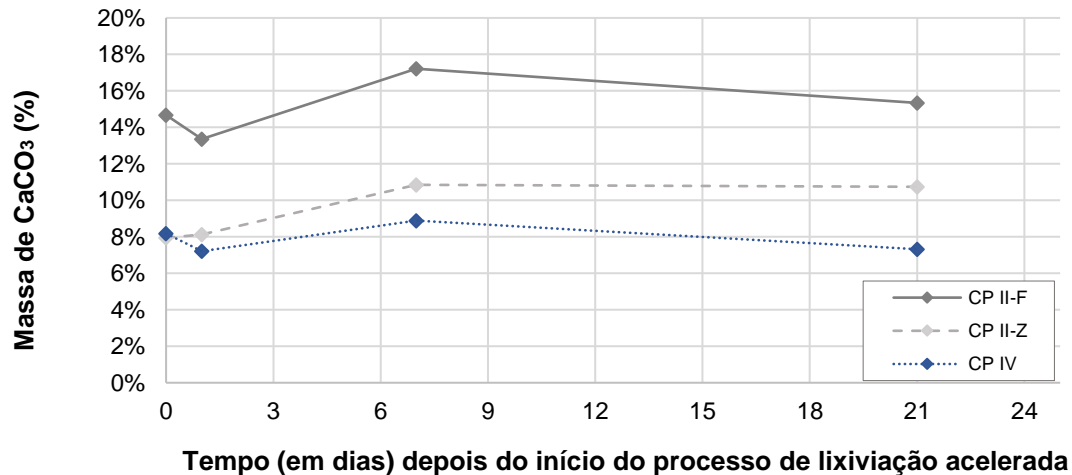
Figura 24 - Massa calculada de hidróxido de cálcio (CH) entre 424 °C e 475 °C.



Fonte: DIAS; SANTOS; GOULART (2021)

Na Figura 25 se observa a porcentagem de carbonatos de cálcio presentes na amostra ao longo do tempo de exposição ao agente agressivo.

Figura 25 - Massa calculada de carbonato de cálcio (CaCO<sub>3</sub>) entre 599 °C e 764 °C.



Fonte: DIAS; SANTOS; GOULART (2021)

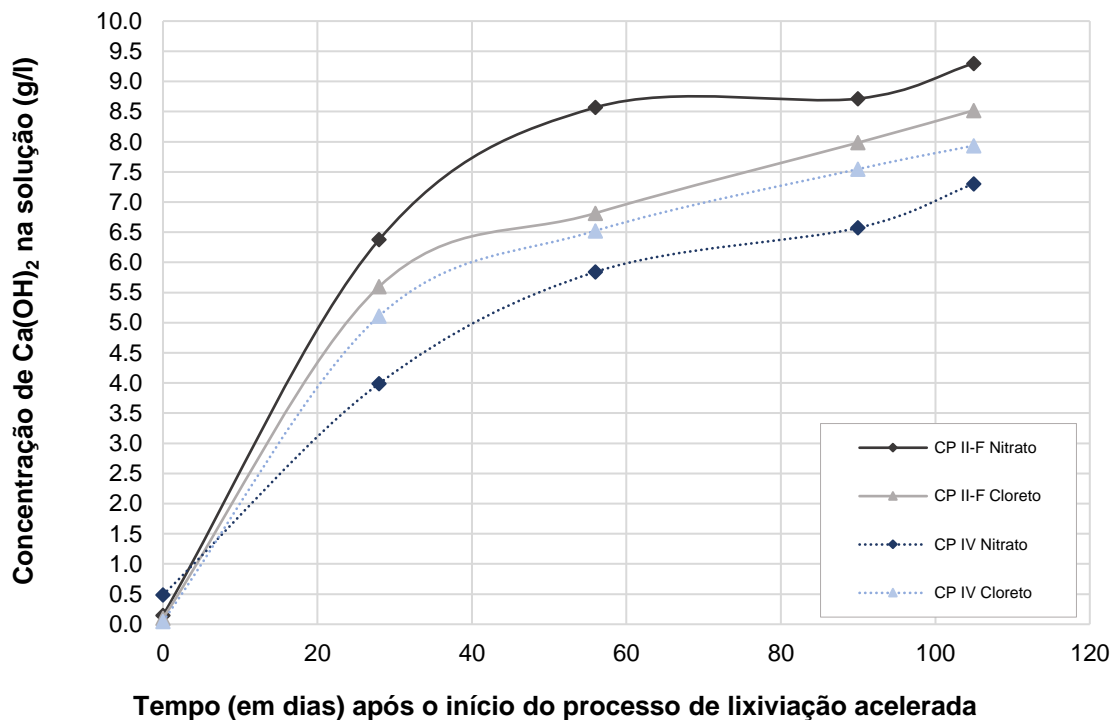
A análise das perdas de massa, calculadas com base nas equações de Scrivener *et al.* (2018), revelou que, em um dia de lixiviação, a solução agressiva degradou quase todo o CH lixiviável (Figura 24), concluindo o estágio inicial da lixiviação descrito por Feng *et al.* (2014). Esse estágio ocorre devido à diluição dos íons de cálcio, álcali e hidroxila, resultando na dissolução da portlandita (CH), que inicialmente tamponava os poros e minimizava a dissolução de outras fases sólidas da matriz cimentícia. No entanto, após a completa dissolução do CH, inicia-se a fase intermediária, caracterizada pela redução do pH da solução e pelo início da descalcificação do C-S-H. A quantificação desse processo ainda está em análise, pois a faixa de temperatura em que os C-S-H são identificados na termogravimetria se sobrepõe à da etringita e da água livre (Tabela 6).

A massa de carbonatos permaneceu praticamente constante para os três cimentos analisados (Figura 25), indicando que os íons de cálcio dessas estruturas ainda não foram mobilizados pelo processo de lixiviação (Feng *et al.*, 2014). Como os corpos de prova permaneceram submersos, sem contato com o CO<sub>2</sub> atmosférico, não houve formação de carbonatos por carbonatação ( $\text{Ca} + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3$ ). No entanto, os picos de Hemicarbonato, Monocarbonato e Hidrotalcita sofreram alterações ao longo dos dias (Figura 22), possivelmente refletindo a ação da

lixiviação nessas estruturas.

Na Figura 26, é possível observar a relação entre a concentração de hidróxido de cálcio na solução e o tempo de exposição ao agente agressivo, para os cimentos CP II F e CP IV, submetidos a ensaios de exposição de longo prazo. A análise dessa relação permite compreender o comportamento das matrizes cimentícias em resposta à degradação química ao longo do tempo, evidenciando as diferenças na resistência à lixiviação entre os dois tipos de cimento em condições agressivas.

Figura 26 - Quantificação do cálcio extraído em cimentos pozolânicos a longo prazo



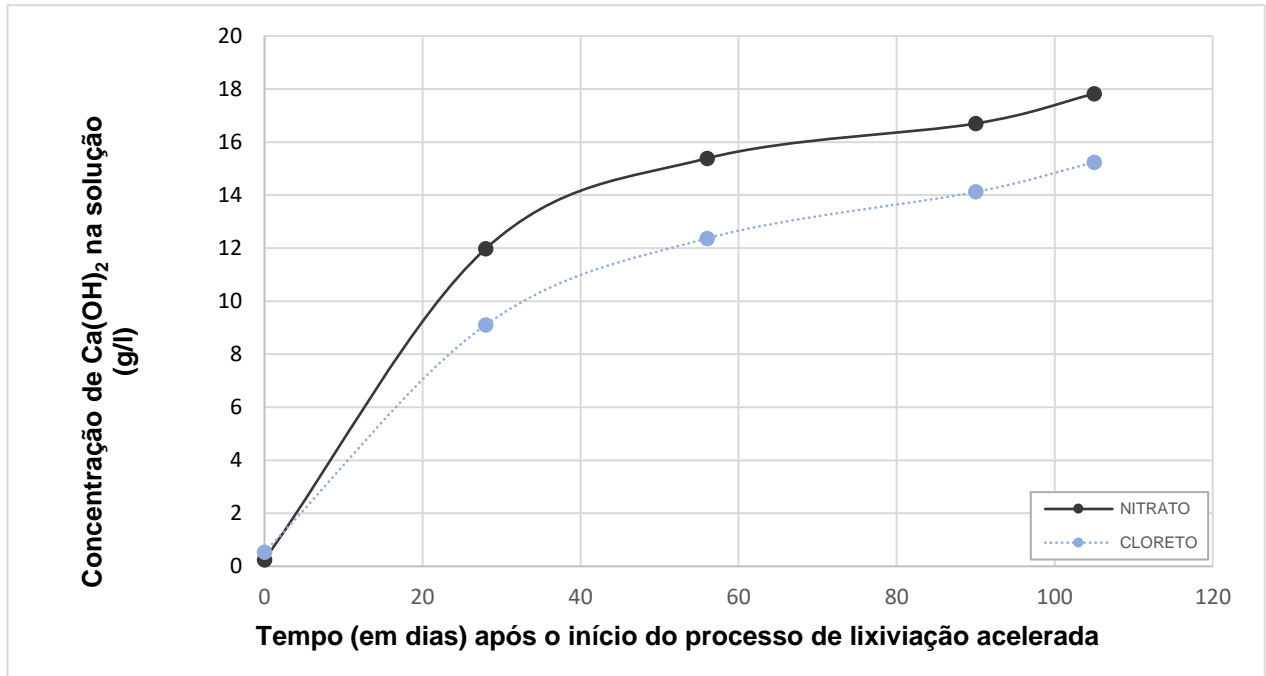
Fonte: Autoral (2025)

