

Carolina Noda Livi

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E PRESSÃO NA
HIDRATAÇÃO E DESEMPENHO MECÂNICO DE PASTAS
PARA CONCRETO DE ULTRA-ALTO DESEMPENHO**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, da Universidade Federal de Santa Catarina, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Doutora em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Wellington Longuini Repette

Florianópolis
2017

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Livi, Carolina Noda
INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E PRESSÃO NA
HIDRATAÇÃO E DESEMPENHO MECÂNICO DE PASTAS PARA
CONCRETO DE ULTRA-ALTO DESEMPENHO / Carolina Noda
Livi ; orientador, Wellington Longuini Repette,
2017.
354 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós
Graduação em Engenharia Civil, Florianópolis, 2017.

Inclui referências.

1. Engenharia Civil. 2. Regimes de cura. 3.
Aquecimento por Infravermelho. 4. Compactação. 5.
Estado fresco. I. Repette, Wellington Longuini .
II. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. III.
Titulo.

Carolina Noda Livi

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E PRESSÃO NA
HIDRATAÇÃO E DESEMPENHO MECÂNICO DE PASTAS
PARA CONCRETO DE ULTRA-ALTO DESEMPENHO**

Esta Tese foi julgada adequada para obtenção do Título de “Doutora” e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil.

Florianópolis, 03 de Outubro de 2017.

Prof. Glicério Trichês, Dr.
Coordenador do Curso

Banca Examinadora:

Prof. Wellington Longuini Repette, Dr. - Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof.^a Angela Borges Masuero, Dr.^a
Universidade Federal do Rio Grande do Sul (Videoconferência)

Prof. Sérgio Cirelli Angulo, Dr.
Universidade de São Paulo (Videoconferência)

Prof. Philippe Jean Paul Gleize, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Fernando Pelisser, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Arnaldo Manoel Pereira Carneiro, Dr.
Universidade Federal de Pernambuco (Videoconferência)

Dedico àqueles que foram fundamentais para a realização deste sonho: meus pais, meu irmão e meu companheiro de vida.

AGRADECIMENTOS

“Agradecer é a arte de reconhecer e atrair coisas boas”

(Autor desconhecido)

Aos meus pais, Marcia e Harri pelo amor incondicional, orações, suporte, segurança para trilhar esta jornada: desde a escolha pela Graduação em Engenharia Civil até aqui. Ao meu irmão, Frederico, pela força; às minhas cachorras Lucy e Suzy, pelo poder de me alegrar mesmo que à distância. Sou grata e honro esta verdadeiro presente, que é a minha família.

Aos meus queridos avôs e avós, pelas histórias de superação. Especialmente vó Margarida e vô Seiki. O que eu aprendi em seus últimos dias foram lições para uma vida inteira. Vô Seiki, nossa última conversa deu aquele “empurrãozinho” que faltava! Gratidão e saudades eternas!

Ao meu querido companheiro, Mauro Eduardo. Por todos os motivos já mencionados na Dissertação e por ter participado ainda mais intensamente dos meus planos nestes últimos anos. Obrigada por, além de namorado, ter sido meu mentor e um exemplo de que a carreira acadêmica pode ser difícil, mas vale a pena. Obrigada, inclusive, pelo convívio familiar com os seus: Ieda, Mauro Tubias, Guilherme, Rose, Fernanda e os pequenos Sofia e Francisco.

Às guerreiras “Vevetes”: Anna, Dai, Danny, Jackie, Jana, Josi, Lilian e Marcinha, que me ensinaram a não duvidar do próprio potencial.

Aos meus amigos do LABMETRO: Mauro Eduardo (sim, de novo!), Claudio e Fabio. Sem vocês, o equipamento para cura sob pressão e temperatura não teria saído do papel. Foram tantos finais de semana e noites trabalhando no projeto e execução, que eu serei eternamente grata!

Aos amigos do PPGEC (Ana, Fabi, Leili, Mayara e Paula) e Nanotec/GDA (César, José, Lucas, Manuela, Nágilla, Ronaldo, Thiago e Vanessa) pelo companheirismo, solidariedade e conversas. Ao colega Giovanni pela ajuda no transporte do equipamento.

Meu muito obrigado à Pri, Mari e Prof. Glicério por todas as recomendações e ajuda, principalmente, mas não apenas, nos assuntos acadêmicos.

Quero demonstrar meu reconhecimento ao Prof. Dr. Wellington Longuini Repette, que me acolheu nesta instituição e foi peça fundamental para o meu crescimento. Agradeço pela confiança em meu trabalho.

Aos professores membros de banca por comentários, críticas e sugestões. Obrigada por ceder parte do seu tempo e contribuir para o bom êxito desta Tese.

À Universidade Federal de Santa Catarina, pela formação e infraestrutura disponibilizada, em especial os laboratórios e profissionais:

- Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil (NANOTEC-Lab/ECV/UFSC): André, pelas medições e participação de muitas discussões no grupo Nanotec/GDA; Prof. Philippe por toda ajuda e compreensão; Prof. Fernando pelas rápidas, mas certeiras conversas sobre as técnicas de caracterização.

- Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC/ECV/UFSC): Luiz, Roque e Renato, pela compreensão e apoio; Prof. Humberto, pelo espaço cedido;

- Laboratório de Experimentação em Estruturas (LEE/ECV/UFSC): Ivan, pelo empréstimo de células de carga e aquisitor utilizados na calibração;

- Laboratório CERMAT – Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Compósitos, do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC (CERMAT/EMC/UFSC): Andréia, Priscila, Mariana e César, pelas imagens de microscopia;

- Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME/UFSC): Américo e Gabriel, pelas imagens de microscopia;

- Laboratório de Materiais Vitrocerâmicos (Vitrocer-Lab/EMC/UFSC): Marcelo, pelo ensaio de pycnometria de hélio;

- Laboratório de Física Nuclear Aplicada da Universidade Estadual de Londrina (UEL): Prof. Avacir, pelas medidas de porosimetria.

- Laboratório de Síntese e Caracterização de Materiais (LSCM/CFM/UFSC): Zeane e Professores João Cardoso e Claudio, pela imensa ajuda nas análises de difração.

Agradeço à CAPES e CNPq, pelo auxílio financeiro. À FAPESC, pela infraestrutura do NANOTEC-Lab.

Ao Engenheiro Denis Weidann, da Grace Aditivos, pela doação de aditivo.

E para fechar: gratidão, Universo, por ter colocado pessoas maravilhosas neste caminho, as quais me ajudaram a aproveitar cada passo desta jornada, tornando a experiência do Doutorado uma vivência incrível de grande desenvolvimento. Que eu seja digna de levar adiante tudo que foi aqui aprendido.

A todos que estão lendo este trabalho, meu sincero obrigado.

Namastê! (^/^^)

“Não existe difícil. Tem que ir lá e fazer.”
(Seiki Noda)

RESUMO

Em uma realidade de demanda por concretos com melhores propriedades, novas tecnologias surgem continuamente a partir do aprimoramento de técnicas consagradas. Um exemplo é o concreto de ultra-alto desempenho (CUAD). Em meados de 1970, sabia-se que a resistência era melhorada promovendo a cura térmica sob pressão em condições extremas (temperaturas entre 100 a 400°C e a pressão na ordem de 800 MPa). Com a evolução do conhecimento, verificou-se a necessidade de adotar temperaturas inferiores para não comprometer a durabilidade. Além disso, as dificuldades de implementação de elevada pressão, tornou restrita a pressurização do concreto no estado fresco. Esta tese desenvolveu-se, portanto, em um contexto de adaptação destes parâmetros de cura. Foi elaborado um equipamento exclusivo para aplicação simultânea de pressão de até 10 MPa e temperatura máxima de 60°C, segundo diferentes tempos de espera para a cura térmica. Foram avaliadas as propriedades de massa específica, módulo de elasticidade dinâmico e resistência à compressão, com 1, 7 e 28 dias; além de verificadas alterações na cinética das reações a partir de ensaios de calorimetria. O grau de hidratação e o teor de portlandita, como indicadores da evolução das reações, foram quantificados por termogravimetria, e apresentaram valores na faixa de 40% a 60% e 10% a 16%, respectivamente. Adicionalmente, amostras foram submetidas à análise de porosidade, microscopia eletrônica de varredura e cristalografia por difração de raios X. Foi comprovado o efeito positivo da aplicação de pressão no desempenho das pastas, tanto em temperatura ambiente quanto em 40°C ou 60°C, sendo que quando combinado com cura térmica, a pressão compensou perdas de resistência observadas nas pastas aquecidas e não compactadas. Analisando os resultados aos 28 dias, tem-se que a combinação de pressão igual a 5 MPa, temperatura de 60°C e tempo de espera igual a 4h apresentou excelentes resultados de resistência (177 MPa) e módulo (42 GPa); similares à combinação entre 10 MPa de pressão, 40°C de temperatura e 0h de tempo de espera, cujos resultados foram de 174 MPa e 44 GPa, respectivamente. Sendo assim, verifica-se que embora seja positiva a combinação entre pressão e temperatura, é possível ajustar os parâmetros de cura segundo as necessidades de desempenho e condições de implementação de um sistema de cura térmica sob pressão.

Palavras-chave: Regimes de cura; Aquecimento por Infravermelho; Compactação; Estado fresco; Mistura cimentícias.

ABSTRACT

In a reality of a demand for concrete with better properties, new technologies are continually emerging from the improvement of established techniques. An example of this tendency is the ultra-high performance concrete (UHPC), able to develop strength above 150 MPa under conventional curing conditions. By the mid-1970s, it was known that strength was improved by hot pressing under extreme conditions (temperatures between 100°C to 400°C, and compaction pressure around 800 MPa). By the knowledge evolution, it was verified the need of lower temperature in order not to compromise durability. In addition, the difficulties of implementing high pressure systems, has restricted pressurization of concrete in fresh state. This thesis was developed in a context of adaptation of these curing parameters. It was designed an exclusive equipment for simultaneous application of pressure up to 10 MPa and maximum temperature up to 60°C, according different delay time prior to heating. It was prepared cylinder specimens, submitted to combinations of curing regimes. The effects were evaluated on properties as density, dynamic modulus of elasticity and compressive strength, at 1, 7 and 28 days. Changes in kinetics reactions were observed in isothermal calorimetry. Degree of hydration and portlandite content, as indicators of reaction evolution, was quantified by thermogravimetric techniques. Values were obtained in the range of 40% to 60% and 10% to 16%, respectively. Additionally, samples were submitted to porosity analysis, scanning electron microscopy and crystallography by X ray diffraction. The positive effect of pressure on pastes performance was desmonstrated, both at room temperature and at 40°C or 60°C. When combined with thermal curing, the pressure compensated loss of strength observed in hot and unpressed samples. Analyzing results at 28 days, the combination of 5 MPa of pressure, 60°C of temperature and 4h of holding time had excellent compressive strength (177 MPa) and dynamic modulus of elasticity (42 GPa), similar to the combination of 10 MPa, 40°C and 0h, which results were 174 MPa and 44 GPa. Therefore, it is found that while the combination of pressure and temperature is favorable to mechanical development, it is possible to fit the curing parameters to the performance requirements and conditions of implementation of a thermal curing system under pressure.

Keywords: Curing regime; Infrared Heating; Compaction; Fresh state; Cementitious mixtures.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1 - Reação da sílica ativa com o hidróxido de cálcio para formação de C-S-H adicional.....	45
Figura 2-2 – As quatro etapas de um ciclo de cura térmica à vapor típico plicado no concreto no estado fresco.	54
Figura 2-3 - Mecanismos envolvidos durante a prensagem.	61
Figura 2-4 – Morfologia tradicional do C-S-H: produtos internos e externos do C-S-H.	65
Figura 2-5 - Diferentes morfologias do C-S-H em CPR. (a) Fibrilar (Magnificação: 10.000x). (b) Alveolar (Magnificação: 4.500x). (c) Blocos maciços (Magnificação: 10.000x).....	66
Figura 2-6 - Estruturas cristalinas de C-S-H do tipo tobermorita em amostras com 4h de cura em autoclave. (a) Folhas. (b) Folhas estreitas.....	67
Figura 2-7 - Estruturas cristalinas de C-S-H do tipo jenita. (a) Prismático semitransparente. (b) Colmeia de abelha.	67
Figura 2-8 – Morfologia tradicional da portlandita.....	68
Figura 2-9 – Morfologia tradicional: (a) cristais de etringita; (b) placas de monossulfoaluminato com agulhas remanescentes de etringita.....	70
Figura 3-1 – Etapas do trabalho.	74
Figura 3-2 - Padrão de difração de raios X do cimento Portland.	78
Figura 3-3 - Distribuição granulométrica do cimento Portland utilizado....	79
Figura 3-4 - Padrão de difração de raios X da sílica ativa.	81
Figura 3-5 - Distribuição granulométrica da sílica ativa.....	81
Figura 3-6 - Comparação da granulometria dos materiais granulares e da mistura estudada.....	82
Figura 3-7 - Ensaio de minislump.	84
Figura 3-8 – Influência do teor de aditivo e relação água/cimento na abertura média das pastas.....	84
Figura 3-9 - Ciclo típico de cura térmica aplicado.	92
Figura 3-10 - Ensaio de módulo de elasticidade dinâmico.	94
Figura 3-11 - Exemplo de curva do perfil de liberação de calor na hidratação do cimento.....	98
Figura 3-12 - Preparação das amostras para caracterização microestrutural. (a) Fragmentos do corpo de prova. (b) Congelamento em nitrogênio líquido.	100
Figura 4-1 - Pórtico do Laboratório de Experimentação em Estruturas....	113
Figura 4-2 - Prensa de adensamento do tipo Bishop.....	113
Figura 4-3 - Ilustração do sistema de aplicação de carga. (a) Em paralelo. (b) Em série. (c) Encaixe do pistão.....	114

Figura 4-4 – Sistemas mecânicos de máquinas simples: Braço de alavanca, polia/ cabo e ponto fixo.	115
Figura 4-5 - Posição da estrutura de compactação em estágio inicial e final da compactação.....	116
Figura 4-6 - Trajetória em arco do braço de alavanca em diferentes estágios de compactação e o uso da roldana.....	117
Figura 4-7 - Construção da prensa. (a) Ponteamento das juntas. (b) Execução do cordão. (c) Limpeza e proteção da solda.	117
Figura 4-8 – Estrutura da prensa concluída.	118
Figura 4-9 - Moldes cilíndricos convencionais disponíveis no laboratório. (a) Vista frontal. (b) Vista superior.	118
Figura 4-10 – Desenvolvimento do molde monopartido. Forma cilíndrica, pistão e base usinadas. (a) Vista lateral. (b) Vista superior. (c) Base da forma.	119
Figura 4-11 – Conclusão do desenvolvimento dos moldes monopartidos.	119
Figura 4-12 - Dificuldades encontradas durante testes com o molde monopartido.(a) Extravasamento de pasta. (b) Falta de equilíbrio.	120
Figura 4-13 - Deformação do molde monopartido.	121
Figura 4-14 - Moldes bipartidos. (a) Detalhamento das peças. (b) Funcionamento do molde durante compactação.....	121
Figura 4-15 - Testes com moldes bipartidos e a expulsão do excesso de água: (a) pela folga entre pistão e forma na porção superior do molde; (b) pela abertura lateral.	122
Figura 4-16 - Ferramentas necessárias para a limpeza dos moldes.	122
Figura 4-17 - Evolução da temperatura com lâmpada halógena comum. .	124
Figura 4-18 - Evolução da temperatura com lâmpada halógena infravermelha.....	124
Figura 4-19 - Câmara de aquecimento. (a) Construção concluída. (b) Teste final das lâmpadas.....	125
Figura 4-20 – Instrumentação do controle de aquecimento. (a) Instrumentos National Instruments. (b) Comunicação via USB e dispositivos de segurança.	126
Figura 4-21 - Fluxograma simplificado do controle do acionamento da lâmpada.....	127
Figura 4-22 - Painel inicial do software TECO.	129
Figura 4-23 - Painel principal do software TECO.....	130
Figura 4-24 - Curva de calibração relacionando massa aplicada e força resultante.....	132

Figura 4-25 - Curva de calibração relacionando massa aplicada e pressão no corpo de prova.....	132
Figura 4-26 – Influência da pressão em temperatura ambiente na massa específica ao longo do tempo.	134
Figura 4-27 – Influência da pressão em temperatura ambiente no módulo de elasticidade dinâmico ao longo do tempo.	138
Figura 4-28 - Influência da pressão em temperatura ambiente na resistência à compressão, ao longo do tempo.	140
Figura 4-29 – Influência da pressão na porosidade acumulada e incremental, em temperatura ambiente.	143
Figura 4-30 – Influência da pressão na concentração de poros de bolhas de ar, macroporos e microporos.	144
Figura 4-31 – Influência da pressão em temperatura ambiente, na concentração de água não evaporável e grau de hidratação de amostras com 7 dias e 28 dias.	146
Figura 4-32 – Influência da pressão em temperatura ambiente, na concentração de portlandita e fases carbonáticas de amostras com 7 dias e 28 dias.	146
Figura 4-33 - Correlação entre o teor de portlandita calculado e experimental.	147
Figura 4-34 - Microfotografias da amostra P0,1.T23.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.	149
Figura 4-35 - Microfotografias da amostra P5.T23.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.	149
Figura 4-36 - Microfotografias da amostra P10T23.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.	150
Figura 4-37 – Morfologia da portlandita nas amostras: (a) P0,1.T23.0H.28D. (b) P10.T23.0H.28D.....	150
Figura 4-38 – Morfologia do C-S-H das amostras: (a) P0,1.T23.0H.28D (5.000x). (b) P5.T23.0H.28D (5.000x). (c) P10.T23.0H.28D (2.000x). ...	151
Figura 4-39 – Microfotografia de um aglomerado em P5.T23.0H.28D. Ampliação de 1.800x.	151
Figura 4-40 – Escaneamento em linha - HH-P5.T23.0H.28D. (a) Microfotografia. (b) Espectro EDS resultante.....	152
Figura 4-41 – Mapeamento dos principais elementos no C-S-H. Amostra P5.T23.0H.28D. (a) Mapa de silício. (b) Mapa de cálcio.	152
Figura 4-42 – Aglomerado de sílica nas amostras (a) P0,1.T23.0H.28D e (b) P10.T23.0H.28D.	153
Figura 4-43 – Aglomerado de sílica na amostra P5.T23.0H.28D.	153

