

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE ÓXIDO DE NIÓBIO CALCINADO NA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE MATRIZES CIMENTÍCIAS

Marianna do Rocio Cardoso ¹; Wellington Mazer ²



<https://doi.org/10.36557/2674-9432.2026v5n6p1122-1137>

Artigo recebido em 26 de Junho e publicado em 26 de Agosto de 2026

ARTIGO ORIGINAL

RESUMO

A incorporação de nanoadições em matrizes cimentícias tem sido amplamente investigada com o intuito de otimizar o desempenho e as propriedades mecânicas do cimento Portland. Sendo assim, diante do cenário nacional e da abundância de reservas, o óxido de nióbio (Nb_2O_5) surge como uma alternativa promissora para a modificação de matrizes cimentícias. Contudo, a literatura científica carece de investigações sistemáticas sobre o efeito combinado do teor de adição, da temperatura e do tempo de tratamento térmico de calcinação sobre o comportamento mecânico dessas matrizes. Logo, o presente artigo investigou a influência da adição de Nb_2O_5 calcinado nos teores de 0,1%, 0,3% e 0,5% (em massa de cimento), submetido a temperaturas de 400 °C, 600 °C e 800 °C durante os tempos de 30, 45 e 60 minutos, na resistência à compressão axial de matrizes cimentícias aos 28 dias de cura, contemplando 27 combinações experimentais. Para tal, aplicou-se ANOVA unifatorial seguida do teste de Tukey ($\alpha = 0,05$), adotando como referência RF1 (0,5% de Nb_2O_5 não calcinado; $f_c = 21,78$ MPa), sendo identificadas 15 combinações com diferença estatisticamente significativa. O maior incremento de resistência foi obtido para o teor de 0,1% calcinado a 400 °C por 30 minutos (+38,9%). Conclui-se que os resultados comprovam que as transformações polimórficas do Nb_2O_5 , da fase amorfa (< 500 °C) às fases ortorrômbica (600 °C) e monoclinica (800 °C), governam a reatividade do óxido frente à matriz de forma não linear, atuando como função simultânea do teor de adição, da temperatura e do tempo de calcinação.

Palavras-chave: Pentóxido de nióbio; Resistência à compressão; Matrizes cimentícias; Calcinação; Nanomateriais.

ABSTRACT

The incorporation of nanoadmixtures into cementitious matrices has been extensively investigated to optimize the performance and mechanical properties of Portland cement. In this context, given the national scenario and the abundance of reserves, niobium oxide (Nb_2O_5) emerges as a promising alternative for the modification of cementitious matrices. However, the scientific literature lacks systematic investigations on the combined effect of addition content, temperature, and calcination thermal treatment duration on the mechanical behavior of these matrices. Therefore, the present study investigated the influence of calcined Nb_2O_5 additions at contents of 0.1%, 0.3%, and 0.5% (by cement mass), calcined at temperatures of 400 °C, 600 °C, and 800 °C for 30, 45, and 60 minutes, on the axial compressive strength of cementitious matrices at 28 days of curing, encompassing 27 experimental combinations. One-way ANOVA followed by Tukey's test ($\alpha = 0.05$) was applied, adopting RF1 (0.5% uncalcined Nb_2O_5 ; $f_c = 21.78$ MPa) as the reference, with 15 combinations identified as statistically significant. The highest strength gain was achieved at a content of 0.1% calcined at 400 °C for 30 minutes (+38.9%). It is concluded that the polymorphic transformations of Nb_2O_5 — from the amorphous phase (<500 °C) to the orthorhombic (600 °C) and monoclinic (800 °C) phases, govern the reactivity of the oxide within the matrix in a non-linear manner, acting as a coupled function of addition content, calcination temperature, and exposure time.

Keywords: Niobium pentoxide; Compressive strength; Cementitious matrices; Calcination; Nanoadmixtures.

Instituição afiliada – UTFPR – Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Autor correspondente: *Wellington Mazer*

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de matrizes cimentícias de alto desempenho figura entre os eixos norteadores da pesquisa avançada em materiais de construção civil, impulsionado pela busca por sistemas com elevada capacidade portante, durabilidade estendida e menor pegada de carbono (Alderete et al., 2021; Barbhuiya et al., 2025). Nesse panorama, a incorporação de nanoadições consolida-se como uma estratégia eficaz para a microotimização das matrizes hidráulicas, atuando por meio de mecanismos físico-químicos fundamentais, tais como o efeito *filler* (preenchimento físico de microporos), a nucleação heterogênea das fases de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e o consequente refinamento da estrutura porosa (Björnström et al., 2004; Altawaiha e Alhomaidat, 2023). Não obstante, a eficácia dessas nanoadições está diretamente condicionada à sua reatividade superficial e à compatibilidade físico-química com a fase líquida da pasta de cimento, características que podem ser modulações mediante tratamentos térmicos prévios.

No contexto geopolítico e tecnológico brasileiro, o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) destaca-se como insumo estratégico para a engenharia de materiais, haja vista que o país detém aproximadamente 98% das reservas mundiais desse elemento (CBMM, 2023). Em estado amorfo, o Nb_2O_5 exibe elevada área superficial específica ($\sim 86 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$) e densidade substancial de sítios ácidos de Brønsted e Lewis, os quais favorecem a adsorção de íons Ca^{2+} e $\text{Si}(\text{OH})_4$ presentes na solução dos poros, catalisando a nucleação heterogênea do C-S-H (Nowak e Ziolk, 1999; Romero, 2017). Investigando essa adição, Cardoso (2021) observou que a incorporação de Nb_2O_5 sem tratamento térmico acelera o início de pega e proporciona ganhos de resistência nas idades iniciais; contudo, não foram observados incrementos estatisticamente significativos aos 28 dias. Esse comportamento evidencia a necessidade de estratégias de modificação físico-química que ampliem a reatividade do óxido em idades mais avançadas.

