<u>ERRATA</u>

Página 37 – Linha 25

Onde se lê: A variação dimensional de corpos de prova produzidos com cimento Portland devido à perda ou ganho de água ou por variação térmica foi estudada e descrita por POWERS [14].

Lê-se: Segundo MELO NETO [64], a variação dimensional de corpos de prova produzidos com cimento Portland devido à perda ou ganho de água ou por variação térmica foi estudada e descrita por POWERS [14].

Página 38 – Linha 3

Onde se lê: ...pressão capilar, que pode ser determinada pela equação de Laplace. Lê-se: ...pressão capilar, que pode ser determinada pela equação de Laplace [45] *apud*

[64].

Página 38 – Linha 16

Onde se lê: ...as partículas separadas pelo capilar [45].

Lê-se: ...as partículas separadas pelo capilar [45] apud [64].

Página 38 – Linha 17

Onde se lê: ...tração da água é excedida, impedindo a existência do menisco. YOUNG [45] sugeriu...

Lê-se: ...tração da água é excedida, impedindo a existência do menisco. YOUNG [45] *apud* MELO NETO [64] sugeriu...

Página 39 – Figura 2.18
Onde se lê: Modificado de [45].
Lê-se: Modificado de [45] *apud* [64].

Página 119 – Linha 20

Acrescenta-se: [64] MELO NETO, A. A., *Estudo da retração em argamassa com cimento de escória ativada*. Dissertação de M.Sc., USP, São Paulo, SP, Brasil, 2002.

Livros Grátis

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.

RETRAÇÃO AUTÓGENA E EVOLUÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PASTAS POZOLÂNICAS

Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

Aprovada por:

Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.

Prof. Eduardo de Moraes Rego Fairbairn, Dr.Ing.

Eng. Marcos Martinez Silvoso, D.Sc.

Eng. Michèle Cristina Resende Farage, D.Sc.

Prof. Dylmar Penteado Dias, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL SETEMBRO DE 2004

BALTHAR, VIVIAN KARLA C. B. L. MACHADO

Retração Autógena e Evolução de Propriedades Mecânicas de Pastas Pozolânicas [Rio de Janeiro] 2004.

XV, 128 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Civil, 2004)

Tese - Universidade Federal do Rio de

Janeiro, COPPE

1. Retração Autógena

2. Evolução de Propriedades Mecânicas

3. Hidratação

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

Dedico esta dissertação à minha querida filha **Luísa**, que é a minha maior motivação.

Agradecimentos

Estou concretizando uma etapa em minha vida profissional, que no princípio aparentava ser quase impossível de se finalizar, mas com o decorrer do tempo vocês se tornaram fundamentais na realização de todos os trabalhos para a finalização deste estudo.

Agradeço a Deus pelo dom da vida, pela saúde, pelo conforto durante os momentos difíceis e pelos amigos que me proporcionou.

Ao professor Fernando Avancini Tristão que despertou em mim o interesse pela pesquisa.

Aos professores e orientadores Romildo e Dudu, que acreditaram em mim e investiram seu escasso tempo na orientação deste trabalho. Muito obrigada pela compreensão e paciência durante os momentos difíceis e pela dedicação e ânimo.

Aos profissionais que colaboraram com a elaboração deste trabalho: aos técnicos do Laboratório de Estruturas da COPPE/UFRJ, em especial ao Santiago, José Maria, Manoel, Júlio e Henrique, que me ajudaram desde a confecção das misturas até a preparação das amostras e realização dos ensaios; às secretárias do Laboratório de Estruturas da COPPE/UFRJ, Luzidelle e Sandra que sempre estiveram dispostas em facilitar o dia a dia no laboratório; aos técnicos do Laboratório de Metalurgia da COPPE/UFRJ, em especial ao Laércio e João, porque além de disponibilizarem equipamentos de seu laboratório, também dedicaram seu tempo na execução dos ensaios; ao engenheiro Ricardo do Núcleo de Catálise da COPPE/UFRJ, pois me ajudou com a realização de um dos ensaios da tese.

À Engemix pela doação de todo cimento utilizado durante a realização dos estudos experimentais.

À CAPES, pelo apoio financeiro.

Aos colegas que se tornaram grandes amigos, dos quais sempre me lembrarei com carinho e gratidão, Reila, Guilherme e Marcos, pois foram grandes companheiros em todas as etapas deste trabalho.

Às minhas amigas Luciana, Maíra e Eugênia pelo carinho, convivência e ajuda na confecção desse trabalho.

De forma também singular agradeço ao Sidiclei, Patrícia, Jardel, Cíntia, Tatiana e Michèle pelo apoio.

Aos meus amados pais e minhas queridas irmãs, pelo carinho, amizade e incentivo. Papai e mamãe, muito obrigada por tudo que abriram mão em suas vidas em prol da minha educação.

Ao meu amado marido Jadir, eu agradeço em especial porque nos momentos mais difíceis estava comigo me orientando e me acalmando. Meu amor, em suas atitudes você sempre me ensinou a buscar o conhecimento.

À minha filhinha Luísa, que mesmo insatisfeita com minha ausência sempre se mostrou amorosa.

À D. Dulce, eu não canso de afirmar que a senhora é um anjo que Deus colocou em nossas vidas. Muito mais do que amiga, sempre foi uma mãe para mim e avó para a Luísa. Sem a dedicação do seu tempo à Luísa eu não teria realizado este trabalho.

À D. Albertina por cuidar da Luísa e do Jadir.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

RETRAÇÃO AUTÓGENA E EVOLUÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PASTAS POZOLÂNICAS

Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar Setembro/2004

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho

Eduardo de Moraes Rego Fairbairn

Programa: Engenharia Civil

O presente estudo visa a determinação da retração autógena de pastas de alto desempenho produzidas com cimento de alto teor de escória e sílica ativa e metacaolinita como adições minerais. Para tal, foram confeccionadas pastas com relação água/material cimentíceo igual a 0,3, sendo uma pasta de referência (PC) e as outras duas com substituição de 10% em massa de cimento por metacaolinita (PM) e sílica ativa (PS). Nas misturas contendo adições minerais empregou-se superplastificante do tipo policondensado de folmadeído e naftaleno sulfonado em teores de 0,24% (PM) e 0,16% (PS), para que as mesmas apresentassem a mesma consistência normal. Os ensaios de retração foram iniciados entre 8 – 9 horas após a adição de água à mistura e executados em uma sala climatizada com temperatura igual a $18,3 \pm 0,5$ °C durante 120 dias. A evolução das propriedades mecânicas das pastas foi estudada em idades entre 4 horas e 200 dias após a mistura. O grau de hidratação de cada pasta foi determinado a partir dos resultados de resistência à compressão, por perda ao fogo e por termogravimetria, em idades entre 6 horas e 200 dias após a mistura, com o objetivo de correlacioná-lo com os resultados de retração autógena, resistência à tração e módulo de elasticidade de cada pasta. Os resultados indicam que a pasta com adição de sílica ativa apresenta retração autógena inferior às demais pastas.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

AUTOGENOUS SHRINKAGE AND EVOLUTION OF MECHANICAL PROPERTIES OF POZZOLANIC PASTES

Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar September/2004

Advisor: Romildo Dias Tolêdo Filho

Eduardo de Moraes Rego Fairbairn

Department: Civil Engineering

The main objective of present study is to determine autogenous shrinkage of high performance pastes produced using Portland blast furnace slag cement and silica fume and metakaolin as mineral admixture. To achieve this objective pastes were produced with water/binder ratio of 0,3. The Portland blast furnace slag paste (PC) is the reference paste and the other two had 10% of silica fume (PS) and metakaolin (PM) as partial cement replacement (in mass). In the mixtures containing mineral admixture it was used sulfonated naphthalene formaldehyde condensate superplasticizer in dosages of 0.24% (PM) and 0.16% (PS) in order to garanter the same normal consistence. The autogenous shrinkage tests were initiated 8 - 9 hours after the adition of water to the mixture and conducted in a climatized room with temperature of 18.3 ± 0.5 °C up to the age of 120 days. The evolution of the mechanical properties of the pastes was studied from 4 hours until 200 days after the mixture. The degree of hydration of each paste was determined using the results of the compression tests, ignition loss and termogravimetry in ages 6 hours to about 200 days after the mixture. Autogenous shrinkage, tensile strength and elastic modulus were then correlated with the degree of hydration of each paste. The results indicate that the silica fume paste shows values of autogenous shrinkage lower than the other mixtures.

Sumário

L	ista de Fi	guras	X
L	ista de Ta	bela	xiii
L	ista de Sí	mbolos	xiv
1	T., 4	1	1
I	Intro	dančao """"""""""""""""""""""""""""""""""""	1
	1.1	Importância e objetivos da pesquisa	1
	1.2	Estrutura da dissertação	3
2	Revi	são bibliográfica	4
	2.1	Composição e hidratação do cimento Portland	4
	2.1.1	A ante-pega	11
	2.1.2	A pega	14
	2.1.3	O pós-pega	17
	2.1.4	A água e a hidratação	18
	2.2	Evolução das propriedades mecânicas com a hidratação	21
	2.2.1	Resistência à compressão	26
	2.2.2	Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson	
	2.2.3	Resistência à tração	
	2.3	Retração autógena	
	2.3.1	Mecanismos associados à variação de umidade interna	
	2.3.2	Fatores que influenciam a retração autógena	40
	2 1	Outrag votugeãos	41
	2.4	Outras retrações	
3	Mate	eriais e métodos experimentais	
	3.1	Programa Experimental	
	3.2	Caracterização dos Materiais	
	3.2.1	Materiais Cimentíceos	43
	3.2.2	Aditivo Químico	48
	3.3	Métodos Experimentais	
	3.3.1	Dosagem das Pastas	48
	3.3.2	Produção e Cura das Pastas Pozolânicas	
	3.3.3	Técnicas de Ensaios	54
	3.	3.3.1 Retração autógena	54

	3.	3.3.2 Gi	rau de hidratação	
		3.3.3.2.1	Ensaio de Perda ao Fogo	
		3.3.3.2.2	Ensaio de Termogravimetria	61
	3.	3.3.3 Re	esistência à compressão	63
	3.	3.3.4 M	lódulo de elasticidade e coeficiente de Poisson	65
	3.	3.3.5 Re	esistência à tração por compressão diametral	67
	3.	3.3.6 Re	etração por secagem	
4	Apre	esentação e	análise dos resultados	
	4.1	Resistência	a à compressão	
	4.2	Grau de hi	dratação	
	4.3	Resistência	a à tração	
	4.4	Comportan	nento tensão-deformação	
	4.4.1	Curv	as tensão-deformação	90
	4.4.2	Mód	ulo de elasticidade	95
	4.4.3	Coef	iciente de Poisson	
	4.5	Retração a	nutógena	
5	Conc	lusões		111
Aı	1exo			
A.	1 Retra	ição por sec	cagem	121
A.	A.2 Retração total			

Lista de Figuras

Figura 2.1 – Evolução da hidratação dos compostos do cimento [6, 7].	7
Figura 2.2 – Influência da relação a/c na pega de uma pasta de cimento. Modificado de [13].	10
Figura 2.3 – Representação esquemática da floculação. Modificado de [4]	12
Figura 2.4 – Representação esquemática da segregação e exsudação no concreto	13
Figura 2.5 - Representação esquemática da contração Le Chatelier: (a) volume de hidratos; (b) reduçã	io
de volume	14
Figura 2.6 – Representação esquemática da teoria da percolação [16].	15
Figura 2.7 –Influência da finura do cimento na pega. Modificado de [13].	16
Figura 2.8 – Modelo de FELDMAN e SEREDA. Modificado de [10].	19
Figura 2.9 – Representação esquemática do modelo de SIERRA [27].	20
Figura 2.10 - Representação esquemática da evolução relativa de propriedades mecânicas de concreto	de
alto desempenho. Modificado de BISSCHOP [18].	21
Figura 2.11 – Evolução das resistências dos produtos de hidratação do cimento [6, 7]	22
Figura 2.12 – Relação entre fc e grau de hidratação de acordo com a equação (2.6)	26
Figura 2.13 – Relação obtida por BYFORS entre a resistência à compressão e o grau de hidratação de	
concretos. Modificado de [13]	27
Figura 2.14 - Relação obtida por BYFORS entre a resistência à compressão e o grau de hidratação de	
concretos com diferentes fatores a/c. Modificado de [13]	28
Figura 2.15 - Relação obtida por BYFORS entre a resistência à compressão e o grau de hidratação de	
concretos com diferentes temperaturas de cura. Modificado de [13].	28
Figura 2.16 - Relação obtida por BYFORS entre resistências relativas (fc/fcx) e o grau de hidratação de	;
concretos com diferentes temperaturas de cura. Modificado de [13].	29
Figura 2.17 – Deformações autógenas da pasta de cimento. Modificado de [6].	36
Figura 2.18 – Representação esquemática da adsorção da água em um capilar de pasta de cimento.	
Modificado de [45]	39
Figura 3.1 – Distribuição granulométrica dos materiais cimentíceos	46
Figura 3.2 – Difratograma de raios X da metacaolinita	47
Figura 3.3 – Difratograma de raios X da sílica ativa.	47
Figura 3.4 – Capela para realização do ensaio de início e fim de pega.	49
Figura 3.5 – Ensaio de tempos de pega.	50
Figura 3.6 – Misturador planetário utilizado na produção das pastas pozolânicas	51
Figura 3.7 – Final dos processos de msitura: (a) pasta PC; (b) pasta PM; (c) pasta PS	51
Figura 3.8 – Medição da temperatura da pasta PS	52
Figura 3.9 – Medição do espalhamento na mesa de consistência: (a) pasta PC; (b) pasta PM	52
Figura 3.10 – Moldagem da pasta PS: (a) moldagem dos corpos de prova prismáticos para estudo da	
retração; (b) moldagem dos corpos de prova cilíndricos para a determinação das propriedades mecânic	as.
	53
Figura 3.11 – Cura dos corpos de prova nas primeiras 24 horas.	54

Figura 3.12 - Cura dos corpos de prova de retração autógena nas primeiras horas: (a) capela vedada com	
plástico; (b) moldes preenchidos com a pasta PM	4
Figura 3.13 – Vedação dos corpos de prova: (a) filme e fita utilizados na vedação dos corpos de prova; (b)
corpos de prova selados utilizados no estudo de retração autógena	6
Figura 3.14 – Aparelho para medição da deformação: (a) aparelho com a barra de referência; (b) aparelho)
com o corpo de prova	6
Figura 3.15 – Sistema para medição de variação de temperatura: (a) termopares inseridos no corpo de	
prova da pasta PM; (b) sistema utilizado na aquisição de dados	7
Figura 3.16 – Estufa calibrada a 80°C para a secagem da água livre	0
Figura 3.17 – Detalhes do ensaio de perda ao fogo: (a) pesagem das amostras; (b) dessecador com	l
as amostras	1
Figura 3.18 – Forno para secagem da água quimicamente ligada: (a) forno calibrado a 550°C; (b)	
disposição dos cadinhos no forno	1
Figura 3.19 – Prensa Shimadzu	4
Figura 3.20 – Ensaio com medição de deformação	4
Figura 3.21 – Faceamento de corpo de prova em torno mecânico	4
Figura 3.22 – Corpo de prova da pasta PM a ser ensaiado (idade de 4 horas): (a) corpo de prova	
posicionado na prensa; (b) detalhe da região central do corpo de prova	5
Figura 3.23 – Ensaio para determinação do módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson em corpo de	
prova de (100 × 200) mm	6
Figura 3.24 – Esquema de corte dos discos: (a) posicionamento do cilindro; (b) corte do cilindro	7
Figura 3.25 – Ensaio de resistência à tração	8
Figura 3.26 – Estocagem dos corpos de prova durante o ensaio de retração por secagem: (a) corpos d	e
prova das pastas PC, PM e PS; (b) detalhe do apoio dos corpos de prova	9
Figura 4.1 – Evolução da resistência à compressão das pastas: (a) PC; (b) PM; (c) PS7	1
Figura 4.2 – Evolução da resistência à compressão das pastas PC, PM e PS7	3
Figura 4.3 – Evolução do grau de hidratação ortido a partir de f_c das pastas: (a) PC; (b) PM; (c)	
PS	5
Figura 4.4 – Evolução do grau de hidratação obtido por f _c no tempo de PC, PM e PS7	5
Figura 4.5 – Teor de água quimicamente ligada (perda ao fogo) no tempo7	7
Figura 4.6 – Teor de água quimicamente ligada (perda ao fogo) com ξ (obtido por f_c)74	8
Figura 4.7 – Grau de hidratação obtido por perda ao fogo com o grau de hidratação obtido por resistência	
à compressão para as pastas PC, PM e PS7	8
Figura 4.8 – Análise térmica e termogravimétrica da pasta PC: (a) 28 dias; (b) 280 dias79	9
Figura 4.9 – Análise térmica e termogravimétrica da pasta PM: (a) 28 dias; (b) 280 dias	0
Figura 4.10 – Análise térmica e termogravimétrica da pasta PS: (a) 28 dias; (b) 217 dias	1
Figura 4.11 – Teor de água quimicamente ligada (termogravimetria) no tempo8	2
Figura 4.12 – Teor de água quimicamente ligada (termogravimetria) em função de ξ (obtido por f _c)82	2
Figura 4.13 - Grau de hidratação obtido por termogravimetria em função do grau de hidratação obtido po	r
resistência à compressão das pastas PC, PM e PS8	2

Figura 4.14 – Evolução da resistência à tração das pastas: (a) PC; (b) PM; (c) PS	
Figura 4.15 – Evolução das resistências à tração das pastas	85
Figura 4.16 – Evolução da resistência à tração das pastas com a hidratação:	86
Figura 4.17 – Evolução da resistência à tração de todas as misturas com a hidratação	87
Figura 4.18 - Evolução da relação f_t/f_c das pastas com a hidratação:	88
Figura 4.19 - Evolução da relação f_t/f_c das pastas PC, PM e PS com a hidratação	89
Figura 4.20 (a) e (b) - Curvas tensão-deformação típicas da pasta PC	91
Figura 4.21 - Curvas tensão-deformação em função do grau de hidratação da pasta PC	91
Figura 4.22 (a) e (b) - Curvas tensão-deformação típicas de PM.	92
Figura 4.23 - Curvas tensão-deformação em função do grau de hidratação da pasta PM	93
Figura 4.24 - Curvas tensão-deformação típicas de PS.	94
Figura 4.25 - Curvas tensão-deformação em função do grau de hidratação da pasta PM	94
Figura 4.26 – Evolução do módulo de elasticidade das pastas: (a) PC; (b) PM; (c) PS	96
Figura 4.27 – Evolução dos módulos de elasticidade das pastas	96
Figura 4.28 – Evolução do módulo das pastas com a hidratação: (a) PC; (b) PM; (c) PS	98
Figura 4.29 – Evolução dos módulos das pastas com a hidratação	99
Figura 4.30 – Evolução do módulo normalizado das pastas com o grau de hidratação: (a) PC; (b) l	PM; (c)
PS	100
Figura 4.31 – Retração autógena da pasta PC.	102
Figura 4.32 – Retração autógena da pasta PC em escala logarítmica de tempo	102
Figura 4.33 – Retração autógena da pasta PM	103
Figura 4.34 – Retração autógena da pasta PM em escala logarítmica de tempo	103
Figura 4.35 – Retração autógena da pasta PS	104
Figura 4.36 – Retração autógena da pasta PS em escala logarítmica de tempo	104
Figura 4.37 – Retração autógena média das pastas.	106
Figura 4.38 – Retração autógena média das pastas, em escala logarítmica do tempo	106
Figura 4.39 – Retração autógena média nos primeiros 30 dias	107
Figura 4.40 – Retração autógena média nos primeiros 30 dias, em escala logarítmica do tempo	107
Figura 4.41 – Variação de massa média das pastas	109
Figura 4.42 – Retração autógena das pastas em função da hidratação.	110

Lista de Tabelas

Tabela 2.1 – Tipos de cimentos produzidos no Brasil [4].	5
Tabela 2.2 – Quantidade de água quimicamente ligada em função dos hidratos. Modificado de [6, 7].	22
Tabela 2.3 – Valores estimados por CZERNIN [29] da quantidade de água necessária para a hidrataç	ão
completa do cimento Portland. Modificado de [6, 7].	23
Tabela 2.4 – Análise termogravimétrica [11].	24
Tabela 3.1 – Características físicas dos materiais cimentíceos	44
Tabela 3.2 – Composição química dos materiais cimentíceos.	45
Tabela 3.3 – Características do superplastificante.	48
Tabela 3.4 – Dosagem das misturas (kg/m ³).	49
Tabela 3.5 – Consistência normal e início e fim de pega das misturas	49
Tabela 3.6 – Consistência das misturas.	52
Tabela 4.1 – Resistência à compressão das pastas PC, PM e PS	72
Tabela 4.2 – Grau de hidratação obtido por f _c de PC, PM e PS	76
Tabela 4.3 – Teor de água livre, água quimicamente ligada e grau de hidratação obtido pela perda ao	1
fogo	78
Tabela 4.4 – Teor de água quimicamente ligada e grau de hidratação obtido pela termogravimetria	83
Tabela 4.5 – Resistência à tração das pastas	85
Tabela 4.6 – Relações f _t /f _c das pastas.	89
Tabela 4.7 – Módulo de elasticidade das pastas.	97
Tabela 4.8 – Coeficiente de Poisson médio das pastas	101
Tabela 4.9 – Retração autógena das pastas	108

Lista de Símbolos

- α coeficiente de variação térmica;
- a/c relação água/cimento
- a/mc relação água/material cimentíceo;
- Al_2O_3 óxido de cálcio;
- C quantidade total de cimento na mistura;
- C₂S silicato dicálcico;
- C₃A aluminato tetracálcico;
- C₄AF ferro aluminato tetracálcico;
- Ca(OH)₂ hidróxido de cálcio;
- CH hidróxido de cálcio;
- CH₄ gás de metano;
- CO2 gás carbônico;
- CP III cimento Portland de alto forno;
- C-S-H silicato de cálcio hidratado;
- CV coeficiente de variação;
- ΔM_{al} perda de massa referente à secagem da água livre;
- ΔT variação de temperatura;
- ε-deformação;
- E módulo de elasticidade;
- ϵ_{11} deformação lateral a meia altura do corpo de prova produzida pela tensão σ_{c1} ;
- ϵ_{12} deformação lateral a meia altura do corpo de prova produzida pela tensão σ_{c2} ;
- ε_{a1} deformação axial igual a 0,000050;
- ϵ_{a2} deformação axial produzida pela tensão σ_{c2} ;
- ϵ_{θ} deformação por variação térmica;
- ε_{RA} deformação por retração autógena;
- f_c resistência à compressão;
- $f_{c,\infty}$ resistência à compressão para uma hidratação teórica completa;
- Fe₂O₃ óxido de ferro;
- ft resistência à tração;
- G distância interna livre entre os pinos;
- L_i leitura inicial do comprimento do corpo de prova;
- L_{xi} leitura de comprimento realizada na idade prevista;
- M₅₅₀ massa da amostra após secagem a 550°C;
- M₈₀₀ massa da amostra após secagem a 800°C;
- Ma-massa inicial da amostra;
- Mas massa da amostra após secagem;
- MgO óxido de magnésio (periclásio);
- M_v massa de 1 mol de água;

- v coeficiente de Poisson;
- p/p_o umidade relativa;
- PC pasta de referência;
- P_c pressão capilar;
- PM pasta com substituição parcial de cimento por metacaolinita;
- PS pasta com substituição parcial de cimento por sílica ativa;
- Q quantidade de calor liberado;
- R constante universal dos gases;
- R1 raio de curvatura da superfície formada pelo menisco nas direções ortogonais;
- R2 raio de curvatura da superfície formada pelo menisco nas direções ortogonais;
- ρ_a densidade da água;
- RA retração autógena;
- RS retração por secagem;
- σ tensão superficial;
- σ_{c1} tensão de compressão correspondente a deformação axial;
- σ_{c2} tensão de compressão correspondente a 40% da carga última;
- SiO₂ óxido de silício;
- SP superplastificante;
- T temperatura;
- W_n quantidade de água ligada quimicamente;
- ξ grau de hidratação calculado por meio dos resultados de resistência;
- ξ_o limiar da percolação;
- ξ_{PF} grau de hidratação estimado pelo ensaio de perda ao fogo;
- $\xi_{\rm T}$ grau de hidratação estimado pelo ensaio de termogravimetria.

