

ANÁLISE DA ATUALIZAÇÃO DA NORMA ABNT NBR 14656 – CIMENTO PORTLAND E MATÉRIAS-PRIMAS — ANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTROMETRIA DE RAIOS X — MÉTODOS DE ENSAIO

¹Filho J. T., ²lecker R.S.

¹*Docentes Engenharia Civil do Grupo de Pesquisa Engenharia e Sociedade, Faculdade de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Iguaçu - UNIG, Av. Abílio Augusto Távora, 2134 - Jardim Nova Era, 26275-580, Nova Iguaçu – RJ*

²*Aluno Engenharia Civil do Grupo de Pesquisa Engenharia e Sociedade, Faculdade de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Iguaçu - UNIG, Av. Abílio Augusto Távora, 2134 - Jardim Nova Era, 26275-580, Nova Iguaçu – RJ*

¹0173038@professor.unig.edu.br, ²190068517@aluno.unig.edu.br

Resumo – O processo de normalização é dinâmico, pois é necessário que todos os documentos técnicos produzidos atendam a realidade dos mercados produtores e dos consumidores. Desta forma as normas técnicas precisam ser avaliadas e revisadas periodicamente com o intuito de que não fiquem obsoletas ou não aplicáveis. Este trabalho aborda a atualização realizada em julho de 2023 na norma ABNT NBR 14656. A última versão da referida da norma foi publicada em 2001, desde então, depois de 22 anos foi detectado pelo Comitê Brasileiro 18 (CB-018) - Cimento, Concreto e Agregados que havia a necessidade de revisão. Desta forma, serão detalhadas as principais mudanças, focando pontos positivos e negativos através das análises comparativas entre as versões antiga e recente da norma ABNT NBR 14656.

(Palavras-chave: Atualização: Cimento Portland; Engenharia; Análise química)

Abstract - The standardization process is dynamic, as it is necessary that all technical documents produced meet the reality of producer and consumer markets. Therefore, technical standards need to be evaluated and revised periodically so that they do not become obsolete or inapplicable. This work addresses the update conducted in July 2023 at the ABNT NBR 14656 standard. The last version of the standard was published in 2001, since then, after 22 years it was detected by the Brazilian Committee 18 (CB-018) - Cement, Concrete and Aggregates that needed review. In this way, the main changes will be detailed, focusing on positive and negative points through comparative analyzes between the old and recent versions of the ABNT NBR 14656 standard.

(Keywords: Update: Portland cement; Engineering; Chemical analysis)

1 Introdução

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) é a representante nacional na Organização Internacional para Normalização (ISO). A ABNT possui diversos comitês técnicos para internalização no mercado nacional das normas internacionais ISO e para produção de normas nacionais técnicas para atender aos diversos setores produtivos da economia brasileira. Dependendo da importância econômica do setor que necessita de normas técnicas para padronizar processos, produtos e serviços são criados os comitês brasileiros da ABNT. O Comitê Brasileiro nº 18 – Cimento, Concreto e Agregados é voltado para esses materiais cerâmicos mais produzidos no mundo. O cimento Portland é o material cerâmico mais produzido no Brasil e no Mundo, sendo fundamental para execução dos empreendimentos na Construção Civil. O cimento Portland é produzido a partir da queima em conjunto

de argila, calcário e minério de ferro. A Figura 1 amostra as principais matérias-primas e os processamentos para a obtenção do cimento.



Figura 1 – Matéria-prima e intermediários para a produção do cimento Portland

Conforme a Figura 1, as matérias-primas: argila, calcário e escória (minério rico em óxido de ferro) depois de caracterizada é triturada, misturada, seca e armazenada. Depois, essas misturas são denominadas de farinha crua, ou seja, que ainda não passou pelo processo de calcinação (queima). A farinha crua é calcinada em um forno rotativo revestido internamente por cerâmica refratária até a temperatura de 1500 °C. Após a calcinação é produzido clínquer que é uma mistura de aluminato tricálcico (C3A), ferroaluminato tetracálcico (C4AF), silicato de dicálcico (C2S) e silicato tricálcico (C3S). Depois o clínquer é triturado em conjunto com a gipsita (sulfato de cálcio bihidratado), sendo esta responsável pela regulação da pega do cimento do cimento. Depois da adição da gipsita, ou gesso mineral, ao clínquer é produzido o material denominado de cimento Portland.