Com a finalidade de otimizar a interação físico-química entre o óxido de nióbio e as matrizes hidráulicas, o tratamento térmico por calcinação surge como uma alternativa promissora, dado que altera profundamente a arranjo cristalino, a porosidade e a reatividade superficial do Nb_2O_5 . Conforme relatado por Hernández Mejía et al. (2017), o óxido permanece predominantemente amorfo até temperaturas próximas a 500 °C. A 600 °C, ocorre a consolidação da fase ortorrômbica (T- Nb_2O_5), acompanhada do colapso da mesoporosidade e de acentuada redução da área superficial específica (de $\sim 86 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ para valores inferiores a $9 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$). A 800 °C, formam-se as fases monoclinicas (M- e B- Nb_2O_5), com crescimento de cristalito de $\sim 35,85 \text{ nm}$ (a 600 °C) para $\sim 37,79 \text{ nm}$ (a 800 °C) (Romero, 2017). Tais transições polimórficas alteram a densidade de sítios reativos na superfície do nanomaterial, tornando os parâmetros de tratamento térmico (temperatura e tempo de patamar) variáveis determinantes para o desempenho mecânico final da matriz.

Considerando a lacuna na literatura pertinente ao efeito sinérgico entre teor de adição, temperatura e tempo de calcinação do Nb_2O_5 em sistemas cimentícios, o objetivo deste trabalho foi avaliar a influência combinada dessas variáveis (teores de 0,1%, 0,3% e 0,5%; temperaturas de 400 °C, 600 °C e 800 °C; tempos de 30, 45 e 60 min) sobre a resistência à compressão axial de argamassas aos 28 dias de cura, visando identificar as condições ótimas de processamento e elucidar os mecanismos físico-químicos subjacentes.

2 METODOLOGIA

2.1 Materiais

Para a confecção das matrizes cimentícias, utilizou-se Cimento Portland de Alta Resistência Inicial (CP V-ARI, ABNT NBR 16697), cujas características químicas e propriedades físico-mecânicas fornecidas pelo fabricante estão discriminadas na Tabela 1 e na Tabela 2, respectivamente. A escolha do CP V-ARI justifica-se pelo seu elevado grau de pureza e reduzido teor de adições minerais utilizados no processo de fabricação, permitindo isolar com maior precisão o efeito do Nb_2O_5 no sistema.

Tabela 1 - Propriedades químicas do cimento utilizado.

	%
Al_2O_3	4,46
SiO_2	18,73
Fe_2O_3	2,85
CaO	62,07
MgO	3,49
SO_3	2,76
Perda Fogo	3,54
CaO Livre	0,91
Resíduo Insolúvel	0,75
Equivalente Alcalino	0,71

Fonte: Adaptado dos dados do Fabricante.

Tabela 2 - Resistência à compressão do cimento utilizado.

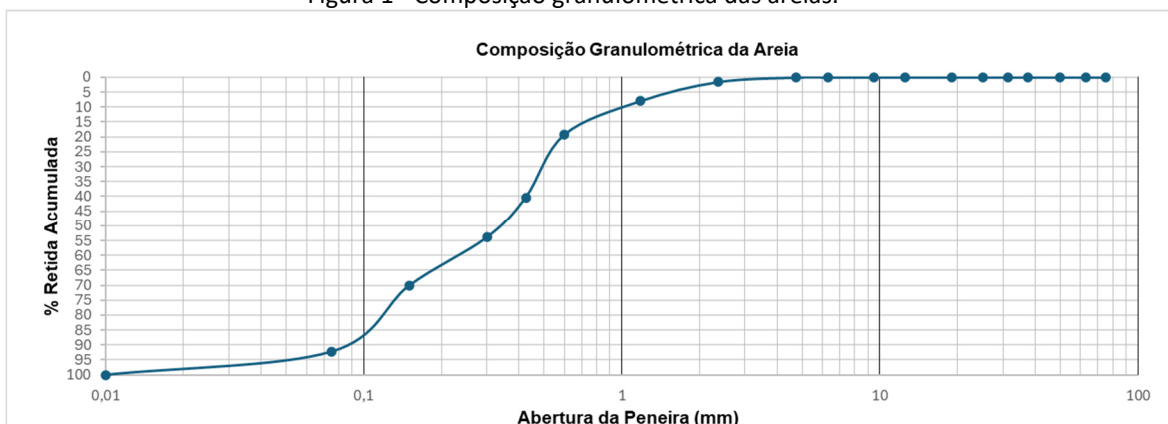
	Resistência à Compressão Média (MPa)
1 dia	23,80
3 dias	38,10
7 dias	44,40
28 dias	55,40

Fonte: Adaptado dos dados do Fabricante.

O agregado miúdo empregado consistiu em areia natural de origem quartzosa. O agregado apresentou módulo de finura igual a 1,94, massa específica absoluta de

2,58 g/cm³ e massa específica aparente (massa unitária) de 1,50 g/cm³. A distribuição granulométrica da areia, ilustrada na Figura 1, caracteriza o material como uma areia fina a média com distribuição contínua.

Figura 1 - Composição granulométrica das areias.