1 Introdução

1.1 Importância e objetivos da pesquisa

A retração autógena em concretos é um fenômeno conhecido desde o início do século XX, mas o interesse na pesquisa da influência desse mecanismo em concreto se intensificou recentemente, devido ao surgimento dos concretos de alto desempenho. A retração autógena, em conjunto com as deformações térmicas, é responsável pela fissuração nas estruturas de concreto em idades jovens, causando redução na durabilidade. Este fenômeno acontece na matriz cimentícea devido à auto-secagem que ocorre durante as reações de hidratação. O uso de agregados em argamassas e concretos reduz este efeito, em virtude da restrição interna imposta por estes componentes às deformações provocadas pela retração autógena. A fissuração na matriz cimentícea em idade jovem pode ser identificada quando são conhecidas as taxas de variação das propriedades mecânicas deste material. Como as tensões geradas durante a fissuração são dependentes do módulo de elasticidade e a resistência à fissuração é dependente da resistência à tração da matriz, a avaliação da evolução da retração autógena simultaneamente com a avaliação da evolução das propriedades mecânicas pode se tornar atrativa no estudo de alternativas para a minimização da fissuração provocada pela retração.

Na confecção de concretos de alto desempenho são normalmente empregados adições minerais em substituição parcial de cimento Portland. Estas adições são materiais silicosos ou alumino-silicosos que possibilitam melhoras nas propriedades mecânicas e de durabilidade em virtude dos efeitos químicos (ação pozolânica) e físicos (efeito *filler*). Além disso, o uso dos adições em concretos, tais como escória de alto forno e metacaolinita, contribui para a diminuição do impacto ambiental provocado pela indústria cimenteira, minimizando a quantidade de cimento utilizada e, por conseqüência, a emissão de CO₂ gerado em sua fabricação [1]. As emissões de gás carbônico (CO₂) e de metano (CH₄) causam o chamado efeito estufa, pelo qual a energia solar que incide sobre a Terra é, em parte, temporariamente absorvida e, em parte, logo refletida, mas, no total, acaba retornando ao espaço como radiação infravermelha. Ao se encaminhar ao espaço, essa radiação encontra os compostos de carbono existentes na atmosfera. Em conseqüência, reflete-se neles e em parte retorna à superfície do planeta, aquecendo a Terra [2]. Portanto, qualquer fator redutor na

utilização e conseqüente produção de cimento representa um benefício ao meio ambiente. A substituição de um teor de cimento por uma adição mineral também contribui para a diminuição da geração de calor durante as reações de hidratação, colaborando para a minimização da fissuração de origem térmica em idades jovens.

Na produção de concretos de alto desempenho podem ser utilizados, por exemplo, sílica ativa, escória de alto forno e metacaolinita. No Brasil, o cimento Portland de alto forno (CP III), constituído de altos teores de escória, é recomendado pelo fabricante para a confecção de concretos de alto desempenho, pois o CP III apresenta resistências após 28 dias superiores aos demais cimentos, além de apresentar boa resistência ao ataque dos agentes agressivos [3]. O emprego de adições minerais em conjunto com cimento Portland promove alterações na retração autógena que ainda não são muito conhecidas. Desta forma, este trabalho visa o estudo da evolução da retração autógena no tempo em pastas de alto desempenho constituídas por cimento Portland com elevado teor de escória. Além disso, investigou-se a influência da substituição parcial deste cimento por metacaolinita e sílica ativa em teores que são normalmente utilizados na produção de concretos de alto desempenho. Uma vez que a retração autógena é altamente dependente das propriedades mecânicas da pasta, o estudo da evolução da resistência à compressão, módulo de elasticidade, coeficiente de Poisson e resistência à tração em conjunto com a retração autógena torna-se fundamental. Neste estudo, optou-se pela utilização de pastas, ao invés de argamassas ou concretos, pela possibilidade da investigação do fenômeno da retração autógena em sua forma mais direta. O ganho de resistência mecânica de misturas cimentíceas é governado, em última instância, pelas reações de hidratação. Portanto, o estudo do grau de hidratação da mistura cimentícea se torna um parâmetro interessante para a avaliação da evolução tanto das propriedades mecânicas como da retração autógena.

1.2 Estrutura da dissertação

A dissertação é composta por cinco capítulos e está organizada do seguinte modo:

Capítulo 1 – Introdução ao trabalho, onde há a descrição da importância e objetivo da pesquisa e estrutura da tese.

Capítulo 2 – Revisão bibliográfica sobre a composição e hidratação do cimento Portland, evolução das propriedades mecânicas com a hidratação, retração autógena e outras retrações.

Capítulos 3 – Apresentação do programa experimental, seguida da caracterização dos materiais empregados e da descrição dos métodos experimentais.

Capítulo 4 – Apresentação e análise dos resultados de resistência à compressão, grau de hidratação, resistência à tração, comportamento tensão-deformação e retração autógena.

Capítulo 5 - Conclusões gerais e sugestões para futuras pesquisas.

2 Revisão bibliográfica

Este capítulo compreende os seguintes aspectos: composição e hidratação do cimento Portland, evolução das propriedades mecânicas com a hidratação e retração autógena.

A composição do cimento Portland e os produtos formados a partir da hidratação de cada um de seus componentes serão estudados para o melhor entendimento do processo de hidratação. O progresso da hidratação, que ocorre em fases (a ante-pega, a pega e o pós-pega), confere à mistura cimentícea algumas propriedades, dentre as quais temos resistência à compressão, módulo de elasticidade, coeficiente de Poisson, resistência à tração e a retração autógena, que é um fenômeno que está diretamente ligado ao teor de água da mistura.

2.1 Composição e hidratação do cimento Portland

O cimento Portland é um aglomerante hidráulico produzido a partir da moagem do clínquer, sulfato de cálcio e de algumas adições que podem ser utilizadas na sua produção, como a escória, *fillers* e pozolanas, com o objetivo de variar suas características para determinada aplicação. No Brasil, o tipo de cimento Portland que tem sido recomendado pela Votoran [3] para a confecção de concretos de alto desempenho é o de alto forno (CP III), que possui em sua composição, além do clínquer, entre 35 – 70% de escória de alto forno e até 5% de *fillers*. Os diversos tipos de cimento Portland produzidos no Brasil estão ilustrados na Tabela 2.1.

As matérias primas utilizadas na produção do clínquer devem conter os seguintes componentes químicos: óxido de cálcio (CaO), óxido de alumínio (Al₂O₃), óxido de silício (SiO₂) e óxido de ferro (Fe₂O₃). A produção do cimento Portland consiste resumidamente em moer a matéria prima, misturá-la em determinadas proporções e queimar essa mistura num forno rotativo até uma temperatura de cerca de 1450°C. Nesta temperatura há a fusão do material resultando em pelotas. Posteriormente, o material é resfriado, moído e é realizada a adição de gesso.

Denominação	Sigla	Norma
Portland Comum	CP I	NBR 5732
Portland Comum com Adição	CP I - S	NBR 5732
Portland Composto com Escória	CP II - E	
Portland Composto com Pozolana	CP II - Z	NBR 11578
Portland Composto com Filler	CP II - F	
Portland de Alto Forno	CP III	NBR 5735
Portland Pozolânico	CP IV	NBR 5736
Portland de Alta Resistência Inicial	CP V - ARI	NBR 5733
	CP I RS	
	CP I - S RS	
	CP II - E RS	
Portland Resistente a Sulfatos	CP II - Z RS	NBR 5737
	CP II - F RS	
	CP III RS	
	CP IV RS	

Tabela 2.1 – Tipos de cimentos produzidos no Brasil [4].

O cimento Portland se apresenta sob a forma de uma mistura de duas fases de silicatos bem cristalizados, C₃S (silicato tricálcico - alita) e C₂S (silicato dicálcico - belita), uma fase intersticial composta de C₃A (aluminato tricálcico) e C₄AF (ferro aluminato tetracálcico - ferrita)¹, mais ou menos cristalizada, e algumas impurezas, tais como o periclásio (MgO), o óxido de cálcio calcinado endurecido (CaO) e sulfatos alcalinos. O sulfato de cálcio pode ser encontrado sob a forma de gipsita (CaSO₄·2H₂O), hemidrato ou bassanita (CaSO₄· $\frac{1}{2}$ H₂O) e anidrita (CaSO₄), ou uma mistura de dois ou três destes. O sulfato de cálcio é adicionado ao clínquer na produção do cimento para viabilizar o

¹ Utilizar-se-ão, nesta fase, as abreviaturas da química do cimento: C para CaO, S para SiO₂, A para Al_2O_3 , F para Fe_2O_3 e H para H_2O .

controle da hidratação inicial do cimento, pois o clínquer puro sofre uma pega instantânea, que provoca o endurecimento irreversível da mistura [4].

A reação de hidratação do cimento Portland abrange um conjunto de reações interdependentes e com cinéticas diferentes. COPELAND *et al.* [5], citados nas referências [6, 7], estudaram a evolução de hidratação dos principais compostos do clínquer em função do tempo (ver a Figura 2.1). A reação de hidratação do cimento é exotérmica e termicamente ativada e pode ser ilustrada como:

Cimento + Água
$$\rightarrow$$
 Hidratos + Hidróxido de Cálcio + Calor (2.1)

As reações dos silicatos ($C_3S \ e \ C_2S$) com a água resultam na formação de silicato de cálcio hidratado (C-S-H). O C_3S é o componente responsável pela resistência inicial da pasta endurecida e pelo aumento de sua resistência final, enquanto que o C_2S é responsável pelo aumento da resistência em idades avançadas. Cálculos estequiométricos apontam que a hidratação do C_3S gera 61% de $C_3S_2H_3$ e 39% de CH, enquanto que a hidratação do C_2S produz 82% de $C_3S_2H_3$ e 18% de CH. A hidratação completa do C_3S e do C_2S exige 24 e 21% de água, respectivamente [4].

Os produtos formados pela hidratação dos aluminatos (C₃A e C₄AF) são estruturalmente semelhantes. A reação do C₃A com a água é rápida e provoca a liberação de uma grande quantidade de calor. Desta forma, ocorre uma rápida formação de hidratos cristalinos, tais como C₃AH₆, C₄AH₉ e C₂AH₈ [4]. Esta reação instantânea pode proporcionar perda de trabalhabilidade da mistura, tornando-a imprópria para uso. Assim, com o objetivo de retardar essa perda de trabalhabilidade da mistura, adicionam-se ao cimento compostos a base de sulfato de cálcio hidratado, que ao reagir com o C₃A, forma o sulfoaluminato de cálcio, mais conhecido como etringita. Em geral, a reatividade do C₄AF é mais lenta do que a do C₃A, mas cresce com o aumento do teor de alumina e diminuição da temperatura resultante da reação de hidratação. Estes compostos exercem pouca influência na resistência mecânica da pasta [4].



Figura 2.1 – Evolução da hidratação dos compostos do cimento [6, 7].

O C-S-H é uma família de fases sólidas de estrutura cristalina imprecisa e porosa que apresenta características de um gel rígido e é constituído como a fase mais importante para o desenvolvimento das propriedades da pasta. Cerca de 50 a 60% do volume de sólidos de uma pasta de cimento Portland completamente hidratada é constituído de C-S-H. Sua resistência é atribuída principalmente a forças de *Van der Waals* e apresenta uma área específica alta, entre 100 a 700 m²/g. A composição química desta fase é variada e depende de fatores, tais como a relação água/cimento (a/c), temperatura, concentração de cálcio na fase aquosa, presença de aditivos e idade de hidratação [4].

Existem alguns modelos da unidade microestrutural do C-S-H que visam reproduzir e explicar as evoluções, em particular as interações entre a água e microestrutura, e correlacioná-las com as manifestações mecânicas macroscópicas do material.

POWERS e BROWNYARD [8] publicaram em 1946 o primeiro modelo da unidade microestrutural do C-S-H [9]. Neste modelo a água pode estar presente na pasta de

cimento sob três formas: água não evaporável, água do gel e água capilar. A *água não evaporável* está ligada quimicamente aos produtos hidratados, cuja remoção gera a decomposição desses produtos. A *água do gel* ou *água interlamelar* ocupa os poros do gel com diâmetros entre 2 e 4 nm e está adsorvida fisicamente à superfície do gel. Os resultados experimentais de POWERS e BROWNYARD [8] os levaram a denominar gel a matéria sólida com dimensões coloidais e principal constituinte da pasta de cimento endurecida (C-S-H). A *água capilar* trata-se da água livre que ocupa todos os vazios da pasta endurecida e saturada e que não está sob tensão, exceto nos poros interlamelares.

O modelo de FELDMAN e SEREDA [10] é considerado como o modelo capaz de justificar a maior parte das características mecânicas do material, em particular com relação à retração, fluência e os fenômenos de sorção [11]. Este modelo apresenta o C-S-H estruturado em camadas provenientes de um arranjo irregular de filetes cristalizados que criam espaços interfoliares, sem dimensões ou volume total fixos, na medida que se aproximam. Estes filetes são capazes de fazer movimentos relativos reversíveis e os movimentos de entrada e saída de água nos espaços interfoliares são possíveis.

Segundo YOUNG *at al.* [12], cerca de 65% do volume de sólidos da pasta de cimento Portland completamente hidratada correspondem ao C-S-H. O hidróxido de cálcio (CH), os sulfoaluminatos de cálcio e os grãos de clínquer não hidratados representam cerca de 20, 10 e 5% da pasta de cimento hidratada, respectivamente.

O CH ou portlandita é formado por cristais que apresentam a forma de prismas hexagonais distintos. Trata-se de um composto bem definido, $Ca(OH)_2$, formado durante a hidratação do clínquer. A sua morfologia pode apresentar formas não definidas ou até pilhas de placas geometricamente bem definidas [4].

Quando o cimento Portland de alto forno entra em contato com a água, a hidratação dos componentes do cimento se inicia antes da hidratação da escória formando C-S-H, apesar de uma pequena quantidade de escória sofrer também uma reação imediata, liberando íons de cálcio e de alumínio. O CH liberado durante a formação do C-S-H reage com a escória, produzindo C-S-H.

Os *sulfoaluminatos de cálcio* são formados durante o início da hidratação em que a relação iônica sulfato/alumina da solução favorece a formação de etringita, que se

transforma em monossulfato hidratado, tornando o material vulnerável ao ataque por sulfato [4].

Os *grãos de clínquer* não hidratados podem ser encontrados na microestrutura das pastas de cimento Portland dependendo da distribuição, da granulometria do cimento e do grau de hidratação da pasta, mesmo após longo período de hidratação.

O volume de vazios capilares na pasta de cimento depende da quantidade de água da mistura no início da hidratação e do grau de hidratação do cimento. Quando há redução da relação a/mc da mistura, o que ocorre em concretos de alto desempenho, os grãos de cimento da pasta se tornam mais próximos. Com a redução da quantidade de água disponível na mistura, os íons responsáveis pela formação dos produtos externos de hidratação a saturam em menos tempo. Como os grãos de cimento estão mais próximos, os produtos externos de hidratação deverão percorrer distâncias menores para ligarem as partículas de cimento. Assim, com a aproximação entre os grãos de cimento e com a rapidez da hidratação desses grãos, o movimento de umidade torna-se lento, permitindo a formação dos produtos internos de hidratação e, conseqüentemente, um esqueleto mais denso. A representação esquemática de BYFORS [13] para a influência da relação a/mc durante a hidratação de uma pasta de cimento, em condições isotérmicas e com dispersão perfeita, isto é, sem floculação e segregação, é apresentada na Figura 2.2.



Figura 2.2 – Influência da relação a/c na pega de uma pasta de cimento. Modificado de [13].

Os vazios não são uniformes e apresentam influências diferentes na estrutura da pasta de cimento e sua porosidade pode ser dividida em três níveis: porosidade interna dos hidratos ou espaços interlamelares, porosidade capilar e bolhas com ar.

Os *espaços interlamelares (poros de gel)* são espaços na estrutura do C-S-H com morfologias e tamanhos diferentes, que variam entre 5 e 25Å [10]. POWERS [14] assumiu que a largura do espaço interlamelar é igual a 18Å e determinou que este é responsável por 28% da porosidade no C-S-H sólido. Eles são considerados permanentemente saturados por água durante a hidratação, que é adsorvida nestes espaços ficando indisponível para a hidratação.

Os *poros capilares* são ocupados inicialmente pela água de mistura e poderão ser preenchidos posteriormente pelo cimento anidro ou pelos produtos de hidratação. Dentre eles podem distinguir-se os mesoporos (variam de 26 a 500Å) e os macroporos (de tamanho superior a 500Å). Com o progresso da hidratação, os poros capilares que estão conectados tornam-se uma rede descontínua e a porosidade capilar e a quantidade

de cimento anidro diminuem, ao mesmo tempo há o aumento da fração de hidratos e diminuição da sua porosidade.

Os *vazios de ar incorporado* são geralmente esféricos e variam entre 50 e 200 µm. Estes vazios podem ser prejudiciais para a resistência e impermeabilidade do concreto [4].

O processo de endurecimento da pasta de cimento é um fenômeno lento, durante o qual alguns mecanismos se processam. Essa passagem da mistura cimentícea do estado fresco ao estado endurecido pode ser dividida em três fases: ante-pega, pega e pós-pega.

2.1.1 A ante-pega

Durante esta fase o concreto se apresenta como uma suspensão de grãos (fase granular) em um líquido visco-plástico (fase ligante). A frase granular é composta pelos agregados da mistura e a fase ligante é constituída pela pasta de cimento (cimento, água e aditivos). A dispersão que a mistura apresenta durante esta fase condiciona o arranjo espacial do esqueleto que será formado durante a pega.

A ante-pega pode ser uma fase mais ou menos longa (2 a 24 horas), dependendo do tipo de cimento e aditivos e das condições do meio ambiente (temperatura ambiente do concreto). A estruturação da pasta de cimento pode ser influenciada pelo tempo de duração desta fase, bem como pelas características da pasta de cimento durante sua confecção, afetando assim suas propriedades mecânicas e durabilidade.

Nesta fase as reações de hidratação ainda não se iniciaram e os seguintes fenômenos podem ocorrer na mistura: floculação, segregação, exsudação e contração química.

A *floculação* é o primeiro fenômeno observado após o contato entre a água e o cimento durante a mistura (ver Figura 2.3). As partículas de cimento Portland apresentam em sua superfície cargas positivas e negativas e tendem a flocular quando são colocadas em contato com um líquido polar como a água. A formação destes flocos causa o aprisionamento de água em seu interior e impede a dispersão uniforme das partículas de cimento na mistura, prejudicando sua trabalhabilidade.



Figura 2.3 - Representação esquemática da floculação. Modificado de [4].

A água possui duas funções básicas no concreto, uma física e uma química. A primeira permite ao concreto as propriedades reológicas necessárias para seu lançamento, enquanto que a segunda proporciona a hidratação do cimento. A fim de se produzir um concreto com um bom nível de trabalhabilidade é necessário adicionar uma quantidade de água à mistura além da suficiente para a hidratação dos grãos de cimento, devido a ocorrência do fenômeno da floculação. Como esta água adicional não reagirá com o cimento, acabará aumentando a porosidade do concreto, afetando suas propriedades mecânicas e durabilidade e, com o objetivo de produzir concretos de alto desempenho, é necessário o uso de aditivos químicos que impeçam a floculação dos grãos de cimento sem o excessivo acréscimo de água à mistura.

Outro fenômeno que pode ocorrer durante a ante-pega é a *segregação*, que é definida como sendo a separação dos constituintes de uma mistura heterogênea, produzindo assim uma distribuição não-uniforme destes constituintes em um volume específico. A segregação se apresenta como a sedimentação da fase granular em relação à pasta de cimento (ver Figura 2.4). Assim, após o lançamento do concreto na fôrma, sob a ação da gravidade, os grãos maiores tendem a se acomodar na sua base e a pasta de cimento e os grãos menores são carreados para sua superfície. Existem duas causas que são consideradas responsáveis pela existência desse fenômeno no concreto: má dosagem do concreto e mau adensamento da mistura.

A *exsudação* também pode ocorrer durante a ante-pega e trata-se de uma forma de segregação que ocorre em nível de pasta de cimento. Há a sedimentação dos grãos de cimento e dos finos da fase granular provocando a separação de parte da água presente

na pasta de cimento, resultando na formação de uma película de água clara na superfície do concreto (ver Figura 2.4). A água também pode exsudar internamente acumulando-se na vizinhança das partículas de agregados, tornando essa região mais fraca e propensa à fissuração [4].



Figura 2.4 – Representação esquemática da segregação e exsudação no concreto. Modificado de [6].

A *contração Le Chatelier* ou contração química, que recebeu o nome de seu descobridor, é a contração originária do fato de que o volume de hidratos formados é inferior à soma dos produtos de hidratação (ver Figura 2.5a). A contração *Le Chatelier* ocorre enquanto o concreto ainda não está endurecido, sendo que a redução de volume se dá na direção da gravidade, já que o material ainda é fluido (ver Figura 2.5b). Durante as reações exotérmicas dos sulfatos e aluminatos com a água são gerados produtos em volumes inferiores aos dos reagentes. De acordo com HOLT e LEIVO [15] esta redução de volume ocorre imediatamente após a mistura da água com o cimento e sua magnitude é maior durante as primeiras horas. Fatores como a finura do cimento e sua eficiência em dispersar na mistura influenciam na magnitude da contração química [15].