O cimento Portland é um aglomerante hidráulico, ou seja, o processo de hidratação promove a cristalização e posterior sinteração dos seus compostos químicos. Desta forma, a padronização da composição química das matérias-primas e do próprio cimento Portland são fundamentais para garantir a aplicabilidade, resistência mecânica e durabilidade. Com esse intuito foi elaborada a norma ABNT NBR 14656 – Cimento Portland e matérias-primas — Análise química por espectrometria de raios X — métodos de ensaio.

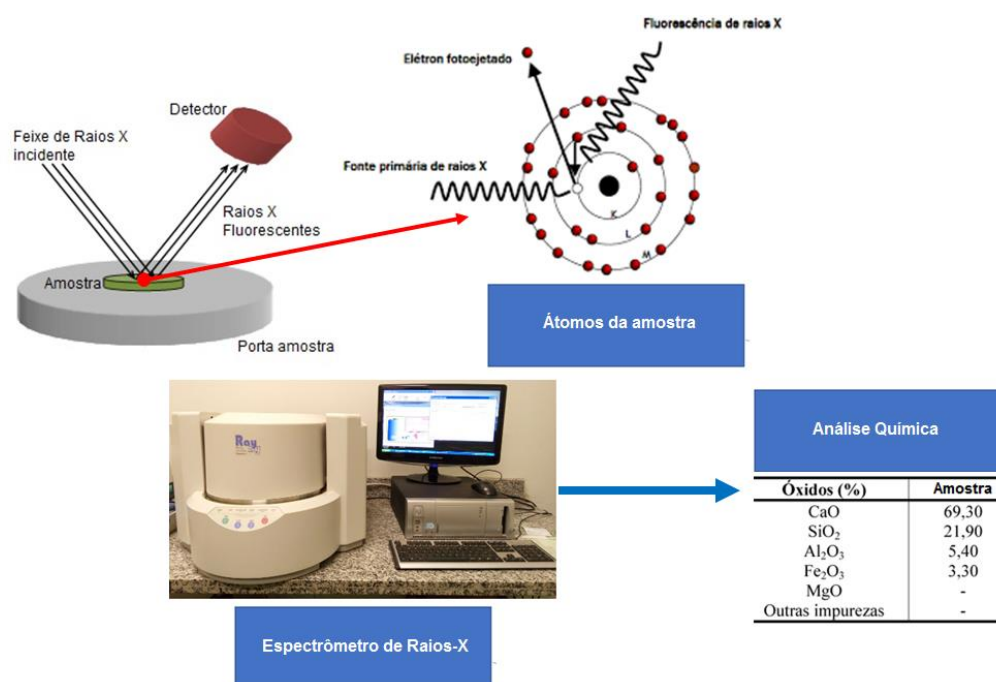


Figura 2 – Análise química da matéria-prima e do cimento Portland utilizando a técnica de FRX

Para se determinar a composição química do cimento Portland a técnica de espectrometria de raios X (FRX), também denominada de espectroscopia de fluorescência de raios X, é baseada na interação da radiação eletromagnética na frequência dos raios X com a matéria. A Figura 2 mostra o princípio da técnica adotada pela norma ABNT NBR 14656.

A partir da análise da Figura 2 é possível observar que a análise química utilizada no cimento Portland é possível pela excitação da matéria com radiação eletromagnética na frequência dos raios X, isso promove o fenômeno da fluorescência (emissão) de raios X por parte da matéria que tem uma energia (frequência) que é característica do elemento químico que realizou a sua emissão. Desta forma, é possível realizar a análise química das amostras de cimento Portland e das matérias-primas em pó inseridos no equipamento (espectrômetro de FRX) conforme exibido na Figura 2.