Ao analisar a quantificação do cálcio extraído durante o processo de longa exposição, verificou-se que a quantidade de cálcio removida seguiu uma cinética uniforme, conforme o esperado. Esse resultado reafirma a suposição observada na análise do avanço da lixiviação, indicando que o processo se encontrava estagnado devido ao tamponamento dos poros. No entanto, a extração de cálcio da matriz cimentícia para a solução lixiviante manteve-se constante e uniforme ao longo do tempo..

Na Figura 27, é possível observar a influência da adição de pozzolana no cimento, por meio da variação da concentração de cálcio na solução, correlacionada ao longo período de exposição. Essa análise permite avaliar o impacto

da pozolana na resistência à lixiviação do cimento, evidenciando como a sua presença altera a dinâmica da degradação química ao longo do tempo.

Figura 27 - Análise do agente agressivo em cimentos pozolânicos a longo prazo



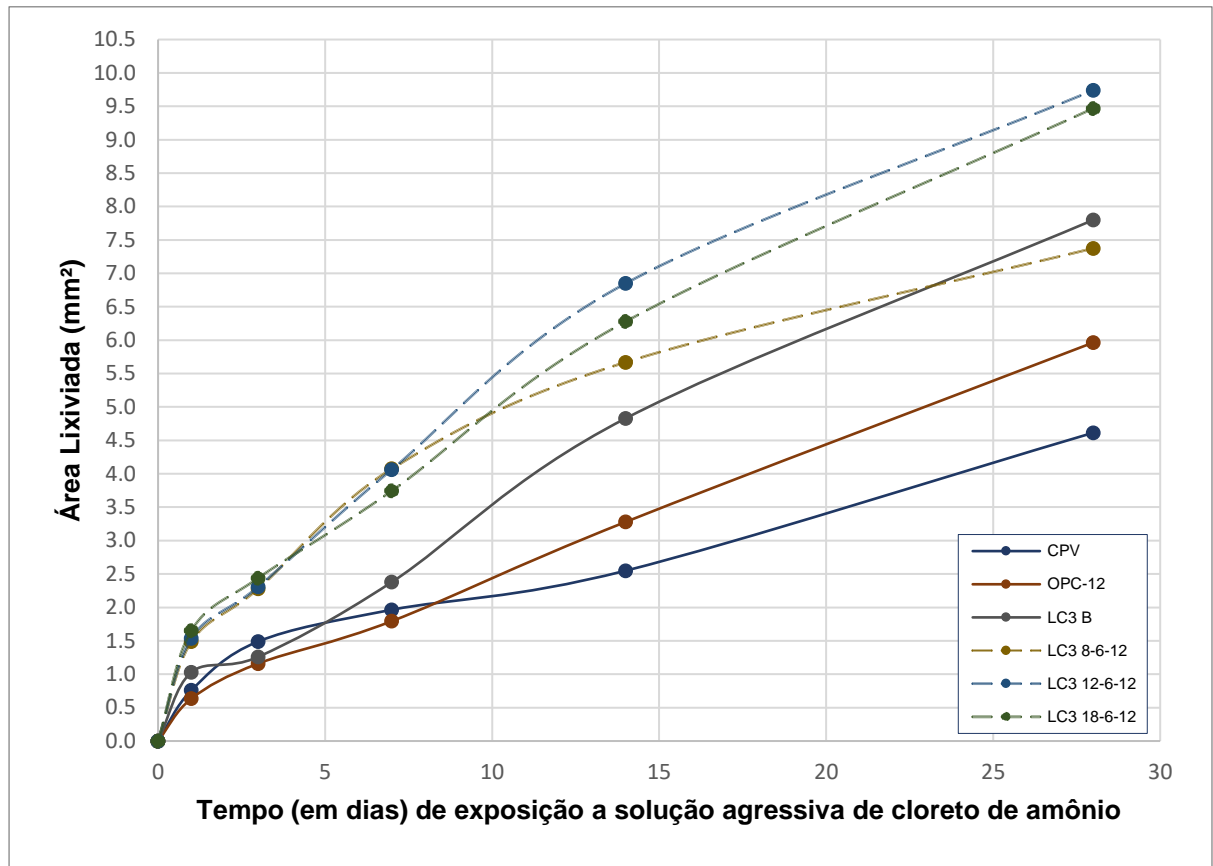
Fonte: Autoral (2025)

Ao analisar os dados obtidos por titulação volumétrica a longo prazo, observa-se que a influência do agente agressivo no processo de lixiviação se mantém, conforme evidenciado em pesquisas anteriores. Os resultados mostram que o nitrato de amônio provoca um processo de degradação mais intenso em comparação ao cloreto de amônio.

#### 4.3. LIXIVIAÇÃO EM CIMENTOS LC<sup>3</sup>.

A lixiviação em cimentos LC<sup>3</sup>, ainda apresenta lacunas a serem estudadas porém com os resultados obtidos se observa algumas características únicas.

Na Figura 28 se pode observar o avanço da lixiviação nos cimentos LC<sup>3</sup>, submetidos à ação agressiva do cloreto de amônio, nela podemos observar o comportamento dos 3 cimentos LC<sup>3</sup> produzidos pelos mestres Dias e Sella, comparados ao cimento da UNB (LC<sup>3</sup> B), cimento sem adições, OPC-12 e o comercial CP V.

Figura 28 - Avanço da lixiviação em cimentos LC<sup>3</sup>

Fonte: Autoral (2025)

Ao analisar as medições do avanço da lixiviação, verificou-se que todos os cimentos avaliados apresentaram progressão no processo, com diferenças significativas entre os cimentos comerciais e os cimentos LC<sup>3</sup> produzidos a partir de argilas locais. Observou-se que estes últimos demonstraram maior susceptibilidade à lixiviação, evidenciando a influência da composição do material na resistência ao fenômeno.