Figura 4-44 – Escaneamento de P0,1.T23.28D. (a) Indicação da linha e pontos. (b) Espectro resultante do escaneamento em linha.	155
Figura 4-45 - Resultados do escaneamento em P0,1.T23.28D.	156
Figura 4-46 – Produtos hidratados ao redor de aglomerados de sílica. (a) C-S-H pobre em cálcio. (b) Produto similar ao da reação álcali-silicato.	156
Figura 4-47 - Curvas de fluxo de calor normalizado em relação à massa de cimento.	159
Figura 4-48 – Curvas de calor de hidratação liberado normalizado em relação à massa de cimento.	161
Figura 4-49 - Calor máximo e grau de hidratação.	161
Figura 4-50 - Gráfico de Arrhenius para determinação da energia de ativação.	163
Figura 4-51 – Efeito da temperatura em pressão atmosférica na massa específica.	164
Figura 4-52 – Efeito isolado da temperatura no módulo de elasticidade. .	166
Figura 4-53 – Efeito isolado da temperatura na resistência à compressão.	168
Figura 4-54 - Relação entre taxa de reação e resistência relativa.	170
Figura 4-55 - Efeito da temperatura na concentração de água não evaporável e grau de hidratação em amostras com 7 e 28 dias.	171
Figura 4-56 - Efeito da temperatura na concentração de hidróxido de cálcio e de fases carbonáticas em amostras com 7 e 28 dias.	171
Figura 4-57 - Efeito do tempo de espera na combinação entre cura térmica e sob pressão na massa específica (1 dia).	174
Figura 4-58 - Efeito do tempo de espera na combinação entre cura térmica e sob pressão no módulo de elasticidade (28 dias).	177
Figura 4-59 - Efeito da pressão, temperatura e idade no módulo de elasticidade.	179
Figura 4-60 - Efeito do tempo de espera na combinação entre cura térmica e sob pressão na resistência à compressão.	180
Figura 4-61 – Estimativa da distância de separação entre partículas.	183
Figura 4-62 - Efeito da temperatura de cura e tempo de espera na porosidade.	185
Figura 4-63 - Efeito da temperatura no incremento de porosidade das amostras compactadas com 10 MPa.	186
Figura 4-64 - Distribuição da concentração de poros para as diferentes temperaturas de cura.	187
Figura 4-65 - Efeito da cura térmica sob pressão na compacidade.	188

Figura 4-66 - Efeito combinado de cura térmica e sob pressão no grau de hidratação.....	189
Figura 4-67 - Ganho de grau de hidratação com a idade.....	190
Figura 4-68 - Efeito combinado de cura térmica e sob pressão na concentração de portlandita.....	191
Figura 4-69 – Efeito da pressão em temperatura ambiente na difração de raios x de amostras hidratadas com 28 dias.	193
Figura 4-70 - Efeito da temperatura (40°C e 60°C) em alta pressão (10 MPa) na difração de raios x de amostras hidratadas com 28 dias.....	194
Figura 4-71 - Padrão de difração de raios X de diferentes fases de C-S-H.	195
Figura 4-72 – Exemplificação da separação das curvas para estimativa do grau de cristalinidade.	196
Figura 4-73 - Fração amorfa e cristalina das amostras hidratadas.	196
Figura 4-74 - Microfotografias de P10T40.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.....	197
Figura 4-75 - Microfotografias de P10T40.4H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.....	197
Figura 4-76 - Microfotografias de P10T60.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.....	198
Figura 4-77 - Microfotografias de P10T60.4H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.....	198
Figura 4-78 – Microfotografias com ampliação de 2.000x: (a) P10.T40.0H.28D; (b) P10.T40.4H.28D	199
Figura 4-79 – Microfotografias com ampliação de 2.000x (a) P10.T60.0H.28D; (b) P10.T60.4H.28D.	199
Figura 4-80 - Relação entre módulo de elasticidade e resistência à compressão.....	203
Figura 4-81 - Resultados de resistência segundo a curva de Abrams.	204
Figura 4-82 - Relação entre módulo de elasticidade experimental e calculado considerando a massa específica.....	205
Figura 4-83 - Relação entre resistência à compressão e grau de hidratação.	206
Figura 4-84 - Relação entre resistência à compressão e concentração de portlandita.	208
Figura 4-85 - Relação entre porosidade e resistência à compressão, aos 28 dias.	209
Figura 4-86 - Relação entre porosidade capilar e resultados de termogravimetria aos 28 dias.	211

Figura 4-87 - Interação entre pressão e temperatura no módulo de elasticidade.	213
Figura 4-88 - Interação entre temperatura e pressão na resistência à compressão.	214
Figura 4-89 - Interação entre temperatura e tempo de espera no módulo de elasticidade dinâmico.	215
Figura 4-90 - Interação entre temperatura e tempo de espera na resistência à compressão.	216

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1 - Composição típica de CUAD em relação à massa de cimento.	43
Tabela 2-2 – Especificação da natureza dos materiais empregados em CUAD.	49
Tabela 2-3 - Especificação da natureza dos materiais empregados em CPR.	50
Tabela 2-4 - Especificação da natureza dos materiais empregados em concretos e pastas de alta resistência.	51
Tabela 2-5 – Dosagem (% em massa de cimento) de CPR e CUAD, com base na literatura.	52
Tabela 2-6 - Referência de literatura para os gradientes de aquecimento, resfriamento e temperatura máxima.	55
Tabela 2-7 – Detalhes dos procedimentos de cura sob pressão adotados por diferentes autores.	59
Tabela 2-8 – Comparação de procedimentos para cura sob pressão de CPR e pastas de cimento para poços de petróleo.	63
Tabela 2-9 – Comparação de procedimentos para cura sob temperatura de CPR e pastas de cimento para poços de petróleo.	64
Tabela 2-10 - Características físicas e químicas dos tipos de C-S-H observados em CPR autoclavado.	68
Tabela 3-1 – Caracterização química do cimento Portland CP V-ARI.	76
Tabela 3-2 - Correção do CaO.	77
Tabela 3-3 - Frações mássicas dos compostos do cimento anidro.	77
Tabela 3-4 - Fases identificadas no cimento CP V-ARI anidro.	78
Tabela 3-5 – Características físicas do cimento Portland CP V-ARI.	79
Tabela 3-6 - Características físicas e químicas da sílica ativa.	80
Tabela 3-7 - Características químicas da sílica ativa.	80
Tabela 3-8 - Características físicas e químicas do aditivo superplastificante.	83
Tabela 3-9 - Determinação do teor de sólidos do aditivo.	83
Tabela 3-10 - Composição das pastas de cimento.	88
Tabela 3-11 - Monitoramento do tempo de pega.	90
Tabela 3-12 – Calor de hidratação relativa dos principais constituinte do cimento Portland, em J/g.	99
Tabela 3-13 – Razões de massa atômica dos produtos hidratados para análise de EDS.	107
Tabela 4-1 - Nomenclatura adotada na identificação das amostras.	110
Tabela 4-2 – Dimensionamento do experimento fatorial do tipo 2 ^k	111

Tabela 4-3 - Sensibilidade da célula de carga.....	131
Tabela 4-4 – Planilha de cálculo para calibração da prensa.	131
Tabela 4-5 - Análise de variância da massa específica - efeito da pressão em temperatura ambiente.....	134
Tabela 4-6 - Grupos homogêneos de massa específica – efeito da pressão em temperatura ambiente.....	134
Tabela 4-7 - Obtenção da densidade de empacotamento.	137
Tabela 4-8 - Análise de variância do módulo de elasticidade - efeito da pressão em temperatura ambiente.....	138
Tabela 4-9 - Grupos homogêneos de módulo de elasticidade – efeito da pressão em temperatura ambiente.....	139
Tabela 4-10 - Análise de variância da resistência à compressão - efeito da pressão em temperatura ambiente.....	141
Tabela 4-11 - Grupos homogêneos da resistência à compressão – efeito da pressão em temperatura ambiente.....	141
Tabela 4-12 - Medidas de EDS nos grãos da amostra P5.T23.0H.28D....	154
Tabela 4-13 - Análise de variância da massa específica - efeito da temperatura.....	164
Tabela 4-14 - Grupos homogêneos de massa específica – efeito da temperatura.....	164
Tabela 4-15- Análise de variância do módulo de elasticidade - efeito da temperatura.....	166
Tabela 4-16 - Grupos homogêneos de módulo de elasticidade – efeito da temperatura.....	166
Tabela 4-17 - Análise de variância da resistência à compressão - efeito da temperatura.....	168
Tabela 4-18 - Grupos homogêneos de resistência à compressão – efeito da temperatura.....	168
Tabela 4-19 - Fatores avaliados na combinação entre temperatura e pressão.....	173
Tabela 4-20 - Análise de variância da massa específica - efeito combinado.....	175
Tabela 4-21 - Grupos homogêneos de massa específica (1 dia) – efeito combinado.....	175
Tabela 4-22 - Análise de variância do módulo de elasticidade - efeito combinado.....	177
Tabela 4-23 - Grupos homogêneos de módulo de elasticidade (28 dias) – efeito combinado.....	178

Tabela 4-24 - Análise de variância da resistência à compressão - efeito combinado.....	181
Tabela 4-25 - Grupos homogêneos de resistência à compressão dos principais fatores – efeito combinado.....	181
Tabela 4-26 - Fatores avaliados no efeito da temperatura.....	191
Tabela 4-27 - Fases identificadas nas amostras hidratadas.....	192
Tabela 4-28 - Relações entre módulo de elasticidade e resistência à compressão.....	202
Tabela 4-29 - Síntese dos principais efeitos.....	212

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFGC: *Association Française de Génie Civil*

ANE: Água não evaporável

ASTM: *American Society For Testing Materials*

C₂S: Silicato dicálcico (belita)

C₃A: Aluminato tricálcico

C₃S: Silicato tricálcico (alita)

CAD: Concreto de alto desempenho

CERMAT: Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Compósitos

CH: Hidróxido de cálcio (portlandita)

CPR: Concreto de pós reativos

C-S-H: silicato de cálcio hidratado

CUAD: Concreto de ultra-alto desempenho

DRX: Difração de raios X

FC: Fases carbonáticas

FHWA: *Federal Highway Administration*

FIB: *Fédération Internationale du Béton*

GDH: Grau de hidratação

JSCE: *Japan Society of Civil Engineering*

LEE: Laboratório de Experimentação em Estruturas

LMCC: Laboratório de Materiais de Construção Civil

MEV: Microscopia eletrônica de varredura

NANOTEC-Lab: Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil

TG: Termogravimetria (perda de massa)

DTG: Primeira derivada da perda de massas

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	33
1.1	OBJETIVOS.....	35
1.2	LIMITAÇÕES DO TRABALHO	35
1.3	ESTRUTURA DA TESE	36
2	CONCRETO DE ULTRA-ALTO DESEMPENHO.....	39
2.1	APLICAÇÕES	40
2.2	LIMITAÇÕES.....	41
2.3	MATERIAIS EMPREGADOS	43
2.3.1	O Cimento Portland	43
2.3.2	Materiais cimentícios suplementares: Sílica ativa..	44
2.3.3	Agregados.....	46
2.3.4	Água e aditivos químicos	46
2.3.5	Compilado dos materiais empregados segundo a Literatura	47
2.4	PRODUÇÃO.....	52
2.4.1	Cura térmica.....	53
2.4.2	Cura sob pressão	56
2.4.3	Combinação entre cura térmica e sob pressão	61
2.5	MICROESTRUTURA DA PASTA ENDURECIDA	65
2.5.1	Silicato de cálcio hidratado (C-S-H).....	65
2.5.2	Portlandita (CH).....	68
2.5.3	Sulfoaluminatos de cálcio	69
2.5.4	Porosidade.....	70
2.6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	71
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	73
3.1	MATERIAIS	75

3.1.1	Cimento Portland.....	75
3.1.2	Sílica ativa.....	79
3.1.3	Água e aditivo superplastificante	82
3.1.4	Estudo preliminar de trabalhabilidade e capacidade compressível	83
3.2	PROCEDIMENTO DE ELABORAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	87
3.2.1	Preparação das pastas de cimento.....	87
3.2.2	Enchimento dos moldes	89
3.2.3	Cura dos corpos de prova.....	89
3.3	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICAS	92
3.3.1	Massa específica	93
3.3.2	Módulo de elasticidade	93
3.3.3	Resistência à compressão	95
3.4	MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DE PARÂMETROS DA CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO	96
3.4.1	Fluxo de calor	98
3.4.2	Calor de hidratação	98
3.4.3	Grau de hidratação.....	99
3.4.4	Energia de ativação.....	100
3.5	MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA	100
3.5.1	Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).....	101
3.5.2	Termogravimetria.....	102
3.5.2.1	<i>Teor de água não evaporável</i>	<i>104</i>
3.5.2.2	<i>Teor de portlandita</i>	<i>105</i>
3.5.2.3	<i>Teor de carbonato de cálcio</i>	<i>106</i>
3.5.3	Difração de raios X	106

3.5.4	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	107
4	APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS	
	RESULTADOS.....	109
4.1	PROJETO E EXECUÇÃO DO EQUIPAMENTO	111
4.1.1	Desenvolvimento da prensa	112
4.1.2	Desenvolvimento dos moldes	118
4.1.3	Desenvolvimento da câmara de aquecimento	122
4.1.4	Desenvolvimento do de controle de aquecimento	126
4.1.5	Calibração da prensa	130
4.2	ESTUDO I: EFEITO DA PRESSÃO EM TEMPERATURA	
	AMBIENTE	133
4.2.1	Massa específica	133
4.2.2	Módulo de elasticidade.....	137
4.2.3	Resistência à compressão.....	139
4.2.4	Porosimetria por intrusão de mercúrio.....	142
4.2.5	Análise termogravimétrica	145
4.2.6	Microscopia eletrônica de varredura	148
4.2.7	Conclusões parciais	157
4.3	ESTUDO II: EFEITO DA TEMPERATURA EM PRESSÃO	
	ATMOSFÉRICA	158
4.3.1	Parâmetros de cinética a partir da calorimetria	
	isotérmica	158
4.3.1.1	<i>Fluxo de calor</i>	159
4.3.1.2	<i>Calor e grau de hidratação</i>	160
4.3.1.3	<i>Energia de ativação</i>	162
4.3.2	Massa específica	163
4.3.3	Módulo de elasticidade dinâmico	165
4.3.4	Resistência à compressão.....	167
4.3.5	Análise termogravimétrica	170

4.3.6	Conclusões parciais.....	172
4.4	ESTUDO III: EFEITO DA COMBINAÇÃO ENTRE CURA TÉRMICA E SOB PRESSÃO.....	172
4.4.1	Massa específica	174
4.4.2	Módulo de elasticidade	176
4.4.3	Resistência à compressão	180
4.4.4	Porosimetria por intrusão de mercúrio	185
4.4.5	Análise termogravimétrica.....	188
4.4.6	Difração de raios X	191
4.4.7	Microscopia eletrônica de varredura	197
4.4.8	Conclusões parciais.....	200
4.5	CORRELAÇÕES	201
4.5.1	Resistência x Módulo de Elasticidade	201
4.5.2	Resistência x Termogravimetria.....	205
4.5.3	Porosidade x Resistência x Termogravimetria.....	209
4.5.4	Conclusões parciais.....	211
5	CONCLUSÕES	217
	BIBLIOGRAFIA.....	221
	APÊNDICE I: RESULTADOS DE MASSA ESPECÍFICA.	239
	APÊNDICE II: RESULTADOS DE MÓDULO DE ELASTICIDADE	261
	APÊNDICE III: RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	283
	APÊNDICE IV: MICROFOTOGRAFIAS E ESPECTROS DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X.....	299
	APÊNDICE V: RESULTADOS DE POROSIMETRIA	309

APÊNDICE VI: RESULTADOS DE TERMOGRAVIMETRIA	317
APÊNDICE VII: COMPARAÇÃO DOS PADRÕES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	349
APÊNDICE VIII: CURVAS DE MONITORAMENTO DA CURA TÉRMICA	351

1 INTRODUÇÃO

O concreto de ultra-alto desempenho (CUAD), como o nome sugere, é um concreto com propriedades superiores de resistência, durabilidade e estabilidade a longo prazo (GRAYBEAL, 2006). Os primeiros estudos datam da década de 70, quando pesquisadores investigavam formas de diminuir a porosidade da matriz para melhorar a resistência à compressão, através da compactação à quente da mistura fresca (ROY, GOUDA e BOBROWSKY, 1972; ROY e GOUDA, 1973; BAJZA, 1983).

Uma definição mais objetiva foi proposta pela *Association Française de Génie Civil* (AFGC). Em seu último documento com recomendações técnicas, o CUAD foi classificado como um material de matriz cimentícia, com resistência à compressão característica superior a 150 MPa e inferior a 250 MPa (AFGC, 2013). Tal desempenho deve-se à microestrutura densa obtida do alto consumo de cimento, baixa relação água/cimento, inclusão de sílica altamente reativa e a granulometria adequada de filers (YAZICI, DENIZ e BARADAN, 2013).