Figura 2.5 – Representação esquemática da *contração Le Chatelier*: (a) volume de hidratos; (b) redução de volume.

2.1.2 A pega

A pega da pasta de cimento corresponde a um período de transição entre o estado fluido e o estado sólido e ocorre devido à evolução das reações de hidratação entre o material cimentíceo e a água que compõe a mistura. A pega do cimento é uma etapa importante, pois confere à pasta propriedades mecânicas (resistência à compressão, módulo de elasticidade, coeficiente de Poisson, etc.) inexistentes anteriormente [6] e depende de fatores tais como: temperatura, composição química do cimento, uso de aditivos minerais e químicos.

ACKER [16] analisa o desenvolvimento da pega por meio da teoria da percolação (ver Figura 2.6). De acordo com esta teoria, o estabelecimento de uma ligação mecânica entre dois grãos constitui um acontecimento elementar e os grãos aparecem no volume de maneira aleatória e isolada. Posteriormente ocorre a formação de *amas* que são subconjuntos contínuos de grãos ligados mecanicamente. Enfim, a aparição do primeiro caminho contínuo de grãos mecanicamente ligados atravessando o conjunto constitui o limiar da percolação, ligando uma face do volume à sua face oposta. Assim, o concreto deixa de ser uma suspensão (estado fresco) para se tornar um esqueleto rígido (estado endurecido).



Figura 2.6 – Representação esquemática da teoria da percolação [16].

De acordo com BOIVIN [17], citado na referência [18], a pega acontece mais cedo para pastas com baixos fatores água/cimento e compostas por cimentos mais finos, em comparação às pastas de altos teores água/cimento e de cimentos mais grossos. Isto ocorre devido à formação mais rápida dos contatos sólido-sólido e à maior uniformidade na distribuição entre esses contatos. JUSTNES *et al.* [19], citados na referência [18], determinaram que o grau de hidratação necessário para provocar o início da pega (determinado pela agulha de Vicat) está entre 3 - 8% (2 – 7 horas após a mistura) e este valor parece ser menor à medida que se diminui o fator água/cimento e se aumenta a finura do cimento e/ou o seu teor de C₃A.

A *temperatura* da pasta de cimento anterior ao início da pega apresenta influência no tempo de pega. A reação de hidratação dos grãos de cimento é termoativada e um prévio aumento da temperatura da pasta provoca a aceleração da reação e por conseqüência a diminuição do tempo de pega.

A *composição do cimento* influencia essencialmente o tempo de pega da pasta de cimento. O aumento da superfície específica do cimento provoca uma aceleração nas reações de hidratação e, conseqüentemente, a redução do tempo de pega. O aumento da quantidade de partículas por unidade de volume da suspensão permite a criação de uma rede porosa mais fechada durante a pega. A Figura 2.7 mostra a representação esquemática de BYFORS [13] da influência da finura do cimento na pega de uma pasta de cimento em condições isotérmicas e com dispersão perfeita, isto é, sem floculação e segregação.



Figura 2.7 –Influência da finura do cimento na pega. Modificado de [13].

Algumas *adições minerais* têm sido utilizadas na produção de concretos de alto desempenho, pois além de possuírem granulometrias inferiores à do cimento (*efeito filler*), também são pozolânicas. UCHIKAWA *et al.* [20], citado por LAPLANTE [6], mostram que os adições minerais se dispersam bem na pasta de cimento e a melhor dispersão das partículas sólidas da mistura se traduz na aproximação dos grãos, favorecendo a pega.

A sílica ativa ou microssílica é um subproduto da fabricação do silício metálico, das ligas de ferro silício e de outras ligas de silício. As partículas de sílica ativa fluidificam os traços com relação água/material cimentíceo (a/mc) muito baixa, pois estas agem como pequenos rolamentos [4]. A sílica ativa é uma das adições minerais que têm sido empregadas na confecção de concretos e se trata de um material pozolânico muito reativo quando comparada a outros materiais cimentíceos suplementares [4]. A grande reatividade deste material é atribuída ao teor muito alto de SiO₂, ao seu estado amorfo e à sua finura. Essa alta reatividade permite a formação de silicato de cálcio hidratado adicional, que é o principal responsável pela resistência do concreto [21].

A metacaolinita também tem sido utilizada na produção de concretos e se trata de uma fase de transição pobremente cristalizada obtida pela calcinação da caolinita em

temperaturas que variam entre 700 e 800°C [21]. A metacaolinita contém sílica e alumina em um alto estado de desordem que é responsável pela atividade química. Este aditivo mineral se assemelha à sílica ativa com relação à grande área superficial $(> 12.000 \text{ m}^2/\text{kg})$ e porque se trata de um produto com base em sílica, que em reação com o CH produz C-S-H [22]. Ao inserir a metacaolinita em substituição de cimento em uma mistura observa-se o efeito de aceleração das reações de hidratação [23], que ocorre devido à ação dispersante deste material pozolânico sobre os grãos de cimento. A ação dispersante se dá pelo efeito de nucleação, em que as partículas de metacaolinita agem como núcleos entre as partículas de cimento, aumentando a superfície de contato entre o cimento e a água [24]. KHATIB e WILD [22] afirmam que a inclusão de metacaolinita em substituição parcial de cimento (em até 15%) provoca melhoras na durabilidade de pastas, argamassas e concretos. Isto ocorre devido ao fato de que o hidróxido de cálcio produzido pelas reações de hidratação do cimento na presença da pozolana produz um gel de C-S-H adicional que provoca um efeito bloqueador nos poros, alterando assim a estrutura porosa e a resistência. A porosidade total da pasta com adição de metacaolinita é inferior à porosidade de uma pasta ordinária e sua estrutura é formada por pequenos poros, provocando redução na permeabilidade.

O uso de *aditivos químicos* tem sido empregado na confecção de concretos de alto desempenho. Embora o processo de hidratação do cimento não seja alterado pela presença de superplastificante, seu acréscimo em uma mistura cimentícea permite uma boa dispersão dos grãos de cimento durante a pega, favorecendo a formação de uma rede porosa mais densa. Os principais fatores que influenciam a reologia de concretos, argamassas e pastas na presença de superplastificantes são os seguintes: teor de C_3A no cimento Portland, reatividade do C_3A do cimento Portland, finura de moagem do cimento, forma do gesso no término da moagem e grau de sulfurização do clínquer.

A fim de se determinar os tempos de pega de uma pasta de cimento utilizam-se, no Brasil, procedimentos das normas NBR 11580 [25] e NBR 11581 [26].

2.1.3 O pós-pega

O período de pós-pega é muito importante para a evolução das propriedades mecânicas do concreto, pois está intimamente ligado ao desenvolvimento do esqueleto poroso da pasta de cimento, resultante do prosseguimento da hidratação dos grãos dos materiais

cimentíceos [6]. Neste período ocorrem outros fenômenos como a retração autógena e a retração por secagem.

Durante a pega da pasta de cimento, o esqueleto rígido possui uma certa porosidade inicial que é formada por capilares que serão preenchidos durante o período de póspega pelos hidratos formados nesta fase. Características do esqueleto da pasta de cimento, tais como dimensão, forma e distribuição espacial dos poros, são determinantes durante a formação da microestrutura e, conseqüentemente, a porosidade final influencia na evolução das propriedades mecânicas e durabilidade do concreto.

2.1.4 A água e a hidratação

A água é inserida na mistura formando inicialmente uma suspensão com o cimento. À medida que ocorrem as reações de hidratação, a água passa a assumir formas diferentes, que são classificadas pelo modelo de FELDMAN e SEREDA [10] para a água na estrutura da pasta de cimento endurecida da seguinte forma: água livre, água quimicamente ligada e água adsorvida (ver Figura 2.8).

A *água livre* está disponível para as reações de hidratação, mas quando seu volume é superior ao necessário para a hidratação do cimento a mesma passa a ocupar os poros capilares maiores da mistura (diâmetros são superiores a 50 nm). A diminuição do volume de água livre nos poros pode se dar por desbalanceamento de umidade com o meio ambiente ou porque a água reagiu com cimento anidro formando produtos cujo volume é menor que o volume dos reagentes, ou ainda porque a água foi adsorver-se na superfície dos hidratos formados. Em todos os casos, formam-se meniscos no limite água-ar, meniscos estes que induzirão os fenômenos de retração, conforme será descrito no item 2.3.

A *água quimicamente ligada* ou interlamelar é combinada aos hidratos, sendo parte da estrutura dos produtos hidratados (C-S-H) sob forma de água de solvatação ou de cristalização. Portanto, já não constitui mais a fase líquida da mistura.

Analisando a *água adsorvida* de acordo com o modelo de FELDMAN e SEREDA [10], sua localização é próxima à superfície do sólido sob influência de forças de atração, isto é, constitui-se das primeiras camadas de moléculas de água submetidas ao campo de forças elétricas superficiais dos hidratos. Pode ser classificada como fisissorvida ou quimissorvida, dependendo da intensidade das forças de atração. A fisissorção corresponde às ligações por forças intermoleculares de atração, correspondendo a energias da ordem de uma dezena de kJ/mol (energias relativamente fracas). A quimissorção diz respeito a uma transferência de elétrons, num processo que concerne uma energia de algumas centenas de kJ/mol.

A água fisissorvida proporciona a molhagem (umedecimento) dos grãos de cimento por condensação, formando um filme relativamente uniforme sobre toda a superfície do sólido que ocupa. A água quimissorvida é adsorvida em algumas regiões pelo estabelecimento de uma ligação química real com as moléculas de adsorvente, favorecendo a estabilização das folhas.



Figura 2.8 – Modelo de FELDMAN e SEREDA. Modificado de [10].

A partir do modelo de FELDMAN e SEREDA [10], citado por GUÉNOT-DELAHAIE [11], SIERRA [27] distinguiu, por ordem decrescente de energia de ligação com o sólido, os seguintes casos: água hidroxílica, água interfoliar e água adsorvida interlamelar (ver Figura 2.9).

Na *água hidroxílica* os grupamentos hidroxilas OH ligados aos átomos *Si* ou *Ca* sobre as faces interna e externa das folhas de C-S-H estabelecem ligações hidrogênio com as moléculas de água na vizinhança das folhas.

A *água interfoliar* intervém na coesão intrínseca da lâmina de C-S-H e sua fixação às folhas de C-S-H ocorre por meio de pontes de hidrogênio ou de agrupamentos hidroxila.
A *água adsorvida interlaminar* está submetida ao campo de forças criado pelas lâminas de C-S-H e está estruturada e fixada sobre uma hidroxila isolada ou ligada a outras moléculas de água.



Figura 2.9 - Representação esquemática do modelo de SIERRA [27].

Modificado de [11].

Uma outra classificação com relação às técnicas de caracterização da rede porosa consiste em distinguir a água evaporável (água livre e água fisissorvida) e a água não-evaporável (água ligada quimicamente e água quimissorvida).

2.2 Evolução das propriedades mecânicas com a hidratação

O desenvolvimento das propriedades mecânicas da pasta de cimento pode ser associado à mudanças na microestrutura por meio do grau de hidratação $0 < \xi < 1$, que é uma variável normalizada que mede o avanço da reação de hidratação ($\xi = 0$ significa que a reação ainda não começou e $\xi = 1$ indica a finalização da reação) [18]. A representação esquemática do desenvolvimento relativo do módulo de elasticidade e da resistência à tração de concreto de alto desempenho (CAD) com relação ao grau de hidratação está ilustrada na Figura 2.10.



Figura 2.10 – Representação esquemática da evolução relativa de propriedades mecânicas de concreto de alto desempenho. Modificado de BISSCHOP [18].

BYFORS [13] define o grau de hidratação como a relação entre a massa de cimento hidratado e massa total de cimento da mistura. Assim o grau de hidratação ξ é dado por:

$$\xi = \frac{\text{Quantidade de cimento hidratado}}{\text{Quantidade total de cimento}}, \quad \xi \in [0,1]$$
(2.2)

A hidratação do cimento é muito complicada no ponto de vista químico, pois além de envolver substâncias líquidas e sólidas, que geralmente não estão em equilíbrio termodinâmico, vários produtos podem ser gerados em função das condições às quais as reações estão sujeitas [28]. A hidratação do cimento é composta por diferentes reações ocorrem simultaneamente, cujas cinéticas são diferentes e químicas que interdependentes. Do ponto de vista teórico, estas diferenças impediriam descrever completamente a reação de hidratação através de um único grau de hidratação. Entretanto, do ponto de vista prático, a existência de um grau de hidratação macroscópico é considerada significativa por apresentar uma boa correlação com a evolução das características mecânicas do material [6, 7]. Este grau de hidratação pode ser adotado pois as reações do C_2S e do C_3S , que contribuem com os mesmos produtos de hidratação e consomem aproximadamente a mesma quantidade de água (Tabela 2.2), são as que predominam para o acréscimo de resistência do material, como pode ser verificado na Figura 2.11.



Figura 2.11 – Evolução das resistências dos produtos de hidratação do cimento [6, 7].

Tabela 2.2 – Quantidade de água quimicamente ligada em função dos hidratos.

Modificado de [6, 7].

Componentes	Produtos da reação	Quantidade de água ligada para cada componente
C ₃ S	3CaO.2SiO ₂ .3H ₂ O	0,24
C ₂ S	3CaO.2SiO ₂ .2H ₂ O	0,21
C ₃ A	3CaO.Al ₂ O ₃ .6H ₂ O	0,4
C ₄ AF	3CaO.Al ₂ O ₃ .6H ₂ O + 3 CaO.Fe ₂ O ₃ .6H ₂ O	0,37

É difícil determinar experimentalmente o grau de hidratação a partir da definição de BYFORS [13], pois a quantidade de cimento hidratado de uma mistura é uma grandeza difícil de ser mensurada. Mas, por meio de uma análise de raios X, é possível determinar a quantidade de cimento não hidratado em função da estrutura cristalina do clínquer. Portanto, a partir do conhecimento da composição original do cimento é possível a determinação, em qualquer tempo, da quantidade de cimento não hidratado de uma mistura. Assim, o grau de hidratação ξ pode ser obtido por meio da seguinte expressão:

$$\xi = 1 - \underline{\text{Quantidade de cimento não hidratado}}, \quad \xi \in [0,1]$$
Quantidade total de cimento
(2.3)

Pode-se igualmente, atingir diretamente o grau de hidratação ξ em função da quantidade de água quimicamente ligada, da seguinte maneira:

 $\xi = \underline{\text{Quantidade de água ligada no tempo t}}_{\text{Quantidade de água ligada no tempo t} = \infty} = \underline{W_{\underline{n}}(t)}_{W_{\underline{n}}(t = \infty)}, \quad \xi \in [0,1] \quad (2.4)$

A quantidade de água consumida por cada constituinte do cimento varia. Portanto, a partir desses valores e utilizando o método de BOGUE, CZERNIN [29], citado nas referências [6, 7], estimou teoricamente a quantidade de água quimicamente ligada para uma hidratação completa de 1 g de cimento como sendo igual a 0,241 (Tabela 2.3).

Componentes Anidros	%	Quantidade de água quimicamente ligada para cada componente
C ₃ S	54,1	0,130
C_2S	16,6	0,035
C ₃ A	10,8	0,043
C ₄ AF	9,1	0,034
$W_n (t = \infty) = Quantidade total de água quimicamente ligada = 0,241$		

Tabela 2.3 – Valores estimados por CZERNIN [29] da quantidade de água necessária para a hidratação completa do cimento Portland. Modificado de [6, 7].

POWERS e BROWNYARD [8], citados por LAPLANTE [6], determinaram experimentalmente que a hidratação total do cimento Portland consome 25% de água. Assim, os mesmos propuseram a seguinte expressão simplificada para a determinação do grau de hidratação:

$$\xi = \frac{W_n(t)}{0.25 \times C} \tag{2.5}$$

Onde $W_n(t)$ é a quantidade de água quimicamente ligada no tempo, que está relacionada, geralmente, à quantidade de água não-evaporável e C é a quantidade total de cimento na mistura. O consumo de água para hidratar o cimento igual a 0,25 pode variar de acordo com a composição do tipo de cimento adotado. A quantidade de água ligada pode ser obtida a partir de uma análise termogravimétrica por aquecimento entre 105 e 1050°C. A análise termogravimétrica consiste em pesar continuamente uma amostra submetida a uma temperatura crescente, geralmente linear, programada em função do tempo. Isto permite que ocorra a evolução de sua massa sob atmosfera controlada. As diferentes variações de massa que se produzem durante o ensaio permitem o conhecimento de água ligada sob diferentes formas (Tabela 2.4).

T (°C)	Produto em decomposição
105	Água evaporável
105 - 380	Água dos hidratos de silicatos e de aluminatos
380 - 600	Água da cal hidratada
600 - 750	Descarbonatação da calcita (forma mais estável dos carbonatos de cálcio)
750 - 1000	Produtos secundários da hidratação

Tabela 2.4 – Análise termogravimétrica [11].

De acordo com LAPLANTE [6], uma comparação entre os resultados obtidos para o grau de hidratação a partir de análise de raios X e por determinação da quantidade de água ligada indica uma boa correlação, provando que a quantidade de água ligada pode ser utilizada para acompanhar o processo de hidratação.

Os métodos para determinação do grau de hidratação citados anteriormente são métodos diretos, mas existem também os métodos indiretos que permitem obter o grau de hidratação a partir de propriedades macroscópicas, tais como resistência à compressão e calor liberado, em que a evolução de cada propriedade está ligada à evolução do grau de hidratação.

A reação de hidratação apresenta natureza exotérmica, provocando uma liberação de calor de 150 a 350 Joules por grama de cimento [16]. Portanto, uma forma indireta para determinar o grau de hidratação é em função do calor liberado durante as reações de hidratação.

$$\xi = \underline{\text{Quantidade de calor liberada no instante t}}_{\text{Quantidade de calor liberado em t} = \infty} = \underline{Q(t)}_{Q(t=\infty)}$$
(2.6)

Outro método indireto de determinação do grau de hidratação é a partir da resistência à compressão da mistura. Considerando uma relação bi-linear entre a resistência e a hidratação (ver Figura 2.12), verificada pelas pesquisas experimentais relatadas por TORRENTI [7], pode-se escrever:

$$\xi(t) = \xi_0 + \frac{f_c}{f_{c,\infty}} \cdot (1 - \xi_0) \quad \text{para} \quad \xi > \xi_0$$

$$f_c(t) = 0 \text{ para } \xi \le \xi_0$$
(2.7)

Onde $f_{c,\infty}$ é a resistência do material para uma hidratação teórica completa e ξ_0 representa o limiar da percolação [16], isto é, o início do aparecimento de resistência do material.



Figura 2.12 – Relação entre fc e grau de hidratação de acordo com a equação (2.6).

Não há um consenso entre os autores quanto a classificação dos métodos de medição da evolução da hidratação do cimento. Segundo NEVILLE [24] o único método indireto é aquele pela resistência à compressão. Para PARROTT *et al.* [30] o único método direto é através de análise quantitativa por difração de raio X (do inglês, QXRD). Portanto, neste trabalho será adotado o conceito de PARROTT *et al.* [30] para a classificação dos métodos de medição da evolução da hidratação do cimento.

2.2.1 Resistência à compressão

Durante a formação do C-S-H, os contatos intergranulares aumentam à medida que a porosidade diminui. Este processo de endurecimento conduz ao desenvolvimento da resistência mecânica de uma mistura cimentícea [7]. Resumidamente, a resistência à compressão de uma pasta depende essencialmente da natureza dos hidratos formados e do grau com o qual os hidratos ocupam os poros da mistura [11]. Uma vez que o aumento da resistência de uma mistura cimentícea se dá pela ocupação dos poros capilares pelos hidratos, a evolução desta propriedade acompanhará a evolução da reação de hidratação. Assim, os mesmos fatores que influenciam a porosidade estão diretamente ligados à resistência, tais como: tipo e dosagem do cimento, granulometria, diâmetro máximo, rigidez, forma e textura superficial dos agregados, tipo e dosagem de aditivos químicos e minerais, relação água/material cimentante, condições de cura, procedimentos de ensaio e idade [30].

BYFORS [13] estudou a evolução da resistência à compressão de concretos de cimento Portland ordinário, com fatores a/c iguais a 0,40, 0,58 e 1 e cujos corpos de prova passaram por cura úmida à temperatura de 20°C. Seus resultados indicam a existência de uma correlação entre a resistência à compressão e o grau de hidratação (ver Figura 2.13). Existe um trecho inicial sem resistência, correspondendo ao estado fluido do material antes do limiar da percolação. Em seguida, verifica-se a existência de um pequeno trecho não-linear seguido de um trecho linear na relação resistência à compressão versus grau de hidratação das misturas (ver Figura 2.14). A não-linearidade na relação entre a resistência à compressão e o grau de hidratação é explicada por BYFORS [13] através da correspondência com a teoria da percolação proposta por ACKER [16], em que este trecho representa o momento em que estão sendo formadas as *amas*. Entretanto, do ponto de vista prático, é razoável considerar a relação entre a resistência à compressão e o grau de hidratação sendo formadas (explicada por bartes) de porto de vista prático, é razoável considerar a relação entre a resistência à compressão e o grau de hidratação bi-linear, mesmo em idades jovens [6, 7, 13].



Figura 2.13 – Relação obtida por BYFORS entre a resistência à compressão e o grau de hidratação de concretos. Modificado de [13].



Figura 2.14 - Relação obtida por BYFORS entre a resistência à compressão e o grau de hidratação de concretos com diferentes fatores a/c. Modificado de [13].

Um dos fatores que mais afeta a evolução da resistência, principalmente em idades mais jovens, é a temperatura de cura (ver Figura 2.15 e Figura 2.16). A temperatura de cura elevada provoca a aceleração das reações de hidratação e, conseqüentemente, o aumento da resistência do material nas primeiras horas [6], enquanto que a resistência em idades mais avançadas diminui. Isto se deve ao fato de que uma hidratação inicial muito rápida forma produtos com uma estrutura fisicamente mais pobre (microfissurada) e, provavelmente, mais porosa [4].



Figura 2.15 - Relação obtida por BYFORS entre a resistência à compressão e o grau de hidratação de concretos com diferentes temperaturas de cura. Modificado de [13].



Figura 2.16 - Relação obtida por BYFORS entre resistências relativas $(f_c/f_{c\infty})$ e o grau de hidratação de concretos com diferentes temperaturas de cura. Modificado de [13].

O refinamento da estrutura porosa de misturas cimentíceas tem sido alcançado por meio do uso de adições minerais em substituição parcial do cimento, influenciando na resistência à compressão destas misturas. Uma adição mineral que tem sido adotada na confecção de CAD é a sílica ativa, que além da atividade pozolânica, age na mistura preenchendo os vazios dos grãos de cimento (*efeito filler*). Isto ocorre porque seus grãos são muito finos, cuja esfera média chega a ser 100 vezes menor que uma partícula de cimento. Devido ao tamanho reduzido, a sílica ativa diminui a exsudação e a segregação da mistura, proporcionando uma transformação na microestrutura da zona de transição (matriz-agregado, matriz-armadura) que passa a ser menos porosa em relação ao concreto sem sílica.