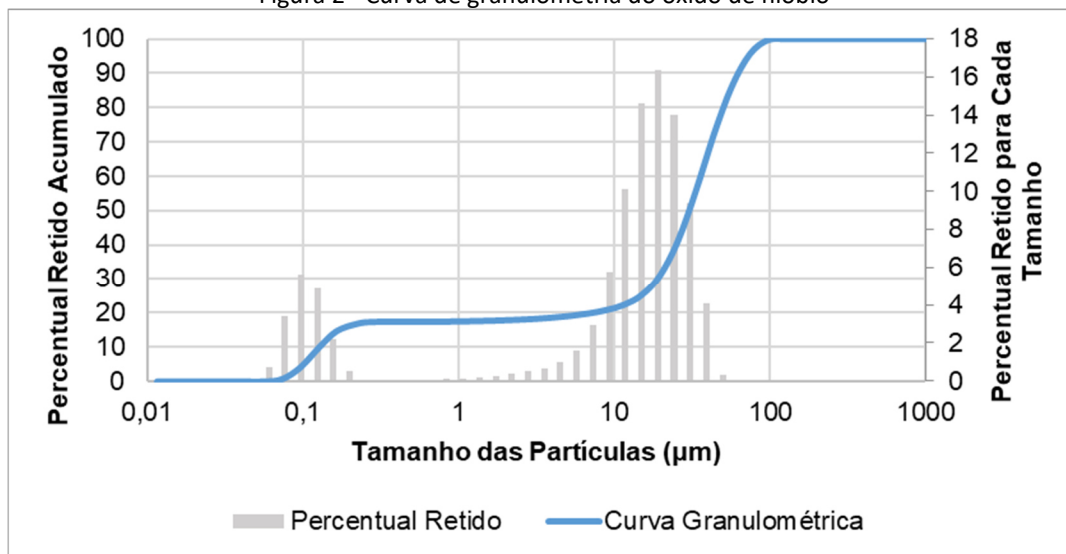


Fonte: autores (2026)

Para promover a adequada dispersão das partículas e assegurar a trabalhabilidade das misturas no estado fresco, utilizou-se aditivo superplastificante de alta eficiência à base de éter policarboxílico, com teor fixo de 0,2% em relação à massa de cimento, massa específica de 1,15 g/cm³ e pH 5,7. A incorporação do superplastificante fez-se indispensável devido à elevada área superficial do Nb₂O₅, a qual incrementa a demanda de água de molhagem para uma mesma consistência. O aditivo previne a perda de fluidez e impede a introdução de porosidade capilar indesejada por deficiência de adensamento.

O pentóxido de nióbio (Nb₂O₅) foi fornecido na forma de pó fino com distribuição granulométrica descontínua, conforme demonstrado na Figura 2, apresentando massa específica de 4,53 g/cm³. A curva granulométrica evidencia natureza bimodal, com populações de partículas concentradas em ~ 0,1 μm e ~ 30 μm, além de um hiato na faixa de 0,3 μm a 4 μm.

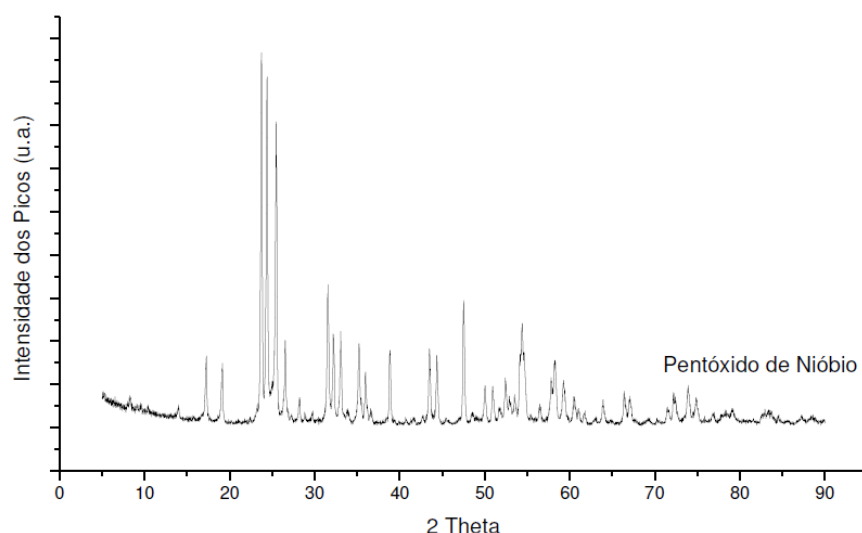
Figura 2 - Curva de granulometria do óxido de nióbio



Fonte: Autores (2026)

A caracterização mineralógica do Nb_2O_5 *in natura* por Difração de Raios X (DRX) é apresentada na Figura 3. A presença de picos difratados bem definidos (destacando-se os picos em $2\theta \approx 55^\circ$ e 75°) e a ausência de halo amorfo na linha de base confirmam a estrutura altamente cristalina do material de partida, em conformidade com o padrão JCPDS 37-1468.

Figura 3 - Ensaio DRX da amostra de pentóxido de nióbio



Fonte: Autores (2020)

2.2 Proporcionalamento e Nomenclatura dos Grupos

O traço em massa adotado para a confecção das argamassas seguiu a proporção 1: 3 (cimento : agregado miúdo), com relação água/cimento (a/c) fixa em 0,60, estabelecida com base nos requisitos normativos da ABNT NBR 7215 (ABNT, 2019). A dosagem do superplastificante (0,2% sobre a massa de cimento) foi fixada via ensaio de mini abatimento de tronco de cone (Kantro, 1980), tomando-se como referência o espalhamento de $60 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$ obtido para a mistura controle sem nanoadição (REF).

O programa experimental englobou 29 grupos distintos:

1. REF: Argamassa de referência, sem adição de Nb_2O_5 .
2. RF1: Argamassa de referência modificada com 0,5% de Nb_2O_5 *in natura* (sem calcinação), adotada como controle estatístico primário (Cardoso e Mazer, 2022).
3. Grupos Experimentais (27 combinações): Fatorial completo contemplando três teores de adição (0,1%, 0,3% e 0,5%), três temperaturas de calcinação (400 °C, 600 °C e 800 °C) e três tempos de patamar térmico (30, 45 e 60 min).