Em decorrência das propriedades mencionadas, em países como os Estados Unidos da América, França, Japão e Austrália; o CUAD insere-se em um contexto de construção de novas obras de infraestrutura, recuperação ou ainda substituição de estruturas existentes (GRAYBEAL, 2008).

Outro cenário é o da industrialização e racionalização da construção civil (CERVERA, FARIA, *et al.*, 2002), em que podem ser desenvolvidas peças pré-fabricadas de diferentes geometrias e características, incluindo placas finas e peças delgadas como as utilizadas na cobertura da *Navarra House*, localizada na França; ou na fachada da Plataforma Basket SRL, na Itália; entre outros. Estas obras, cujos elementos de concretos foram desenvolvidos em Ductal, tinham como pré-requisitos a criação de elementos delgados, com liberdade de forma e elevada durabilidade (LAFARGE HOLCIM, 2017).

Para que as características desejadas sejam desenvolvidas, deve-se atentar à cura (AÏTCIN, 2000). Ainda que conhecido o efeito positivo da aplicação gradativa de pressão nas primeiras horas, a qual permite eliminar o excesso de água e diminuir a porosidade (NEMATZADEH e NAGHIPOUR, 2012), bem como reduzir a relação entre custo e resistência (İPEK, YILMAZ, *et al.*, 2011); poucos estudos consideram o efeito da pressão, e muito se fala sobre a cura térmica (BRESSON, MEDUCIN, *et al.*, 2002), que é utilizada principalmente em concretos pré-fabricados.

Em um contexto industrial, a cura térmica pode ser conduzida em pressão atmosférica ou em alta pressão. O primeiro caso destina-se aos grandes elementos estruturais, enquanto o segundo é orientado para pequenas peças devido à necessidade de uma autoclave. Além disso, para a cura térmica à vapor em pressão atmosférica existem recomendações bem definidas quanto ao ciclo de cura utilizado para evitar perdas de desempenho mecânico e de durabilidade (KOSMATKA e WILSON, 2011).

Alternativamente, é possível fornecer calor ao meio a partir de condutores elétricos, óleos ou outros fluidos quentes e radiação infravermelha (ACI, 1980; KOSMATKA; WILSON, 2015; NEVILLE, 2016). Destaca-se a radiação infravermelha emitida por lâmpadas, já consolidada no ramo de aquecimento industrial. Em comparação com um aquecimento por convecção, apresenta vantagens como a transferência direta de calor ao objeto, o tempo rápido de resposta ao acionamento, melhor controle de temperatura, entre outros (BARUCH, 2015).

Apesar dos benefícios do aquecimento por infravermelho, até o momento não foram encontrados registros nas plataformas de periódicos, como o Science Direct, utilizando este processo em materiais cimentícios. Identificando o potencial, nesta tese foi avaliado o uso de lâmpadas para fornecimento da radiação infravermelha.

Ainda no que diz respeito à cura térmica, em um contexto de CUAD, a revisão da literatura apontou a aplicação em pressão atmosférica realizada, em sua maioria, no concreto endurecido. Porém, tendo em vista a características aceleradora da temperatura nas reações de hidratação, outro diferencial deste trabalho foi utilizar o aquecimento por radiação infravermelha em misturas no estado fresco.

A cura sob pressão, tanto no estado fresco quanto endurecido, está limitada à infraestrutura de laboratório, em que são utilizadas prensas, câmaras de pressurização, aparatos com macaco hidráulico ou estufas de autoclave, com elevados níveis de pressão, superior à 300 MPa (ROY; GOUDA; BOBROWSKY, 1972). Uma aplicação mais amena, com cargas até 50 MPa foi apresentado por Justs, *et al* (2011, 2013), porém a pressão foi aplicada por macaco hidráulico, sendo que há limitações para este tipo de equipamento.

A combinação entre pressão e temperatura vem sendo investigada em pesquisas com concretos curados em autoclave e pastas para cimentação de poços de petróleo. Nestas, são utilizadas células que promovem um carregamento triaxial e aquecimento controlado, visando simular as condições de campo, em que são encontradas temperaturas na pasta de 180°C e pressão de 150 MPa (TAYLOR, 1997). Contudo, tais

condições, além dos materiais e parâmetros de dosagem utilizados diferem, em parte, do CUAD.

Por outro lado, os concretos curados em sistemas autoclavado estão expostos à pressões mais baixas até 3 MPa porém com temperaturas elevadas da ordem de 200°C (YAZICI; DENIZ; BARADAN, 2013).

Além das condições de temperatura e pressão, os sistemas citados diferem consideravelmente do equipamento proposto neste trabalho, em que se optou por uma carregamento de pressão não hidrostático e sentido axial, ao contrário dos demais que tem, como princípio, uma aplicação de pressão hidrostática.

Sendo assim, com o intuito de contribuir com o conhecimento a respeito da hidratação do cimento Portland, em regimes de cura mais acessíveis, este trabalho se propôs a avaliar o efeito isolado e combinado da pressão e temperatura aplicados em pastas cimentícias de ultra-alto desempenho no estado fresco, através de um equipamento simples e robusto. A eficiência dos regimes de cura foi avaliada segundo ensaios de caracterização microestrutural e mecânica.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo principal desta tese foi avaliar a influência dos diferentes tipos de cura na hidratação e nas propriedades mecânicas de pastas preparadas em conformidade com critérios de concreto de ultra-alto desempenho.

Para atingir o objetivo geral, estipularam-se os seguintes objetivos específicos:

- (i) Desenvolver um aparato que permita a aplicação simultânea de pressão e temperatura na mistura no estado fresco;
- (ii) Avaliar o efeito isolado e combinado da temperatura e pressão na hidratação do cimento, resistência e módulo de elasticidade dinâmico da pasta;
- (iii) Analisar a influência da alteração da microestrutura nas propriedades mecânicas da pasta.

1.2 LIMITAÇÕES DO TRABALHO

Em função do grande número de variáveis envolvidos no estudo do tema, foi necessário limitar o trabalho às seguintes considerações:

- (i) Análise experimental foi realizada em pastas, para evitar possíveis interações com agregados;
- (ii) Foram fixados os parâmetros de dosagem: relação água/cimento, proporção entre cimento Portland e sílica ativa;
- (iii) Utilizou-se um único tipo de cimento Portland e sílica ativa.

1.3 ESTRUTURA DA TESE

Esta tese contém cinco capítulos e sete apêndices, estruturados conforme se descreve.

O primeiro capítulo introduz o cenário em que a pesquisa está inserida, buscando justificar a importância do tema e as potenciais contribuições deste trabalho. Os objetivos almejados, em nível geral e específicos foram enunciados.

O segundo capítulo conta com a revisão de literatura de concreto de ultra-alto desempenho. Foram expostas definições, aplicações e limitações; além de considerações sobre a escolha dos materiais empregados e a produção, considerando a cura térmica, cura sob pressão e a combinação entre as duas. As principais pesquisas consultadas foram exibidas na forma de tabelas, para facilitar a visualização global do estado da arte e programas experimentais existentes. Ainda neste capítulo, as modificações esperadas na microestrutura foram descritas, no que diz respeito à formação e características das fases hidratadas e da estrutura de poros.

O delineamento do Programa Experimental foi descrito no capítulo terceiro. Mostrou-se a caracterização dos materiais utilizados e o procedimento de elaboração dos corpos de prova. Os parâmetros de cura adotados (nível de pressão, temperatura máxima e gradientes) foram definidos com base na literatura; sendo que o tempo de espera foi arbitrado considerando o tempo de pega determinado no aparelho de Vicat. Com base no conceito de maturidade, foi especificado a duração do regime isotérmico. Por fim, os métodos para avaliação de propriedades mecânicas, cinéticas e caracterização microestrutural foram elencados.

O capítulo seguinte reporta os resultados obtidos. O projeto, execução e calibração do equipamento desenvolvido foi exposto em detalhes. Os valores médios das propriedades mecânicas foram apresentados e, na sequência, foi feita a discussão do efeito isolado e

combinado da pressão e temperatura a partir dos ensaios de cinética e caracterização microestrutural.

As principais conclusões desta tese foram sumarizadas no capítulo 5. As sugestões apresentadas para trabalhos futuros decorrem das dificuldades encontradas durante a execução do programa experimental.

Os dados brutos e análise estatística dos dados de massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão, porosimetria e termogravimetria foram reportados em Apêndice; juntamente com outras imagens de microscopia eletrônica de varredura e as medidas de energia dispersiva de raios X para os elementos detectados nas amostras. Também constam as curvas de monitoramento da cura térmica, extraídas dos dados salvos pelo software desenvolvido.

2 CONCRETO DE ULTRA-ALTO DESEMPENHO

O Concreto de Ultra-Alto Desempenho (CUAD) pertence a uma nova classe de materiais (GRAYBEAL, 2006). Surgiu como alternativa às aplicações em que o concreto armado convencional armado ou protendido não foram capazes de atender a diferentes requisitos de projeto (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011).

Trata-se de uma evolução do Concreto de Alto Desempenho (CAD) (DE LARRARD e SEDRAN, 2002), cuja denominação pode mudar dependendo do país onde o concreto é aplicado, bem como o nível de resistência almejado, o emprego de fibras ou agregados diferenciados (MEEKS e CARINO, 1999; GRAYBEAL, 2006). Contudo, é de consenso que este material é, em base, um Concreto de Pós Reativos (CPR) (GOWRIPALAN e GILBERT, 2000; GRAYBEAL, 2006; REBENTROST e WIGHT, 2008; TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011; İPEK, YILMAZ e UYSAL, 2012; PREM, BHARATKUMAR e IYER, 2013; YAZICI, DENIZ e BARADAN, 2013).

O CPR é um material cimentício de ultra-alta resistência com maior homogeneidade, compacidade, ductilidade e melhor microestrutura. A maior homogeneidade deve-se à limitação do tamanho máximo das partículas, uma vez que não é incorporado o agregado graúdo, enquanto que a compacidade é melhorada por uma otimização granulométrica e pela aplicação de pressão antes ou durante o endurecimento (RICHARD e CHEYREZY, 1995; AİTCIN, 2000). Assim, do ponto de vista granulométrico, o CUAD é uma argamassa e não um concreto, ao qual podem ser adicionadas fibras. Contudo, mantém-se o termo concreto, devido ao elevado desempenho do material (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011).

A microestrutura pode ser melhorada através do tratamento térmico, que permite transformar o C-S-H em uma fase mais estável e resistente (AİTCIN, 2000). São adotadas baixas relações água/cimento, da ordem de 0,20, possíveis através do emprego de aditivos superplastificantes (İPEK, YILMAZ e UYSAL, 2012). A combinação de baixo consumo de água e adoção de materiais cimentícios suplementares, como a sílica, melhoram a zona de transição entre a matriz e o agregado (FIB, 2008).

Comercialmente, os concretos de ultra-alto desempenho disponíveis são denominados BCV¹, BSI², Ductal³ (RESPLENDINO, 2004; AFGC, 2013) e Ducorit⁴ (MOELLER, 2008), sendo o Ductal o mais utilizado (GRAYBEAL, 2006; REBENTROST e WIGHT, 2008; RESPLENDINO, 2008; AHLBORN, HARRIS, *et al.*, 2011; PREM, BHARATKUMAR e IYER, 2013).

O Ductal foi desenvolvido pela Lafarge, Bouygues e Rhodia, respectivamente produtora dos materiais (cimento, agregado e concreto), contratante/executora e fornecedora de aditivos químicos (JUSTS, BAJARE, *et al.*, 2011). É uma mistura pronta, composta de um material granular, reagentes líquidos e fibras metálicas (BRANDÃO, 2005). A mistura granular é otimizada através da composição com areia fina, cimento e quartzo moído, com diâmetro entre 150 e 600 µm, 15 µm e 10 µm, respectivamente. A sílica ativa apresenta um diâmetro suficiente apenas para preencher os espaços vazios remanescentes entre o grão de cimento e o quartzo moído. As fibras de aço, quando presentes, tem um diâmetro de 0,2 mm e comprimento de 12,7 mm. Como reagentes químicos, tem-se tanto aditivos superplastificantes quanto aceleradores (GRAYBEAL, 2006).

2.1 APLICAÇÕES

Em síntese, é um material para ser utilizado quando os requisitos são a ultra-alta resistência, durabilidade e aspectos arquitetônicos arrojados, com aplicações predominantemente industriais (BRANDÃO, 2005; WANG, *et al.*, 2012).

Quando as fibras são incorporadas, exibem potencial no campo do concreto protendido (GOWRIPALAN e GILBERT, 2000) devido à sua elevada resistência última à compressão e à tração na flexão, bem como suporte de carga de cisalhamento sem necessidade de armadura, o que permite seções delgadas e com liberdade de forma (BRANDÃO, 2005).

Além das propriedades mecânicas, o peso e custo são reduzidos em comparação ao concreto protendido (REBENTROST e WIGHT, 2008) e armado (MEEKS e CARINO, 1999). Confrontado com o concreto protendido, o peso próprio de um elemento estrutural pode ser reduzido

¹ BCV: Béton Composite Vicat, desenvolvido pela empresa Vicat

² BSI: Béton Spécial Industriel, desenvolvido pela empresa Eiffage

³ Ductal: Desenvolvido pela Lafarge-Holcim

⁴ Ducorit: produto da Densit Materials, da ITW Engineered Polymers

por um fator de três (BRANDÃO, 2005) e o consumo de concreto pode diminuir de 200 m³ para 80m³, como foi o caso do CUAD reforçado com fibras adotado no viaduto de Chabotte⁵ na França (RESPLENDINO, 2008). Trata-se, portanto, de uma opção atraente para estruturas com grandes vãos ou solicitações, sendo mais leves e duráveis (WALRAVEN, 2008), além de edifícios arranha-céus (MEEKS e CARINO, 1999).

Ainda devido à melhor durabilidade, é empregado em ambientes agressivos (MEEKS e CARINO, 1999), bem como no reparo e recuperação de estruturas deterioradas (WALRAVEN, 2008; TAYEH, BAKAR, *et al.*, 2013). Também é indicado para proteção de locais sujeito à explosão ou impacto, dada sua elevada capacidade de absorção de energia e resistência à fragmentação quando reforçado com fibras (REBENTROST e WIGHT, 2008).

2.2 LIMITAÇÕES

Embora seja um material de ponta e com vantagens em relação às propriedades mecânicas e de durabilidade, quando comparado com concreto convencional, armado ou protendido (GRAYBEAL, 2008; REBENTROST; WIGHT, 2008; TUTIKIAN; ISAIA; HELENE, 2011; WANG, *et al.*, 2012), existem razões que dificultam a aceitação do CUAD no mercado.

A começar pelo custo elevado dos insumos (GRAYBEAL, 2008). O emprego de materiais específicos e nobres, como a sílica ativa, o elevado consumo de cimento e técnicas de cura acelerada, encarecem a produção (GRAYBEAL, 2008; TUTIKIAN; ISAIA; HELENE, 2011; WANG, *et al.*, 2012) ou dificultam a inserção do material na linha de produção existente na indústria (GRAYBEAL, 2008).

Além disso, ainda que sejam conhecidas as propriedades mecânicas e de durabilidade, superiores às tecnologias tradicionais, a ausência de um banco de dados em diferentes condições de exposição, gera dificuldades inerentes ao processo de aceitação de novos produtos (GRAYBEAL, 2008).

Por fim, até o início da década de 2010, a falta de códigos de projeto era outro fator limitante, de modo que o projetista baseava-se em

⁵ Designação oficial: PS34, passando pela auto-estrada A51, localizado em Monestier-de-Clermont (Isère, Auvergne-Rhône-Alpes). Informações mais detalhadas podem ser encontradas em: < <https://structurae.info/ouvrages/pont-de-la-chabotte>>.

resultados de pesquisa ou em adaptações dos códigos atuais (GRAYBEAL, 2008; REBENTROST e WIGHT, 2008). Todavia, adaptações são requeridas uma vez que existem critérios nos documentos técnicos vigentes que não se aplicam aos concretos com resistências mais elevadas (MEEKS e CARINO, 1999). Por exemplo, as normas nacionais NBR 8953, destinada aos concretos com fins estruturais; e NBR 6118, de projeto de estruturas de concreto, limitam-se à 100 MPa (ABNT, 2015) e 90 MPa (ABNT, 2014).

Esta realidade tende a mudar, com a publicação dos documentos oficiais da FHWA (*Federal Highway Administration*), FIB (*Fédération Internationale du Béton*), JSCE (*Japanese Society of Civil Engineerings*) e, mais recentemente, a AFGC (*Association Française de Génie Civil*).

O relatório da FHWA reporta os resultados de uma série de estudos de caracterização das propriedades do Ductal, com foco nas obras de infraestrutura. Discorre-se quanto ao preparo, regimes cura, controle de qualidade e fatores influentes nas propriedades mecânicas e de durabilidade (GRAYBEAL, 2006).

O Boletim 42, da FIB, trata dos modelos constitutivos de CAD com resistência à compressão máxima de 150 MPa, que relacionam resistência, deformação, impacto, idade, fadiga e efeito de altas temperaturas. Também fornece equações para avaliar os fenômenos de transporte associados à durabilidade do concreto endurecido (FIB, 2008).

Recomendações de projeto e construção de elementos estruturais a base de compósitos cimentícios de alto desempenho reforçado com fibras foram apresentadas por (JSCE, 2008). Foram definidas, ainda, práticas para verificação das propriedades mecânicas, características térmicas, retração, fluência e abertura de fissuras.

Menciona-se o guia de recomendações técnicas da AFGC, atualizado em 2013 e, possivelmente, o mais completo documento oficial para CUAD. Está dividido em quatro partes, sendo a primeira destinada ao preparo e ensaios de caracterização. A parte 2 trata dos métodos de projeto de estruturas, durabilidade e desenvolvimento sustentável. O comportamento e modelagem por elementos finitos do material frente a abalos sísmicos e incêndio são expostos ao final (AFGC, 2013).