PERSSON [31] estudou a hidratação e a resistência de concretos confeccionados com cimento Portland Tipo I e substituição de 10% de massa de cimento por sílica ativa com diferentes relações a/mc, cujos valores estão compreendidos entre 0,22 - 0,58. O estudo foi realizado aos 28, 90 e 450 dias e os resultados indicaram que a resistência se desenvolveu mais lentamente nos concretos com adição de sílica ativa, enquanto que o grau de hidratação das misturas sem sílica ativa aumentou continuamente. Este pesquisador observou que a auto-secagem é afetada pelo processo de hidratação.

ZHANG *et al.* [32] pesquisaram CAD com substituição de sílica ativa em teores de 5 e 10% em massa de cimento Portland Tipo I, com diferentes relações a/mc. Os resultados

indicam o aumento da resistência à compressão aos 28 dias de todas as misturas estudadas. O concreto com substituição de 10% de sílica ativa e fator a/mc igual a 0,3 apresentou uma melhora na resistência de 70,1 para 91,1 MPa.

MAZLOOM *et al.* [33] estudaram o efeito da substituição de sílica ativa na resistência à compressão de CAD. Na pesquisa foi utilizado o cimento Portland ordinário, sendo que a relação a/mc adotada foi igual a 0,35. Os resultados apontaram que as resistências à compressão aos 7 e 28 dias aumentaram com as substituições de 6, 10 e 15% de cimento por sílica ativa. As resistências à compressão do concreto de referência alcançadas aos 7 e 28 dias foram iguais a 46 e 58 MPa, respectivamente. O concreto com 6% de sílica ativa apresentou resistências à compressão aos 7 e 28 dias iguais a 50,5 e 65 MPa, respectivamente. O concreto com 6% de sílica ativa apresentou resistências à compressão aos 7 e 28 dias iguais a 52 e 67,5 MPa, respectivamente. O concreto com 15% de sílica ativa apresentou resistências à compressão aos 7 e 28 dias iguais a 53 e 70 MPa, respectivamente.

Outra adição mineral adotada na confecção de CAD é a metacaolinita. Segundo LI e DING [34], a metacaolinita é muito útil na confecção do concreto com qualidade, pois permite aumento de resistência da mistura, diminuição do tempo de pega, controle da reação ácali-agregado, redução do risco de corrosão do aço da estrutura por cloretos e melhora a durabilidade do concreto.

BROOKS e JOHARI [35] verificaram o aumento da resistência à compressão em CAD com substituição de cimento Portland ordinário por metacaolinita, com relação a/mc igual a 0,3. As resistências à compressão aos 28 dias do concreto de referência e dos concretos com 5, 10 e 15 % de metacaolinita, foram iguais a 87, 91,5, 104 e 103,5 MPa, respectivamente.

QIAN e LI [36] obtiveram resultados experimentais de resistência à compressão de concretos com substituição parcial de cimento Portland por metacaolinita de 5, 10 e 15%. Os concretos foram confeccionados com cimento Portland Tipo I e relação a/mc igual a 0,38. Os resultados de resistência à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto de referência foram iguais a 27,9, 37,8 e 58 MPa, respectivamente. As resistências à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto se 36,3, 45,7 e 62,4 MPa, respectivamente. As resistências à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 5% de metacaolinita foram iguais a 36,3, 45,7 e 62,4 MPa, respectivamente. As resistências à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 5% de metacaolinita foram iguais a 36,3, 45,7 e 62,4 MPa, respectivamente. As resistências à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 5% de metacaolinita foram iguais a 36,3, 45,7 e 62,4 MPa, respectivamente. As resistências à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 10% de metacaolinita foram iguais a 39,1, 63,8 e 66,5 MPa,

respectivamente. As resistências à compressão aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 15% de metacaolinita foram iguais a 42,2, 69,7 e 77,8 MPa, respectivamente.

2.2.2 Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson

A rigidez de uma mistura cimentícea também é sensível ao volume de poros e ao grau de conexão entre os mesmos. Assim, a evolução desta propriedade também pode ser avaliada em função do grau de hidratação da mistura. Durante o endurecimento da pasta de cimento, a passagem do estado fresco ao endurecido não é instantânea, pois de acordo com a teoria da percolação de ACKER [16] existe um limiar de percolação, ou um grau de hidratação a partir do qual se pode considerar a existência de um esqueleto rígido. As propriedades do material que caracterizam a rigidez são o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson.

A seguinte correlação entre o módulo de elasticidade e o grau de hidratação foi proposta por BYFORS [13]:

$$\mathsf{E}(\xi) = \mathsf{E}_{\infty} \cdot \frac{1 + 1.37 (\mathsf{f}_{\mathsf{c},\infty})^{2.204}}{1 + 1.37 (\mathsf{f}_{\mathsf{c}}(\xi))^{2.204}} \cdot \left(\frac{\mathsf{f}_{\mathsf{c}}(\xi)}{\mathsf{f}_{\mathsf{c},\infty}}\right)^{2.675}$$
(2.8)

Onde $E_{\infty} = E(\xi = 1)$ é o módulo de elasticidade para a hidratação completa.

BYFORS [13] estudou a evolução do módulo de elasticidade e do coeficiente de Poisson de concretos de cimento Portland ordinário, com fatores a/c iguais a 0,40, 0,58 e 1, cujos corpos de prova passaram por cura úmida à temperatura de 20°C. Seus resultados apresentados em função da resistência à compressão mostram que o coeficiente de Poisson diminui rapidamente quando a resistência atinge 1 MPa e a partir desta passa a crescer. Os resultados experimentais mostram que para uma resistência à compressão de 0,1 MPa o concreto não apresentou deformação elástica, mas somente deformações permanentes. Mas para uma resistência à compressão igual a 0,4 MPa o concreto apresenta um comportamento semelhante ao observado às 28 horas. Em idades jovens há um aumento muito rápido do módulo de elasticidade. De acordo com BYFORS [13] existem alguns fatores que influenciam a evolução do módulo de elasticidade do concreto: fator água cimento, tipo de cimento, teor de agregado e

temperatura de cura. Seus resultados experimentais indicam que o módulo de elasticidade cresce com o aumento da relação a/c dos concretos estudados para uma mesma resistência. BYFORS [13] explica este comportamento através da influência da quantidade de agregados no módulo de elasticidade da mistura, em que a mistura com menor relação a/c apresenta menor teor de agregado e menor módulo. BYFORS [13] também estudou a influência da temperatura de cura no módulo do concreto, verificando experimentalmente que corpos de prova curados a 20°C apresentaram maiores módulos do que os curados a uma temperatura de 8°C, exceto na idade de 28 dias, na qual os corpos de prova apresentaram o mesmo resultado.

MAZLOOM *et al.* [33] estudaram o efeito da substituição de sílica ativa no módulo de elasticidade de CAD. Na pesquisa foi utilizado o cimento Portland ordinário, a relação a/mc adotada foi igual a 0,35. Os módulos de elasticidade do concreto de referência aos 7 e 28 dias foram iguais a 28,8 e 34,4 GPa, respectivamente. O concreto com 6% de sílica ativa apresentou módulos de elasticidade aos 7 e 28 dias iguais a 31 e 35,5 GPa, respectivamente. O concreto com 10% de sílica ativa apresentou módulos de elasticidade aos 7 e 28 dias iguais a 31,1 e 37 GPa, respectivamente. O concreto com 15% de sílica ativa apresentou módulos de elasticidade aos 7 e 28 dias iguais a 31,5 e 38,1 GPa, respectivamente.

QIAN e LI [36] obtiveram resultados experimentais de módulo de elasticidade de concretos com substituição parcial de cimento Portland por metacaolinita de 5%, 10% e 15%. Os concretos foram confeccionados com cimento Portland Tipo I e relação a/mc igual a 0,38. Os resultados de módulo de elasticidade aos 3 dias, 28 dias e 60 dias do concreto de referência foram iguais a 24,1, 30 e 30,4 GPa, respectivamente. Os módulos de elasticidade aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 5% de metacaolinita foram iguais a 25,6, 31,5 e 33,1 GPa, respectivamente. Os módulos de elasticidade aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 10% de metacaolinita foram iguais a 26, 33,2 e 34,4 GPa, respectivamente. Os módulos de elasticidade aos 3, 28 e 60 dias do concreto com 15% de metacaolinita foram iguais a 26,2, 33,2 e 34,7 GPa, respectivamente.

OLUOKUN *et al.* [37] estudaram a evolução do coeficiente de Poisson no tempo, nas idades de 6 horas, 1, 2, 3, 7 e 28 dias após a mistura, de concretos compostos por cimento Portland Tipo I e cujas resistências à compressão aos 28 dias variaram entre 28 e 62 MPa. Seus resultados experimentais mostraram que o coeficiente de Poisson é insensível à idade e à relação a/c e o valor médio obtido foi igual a 0,19.

2.2.3 Resistência à tração

A evolução da resistência à tração é sensivelmente influenciada pelos mesmos fatores que afetam a resistência à compressão [6]. Conseqüentemente, a correlação entre a resistência à compressão e a resistência à tração é de grande interesse, da mesma forma que a correlação com o grau de hidratação da mistura.

OLUOKUN *et al.* [38] estudaram a relação f_t/f_c para concretos confeccionados com cimento do Tipo I e resistência à compressão aos 28 dias entre 4000 e 9000 psi² (27,6 e 62,1 MPa). Os pesquisadores realizaram ensaios nas idades de 6 e 12 horas, 1, 2, 3, 7 e 28 dias e adotaram três métodos de ensaio: resistência à tração direta, por compressão diametral e na flexão. A relação obtida é a seguinte:

$$f_t = 0.584 (f_c)^{0.79}$$
 para fc > 1000 psi (2.9)

$$f_t = 0.928 (f_c)^{0.6}$$
 para fc < 1000 psi (2.10)

Onde:

ft-resistência à tração (psi);

f_c – resistência à compressão média de ensaio (psi).

O *American Concrete Institute* (ACI) [39], citado por [38], representa a relação entre resistência à tração e à compressão de concretos da seguinte forma:

$$f_t = 6(f_c)^{0.5} \tag{2.11}$$

Onde:

ft-resistência à tração (psi);

 f_c – resistência à compressão média de ensaio (psi).

² 1 psi = 6,895 KPa [38]

AHMAD e SHAH [40], citados na referência [39], propuseram em seu trabalho uma relação f_t/f_c diferente da relação proposta pelo ACI para concretos com resistências à compressão superiores a 12000 psi (82,74 MPa).

$$f_t = 4,34 (f_c)^{0.55} \tag{2.12}$$

Onde:

f_t – resistência à tração (psi);

f_c – resistência à compressão média de ensaio (psi).

De acordo com NEVILLE [24] a idade influencia na relação f_t/f_c , pois depois de aproximadamente um mês a resistência à tração aumenta mais lentamente que a resistência à compressão. Portanto, a relação f_t/f_c diminui com o tempo, confirmando a tendência geral desta relação diminuir com o aumento de f_c .

BYFORS [13] estudou a evolução da resistência à tração de concretos de cimento Portland ordinário, com fatores a/c iguais a 0,40, 0,58 e 1 sob cura úmida e temperaturas que variaram entre 5 – 10, 20 e 40°C. Os resultados pesquisa indicaram que há uma relação linear entre resistência à compressão e resistência à tração em idades jovens, isto é, até a resistência à compressão igual a 35 MPa. BYFORS [13] também verificou que para idades jovens a resistência à tração corresponde à 10% da resistência à compressão.

QIAN e LI [36] obtiveram resultados experimentais de resistência à tração de concretos com substituição parcial de cimento Portland por metacaolinita de 5, 10 e 15%. Os concretos foram confeccionados com cimento Portland Tipo I e fator a/mc igual a 0,38. A resistência à tração medida aos 28 dias para o concreto de referência e para as misturas com 5, 10 e 15% de metacaolinita foram iguais a 3,35, 3,58, 3,88 e 4,29 MPa, respectivamente. As resistências à tração obtidas representam 8,86, 7,83, 6,08 e 6,15% das resistências à compressão medidas aos 28 dias para o concreto de referência e os concretos com 5, 10 e 15% de metacaolinita, respectivamente.

2.3 Retração autógena

A retração autógena (RA) foi mencionada pela primeira vez em 1930 por LYNAN [41] como um fator que contribuía para a retração total de estruturas de concreto [15]. A RA é a redução macroscópica do volume do material cimentíceo durante o processo de hidratação, após o limiar da percolação e sem trocas de umidade com o meio ambiente, em um corpo de prova mantido a temperatura constante. A RA ocorre devido ao fenômeno da auto-secagem e corresponde à redução da água livre nos poros do esqueleto cimentíceo que migra, seja para participar da reação de hidratação, seja para adsorver-se na superfície dos recém formados hidratos de C-S-H. Desta maneira, formam-se meniscos (interface água/ar nos poros) cujos esforços resultantes da tensão superficial induzem à retração autógena. Este mecanismo é similar àquele que origina a retração por secagem. As tensões resultantes da restrição das deformações de origem térmica e da RA podem então ser responsáveis pela fissuração do concreto em idades jovens [42].

De acordo com BISSCHOP [18], o tempo "zero" da RA, isto é, o momento inicial da RA ocorre quando a mistura cimentícea passa a ter resistência (momento em que o material se torna um sólido). A resistência à retração jovem depende do desenvolvimento das propriedades mecânicas do material cimentíceo, que na pasta de cimento ocorrem em escala nanométrica e micrométrica [18].

De acordo com LAPLANTE [6] a retração autógena pode ser dividida em três fases: primeira retração ou retração inicial, período de expansão e segunda retração ou retração final (ver Figura 2.17).

A *primeira retração* ocorre de 2 a 3 horas após a mistura e está associada ao início das reações de hidratação e à contração *Le Chatelier*.

O *período de expansão* ocorre entre 4 e 10 horas após a mistura e pode se prolongar até 10 – 20 horas. Segundo LAPLANTE [6], este período de expansão na pasta de cimento ocorre devido à precipitação de grandes cristais de etringita durante a pega.

A *segunda retração*, também conhecida por retração por auto-secagem, tem início no pós-pega pega e cessa com a finalização da hidratação do cimento. As deformações que ocorrem durante a segunda retração são muito importantes em sua amplitude.

Estas definições de retração, segundo LAPLANTE [6], estariam em contradição com conceitos anteriormente definidos, onde as variações de volume só deveriam ser conceituadas como "retração" a partir do momento em que o material se transformou em um sólido, ou seja, a partir do limiar de percolação. Sendo assim, apenas a segunda retração seria conceituada como retração autógena.



Figura 2.17 – Deformações autógenas da pasta de cimento. Modificado de [6].

Segundo ACKER e ULM [43], a RA é menor que 100 µɛ para concretos com relações água/cimento maiores que 0,45, mas quando esta relação é menor que 0,40, pode atingir valores da ordem de 300 µɛ. Isto ocorre em virtude do tamanho dos poros dos concretos, já que as tensões na fase líquida, que produzem a compressão na matriz mineral, variam inversamente com o tamanho dos poros na interface com a fase gasosa. A lei de evolução da retração autógena no tempo está diretamente relacionada com a cinética de hidratação do cimento, a qual também controla a evolução da resistência mecânica do concreto. Portanto, os parâmetros que influenciam essa cinética são os mesmos que afetam a taxa de crescimento da resistência do concreto, quais sejam: tipo e finura do cimento e relação água/cimento [43]. Além desses fatores, também

influenciam a RA a presença na mistura de aditivos minerais e superplastificante. Cabe também ressaltar que, sendo a reação de hidratação termoativada, a RA terá sua cinética influenciada pela temperatura do material.

Este tipo de retração é considerado como uma causa de grande relevância na formação de fissuras no concreto em idades jovens. Para alguns tipos de concreto, deve se dar uma atenção especial com relação à retração autógena, como no caso de CAD, devido à baixa relação água/mc, ou ao acréscimo de aditivos minerais como a sílica ativa.

2.3.1 Mecanismos associados à variação de umidade interna

A retração é o fenômeno de contração volumétrica que ocorre em estruturas de matriz cimentícea e é provocada por alguns mecanismos que podem ocorrer simultaneamente na estrutura da pasta de cimento.

Segundo ACKER e ULM [43], o concreto é um material poroso cujos poros variam entre 10^{-6} e 10^{-9} m. Quando os poros maiores são esvaziados, as tensões capilares aumentam consideravelmente induzindo a compressão no esqueleto sólido. As *ações hídricas* ocorrem devido à deformações às quais o concreto está sujeito devido à porosidade, originadas por variações de umidade externa à mistura (por exemplo, variações térmicas e de umidade), inserção de água na mistura (por exemplo, chuva ou cura por aspersão) ou variações da umidade interna da mistura (auto-secagem devido a hidratação do cimento) [43].

As deformações devido à retração autógena e à retração por secagem ocorrem devido à ações hídricas. A primeira ocorre devido à perda de água da mistura para as reações de hidratação do material cimentíceo e a segunda pela perda de água para o ambiente (por evaporação), porém os mecanismos responsáveis por esses tipos de retração são os mesmos.

A variação dimensional de corpos de prova produzidos com cimento Portland devido à perda ou ganho de água ou por variação térmica foi estudada e descrita por POWERS [14]. Os principais mecanismos causadores da retração são: mecanismo de tensão ou depressão capilar, mecanismo de pressão de desligamento e mecanismo de variação da tensão superficial [44].

O mecanismo de *depressão capilar* ocorre pela perda de água condensada existente no interior dos poros capilares. A água que se encontra dentro dos capilares está sujeita à pressão capilar, que pode ser determinada pela equação de Laplace:

$$P_c = \sigma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \tag{2.13}$$

Onde P_c é a pressão capilar, σ é a tensão superficial e R_1 e R_2 são os raios de curvatura da superfície formada pelo menisco nas direções ortogonais.

A pressão capilar exerce uma força de atração entre duas partículas separadas pela água que preenche o capilar. Quando há o consumo dessa água, quer seja nas reações de hidratação, quer seja pela evaporação em ambientes com umidades relativas inferiores a 100%, ocorre a diminuição do raio do menisco até ser atingida a pressão de equilíbrio. A pressão capilar de equilíbrio pode ser calculada pela equação de Kelvin:

$$P_c = \frac{M_v}{\rho_a RT} \cdot \ln\left(\frac{p}{p_o}\right) \tag{2.14}$$

Onde P_c é a pressão capilar de equilíbrio, M_v a massa de um mol de água, ρ_a a densidade da água, R a constante geral dos gases perfeitos, T a temperatura e p/p_o a umidade relativa.

De acordo com a equação de Laplace, a diminuição do raio do menisco provoca o aumento da pressão no capilar e, conseqüentemente, aumento da força de atração entre as partículas separadas pelo capilar [45]. Existe um estágio limite em que a resistência à tração da água é excedida, impedindo a existência do menisco. YOUNG [45] sugeriu que a pressão capilar só é significativa em poros com diâmetro abaixo de 35 nm, e seu valor máximo é atingido em poros com diâmetros abaixo de 2,5 nm em ambientes com umidades relativas entre 40 e 50%.

O mecanismo de *pressão de desligamento* (do inglês, *disjoining pressure*) também é conhecido por pressão de separação. Além do menisco, no mesmo poro capilar admitese a existência de superfícies sólidas muito mais próximas do que o permitido pela

teoria de depressão capilar. Nas duas superfícies formadas pelo estreitamento do poro existem camadas de água adsorvidas, que provocam uma tensão normal nessas superfícies impedindo sua aproximação, designada como pressão de separação (Figura 2.18). Por meio do consumo dessa água adsorvida ocorre a diminuição da espessura das camadas de água adsorvida, resultando na diminuição da tensão de separação, e conseqüentemente, na retração.



Figura 2.18 – Representação esquemática da adsorção da água em um capilar de pasta de cimento. Modificado de [45].

No mecanismo de *variação da tensão superficial*, a tensão superficial é resultante do desequilíbrio de forças na interface entre um material sólido e outro líquido que provoca tensões de compressão no sólido.

Todos os materiais, tanto sólidos quanto líquidos, possuem átomos ou moléculas em suas superfícies em um estado de energia maior que aquele em seu interior, resultando no desequilíbrio das forças ao longo da superfície. O excesso de energia é conhecido como energia livre de superfície e o desequilíbrio é manifestado como uma tensão de tração agindo no plano da superfície [45].

Analisando este fenômeno entre a água e um grão de cimento, a adsorção de um filme de água na superfície do grão diminui a tensão superfícial ao seu redor, porque as moléculas de água são capazes de neutralizar as forças na superfície do sólido, reduzindo o nível de energia livre em sua superfície, provocando a expansão do volume. De modo contrário, a remoção da água adsorvida à superfície do cimento, provoca a

retração [46]. Este mecanismo tem muita importância em baixas umidades relativas, assim o mesmo pode não ser a principal razão da deformação autógena, onde normalmente a umidade relativa não se torna inferior a 75% [46].

2.3.2 Fatores que influenciam a retração autógena

Existem alguns fatores que influenciam a magnitude da retração autógena em matrizes cimentíceas, dentre os quais tem-se: tipo e finura de cimento utilizado na mistura, relação a/mc e o uso de aditivos minerais e químicos.

De acordo com BAROGUEL-BOUNY [47], a relação a/mc e o teor de sílica ativa contida na mistura com base cimentícea são os principais fatores que influenciam a auto-secagem. O *efeito filler* da sílica ativa gera uma mistura anidra mais fina que proporciona a formação de uma estrutura porosa mais refinada, resultando na diminuição do equilíbrio interno da umidade relativa e em uma maior tensão na água do poro. Além disso, a reação pozolânica deste aditivo químico aumenta notadamente este efeito.

TAZAWA e MIYZAWA [48] realizaram ensaios com diferentes tipos de cimento em pastas com relação a/mc igual a 0,3. Os resultados mostraram que o cimento aluminoso e o cimento com escória de alto forno apresentaram RA aos 400 dias, de aproximadamente 2000 μ E. Os autores observaram que a RA aumenta com a finura dos cimentos.

BROOKS e JOHARI [35] estudaram a RA em concretos de alto desempenho com substituição parcial de cimento Portland por metacaolinita, em teores iguais a 5, 10 e 15%, em massa. Os concretos foram produzidos com cimento Portland ordinário e relação a/mc igual a 0,3. A resistência à compressão mínima atingida aos 28 dias foi igual a 87 MPa. Os resultados indicaram que a RA nas primeiras 24 horas diminui com o acréscimo de metacaolinita nas misturas. Os resultados medidos após 200 dias indicaram que o concreto com 5% de metacaolinita apresentou a maior RA, seguido pelo concreto de referência, pelo concreto com 10% de metacaolinita e por último pelo concreto com 15% de metacaolinita, com magnitude de 327 a 485 με.