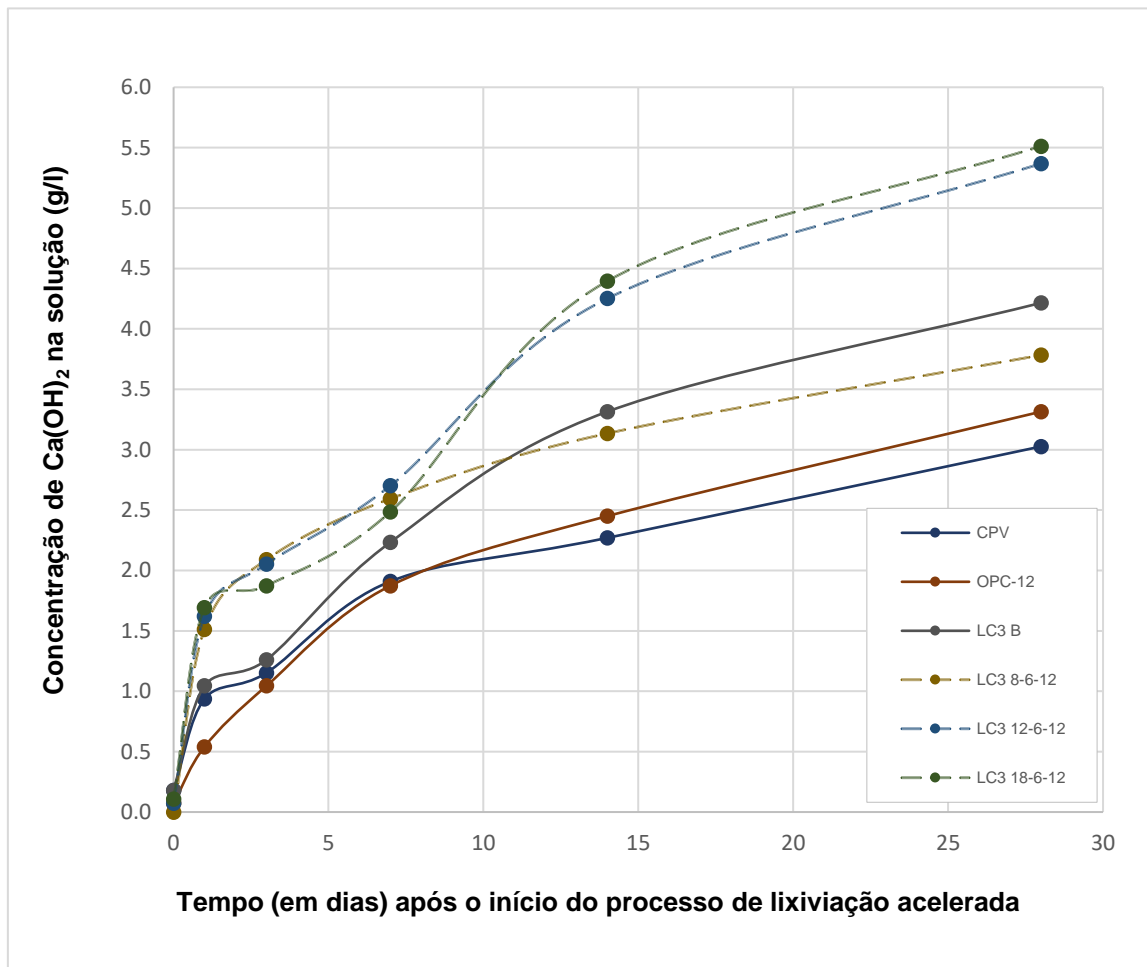
As medições realizadas com o auxílio de paquímetro, após a aspersão de fenolftaleína, evidenciaram que o cimento LC<sup>3</sup> 12-6-12 foi o que apresentou maior avanço da lixiviação entre os materiais analisados. Aos 28 dias de exposição, a lixiviação atingiu aproximadamente 97,4% da área da seção transversal para o LC<sup>3</sup> 12-6-12, 94,7% para o LC<sup>3</sup> 18-6-12 e 73,75% para o LC<sup>3</sup> 8-6-12. Esses resultados contrastam com aqueles reportados por Jiang *et al.* (2021) e outros pesquisadores, que observaram uma tendência de menor avanço da lixiviação em cimentos com maior teor de adições pozolânicas. Entretanto, os ensaios indicam que

a reatividade elevada das fases  $C_3S$  e  $C_2S$  nos cimentos  $LC^3$  pode ter mascarado a influência da pozzolanicidade, uma vez que a hidratação desses compostos resulta na formação de C-S-H e de hidróxido de cálcio ( $Ca(OH)_2$ ), principal responsável pela alcalinidade da matriz cimentícia (NEVILLE, 2011). Durante a lixiviação, o  $Ca(OH)_2$  adicional formado é removido da estrutura, intensificando o avanço do processo e interferindo na avaliação do efeito pozzolânico.

Outro fator relevante a ser considerado é a porosidade das amostras de cimento  $LC^3$ , que, conforme apontado por Sella (2022), apresentou valores superiores aos dos cimentos OPC-12 e CPV-ARI, influenciando diretamente a progressão da lixiviação.

Na Figura 29 observa-se o comportamento dos cimentos  $LC^3$  frente ao ensaio acelerado de lixiviação, por meio da quantificação do hidróxido de cálcio extraído presente na solução agressiva, comparados aos cimentos de controle CP V e o OPC 12.

Figura 29 - Concentração de hidróxido de cálcio lixiviado dos cimentos  $LC^3$



Fonte: Autoral (2025)

A quantificação da cinética da lixiviação foi realizada por meio de titulação química do cálcio extraído da matriz cimentícia. Observou-se que a degradação da portlandita ocorreu predominantemente no primeiro dia de exposição. No terceiro dia, registrou-se uma redução na taxa de lixiviação de cálcio, possivelmente devido ao tamponamento de poros, caracterizando a fase intermediária do processo. Em seguida, verificou-se uma extração contínua de cálcio ao longo do tempo.

Os ensaios de titulação demonstraram que os cimentos LC<sup>3</sup> 12-6-12 e LC<sup>3</sup> 18-6-12 apresentaram valores de cálcio extraído muito próximos após 28 dias de exposição, sendo 5,51 g/L e 5,37 g/L, respectivamente. Estes cimentos registraram as maiores perdas de cálcio entre os analisados. Em contrapartida, o LC<sup>3</sup> 8-6-12 apresentou uma taxa de lixiviação inferior ao LC<sup>3</sup>-B a partir dos 14 dias de exposição. Os cimentos que demonstraram melhor desempenho, com base nos valores de titulação, foram o CPV ARI (3,03 g/L) e o OPC-12 (3,31 g/L).

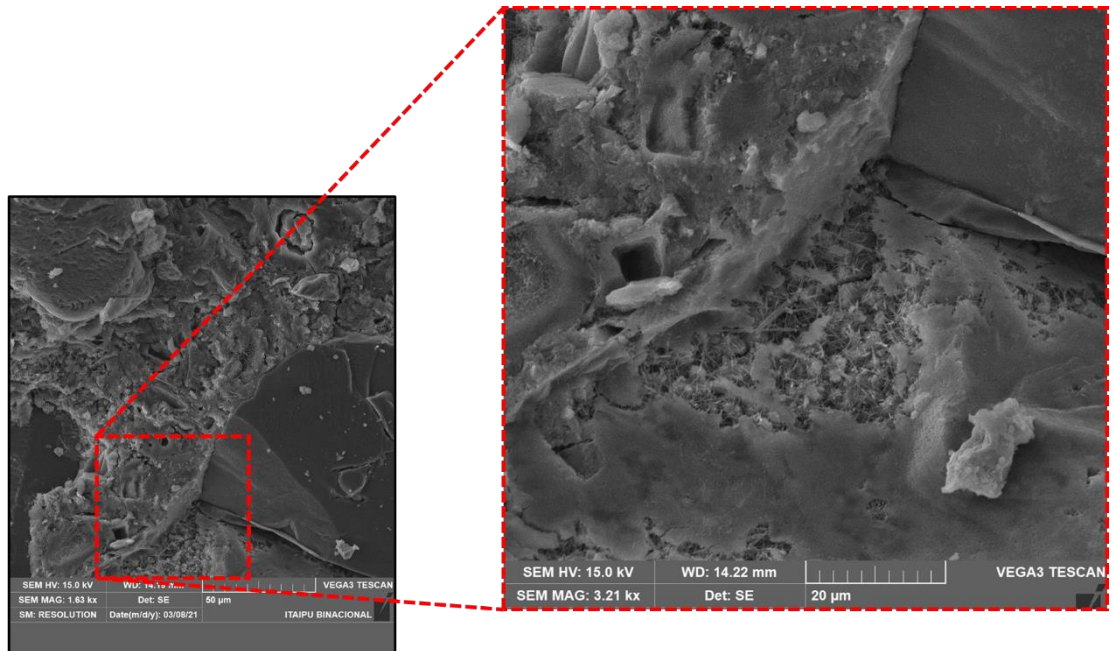
A análise da perda de cálcio por CP evidenciou que os cimentos LC<sup>3</sup> produzidos por Dias (2022) e Sella (2022) apresentaram um aumento expressivo logo no primeiro dia de exposição. Além disso, os cimentos CPV e OPC exibiram padrões distintos de perda de cálcio, sendo que o CPV apresentou curvas de degradação mais acentuadas, enquanto o OPC apresentou curvas mais suaves e previsíveis.