Por fim, em julho de 2016 a AFNOR (*Association Française de Normalisation*) publicou o primeiro documento oficial para CUAD, denominado *NF P18-470 Concrete - Ultra-high performance fibre-reinforced concrete - Specifications, performance, production and conformity*. Embora não tenha sido possível o acesso à esta norma, certamente este foi um marco no desenvolvimento desta nova classe de materiais para construção civil.

2.3 MATERIAIS EMPREGADOS

O Concreto de Ultra-Alto Desempenho é composto, basicamente, de cimento, areia fina, sílica ativa, superplastificante e, facultativamente, fibras de aço ou fibras não-metálicas (REBENTROST; WIGHT, 2008). Exemplos de composição típica são reportadas na Tabela 2-1, a partir de dados de Brandão (2005), Graybeal (2006) e Ahlborn, Peuse e Misson (2008).

Tabela 2-1 - Composição típica de CUAD em relação à massa de cimento.

MATERIAL	BRANDÃO (2005)	GRAYBEAL (2006)	AHLBORN; PEUSE; MISSON, (2008)
Cimento Portland	1,00	1,00	1,00
Areia fina	1,25	1,43	1,23
Sílica ativa	0,15	0,33	0,26
Pó de quartzo	0,10	0,30	0,12
Aditivo superplastificante	0,02	0,04	0,02
Aditivo acelerador	N.U.	0,04	N.U.
Fibras metálicas	0,22	0,22	0,20
Água	0,21	0,15	0,20

Legenda: N.U. (Não utilizado).

2.3.1 O Cimento Portland

O cimento é o material aglutinante. Sua escolha depende da disponibilidade comercial. Em teoria, sugere-se o cimento mais puro possível, como CP-I seguido do CP-V ARI (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011).

Se houver a possibilidade de desenvolver um novo material, recomenda-se priorizar um cimento pobre em C_3A , com teor abaixo de 3%, para que a liberação de calor de hidratação não ocorra de forma rápida e deletéria (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011), além de demandar menor quantidade de água (DE LARRARD e SEDRAN, 1994) e promover melhores resultados de resistência (RICHARD e CHEYREZY, 1995).

Na Alemanha foi desenvolvida a tecnologia do cimento Mikrodur, um cimento modificado com escória de alto forno, de elevada finura (16 μm , 9,5 μm e 6 μm) para uso em concretos de alta resistência. Para

CUAD, evoluiu-se para o cimento Nanodur, modificado com nanossílica (STRUNGE e DEUSE, 2008).

Quanto ao consumo de cimento, com foco na resistência, o CUAD demanda cerca de 900 kg/m^3 de concreto, enquanto que para o CPR tradicional é de 1200 kg/m^3 e concreto convencional na faixa de 300 a 600 kg/m^3 (WANG, YANG, *et al.*, 2012).

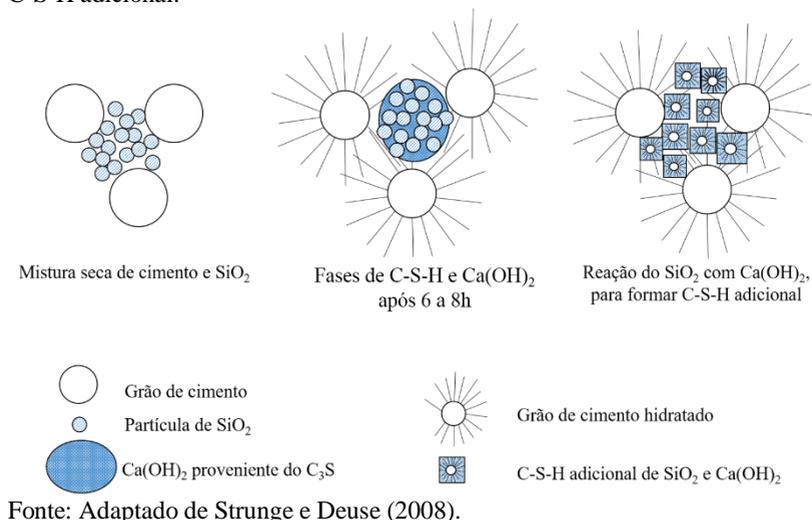
2.3.2 Materiais cimentícios suplementares: Sílica ativa

Em concretos de alto desempenho são empregados materiais cimentícios suplementares, também denominados adições (AİTCIN, 2000). São materiais que em contato com uma solução fortemente alcalina e contendo íons de cálcio, reagem com a água formando produtos de mesma natureza daqueles provenientes da hidratação do cimento Portland. A reação pode ser potencializada por temperaturas elevadas (CINCOTTO, 2011) e promove o refinamento dos poros e consequente diminuição da permeabilidade do concreto (KHAN e LYNSDALE, 2002).

Os materiais cimentícios suplementares mais usuais são a sílica ativa, a cinza volante e a escória de alto forno (MEEKS; CARINO, 1999). Por se tratar de resíduos industriais, existe uma dificuldade para otimizar a dosagem, em função das variações de composição química e distribuição das partículas, inerentes ao processo de obtenção dos materiais (OERTEL, HUTTER, *et al.*, 2013), o que demanda ajustes experimentais. Por outro lado, permitem reduzir os custos do CUAD (AİTCIN, 2000) pela diminuição no consumo de cimento (YU, SPIESZ e BROUWERS, 2014).

A preferência pela sílica, considerada indispensável para desenvolver as propriedades de ultra-alto desempenho (AİTCIN, 2000; YAZICI; DENİZ; BARADAN, 2013), deve-se à sua elevada finura e pozzalanicidade (KHAN; LYNSDALE, 2002), capaz de acelerar as reações e formar uma matriz hidratada de melhor qualidade (WANG, *et al.*, 2012). Isto porque ao reagir com a portlandita proveniente do C_3S , a sílica ativa forma um C-S-H adicional, melhorando o empacotamento das partículas, como é ilustrado na Figura 2-1 (OERTEL, *et al.*, 2013).

Figura 2-1 - Reação da sílica ativa com o hidróxido de cálcio para formação de C-S-H adicional.



Sendo assim, a sílica ativa exerce efeitos físicos e químicos (GUÉNOT-DELAHAIE, 1996). O efeito químico decorre das reações pozolânicas (İPEK; YILMAZ; UYSAL, 2012). O efeito físico advém do preenchimento dos vazios entre os materiais granulares (İPEK; YILMAZ; UYSAL, 2012) através do efeito fíler; bem como à criação de pontos de nucleação que aceleram a reação de hidratação (OERTEL, *et al.*, 2014a).

O conseqüente refinamento da microestrutura é observado em imagens de microscopia eletrônica de varredura e confirmado pela porosidade mensurada pelo método de intrusão de mercúrio. Enquanto uma mistura sem sílica apresenta uma porosidade de 11,3 % (em volume), a mesma mistura com sílica ativa tem uma porosidade de 7,8% (OERTEL, *et al.*, 2013).

Apesar das vantagens do seu emprego, a escolha do tipo de sílica deve ser criteriosa por, pelo menos, três motivos. Em comparação aos concretos convencionais, a atividade pozolânica pode ser limitada no CUAD em função da baixa quantidade de água adotada (OERTEL, *et al.*, 2013).

Além disso, dependendo do modo de obtenção pode resultar uma superfície específica tão elevada a ponto de demandar maior quantidade de aditivo superplastificante para garantir a trabalhabilidade do concreto (KHAN; LYNDALE, 2002); ou mesmo promover uma aglomeração das partículas mais finas (RICHARD; CHEYREZY, 1995).

Por fim, no que diz respeito ao consumo, Aïtcin (2000) recomenda a dosagem de 3% a 10% em substituição à massa de cimento; enquanto Tutikian; Isaia; Helene (2011) sugerem uma substituição de 25%, para que a sílica atue igualmente como fíler. Para uma relação entre sílica e cimento de 0,25, é possível consumir toda portlandita resultante da hidratação, bem como obter um empacotamento ótimo (RICHARD e CHEYREZY, 1995).

2.3.3 Agregados

Sabe-se que o agregado é o ponto fraco da matriz devido à transferência de tensões (AÏTCIN, 2000). Assim, a escolha por partículas menores é desejável em função da maior superfície específica, que permite distribuir as tensões incidentes e diminuir o contato, evitando possíveis falhas localizadas (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011). Como consequência, as microfissurações decorrentes de carregamentos externos, retração autógena e de expansões diferenciais entre agregado e pasta são reduzidos, melhorando as propriedades mecânicas (RICHARD e CHEYREZY, 1995).

Nesse contexto, a uso exclusivo de agregados miúdos com diâmetro médio máximo de 600 μm e mínimo de 150 μm , permite obter uma matriz homogênea e com menor relação agregado/matriz (RICHARD e CHEYREZY, 1995).

Um exemplo de agregado miúdo com o diâmetro desejado é o pó de quartzo (IPEK, YILMAZ e UYSAL, 2012). Uma vez que a rocha de quartzo é de elevada dureza e resistência a compressão, possível de ser usado simultaneamente o quartzo na forma de areia (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011) para chegar em um empacotamento otimizado (AHLBORN, PEUSE e MISSON, 2008).

O uso de pó de quartzo é particularmente interessante, pois embora seja considerado um material inerte, torna-se reativo e catalisa as reações pozolânicas quando ativado termicamente (YAZICI, DENIZ e BARADAN, 2013).

2.3.4 Água e aditivos químicos

A água é meio e parte das reações de hidratação responsáveis pelo desempenho do concreto. Em teoria, é necessária uma relação água/cimento superior a 0,40 para que todos os grãos de cimento sejam

hidratados. Em excesso, adicionada para melhorar a trabalhabilidade não participa das reações, aumenta a porosidade e, conseqüentemente, diminui o desempenho mecânico e de durabilidade (MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE, 2016).

Quando reduzida, podem restar grãos de cimento anidros e isso pode ser benéfico. Quanto menor a demanda, para obter uma fluidez desejada, melhor pode ser considerada a composição granulométrica da mistura (RICHARD e CHEYREZY, 1995), pois é possível deslocar as moléculas de água da vizinhança dos grãos de cimento, com o emprego de partículas finas e esféricas, o que provoca sua deflocação e liberação da água então aprisionada, contribuindo para a fluidificação da mistura (AÏTCIN, 2000). Também pode ser utilizados aditivos químicos redutores de água (GUÉNOT-DELAHAIE, 1996) e incorporadores de ar (JSCE, 2008).

Em uma situação de bombeamento em obra, Wang, *et al.* (2012) sugere o retardador de pega. Porém atenta-se ao já conhecido problema de atraso do endurecimento do CUAD em decorrência das altas dosagens de aditivos redutores de água. Nesse sentido, novos aditivos a base de metacrilato e glicol estão sendo estudados para obter a fluidez desejada sem comprometer a evolução das reações de hidratação (SCHRÖL, PLANK e GRUBER, 2008).

Outro ponto a ser considerado durante a seleção do aditivo é a possibilidade de incompatibilidade com o cimento Portland. Dependendo do tipo, da quantidade e reatividade das fases, bem como da solubilidade dos sulfatos, podem surgir incompatibilidades relacionadas à cinética (AÏTCIN, 2000).

Por fim, deve ser avaliado o teor de sólidos e a natureza da cadeia polimérica. Os aditivos orgânicos de base policarboxílica e teor de sólidos entre 40 a 45% têm mostrado resultados satisfatórios em CUAD (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011).

2.3.5 Compilado dos materiais empregados segundo a Literatura

Com o objetivo de fundamentar a escolha dos mesmos para esta tese, na Tabela 2-2 foram compilados os materiais empregados por diversos autores, com a especificação da natureza dos materiais, quanto aos tipos de cimento, adição, agregado, aditivo e fibras.

Corroborando com o mencionado anteriormente, observa-se a preferência por cimentos mais puros, como o CPI e o CPV. Quanto à adição, predomina o emprego de sílica ativa, com eventual uso de escória

de alto forno. No que se refere aos agregados e aditivos, verifica-se a tendência de empregar pó de quartzo e superplastificante a base de policarboxilato. Contudo, não se descartam outros tipos de aditivos químicos (superplastificantes de diferentes bases químicas e modificadores de pega). Por fim, quanto às fibras, é recomendado o seu uso para diminuir a fragilidade da matriz.

É importante reiterar que o CUAD é uma evolução de diversos concretos especiais, os quais visam o mesmo desempenho, mas apresentam nomes e composições de materiais diferentes, como mostra a Tabela 2-3, para CPR. Assim como o atual CUAD, o CPR original é confeccionado com cimentos mais puros (CPI e CPV), sílica ativa, pó de quartzo e aditivo superplastificante a base de policarboxilato. Diferentemente do anterior, neste encontra-se maior ocorrência do emprego de fibras de aço.

Quando o foco do material está na alta resistência à compressão (Tabela 2-4), pode-se descartar o uso de aditivos e fibras. Com exceção de El-Dieb (2009) e Murthy; Iyer; Prasad (2013), os demais autores desenvolveram concreto de ultra-alta resistência, a partir da escolha do cimento, relação água/cimento e o emprego de técnica de compactação do concreto, sem o uso de sílica ativa, aditivos e fibras.

Tabela 2-2 – Especificação da natureza dos materiais empregados em CUAD.

AUTOR (ES)	ANO	CIMENTO	a/c	ADICÇÃO	AGREGADO	ADITIVO	FIBRAS
De Larrard; Sedran	1994	Pobre em C ₃ A	0,15 a 0,23	Sílica ativa	Areia	SP-M	N.U.
Graybeal; Hartmann Gerlicher;	2003	CP* ¹	0,12	Sílica ativa	Areia fina, quartzo moído	SP-PC e acelerador	Aço
Heinz; Urbonas	2008	CPI	N.I.	Escória e sílica ativa	Pó de quartzo	SP-PC	N.U.
Justs, et al.	2011, 2013	CPI	0,25	Sílica ativa, nanossílica	Areia, pó de quartzo	SP-PC	N.U.
Wang, et al.	2012	CPI	0,14 a 0,18	Sílica ativa, escória de alto forno	Agregado de calcário, areia fina	SP*, retardador	N.U.
Oertel, et al	2013, 2014, 2014a	CPV-ARI RS	0,23	Sílica ativa	Areia e pó de quartzo	SP-PC	N.U.
Prem; Bharatkumar ; Yier	2013	CPI	0,22	Sílica ativa	Pó de quartzo e areia	SP-PA	Aço
Yu; Spiesz; Brouwers	2014	CPI	0,23 a 0,33	Sílica ativa	Pó de quartzo, pó de calcário, areia	SP-PC	Aço

Legenda: CP*¹ (Cimento Portland cujo tipo não foi especificado); SP-M (superplastificante a base de melamina); N.I. (não informado), N.U. (não utilizado); SP-PC (superplastificante a base de policarboxilato); SP* (superplastificante a base de ácido amino-sulfônico); SP-PA (superplastificante a base de poliácrlato).

Tabela 2-3 - Especificação da natureza dos materiais empregados em CPR.

AUTOR (ES)	ANO	CIMENTO	a/c	ADIÇÃO	AGREGADO	ADITIVO	FIBRAS
Richard; Cheyrezy	1995	CPI	0,15 a 0,19	Sílica ativa	Pó de quartzo, areia, agregado de aço	SP-PA	Aço
Ipek, et al.	2011 2012	CPV-ARI	0,25	Sílica ativa	Areia, pó de quartzo	SP-PC	Aço
Mallmann	2013	CPV-ARI	0,23	Sílica ativa, nanossílica	Areia silicosa e pó de quartzo	SP-PC	N.U.
Yazici; Deniz; Baradan	2013	CPI	0,18	Sílica ativa	Pó de quartzo, areia	SP-PC	Aço

Legenda: SP-PA (superplastificante a base de poliacrilato); SP-PC (superplastificante a base de policarboxilato); N.U. (não utilizado).

Tabela 2-4 - Especificação da natureza dos materiais empregados em concretos e pastas de alta resistência.

AUTOR (ES)	ANO	CIMENTO	a/c	ADIÇÃO	AGREGADO	ADITIVO	FIBRAS
Roy; Gouda; Bobrowsky	1972 e 1973	Branco, CPI, CPV-ARI	0,21	N.U.	N.U.	N.U.	N.U.
Bajza	1983	CP*1	0,08 a 0,30	N.U.	N.U.	N.U.	N.U.
Bresson, <i>et al</i>	2002	C ₃ S anidro	0,44 e 0,55	Pó de sílica	N.U.	N.U.	N.U.
El-Dieb	2009	CPI	0,27	Sílica ativa	Pedra natural, areia de duna	SP-PC	Aço
Živica; Križma	2011	CPI, CPII-E	0,10 a 0,20	N.U.	N.U.	N.U.	N.U.
Nematzadeh; Naghypour	2012 2012a	CPI	0,55 a 0,71	N.U.	Natureza fluvial	N.U.	N.U.
Murthy; Iyer; Prasad	2013	CPI	0,23	Sílica ativa	Pó de quartzo, areia, brita	SP-PC	Aço

Legenda: CP*1 (Cimento Portland cujo tipo não foi especificado); N.U. (não utilizado); SP-PC (superplastificante a base de policarboxilato).

Dos autores citados, compilam-se na Tabela 2-5 as informações de dosagem utilizados pelos autores pioneiros em CPR e trabalhos mais recentes em CUAD. Consta-se que os valores médios e a moda para a relação água/cimento é 0,23 e 0,25; para sílica ativa/cimento é 0,27 e 0,25, e o teor de superplastificante é 3% e 2%, respectivamente.

Tabela 2-5 – Dosagem (% em massa de cimento) de CPR e CUAD, com base na literatura.