ZHANG *et al.* [32] pesquisaram CAD com substituição parcial de cimento Portland Tipo I por sílica ativa em teores de 5 e 10 % em massa e relações a/mc foram iguais a 0,26, 0,3 e 0,35. A resistência à compressão aos 28 dias dos concretos variou entre 63,7 e 96,6 MPa. Os resultados indicaram que a substituição de sílica ativa nas misturas proporcionou aumento na RA em todas as misturas estudadas. O concreto com 10% de sílica ativa e fator a/mc igual a 0,3 apresentou um aumento na RA aos 98 dias de 180 para 274 $\mu\epsilon$.

Segundo TAZAWA [49], CAD com relações a/mc inferiores a 0,3 e substituição parcial de cimento por sílica ativa superior a 10%, apresentaram RA entre 200 e 400 με.

MAZLOOM *et al.* [33] estudaram o efeito da substituição parcial de cimento por sílica ativa na RA de CAD, em teores de 6, 10 e 15 %, em massa. Foi utilizado cimento Portland ordinário e relação a/mc igual a 0,35. Os resultados obtidos após 587 dias de medições nas misturas de referência, com 6, 10 e 15 % de sílica ativa foram iguais a 198, 231, 264, 297 με, respectivamente.

CHAN *et al.* [50] verificaram a influência da escória de alto forno e da cinza volante em CAD com resistência à compressão aos 28 dias igual a 60 MPa, composto por cimento Portland Tipo I e relação a/mc igual a 0,32. O concreto de referência (com relação pasta/agregado 0,44) apresentou RA aos 28 dias igual a 250 $\mu\epsilon$ e as misturas contendo 40% de escória, 60% de escória, 40% de cinza volante e 60% de cinza volante, apresentaram valores de RA iguais a 396, 359, 188 e 98 $\mu\epsilon$, respectivamente.

TAZAWA e MIYAZAWA [51] verificaram a influência do uso de aditivos químicos na RA. Os resultados indicaram que a RA pode diminuir até cerca de 140 $\mu\epsilon$ com o acréscimo de superplastificante em pastas de cimento.

2.4 Outras retrações

Além da retração autógena, a matriz cimentícea no estado endurecido pode sofrer outros tipos de retração, tais como: retração por carbonatação, retração térmica e retração por secagem.

A *retração por carbonatação* é causada pela perda de água da reação química de carbonatação e pela dissolução do $Ca(OH)_2$ em zonas onde este está sob tensão [14].

A *retração térmica* tem origem após a ocorrência do pico de evolução da temperatura por acúmulo de calor de hidratação e ao sofrer aquecimento por uma fonte de calor

externa. De acordo com MEHTA [4], em grandes massas de concreto a contração térmica pode ocorrer devido à hidratação do cimento. Já em peças de argamassa ou concreto com espessuras pequenas, o calor de hidratação é dissipado rapidamente no meio externo. Portanto, nestes casos as movimentações térmicas ocorrem devido às variações de temperatura externa.

A *retração por secagem* é um fenômeno inevitável em estruturas de concreto armado em ambientes cuja umidade está abaixo da condição de saturação, pois o fenômeno é decorrente da perda de água para o ambiente. Quando um corpo de prova saturado é exposto a um ambiente cuja umidade relativa é inferior a 100%, a fim de atingir um equilíbrio com o ambiente, o primeiro cede umidade para o segundo.

Segundo ANDRADE *et al.* [52], alguns fatores influenciam na retração por secagem em concretos, dentre os quais tem-se: umidade do ambiente, finura do cimento e relação a/c. Quanto maior a umidade do ambiente ao qual a estrutura está exposta, menor será sua retração. De maneira geral, cimentos mais finos, pozolânicos ou com adição de escória de alto forno têm tendência a aumentar a retração, mas este efeito varia com o tipo de agregado. Cimentos moídos mais finos, com maiores superfícies específicas Blaine, apresentam maior retração. Um aumento no volume de água do concreto aumentará a relação a/c e reduzirá o teor de agregados da mistura podendo causar aumento da retração por secagem.

BROOKS e JOHARI [35] estudaram a retração por secagem em CAD com substituição parcial de cimento Portland por metacaolinita em teores iguais a 5, 10 e 15%, em massa. Os concretos foram produzidos com cimento Portland ordinário e relação a/mc igual a 0,3. A resistência à compressão mínima atingida aos 28 dias foi 87 MPa. Os resultados obtidos para a mistura de referência e para as que tiveram substituição de 5, 10 e 15% foram iguais a 271, 243, 163 e 166 με, respectivamente.

3 Materiais e métodos experimentais

Neste capítulo o programa experimental adotado no presente trabalho será descrito, seguido da caracterização dos materiais empregados na pesquisa e dos métodos experimentais utilizados para a determinação das propriedades em estudo.

3.1 Programa Experimental

O programa experimental foi elaborado visando o estudo da retração autógena de pastas pozolânicas, utilizando-se um cimento Portland com alto teor de escória e duas adições minerais, metacaolinita e sílica ativa; e também a determinação da evolução da hidratação das pastas pozolânicas por medições indiretas. As medições indiretas utilizadas foram as seguintes: determinação dos teor de água ligada quimicamente pelos métodos de perda ao fogo a 550°C e termogravimetria e, também, determinação dos graus de hidratação a partir dos resultados de resistência à compressão. A determinação do limiar da percolação de cada mistura foi feita a partir dos resultados do ensaio de início e fim de pega e de resistência à compressão. As evoluções de propriedades elásticas (módulo de elasticidade e coefíciente de Poisson) e da resistência à tração com a hidratação também foram determinadas. O estudo da retração por secagem das pastas pozolânicas foi realizado nos mesmos corpos de prova utilizados no estudo da retração autógena. Assim, as medições de retração por secagem foram realizadas em corpos de prova com grau de hidratação superior a 90%.

A seguir são apresentadas as características dos materiais e métodos empregados nos ensaios experimentais.

3.2 Caracterização dos Materiais

3.2.1 Materiais Cimentíceos

O cimento utilizado na pesquisa foi o CPIII 40 Votoran, que do ponto de vista mineralógico é composto por 39% de clínquer, 52% de escória, 5% de calcita e 4% de gesso, composto por gipsita e bassanita, na proporção de aproximadamente 1:1 [52]. Dois tipos de adições minerais foram empregados na pesquisa: a metacaolinita da Metacaulim do Brasil e a sílica ativa da Silmix.

As massas específicas dos materiais cimentíceos foram determinadas de acordo com a NBR NM 23 [53]. O pH do cimento foi determinado através do procedimento de ensaio estabelecido pela ASTM D 6739-01 [54], sendo que as leituras foram realizadas com um pH-metro digital com resolução igual a 0,01 a uma temperatura constante de 21°C. Os valores de pH da metacaolinita e da sílica ativa foram obtidos segundo procedimento estabelecido pela Embrapa [55], através de pH-metro Quimis, modelo Q-400BC/BD a uma temperatura de $22 \pm 2^{\circ}$ C.

As superfícies específicas da metacaolinita e da sílica ativa foram obtidas através de ensaios pelo método de BET realizados no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da USP. O equipamento utilizado nestes ensaios foi um Gemini 2375V.5,0 e o gás nitrogênio a uma temperatura de 77°K. A finura Blaine do cimento foi fornecida pelo fabricante. As propriedades físicas dos materiais cimentíceos são apresentadas na Tabela 3.1.

Propriedades	Sílica ativa	Metacaolinita	Cimento
Massa específica (kg/m ³)	2190	2590	2990
pH	9,1	5,6	12,1
Superfície específica BET (m ² /kg)	10000	23100	-
Finura Blaine (m ² /kg)	-	-	431

Tabela 3.1 – Características físicas dos materiais cimentíceos.

A composição química do cimento foi fornecida pelo fabricante enquanto que as composições químicas da metacaolinita e da sílica ativa foram determinadas no CENPES/Petrobrás, por meio de análises semi-quantitativas por meio da técnica de espectrometria de fluorescência de raios X, em um equipamento Philips, modelo PW 2400, com tubo de 3 kW e alvo de ródio (Rh). As composições químicas dos materiais cimentíceos são apresentadas na Tabela 3.2.

Composição Química	CPIII-40	Sílica ativa	Metacaolinita
Óxido de silício (SiO ₂)	24,94%	94,85%	50,07%
Óxido de alumínio (Al ₂ O ₃)	7,50%	< 0,10%	42,16%
Óxido de ferro (Fe ₂ O ₃)	2,62%	0,02%	2,22%
Óxido de cálcio (CaO)	52,14%	0,29%	< 0,01%
Óxido de sódio (Na ₂ O)	0,09%	0,18%	< 0,05%
Óxido de potássio (K ₂ O)	0,51%	0,83%	0,65%
Óxido de manganês (MnO)	-	0,02%	0,01%
Óxido de titânio (TiO ₂)	-	< 0,01%	0,24%
Óxido de magnésio (MgO)	5,34%	0,39%	0,14%
Óxido de bário (BaO)	-	< 0,16%	< 0,16%
Óxido de fósforo (P ₂ O ₅)	-	0,09%	0,06%
Anidrido sulfúrico (SO ₃)	2,57%	-	-
Anidrito carbônico (CO ₂)	1,51%	-	-
Cal livre	0,91%	-	-
Enxofre (S)	0,34%	-	-
Perda ao fogo	2,63%	3,55%	4,50%

Tabela 3.2 – Composição química dos materiais cimentíceos.

As distribuições granulométricas do cimento Portland e da metacaolinita foram obtidas pelo ensaio de granulometria a laser, por meio do uso do equipamento Malvern Mastersizer do laboratório de cimentação do CENPES/Petrobrás. A amostra foi dispersa em álcool etílico absoluto P.A.. A distribuição granulométrica da sílica ativa foi obtida por meio do ensaio de sedigrafia realizado em um sedígrafo 5000 D da Micrometrics disponível no CETEM/MCT. A amostra foi dispersa em água destilada com solução de 0,05 g/l de hexametafosfato de sódio. As distribuições granulométricas dos materiais cimentíceos são apresentadas na Figura 3.1 e indicam que os diâmetros correspondentes à fração acumulada de 50% das partículas de cimento Portland, metacaolinita e sílica ativa, equivalem a, respectivamente, 10,70, 5,36 e 0,41 μ m. As distribuições granulométricas também indicam que 90% dos grãos de cimento Portland, metacaolinita e sílica ativa são menores que 32,06, 21,84 e 6,57 μ m, respectivamente.



Figura 3.1 – Distribuição granulométrica dos materiais cimentíceos.

Ensaios de difração de raios X foram realizados nos aditivos minerais no Núcleo de Catálise do Programa de Engenharia Química da COPPE/UFRJ. O equipamento utilizado foi um difratômetro Rigaku, modelo Miniflex, com radiação de Cobre (Cu_{kα}), operando a 30 kV e 15 mA. A Figura 3.2 mostra o difratograma de raios X da metacaolinita que é um difratograma típico de um material amorfo, com a representação de poucas fases cristalinas (quartzo, ilita e caolinita). A presença dos picos principais da caolinita revela uma queima ineficiente para a completa amorfização deste argilomineral. O difratograma de raios X da sílica ativa está apresentado na Figura 3.3 e indica o caráter amorfo do dióxido de silício.



Figura 3.2 – Difratograma de raios X da metacaolinita.



Figura 3.3 – Difratograma de raios X da sílica ativa.

3.2.2 Aditivo Químico

O aditivo químico utilizado na produção das pastas foi o Conplast SP 430 - Fosroc Reax, do tipo policondensado de folmadeído e naftaleno sulfonado. O teor de sólidos foi obtido por ensaio de liofilização realizado no CENPES/Petrobrás. A densidade e o pH foram fornecidos pelo fabricante. Algumas das características do aditivo químico estão apresentadas na Tabela 3.3.

Propriedades	Resultados	
Densidade (g/cm ³)	1,22	
pН	7,00 a 9,00	
Teor de sólidos (%)	44,44	

Tabela 3.3 – Características do superplastificante.

A água utilizada foi proveniente da rede de abastecimento da cidade do Rio de Janeiro, a qual foi deionizada antes de ser adicionada às misturas.

3.3 Métodos Experimentais

3.3.1 Dosagem das Pastas

Para a realização do estudo foram confeccionadas três pastas com relação a/mc igual a 0,3. A pasta de referência (PC) é a mistura composta apenas de CP III-40, enquanto que as outras duas foram produzidas com substituição parcial do cimento Portland por 10% em massa por metacaolinita (PM) e sílica ativa (PS).

A relação a/mc da pasta PC foi obtida por meio do procedimento de ensaio para determinação da água de consistência normal descrito na NBR 11580 [25]. A fim de se manter a consistência normal das pastas sem alterar o fator a/mc, utilizou-se aditivo superplastificante nas misturas com metacaolinita e sílica ativa, com teores em massa de sólidos de 0,24 e 0,16%, respectivamente. As dosagens das misturas estão apresentadas na Tabela 3.4.

Os tempos de início e fim de pega das pastas foram determinados utilizando-se o aparelho de Vicat, segundo a metodologia descrita na NBR 11581 [26]. A fim de se manter a umidade relativa superior a 70% os ensaios de PC, PM e PS foram executados na capela que está mostrada na Figura 3.5, com temperaturas de $25,0 \pm 0,6^{\circ}$ C, $24,9 \pm 0,4^{\circ}$ C e $24,1 \pm 0,9^{\circ}$ C e umidades relativas de $86 \pm 5\%$, $92 \pm 5\%$ e $95 \pm 1\%$, respectivamente. O ensaio foi realizado para se estabelecer o momento a partir do qual seriam iniciadas as leituras de retração autógena e os ensaios mecânicos. Os resultados de consistência normal e início e fim de pega de cada mistura são apresentados na Tabela 3.5 e a realização do ensaio na Figura 3.5.

Pastas Cimento Metacaolinita Sílica ativa Água SP (sólidos) PC 1571 471,3 _ -PM 157,1 1413,9 466,6 3,4 _ PS 1413,9 -157,1 468,2 2,3

Tabela 3.4 – Dosagem das misturas (kg/m^3).

Tabela 3.5 – Consistência normal e início e fim de pega das misturas.

Pastas	Consistência normal (%)	Início de pega (h:min)	Fim de pega (h:min)
РС	30,2	2:50	3:50
PM	29,99	2:20	3:20
PS	29,87	2:30	3:50



Figura 3.4 – Capela para realização do ensaio de início e fim de pega.



Figura 3.5 – Ensaio de tempos de pega.

3.3.2 Produção e Cura das Pastas Pozolânicas

As pastas pozolânicas foram produzidas em um misturador planetário com capacidade de 200 litros (ver Figura 3.6 e Figura 3.7). A seguinte seqüência de produção foi utilizada:

- a) Colocação do cimento no misturador e acionamento do mesmo. No caso das pastas com metacaolinita e sílica ativa procedeu-se a uma homogeneização a seco dos materiais durante 1 minuto;
- b) Adição de cerca de 80% da água de amassamento ao misturador. Após 2 minutos de mistura o misturador foi desligado para a execução de sua raspagem;
- c) Lançamento gradual, com o misturador em movimento, do restante da água. No caso das misturas com adições minerais o superplastificante era misturado com o restante da água. Após a adição de todos os componentes, a mistura foi homogeneizada durante 5 minutos.



Figura 3.6 – Misturador planetário utilizado na produção das pastas pozolânicas.

As temperaturas das pastas PC, PM e PS ao final de suas misturas foram medidas utilizando-se um termopar (ver Figura 3.8) e foram iguais a 24, 26 e 27,5°C, respectivamente.



Figura 3.7 – Final dos processos de msitura: (a) pasta PC; (b) pasta PM; (c) pasta PS.



Figura 3.8 – Medição da temperatura da pasta PS.

Os índices de consistência das misturas foram medidos na mesa de espalhamento (Tabela 3.6), de acordo com a NBR 7215 [56]. As fotos da Figura 3.9 ilustram a realização da leitura do espalhamento. Os resultados indicaram que a pasta PS apresentou a melhor trabalhabilidade, seguida por PC e PM.

Tabela 3.6 – Consistência das misturas.

Pastas	Consistência (mm)
PC	260
PM	310
PS	250



(a)

(b)



Para realização dos ensaios de resistência à compressão, tração indireta e Poisson foram moldados 59 corpos de prova cilíndricos de (50×100) mm e 44 corpos de prova cilíndricos de (100×200) mm, para cada pasta. Para a determinação da retração autógena foram moldados nove prismas de $(25 \times 25 \times 285)$ mm, para cada pasta. O adensamento dos corpos de prova foi realizado em três camadas (ver Figura 3.10) e a compactação das misturas foi executada com o auxílio de mesa vibratória de freqüência igual a 68Hz, no laboratório de moldagem, em temperatura e umidade relativa iguais a $21 \pm 1^{\circ}$ C e $82 \pm 3\%$, respectivamente.





(b)

Figura 3.10 – Moldagem da pasta PS: (a) moldagem dos corpos de prova prismáticos para estudo da retração; (b) moldagem dos corpos de prova cilíndricos para a determinação das propriedades mecânicas.

Os corpos de prova cilíndricos foram cobertos por mantas umedecidas e plástico nas primeiras 24 horas (ver Figura 3.11), e os corpos de prova prismáticos sofreram o mesmo procedimento, porém foram mantidos em uma capela (ver Figura 3.12).

Os corpos de prova cilíndricos que foram ensaiados nas idades de 4, 8, 16 e 24 horas foram desformadas momentos antes do horário do ensaio para a planificação de suas superfícies, enquanto que os corpos de prova que seriam ensaiados nas demais idades foram desformados e conduzidos a uma câmara úmida cuja temperatura era de $21 \pm 1^{\circ}$ C e umidade relativa igual a 100%, onde permaneceram até a realização dos ensaios.



Figura 3.11 – Cura dos corpos de prova nas primeiras 24 horas.



Figura 3.12 – Cura dos corpos de prova de retração autógena nas primeiras horas: (a) capela vedada com plástico; (b) moldes preenchidos com a pasta PM.

3.3.3 Técnicas de Ensaios

3.3.3.1 Retração autógena

Para o estudo da retração autógena foram moldados, para cada pasta, nove corpos de prova prismáticos de $(25 \times 25 \times 285)$ mm. As leituras foram realizadas, no entanto, em cinco corpos de prova, uma vez que os demais foram danificadas durante a retirada do molde e selagem.

Antes de serem selados, os corpos de prova permaneceram numa capela, com temperatura igual a $25,0 \pm 0,2^{\circ}$ C e umidade relativa de $90 \pm 2\%$ durante seis horas.

Após esse período, os corpos de prova foram levados para uma sala com temperatura de $18,3 \pm 0,5^{\circ}$ C e umidade relativa igual a $63,3 \pm 6,5\%$, onde foi realizada a desforma e posterior vedação. Os corpos de prova foram selados com uma camada de filme plástico e, posteriormente, envolvidos por fita de alumínio (ver Figura 3.13).

A primeira leitura da retração autógena foi feita após a selagem dos corpos de prova, o que ocorreu entre 8:15 – 9:20 horas após a mistura de cada pasta. As leituras foram realizadas com o corpo de prova encaixado verticalmente em uma base metálica, dotada de um relógio comparador preso na mesma, de acordo com a ASTM C 490/2000 [57] (ver Figura 3.14). Antes de cada medição o micrômetro graduado era zerado com o auxílio de uma barra de referência. Durante o ensaio, a perda de massa dos corpos de prova foi medida diariamente em uma balança de resolução de 0,01 g, para a verificação da eficácia da selagem utilizada.

No primeiro dia de ensaio as medições da retração autógena foram realizadas em intervalos de 30 minutos, sendo o intervalo aumentado para 1 hora a partir do segundo dia, 2 horas na segunda semana e 3 leituras por dia na terceira semana. A partir da quarta semana as leituras eram feitas diariamente, até o fim do ensaio, que ocorreu para PC, PM e PS aos 142, 149 e 120 dias de idade, respectivamente.

Com o objetivo de se determinar a magnitude das deformações de origem térmica, dois termopares de ferro-constantan tipo J foram conectados a um sistema de aquisição de dados durante os primeiros quatro dias. Cada pasta foi confeccionada, inserida diretamente no molde para a posterior colocação dos termopares e vedação com filme plástico (ver Figura 3.15). As elevações das temperaturas das pastas PC, PM e PS atingiram valores máximos iguais a 0,88°C, 0,93°C e 0,86°C, respectivamente.


(a)

(b)

Figura 3.13 – Vedação dos corpos de prova: (a) filme e fita utilizados na vedação dos corpos de prova; (b) corpos de prova selados utilizados no estudo de retração autógena.



Figura 3.14 – Aparelho para medição da deformação: (a) aparelho com a barra de referência; (b) aparelho com o corpo de prova.



Figura 3.15 – Sistema para medição de variação de temperatura: (a) termopares inseridos no corpo de prova da pasta PM; (b) sistema utilizado na aquisição de dados.

A retração livre foi calculada por meio dos valores medidos utilizando-se a seguinte equação [57]:

$$\varepsilon_{medida} = \frac{\left(L_{xi} - L_{i}\right)}{G} \times 10^{-6}$$
(3.1)

Onde:

 ϵ_{medida} – deformação medida ($\mu\epsilon$);

- L_i leitura inicial do comprimento do corpo de prova, de referência (mm);
- L_{xi} leitura de comprimento realizada na idade prevista (mm);

G – distância interna livre entre os pinos, medida para cada corpo de prova (mm).

A retração autógena foi calculada descontando-se a parcela referente às deformações térmicas pela seguinte equação:

$$\varepsilon_{RA} = \varepsilon_{medida} - \varepsilon_{\theta} \tag{3.2}$$

Onde:

 ϵ_{RA} – deformação por retração autógena (µ ϵ);

 ε_{θ} – deformação por variação térmica ($\mu \varepsilon$).

A retração ou expansão térmica foi calculada por meio da seguinte equação:

$$\varepsilon_{\theta} = \alpha \times \Delta T \tag{3.3}$$

Onde:

 α – coeficiente de variação térmica (adotado igual a 10 × 10⁻⁶ °C [58]);

 ΔT – variação de temperatura na mistura (°C).

3.3.3.2 Grau de hidratação

A determinação do grau de hidratação foi realizada a partir dos resultados dos ensaios de resistência à compressão e pelos ensaios de perda ao fogo e termogravimetria.

3.3.3.2.1 Ensaio de Perda ao Fogo

O ensaio de perda fogo foi realizado seguindo-se as recomendações do método "Determinação do Grau de Hidratação do Cimento em Concretos por Perda ao Fogo" (Método 58.1), desenvolvido pelo Laboratoire Central des Ponts et Chaussées [59]. O ensaio consiste das seguintes etapas:

Secagem da água livre: O primeiro passo foi a preparação das amostras, em que as mesmas foram moídas e peneiradas a fim de que apresentassem dimensões inferiores a 2,5 mm para atender a exigência da norma. Para secagem da água livre as amostras foram colocadas em uma estufa (ver Figura 3.16) a uma temperatura de 80°C até constância de massa. As amostras foram pesadas a cada hora até que a perda de massa entre duas pesagens consecutivas fosse inferior a 0,5%. As pesagens foram realizadas em uma balança eletrônica com resolução de 0,0001g. Após a secagem da água livre as amostras foram acondicionadas em sacos plásticos posteriormente vedados e mantidas

em um dessecador com sílica gel até a realização da secagem da água quimicamente ligada³.