#### 4.4. ANALISES ENSAIO COMPLEMENTAR

O microscópio eletrônico de varredura serviu como ensaio complementar para a obtenção de imagens detalhadas durante o processo de lixiviação acelerada, permitindo a análise microestrutural das amostras, a identificação das alterações morfológicas e a avaliação da progressão da degradação nos materiais cimentícios.

A Figura 31 revela diversos componentes de interesse, incluindo agregados, pasta cimentícia, poros, além de estruturas de hidróxido de cálcio (CH) e silicato de cálcio hidratado (CSH). Além disso, é possível identificar a interface entre a matriz cimentícia e os agregados, regiões de possível fragilização devido à lixiviação

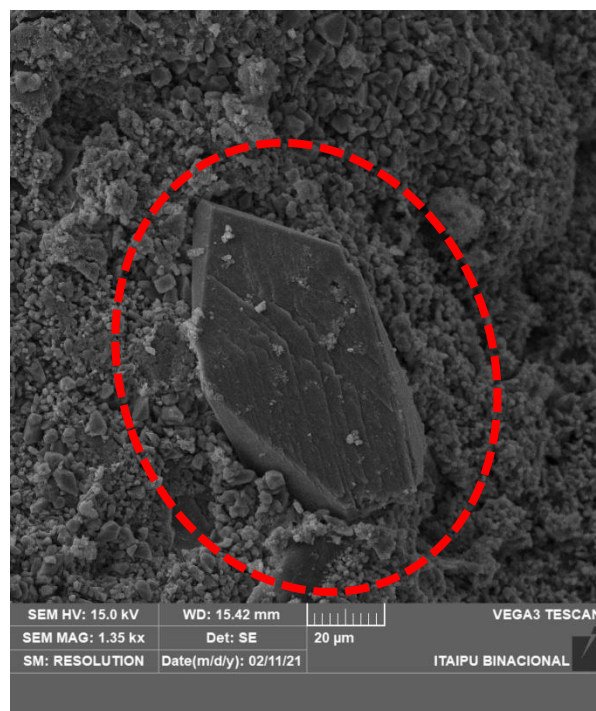
Figura 31 - Amostra de CII F, a/c 0,55



Fonte: Autorial (2025)

Na Figura 30 pode-se observar a estrutura da portlandita presente na amostra de CII F, caracterizada por seu formato

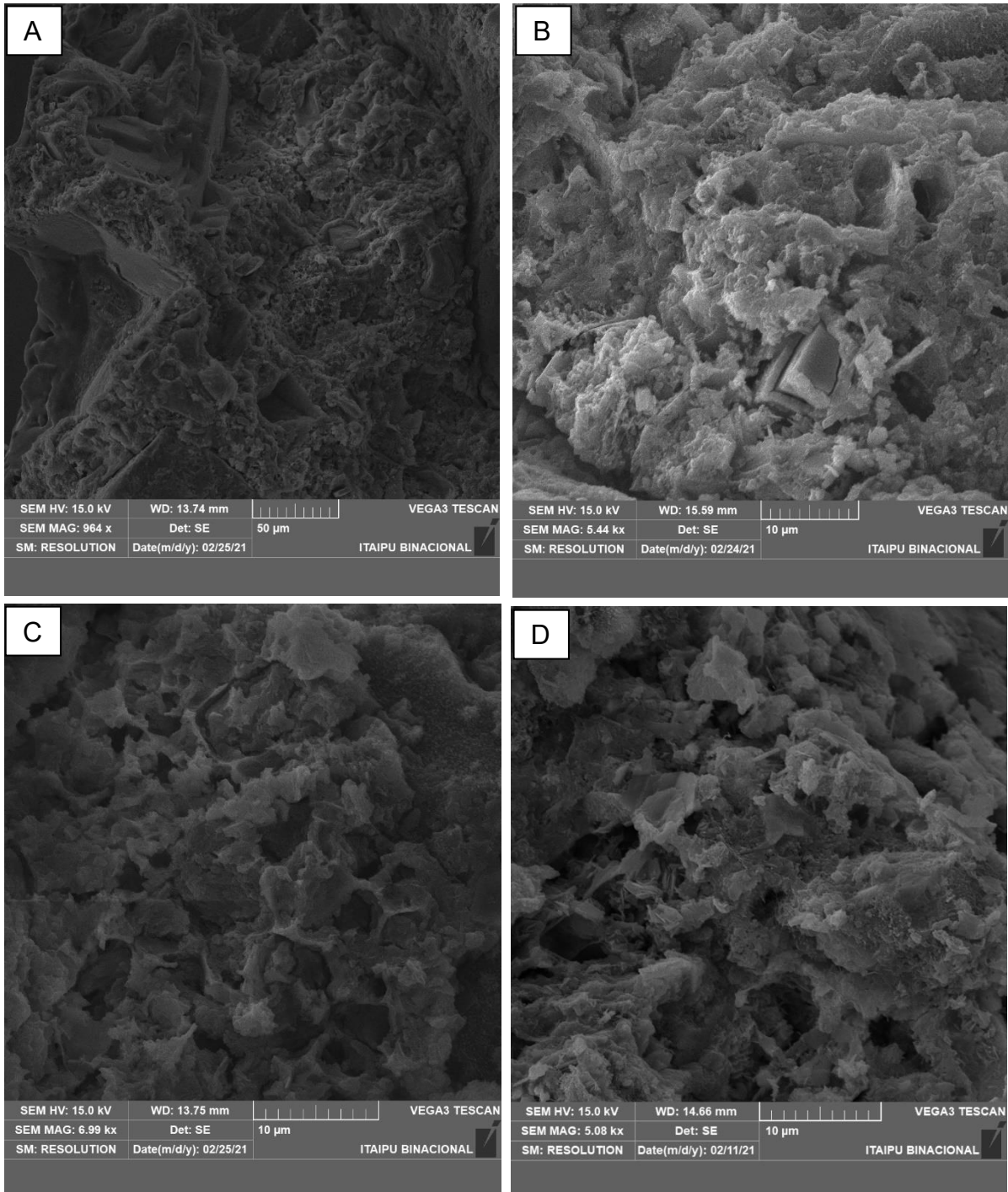
Figura 30 - Presença de portlandita na amostra



Fonte: Autorial (2025)

Na Figura 32 observa-se a degradação ao longo tempo de exposição ao processo de lixiviação, para os cimentos CP IV e CP II F.

Figura 32 - Amostras lixiviadas  
 A) CP IV aos 105 dias de exposição; B) CP IV aos 56 dias de exposição;  
 C) CP II F aos 105 dias de exposição; D) CP II F aos 56 dias de exposição;

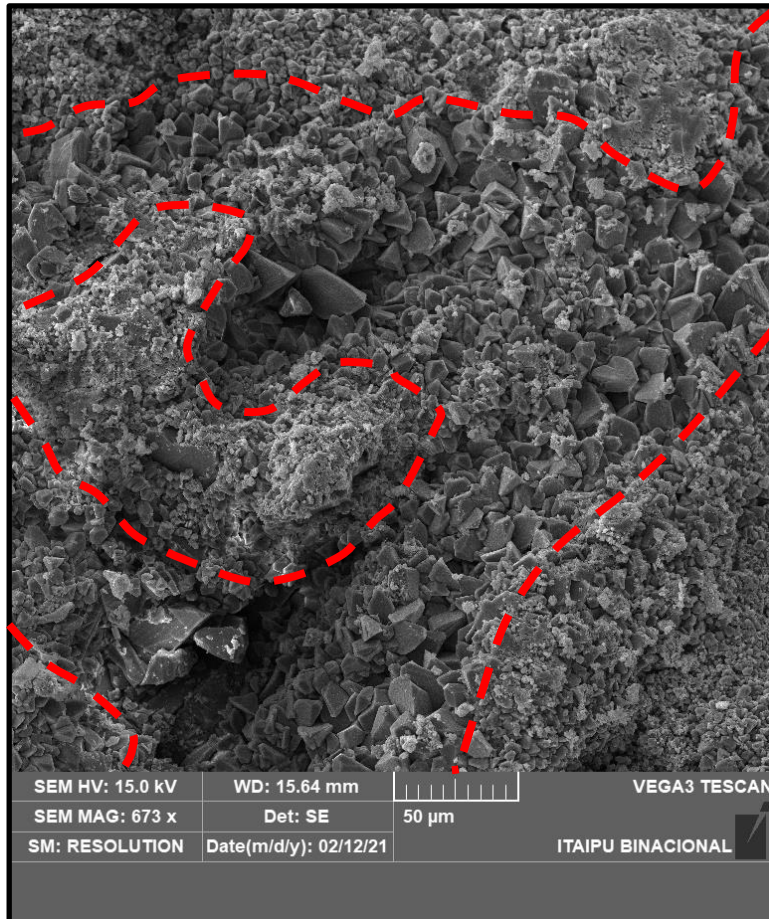


Fonte: Autoral (2025)

Na Figura 33, se observa as estruturas de portlandita preenchendo os

vazios interconectados da matriz cimentícia, destacados na figura.