AUTOR	ANO	a/c	s/c	SP
Richard e Cheyrezy	1995	0,15	0,25	0,02
Ipek et al	2011	0,25	0,30	0,03
Zivica e Krizma	2011	0,10	-	-
Justs et al	2011 e 2013	0,25	0,13	0,03
Ipek, Yilmaz, Uysal	2012	0,25	0,30	0,03
Prem; Bharatkumar e Iyer	2013	0,22	0,25	0,02
Yazici, Deniz, Baradan	2013	0,18	0,23	0,05
Oertel et al	2013	0,21	0,21	0,03
Murthy, Iyer, Prasad	2013	0,23	0,25	0,04
Oertel et al	2014	0,23	0,21	0,03
Yu, Spiesz, Brouwers	2014	0,28	0,06	0,06

Legenda: s/c (razão entre sílica ativa e cimento Portland); SP (superplastificante).

2.4 PRODUÇÃO

Além das características dos materiais e desempenho diferenciados, o CUAD demanda cuidados e, eventualmente, adaptações na cadeia produtiva; o que pode prejudicar a aceitação do material pelos fabricantes de concreto. Nesse contexto, é importante falar do tempo e sequência de mistura, bem como os regimes de cura.

O tempo de mistura do CUAD é maior em relação ao concreto convencional (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011), podendo chegar até 20 minutos (GRAYBEAL, 2006; AHLBORN, PEUSE e MISSON, 2008). O fato deve-se à ausência do agregado graúdo, o qual auxilia na dispersão dos componentes menores (TUTIKIAN, ISAIA e HELENE, 2011).

Enquanto o tempo de mistura parece variar conforme critérios de cada autor, a sequência de incorporação dos materiais segue o padrão

consolidado na produção de pastas e argamassas. Isto é, inicialmente os materiais secos granulares são homogeneizados para posteriormente receberem a água e o aditivo (DE LARRARD; SEDRAN, 2002; JUSTS, *et al.*, 2011; WANG, *et al.*, 2012; JUSTS, *et al.*, 2013; HELMI, *et al.*, 2016), e, por último, as fibras (GRAYBEAL, 2006; İPEK, YILMAZ, *et al.*, 2011; İPEK, YILMAZ e UYSAL, 2012; YAZICI, DENİZ e BARADAN, 2013; YU, SPIESZ e BROUWERS, 2014).

Diferentes tipos de cura podem ser utilizados, como a cura convencional, térmica e sob pressão. A cura convencional é realizada em água e as propriedades mecânicas desenvolvem-se naturalmente (BRANDÃO, 2005; WANG, YANG, *et al.*, 2012; OERTEL, HUTTER, *et al.*, 2013; YU, SPIESZ e BROUWERS, 2014).

Contudo, é possível acelerar o processo de endurecimento e ganho de resistência com a elevação da temperatura de cura, através do aquecimento por condução/convecção, resistência elétrica ou vapor em diferentes pressões (KOSMATKA; WILSON, 2011). É aplicada nos primeiros dias do concreto durante determinado tempo, após o qual o material segue para uma cura convencional em água (DE LARRARD e SEDRAN, 1994; GRAYBEAL e HARTMANN, 2003; AHLBORN, PEUSE e MISSON, 2008; GERLICHER, HEINZ e URBONAS, 2008; PREM, BHARATKUMAR e IYER, 2013).

A imposição de pressão aumenta a compacidade da matriz. Trabalhos pioneiros no desenvolvimento dos CPRs empregaram simultaneamente cura térmica e sob pressão (ROY, GOUDA e BOBROWSKY, 1972; ROY e GOUDA, 1973) ou iniciaram a pressurização de misturas frescas e após o endurecimento foram submetidas à cura térmica (RICHARD e CHEYREZY, 1995; BONNEAU, LACHEMI, *et al.*, 1997). Porém há poucas informações atuais sobre os métodos.

Dada a importância do tópico no desenvolvimento desta tese, discute-se separadamente sobre cada um dos regimes de cura acelerada que podem ser adotados.

2.4.1 Cura térmica

A cura térmica pode ser utilizada em dois estágios distintos. No primeiro, quando o concreto se encontra no estado fresco, o calor é fornecido ao sistema para acelerar as reações de hidratação. No segundo, o concreto endurecido é aquecido e mantido em um nível de umidade próximo ao de saturação, durante poucas horas. Neste caso, é

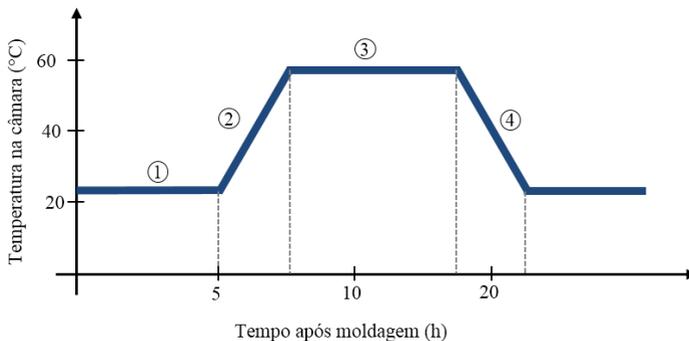
potencializado o desenvolvimento de novos produtos hidratados, que melhoram a resistência da matriz e amenizam as deformações tardias (AFGC, 2013).

Em CUAD, o procedimento tem sido executado predominantemente no estado endurecido em câmaras de vapor (GRAYBEAL; HARTMANN, 2003; GRAYBEAL, 2006; İPEK, *et al.*, 2011; İPEK; YILMAZ; UYSAL, 2012; AHLBORN, *et al.*, 2011), estufas convencionais (RICHARD; CHEYREZY, 1995; MURTHY; IYER; PRASAD, 2013; PREM; BHARATKUMAR; IYER, 2013) e autoclaves (MURTHY, IYER e PRASAD, 2013; YAZICI, DENIZ e BARADAN, 2013).

Destes, destaca-se a cura térmica à vapor uma prática comum na produção de concretos pré-fabricados devido à aceleração das reações de hidratação e do endurecimento (DONIAK; GUTSTEIN, 2011). Com isso, diminui-se o tempo de cura, permite-se o rápido manuseio e aplicação das peças, aumenta-se a rotatividade do uso dos moldes e desenvolve-se resistência satisfatória em tempo reduzido (CAMARINI; CINCOTTO, 1995).

Recomenda-se, para tanto, a adoção de um ciclo de cura térmica, conforme a Figura 2-2. São definidos parâmetros como a gradiente de aquecimento e resfriamento, a temperatura máxima de cura e a duração (CAMARINI, 1995; CAMARINI; CINCOTTO, 1995; MELO, 2000; VOLLENWEIDER, 2004; KOSMATKA; WILSON, 2011).

Figura 2-2 – As quatro etapas de um ciclo de cura térmica à vapor típico plicado no concreto no estado fresco.



Fonte: Adaptado de Camarini e Cincotto (1995) e Kosmatka e Wilson (2011).

A primeira etapa (①) corresponde ao *período de espera*. Sugere-se um tempo no mínimo igual ao início de pega, preferencialmente entre

3 a 5 horas, para minimizar a formação de fissuras de origem térmica (VOLLENWEIDER, 2004) e não comprometer a resistência aos 28 dias (CAMARINI, 1995; KOSMATKA; WILSON, 2011).

Na sequência (2), tem-se o *período de aquecimento* em que ocorre o aumento controlado da temperatura de cura até atingir o valor máximo pretendido, obedecendo um gradiente de aquecimento (KOSMATKA; WILSON, 2011; CAMARINI, 1995).

Uma vez atingida a temperatura máxima, principia-se o *período de manutenção do regime isotérmico* (3), no qual desenvolve-se uma resistência mínima desejada para transporte ou operação do material (CAMARINI e CINCOTTO, 1995). Esta variável depende do tipo de aglomerante empregado, sendo que recomendações atuais sugerem um período de 6 a 12 horas para cimentos de alta resistência inicial expostos à 60°C (KOSMATKA e WILSON, 2011).

Por fim, no *período de resfriamento* (4), a temperatura das peças é gradualmente diminuída até atingir a temperatura ambiente, cuidando para evitar possíveis retrações térmicas. Recomenda-se aplicar o mesmo gradiente do aquecimento, para manter a homogeneidade do ciclo (CAMARINI, 1995).

Informações de referência para os gradientes e temperatura máxima, com base na literatura considerando a cura térmica à vapor em pressão atmosférica, são apresentados na Tabela 2-6.

Tabela 2-6 - Referência de literatura para os gradientes de aquecimento, resfriamento e temperatura máxima.

AUTOR (ES)	G ₁ (°C/h)	T _{max} (°C)	G ₂ (°C/h)
Camarini (1995)	20	80	20
Vollenweider (2004)	5 a 15	60 a 70	n.e.
ABNT (2006a)	20	70	30
Kosmatka e Wilson (2011)	10 a 20	60	20

Legenda: G₁ (gradiente de aquecimento); T_{max} (temperatura máxima); G₂ (gradiente de resfriamento).

Ainda em relação à temperatura máxima de cura, existem outras considerações. Os compósitos cimentícios de alto desempenho são mais suscetíveis ao efeito da cura térmica e as recomendações japonesa, europeia e brasileira sugerem não exceder 40°C (JSCE, 2008), 65°C (AFGC, 2013) e 70°C (ABNT, 2006a), com o objetivo de evitar a formação de etringita tardia (TAYLOR, 1993; AFGC, 2013).

Além do aquecimento com vapor, outros métodos podem ser utilizados como: aquecimento elétrico, fluidos quentes, micro-ondas ou infravermelhos. Destaca-se o infravermelho, que tem uma aplicação definida como limitada (KOSMATKA e WILSON, 2011), possivelmente pelas poucas pesquisas realizadas; sendo este o método explorado neste trabalho.

Por fim, vale mencionar que a influência de diferentes regimes de cura térmica em Ductal no estado endurecido foi estudado previamente por Graybeal; Hartmann (2003), Graybeal (2006) e Ahlborn; Peuse; Misson (2008). Destacam-se os resultados obtidos por Graybeal (2006), o qual concluiu que a cura em vapor em alta temperatura (90°C, umidade relativa de 95%) aplicada 4 horas depois do desmolde e mantida durante 44 horas, quando comparada com cura em ambiente de laboratório, promoveu um ganho de resistência de 53%, chegando a 193 MPa, e um aumento no módulo de 23%, atingindo 52,4 GPa. Quando comparados com corpos de prova curados em condição de vapor com temperatura amena (60°C), ou elevada (90°C) mas aplicado com uma espera de 15 dias, tais ganhos são observados, mas em menor magnitude (GRAYBEAL, 2006). Sendo assim, o uso de cura térmica no estado endurecido mostrou-se satisfatório

2.4.2 Cura sob pressão

Outra forma de acelerar o endurecimento do concreto é combinar cura úmida e pressão (TAYLOR, 1997). A aplicação desta no concreto fresco durante 6 a 12 horas, acompanhada ou não de aquecimento, diminui mecanicamente a porosidade, favorecendo a obtenção de resistências elevadas em reduzido espaço de tempo (ROY, GOUDA e BOBROWSKY, 1972; İPEK, YILMAZ, *et al.*, 2011).

Isso é possível por eliminação do ar incorporado e o excesso de água capilar, redução do diâmetro dos poros e da retração autógena (BONNEAU, LACHEMI, *et al.*, 1997; AİTCİN, 2000; JUSTS, BAJARE, *et al.*, 2011; İPEK, YILMAZ, *et al.*, 2011).

Com o aumento da densidade da matriz (RICHARD e CHEYREZY, 1995; ZHOU e BEAUDOIN, 2003), tem-se reflexos positivos na melhora da durabilidade, da resistência à compressão (İPEK, YILMAZ e UYSAL, 2012) e do módulo de elasticidade (NEMATZADEH e NAGHIPOUR, 2012a).

A pressão aplicada ao longo do tempo influencia a hidratação do cimento em três diferentes estágios. Nas primeiras horas (entre 8h e 10h),

a água atinge facilmente os grãos de cimento anidro e a pressão pouco influencia o grau de hidratação. Em um estágio intermediário (entre 15h e 18h), a migração da água ocorre em menor taxa devido ao enrijecimento da matriz, contudo a aplicação de pressão induz microfissuras que permitem a movimentação da água. No estágio final (20h), a pasta oferece resistência suficiente para resistir à abertura de microfissuras e o grau de hidratação é pouco influenciado (ZHOU; BEAUDOIN, 2003). Tal efeito é ainda mais evidente quando se utilizam materiais de baixa reatividade (ŽIVICA; KRIŽMA, 2011).

Destaca-se o efeito positivo no aumento da hidratação de pastas cimentícias para baixas relações água/cimento. De acordo com Zhou e Beaudoin (2003), que estudaram a hidratação de pastas com a/c de 0,35 e 0,50, quanto menor esta razão, maior é o potencial de migração de água entre os grãos anidros através das microfissuras, com a consequente melhora no grau de hidratação. Obviamente, outros fatores estão envolvidos, como o a estrutura de poros e a hidratação no instante da aplicação da pressão.

As microfissuras surgem na interface entre grão anidro e matriz sendo, posteriormente preenchida por produtos de hidratação (ZHOU; BEAUDOIN, 2003), de modo que não prejudicam a resistência à compressão (RICHARD; CHEYREZY, 1995). Quando o agregado está presente, ocorre também uma compensação pela expansão do mesmo após o descarregamento (İPEK; YILMAZ; UYSAL, 2012).

No que tange à prática da cura sob pressão, as informações são difusas e não estão consolidadas como na cura térmica com vapor em pressão atmosférica. Por este motivo, recorre-se à compilação e tabulação de informações provenientes de alguns autores (Tabela 2-7). São expostos o momento de aplicação de pressão (estado fresco ou endurecido), faixa aplicada e duração. Diferentes equipamentos podem ser utilizados ou desenvolvidos e outras informações relevantes para o melhor entendimento da técnica são mostrados.

A bibliografia consultada foi exclusivamente laboratorial, isto é, sem aplicação direta na indústria. A aplicação de pressão no estado fresco foi possível com prensas ou câmaras de pressurização.

Diferentes níveis de compactação foram adotados: desde a pressão atmosférica até 700 MPa. Estudos indicaram que a resistência aumentou com o carregamento aplicado. Contudo, o processo pode se tornar impraticável para pressões superiores a 25 MPa, devido ao alto investimento necessário (İPEK; YILMAZ; UYSAL, 2012), sendo que

uma resistência à compressão satisfatória, superior a 100 MPa, pode ser obtida com carregamento da ordem de 10 MPa (JUSTS, *et al.*, 2013).

Em relação à duração, foram observadas aplicações rápidas, de 3 a 30 minutos, ou até estabilização da carga ou até o endurecimento do concreto. Ademais, é possível manter o carregamento por 6 dias.

Tabela 2-7 – Detalhes dos procedimentos de cura sob pressão adotados por diferentes autores.

AUTOR (ES)	ANO	EST.	FAIXA DE PRESSÃO	DURAÇÃO	EQUIPAMENTO	OUTRAS INFORMAÇÕES
Bajza	1983	F	0, 45, 101, 207 MPa	3 min	Não informado	-
Coutts; Warden	1990	F	0,14 a 3,15 MPa	1h	Prensa universal	Desmolde com 24h
Zhou; Beaudoin	2003	E	6,8 MPa	Até 72h	Câmara com água e pistão flutuante.	Pressão hidrostática (fluxo de gás de N2 e válvulas de controle)
Justs, <i>et al.</i>	2011 2013	F	0, 10, 20, 30, 40, 50 MPa	24h	Aparato desenvolvido. Aplicação individual de pressão (macaco hidráulico)	Pressão axial (Aplicação manual e controle através de manômetro)
Živica; Križma	2011	F	27, 48, 82 MPa	3 min	Prensa universal	-
Nematzadeh; Naghipour	2012	F	Não mencionado	15 a 30 min (Até estabilizar)	Aparato desenvolvido. Aplicação em série (macaco hidráulico)	Pressão axial (controle por correlação entre a pressão lateral e axial)
Nematzadeh; Naghipour	2012a	F/E	Pressão lateral 4,7-18,9 MPa	15 a 30 min + 6 dias	Idem anterior.	Incluiu pressão no concreto endurecido.
Nozahic, <i>et al.</i>	2012	F	2 e 5 MPa	Não mencionado	Aparato desenvolvido. Aplicação individual (macaco hidráulico).	Desmolde após 48 horas. Armazenados em temperatura ambiente.

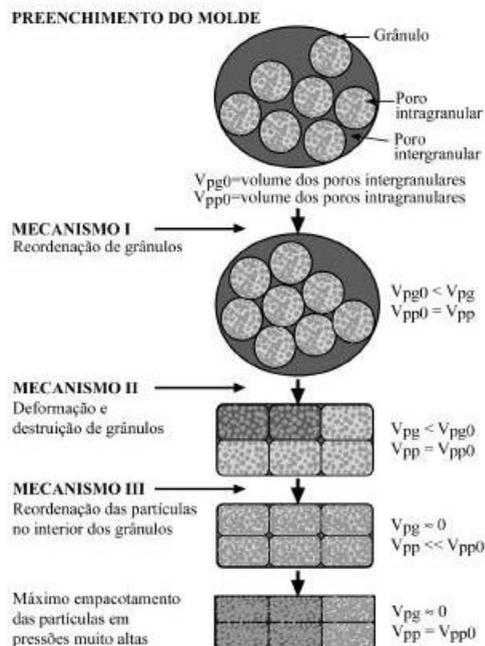
Legenda: EST (estado); E (endurecido); F (fresco).

Além da cura sob pressão de materiais cimentícios, o processo de compactação é utilizado na prensagem de materiais cerâmicos, em que ocorre a conformação de uma peça a partir de um pó granulado que é vertido em um molde, passa por uma etapa de compactação da massa, seguida pela extração da peça. É utilizado em duas modalidades: prensagem uniaxial e isostática (ALBERO, 2000).