A perda relativa de massa referente à secagem da água livre foi determinada pela seguinte expressão:

$$\Delta M_{al} = \frac{\left(M_a - M_{as}\right)}{M_a} \,(\%) \tag{3.4}$$

Onde:

 ΔM_{al} – perda de massa referente à secagem da água livre (%);

M_a – massa inicial da amostra (g);

M_{as} – massa da amostra após secagem (g).

Determinação da água quimicamente ligada: Inicialmente, os cadinhos de porcelana utilizados no ensaio de grau de hidratação foram calcinados a uma temperatura de 700°C por 1 hora e posteriormente pesados (ver Figura 3.17). Posteriormente, as amostras secas a 80°C foram colocadas nos cadinhos e queimadas a uma temperatura de 550°C. As pesagens foram realizadas a cada 30 minutos até que a perda de massa entre duas pesagens consecutivas fosse inferior a 0,5% (ver Figura 3.18).

O teor de água quimicamente ligada foi determinado utilizando-se a seguinte expressão:

$$\Delta M_{al} = \frac{\left(M_{as} - M_{550}\right)}{M_{550}} \ (\%) \tag{3.5}$$

Onde:

 ΔM_{al} – perda de massa referente à secagem da água quimicamente ligada (%);

M_{as} – massa da amostra após secagem a 80°C (g);

 M_{550} – massa da amostra após secagem a 550°C (g).

³ Este não é o procedimento recomendado pela norma, pois a secagem da água quimicamente ligada tem que ser realizada após a secagem da água livre.

A partir dos teores de água quimicamente ligada os graus de hidratação das pastas foram estimados com da seguinte relação:

$$\xi_{PF} = \frac{\Delta M_{al}(t)}{\Delta M_{al}(\infty)}$$
(3.6)

Onde:

 ξ_{PF} – grau de hidratação estimado pelo ensaio de perda ao fogo;

 $\Delta M_{al}(t)$ – perda de massa referente à secagem da água quimicamente ligada na idade t (%);

 $\Delta M_{al}(\infty)$ – perda de massa referente à secagem da água quimicamente ligada na última idade (%).

O ensaio pelo método de perda ao fogo foi realizado nas idades de 14, 28, 280 dias para as pastas PC e PM e 14, 28, 217 dias para a pasta PS. Como a secagem da água livre a 80°C provocaria a ativação das reações de hidratação, o ensaio não foi realizado em idades inferiores a 14 dias.



Figura 3.16 – Estufa calibrada a 80°C para a secagem da água livre.



(a)

Figura 3.17 – Detalhes do ensaio de perda ao fogo: (a) pesagem das amostras; (b) dessecador com as amostras.



Figura 3.18 – Forno para secagem da água quimicamente ligada: (a) forno calibrado a 550°C; (b) disposição dos cadinhos no forno.

3.3.3.2.2 Ensaio de Termogravimetria

As análises térmicas foram realizadas no Núcleo de Catálise do Programa de Engenharia Química da COPPE/UFRJ, em um analisador térmico simultâneo TG/DTA Rigaku, modelo Termoflex TG 8110, desde a temperatura ambiente até 1000°C, em presença de atmosfera oxidante, onde os gases foram admitidos separadamente (vazão de N2 e O2 iguais a 53 e 8 ml/min, respectivamente). As amostras foram moídas até atingirem dimensões inferiores a 2,4 mm. O ensaio foi realizado nas idades de 28 e 280 dias para as pastas PC e PM e 28 e 217 dias para a pasta PS.

A perda de massa referente à desidratação da água quimicamente ligada foi calculada pela diferença entre as perdas de massa aos 105 e 800°C.

$$\Delta M_{al} = \frac{\left(M_{as} - M_{800}\right)}{M_{800}} \tag{3.7}$$

Onde:

 ΔM_{al} – perda de massa referente à secagem da água quimicamente ligada (%);

M_{as} – massa da amostra após secagem a 80°C (mg);

 M_{800} – massa da amostra após secagem a $800^{\circ}C$ (mg).

A partir dos teores de água combinada os graus de hidratação das pastas foram estimados com da seguinte relação:

$$\xi_T = \frac{\Delta M_{al}(t)}{\Delta M_{al}(\infty)} \tag{3.8}$$

Onde:

 ξ_T – grau de hidratação estimado pelo ensaio de termogravimetria;

 $\Delta M_{al}(t)$ – perda de massa referente à secagem da água quimicamente ligada na idade t (%);

 $\Delta M_{al}(\infty)$ – perda de massa referente à secagem da água quimicamente ligada na última idade (%).

3.3.3.3 Resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão axial foi realizado em uma máquina servocontrolada Shimadzu de 1000 kN (ver Figura 3.19), a uma taxa de deslocamento do travessão variando entre 0,0025 – 0,025 mm/min, de acordo com a idade dos corpos de prova. Os deslocamentos foram medidos por dois transdutores elétricos fixados na zona central do corpo de prova (ver Figura 3.20). As cargas e deslocamentos foram registrados utilizando-se um sistema de aquisição de dados ADS 2000, de 16 bits, da Lynx, com capacidade de efetuar até cinco leituras por milisegundo.

A resistência à compressão das pastas foi medida em corpos de prova cilíndricos de (50×100) mm nas seguintes idades: 4, 8 e 16 horas, 1, 2, 3, 4, 7, 14, 28, 60, 91 e 226 dias. Para cada idade até os 28 dias foram ensaiados cinco corpos de prova e a partir de 60 dias foram ensaiados três corpos de prova.

Os corpos de prova ensaiados até a idade de 14 dias foram capeados com enxofre, enquanto que as corpos de prova ensaiadas nas demais idades foram faceadas em um torno mecânico (ver Figura 3.21), pois possuíam resistências superiores ao enxofre.

Para os corpos de prova que foram ensaiadas até seis horas não foi possível a medição das deformações, pois os corpos de prova ainda não estavam suficientemente endurecidos para a fixação dos transdutores elétricos, como pode ser verificado na Figura 3.22 por meio do detalhe da região central do corpo de prova (impressão digital).



Figura 3.19 – Prensa Shimadzu.



Figura 3.20 – Ensaio com medição de deformação.



Figura 3.21 – Faceamento de corpo de prova em torno mecânico.



Figura 3.22 – Corpo de prova da pasta PM a ser ensaiado (idade de 4 horas): (a) corpo de prova posicionado na prensa; (b) detalhe da região central do corpo de prova.

3.3.3.4 Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson

O módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson foram determinados em três corpos de prova cilíndricos de (100×200) mm para cada idade, nas idades de 8, 12 e 16 horas, 1, 2, 3, 4, 7, 14, 28 dias. Os corpos de prova foram capeados com enxofre até a idade de 7 dias e faceados aos 14 dias e 28 dias.

Os deslocamentos longitudinais foram medidos com o uso de dois transdutores elétricos fixados na região central dos corpos de prova, enquanto que o deslocamento lateral foi medido por um terceiro transdutor elétrico, conforme ilustra a Figura 3.23. A fim de não danificar a instrumentação, os ensaios foram conduzidos até 50% da tensão de pico determinada no ensaio de resistência à compressão uniaxial.

O módulo de elasticidade também foi determinado a partir das curvas tensãodeformação obtidas nos ensaios de resistência à compressão uniaxial.

A partir das curvas tensão-deformação calculou-se o módulo de elasticidade dos corpos de prova de acordo com a seguinte equação [60]:

$$E = \frac{\left(\sigma_{c2} - \sigma_{c1}\right)}{\left(\varepsilon_{a2} - \varepsilon_{a1}\right)} \tag{3.9}$$

Onde:

E - módulo de elasticidade;

 σ_{c2} - tensão de compressão correspondente a 40% da carga última;

 σ_{c1} - tensão de compressão correspondente a deformação axial ϵ_{a1} ;

 ϵ_{a1} - deformação axial igual a 0,000050;

 ϵ_{a2} - deformação axial produzida pela tensão $\sigma_{c2}.$

O coeficiente de Poisson das pastas foi calculado utilizando-se a seguinte relação [60]:

$$\upsilon = \frac{\left(\varepsilon_{12} - \varepsilon_{11}\right)}{\left(\varepsilon_{a2} - \varepsilon_{a1}\right)} \tag{3.10}$$

Onde:

v - coeficiente de Poisson;

 ε_{a1} - deformação axial igual a 0,000050;

 ε_{a2} - deformação axial produzida pela tensão σ_{c2} (tensão de compressão correspondente a 40% da carga última);

 ϵ_{l2} - deformação lateral a meia altura do corpo de prova produzida pela tensão σ_{c2} ;

 ϵ_{11} - deformação lateral a meia altura do corpo de prova produzida pela tensão σ_{c1} (tensão de compressão correspondente a deformação axial ϵ_{a1}).



Figura 3.23 – Ensaio para determinação do módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson em corpo de prova de (100×200) mm.

3.3.3.5 Resistência à tração por compressão diametral

A resistência à tração foi determinada em discos de 25,4 mm de espessura. Estes discos foram cortados de cilindros de (100×200) mm. A Figura 3.24 ilustra o processo de corte dos discos, em que o topo e a base dos cilindros foram desprezados. O corte dos discos de idade inferior a 16 horas foi feito a seco e para as demais idades foi realizado com o lançamento de água.

A resistência à tração foi medida em cinco discos por idade, nas idades de 6, 10 e 20 horas, 1, 2, 3, 4, 7, 14, 28, 60, 91 e 226 dias.

Durante o ensaio algumas amostras foram posicionadas diretamente na prensa, apenas com a inserção de pequenos pedaços de madeira nos pontos de contato. Outras foram posicionadas em um aparato que impede sua rotação durante a execução do ensaio. O uso do aparato não ocorreu para toda a série de experimentos, pois o mesmo só foi confeccionado após o início da pesquisa (Figura 3.25).



(a)

(b)

Figura 3.24 – Esquema de corte dos discos: (a) posicionamento do cilindro; (b) corte do cilindro.



Figura 3.25 – Ensaio de resistência à tração.

3.3.3.6 Retração por secagem

O ensaio de retração por secagem foi realizado com o intuito de complementação dos resultados experimentais, nos mesmos corpos de prova utilizadas no ensaio de retração autógena. Como a retração por secagem não é o foco desta dissertação, os resultados serão apresentados em anexo.

Após o término dos ensaios de retração autógena as vedações dos corpos de prova foram retiradas para a medição de sua variação dimensional por secagem. As leituras de deformação dos corpos de prova das pastas PC e PM foram feitas durante 237 dias, enquanto que as medições da pasta PS duraram 116 dias. Durante o ensaio mediu-se a perda de massa dos corpos de prova através da pesagem diária das massas em uma balança de resolução de 0,01 g.

Na primeira semana de ensaio as medições foram realizadas três vezes ao dia, passando a duas vezes ao dia a partir da segunda semana e chegando a uma leitura diária a partir da quarta semana. A fim de permitir a circulação de ar em todas as faces dos corpos de prova, os mesmos foram estocadas conforme ilustrado na Figura 3.26.



(b)

Figura 3.26 – Estocagem dos corpos de prova durante o ensaio de retração por secagem: (a) corpos de prova das pastas PC, PM e PS; (b) detalhe do apoio dos corpos de prova.

4 Apresentação e análise dos resultados

Neste capítulo serão apresentados os resultados experimentais obtidos durante o estudo.

4.1 Resistência à compressão

A evolução da resistência à compressão no tempo das pastas PC, PM e PS está apresentada na Figura 4.1, partes (a), (b) e (c). Em cada idade está apresentada a resistência de pico média obtida através da realização de 5 ensaios de resistência à compressão (exceto para as idades inferiores a 16 horas, quando apenas 1 ensaio foi realizado por idade, e para as idades superiores a 28 dias, quando foram ensaiados 3 corpos de prova por idade). A Tabela 4.1 apresenta os resultados de resistência à compressão e seus respectivos coeficientes de variação.

Para a pasta PC, o primeiro resultado foi obtido na idade de 4,3 horas, já que não foi possível desmoldar os corpos de prova em idades inferiores. É importante notar que o ensaio foi realizado em uma idade muito próxima daquela obtida para o tempo de fim de pega determinado pelo ensaio de tempos de pega (agulha de Vicat), que foi igual a 3,83 horas, caracterizando o limiar da percolação.

Para a pasta PM, o primeiro resultado foi obtido na idade de 4,6 horas, pois também não foi possível desmoldar os corpos de prova em idades inferiores. É importante notar que o ensaio também foi realizado em uma idade muito próxima daquela obtida para o tempo de fim de pega determinado pelo ensaio de tempos de pega (agulha de Vicat), que foi igual a 3,33 horas, caracterizando o início do ganho de resistência da mistura.

Para a pasta PS, o primeiro ensaio de resistência à compressão foi realizado na idade de 5,1 horas. Observe que nessa idade a resistência à compressão de 0,55 MPa é ligeiramente superior à observada para a pasta PC, que foi de 0,46 MPa.



Figura 4.1 – Evolução da resistência à compressão das pastas: (a) PC; (b) PM; (c) PS.

Idadaa	fc (MPa) - CV (%)				
Iuaues	РС	PM	PS		
4,3 horas	0,18	-	-		
4,6 horas	-	0,18	-		
4,8 horas	0,30	-	-		
5,1 horas	0,46	-	0,55		
5,4 horas	0,54	-	0,70		
5,6 horas	-	0,28	0,88		
6,2 horas	-	0,45	-		
8,8 horas	4,55	-	-		
9 horas	5,38	-	-		
9,2 horas	5,98	2,62	5,85		
9,3 horas	-	3,30	-		
9,5 horas	-	3,33	-		
9,8 horas	-	3,86	6,22		
10 horas	-	-	6,47		
16 horas	16,72 - 12,05	16,94 - 11,90	17,16 - 8,35		
1 dia	23,46 - 12,64	22,69 - 8,58	19,88 - 7,76		
2 dias	41,92 - 2,66	28,18 - 11,60	30,16 - 11,17		
3 dias	46,32 - 3,24	38,88 - 5,35	37,72 - 9,52		
4 dias	-	42,90 - 9,16	39,58 - 11,13		
7 dias	57,63 - 4,31	53,90 - 3,40	54,67 - 8,86		
14 dias	62,74 - 11,47	-	60,97 - 1,65		
28 dias	70,08 - 6,12	59,07 - 3,99	74,25 - 1,81		
60 dias	74,15 - 2,57	70,80 - 0,80	78		
91 dias	77,90 - 7,81	72,90 - 2,52	81		
162 dias	-	-	90		
226 dias	82,67 - 1,96	73,50	-		

Tabela 4.1 – Resistência à compressão das pastas PC, PM e PS.

A evolução da resistência à compressão no tempo de todas as pastas estudadas é apresentada na Figura 4.2. Nota-se que até a idade de 7 dias as pastas PM e PS apresentaram valores de resistência à compressão um pouco inferiores aos observados para a pasta PC. A partir de 28 dias de idade, a pasta contendo sílica ativa (PS) passou a apresentar maiores valores de resistência à compressão. Aos 28 dias de idade a pasta PS apresentou resistência à compressão 6,0% maior que PC e 25,7% maior que PM. Aos 91 dias a diferença foi de 4,0% e 11,1%, respectivamente. Na última idade de ensaio (igual a 226 dias para PC e PM e 162 dias para PS) a diferença foi de, respectivamente, 8,9% e 22,4%.



Figura 4.2 – Evolução da resistência à compressão das pastas PC, PM e PS.

4.2 Grau de hidratação

A fim de correlacionar as propriedades das pastas com o grau de hidratação é necessário determinar a evolução do grau de hidratação com o tempo. A evolução do grau de hidratação com o tempo das pastas PC, PM e PS, determinados a partir dos resultados de resistência à compressão pela equação 2.7 (adotando $\xi_o = 0,1$ e para $f_c(\infty)$ foi considerada a maior resistência à compressão de cada mistura) estão apresentadas na Figura 4.3, partes (a), (b) e (c). A evolução do grau de hidratação no tempo das pastas estudadas pode ser observada na Figura 4.4 onde o gráfico é traçado em escala semi-log. A Tabela 4.2 apresenta os graus de hidratação calculados para cada mistura.

Observa-se que até cerca de 6 horas de idade o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS nas primeiras idades apresentaram-se praticamente iguais ao valor de 0,10 assumido no modelo como limiar da percolação [7]. Um avanço significativo no grau de hidratação de cada pasta ocorreu a partir de 8,8 horas para a pasta PC ($\xi = 0,15$) e 9,2 horas para as pastas PM e PS ($\xi = 0,13$ e $\xi = 0,16$, respectivamente). Após 1 dia de idade o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS era de, respectivamente, 0,36, 0,38 e 0,30. Aos 7 dias de idade o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS atingiu, 0,73, 0,76 e 0,65, respectivamente e, aos 28 dias de cura úmida a 21°C, o grau de hidratação chegou a 0,86, 0,83 e 0,84. Aos 60 dias de idade o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS atingiu, 0,91, 0,97 e 0,88, respectivamente. Aos 91 dias de idade o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS atingiu, 0,95, 0,99 e 0,91, respectivamente.





Figura 4.3 – Evolução do grau de hidratação ortido a partir de f_c das pastas:

(a) PC; (b) PM; (c) PS. 1,0 ξ 0,9 0,8 0,7-0,6 0,5 0,4 0,3 -PC 0,2 - PM -× 0,1 PS 0,0 0,1 10 100 1000 1 Idade (dias) Figura 4.4 – Evolução do grau de hidratação obtido por f_c no tempo de PC, PM e PS.

Idades	PC	РС		PM		5
	fc (MPa)	ξ	fc (MPa)	ξ	fc (MPa)	ξ
4,3 horas	0,18	0,10	-	-	-	-
4,6 horas	-	-	0,18	0,10	-	-
4,8 horas	0,30	0,10	-	-	-	-
5,1 horas	0,46	0,10	-	-	0,55	0,11
5,4 horas	0,54	0,11	-	-	0,70	0,11
5,6 horas	-	-	0,28	0,10	0,88	0,11
6,2 horas	-	-	0,45	0,11	-	-
8,8 horas	4,55	0,15	-	-	-	-
9 horas	5,38	0,16	-	-	-	-
9,2 horas	5,98	0,17	2,62	0,13	5,85	0,16
9,3 horas	-	-	3,30	0,14	-	-
9,5 horas	-	-	3,33	0,14	-	-
9,8 horas	-	-	3,86	0,15	6,22	0,16
10 horas	-	-	-	-	6,47	0,17
16 horas	16,72	0,28	16,94	0,31	17,16	0,27
1 dia	23,46	0,36	22,69	0,38	19,88	0,30
2 dias	41,92	0,56	28,18	0,45	30,16	0,40
3 dias	46,32	0,60	38,88	0,58	37,72	0,48
4 dias	-	-	42,90	0,63	39,58	0,50
7 dias	57,63	0,73	53,90	0,76	54,67	0,65
14 dias	62,74	0,78	-	-	60,97	0,71
28 dias	70,08	0,86	59,07	0,82	74,25	0,84
60 dias	74,15	0,91	70,80	0,97	78	0,88
90 dias	77,90	0,95	72,90	0,99	81	0,91
162 dias	-	-	-	-	90	1
226 dias	82,67	1	73,50	1	-	-

Tabela 4.2 – Grau de hidratação obtido por f_c de PC, PM e PS.

Os teores de água quimicamente ligada determinados através do ensaio de perda ao fogo das pastas PC, PM e PS no tempo estão apresentadas na Figura 4.5. A Figura 4.6 mostra a relação entre o teor de água quimicamente ligada e o grau de hidratação calculado a partir dos resultados dos ensaios de resistência à compressão. A Figura 4.7 apresenta os graus de hidratação estimados a partir dos teores de água quimicamente ligada do ensaio de perda ao fogo (por meio da equação 3.6) com relação ao graus de hidratação determinados a partir dos resultados de resistência. Os teores de água livre, água quimicamente ligada e graus de hidratação estão apresentados na Tabela 4.3.

O teor de água livre da pasta PC diminuiu em 2,52% entre as idades de 14 e 280 dias, enquanto que o teor de água combinada aumentou em 3,61% no mesmo intervalo, indicando o progresso da hidratação.

O teor de água livre da pasta PM diminuiu em 0,51% entre as idades de 14 e 28 dias, mas o resultado obtido aos 280 dias foi 0,3% superior ao teor medido aos 28 dias. O teor de água combinada aumentou em 2,86% entre a primeira e a última idade.

O teor de água livre da pasta PS diminuiu 2,58% entre 14 e 217 dias. O teor de água quimicamente ligada aumentou 2,43% entre a primeira e a última idade.

Comparando-se os dois métodos, observa-se que aos 14 dias de idade o grau de hidratação da pasta PC atingiu 0,76 (perda ao fogo) e 0,78 (resistência à compressão) e o grau de hidratação do pasta PS atingiu 0,80 (perda ao fogo) e 0,71 (resistência à compressão). Aos 28 dias o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS atingiu, respectivamente, 0,88 (perda ao fogo) e 0,86 (resistência à compressão), 0,79 (perda ao fogo) e 0,82 (resistência à compressão), 0,87 (perda ao fogo) e 0,84 (resistência à compressão). Aos 28 dias os métodos levaram a resultados semelhantes, pois a secagem em estufa afeta menos o resultado de perda ao fogo do que aqueles resultados obtidos para as amostras com outras idades, quando a diferença entre os dois métodos atingiu cerca de 11% para a mistura PS.



Figura 4.5 – Teor de água quimicamente ligada (perda ao fogo) no tempo.



Figura 4.6 – Teor de água quimicamente ligada (perda ao fogo) com ξ (obtido por f_c).



Figura 4.7 – Grau de hidratação obtido por perda ao fogo com o grau de hidratação obtido por resistência à compressão para as pastas PC, PM e PS.

Tabela 4.3 – Teor de água livre, água quimicamente ligada e grau de hidratação obtido pela perda ao fogo.

Idades	Água Livre (%)		Água Quimicamente Ligada (%)			Grau de Hidratação			
	PC	PM	PS	РС	PM	PS	PC	PM	PS
14 dias	15,12	15,71	15,58	11,23	9,47	9,82	0,76	0,77	0,80
28 dias	13,79	15,20	15,02	13,01	9,71	10,61	0,88	0,79	0,87
217 dias	-	-	13,00	-	-	12,25	-	-	1,00
280 dias	12,60	15,50	-	14,84	12,33	-	1	1	-

As curvas de TG e DTA das pastas estudadas estão apresentadas nas Figuras 4.8, 4.9 e 4.10, partes (a) e (b). Os resultados indicam três principais reações endotérmicas ocorridas durante o aquecimento das amostras: liberação da água evaporável e parte da água combinada das fases hidratadas entre 90 e 250° C, decomposição do Ca(OH)₂ entre 425 e 475° C e decomposição do CaCO₃ entre 640 e 720° C.