Figura 33 - Amostra de CP II F aos 0 dias de exposição



Fonte: Autorial (2025)

## 5. CONCLUSÕES

O presente estudo teve como objetivo principal a elaboração de um protocolo de análise química por meio de titulação volumétrica para a quantificação do hidróxido de cálcio presente na solução lixiviante de materiais cimentícios. A metodologia aplicada possibilitou a obtenção de resultados precisos, evidenciando a relação entre a perda de hidróxido de cálcio e a degradação estrutural dos cimentos Portland.

Os ensaios demonstraram que a lixiviação é significativamente influenciada pelo tipo de solução agressiva empregada. O nitrato de amônio ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) apresentou uma taxa média de extração de cálcio 29% superior à do cloreto de amônio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) ao longo de 21 dias de exposição. Essa diferença é atribuída à maior agressividade química do nitrato de amônio, que intensifica a dissolução da portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) e do silicato de cálcio hidratado (C-S-H).

A influência dos diferentes tipos de cimento foi analisada a partir da titulação das soluções lixiviantes. Os cimentos convencionais apresentaram um índice médio de lixiviação de 4,5 g/L de cálcio para o CPV-ARI e de 6,05 g/L de cálcio para CPII F, dissolvido aos 21 dias de exposição, enquanto os cimentos pozolânicos exibiram valores reduzidos, na faixa de 2,40 g/L para o CPII Z e de 3,08 para o CP IV. Essa menor taxa de lixiviação pode ser atribuída à reação pozolânica, que reduz a formação de portlandita e melhora a compactação da matriz cimentícia, reduzindo sua porosidade e permeabilidade.

A variação da concentração de cálcio na solução lixiviante ao longo do tempo revelou um comportamento não linear. Nos primeiros sete dias, verificou-se uma taxa de lixiviação acelerada, sendo o cálcio médio extraído até essa idade representa cerca de 72% da perda total ao longo do período de ensaio. Após esse período, a taxa de lixiviação se estabilizou, sugerindo que a remoção inicial de portlandita ocorre rapidamente, enquanto a degradação progressiva do C-S-H ocorre em uma taxa mais lenta.

A titulação volumétrica utilizando EDTA como reagente titulante e Murexida como indicador se mostrou uma técnica precisa e reprodutível para a quantificação do hidróxido de cálcio em solução. O método proposto reduziu a variabilidade de dados observada em técnicas tradicionais, com isso permitiu um

controle mais rigoroso das variáveis experimentais, sendo possível a sua utilização para confirmação de dados.

Com base nos resultados obtidos, conclui-se que a resistência à lixiviação dos cimentos pozolânicos justifica sua aplicação em ambientes agressivos, como estruturas hidráulicas e contenção de resíduos. O protocolo de titulação desenvolvido demonstrou viabilidade técnica para a quantificação da lixiviação de cálcio e pode ser adotado em estudos futuros para aprimorar a durabilidade de materiais cimentícios expostos a ambientes agressivos. Além disso, investigações adicionais podem explorar a influência de diferentes concentrações de solução agressiva e a correlação com ensaios mecânicos de longo prazo.

Dessa forma, este estudo contribui para a engenharia de materiais cimentícios ao fornecer um método quantitativo confiável para avaliar a degradação química por lixiviação, auxiliando no desenvolvimento de estratégias para aumentar a durabilidade e vida útil das estruturas de concreto expostas a condições severas.

## REFERÊNCIAS

**ABCP - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND.** NOVA norma de especificação de cimento. Disponível em: <<https://abcp.org.br/im-prensa/noticias/conheca-a-abnt-nbr-16697>>. Acesso em: 11 de novembro de 2019.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 5738:2015. Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro, 2018. Disponível em: < chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfndmkaj/http://www2.uesb.br/biblioteca/wp-content/uploads/2022/03/NBR-5738-CONCRETO-PROCEDIMENTO-PARA-MODELAGEM-E-CURA.pdf>. Acesso em 10 de março de 2020.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 5739:2018. Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2018. Disponível em: < chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfndmkaj/https://www.ipaam.am.gov.br/wp-content/uploads/2021/01/NBR-05739-94-Ensaio-de-Compress%C3%A3o-de-Corpos-de-Prova-Cil%C3%ADndricos-de-Concreto.pdf>. Acesso em 10 de março de 2020.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 6118:2014. Projeto de estruturas de concreto - Procedimento. Rio de Janeiro, 2018.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 7175:2003. Cal hidratada para argamassas - Requisitos. Rio de Janeiro, 2003.

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

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

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 8802:2019. Concreto endurecido - Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica. Rio de Janeiro, 2019.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 15575-2:2013. Edificações habitacionais - Desempenho Parte 2: Requisitos para os sistemas estruturais. Rio de Janeiro, 2013.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 16372:2015. Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro, 2015.

**ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS.** ABNT NBR 16697:2018. Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

**AIE - AGÊNCIA INTERNACIONAL DE ENERGIA.** Roteiro para a Tecnologia do Cimento 2009 - Reduções das emissões de carbono até 2050. 2009. p. 36.

**ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS.** ASTM C1202: Standard Test Method for Electrical Indication of Concrete's Ability to Resist Chloride Ion Penetration. United States, 2019.

**ARRIBAS, I.; VEGAS, I.; GARCÍA, V.; VIGIL DE LA VILLA, R.; MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S.; FRÍAS, M.** The deterioration and environmental impact of binary cements containing thermally activated coal mining waste due to calcium leaching. *Journal of Cleaner Production*, v. 183, p. 887-897, 2018.

**BABA AHMADI, A.; TANG, L.; ABBAS, Z.; MÅRTENSSON, P.** Physical and Mechanical Properties of Cementitious Specimens Exposed to an Electrochemically Derived Accelerated Leaching of Calcium. *International Journal of Concrete Structures and Materials*, v. 9, n. 3, p. 295-306, 2015.

**BANGERT, F.; GRASBERGER, S.; KUHL, D.; MESCHKE, G.** Environmentally induced deterioration of concrete: physical motivation and numerical modeling. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 70, p. 891-910, 2003.

**BAUER, L. A.** *Materiais de Construção*. 5. ed. v. 1. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2014.

**BEDDOE, R. E.; DONER, H. W.** Modelling acid attack on concrete: Part I. The essential mechanisms. *Cement and Concrete Research*, v. 35, p. 2333-2339, 2005.

**BELLÉGO, C. L.; PIJAUDIER-CABOT, G.; GÉRARD, B.; DUBÉ, J. F.; MOLEZ, L.** Coupled Mechanical and Chemical Damage in Calcium Leached Cementitious Structures. *Journal of Engineering Mechanics*, v. 129, p. 333-341, 2003.

**BERNARD, F.; KAMALI-BERNARD, S.** Performance simulation and quantitative analysis of cement-based materials subjected to leaching. *Computational Materials Science*, v. 50, n. 1, p. 218-226, 2010.

**BERNER, U. R.** Modelling the Incongruent Dissolution of Hydrated Cement Minerals. *Radiochimica Acta*, v. 44-45, n. 2, p. 387-394, 1988.

**BETANCOURT CHAVEZ, J. R.; GOULART, P. G.; DIAS, R. P.; DOS SANTOS, A. C. P.; SOTO, J. R.;**.. *Leaching Process in Paste and Mortars Manufactured from Brazilian Cements*. International Journal of Innovative Science, Engineering & Technology, v. 09, p. 42-49, 2022.