Na prensagem uniaxial, são utilizados moldes e punções rígidos que podem ter efeito simples ou duplo, a partir dos tipos de punções utilizados. O critério de escolha é definido pela geometria da peça, que deve ser simples e possível de aplicar a carga em uma única direção. Já a prensagem isostática é utilizada para peças com geometria complexa e que podem apresentar uma distribuição não homogênea de pressão sobre a superfície do molde (ALBERO, 2000).

Durante a pressurização do pó, o aumento da compactidade deve-se a três mecanismos/etapas, considerando a presença de poros intergranulares e intragranulares, além de partículas que compõe o grânulo (Figura 2-3). No primeiro, tem-se a máxima compactação devida à reordenação dos grânulos, o que provoca uma redução do volume ocupado por poros intergranulares. Na segunda etapa, os grânulos são deformados plasticamente ou destruídos. Ao final, modifica-se o volume e tamanho dos poros intragranulares devido ao deslizamento e reordenação das partículas no interior dos grânulos, sendo que para pressões elevadas (acima de 30 MPa para os materiais cerâmicos) ocorre a destruição total dos aglomerados (ALBARO, 2000a).

Figura 2-3 - Mecanismos envolvidos durante a prensagem.



Fonte: (ALBARO, 2000a)

2.4.3 Combinação entre cura térmica e sob pressão

O efeito combinado de pressão e temperatura no estado fresco, nas propriedades de CPR foi explorada inicialmente por Roy; Gouda e Bobrowsky (1972) e Richard e Cheyrezzy (1995). Recomendações para o emprego de autoclave foram sugeridas por Taylor (1997).

Roy; Gouda e Bobrowsky (1972) utilizaram uma célula e estudaram pastas pressurizadas (345 MPa, 517 MPa, 689 MPa) durante 5 h em temperatura ambiente; e pressurizadas (345 MPa) com temperatura de 150 °C durante 1 h. Os resultados de compressão aos 28 dias foram de 509 MPa para os corpos de prova compactados a quente e 317 MPa para os corpos de prova pressurizados a 689 MPa em temperatura ambiente. Os autores atribuem o resultado à possibilidade de redução da porosidade intrínseca da matriz.

Richard e Cheyrezzy (1995) aplicaram uma pressão de 50 MPa no estado fresco. Após o início de pega, promoveram o aquecimento para

250°C e 400°C e retiraram a pressão. Os corpos de prova não compactados exibiram valores de resistência à compressão de 170 MPa a 230 MPa. Os compactados contendo microesferas de aço, resultaram entre 650 MPa e 810 MPa.

Em Taylor (1997), existe uma recomendação para a cura em autoclave: uma permanência entre 2 a 4 horas em vapor saturado a 175°C e 0,8 MPa, precedida por pré-cura em temperatura ambiente durante as horas iniciais para evitar os problemas decorrentes da elevação da temperatura no concreto.

Complementando estes estudos tradicionais, outros mais recentes são mostrados na Tabela 2-8 e Tabela 2-9, conduzidos em pastas de cimento convencionais, pasta para cimentação de poços de petróleo e CPR. Mencionam-se, apenas, dados do programa experimental, sem atentar-se ao desempenho mecânico obtido pelos autores.

Desta revisão de literatura, verificou-se que a imposição de pressão das amostras no estado fresco de CPR foi viabilizada por prensa e a elevação de temperatura ocorre em seguida da pressurização. Outra situação é o uso de autoclave para promover o aquecimento sob pressão após o desmolde dos corpos de prova.

No caso das pastas de cimentação de poços de petróleo, foram utilizadas células que permitiram a aplicação de pressão hidrostática e temperatura simultaneamente, em níveis mais baixos por mais tempo. A conclusão, geralmente, é de que a pressão exerce pouco efeito na hidratação, prevalecendo a temperatura (PANG; JIMENEZ; IVERSON, 2013) juntamente com a idade (ROCHA, 2015).

Tabela 2-8 – Comparação de procedimentos para cura sob pressão de CPR e pastas de cimento para poços de petróleo.

DADOS DA PESQUISA			CURA SOB PRESSÃO			
AUTORES (ANO)	MATERIAL	EST.	PRESSÃO	FAIXA	APLICAÇÃO	DURAÇÃO
Bresson, <i>et al</i> (2002)	Pasta de C ₃ S	F	Célula de pressão	Até 120 MPa	Após moldagem	Até 15 h
Meducin, <i>et al</i> (2008)	PC	F	Célula de pressão	Até 100 MPa	Após moldagem	De 2 a 16 dias
Ipek, <i>et al</i> (2011)	CPR	F	Prensa hidráulica	Até 125 MPa	Após moldagem	6 dias
Alhozaimy, <i>et al</i> (2013)	Pasta de cimento com sílica ativa	F	Autoclave	0,5 MPa + 1 MPa	Após moldagem	1h + 1h
Kim, <i>et al</i> (2013)	PC	F	Célula de pressão	Até 10 MPa	Após moldagem	7 dias
Pang, Jimenez e Iverson (2013)	PC	F	Célula de pressão	2 MPa a 45 MPa	Após moldagem	Até 50 h
Yazici, Deniz e Baradan (2013)	CPR	E	Autoclave	Até 3 MPa	Após o desmolde (16h)	Até 24 h
Krakowiak, <i>et al</i> (2015)	PC	F	Célula de pressão	20,7 MPa	Após moldagem	144 h
Rocha (2015)	PC	F	Célula de pressão	6,9 a 34,4 MPa	Após moldagem	De 6h à 14 dias

Legenda: PC (Pasta para cimentação de poços de petróleo); EST (estado); F (fresco); E (endurecido).

Tabela 2-9 – Comparação de procedimentos para cura sob temperatura de CPR e pastas de cimento para poços de petróleo.

DADOS DA PESQUISA			CURA SOB TEMPERATURA			
AUTORES (ANO)	MATERIAL	EST.	AQUECIMENTO.	FAIXA	APLICAÇÃO	DURAÇÃO
Bresson, <i>et al</i> (2002)	Pasta de C ₃ S	F	Serpentina	Até 160°C	Simultânea pressão	
Meducin, <i>et al</i> (2008)	CPP	F	Serpentina	Até 200°C	Simultânea pressão	
Ipek, <i>et al</i> (2011)	CPR	E	1) À vapor	90°C	Após pressão	3 dias
			2) Ar seco	300°C	Após (1)	
			3) Em água	20°C	Após (2), cp foi desmoldado	Até idade do ensaio.
Alhozaimy, <i>et al</i> (2013)	Pasta de cimento com sílica ativa	F	Mesma autoclave	165°C + 180°C	Simultânea pressão	
Kim, <i>et al</i> (2013)	PC	F	Mesma célula	80°C	Simultânea pressão	
Pang, Jimenez e Iverson (2013)	PC	F	Mesma célula	25°C, 40°C, 60°C	Simultânea pressão	
Yazici, Deniz e Baradan (2013)	CPR	E	Mesma autoclave	Até 235 °C	Simultânea pressão	
Krakowiak, <i>et al</i> (2015)	PC	F	Mesma célula	30 °C	Simultânea pressão	
Rocha (2015)	PC	F	Mesma célula	60°C	Simultânea pressão	

LEGENDA: EST. (Estado); E (Endurecido); F (Fresco); PC (Pasta para cimentação de poços de petróleo).

2.5 MICROESTRUTURA DA PASTA ENDURECIDA

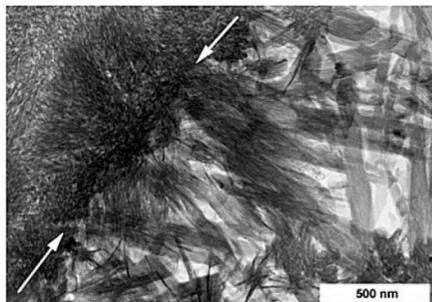
A pasta endurecida de cimento é constituída, basicamente, de fases hidratadas (C-S-H, portlandita e sulfoaluminatos), poros e material anidro não hidratado, sobre os quais discorre-se particularidades e mudanças esperadas quando da aplicação de pressão e/ou temperatura.

2.5.1 Silicato de cálcio hidratado (C-S-H)

O silicato de cálcio hidratado (C-S-H) é, por definição, um gel que representa até 80% da massa total do cimento Portland (AÏTCIN, 2000) sendo, portanto, o principal responsável pelas propriedades mecânicas do concreto (BRUNAUER, 1962; MIKHAIL; OWEIMREEN, 1973; GUÉNOT-DELAHAIE, 1996; STARK, 2011).

Tradicionalmente, pertence à uma família com estrutura e composição química variáveis. Forma-se como um produto interno no grão anidro e externo nos poros antes preenchidos por água. Segundo Taylor (1997) o produto interno não apresenta uma morfologia bem definida, enquanto que o produto externo se mostra na forma de fibras que irradiam do grão de cimento anidro Figura 2-4 .

Figura 2-4 – Morfologia tradicional do C-S-H: produtos internos e externos do C-S-H.



Fonte: Richardson (2004) apud Paulon e Kirchheim (2011).

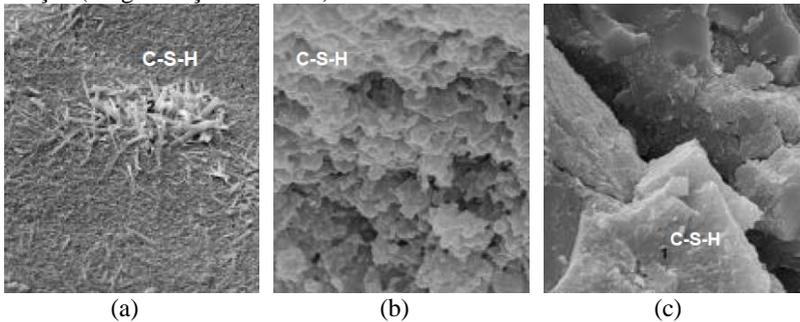
Independentemente da distinção entre produto interno e externo, quatro morfologias de silicato de cálcio hidratado são listadas pela literatura de concretos convencionais. O primeiro tipo está presente nas misturas com primeiras idades na forma de fibras com 2 μm de comprimento. O C-S-H tipo 2 apresenta estruturas reticuladas ou alveolares, lembrando colmeias de abelha. Os terceiro e quarto tipos são

observados em concretos mais velhos, com aparência cada vez mais densa (TAYLOR, 1997).

Porém, em CUAD podem surgir diferenças em decorrência da menor relação a/c e regimes de cura durante o endurecimento. Em especial a aplicação de pressão modifica o tamanho e volume dos poros de gel, resultando em um C-S-H mais denso, homogêneo e amorfo logo nas primeiras idades, conforme observações de microscopia eletrônica de varredura (WANG, *et al.*, 2012) e dados de porosimetria (JUSTS, *et al.*, 2013).

Na Figura 2-5 exibem-se microfotografias de concreto de pós reativos analisadas com 178 dias. Os concretos foram proporcionados com cimento, areia, sílica ativa, pó de quartzo, aditivo superplastificante, fibras e relação água/cimento igual a 0,18. Os três tipos de C-S-H foram encontrados, sem distinção quanto à composição química.

Figura 2-5 - Diferentes morfologias do C-S-H em CPR. (a) Fibrilar (Magnificação: 10.000x). (b) Alveolar (Magnificação: 4.500x). (c) Blocos maciços (Magnificação: 10.000x).

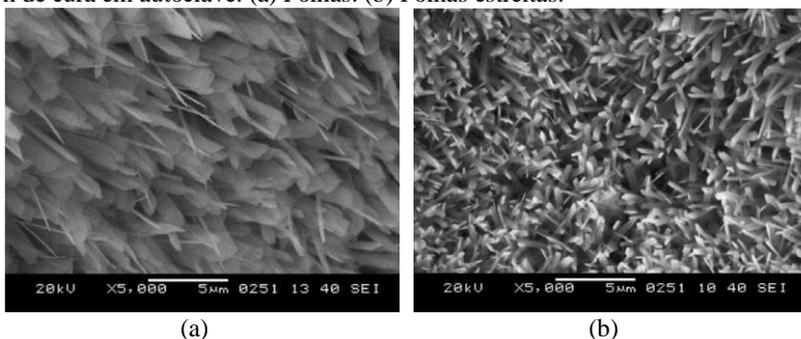


Fonte: Vanderlei (2004).

Em pressão atmosférica, sabe-se que até aproximadamente 90°C acontecem alterações microestruturais nos hidratos, que ainda se encontram amorfos (RICHARD; CHEYREZY, 1995). Acima de 120°C o gel de silicato de cálcio hidratado é convertido em um produto com cadeias de silicato mais longas e estáveis (BRESSON, *et al.*, 2002). Em tratamentos térmicos com temperaturas elevadas, na faixa de 250°C a 400°C, tem-se grande desidratação da pasta endurecida e cristalização dos hidratos (RICHARD; CHEYREZY, 1995) ou uma nova fase cristalina de hidrato de C_2S . Além disso, não é registrada a formação de etringita tardia (TAYLOR, 1997).

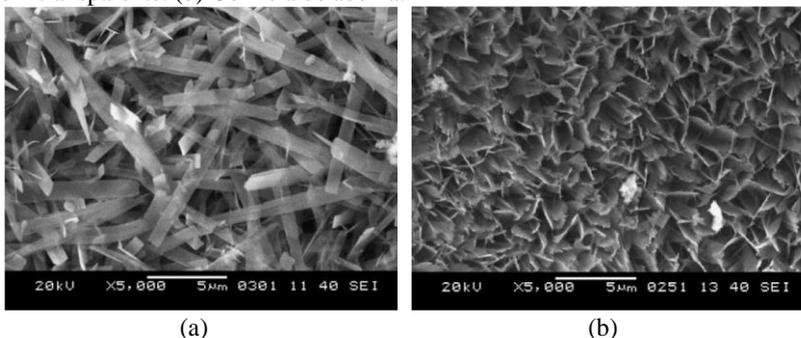
Em concretos de pós reativos submetidos à autoclave (210°C, 2 MPa), foi observado o crescimento de fases cristalinas de C-S-H no interior de poros, do tipo tobermorita (Figura 2-6) e jenita (Figura 2-7), , respectivamente. As características quanto à morfologia, composição química em termos de razões de massa atômica entre cálcio e silício (Ca/Si), óxido de enxofre e cálcio (S/Ca), alumínio e cálcio (Al/Ca), bem como o tamanho do cristal são sumarizados na Tabela 2-10, sendo que existe uma relação entre um menor desempenho mecânico para um C-S-H com estrutura acicular e maior relação Ca/Si (YAZICI, *et al.*, 2008).

Figura 2-6 - Estruturas cristalinas de C-S-H do tipo tobermorita em amostras com 4h de cura em autoclave. (a) Folhas. (b) Folhas estreitas.



Fonte: Yazici; Deniz; Baradan (2008).

Figura 2-7 - Estruturas cristalinas de C-S-H do tipo jenita. (a) Prismático semitransparente. (b) Colmeia de abelha.



Fonte: Yazici; Deniz; Baradan (2008).

Tabela 2-10 - Características físicas e químicas dos tipos de C-S-H observados em CPR autoclavado.

	TOBERMORITA		JENITA	
Morfologia	Folhas	Folhas estreitas	Prismático semitransparente	Colmeia de abelha
Ca/Si	0,93	1,09	1,53	1,46
S/Ca	0,011	0,019	0,006	0,013
Al/Ca	0,103	0,078	0,085	0,071
Tamanho (µm)	-	12	7	10

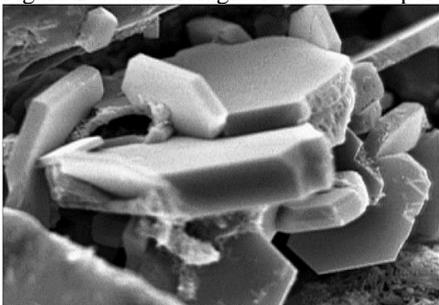
Fonte: Yazici; Deniz; Baradan (2008).

2.5.2 Portlandita (CH)

Juntamente com o C-S-H, a portlandita (CH) é um dos principais produtos de hidratação (MEEKS; CARINO, 1999; GALLUCCI; SCRIVENER, 2007), com a diferença que exerce menor influência positiva na resistência, em função da sua baixa área superficial (PAULON; KIRCHHEIM, 2011) e maior contribuição no que tange à percolação da água (GUÉNOT-DELAHAIE, 1996). Em termos de volume de sólidos da pasta de cimento hidratada, ocupa uma fração entre 20% e 25% (PAULON; KIRCHHEIM, 2011).

A portlandita cresce nos espaços anteriormente preenchidos com água, e em condições normais de cura encontra-se morfologicamente como pratos hexagonais (TAYLOR, 1997), como ilustra a Figura 2-8. A sua formação depende da disponibilidade de espaço, temperatura de hidratação e impurezas presentes no sistema (PAULON; KIRCHHEIM, 2011).

Figura 2-8 – Morfologia tradicional da portlandita.



Fonte: Paulon e Kirchheim (2011)

No caso de misturas cimentícias compactadas a quente, entretanto, cresce na forma de fibras. Amostras que foram apenas pressurizadas, sem o fornecimento externo de calor, apresentam uma microestrutura intermediária, isto é: uma estrutura mais densa daquela observada quando a cura é normal, em água, com alguns cristais hexagonais bem definidos (ROY; GOUDA; BOBROWSKY, 1972; TAYLOR, 1997).

Em alguns casos, a fase típica de portlandita não costuma ser encontrada em análise de DRX de CUAD preparados com baixo *a/c* e alta pressão de compactação de até 50 MPa (WANG, *et al.*, 2012). É possível que seja consumida na reação pozolânica, em função do alto teor de sílica tradicionalmente presente na forma de sílica ativa ou nanossílica (JUSTS, *et al.*, 2013).