Figura 4.8 – Análise térmica e termogravimétrica da pasta PC: (a) 28 dias; (b) 280 dias.



Figura 4.9 – Análise térmica e termogravimétrica da pasta PM: (a) 28 dias; (b) 280 dias.



(a)

80



(b)

Figura 4.10 – Análise térmica e termogravimétrica da pasta PS: (a) 28 dias; (b) 217 dias.

Os teores de água quimicamente ligada determinados através do ensaio de análise térmica e termogravimétrica de PC, PM e PS com o tempo estão apresentadas na Figura 4.11. Os teores de água quimicamente ligada de PC, PM e PS em função dos graus de hidratação calculados a partir da resistências estão apresentadas na Figura 4.12, enquanto a Figura 4.13 apresenta os graus de hidratação estimados a partir dos teores de água quimicamente ligada do ensaio de perda ao fogo em função ao graus de hidratação determinados a partir dos resultados de resistência. Os teores de água quimicamente ligada e os graus de hidratação estão apresentados na Tabela 4.4.

Comparando-se os três métodos, observa-se que aos 28 dias de idade o grau de hidratação das pastas PC, PM e PS atingiu, respectivamente, 0,74 (termogravimetria), 0,88 (perda ao fogo) e 0,86 (resistência à compressão), 0,86 (termogravimetria), 0,79 (perda ao fogo) e 0,82 (resistência à compressão), 0,94 (termogravimetria), 0,87 (perda ao fogo) e 0,84 (resistência à compressão). Para a pasta PC, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi inferior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em, 15,9% e 14,0%, respectivamente. Para a pasta PM, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em, 8,9% e 4,9%, respectivamente. Para a pasta PS, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em, 8,9% e 4,9%, respectivamente. Para a pasta PS, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em, 8,9% e 4,9%, respectivamente. Para a pasta PS, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em, 8,0% e 11,9%, respectivamente.



Figura 4.11 – Teor de água quimicamente ligada (termogravimetria) no tempo.



Figura 4.12 – Teor de água quimicamente ligada (termogravimetria) em função de ξ



Figura 4.13 – Grau de hidratação obtido por termogravimetria em função do grau de hidratação obtido por resistência à compressão das pastas PC, PM e PS.

Idades	Água Qui	Água Quimicamente Ligada (%)			Grau de Hidratação		
	РС	PM	PS	PC	PM	PS	
28 dias	11,10	10,65	11,13	0,74	0,86	0,94	
217 dias	-	-	11,80	-	-	1	
280 dias	15,00	12,45	-	1	1	-	

Tabela 4.4 – Teor de água quimicamente ligada e grau de hidratação obtido pela termogravimetria.

4.3 Resistência à tração

As evoluções das resistências à tração das pastas PC, PM e PS no tempo estão apresentadas na Figura 4.14, partes (a), (b) e (c). Em cada idade está apresentada a resistência de pico média obtida através da realização de 05 ensaios. A Figura 4.15 ilustra a evolução da resistência à tração de todas as misturas com o tempo. A Tabela 4.5 apresenta os valores médios de resistência à tração dos corpos de prova e seus respectivos coeficientes de variação até a idade de 216 dias.

Os resultados obtidos indicam que o crescimento da resistência à tração é mais rápido nas primeiras idades. Aos sete dias, por exemplo, as resistências à tração das pastas PC, PM e PS já atingiram, respectivamente, 98,2%, 76,3% e 95,8% da resistência observada aos 28 dias de idade. Entre 28 e 162 dias de idade houve um pequeno crescimento (inferior a 7%) da resistência à tração. Comparando-se o desenvolvimento da resistência à tração a poucas idades com o da resistência à compressão (ver Tabela 4.1 e Tabela 4.5), nota-se que a resistência à tração apresentou um desenvolvimento mais rápido. Aos dois dias, por exemplo, enquanto a resistência à tração das pastas PC, PM e PS atingiu, respectivamente, 58,9%, 47,0% e 77,1% da resistência aos 162 dias de idade (216 para a pasta PM), a resistência à compressão atingiu, 50,7%, 38,3% e 33,5%, respectivamente para as pastas PC, PM e PS.

Nas figuras 4.16, partes (a), (b) e (c), e 4.17 são apresentadas as variações da resistência à tração das pastas PC, PM e PS em função dos graus de hidratação obtido a partir dos resultados de resistência à compressão. Observa-se que a resistência à tração cresce até um grau de hidratação de cerca de 0,5 - 0,7 e a partir daí permanece praticamente constante.



Figura 4.14 – Evolução da resistência à tração das pastas: (a) PC; (b) PM; (c) PS.



Figura 4.15 – Evolução das resistências à tração das pastas.

Idedee	ft (MPa) - CV (%)					
Idades	РС	PM	PS			
5,48 horas	0,11	-	-			
5,70 horas	0,16	-	-			
5,83 horas	-	-	0,17			
5,92 horas	0,19	-	-			
6,03 horas	-	-	0,24			
6,40 horas	-	0,10	-			
6,47 horas	-	-	0,30			
7,02 horas	-	0,19	-			
7,32 horas	-	0,23	-			
9,67 horas	0,86	-	-			
10,03 horas	1,15	-	-			
10,33 horas	-	0,50	-			
10,35 horas	-	-	0,97			
10,65 horas	-	0,66	-			
10,93 horas	-	0,69	-			
19,68 horas	2,20 - 5,06	-	-			
20,16 horas	-	2,00 - 6,74	1,98 - 10,25			
1 dia	2,34 - 5,63	2,00 - 5,37	2,36 - 6,53			
2 dias	2,78 - 19,05	2,11 - 1,78	3,41 - 26,32			
3 dias	3,11 - 9,27	2,99 - 9,00	4,03 - 10,17			
4 dias	3,69 - 14,21	3,38 - 9,58	4,20 - 5,78			
7 dias	4,31 - 12,26	3,44 - 9,42	4,29 - 8,24			
14 dias	4,36 - 4,42	4,54 - 5,92	4,59 - 6,65			
28 dias	4,39 - 8,30	4,51 - 7,57	4,48 - 7,97			
162 dias	4,72 - 19,36	-	4,42 - 1,38			
216 dias	-	4,49 - 11,52	-			

Tabela 4.5 – Resistência à tração das pastas.



Figura 4.16 – Evolução da resistência à tração das pastas com a hidratação: (a) PC; (b) PM; (c) PS.



Figura 4.17 – Evolução da resistência à tração de todas as misturas com a hidratação.

As evoluções das relações f_t/f_c com a hidratação das pastas PC, PM e PS estão apresentadas na Figura 4.18, partes (a), (b) e (c), enquanto a Figura 4.19 apresenta os resultados de todas as misturas e a Tabela 4.6 mostra seus valores.

Nas idades posteriores a 3 dias ($\xi \ge 0.6$), a relação entre a resistência à tração indireta e a resistência à compressão simples das misturas PC e PM permanece praticamente constante e igual a 0.07. Para graus de hidratação inferiores a 0.6, a relação f_t/f_c para as pastas PC e PM respeita a mesma lei que rege seu comportamento para qualquer grau de hidratação de PS (ver Figura 4.19):

$$\frac{f_t}{f_c} = 0,06371 \cdot \xi^{(-0,49988)} \tag{4.1}$$



Figura 4.18 - Evolução da relação f_t/f_c das pastas com a hidratação: (a) PC; (b) PM; (c) PS.



Figura 4.19 - Evolução da relação f_t/f_c das pastas PC, PM e PS com a hidratação.

Idades]	РС		PM		PS	
	٤	$f_t / f_c (\%)$	٤	$f_t / f_c (\%)$	٤	$f_t/f_c(\%)$	
5,5 horas	0,11	20,37	-	-	0,11	19,32	
6,2 horas	-	-	0,11	22,22	-	-	
8,9 horas	0,15	14,38	-	-	-	-	
9,8 horas	-	-	0,15	12,95	-	-	
10 horas	-	-	-	-	0,17	14,99	
16 horas	0,28	13,16	0,31	11,81	0,27	11,54	
1 dia	0,36	9,97	0,38	8,81	0,30	11,87	
2 dias	0,56	6,63	0,45	7,48	0,40	11,31	
3 dias	0,60	6,71	0,58	7,69	0,48	10,68	
4 dias	-	-	0,63	7,88	0,50	10,61	
7 dias	0,73	7,48	0,76	6,38	0,65	7,85	
14 dias	0,78	6,95	-	-	0,71	7,53	
28 dias	0,86	6,26	0,82	7,64	0,84	6,03	
162 dias	1	5,71	-	-	1	4,91	
216 dias	-	-	1	6,52	-	-	

 $Tabela\ 4.6-Relações\ f_t\!/f_c\ das\ pastas.$

4.4 Comportamento tensão-deformação

4.4.1 Curvas tensão-deformação

As curvas tensão-deformação típicas das pastas PC, PM e PS obtidas desde 16 horas até 226 dias de idade estão apresentadas nas Figuras 4.20, 4.22 e 4.24, partes (a) e (b). As Figuras 4.21, 4.23 e 4.25 apresentam as relações tensão × deformação durante o endurecimento das pastas, em função dos graus de hidratação. Observa-se que para baixos graus de hidratação o comportamento das pastas jovens se aproxima de um comportamento plástico. Para graus de hidratação mais altos um comportamento elástico é observado.



(a)



(0)

Figura 4.20 (a) e (b) - Curvas tensão-deformação típicas da pasta PC.



Figura 4.21 - Curvas tensão-deformação em função do grau de hidratação da pasta PC.


(a)



(b)

Figura 4.22 (a) e (b) - Curvas tensão-deformação típicas de PM.



Figura 4.23 - Curvas tensão-deformação em função do grau de hidratação da pasta PM.



(a)



(b)

Figura 4.24 - Curvas tensão-deformação típicas de PS.



Figura 4.25 - Curvas tensão-deformação em função do grau de hidratação da pasta PM.

4.4.2 Módulo de elasticidade

Os módulos de elasticidade das pastas PC, PM e PS foram determinados para cada idade a partir da média entre os resultados obtidos pelos ensaios de compressão axial em corpos de prova de (50×100) mm e (100×200) mm, descritos nos itens 3.3.3.3 e 3.3.3.4 deste trabalho. As evoluções dos módulos de elasticidade no tempo das pastas PC, PM e PS estão apresentadas na Figura 4.26, partes (a), (b) e (c). A Tabela 4.7 apresenta os valores médios dos módulos de elasticidade das pastas e seus respectivos coeficientes de variação. A evolução dos módulos de elasticidade de todas as misturas está apresentada na Figura 4.27.

Os resultados obtidos indicam que o crescimento do módulo de elasticidade é mais rápido nas primeiras idades. Aos sete dias, por exemplo, os módulos de elasticidade das pastas PC, PM e PS já atingiram, respectivamente, 94,7%, 90,5% e 86,4% do módulo observado aos 28 dias de idade. Para a pasta PS, entre 28 e 162 dias, houve um pequeno crescimento de 7,7% enquanto que PC se apresentou praticamente constante e PM apresentou uma pequena queda de 3,7%, entre 28 e 226 dias.



(a)



Figura 4.26 – Evolução do módulo de elasticidade das pastas: (a) PC; (b) PM; (c) PS.



Figura 4.27 – Evolução dos módulos de elasticidade das pastas.

Idadaa	E (GPa) - CV (%)			
luades	РС	PM	PS	
6,96 horas	2,3	-	-	
7,44 horas	4,1	3		
7,92 horas	4,4			
8,16 horas	-	1,7	-	
8,64 horas	-	2,2	-	
9,12 horas	-	-	3,4	
9,13 horas	-	-	4,3	
11,28 horas	9,5			
11,52 horas	9,5	5,7	-	
11,76 horas	-	7,1	6,5	
12 horas	-	7,4	6,7	
12,24 horas	10,9	-	6,7	
16 horas	-	-	8,91 - 20,93	
1 dia	15,83 - 8,57	14,43 - 8,22	11,17 - 11,56	
2 dias	17,15 - 7,54	16,51 - 7,19	13,59 - 11,47	
3 dias	18,14 - 8,69	18,06 - 9,59	15,89 - 3,44	
4 dias	19,73 - 7,89	19,18 - 5,28	16,14 - 9,79	
7 dias	20,28 - 10,16	19,33 - 6,55	16,91 - 8,80	
14 dias	21,03 - 7,98	21,27 - 3,93	18,59 - 11,16	
28 dias	21,41 - 8,41	21,36 - 7,62	19,58 - 4,51	
60 dias	20,30 - 5,42	18,73 - 5,05	20,97 - 4,87	
91 dias	20,60 - 0	19,5 - 5,91	20,83 - 3,85	
162 dias	-	-	21,23 - 2,89	
226 dias	21,37 - 3,51	20,57 - 6,16	-	

Tabela 4.7 – Módulo de elasticidade das pastas.

As evoluções dos módulos de elasticidade com a hidratação das pastas PC, PM e PS estão apresentadas na Figura 4.28, partes (a), (b) e (c). A Figura 4.29 apresenta os resultados de todas as misturas. Os resultados indicam que a partir de um grau de hidratação de cerca de 0,7 as três pastas apresentam módulos de elasticidade constantes. Com relação às curvas teóricas, determinadas a partir da Lei de Byfors [13], observa-se que, no geral, o modelo mostrou uma boa concordância com os resultados experimentais.



Figura 4.28 – Evolução do módulo das pastas com a hidratação: (a) PC; (b) PM; (c) PS.



Figura 4.29 - Evolução dos módulos das pastas com a hidratação.

A Figura 4.30, partes (a), (b) e (c), apresenta as relações entre os módulos de elasticidade normalizados e as resistências à tração normalizadas em função do grau de hidratação. Observa-se que para as pastas PC e PM, o módulo cresce mais rápido que a resistência à tração. Para a pasta PS, o módulo e a resistência a tração crescem na mesma velocidade até $\xi = 0,4$. A partir daí, o módulo cresce mais rapidamente.





Figura 4.30 – Evolução do módulo normalizado das pastas com o grau de hidratação: (a) PC; (b) PM; (c) PS.

4.4.3 Coeficiente de Poisson

Os coeficientes de Poisson das misturas estudadas estão apresentados na Tabela 4.8. Os resultados indicam que o coeficiente de Poisson não é constante durante idades muito baixas. Entre 8 – 16 horas, o coeficiente de Poisson reduziu de 0,47 para 0,2 – 0,23 para a pasta PC (ξ variou de 0,15 para 0,28) e de 0,50 para 0,21 – 0,23 para a pasta PM (ξ variou de 0,13 para 0,31). Observa-se para as pastas PM e PS que entre 16 horas e 28 dias não se deve assumir um valor constante para o coeficiente de Poisson, pois ocorreram variações significativas.

Idades		РС		PM		PS
	ξ	v - CV (%)	ξ	v - CV (%)	ξ	v - CV (%)
8 horas	0,15	0,47 - 0	0,13	0,50 - 15,71	0,16	-
16 horas	0,28	-	0,31	0,19 - 3,82	0,27	0,22 - 0
1 dia	0,36	-	0,38	0,19 - 0	0,3	0,21 - 2,79
2 dias	0,56	-	0,45	-	0,4	0,20 - 10,58
3 dias	0,6	-	0,58	-	0,48	0,19 - 11,47
4 dias	-	-	0,63	0,23 - 7,70	0,5	0,21 - 10,35
7 dias	0,73	-	0,76	0,23 - 3,14	0,65	0,22 - 12,86
14 dias	0,78	0,22 - 13,68	-	0,23 - 6,55	0,71	0,24 - 0
28 dias	0,86	0,23 - 3,14	0,82	0,21 - 7,16	0,84	0,22

Tabela 4.8 – Coeficiente de Poisson médio das pastas.

4.5 Retração autógena

As curvas de retração autógena dos corpos de prova de PC, PM e PS estão apresentadas nas Figuras 4.31, 4.32, 4.33, 4.34, 4.35 e 4.36. Os corpos de prova individuais são identificados com a nomenclatura PXRY, onde X pode ser igual a C para os corpos de prova da pasta de controle, M para os corpos de prova da pasta com inclusão de metacaolinita ou S para os corpos de prova da pasta com inclusão de sílica ativa; e Y varia de 1 a 5, dependendo do número de corpos de prova de cada mistura. As curvas médias foram traçadas com pontos determinados a partir da média dos corpos de prova em cada medição. A fim de permitir uma visualização em escala real de tempo e uma visão detalhada do fenômeno a poucas idades, os gráficos também são apresentados em escala logarítmica do tempo.

Observando-se os resultados, nota-se que para as pastas com adição de metacaolinita e, principalmente, sílica ativa, ocorre uma redução da dispersão das medidas realizadas. Isto pode ser atribuído à maior homogeneidade das misturas com aditivos minerais, permitindo a melhor repetitividade.



Figura 4.31 – Retração autógena da pasta PC.



Figura 4.32 – Retração autógena da pasta PC em escala logarítmica de tempo.



Figura 4.33 – Retração autógena da pasta PM.



Figura 4.34 – Retração autógena da pasta PM em escala logarítmica de tempo.



Figura 4.35 – Retração autógena da pasta PS.



Figura 4.36 – Retração autógena da pasta PS em escala logarítmica de tempo.

Para efeito de comparação, as curvas médias de retração autógena no tempo das pastas estão apresentadas nas Figuras 4.37, 4.38, 4.39 e 4.40. A Tabela 4.9 apresenta os resultados de RA em algumas das idades, seus coeficientes de variação e os teores de retração sofridos em cada idade em função da retração final.

A RA da pasta PS evolui de forma mais lenta que as RA das demais pastas, mas no fim do ensaio este valor tende a crescer. A RA da pasta PM estabiliza antes da RA das demais misturas. Até a idade de 4 dias a RA de PM é superior à RA de PC, que é maior que a RA de PS. Aos 7 dias a RA de PC se iguala à de PM e a partir de 8 dias a RA de PC se torna maior que a RA de PM, permanecendo assim até o final do ensaio. A RA de PC, PM e PS aos 7 dias já era o equivalente a 52,37, 67,87 e 47,02%, respectivamente da RA final sofrida por cada mistura. Aos 14 dias a maior parte da RA já havia sido sofrida pelas misturas estudadas, pois os resultados de PC, PM e PS nesta idade foram iguais a 66,42, 73,74 e 58,49%, respectivamente dos resultados finais.

Os resultados indicam que as pastas com inclusão de metacaolinita e de sílica ativa apresentaram RA aos 120 dias inferiores à da pasta de referência, sendo que as pastas PM e PS atingiram valores de RA 21 e 24%, respectivamente, inferiores a pasta de referência na mesma idade. O fato de ocorrer uma diminuição da RA da pasta com sílica ativa em relação à pasta de referência parece contradizer os resultados geralmente encontrados na bibliografía técnica que indicam uma tendência contrária (ver, por exemplo resultados de ZHANG *et al.* [32]). Entretanto, é importante ressaltar que o cimento utilizado para a produção das pastas estudadas na presente pesquisa apresenta alto teor de escória. Assim sendo, não devemos analisar os resultados obtidos sob a ótica de uma adição de sílica ativa a um cimento Portland típico (\cong 95% de clínquer) como aqueles que são geralmente utilizados para as pesquisas relatadas na literatura técnica. Devemos considerar que, sabendo-se que a adição de escória aumenta a RA [61], estaria sendo indicado pelos resultados aqui apresentados que a adição de sílica ativa seria benéfica do ponto de vista da RA. Tal tendência deve, entretanto, ser confirmada por um maior número de resultados experimentais.



Figura 4.37 – Retração autógena média das pastas.



Figura 4.38 – Retração autógena média das pastas, em escala logarítmica do tempo.



Figura 4.39 – Retração autógena média nos primeiros 30 dias.



Figura 4.40 – Retração autógena média nos primeiros 30 dias, em escala logarítmica do tempo.

Idadas	$RA(\mu\epsilon) CV (\%)$ - $\% RA/RA_{final}$			
Idades	PC	PM	PS	
1 dia	197,10 (19,68) - 10,83	286,22 (40,86) - 19,64	115,57 (5,48) - 8,75	
2 dias	402,80 (22,63) - 22,13	578,41 (14,54) - 39,69	259,28 (3,85) - 19,62	
3 dias	567,04 (18,03) - 31,15	741,80 (9,51) - 50,91	405,22 (2,91) - 30,67	
4 dias	710,77 (15,48) - 39,05	838,04 (7,68) - 57,51	497,86 (5,25) - 37,68	
7 dias	953,30 (11,81) - 52,37	989,01 (5,65) - 67,87	621,29 (2,34) - 47,02	
14 dias	1209,09 (9,65) - 66,42	1074,60 (4,83) - 73,74	772,88 (2,51) - 58,49	
28 dias	1378,01 (8,73) - 75,70	1145,86 (4,79) - 78,63	928,47 (1,41) - 70,26	
60 dias	1530,66 (7,31) - 84,09	1221,45 (5,21) - 83,82	1094,45 (0,97) - 82,82	
91 dias	1657,74 (7,08) - 91,07	1285,05 (5,31) - 88,19	1209,27 (1,46) - 91,51	
120 dias	1745,93 (6,89) - 95,92	1378,29 (5,50) - 94,58	1321,43 (1,96)	
142 dias	1820,28 (6,75)	-	-	
149 dias	-	1457,20 (5,73)	-	

Tabela 4.9 – Retração autógena das pastas.

A Figura 4.41 apresenta as variações das massas dos corpos de prova das pastas PC, PM e PS. Segundo ILLSTON e POMEROY [62] a selagem perfeita ocorre quando a perda de massa do corpo de prova com relação a sua massa de água atinge o valor máximo de 0,5%. Os resultados apresentados na Figura 4.41 indicam que a selagem foi eficiente, principalmente para a pasta PC, que atingiu a perda média máxima igual a 0,24%. Apesar das perdas médias máximas das pastas PM e PS terem ultrapassado o limite adotado por ILLSTON e POMEROY [62], os resultados obtidos foram considerados satisfatórios, pois para a perda limite de 0,5% as pastas PM e PS já apresentavam, respectivamente, 73,96 e 73,20% das retrações máximas medidas. Além disso, PM e PS atingiram o limite de 0,5% aos 109 e 51 dias, momentos em que os graus de hidratação já estavam acima de 0,993 e 0,843, respectivamente.