Este trabalho fez a comparação das versões antiga e atual da ABNT NBR 14656, apresentado as principais mudanças que impactam nas propriedades e características do cimento Portland produzido no Brasil.

2 Metodologia

A pesquisa foi realizada através da comparação técnica entre as normas ABNT NBR 14656:2001 atualmente cancelada e a versão vigente desde 15 de junho de 2023, ou seja, a norma ABNT NBR 14656:2023.

3 Resultados

3.1. Introdução

A norma ABNT NBR 14656:2001 possui um texto explicando a técnica de Florência de raio-x para a determinação da composição química do cimento Portland e das suas matérias-primas, essa introdução explicativa foi suprimida da norma ABNT NBR 14656:2023. Uma razão plausível para essa mudança pode estar baseada no fato de que o usuário da norma deve conhecer a técnica de FRX. Entretanto, a supressão desse item tende a reduzir o caráter didático da norma atual.

3.2. Escopo

Nesse item não foram realizadas mudanças no conteúdo, apenas a denominação do item foi alterada, ou seja, na ABNT NBR 14656:2001 esse item foi denominado de “Objetivo”.

3.3. Referências Normativas

Foram realizadas mudanças significativas a norma ABNT NBR 14656:2023 conta com cinco referências normativas atualizadas. Diferentemente, ABNT NBR 14656:2001 apresentava apenas duas referências normativas já desatualizadas.

3.4. Termos e definições

Esse item é uma inovação trazida pela ABNT NBR 14656:2023, sendo apresentados sete termos com as suas respectivas definições.

3.5. Aparelhagem - balança

Em ambas as normas esse termo é tratado. Na ABNT NBR 14656:2001 exige que a balança seja limitada a uma resolução de 0,0001 g, ou seja, um parâmetro associado a menor indicação da balança. Entretanto, na ABNT NBR 14656:2023 a balança a ser utilizada está limitada a precisão de 0,0005 g que é um parâmetro estatístico associado com a dispersão entre os resultados de massa apresentados pela balança.

3.6. Aparelhagem - cadinho

Na versão ABNT NBR 14656:2001 a única designação é que o cadinho aplicável é de Pt/Au ou similar. Na versão ABNT NBR 14656:2023 existe uma exigência maior, pois só são permitidos Pt/5% Au ou Pt/Rh. Essa exigência se faz necessária para evitar algum tipo de interferência nos resultados da análise da composição química.

3.7. Aparelhagem - tampa

Outra inovação trazida pela ABNT NBR 14656:2023, trazendo o requisito de que a tampa do cadinho deve ser fabricada com uma liga de Pt.

3.8. Aparelhagem - forno

Um acréscimo importante em relação aos requisitos de estabilidade térmica do forno é trazido com a ABNT NBR 14656:2023. Neste caso foram especificadas cinco faixas de temperaturas de operação do forno e as suas respectivas tolerâncias, ou seja:

Faixa 1: $(250 \pm 25) ^\circ \text{C}$;

Faixa 2: $(700 \pm 50) ^\circ \text{C}$;

Faixa 3: $(950 \pm 50) ^\circ \text{C}$;

Faixa 4: (1000 ± 50) °C;

Faixa 5: (1175 ± 50) °C.

Esse controle do forno é fundamental para garantir um processo mais eficiente de produção de amostras para a análise química por FRX. Na ABNT NBR 14656:2001 o único requisito para a operação do forno é que ao se selecionar a temperatura de 1000 °C a tolerância permitida seria de 10 °C.

3.9. Aparelhagem – máquina de fusão automática

Outro item acrescentado pela ABNT NBR 14656:2023 permitindo explicitamente a utilização de máquina de fusão automática como forma de agilizar o processo de produção de amostras.

3.10. Aparelhagem – equipamento para resfriamento

Mais um item acrescentado pela ABNT NBR 14656:2023 permitindo explicitamente a utilização de máquina de resfriamento automática como forma de agilizar o processo de análise das amostras, pois as mesmas precisam estar na temperatura ambiente para serem analisadas.