**BRANDÃO, A.** Qualidade e Durabilidade das Estruturas de Concreto Armado - Aspectos de Projeto. 1998. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas) – [s. l.].

**BREUGEL, K. V.** A three-dimensional lattice Boltzmann method based reactive transport model to simulate changes in cement paste microstructure due to calcium leaching. *Construction and Building Materials*, v. 166, p. 158-170, 2018.

**CANCIO DÍAZ, Y.; SÁNCHEZ BERRIEL, S.; HEIERLI, U.; FAVIER, A. R.; SÁNCHEZ MACHADO, I. R.; SCRIVENER, K. L.; MARTIRENA HERNÁNDEZ, J. F.; HABERT, G.** Cimento argiloso calcinado como solução de baixo carbono para atender à crescente demanda por cimento nas economias emergentes. *Engenharia de Desenvolvimento*, v. 2, maio 2016, p. 82-91. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.deveng.2017.06.001>. Acesso em: 11 de outubro de 2021.

**CAROLINE, L. B.** et al. Coupled Mechanical and Chemical Damage in Calcium Leached Cementitious Structures. *Journal of Engineering Mechanics*, v. 129, n. 3, p. 333-341, 2003. Disponível em: [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(2003\)129:3\(333\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(2003)129:3(333)). Acesso em: 15 de agosto de 2024.

**CASCUDO, O.** *O controle da corrosão de armaduras em concreto: inspeção e técnicas eletroquímicas*. São Paulo: Pini, 1997.

**CASCUDO, O.; HELENE, P.** Resistência à corrosão no concreto dos tipos de armaduras brasileiras para concreto armado. *Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP*, [s. l.], p. 20, 2001.

**CHOI, Y. S.; CHOI, S. Y.** Effect of calcium leaching on the pore structure, strength, and chloride penetration resistance in concrete specimens. *Nuclear Engineering and Design*, v. 259, p. 126-136, 2013.

**CHOI, Y. S.; CHOI, S. Y.; KIM, I. S.; YANG, E. I.** Experimental study on the structural behavior of calcium-leaching damaged concrete members. *Magazine of Concrete Research*, v. 70, p. 1102-1117, 2017.

**CUESTA, A.; SANTACRUZ, I.; DE LA TORRE, A. G.; DAPIAGGI, M.; ZEA-GARCIA, J. D.; ARANDA, M. A. G.** Estrutura local e relação Ca/Si em géis de CSH provenientes de hidratação de misturas de silicato tricálcico e sílica ativa. *Pesquisa de Cimento e Concreto*, v. 143, p. 106405, mar. 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106405>. Acesso em: 12 de agosto de 2024.

**DAI, Z.; TRAN, T. T.; SKIBSTED, J.** Aluminum incorporation in the C-S-H phase of white Portland cement-metakaolin blends studied by <sup>27</sup>Al and <sup>29</sup>Si MAS NMR spectroscopy. *Journal of the American Ceramic Society*, [s. l.], v. 97, n. 8, p. 2662-2671, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/jace.13006>. Acesso em: 12 de agosto de 2024.

**DIAS, R. P.** Efeito da distribuição granulométrica em cimentos LC<sup>3</sup> produzidos a partir de matérias-primas da região de Foz do Iguaçu - PR. 2022. Disponível em: <https://dspace.unila.edu.br>. Acesso em: 02 de março de 2023

**DIAS, R. P.; DOS SANTOS, A. C. P. GOULART, P. G.;** Proceso de lixiviación en pastas y morteros fabricados a partir de cementos brasileños. *XIV simposio de investigación en sistemas constructivos, computacionales y arquitectónicos*, 2021, Gomes Palacios no Mexico. Actas del XIV simposio de investigación en sistemas constructivos, computacionales y arquitectónicos. Durango: UJED, 2021. v. 1.

**DIN - Deutsches Institut für Normung.** Produkte und Systeme für den Schutz und die Instandsetzung von Betontragwerken - Prüfverfahren - Bestimmung der Karbonatisierungstiefe im Festbeton mit der Phenolphthalein-Prüfung; Deutsche Fassung EN 14630:2006. 2006.

**DOS SANTOS, A. C. P.; GOULART, P.G.** Estudo dos efeitos da lixiviação de cal no concreto: procedimento de ensaio. *Relatório de pesquisa*. Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território. Universidade Federal da Integração Latino-Americana, 2023.

**DOS SANTOS, A. C. P; GOULART, P. G.; DIAS, R. P..** Caracterização do comportamento de pastas e argamassas de cimentos Portland durante o processo de lixiviação acelerada. *Congreso Latino americano de Patología de construcción*, 2021, online., 2021. p. 1103-1117.

**DOW, C.; GLASSER, F. P.** Calcium carbonate efflorescence on Portland cement and building materials. *Cement and Concrete Research*, v. 33, n. 1, p. 147-154, 2003.

**EFNARC.** *Specification and Guidelines for Self-Compacting Concrete. Specification, Production and Use*. Londres, 2005. 63 p.

**EKSTRÖM, T.** Durability check of existing concrete dams subjected to environmental degradation. In: *ICOLD European Symposium*, Geiranger, Norway. *Proceedings....* A.A. Balkema, 2001.

**EKSTRÖM, T.** *Leaching of concrete: experiments and modeling*. Division of Building Materials, LTH, Lund University, 2001. Disponível em:

<https://portal.research.lu.se/portal/files/4827018/1766469.pdf>. Acesso em:

20 de abril de 2021.

**EKSTRÖM, T.** *Leaching of concrete: the leaching process and its effects*. Division of Building Materials, LTH, Lund University, 2003. Disponível em:

<http://lup.lub.lu.se/search/ws/files/4900903/1398175.pdf>. Acesso em:

22 de abril de 2021.

**FAN, Y. F.; HU, Z. Q.; ZHANG, Y. Z.; LIU, J. L.** Deterioration of compressive property of concrete under simulated acid rain environment. *Construction and Building Materials*, v. 24, n. 10, p. 1975-1983, 2010.

**FENG, P.; MIAO, C.; BULLARD, J. W.** A model of phase stability, microstructure and properties during leaching of Portland cement binders. *Cement and Concrete Composites*, [s. l.], v. 49, p. 9-19, 2014. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.01.006>. Acesso em: 25 de junho de 2021.

**FERREIRA, R. D. Q.; RIBEIRO, J.** *Química analítica experimental - Parte 2*. [S. l.: s. n.], 2012.

**FORSTER, A. M.; SZADURSKI, E. M.; BANFILL, P. F. G.** Deterioration of natural hydraulic lime mortars, I: Effects of chemically accelerated leaching on physical and mechanical properties of uncarbonated materials. *Construction and Building Materials*, v. 72, p. 199-207, 2014.

**GAITERO, J. J.; CAMPILLO, I.; GUERRERO, A.** Reduction of the calcium leaching rate of cement paste by addition of silica nanoparticles. *Cement and Concrete Research*, [s. l.], v. 38, n. 8, p. 1112-1118, 2008. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.03.021>. Acesso em: 02 de novembro de 2020.

**GALO, A. L.; COLOMBO, M. F.** Espectrofotometria de longo caminho óptico em espectrofotômetro de duplo-feixe convencional: uma alternativa simples para investigações de amostras com densidade óptica muito baixa. *Química Nova*, [s. l.], v. 32, n. 2, p. 488-492, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/s0100-40422009000200036>. Acesso em: 05 de março de 2023.

**GARCIA-LODEIRO, I.** et al. Mineralogical and microstructural alterations in a Portland cement paste after an accelerated decalcification process. *Cement and Concrete Research*, [s. l.], v. 140, p. 106312, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106312>. Acesso em: 05 de novembro de 2020.

**GERARD, B.; BELLEGO, C. L.; BERNARD, O.** Simplified modelling of calcium leaching of concrete in various environments. *Materials and Structures*, v. 35, p. 632-640, 2002.

**GOLEWSKI, G.; SADOWSKI, T.** An analysis of shear fracture toughness  $K_{IIc}$  and microstructure in concretes containing fly-ash. *Construction and Building Materials*, v. 51, p. 207-214, 2014.

**GOÑI, S.; FRÍAS, M.; VILLA, R. V.; VEGAS, I.** Decalcification of activated paper sludge - Fly ash-Portland cement blended pastes in pure water. *Cement & Concrete Composites*, v. 40, p. 1-6, 2013.