A codificação dos grupos seguiu a codificação $XX.Y.ZZ$, onde XX denota o teor de adição (%), Y representa o dígito das centenas da temperatura de calcinação (°C) e ZZ corresponde ao tempo de patamar (min). Como ilustração, o código 0,1.4.30 identifica a mistura contendo 0,1% de Nb_2O_5 calcinado a 400 °C por 30 minutos.

2.3 Moldagem, Cura e Ensaio de Compressão

Para cada grupo experimental, foram moldados 4 corpos de prova cilíndricos de 50 mm × 100 mm, totalizando 116 exemplares. O adensamento ocorreu em quatro camadas de altura equivalente, aplicando-se 30 golpes manuais por camada, conforme estipulado pela ABNT NBR 7215 (ABNT, 2019). Após 24 horas da moldagem, os espécimes foram desmoldados e submetidos à cura úmida por imersão em água saturada com cal até a idade de ensaio de 28 dias.

A determinação da resistência à compressão axial (f_c) foi conduzida em prensa hidráulica microprocessada Shimadzu (capacidade nominal de 200 t), sob taxa contínua de carregamento ajustada entre 0,3 MPa/s e 0,8 MPa/s (ABNT, 2019). A resistência à compressão foi expressa em megapascals (MPa), dada pela razão entre a força máxima de ruptura e a área da seção transversal.

2.4 Tratamento Estatístico

A avaliação da significância estatística das variáveis independentes sobre a resistência à compressão foi realizada mediante Análise de Variância (ANOVA) unifatorial, adotando-se nível de significância $\alpha = 0,05$ (nível de confiança de 95%). Verificada a significância global, aplicou-se o teste de comparações múltiplas de Tukey para identificar contrastes significativos entre os grupos experimentais e o grupo de controle RF1.

3 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Os valores médios da resistência à compressão aos 28 dias (f_c), os desvios percentuais em relação à referência RF1 (Δ vs RF1) e as classificações do teste de Tukey ($\alpha = 0,05$) encontram-se sumarizados na Tabela 3.

Tabela 3 – Resistência à compressão média aos 28 dias para as argamassas com Nb₂O₅ calcinado.

Amostra	Teor (%)	T (°C)	t (min)	f_c (MPa)	Δ vs RF1 (%)	Tukey (p < 0,05)
REF	—	—	—	20,49	—	—
RF1	0,5	—	—	21,78	—	—
0,1.4.30	0,1	400	30	30,25	+38,9	p < 0,05 (sig.)
0,1.4.45	0,1	400	45	27,95	+28,3	p < 0,05 (sig.)
0,1.4.60	0,1	400	60	27,38	+25,7	p < 0,05 (sig.)
0,1.6.30	0,1	600	30	26,85	+23,3	p < 0,05 (sig.)
0,1.6.45	0,1	600	45	20,08	-7,8	p > 0,05 (n.s.)
0,1.6.60	0,1	600	60	29,65	+36,1	p < 0,05 (sig.)
0,1.8.30	0,1	800	30	19,55	-10,2	p > 0,05 (n.s.)
0,1.8.45	0,1	800	45	17,35	-20,3	p < 0,05 (sig.)
0,1.8.60	0,1	800	60	26,60	+22,1	p < 0,05 (sig.)

Amostra	Teor (%)	T (°C)	t (min)	fc (MPa)	Δ vs RF1 (%)	Tukey (p < 0,05)
0,3.4.30	0,3	400	30	17,85	-18,0	p < 0,05 (sig.)
0,3.4.45	0,3	400	45	22,35	+2,6	p > 0,05 (n.s.)
0,3.4.60	0,3	400	60	22,23	+2,1	p > 0,05 (n.s.)
0,3.6.30	0,3	600	30	20,03	-8,0	p > 0,05 (n.s.)
0,3.6.45	0,3	600	45	19,55	-10,2	p > 0,05 (n.s.)
0,3.6.60	0,3	600	60	18,30	-16,0	p < 0,05 (sig.)
0,3.8.30	0,3	800	30	23,55	+8,1	p > 0,05 (n.s.)
0,3.8.45	0,3	800	45	27,70	+27,2	p < 0,05 (sig.)
0,3.8.60	0,3	800	60	28,00	+28,6	p < 0,05 (sig.)
0,5.4.30	0,5	400	30	24,58	+12,9	p > 0,05 (n.s.)
0,5.4.45	0,5	400	45	26,27	+20,6	p < 0,05 (sig.)
0,5.4.60	0,5	400	60	24,96	+14,6	p > 0,05 (n.s.)
0,5.6.30	0,5	600	30	27,74	+27,4	p < 0,05 (sig.)
0,5.6.45	0,5	600	45	26,13	+20,0	p < 0,05 (sig.)
0,5.6.60	0,5	600	60	25,53	+17,2	p < 0,05 (sig.)
0,5.8.30	0,5	800	30	22,49	+3,3	p > 0,05 (n.s.)
0,5.8.45	0,5	800	45	21,89	+0,5	p > 0,05 (n.s.)
0,5.8.60	0,5	800	60	22,98	+5,5	p > 0,05 (n.s.)

Fonte: Autores (2026).

Obs. sig = resultado apresenta diferença estatística significativa; n.s. = resultado não apresenta diferença estatística significativa.

A amostra de controle RF1 (0,5% de Nb₂O₅ *in natura*) obteve resistência média de 21,78 MPa. A análise de variância confirmou a existência de diferenças estatisticamente significativas ($p < 0,05$) entre o grupo de controle e 15 das 27 combinações avaliadas.