3.11. Aparelhagem – reservatório de calor

Mais um item importante acrescentado pela ABNT NBR 14656:2023 permitindo explicitamente a utilização de um local (reservatório) para inserir as amostras após a preparação no forno de forma que as mesmas não resfriem bruscamente. Esse reservatório de calor previne o aparecimento de defeitos nas amostras como, por exemplo, trincas.

3.12. Aparelhagem – espectrômetro

Esse item acrescentado pela ABNT NBR 14656:2023 fornece como informação adicional a identificação de que o espectrômetro utilizado é o espectrofotômetro de fluorescência de raios X.

3.13. Aparelhagem – moinho de laboratório

Esse item foi detalhado pela ABNT NBR 14656:2023 especificando que deve ser utilizado um moinho de laboratório com capacidade de pulverizar de 20 a 50 g de materiais. Na versão ABNT NBR 14656:2001 não se tinha essa especificação.

3.14. Aparelhagem – prensa hidráulica ou manual

Nesse item não foram realizadas mudanças significativas no conteúdo para a produção de amostras prensadas.

3.15. Reagentes e materiais de referência – reagentes puros

Esse item foi detalhado pela ABNT NBR 14656:2023 especificando que os reagentes utilizados na produção de amostras devem ser de grau analítico e livres de CO₂. Além disso, são detalhados procedimentos para realizar a purificação de reagentes. Essa metodologia acrescenta maior confiabilidade aos resultados da composição química das amostras. Na versão ABNT NBR 14656:2001 não há esse requisito e nem esse nível de detalhamento.

3.16. Reagentes e materiais de referência – materiais de referência

Mais um item importante acrescentado pela ABNT NBR 14656:2023 definindo e permitindo a utilização de materiais de referência. Esses materiais têm a sua composição química bem definida e podem servir de base para que correções aos resultados das amostras sejam realizadas de forma a aumentar significativamente a sua exatidão.

3.17. Reagentes e materiais de referência – materiais de referência industriais

Mais uma inovação estabelecida pela ABNT NBR 14656:2023 estimulando a utilização de materiais de referência industriais. Esses materiais podem ser utilizados em comparações Inter laboratoriais, dando base para os ensaios de proficiência na determinação da composição química do cimento Portland e suas matérias-primas através da técnica de FRX. Desta forma, com o emprego dos materiais de referência industriais será possível comparar resultados de vários laboratórios diferentes e verificar se há uma equivalência estatística entre as análises composicionais encontradas.

3.18. Reagentes e materiais de referência – padrões de calibração

Mais um item importante trazido pela ABNT NBR 14656:2023 que tem relação com a calibração do espectrômetro de FRX. Esses padrões de calibração podem ser utilizados para ajustar o equipamento e assim possibilitar a uma análise química mais confiáveis e repetitiva.

3.19. Reagentes e materiais de referência – aglutinante

Nesse item não foram realizadas mudanças acentuadas no conteúdo, esse aglutinante tem a função de aglomerar o material a ser analisado no momento da prensagem para produzir as amostras na forma de pastilhas.

3.20. Reagentes e materiais de referência – aditivos

A descrição na ABNT NBR 14656:2001 não é muito detalhada. Já na versão ABNT NBR 14656:2023 é descrito que os aditivos têm o objetivo de melhorar o desempenho do processo de moagem.

3.21. Reagentes e materiais de referência – fundentes

A descrição na ABNT NBR 14656:2001 não é muito detalhada. Já na versão ABNT NBR 14656:2023 é descrito que os fundentes ^{3.21.1} facilitam o ponto de fusão das amostras, tendo um efeito de corrigir não eventuais não uniformidades da granulometria durante o processo de moagem.

3.22. Reagentes e materiais de referência – desmoldantes

Mais uma inovação promovida pela ABNT NBR 14656:2023 a utilização desses materiais auxilia na retirada das amostras dos cadinhos (moldes) de forma a evitar que sejam danificadas. Aumentando a produtividade das análises dos materiais por FRX.