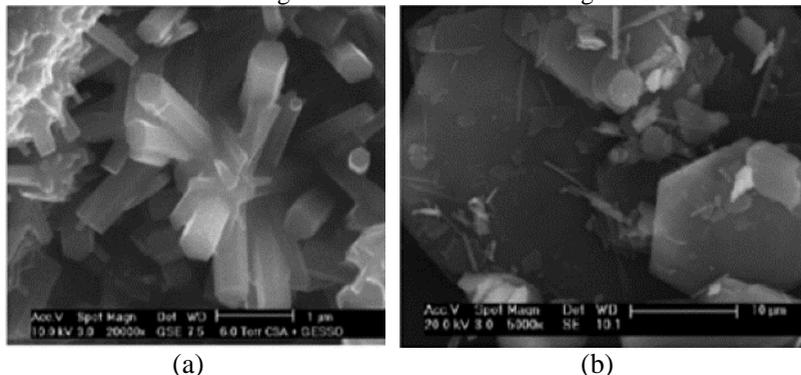
2.5.3 Sulfoaluminatos de cálcio

Os sulfoaluminatos de cálcio exercem um papel secundário nas propriedades do concreto e ocupam cerca de 20% do volume de sólido da pasta endurecida. Nos estágios iniciais da hidratação ocorre a formação do trissulfato hidratado (AFt ou etringita) que pode se converter em monossulfoaluminato hidratado (AFm) (PAULON; KIRCHHEIM, 2011).

A morfologia dos cristais de etringita (Figura 2-9) depende do espaço disponível para o seu crescimento, o que, por sua vez, depende da relação *a/c*. No primeiro dia de hidratação de uma matriz compactada, os cristais de etringita são prismáticos, que passa a ter o formato de agulha após 3 dias (PAULON; KIRCHHEIM, 2011). Em tese, quanto maior a pressão aplicada, menor espaço disponível e conseqüentemente, menor o tamanho dos cristais (MIKHAIL, *et al.*, 1981), o que pode justificar o fato de não ter sido observado o AFt em análises de imagens de CUAD (WANG, *et al.*, 2012).

No que se refere ao monossulfoaluminato, este se forma em temperatura ambiente. O cristal é hexagonal e estrutura de camadas derivadas da portlandita (TAYLOR, 1997). Tais informações dizem respeito ao produto identificado no concreto convencional. Até o momento, não foi encontrada bibliografia que relate a presença ou diferença de morfologia dos mesmos em CUAD.

Figura 2-9 – Morfologia tradicional: (a) cristais de etringita; (b) placas de monossulfoaluminato com agulhas remanescentes de etringita.



Fonte: (a) Merlini (2008) apud Paulon e Kirchheim (2011); (b) Matschei et al. (2007) apud Paulon e Kirchheim (2011).

2.5.4 Porosidade

A porosidade é influenciada pela quantidade de água disponível para mistura e cura. Como regra geral, o excesso de água aumenta a porosidade capilar da matriz cimentícia (ROY; GOUDA; BOBROWSKY, 1972). Uma vez que o CUAD é dosado com uma baixa relação água/cimento, é esperado uma porosidade reduzida (NÖLDGEN, *et al.*, 2013). De fato, dados da literatura reportam dados de porosidade total de CUAD entre 2 e 6% (GOWRIPALAN; GILBERT, 2000; BRANDÃO, 2005).

Uma vez que as partículas de cimento ficam mais próximas umas das outras, deixando menos espaço livre para o desenvolvimento de produtos externos, a porosidade do concreto é devida à presença de agregado, seja pela porosidade do mesmo, ou pela criação de zonas de transição (MEEKS; CARINO, 1999) na interface da pasta com agregados, reforços ou outras inclusões (STARK, 2011).

Porém, a cura em temperaturas elevadas pode aumentar a porosidade e diminuir a aderência entre a matriz e o agregado (YAZICI; DENIZ; BARADAN, 2013), comprometendo a resistência final do concreto (TAYLOR, 1997). As reações sucedem-se rapidamente e os produtos formados permanecem mal distribuídos na microestrutura (ESCALANTE-GARCIA; SHARP, 1998). Embora o aumento da temperatura acelere as reações, observa-se uma diminuição do grau de

hidratação e desenvolvimento de resistência em idades superiores (GARTNER, *et al.*, 2001).

Os vazios presentes na pasta endurecida são classificados em espaço interlamelar do C-S-H, capilares e ar incorporado. O primeiro é definido como espaço intersticial interconectados entre as partículas de gel, que pode ser entendido como um aglomerado de pequenos cristais, podendo, portanto, estar associado aos poros de gel (NEVILLE, 2016). Devido à sua reduzida dimensão, da ordem de 2 nm, está vinculado à problemas de perda de desempenho quanto à retração por secagem e fluência (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Os vazios capilares são espaços não preenchidos por produtos hidratados ou partículas de cimento não reagido. Podem ser subdivididos entre macroporos (com diâmetro superior a 50 nm) e microporos (diâmetro inferior a 50 nm), sendo que as perdas de resistência estão relacionadas com maior concentração de macroporos (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O ar incorporado, por sua vez, é a denominação dos vazios maiores, da ordem de 50 a 200 μm e, assim como os macroporos, estão ligados à resistência mecânica. O que os diferem, além do tamanho, é o formato irregular dos capilares, enquanto os vazios de ar são esféricos (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A movimentação da água através desta rede de poros promove mudanças na microestrutura da pasta. Durante a hidratação inicial, os poros capilares estão preenchidos com água, que se movimenta livremente. Durante o estágio intermediário de hidratação, o diâmetro dos poros capilares é reduzido e a água movimenta-se pelos poros capilares restantes e por caminhos de conexão entre os poros de gel e os capilares. Finalmente, a porosidade capilar atinge um nível crítico, em que não existe mais conectividade e a água movimenta-se apenas entre os poros de gel (MEEKS; CARINO, 1999).

2.6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente capítulo teve por finalidade levantar o estado da arte do tema Concreto de Ultra Alto Desempenho. Revisaram-se as definições, aplicações, limitações, materiais empregados, produção e microestrutura.

Verificou-se que para desenvolver um CUAD é necessário selecionar os materiais, em especial o tipo de cimento e adições, com destaque para a sílica. Com base nesta revisão, optou-se por adotar uma concentração de 25% de sílica ativa em relação à massa de cimento.

Quanto à produção, verificou-se que o uso de cura térmica e sob pressão tem seus benefícios, uma vez que permitem acelerar o endurecimento e desenvolvimento de resistência.

No que diz respeito à cura térmica, é praticada uma temperatura de 90°C, entretanto o CUAD apresenta potencial para o desenvolvimento de etringita tardia, devido à combinação entre tratamento térmico, alto consumo de cimento e teor de álcalis proveniente dos aditivos (AFGC, 2013). Assim sendo, acredita-se que investigar os efeitos da aplicação de pressão combinada com uma cura térmica até 60°C, é interessante e satisfatório ao presente trabalho, incluindo 40°C, que aparece nas sugestões mais conservadoras. Contudo, é importante deixar claro que não faz parte do escopo deste trabalho, o estudo de durabilidade ou de idades mais avançadas, que permitam identificar a presença ou não desta fase expansiva e deletéria.

Sobre a compactação de misturas no estado fresco, De Larrard e Sedran (1994) dissertam que a alta pressão demanda um procedimento técnico, que por vezes é de difícil aplicação em elementos estruturais em escala real, contudo, continua sendo uma alternativa para obter CUAD. Uma vez que existem restrições e dificuldades tecnológicas na aplicação de cargas superiores a 10 MPa (JUSTS, *et al.*, 2011; JUSTS, *et al.*, 2013), torna-se interessante adotar valores inferiores.

Como consequência dos regimes de cura, as propriedades mecânicas podem ser influenciadas por modificações na microestrutura da matriz endurecida. Enquanto os produtos decorrentes da cura térmica à pressão atmosférica geralmente são similares aos produzidos em cura normal (CAMARINI; CINCOTTO, 1995), aqueles provenientes de uma cura térmica sob pressão são diferentes (BRESSION, *et al.*, 2002), tanto quanto à morfologia (TAYLOR, 1997) quanto à composição química do C-S-H e CH (YAZICI; DENIZ; BARADAN, 2013). Em relação aos sulfoaluminatos, não se teve acesso à literatura contendo informação se há alguma alteração das suas características.

Por fim, verificou-se que tais alterações podem ser detectadas utilizando-se técnicas de caracterização microestrutural, como a microscopia eletrônica de varredura, porosimetria por intrusão de mercúrio, termogravimetria e difração de raios X.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi proposto um programa experimental dividido em cinco etapas, como explica a Figura 3-1. Na primeira etapa, a revisão de literatura do tema central foi realizada para identificar as lacunas do conhecimento que podem ser preenchidas com as contribuições deste trabalho. Com base na literatura, foram definidos os materiais, regimes de cura e tipos de ensaios para caracterização.

A fase seguinte destinou-se ao estudo, projeto, viabilização e construção de um equipamento capaz de promover a cura térmica e sob pressão simultaneamente. Além do equipamento, moldes para preparo dos corpos de prova foram confeccionados, bem como um software para controle da cura térmica foi desenvolvido. Nesta etapa também foram realizados testes preliminares para ajuste do traço.

Na terceira etapa, a avaliação das propriedades mecânicas (módulo de elasticidade, massa específica e resistência à compressão) foram testadas em 42 famílias, a partir da combinação dos seguintes fatores⁶ e níveis:

- a) Relação água/cimento (1): 0,25;
- b) Pressão de compactação (3): atmosférica (0,1 MPa), 5 MPa e 10 MPa;
- c) Temperatura de cura (3): ambiente (23°C), 40°C e 60°C
- d) Duração da cura térmica com base na maturidade (1): 17,3 h para 40°C e 6,5 h para 60°C
- e) Tempo de espera para início da cura térmica (3): 0h, 2h e 4h
- f) Idade de ensaio (2): 7 dias e 28 dias.

Neste momento também foram conduzidos ensaios de calorimetria, nas temperaturas de 23°C, 40°C e 60°C, para obtenção de dados de fluxo, calor, grau e taxa de hidratação, além da energia de ativação.

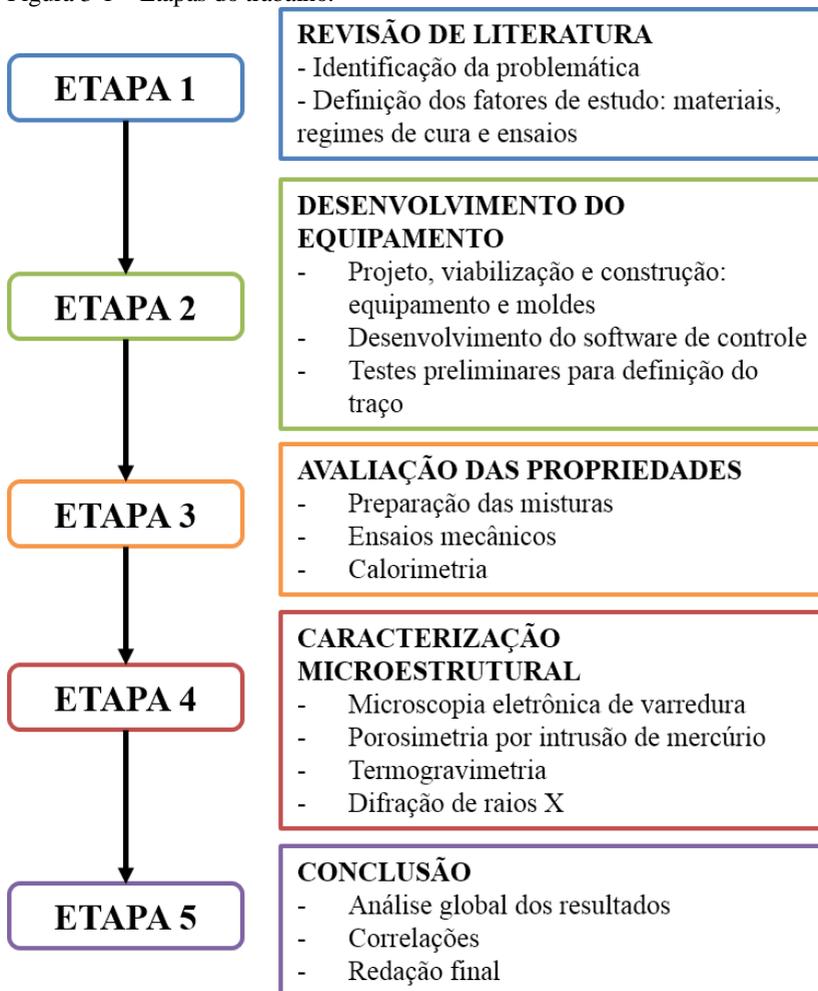
O quarto estágio destinou-se à caracterização microestrutural de pastas selecionadas, em termos de microscopia eletrônica de varredura, porosimetria por intrusão de mercúrio, termogravimetria e difração de raios X. Objetivou-se avaliar a morfologia da superfície fraturada e

⁶ Detalhes quanto à escolha dos parâmetros da cura térmica foram discutidas posteriormente.

porosidade; quantificar fases hidratadas e calcular o grau de hidratação; além de identificar alterações cristalográficas.

Por fim, na quinta e última etapa, foi realizada a discussão dos resultados coletados a partir de análise de variância (ANOVA) para verificar os fatores influentes nas propriedades avaliadas. Ao final foram estabelecidas correlações entre os ensaios.

Figura 3-1 – Etapas do trabalho.



3.1 MATERIAIS

A pasta do CUAD foi composta de cimento, sílica ativa, água destilada e aditivo superplastificante. Os materiais secos foram caracterizados quanto à sua composição química, cristalografia, e distribuição granulométrica.

A composição química dos materiais secos foi quantificada através do ensaio de Fluorescência de Raios X, realizado pela Safira Soluções Minerais, utilizando um espectrômetro S2 Ranger XFlash Technology, da Bruker, com pastilha fundida.

A avaliação da cristalografia foi por difração de Raios X, em difratômetro Miniflex II da Rigaku disponível no Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil (NANOTEC-Lab/ECV/UFSC). As amostras pulverizadas e passantes na peneira #325 (0,044 mm) foram carregadas horizontalmente. A radiação foi gerada por tubo de cobre ($\text{CuK}\alpha$, $\lambda=1,54 \text{ \AA}$) e as medidas realizadas na faixa de ângulo 2θ de 5 a 65° , com passo de $0,05^\circ/\text{s}$. A posição e intensidade dos picos foi facilitada pelo programa *Peak Search* da própria Rigaku. A identificação das possíveis fases baseou-se em informações de literatura, especialmente Taylor (1997), Camarini (2005) e Gobbo (2009). A escolha ocorreu através da comparação direta dos principais picos do padrão experimental com os cartões disponíveis no banco de dados do ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*).

A caracterização física consistiu na determinação da distribuição do tamanho das partículas em granulômetro a laser Microtrac S3500, disponível no NANOTEC-Lab, bem como da massa específica em picnômetro de hélio Ultracycrometer 1200 P/N, da Quantachrome Instruments, do Laboratório de Materiais Vitrocerâmicos (Vidrocer-Lab/EMC/UFSC).

Em relação ao aditivo, foi determinado o teor de sólidos para o correto proporcionamento da água de amassamento.

3.1.1 Cimento Portland

Foi utilizado um cimento Portland CP V-ARI, da marca Itambé, regulamentado pela NBR 5733:1991. Trata-se de um cimento obtido pela moagem apenas de clínquer, sulfatos de cálcio e material carbonático (ABNT, 1991). Seu uso recorrente em pesquisas de concreto de ultra-alto desempenho deve-se à natureza química com o mínimo de adições incorporadas, elevada finura e desenvolvimento de resistência inicial.

A caracterização química foi reportada na Tabela 3-1, com os teores de óxidos determinados pelo fabricante Itambé e pelo laboratório Safira.

Tabela 3-1 – Caracterização química do cimento Portland CP V-ARI.

ÓXIDOS (%)	ITAMBÉ (2016)	SAFIRA (2016)	LIMITES DA NBR 5733 (ABNT, 1991)
SiO ₂	18,9	19,0	-
Al ₂ O ₃	4,3	2,5	-
Fe ₂ O ₃	2,7	2,8	-
CaO	60,7	63,3	-
MgO	4,0	4,2	6,5
SO ₃	3,0	3,1	3,5
Perda ao fogo	3,3	4,4	4,5
CaO (livre)	4,14	n.d.	-
Al ₂ O ₃ : Fe ₂ O ₃	1,6	0,9	-

Legenda: n.d.(Não determinado).

A quantificação dos principais compostos foi obtida pelo Cálculo de Bogue, um método indireto para determinação potencial das frações das fases silicatos e aluminatos a partir de equações empíricas. Costuma ser adotado dada a sua simplicidade, através das equações abaixo, válidas para a relação Al₂O₃:Fe₂O₃ igual ou superior a 0,64 (TAYLOR, 1997; ASTM, 2016; MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE, 2016). Todavia, deve-se mencionar que podem existir restrições quanto à exatidão, subestimando a quantidade de C₃S ou superestimando o teor de C₂S (BREUGEL, 1991).

$$C_3S = 4,0710 CaO - 7,6024 SiO_2 - 6,7187 Al_2O_3 - 1,4297 Fe_2O_3 - 2,852 SO_3 \quad \text{Equação 3-1}$$

$$C_2S = 2,8675 SiO_2 - 0,7544 C_3S \quad \text{Equação 3-2}$$

$$C_3A = 2,6504 Al_2O_3 - 1,6920 Fe_2O_3 \quad \text{Equação 3-3}$$

$$C_4AF = 3,0432 Fe_2O_3 \quad \text{Equação 3-4}$$

Para obter o teor de CaO do clínquer foram descontados as frações presentes na gipsita e filler, além da cal livre, a partir da Equação 3-5 a Equação 3-7 (BETIOLI, 2007). Para o cálculo, foram adotados os teores de anidrido carbônico e cal livre do fabricante, uma vez que não foi

possível a sua determinação experimental. Os resultados foram reportados na Tabela 3-2.

$$CaO_{gipsita} = \frac{MMCaO}{MMSO_3} \cdot SO_3 = \frac{56,08}{80,05} \cdot SO_3 \quad \text{Equação 3-5}$$

$$CaO_{fíler} = \frac{MMCaO}{MMCO_2} \cdot CO_2 = \frac{56,08}{44,01} \cdot CO_2 \quad \text{Equação 3-6}$$

$$CaO_{clínquer} = CaO_{total} - CaO_{gipsita} - CaO_{fíler} - CaO_{livre} \quad \text{Equação 3-7}$$

Onde:

MMx : massa molecular do composto x;

CaO_y : quantidade de CaO presente no material y (gipsita, fíler clínquer e livre).