3.1 Comportamento do Teor de 0,1% de Nb₂O₅

Para o teor de 0,1%, observou-se desempenho predominantemente superior em relação à referência RF1, registrando-se 7 combinações com incrementos estatisticamente significativos. O ápice de resistência mecânica de todo o estudo foi obtido pela mistura 0,1.4.30 (30,25 MPa, +38,9%).

A 400 °C, todos os tempos de patamar térmico (30, 45 e 60 min) resultaram em ganhos expressivos em relação à RF1. A literatura aponta que, até 500 °C, o Nb₂O₅ preserva sua estrutura amorfa com elevada área superficial específica (~ 86 m²g⁻¹) e matriz mesoporosa (2–7 nm) (Hernández Mejía et al., 2017). Em baixos teores de

adição (0,1%), a elevada dispersão das partículas evita o fenômeno de aglomeração. A preservação da área superficial maximiza a densidade de sítios ácidos de Lewis e Brønsted disponíveis, reduzindo a barreira energética de nucleação heterogênea do C-S-H e acelerando o adensamento microestrutural da pasta (Nowak e Ziolk, 1999; Cardoso e Mazer, 2022). Notou-se um discreto declínio na resistência mecânica à medida que o tempo de patamar foi estendido de 30 para 60 min ($0,1.4.30 = 30,25$ MPa; $0,1.4.60 = 27,38$ MPa), fato associado à incipiente reorganização estrutural do óxido sob aquecimento prolongado.

A 600 °C, identificou-se comportamento bimodal: enquanto as misturas 0,1.6.30 (+23,3%) e 0,1.6.60 (+36,1%) apresentaram acréscimos estatisticamente validados, o grupo 0,1.6.45 exibiu retração de -7,8% ($p > 0,05$). A 600 °C, transcorre a cristalização da fase ortorrômbica ($T-Nb_2O_5$), marcada pelo colapso dos mesoporos e redução drástica da área superficial ($< 9 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$) (Hernández Mejía et al., 2017). A queda pontual no tempo intermediário (45 min) sugere uma zona crítica de transição de fase, na qual a mesoporosidade original já foi suprimida, porém a ordem cristalina da fase ortorrômbica ainda não se consolidou integralmente. Por outro lado, o patamar prolongado de 60 min (0,1.6.60) permite a estruturação plena da fase $T-Nb_2O_5$, cuja organização atômica expõe sítios ativos superficiais com elevada afinidade por íons Ca^{2+} , compensando a menor área superficial por meio de maior reatividade específica (Nowak e Ziolk, 1999; Romero, 2017).

A 800 °C, ocorreu acentuada redução da resistência mecânica nas condições de 30 e 45 min (0,1.8.45 atingiu o valor mínimo do estudo: 17,35 MPa, -20,3%), seguida de recuperação na condição de 60 min (0,1.8.60: 26,60 MPa, +22,1%). A 800 °C, prevalecem as fases monoclinicas (M- e B- Nb_2O_5), caracterizadas pelo crescimento do tamanho de cristalito ($\sim 37,79$ nm) e sinterização parcial das partículas (Romero, 2017; Borowski et al., 2023). Em teores reduzidos (0,1%), a perda substancial de área reativa aliada à sinterização em tempos intermediários reduz a capacidade de nucleação heterogênea. A recuperação observada aos 60 min decorre da completa estabilização da fase B- Nb_2O_5 , a qual propicia reorganização morfológica e otimiza a dispersão residual no meio hidráulico.

3.2 Comportamento do Teor de 0,3% de Nb_2O_5

O teor intermediário de 0,3% apresentou elevada sensibilidade à temperatura de tratamento térmico, exibindo desempenho insatisfatório em temperaturas baixas/médias e expressivos incrementos na faixa de alta temperatura (800 °C).

A 400 °C, a condição 0,3.4.30 resultou em redução significativa de resistência (-18,0%, $f_c = 17,85$ MPa) em relação à RF1. Esse decréscimo é atribuído à aglomeração de partículas amorfas de alta energia superficial. A presença de um número elevado de partículas de Nb_2O_5 sem arranjo cristalino definido favorece a formação de microaglomerados (*clusters*). Esses aglomerados atuam como pontos de concentração de tensões, aprisionam água de mistura e aumentam a porosidade capilar local, superando os benefícios da nucleação heterogênea (Cardoso, 2021).

A 600 °C, observou-se tendência desfavorável contínua, culminando com a redução estatisticamente significativa na condição 0,3.6.60 (–16,0%, 18,30 MPa). O colapso mesoporoso característico da formação da fase ortorrômbica, somado ao elevado número de partículas com área superficial reduzida competindo pelos mesmos sítios de nucleação, intensifica a interferência negativa do nanomaterial na microestrutura com o aumento do tempo de calcinação (Hernández Mejía et al., 2017).

A 800 °C, todavia, ocorreu uma inversão do comportamento mecânico: as misturas 0,3.8.45 e 0,3.8.60 registraram expressivos ganhos de +27,2% (27,70 MPa) e +28,6% (28,00 MPa), respectivamente. Esse fenômeno é explicado pela homogeneização morfológica associada às fases monoclinicas (M- e B-Nb₂O₅). A transição para a estrutura monoclinica reduz a energia livre de superfície, atenuando a tendência à aglomeração observada nas fases amorfa e ortorrômbica. Isso possibilita uma distribuição mais uniforme do nanomaterial na matriz (Romero et al., 2016; Borowski et al., 2023). Adicionalmente, a maior estabilidade termodinâmica da fase monoclinica modula a dissolução de íons nióbio na solução porosa, viabilizando sua participação efetiva na formação de produtos hidratados secundários aos 28 dias.

3.3 Comportamento do Teor de 0,5% de Nb₂O₅

Para a dosagem de 0,5%, as respostas mecânicas mantiveram-se predominantemente superiores ou equivalentes à referência RF1, com destaque para o patamar térmico de 600 °C.