**GONTIJO, M. C.; ONUMA, N. T.; VIEIRA Jr, L. P.; KUPERMAN, S. C.** Efeitos da lixiviação sobre a durabilidade do concreto. *Anais: IBRACON*, v. 32, p. 15-26, 1995.

**HAGA, K.; SUTOU, S.; HIRONAGA, M.; TANAKA, S.; NAGASAKI, S.** Effects of porosity on leaching of Ca from hardened ordinary Portland cement paste. *Cement and Concrete Research*, v. 35, p. 1764-1775, 2005.

**HAN, F.; LIU, R.; YAN, P.** Effect of fresh water leaching on the microstructure of hardened composite binder pastes. *Construction and Building Materials*, v. 68, p. 630-636, 2014.

**HARTWICH, P.; VOLLPRACHT, A.** Influence of leachate composition on the leaching behaviour of concrete. *Cement and Concrete Research*, v. 100, p. 423-434, 2017.

**HEUKAMP, F. H.; ULM, F. J.; GERMAINE, J. T.** Mechanical properties of calcium-leached cement pastes: triaxial stress states and the influences of the pore pressures. *Cement and Concrete Research*, v. 31, p. 767-774, 2001.

**HOSSAIN, M. U.** et al. Evaluation of environmental impact distribution methods for supplementary cementitious materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 82, p. 597-608, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.09.048>. Acesso em: 14 de Agosto de 2024.

**HU, J.** Carbonization and calcium leaching-induced deterioration of concrete in dams: field inspection and microstructural investigation. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, v. 24, n. 12, p. 2046-2069, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/19648189.2018.1498809>. Acesso em: 05 de novembro de 2020.

**INTERNATIONAL ENERGY AGENCY (IEA).** *Cement Technology Roadmap 2009 - Carbon emissions reductions up to 2050*. 2009. p. 36.

**INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION.** *ISO 13320. Particle size analysis - Laser diffraction methods*. 2009.

**JEBLI, M.; JAMIN, F.; GARCIA-DIAZ, E.; EI OMAIRI, M.; EI YOUSOUFI, M. S.** Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite. *Cement and Concrete Composites*, v. 73, 2016.

**JIA, Z.; CAO, R.; CHEN, C.; ZHANG, Y.** Using in-situ observation to understand the leaching behavior of Portland cement and alkali-activated slag pastes. *Composites Part B: Engineering*, v. 177, p. 107366, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107366>. Acesso em: 05 de novembro de 2020.

**JIANG, C; JIANG, L; TANG, X; GONG, J; CHU, H.** Impact of calcium leaching on mechanical and physical behaviors of high belite cement pastes. *Construction and Building Materials*, v. 286, p. 122983, 2021. ISSN 0950-0618. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122983>. Acesso em: 15 de agosto de 2024.

**JORGE, M.** Estudo da lixiviação do concreto compactado com rolo pela ação de águas puras. 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2001.

**KAMALI, S.; GERARD, B.; MORANVILLE, M.** Material and environmental parameter effects on the leaching of cement pastes: experiments and modeling. *Cement and Concrete Research*, v. 38, p. 575-585, 2008.

**KESHU, W.; LIN, L.; QIONG, X.; WEI, S.** Spatial distribution of the increased porosity of cement paste due to calcium leaching. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater*, p. 735-744, 2015.

**KHATER, H. M.** Influence of metakaolin on resistivity of cement mortar to magnesium chloride solution. *Ceramics-Silikáty*, v. 54, n. 4, p. 325-333, 2010.

**LARRARD, T.; BENBOUDJEMA, F.; COLLIAT, J. B.; TORRENTI, J. M.; DELERUYELLE, F.** Concrete calcium leaching at variable temperature: experimental data and numerical model inverse identification. *Computational Materials Science*, v. 49, n. 1, p. 35-45, 2010.

**LIMA, J.; AMORIM JÚNIOR, N. S.; SANTANA, H. A.; RIBEIRO, D. V.** Avaliação da durabilidade de concretos para obras de saneamento revestidos por diferentes membranas impermeáveis frente à ação de ácidos e sulfatos - estudo comparativo. *Concreto & Construções*, v. 110, p. 66-72, 2023.

**LOTENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R. D.** Supplementary cementitious materials. *Cement and Concrete Research*, v. 41, n. 12, p. 1244-1256, 2011.  
Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>. Acesso em: 25 de agosto de 2024.

**LUO, Y.; GAO, X.; WANG, D.; LIU, Y.; ZHANG, Q.; LI, J.; XUE, G.** Study on the efflorescence behavior of concrete by adding metakaolin. *Journal of Building Engineering*, v. 83, p. 108396, 2024.

**MAINGUY, M; TOGNAZZI, C; TORRENTI, J; ADENOT, F.** Modelling of leaching in pure cement paste and mortar. *Cement and Concrete Research*, v. 30, n. 1, p. 83-90, 2000. ISSN 0008-8846. Disponível em:  
[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00208-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00208-2). Acesso em:  
20 de novembro de 2020.

**MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J.** *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2008.

**MEHTA, P. Kumar; MONTEIRO, P. J. M.** Design and analysis of offset printing press plate cylinder using finite element method. [S. l.: s. n.], 2001.

**MORANVILLE, M.; KAMALI, S.; GUILLON, E.** Physicochemical equilibria of cement-based materials in aggressive environments-experiment and modeling. *Cement and Concrete Research*, v. 34, p. 1569-1578, 2004.

**NAKARAI, K.; ISHIDA, T.; MAEKAWA, K.** Modeling of calcium leaching from cement hydrates coupled with micro-pore formation. *Journal of Advanced Concrete Technology*, v. 4, n. 3, p. 395-407, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.3151/jact.4.395>. Acesso em: 20 de novembro de 2024.

**NEUMANN JUNIOR, C.; FARIA, E. F.; DOS SANTOS, A. C. P.** Concrete leaching of a hydroelectric powerhouse due to 40 years of exposure to river water. *Construction and Building Materials*, v. 302, 2021.

**NEUMANN JUNIOR, C.** Avaliação do processo de lixiviação em concreto massa: o caso de Itaipu Binacional. 2019. 123 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal da Integração Latino-Americana, Foz do Iguaçu, 2019.

**NEVIL, A.** *Concrete technology*. [S. l.: s. n.], 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.6004/jnccn.2015.0201>. Acesso em: 05 de agosto de 2021.

**NEVILLE, A. M.** *Propriedades do Concreto*. 5. ed. São Paulo: Bookman, 2016. P 888.

**OLLIVIER, J.; TORRENTI, J. A** estrutura porosa dos concretos e as propriedades de transporte. In: ACKER, P. (org.). *Durabilidade do concreto*. São Paulo: IBRACON, 2014. p. 615.

**PAULON, V.; KIRCHHEIM, A.** Nanoestrutura e Microestrutura do Concreto Endurecido. In: ISAIA, G. C. (org.). São Paulo: IBRACON, 2011.

**PEREIRA, C.; DE BRITO, J.; SILVESTRE, J. D.** Contribution of humidity to the degradation of façade claddings in current buildings. *Engineering Failure Analysis*, v. 90, p. 103-115, 2018.

**PHUNG, Q. T.; MAES, N.; JACQUES, D.; PERKO, J.; SCHUTTER, G.; YE, G.** Modelling the evolution of microstructure and transport properties of cement pastes under conditions of accelerated leaching. *Construction and Building Materials*, v. 115, p. 179–192, 2016..

**POSSAN, E.; ANDRADE, J. J. O.; DAL MOLIN, D. C. C.** A conceptual framework for service life prediction of reinforced concrete structures. *Journal of Building Pathology and Rehabilitation*, v. 3, p. 1-11, 2018.

**RIBEIRO, P. H. L. C.; MEIRA, G. R.; FERREIRA, P. R. R.; PERAZZO, N.** Electrochemical realkalisation of carbonated concretes – Influence of material characteristics and thickness of concrete reinforcement cover. *Construction and Building Materials*, v. 40, p. 280-290, 2013.

**ROSENQVIST, M.; BERTRON, A.; FRIDH, K.; HASSANZADEH, M.** Concrete alteration due to 55 years of exposure to river water: Chemical and mineralogical characterization. *Cement and Concrete Research*, v. 92, p. 110–120, 2017.