3.23. Preparação de amostras

Neste item não há uma descrição detalhada na ABNT NBR 14656:2001, deixando a critério do realizador da análise. Porém, na versão ABNT NBR 14656:2023 é descrito que a amostra deve ser representativa da população que se pretende caracterizar. Sendo também mencionado a metodologia de quarteamento que visa a homogeneização de amostras pulverizadas. Nesse item também já é

mencionado a necessidade de se determinar teor de ferro metálico nas amostras, o que é detalhado no Anexo A da ABNT NBR 14656:2023.

3.24. Preparação de amostras – pastilhas fundidas

Neste item também não existe detalhamento na ABNT NBR 14656:2001, deixando a critério do realizador da análise. Porém, na versão ABNT NBR 14656:2023 é descrito que a amostra deve ser mantida na temperatura de 1000 °C durante o período de 1 h, sendo permitido uma variação na temperatura de 50 °C.

3.25. Preparação de amostras – pastilhas fundidas – perda ao fogo

Semelhantemente, na ABNT NBR 14656:2001 não foram inseridos detalhamentos para a determinação da perda ao fogo. Já na versão ABNT NBR 14656:2023 didaticamente foi mencionado que embora o item se refira como perda ao fogo, deve ser determinado tanto a perda quanto o ganho de massa ao fogo das pastilhas.

3.26. Preparação de amostras – pastilhas fundidas – perda ao fogo - correção

Neste caso, a ABNT NBR 14656:2001 faz menção às normas relacionadas a correção dos valores de perda ao fogo das pastilhas fundidas. Entretanto, a ABNT NBR 14656:2023 descreve que a correção da perda ao fogo está relacionada a presença de sulfetos e compostos com enxofre.

3.27. Preparação de amostras – preparação manual de pérolas

Nesse item a ABNT NBR 14656:2001 descreve uma única formulação para que as pérolas (pastilhas após a fusão sejam produzidas). Já na ABNT NBR 14656:2023 são descritas mais duas formulações para a produção das pérolas, aumentando a flexibilidade para produção das pérolas.

3.28. Preparação de amostras – máquina automática de fusão

Mais uma inovação promovida pela ABNT NBR 14656:2023 permitindo explicitamente a utilização de máquina automática para fusão como alternativa para os métodos manuais. Aumentando a produtividade e a repetibilidade das condições de produção das amostras.

3.29. Preparação de amostras – pastilhas prensadas

Nesse item há uma mudança muito significativa em relação às duas normas. Na ABNT NBR 14656:2001 a única menção é de que a pressão adequada está entre 1 e 3 MPa. Já na ABNT NBR 14656:2023 a pressão deve estar entre 100 e 300 MPa para produzir uma pastilha de 32 mm de diâmetro. Esse detalhamento é muito importante, pois através dele é possível determinar a força de compressão que a prensa deve exercer para produzir a pastilha. Neste caso, a prensa hidráulica precisa ter capacidade mínima de 9 tf (tonelada-força) e máxima de 27 tf.

3.30. Curvas de Calibração e validação

Na ABNT NBR 14656:2001 não foram inseridos detalhamentos para a realização da curva de calibração e da validação da metodologia empregada na técnica de FRX. Já na versão ABNT NBR 14656:2023 didaticamente foram mencionados para a verificação do espectrômetro e a correção dos resultados.

3.31. Preparação do equipamento

Na ABNT NBR 14656:2001 não foram inseridos detalhes para a preparação do equipamento. Já na versão ABNT NBR 14656:2023 o parâmetro tempo de estabilização do equipamento foi citado e foram confirmadas que as recomendações do fabricante devem ser aplicadas.

3.32. Parâmetros instrumentais

Na ABNT NBR 14656:2001 foram inseridos detalhes dos detectores para cada tipo de elemento químico. Já na versão ABNT NBR 14656:2023 foram descritos os parâmetros a serem otimizados para melhor desempenho do espectrômetro de FRX.

3.33. Análise dos padrões e ajuste da curva

Apenas a versão ABNT NBR 14656:2023 informa que essas pastilhas determinar uma correlação entre a leitura no equipamento e o valor de referência do elemento que está sob análise.