A 400 °C, as adições promoveram ganhos de resistência em todos os tempos, registrando-se significância estatística na condição 0,5.4.45 (+20,6%, 26,27 MPa). O volume absoluto de partículas amorfas atua compensando parcialmente eventuais aglomerações por meio da distribuição difusa de centros de nucleação do C-S-H pela pasta.

A 600 °C, registraram-se incrementos estatisticamente significativos para todos os tempos de patamar: 0,5.6.30 (+27,4%), 0,5.6.45 (+20,0%) e 0,5.6.60 (+17,2%). Diferentemente do verificado para o teor de 0,3%, a presença de uma fração volumétrica mais elevada de partículas na fase ortorrômbica (T-Nb₂O₅) assegura um efeito filler residual eficiente. O preenchimento físico dos microporos compensa a redução na área superficial específica do óxido. O contínuo decréscimo relativo do ganho com o tempo de calcinação (+27,4% a 30 min versus +17,2% a 60 min) confirma que tratamentos térmicos mais curtos a 600 °C são preferenciais para a dosagem de 0,5%.

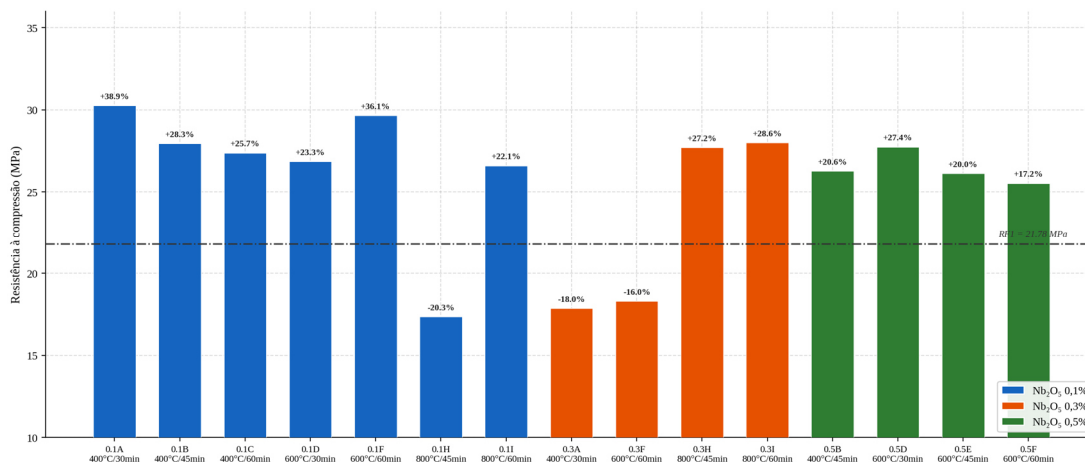
A 800 °C, os aumentos observados (+3,3% a +5,5%) não apresentaram significância estatística em relação à RF1. A expressiva redução de área superficial e o aumento do tamanho de cristalito limitam o papel químico da nanoadição, restringindo sua atuação ao preenchimento físico intergranular.

3.4 Mecanismos Físico-Químicos Determinantes e Análise Comparativa

A análise conjunta dos dados estatísticos revela que a influência do Nb₂O₅ na matriz cimentícia não pode ser analisada isoladamente pelo teor de adição. Trata-se de um sistema multifatorial governado pelo equilíbrio entre a quantidade de partículas

(função do teor), a área superficial específica (função da temperatura) e o estado de ordenamento cristalino (função da temperatura e do tempo de patamar). A Figura 4 sintetiza as variações percentuais de resistência à compressão para as 15 combinações que exibiram diferença estatisticamente significativa em relação à referência RF1.

Figura 4 – Resistência à compressão média aos 28 dias das amostras com efeito estatisticamente significativo em relação à RF1.

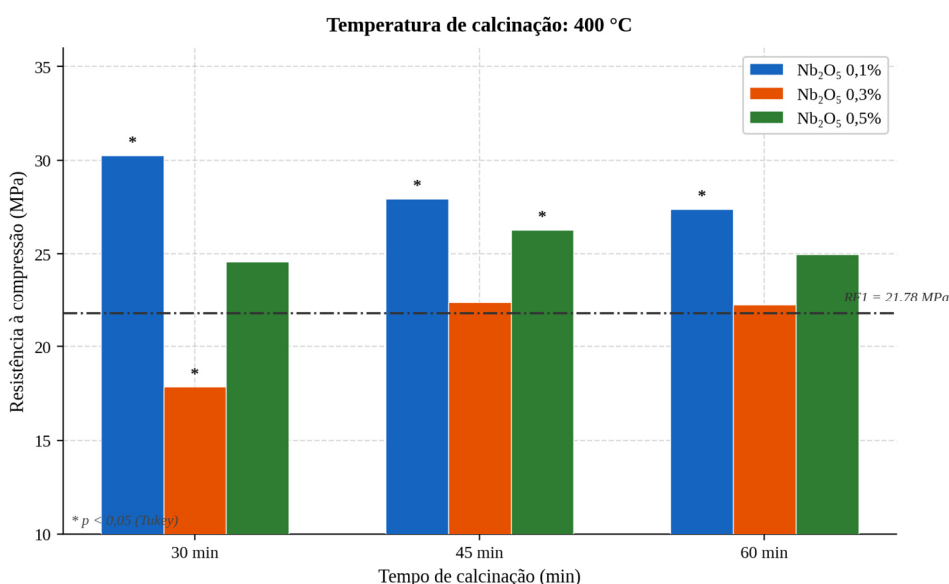


Fonte: Autores (2026).