**ROSENQVIST, M.; PHAM, L. W.; TERZIC, A.; FRIDH, K.; HASSANZADEH, M.** Effects of interactions between leaching, frost action and abrasion on the surface deterioration of concrete. *Construction and Building Materials*, v. 149, p. 849–860, 2017

**ROZIÈRE, E.; LOUKILI, A.; EL HACHEM, R.; GRONDIN, F.** Durability of concrete exposed to leaching and external sulphate attacks. *Cement and Concrete Research*, v. 39, n. 12, p. 1188-1198, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.07.021>. Acesso em: 20 de novembro de 2020.

**SAITO, H.; NAKANE, S.; IKARI, S.; FUJIWARA, A.** Preliminary experimental study on the deterioration of cementitious materials by an acceleration method. *Nuclear Engineering and Design*, v. 138, n. 2, p. 151-155, 1992.

**SCRIVENER, K. L.; JOHN, V. M.; GARTNER, E. M.** Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO<sub>2</sub> cement-based materials industry.

*Cement and Concrete Research*, v. 114, p. 2-26, 2018. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.03.015>. Acesso em: 05 de agosto de 2022.

**SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B.** *A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials*. [S. l.]: CRC Press, 2016.

Disponível em: <https://doi.org/10.1201/b19074>. Acesso em: 05 de agosto de 2022.

**SELLA, D. C. N.** Capacidade de captura de CO<sub>2</sub> em matrizes à base de cimentos LC<sup>3</sup> por meio da carbonatação acelerada. 2022. Disponível em:

<http://dspace.unila.edu.br>. Acesso em: 05 de março de 2023.

**SERSALE, R.; FRIGIONE, G.; BONAVITA, L.** Acid depositions and concrete attack: main influences. *Cement and Concrete Research*, v. 28, n. 1, p. 19-24, 1998.

**SILVA, F. G.** da. Desenvolvimento e validação de métodos para quantificação do teor de óxido de cálcio em cimento Portland utilizando espectrofotometria de absorção no ultravioleta visível. *Journal of Chemical Information and Modeling*, v. 53, n. 9, p. 1689-1699, 2019.

**SJÖLANDER, A.; ANSELL, A.** In-situ and laboratory investigation on leaching and effects of early curing of shotcrete. *Nordic Concrete Research*, v. 61, n. 2, p. 23-37, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.2478/ncr-2019-0014>.

Acesso em 05 março de 2024.

**SONG, Z.; JIANG, L.; CHU, H.** Impact of calcium leaching on chloride diffusion behavior of cement pastes exposed to ammonium chloride aqueous solution. *Construction and Building Materials*, v. 153, p. 211-215, 2017.

**SOUZA, V. C.; RIPPER, T.** *Patologia, recuperação e reforço de estruturas de concreto*. São Paulo: Pini, 1998.

**SOUZA, J.; MEIRA, G. R.; VILAR, E. O.; BEZERRA, I. M. B.** Ataque ácido de argamassas com e sem adições pozolânicas. In: 49º CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 2007, Bento Gonçalves. *Anais [...]*. São Paulo: IBRACON, 2007.

**TANG, Y. J.; ZUO, X. B.; HE, S. L.; AYINDE, O.; YIN, G. J.** Influence of slag content and water-binder ratio on leaching behavior of cement pastes. *Construction and Building Materials*, v. 129, p. 61–69, 2016. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0950061816317457?via%3Dihub> acessado em 20 de maio de 2021.

**TANG, Y.J; ZUO, X. B; YIN, G. J; DAVOUDI, H; LI, X. N.** Influence of calcium leaching on chloride diffusivity in cement-based materials. *Construction and Building Materials*, v. 174, p. 310-319, 2018. ISSN 0950-0618. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.112>. Acessado em 25 de maio de 2021.

**TAYLOR, H. F. W.** *Cement Chemistry*. 2. ed. London: Thomas Telford Publishing, 1997. Disponível em: <https://doi.org/10.1680/cc.25929>. Acesso em: [data de acesso].

**ULM, F. J.; LEMARCHAND, E.; HEUKAMP, F. H.** Elements of chemomechanics of calcium leaching of cement-based materials at different scales. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 70, p. 871-889, 2003.

**WAN, Keshu; LI, Lin; XU, Qiong; SUN, Wei.** Spatial distribution of the increased porosity of cement paste due to calcium leaching. *Journal of Wuhan University of Technology - Mater. Sci. Ed.*, v. 30, n. 4, p. 735-744, 2015. Disponível em:

<https://doi.org/10.1007/s11595-015-1221-7>. Acesso em: 16 de novembro de 2020.

**WAN, K.; LI, Y.; SUN, W.** Experimental and modelling research of the accelerated calcium leaching of cement paste in ammonium nitrate solution. *Construction and Building Materials*, v. 40, p. 832-846, 2013.

**WEST, D. M.; SKOOG, D. A.** *Fundamentos de química analítica*. [S. l.: s. n.], 1976.

**WONG, S. F.; CHUI, P. C.** An accelerated leaching test for cement mortar. In: *28th Conference on Our World in Concrete & Structures*, 2003, Singapura.

**YANG, H.; JIANG, L.; ZHANG, Y.; PU, Q.; XU, Y.** Predicting the calcium leaching behavior of cement pastes in aggressive environments. *Construction and Building Materials*, v. 29, p. 88–96, 2012.

## ANEXOS

### ANEXO 1 – VIDRARIAS UTILIZADAS NO PROCESSO DE TITULAÇÃO.

- Duas pipetas graduadas de 20ml
- Dois Béqueres de 300ml
- Dois Frascos Erlenmeyer de 250ml
- Duas Buretas de 50ml
- Almofariz e Pistilo
- Espátula com colher metálica de aço inox.
- Balança Digital com precisão de 0,001g.

## ANEXO 2 – PREPARAÇÃO DOS REAGENTES PARA A UTILIZAÇÃO NA TITULAÇÃO

- **Preparação do NaOH para a concentração de 5N.**

Para preparar a solução de NaOH 5N, se faz necessário conhecer o volume de solução a ser utilizada, tomaremos neste protocolo 100ml de solução.

Portanto para se obter 100ml de solução de NaOH a 5N, deve-se seguir o seguinte cálculo.

$$Eq_{base} = \frac{Massa\ Molar}{n^{\circ}\ de\ OH\ ionizado}$$

No caso de NaOH que possui massa molar de 40g/Mol temos:

$$Eq_{base} = \frac{40g}{1} = 40$$

Em seguida aplicamos este resultado obtido na seguinte equação:

$$N = \frac{massa\ necessaria}{Eq \cdot volume\ de\ solu\c{c}\~{a}o}$$

Para 100 ml de NaOH a 5N temos:

$$massa\ necessaria = N \cdot Eq \cdot volume\ de\ solu\c{c}\~{a}o$$

$$massa\ necessaria = 5 \cdot 40 \cdot 0,1 = 20,0g$$

- **Preparação do EDTA para a concentração de 0,025 Mol/L**

Para preparar a solução 0,025 Mol/L de EDTA, se faz necessário conhecer o volume de solução a ser utilizada, adotaremos neste protocolo 1000ml de solução.

Sabendo-se que o EDTA possui massa molar de 292,24 g/Mol, podemos calcular a massa necessária para se obter a concentração desejada, com base na regra de proporcionalidade a seguir.

$$\frac{1\ mol}{0,025\ mol} \quad \frac{292,24g}{Xg} = Xg = \frac{0,025 \cdot 292,24}{1} = 7,306g$$

Para se obter a concentração de 0,025 Mol/L deve-se diluir 7,306g de EDTA em 1000ml de água destilada.

- **Preparação da Murexida**

Para preparar o Reagente Murexida, se utiliza a proporção normatizada pela Norma Técnica L5.173 – Água: determinação de cálcio – método titulométrico do EDTA, que propõe a proporção de 0,2 g de Murexida para 100g de NaCl, seguindo esta proporção deposite estes compostos no almofariz e utilizando o pistilo triture os compostos até obter um pó homogêneo e fino, passante pela peneira 50 com abertura de 0,297mm.

Os processos de preparação das soluções tem como base as metodologias experimentais determinadas por (FERREIRA; RIBEIRO, 2012)