3.34 Pastilhas monitoras

Apenas na versão ABNT NBR 14656:2023 é mencionado que essas pastilhas sejam utilizadas para corrigir os desvios do equipamento.

3.35. Validação da calibração

Mais uma inovação estabelecida pela ABNT NBR 14656:2023 permitindo explicitamente que a validação da calibração do equipamento seja utilizada para se estabelecer limites de precisão aceitáveis dos resultados encontrados pelo equipamento de FRX.

3.36. Análise de amostras de rotina

Apenas na versão ABNT NBR 14656:2023 é mencionado para amostras de rotina devem ser estabelecidos protocolos de preparação e de análise tanto para os padrões como das amostras para que sejam garantidas as comparabilidades entre todas as análises.

3.37. Repetibilidade - espectrômetro

Mais uma inovação significativa e relevante trazida pela ABNT NBR 14656:2023, pois através dela é possível avaliar a concordância entre 10 análises consecutivas de uma mesma amostra.

3.38. Repetibilidade - método

Outra inovação bastante importante e diferenciada da ABNT NBR 14656:2023, pois com isso é requisito é estabelecido a necessidade de se realizar a avaliação da concordância de análises consecutivas de 10 amostras de um mesmo material.

3.39. Expressão dos resultados

Na ABNT NBR 14656:2001 era mencionado apenas que os resultados deveriam ser expressos na forma de Concentração % com aproximação centesimal. Já na norma ABNT NBR 14656:2023, a análise química deve ser relatada na forma de óxidos. Além disso, quando para as concentrações acima a de 1%, os valores devem ser expressos com 4 significativos e abaixo concentrações de 1% com 3 significativos.

3.40. Expressão dos resultados – correção presença de sulfetos e cloretos

Outra novidade da ABNT NBR 14656:2023 no intuito de realizar as correções necessárias do processamento e produção das amostras de forma a ter uma análise mais fidedigna da composição química das matérias-primas e do cimento Portland.

3.41. Anexo A – Determinação do teor de ferro metálico

Mais uma novidade trazida pela norma ABNT NBR 14656:2023, onde é descrito um procedimento para determinação de ferro metálico com a utilização de imãs. O ferro metálico presente no cimento Portland e nas matérias-primas é proveniente do processamento. Entretanto, como o ferro é um dos componentes das matérias-primas e do próprio clínquer, isso poderá induzir erros durante a análise química quantitativa das amostras, majorando a sua concentração.

Conclusão

A ABNT NBR 14656:2023 foram feitas diversas melhorias que colaborarão para a melhor caracterização química do cimento Portland, das matérias-primas e até dos intermediários da produção como, por exemplo, o clínquer. A grande contribuição da norma atual está na preocupação com a garantia da validade dos resultados obtidos, o que pode ser observado com as inclusões dos itens: materiais de referência, materiais de referência industriais, padrões de calibração, repetibilidade do espectrômetro e repetibilidade do método. A atualização da ABNT NBR 14656 em julho de 2023 trará benefícios para as edificações em termos de durabilidade e desempenho, pois a análise química será mais criteriosa e precisa aumentando o grau de padronização e consequentemente de comparabilidade dos diversos fabricantes de cimento Portland no Brasil.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Programa de Iniciação Científica da Universidade- Unig pelo apoio na realização deste trabalho.

Referências Bibliográficas

ABNT NBR 14656: 2001 – Cimento Portland e matérias-primas — Análise química por espectrometria de raios X — Métodos de ensaio.

ABNT NBR 14656: 2023 – Cimento Portland e matérias-primas — Análise química por espectrometria de raios X — Métodos de ensaio.

ABNT NBR 16697: 2018 – Norma Brasileira Registrada para Cimento Portland - requisitos da Associação Brasileira de Normas Técnicas;

BAUER, Falcão, *Materiais de Construção*, Vol 1, 2014, 5ª Edição, São Paulo: LTC.

BERTOLINI, Luca, *Materiais de construção: patologia, reabilitação, prevenção*, 2014, 1ª Edição, São Paulo: Oficina de Textos.