As Figuras 5, 6 e 7 ilustram o comportamento comparativo dos teores de adição para as temperaturas de calcinação de 400 °C, 600 °C e 800 °C, respectivamente.

Figura 5 – Resistência à compressão média aos 28 dias por teor de Nb₂O₅ com T=400 °C.

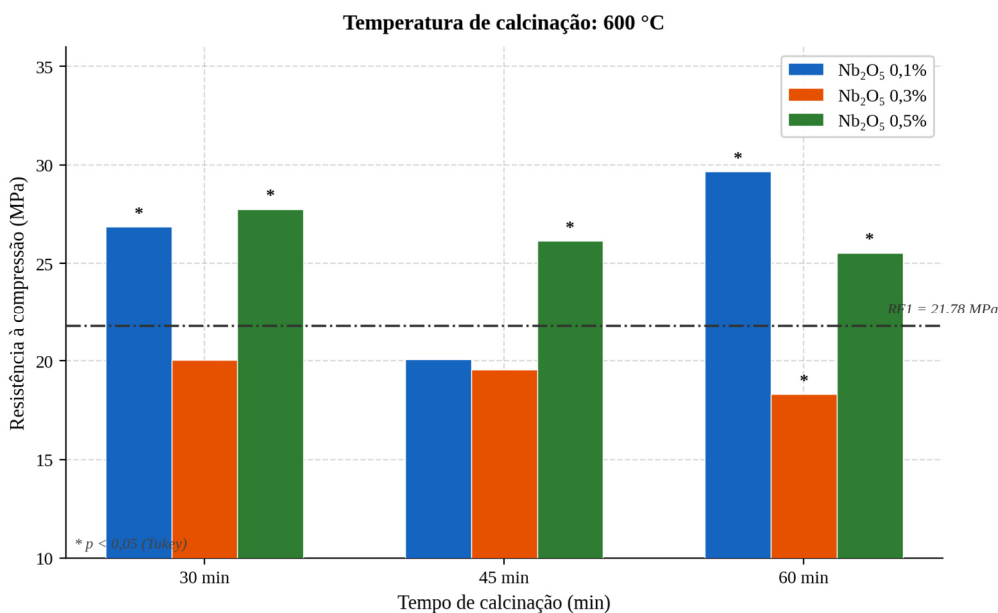
* indica $p < 0,05$ (Tukey) em relação à RF1.



Fonte: Autores (2026).

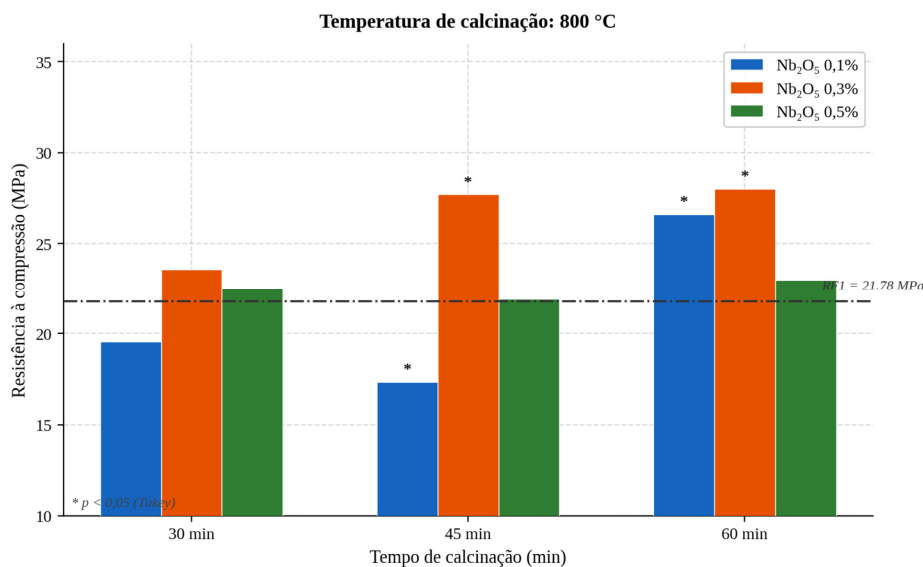
Figura 6 – Resistência à compressão média aos 28 dias por teor de Nb₂O₅ com T= 600 °C. * indica $p < 0,05$

(Tukey) em relação à RF1.



Fonte: Autores (2026).

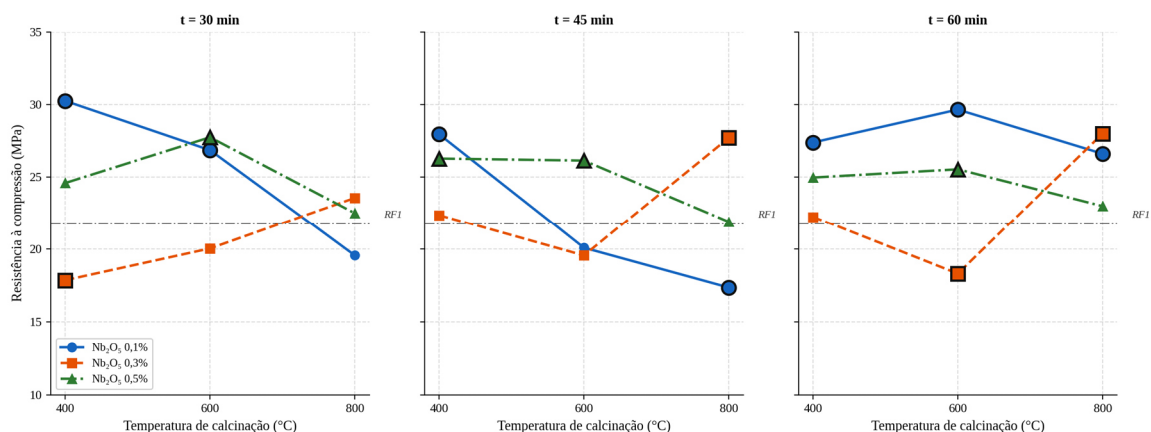
Figura 7 – Resistência à compressão média aos 28 dias por teor de Nb₂O₅ com T= 800 °C. * indica $p < 0,05$ (Tukey) em relação à RF1.