Comparando-se as perdas de massas obtidas na retração autógena com os teores de água livre das pastas medidos nos ensaios de perda ao fogo também é possível verificar e eficácia da selagem. Por exemplo, os teores de água livre determinados para a idade de 28 dias (obtidos por secagem aos 80°C) para as pastas PC, PM e PS foram iguais a, respectivamente, 45,98, 50,68 e 50,05% (com relação à massa de água de

amassamento). As perdas de massa das pastas PC, PM e PS no ensaio de retração autógena aos 28 dias foram iguais a 0,03, 0,20 e 0,30%, (com relação à massa de água de amassamento), para as pastas PC, PM e PS, respectivamente. Nota-se que as perdas nos corpos de prova selados são muito menores do que as observadas numa secagem total. As perdas de massa superiores das pastas PM e PS podem ser explicadas pelo uso de uma fita de alumínio diferente da fita utilizada na selagem dos corpos de prova da pasta PC. A mudança do tipo de fita ocorreu devido ao fato do fabricante do primeiro tipo de fita ter interrompido o fornecimento da mesma ao mercado do Rio de Janeiro.

A Figura 4.42 mostra, em um gráfico onde a retração autógena foi normalizada, para as três pastas ensaiadas, a hipótese simplificadora da bi-linearidade entre a retração autógena normalizada e o grau de hidratação, tomando-se uma reta entre o ponto correspondente ao limiar da percolação ($\xi_0 = 0,1$) e o ponto correspondente à RA máxima. Percebe-se que esta hipótese de bi-linearidade com o limiar da percolação correspondendo a $\xi_0 = 0,1$ representa uma boa aproximação para a implementação em códigos computacionais que consideram a retração autógena dentro dos quadros dos acoplamentos termo-químico-mecânicos [63].



Figura 4.41 – Variação de massa média das pastas.



Figura 4.42 – Retração autógena das pastas em função da hidratação.

5 Conclusões

As seguintes conclusões puderam ser obtidas do programa experimental executado no presente estudo:

Os resultados dos ensaios de resistência à compressão indicaram que a adição de sílica ativa proporcionou aumento na resistência à compressão da mistura de cimento Portland. Por exemplo, na idade de 28 dias a pasta PS apresentou resistência à compressão 6,0% maior que PC e 25,7% maior que PM.

Com relação às técnicas utilizadas para obtenção do grau de hidratação, os resultados indicaram uma boa aproximação entre o grau de hidratação determinado a partir dos resultados de resistência à compressão e àquele obtido a partir do ensaio de perda ao fogo. Os resultados foram mais próximos na idade de 28 dias, quando a diferença máxima entre os dois métodos foi igual a 11%. Para a idade de 14 dias, concluiu-se que a secagem em estufa realizada durante o ensaio de perda ao fogo afetou os resultados de grau de hidratação das misturas em idades mais jovens. Isto ocorreu porque a secagem durante dois dias a uma temperatura de 80°C em estufa ativou as reações de hidratação, aumentando o valor real do grau de hidratação.

Comparando-se o grau de hidratação obtido por termogravimetria com os demais métodos, observou-se que na idade de 28 dias a pasta PC apresentou um resultado inferior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em 15,9 e 14,%, respectivamente. Para a pasta PM, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em 8,9 e 4,9%, respectivamente. Para a pasta PS, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em 8,9 e 4,9%, respectivamente. Para a pasta PS, o resultado obtido aos 28 dias por termogravimetria foi superior aos resultados obtidos por perda ao fogo e por resistência à compressão em 8,9 e 11,9%, respectivamente.

Os resultados de resistência à tração por compressão diametral indicaram que o crescimento desta propriedade é mais rápida nas primeiras idades. Aos 7 dias, por exemplo, as resistências à tração das pastas PC, PM e PS já atingiam, respectivamente, 98,2, 76,3 e 95,8% da resistência observada aos 28 dias. Comparando-se o

desenvolvimento da resistência à tração a poucas idades com o da resistência à compressão, notou-se que a resistência à tração apresentou um desenvolvimento mais rápido. Aos dois dias, por exemplo, enquanto a resistência à tração das pastas PC, PM e PS atingiu, respectivamente, 58,9, 47,0 e 77,1% da resistência aos 162 dias de idade (216 para a pasta PM), a resistência à compressão atingiu 50,7, 38,3 e 33,5% para as pastas PC, PM e PS, respectivamente.

Com relação ao módulo de elasticidade, os resultados obtidos indicaram que seu crescimento é mais rápido nas primeiras idades. Aos sete dias, por exemplo, os módulos de elasticidade das pastas PC, PM e PS já atingiam, respectivamente, 94,7, 90,5 e 86,4% do módulo de elasticidade observado aos 28 dias.

Com relação ao coeficiente de Poisson, observou-se que o mesmo é de aproximadamente 0,47 - 0,50 com 8 horas de idade, reduzindo para 0,2 - 0,23 para idades superiores a 1 dia.

O uso de metacaolinita e sílica ativa em substituição de 10% de cimento Portland com alto teor de escória ocasionou uma redução na retração autógena, sendo que a pasta PS apresentou os menores resultados ao longo do estudo, seguida por PM e PC. A pasta que apresentou a menor retração autógena foi a pasta com inclusão de sílica ativa (PS), o que parece contradizer os resultados encontrados na bibliografía. Mas isto pode ser explicado pelo alto teor de escória encontrado no cimento utilizado no estudo (52%), que se trata de um material diferente porque não apresenta alto teor de clínquer como os cimentos utilizados normalmente em estudos sobre retração autógena. A mistura que apresentou a menor perda de massa durante o ensaio de retração autógena foi a pasta PC, seguida de PM e PS. Para as três misturas estudadas pode se adotar a hipótese simplificadora da bi-linearidade entre a retração autógena normalizada e o grau de hidratação, que representa uma excelente aproximação para a implementação em códigos computacionais que consideram a retração autógena dentro dos quadros dos acoplamentos termo-químico-mecânicos.

Sugestões para Futuras Pesquisas:

No decorrer deste trabalho foram identificados assuntos os quais se beneficiariam com a realização de futuras pesquisas. De importância particular são os seguintes:

- Investigação da retração autógena e evolução de propriedades mecânicas em função do tempo em pastas de cimento Portland com substituição de diferentes teores de escória de alto forno;
- Estudo do comportamento da retração autógena e evolução de propriedades mecânicas em função do tempo em pastas de cimento Portland com adições de metacaolinita e sílica ativa em diferentes teores;
- Estudo da influência de adições fibrosas e de agregados porosos na retração autógena de pastas de cimento;
- Estudo da retração autógena desde o início das reações de hidratação;
- Medição da evolução do grau de hidratação desde o início das reações de hidratação por análises térmicas;
- Estudo da retração autógena de concretos de alto desempenho, assim como de medidas para reduzir o seu valor, como por exemplo, uso de agregados porosos, fibras e aditivos químicos redutores de retração.

Referências Bibliográficas

- 1 MALHOTRA, V. M., "Introduction: sustainable development and concrete technology". *Concrete International*, vol. 24, n. 7, pp. 22.
- 2 Nogueira-Neto, P., "Efeito Estufa", Situação Ambiental Meio Ambiente, Ministério das Relações Exteriores. À disposição no endereço: http://www.mre.gov.br/cdbrasil/itamaraty/web/port/meioamb/sitamb/efestufa/.
- 3 VIEIRA, S. R. S. S., REGATTIERI, C. E. X., BAALBAKI, M., *Estudos sobre concreto de alto desempenho com cimento CPIII-40 Votoran*, Cimento Votoran.
- 4 MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M., *Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais*, 1 ed., São Paulo, PINI, 1994.
- 5 COPELAND, KANTRO, VERBECK, "Chemistry of hydration of Portland cement". Fourth International Symposium on Chemistry of Cement, Paper IV-3, Washington, 1960.
- 6 LAPLANTE, P., Propriétés mécaniques dês bétons durcissants: analyse comparée dês bétons classiques et à très hautes performances. Ph.D. thesis, École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France, 1993.
- 7 TORRENTI, J-M., *La résistance du béton au très jeune âge*. Bulletin de Liaison des LPC, n. 179, pp. 31-41, 1992.
- 8 POWERS, T. C., BROWNYARD, T. L., Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste. Portland Cement Association, Bulletin n. 22, 1948.
- 9 OLIVEIRA, C. T. A., *Água do poro de pastas de cimento de escória*. Tese de D.Sc., USP, São Paulo, SP, Brasil, 2000.
- 10 FELDMAN, R. F.; SEREDA, P. J., "A model for hydrated Portland cement paste deduced from sorption-length change and mechanical properties". *Materials and Structures*, vol. 1, n. 6, pp. 509-520, 1968.
- 11 GUÉNOT-DELAHAIE, I., Contribuition à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton. These de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, França, 1996.

- 12 YOUNG, J. F., MINDESS, S., GRAY, R. J., BENTUR, A., *The Science and Technology of Civil Engineering Materials*, 1 ed., New Jersey, Prentice Hall, 1998.
- 13 BYFORS, J., *Plain concrete at early ages*. Technical Report. Swedish Cement and Concrete Research Institute, S 100 44, Stockholm, 1980.
- 14 POWERS, T. C., "The thermodynamics of volume change and creep". *Materials and Structures*, vol. 1, n. 6, pp. 487-507, 1968.
- 15 HOLT, E., LEIVO, M., "Cracking risks associated with early age shrinkage". *Cement & Concrete Composites*, pp. 1-10, 2003.
- 16 ACKER, P., Comportement mécanique du béton: apports de l'approche physicochimique. Rapport de recherché LPC n. 152, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1988.
- 17 BOIVIN, S., Retrait au jeune âge du béton: Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène. Ph-D thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France, 1999.
- 18 BISSCHOP, J., "Evolution of solid behaviour". In: *Early Age Cracking in Cementitious Systems*, RILEM TC 181-EAS: Final Report, Edited by A. Bentur, pp. 27 36, 2003.
- 19 JUSTNES, H., CLEMMENTS, F., DEPUYDT, P., VAN GEMERT, D., SELLEVOLD, E. J., "Correlating the deviation point between external and total chemical shrinkage with setting time and other characteristics of hydrating cement paste". In: *RILEM workshop on shrinkage of concrete – Shrinkage 2000*, pp. 57 – 74, October, Paris, 2000.
- 20 UCHIKAWA, H., UCHIDA, S., HANEHARA, S., "Flocculation structure of fresh cement paste determined by sample freezing-back scattered electron image method", *Il Cemento*, vol.84, Janvier-Mars, pp. 3-22, 1987.
- 21 CORDEIRO, G. C., *Concreto de alto desempenho com metacaulinita*. Tese de M.Sc., UENF, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2001.
- 22 KHATIB, J. M., WILD, S., "Pore size distribution of metakaolin paste". *Cement and Concrete Research*, vol. 26, n. 10, pp. 1545-1553, 1996.

- 23 KHATIB, J. M., WILD, S., "Sulfate resistance of metakaolin mortar". *Cement and Concrete Research*, vol. 28, n. 1, pp. 28-92, 1998.
- 24 NEVILLE, A. M., Propriedades do Concreto, 2 ed., São Paulo, PINI, 1997.
- 25 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *Determinação da água da pasta de consistência normal*: NBR 11580. Rio de Janeiro, 1991.
- 26 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Determinação dos tempos de pega: NBR 11581. Rio de Janeiro, 1992.
- 27 SIERRA, R., "Répartition des différentes formes d'eau dans la structure des pâtes pures de C₃S et de ciment Portland". In: *Proceedings of the 7th International Congress on the Chemistry of Cement*, vol.3, pp. 201-206, Paris, France, 1980.
- 28 JENSEN, O. M., *Thermodynamic limitation of self-desiccation*. Building Materials Laboratory, Technical University of Denmark, Denmark, 1994.
- 29 CZERNIN, W., Cement Chemistry and Physics for Civil Engineers, Chemical Publishing Company, New York, U. S. A., 1962.
- 30 PARROTT, L. J., GEIKER, M., GUTTERIDGE, W. A., KILLOH, D., "Monitoring Portland cement hydration: Comparison of methods". *Cement and Concrete Research*, vol. 20, pp. 919-926, 1990.
- 31 PERSSON, B., "Hydration and strength of high performance concrete". *Advanced Cement Based Materials*, vol. 3, pp. 107-123, 1996.
- 32 ZHANG, M. H., TAM, C. T., LEOW, M. P., "Effect of water-to-cementitious materials ratio and silica fume on the autogenous shrinkage of concrete". *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 1687-1694, 2003.
- 33 MAZLOOM, M., RAMEZANIANPOUR, A. A., BROOKS, J. J., "Effect of sílica fume on mechanical properties of high-strength concrete". *Cement & Concrete Composites*, vol. 25, pp. 1-11, 2003.
- 34 LI, Z., DING, Z., "Property improvement of Portland cement by incorporating with metakaolin and slag". *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 579-584, 2003.
- 35 BROOKS, J. J., JOHARI, M. A. M., "Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete". *Cement & Concrete Composites*, vol. 23, pp. 495-502, 2001.

- 36 QIAN, X., LI, Z., "The relationships between stress and strain for high-performance concrete with metakaolin". *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 1607-1611, 2001.
- 37 OLUOKUN, F. A., BURDETTE, E. G., DEATHERAGE, J. H., "Elastic Modulus, Poisson's Ratio, and Compressive Strength Relationships at Early Ages". ACI Materials Journal, vol. 88, n. 1, pp. 3-10, 1991.
- 38 OLUOKUN, F. A., BURDETTE, E. G., DEATHERAGE, J. H., "Splitting Tensile Strength and Compressive Strength Relationship at Early Ages". ACI Materials Journal, vol. 88, n. 2, pp. 115-121, 1991.
- 39 AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. Building Code Requirements for Reinforced Concrete: ACI 318-83. Detroit, 1983.
- 40 AHMAD, S. H., SHAH, S. P., "Structural Properties of High Strength Concrete and Its Implications for Precast Prestressed Concrete". *PCI Journal*, vol. 30, n. 6, pp. 92-119, 1985.
- 41 LYNAN, C. G., *Growth and movement in Portland cement concrete*. Oxford University Press, London, 1934.
- 42 FAIRBAIRN, E. M. R., TOLÊDO-FILHO, R. D., SILVOSO, M. M., Modelagem do concreto a poucas idades com aplicações a barragens: Novos paradigmas e suas soluções. Projeto P&D ANEEL FURNAS/COPPETEC, 2003.
- 43 ACKER, P., ULM, F-J., "Creep and shrinkage of concrete: physical origins and pratical measurements". *Nuclear Engineering and Design*, vol. 203, pp. 143-158, 2001.
- 44 HUA, C., ACKER, P., EHRLACHER, A. "Analyses and models of the autogenous shrinkage of hardening cement paste". *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n. 7, pp. 1457-1468, 1995.
- 45 YOUNG, J. F., "Physical mechanisms and their mathematical descriptions". *In: Mathematical Modelling of Creep and Shrinkage of Concrete*, Bazant (Ed.), pp. 63-98, Wiley, New York, 1988.
- 46 LURA, P., JENSEN, O. M., BREUGEL, K. V. "Autogenous shrinkage in highperformance cement paste: Na evaluation of basic mechanisms." *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 223-232, 2003.

- 47 BAROGUEL-BOUNY, V., "Hydration and moisture distribution". In: *Early Age Cracking in Cementitious Systems*, RILEM TC 181-EAS: Final Report, pp. 39 45, July, 2002.
- 48 TAZAWA, E.-I., MIYAZAWA, S., "Effect of cementitious materials and mix proportion on the autogenous shrinkage of cement based material". *Journal of materials, concrete structures and pavement*, Japan Society of Civil Engineers, vol. 25, n. 502, 1994.
- 49 TAZAWA, E.-I., Autogenous Shrinkage of Concrete, E & FN Spon, London, 1998.
- 50 CHAN, Y. W., LIU, C. Y., LU, Y. S., "Effects of slag and fly ash on the autogenous shrinkage of high performance concrete". *In: Autogenous Shrinkage of Concrete*, E & FN Spon, pp. 221-228, London, 1998.
- 51 TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., "Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste". *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n. 2, pp. 281-287, 1995.
- 52 ANDRADE, W. P., Equipe do Laboratório de Concreto de FURNAS, CONCRETOS: massa, estrutural, projetado e compactado com rolo – Ensaios e propriedades. 1 ed., Editora PINI, São Paulo, 1997.
- 53 NBR NM23 Cimento Portland e Outros Materiais em Pó Determinação de Massa Específica. ABNT. Março, 2001.
- 54 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS Standard Test Method for Sílica – pH Value: D6739-01. 2001.
- 55 SILVA, F. C., Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa Solos, Brasília, 1999.
- 56 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Determinação da resistência à compressão : NBR 7215. Rio de Janeiro, 1996.
- 57 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS Standard Practice for Use of Apparatus for the Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar, and Concrete: ASTM C490. Philadelphia, 2002.

- 58 LANGE, D. A., ALTOUBAT, S. A., "Early thermal changes". In: *Early Age Cracking in Cementitious Systems*, RILEM TC 181-EAS: Final Report, pp. 37 38, July, 2002.
- 59 Laboratoire Central des Ponts et Chaussées Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité dês bétons – Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire: Méthodes d'essai nº 58. França, 2002.
- 60 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS Standard Test Method for Static Modulus of Elasticity and Poissons Ratio of Concrete in Compression: ASTM C469. Philadelphia, 1987.
- 61 LURA, P., JENSEN, O. M., VAN BREUGEL, K. "Autogenous deformation and RH change in Portland and blast furnace slag cement pastes". In: *Proceedings of "Self-Desiccation and Its Importance in Concrete Technology"*. Department of Building Technology and Structural Engineering, Aalborg University, pp. 127-137, June, 2002.
- 62 ILLSTON, J.M., POMEROY, C.D., "Recommendations for a standard creep test". *Concrete International*, pp. 24-25, December, 1975.
- 63 FAIRBAIRN, E. M. R., SILVOSO, M. M., TOLEDO FILHO, R. D., ALVES, J. L. D., EBECKEN, N. F. F.. "Optimization of mass concrete construction using genetic algorithms". *Cement & Structures*, vol. 82, n. 3, pp. 281-299, 2004.

Anexo

A.1 Retração por secagem

As evoluções das retrações por secagem das pastas PC, PM e PS estão apresentadas nas Figuras A.1, A.2 e A.3. Os resultados de retração por secagem das pastas estão apresentados na Tabela A.1.

As curvas médias da retração por secagem de cada mistura estão apresentadas na Figura A 4. Os resultados mostram que a pasta PC apresentou a menor cinética na evolução da retração, seguida de PM e PS. Nos primeiros 20 dias de ensaio as três pastas apresentaram resultados semelhantes. Aos 116 dias, idade de última leitura da pasta PS, a retração por secagem da pasta contendo sílica ativa era 8% maior que a da pasta contendo metacaolinita (PM) que era, por sua vez, cerca de 8,5% maior que a da pasta de cimento Portland (PC). Aos 237 dias de idade a retração por secagem da pasta contendo metacaolinita (PM) era cerca de 11% maior que a da pasta de cimento Portland (PC).



Figura A 1 – Retração por secagem da pasta PC.



Figura A 2 – Retração por secagem da pasta PM.



Figura A 3 – Retração por secagem da pasta PS.



Figura A 4 – Retrações por secagem médias das pastas.

Idades	RS(με) - %RS/RS _{final}			
	РС	PM	PS	
4 dias	205,78 - 20,21	198,79 - 17,59	168,76 - 18,45	
8 dias	270,06 - 26,52	267,12 - 23,63	299,77 - 32,78	
16 dias	354,42 - 34,80	358,93 - 31,75	399,54 - 43,69	
28 dias	441,41 - 43,34	455,62 - 40,31	503,83 - 55,09	
60 dias	595,18 - 58,44	630,51 - 55,78	700,43 - 76,59	
92 dias	703,81 - 69,11	756,52 - 66,93	832,28 - 91,01	
120 dias	781,11 - 76,70	847,24 - 74,96	914,53*	
237 dias	1018,39	1130,33		

Tabela A 1 – Retração por secagem das pastas.

* A idade final da pasta PS foi 116 dias.

As relações entre as retrações por secagem e as perdas de massa das pastas PC, PM e PS estão apresentadas nas Figuras A.5, A.6 e A.7. As curvas de todas as misturas estão apresentadas na Figura A.8. Os resultados mostram que para uma dada retração a pasta PM apresentou a maior perda de massa na secagem, seguida das pastas PC e PS.



Figura A 5 – Evolução da retração por secagem de PC com a perda de massa.



Figura A 6 – Evolução da retração por secagem de PM com a perda de massa.



Figura A 7 – Evolução da retração por secagem de PS com a perda de massa.



Figura A 8 – Evolução da retração por secagem de todas as misturas.

A.2 Retração total

As retrações totais (autógena seguida por secagem) das pastas PC, PM e PS estão apresentadas nas Figuras A.9, A.10 e A.11. As retrações médias totais das pastas estão apresentadas na Figura A.12.

A mistura que apresentou a maior retração total foi a PC, seguida de PM e PS. A retração final média de PC, aos 386 dias, foi igual a 2838,67 $\mu\epsilon$. A pasta PM apresentou retração final média de 2587,53 $\mu\epsilon$ aos 379 dias, cerca de 12,4% menor que a da pasta PC. A retração final média de PS foi igual a 2235,96 $\mu\epsilon$ aos 240 dias. Nesta mesma idade a pasta PC apresentou uma retração de 2700 $\mu\epsilon$ e a pasta PM de 2350 $\mu\epsilon$. Observa-se que a pasta PS apresentou uma retração total cerca de 5,8% menor que a da pasta PM e 18,0% menor que a da pasta PC.



Figura A 9 - Retração total da pasta PC.



Figura A 10 - Retração total da pasta PM.



Figura A 11 - Retração total da pasta PS.


Figura A 12 – Retração total média das pastas PC, PM e PS.

Livros Grátis

(<u>http://www.livrosgratis.com.br</u>)

Milhares de Livros para Download:

Baixar livros de Administração Baixar livros de Agronomia Baixar livros de Arquitetura Baixar livros de Artes Baixar livros de Astronomia Baixar livros de Biologia Geral Baixar livros de Ciência da Computação Baixar livros de Ciência da Informação Baixar livros de Ciência Política Baixar livros de Ciências da Saúde Baixar livros de Comunicação Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE Baixar livros de Defesa civil Baixar livros de Direito Baixar livros de Direitos humanos Baixar livros de Economia Baixar livros de Economia Doméstica Baixar livros de Educação Baixar livros de Educação - Trânsito Baixar livros de Educação Física Baixar livros de Engenharia Aeroespacial Baixar livros de Farmácia Baixar livros de Filosofia Baixar livros de Física Baixar livros de Geociências Baixar livros de Geografia Baixar livros de História Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura Baixar livros de Literatura de Cordel Baixar livros de Literatura Infantil Baixar livros de Matemática Baixar livros de Medicina Baixar livros de Medicina Veterinária Baixar livros de Meio Ambiente Baixar livros de Meteorologia Baixar Monografias e TCC Baixar livros Multidisciplinar Baixar livros de Música Baixar livros de Psicologia Baixar livros de Química Baixar livros de Saúde Coletiva Baixar livros de Servico Social Baixar livros de Sociologia Baixar livros de Teologia Baixar livros de Trabalho Baixar livros de Turismo