Fonte: Autores (2026).

As curvas de trajetória mecânica apresentadas na Figura 8 explicitam a inversão de hierarquia entre os teores de adição conforme se eleva a temperatura de calcinação.

Figura 8 – Trajetória da resistência à compressão em função da temperatura de calcinação para os três teores de Nb₂O₅, por tempo de calcinação.



Fonte: Autores (2026).

A variação de desempenho, que se estendeu de um acréscimo de +38,9% (0,1.4.30) a uma diminuição de -20,3% (0,1.8.45) empregando-se a mesma matéria-prima e mantendo-se fixa a composição da argamassa, ratifica que o processamento térmico é a variável dominante na otimização do Nb_2O_5 como adição mineral em matrizes cimentícias.

4 CONCLUSÃO

A partir da investigação sistemática do efeito da calcinação do óxido de nióbio em matrizes cimentícias, conclui-se que:

1. A temperatura e o tempo de calcinação exercem controle dominante e não linear sobre a reatividade do Nb_2O_5 : As alterações nas fases cristalinas do óxido afetam a resistência à compressão da matriz. Dependendo estritamente das condições do tratamento térmico, observou-se desde um incremento de +38,9% (0,1.4.30) até um decréscimo de -20,3% (0,1.8.45) na resistência aos 28 dias em comparação à referência com óxido não calcinado (RF1).
2. A condição ótima de processamento correspondeu ao menor teor em baixa temperatura de calcinação: A combinação de 0,1% de Nb_2O_5 calcinado a 400 °C por 30 minutos gerou o maior ganho mecânico (30,25 MPa, +38,9% em relação à RF1). Nessa condição, a preservação da estrutura amorfa do óxido aliada à sua elevada área superficial específica maximizou a nucleação heterogênea do C-S-H, atuando de forma eficiente e sem induzir a aglomeração de partículas.
3. A temperatura ótima de calcinação é dependente da dosagem de adição:
 - O teor de 0,1% atinge seu desempenho máximo em temperaturas baixas (400 °C).
 - O teor de 0,3% necessita de altas temperaturas (800 °C) para converter-se na fase monoclinica e apresentar ganhos

estatisticamente significativos (+28,6%).

- O teor de 0,5% exibe sua melhor performance em temperaturas intermediárias (600 °C), sob a fase ortorrômbica (+27,4%).
4. O tratamento térmico prévio valida-se como condicionador de reatividade em nanoadições: A regulação precisa da temperatura e do tempo de patamar térmico sobrepõe-se à simples variação da dosagem do nanomaterial. O tratamento térmico prévio otimiza o equilíbrio entre nucleação química e preenchimento físico (efeito filler) no microambiente cimentício.

5 REFERÊNCIAS

ALDERETE, N. M.; JOSEPH, A. M.; VAN DEN HEEDE, P.; MATTHYS, S.; DE BELIE, N. Effective and sustainable use of municipal solid waste incineration bottom ash in concrete regarding strength and durability. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 167, p. 105356, 2021.

ALTAWAIHA, H.; ALHOMAIDAT, F. A review of the effect of nano-silica on the mechanical and durability properties of cementitious composites. **Infrastructures**, v. 8, n. 9, p. 132, 2023.

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

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

BARBHUIYA, S.; DAS, B. B.; ADAK, D.; KAPOOR, K.; TABISH, M. Low carbon concrete: advancements, challenges and future directions in sustainable construction. **Discover Concrete and Cement**, v. 1, n. 3, 2025.

BJÖRNSTRÖM, J.; MARTINELLI, A.; MATIC, A.; BÖRJESSON, L.; PANAS, I. Accelerating effects of colloidal nano-silica for beneficial calcium-silicate-hydrate formation in cement. **Chemical Physics Letters**, v. 392, n. 1-3, p. 242–248, 2004.

BOROWSKI, T. et al. Effects of oxidation temperature on structure and properties of niobium surface layers. **Surface & Coatings Technology**, v. 473, p. 129911, 2023.

CARDOSO, M. R. **Análise da influência de adição de óxido de nióbio nas propriedades de matrizes cimentícias**. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2021.

CARDOSO, M. R.; MAZER, W. Análise da influência de adição de óxido de nióbio na resistência mecânica de matrizes cimentícias. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 8, n. 3, p. 15751–15768, 2022.



INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE ÓXIDO DE NIÓBIO CALCINADO NA RESISTÊNCIA À
COMPRESSÃO DE MATRIZES CIMENTÍCIAS

Cardoso e Mazer, 2026.

CBMM – COMPANHIA BRASILEIRA DE METALURGIA E MINERAÇÃO. **Histórico e aplicações do nióbio**. Araxá: CBMM, 2023.

HERNÁNDEZ MEJÍA, J. C. et al. Characterization of Nb_2O_5 submitted to thermal treatment. **Catalysis Today**, v. 282, p. 151–156, 2017.

KANTRO, D. L. Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste — a miniature slump test. **Cement, Concrete, and Aggregates**, v. 2, n. 2, p. 95–102, 1980.

NOWAK, I.; ZIOLEK, M. Niobium compounds: preparation, characterization and application in heterogeneous catalysis. **Chemical Reviews**, v. 99, n. 12, p. 3603–3624, 1999.

ROMERO, M. **Síntese e caracterização de catalisadores de pentóxido de nióbio tratado termicamente**. 2017. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal, 2017.