Tabela 3-2 - Correção do CaO.

	ITAMBÉ (2016)	SAFIRA (2016)
CaO gesso	2,10	2,17
CaO fíler	5,28	5,28
CaO clínquer	50,89	53,42

Com o teor de CaO presente no clínquer corrigido, calcularam-se as frações mássicas dos compostos do cimento anidro (Tabela 3-3).

Tabela 3-3 - Frações mássicas dos compostos do cimento anidro.

	ITAMBÉ (2016)	SAFIRA (2016)
C ₃ S	30,75	52,24
C ₂ S	31,00	15,07
C ₃ A	6,83	1,89
C ₄ AF	8,22	8,52

O padrão de difração de raios X do cimento foi exibido na Figura 3-2. Na Tabela 3-4 foram listadas as fases detectadas com seu respectivo código de identificação no banco de dados ICDS, nome e fórmula química.

Figura 3-2 - Padrão de difração de raios X do cimento Portland.

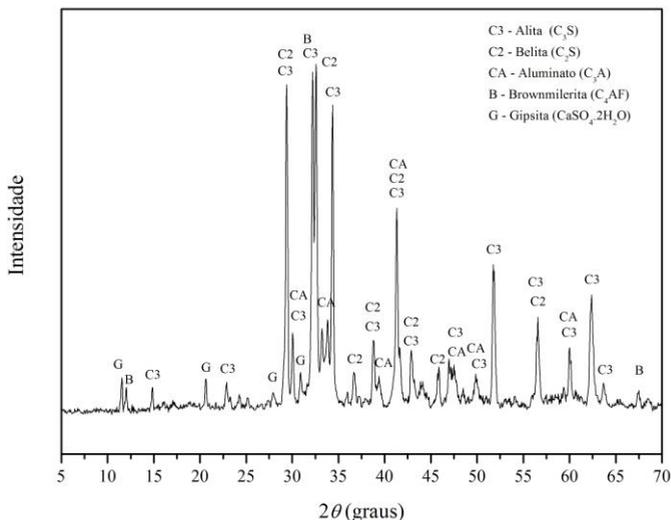


Tabela 3-4 - Fases identificadas no cimento CP V-ARI anidro.

CÓDIGO ICSD	NOME	FÓRMULA QUÍMICA
81100	Alita	Ca_3SiO_5
963	Belita	Ca_2SiO_4
151369	Aluminato	$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$
9197	Brownmillerita	$\text{Ca}_2(\text{Al,Fe}_{3+})_2\text{O}_5$
2057	Gipsita	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Observou-se a presença das fases silicato do tipo alita (C3) e belita (C2), bem como aluminato (CA), ferroaluminato (brownmillerita, B) e gipsita (G). Ocorre a sobreposição das fases silicato (C3, C2) e aluminato (CA), fato este que dificulta a interpretação das fases (CAMARINI, 1995; TAYLOR, 1997; GOBBO, 2009).

No que diz respeito à caracterização física, foram apresentados o laudo do fabricante (Tabela 3-5) e a distribuição granulométrica (Figura 3-3). Os diâmetros característicos d_{10} , d_{50} e d_{90} foram, respectivamente, 2,728 μm , 12,73 μm e 35,16 μm . A massa específica obtida por picnometria resultou em 3,07 g/cm^3 , muito próximo ao valor do laudo.

Figura 3-3 - Distribuição granulométrica do cimento Portland utilizado.

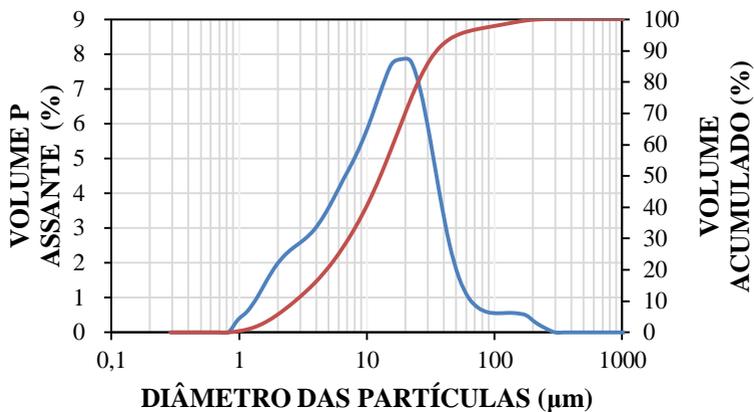


Tabela 3-5 – Características físicas do cimento Portland CP V-ARI.

ENSAIOS FÍSICOS	RESULTADOS
Início de pega (h:min)	03:23
Fim de pega (h:min)	04:01
Blaine (cm ² /g)	4.072
#200 (%)	0.13
#325 (%)	1.4
Resistência à compressão – 1 dia (MPa)	21.8
Resistência à compressão – 3 dias (MPa)	37.4
Resistência à compressão - 7 dias (MPa)	43.3
Resistência à compressão – 28 dias (MPa)	51.5
Massa específica (g/cm ³)	3.09

Fonte: Cimento Itambé (2016).

3.1.2 Sílica ativa

Foi utilizada a sílica ativa da marca Tecnosil em um teor de 25% em relação à massa de cimento Portland, seguindo as recomendações da literatura.

O material é um resíduo de origem metalúrgica, amorfo, com partículas esféricas. As características físicas e químicas, segundo fabricante, foram listadas na Tabela 3-6.

Tabela 3-6 - Características físicas e químicas da sílica ativa.

CARACTERÍSTICA	VALOR
SiO ₂ amorfa (%)	> 85
Superfície específica (m ² /kg)	20.000
Formato da partícula	Esférico
Massa específica (g/cm ³)	2,22
Densidade aparente	150 a 700 kg/m ³

Fonte: Tecnosil (2010).

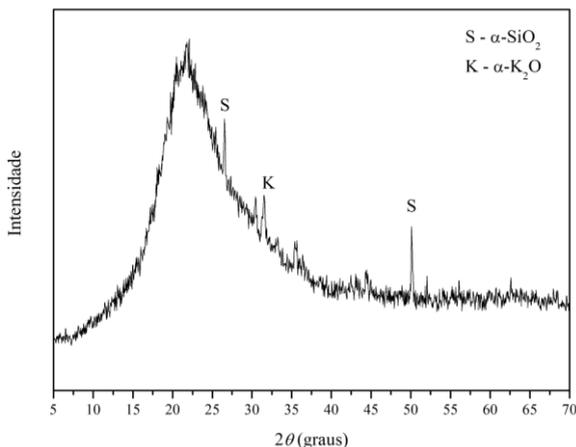
De acordo com a caracterização química do fabricante (Tabela 3-7), a sílica ativa é composta apenas de sílica amorfa, carbono, umidade e óxidos de ferro, cálcio, alumínio, magnésio, sódio e potássio. Contudo, a análise por fluorescência de raios X detectou traços de óxidos de titânio, manganês, fósforo e enxofre, possivelmente por uma contaminação da amostra.

Tabela 3-7 - Características químicas da sílica ativa.

ÓXIDOS	TEOR (%)
SiO ₂	84,87
Al ₂ O ₃	<0,04
K ₂ O	2,49
Na ₂ O	1,18
Fe ₂ O ₃	2,17
TiO ₂	0,36
CaO	1,24
MgO	1,98
Mn ₂ O	1,98
P ₂ O ₅	<0,01
SO ₃	0,80
Perda ao fogo	4,00

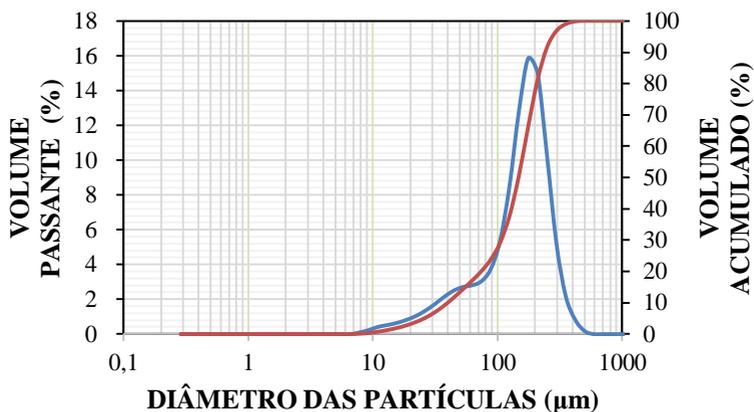
O padrão de difração de raios X foi exibido na Figura 3-4. Trata-se de um material predominantemente amorfo, com pequena fração cristalina das fases alfa do óxido de silício (S, ICSD 89279) e potássio (K, ICSD 38245). Segundo o fabricante, a sílica cristalina está presente em teor inferior a 0,5% (TECNOSIL, 2010). Quantificando o halo amorfo deste padrão, tem-se cerca de 9% de material cristalino.

Figura 3-4 - Padrão de difração de raios X da sílica ativa.



Quanto às características físicas: massa específica determinada por picnometria resultou em $2,26 \text{ g/cm}^3$. A distribuição granulométrica foi reportada na Figura 3-5. Os diâmetros característicos d_{10} , d_{50} e d_{90} foram $39,83 \mu\text{m}$, $147,3 \mu\text{m}$ e $241,1 \mu\text{m}$.

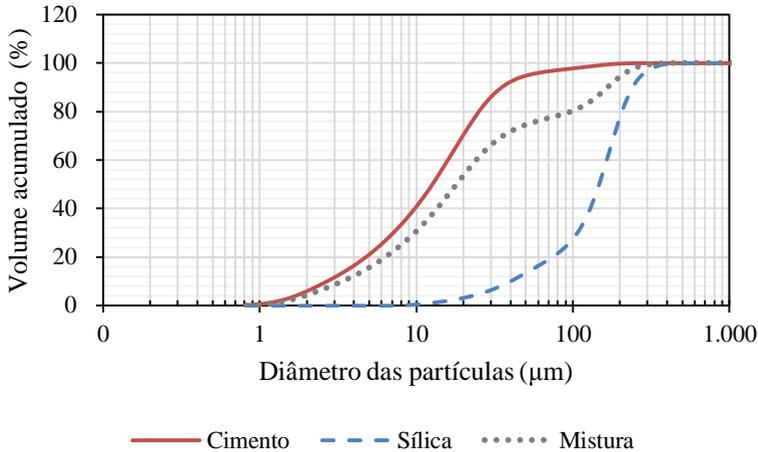
Figura 3-5 - Distribuição granulométrica da sílica ativa.



Como pode ser observado na Figura 3-6, a sílica ativa mostrou uma granulometria mais grossa em relação ao cimento Portland. Este é um indicador de alta aglomeração da suas partículas, o que pode prejudicar o

potencial da reação pozolânica (YAJUN; CAHYADI, 2003). Esta constatação foi confirmada nas imagens de microscopia eletrônica reportadas no capítulo de Resultados, no item 4.4.

Figura 3-6 - Comparação da granulometria dos materiais granulares e da mistura estudada⁷.



3.1.3 Água e aditivo superplastificante

A água utilizada na preparação das pastas foi destilada, por ser pura e sem elementos orgânicos, a fim de minimizar qualquer influência destes nas propriedades finais.

Para conferir melhor trabalhabilidade às misturas, foi empregado o aditivo superplastificante Tecflow 8000, da Grace. As características físicas e químicas, segundo o fabricante, foram compiladas na Tabela 3-8.

⁷ O traço utilizado foi definido em 3.1.4.

Tabela 3-8 - Características físicas e químicas do aditivo superplastificante.

CARACTERÍSTICA	RESULTADO
Aspecto	Líquido
Cor	Alaranjado
Dosagem recomendada (%)	0,3 a 2,0
Massa específica (g/cm ³)	1,080-1,12

Fonte: Grace (2015).

O teor de sólidos foi determinado com base na NBR 10908:1990. O ensaio consistiu na determinação da massa de resíduo seco a 105°C, em estufa a (105 ± 5) °C. Previamente à pesagem, o material foi esfriado em dessecador por 30 min (ABNT, 1990). Os dados de ensaios (Tabela 3-9) reportaram a massa inicial (m_1) e final (m_2), a partir dos quais calculou-se o teor de resíduo sólido (r). Para o lote do aditivo Tecflow 8000 disponível, o teor médio de sólidos foi de 47,1%.

Tabela 3-9 - Determinação do teor de sólidos do aditivo.

#	m_1 (g)	m_2 (g)	r (%)
1	10,0254	4,7204	47,08%
2	10,5871	4,9921	47,15%
3	10,5724	4,9912	47,21%

Para determinar a dosagem dos materiais líquidos, realizou-se um estudo de trabalhabilidade, considerando os dados de literatura, procedimentos de mistura e o processo da cura sob pressão.

As misturas foram preparadas no agitador mecânico TEDEMIX, disponível no NANOTEC-Lab. Este é um misturador axial com hastes tipo cawles. Foram testadas diferentes velocidades e durações, até obter uma pasta homogênea.

3.1.4 Estudo preliminar de trabalhabilidade e capacidade compressível

O ensaio de trabalhabilidade foi conduzido conforme Kantro (1980), em molde tronco-cônico de acrílico, com diâmetro maior de 38 mm, diâmetro menor de 19 mm e altura interna de 57 mm. O molde foi

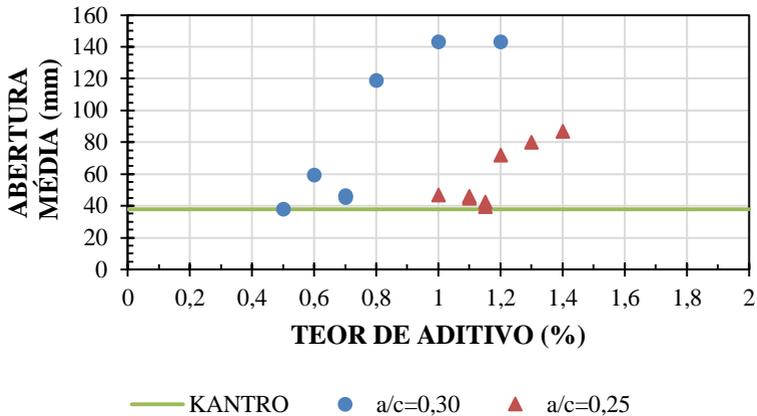
preenchido e as bolhas de ar removidas. Aguardou-se 5 s para estabilizar as partículas e o molde foi levantado, deixando a pasta fluir por ação da gravidade. Foram realizadas duas leituras de abertura e calculou-se a média. Este ensaio pode ser melhor visualizado na Figura 3-7.

Figura 3-7 - Ensaio de minislump.



Foram explorados neste estudo preliminar: a variação dos parâmetros de dosagem, procedimentos de mistura quanto à sequência, tempo e energia de amassamento. Os resultados de abatimento encontram-se na Figura 3-8. A discussão de cada parâmetro avaliado foi apresentada separadamente.

Figura 3-8 – Influência do teor de aditivo e relação água/cimento na abertura média das pastas.



3.1.4.1 Teor de aditivo fixo, relação água/cimento variável, mistura líquido no pó

Fixando-se o teor de aditivo em 1%, variou-se a relação água/cimento (0,20; 0,22; 0,24; 0,26; 0,28 e 0,30) e foi obedecida a sequência padrão de argamassas e concretos convencionais, isto é, os materiais secos eram homogeneizados e receberam inicialmente a água e depois o aditivo. A mistura foi feita com uma frequência de agitação de 15 Hz, equivalente a 440 RPM⁸, durante 5 min, com pausa de 30 s após os 2 min iniciais, para remoção do material seco aderido às paredes da cuba.

O resultado obtido foram pastas secas, com forte coesão e abatimento nulo. Todas as pastas ficaram retidas no molde e, portanto, foram descartadas.

3.1.4.2 Teor de aditivo fixo, relação água/cimento variável, mistura pó no líquido

Uma vez que a sequência anterior se mostrou ineficiente, repetiu-se o teor de aditivo 1% e relação água/cimento (a/c) 0,26 e 0,30, frequência de agitação e tempo de mistura, alterando apenas a sequência de incorporação dos materiais. O aditivo foi dissolvido na água e reservado. O cimento e a sílica foram homogeneizados manualmente. O material líquido foi colocado na cuba, iniciou-se a agitação e o material sólido foi incorporado gradualmente.

Com este procedimento foram obtidas pastas uniformes, mas apenas a relação a/c = 0,30 apresentou espalhamento (abertura média 149,9 mm) com leve segregação. A conclusão para este teste foi que a sequência “líquido” no “pó” foi mais eficiente.

Diante da necessidade de melhorar o processo de mistura, as seguintes hipóteses foram levantadas: (i) *aumentar a frequência de agitação* para tentar melhorar o amassamento; (ii) *testar novos teores* de

⁸ Existem diversas normas regulamentando o preparo de pastas e argamassas de cimento Portland. Tanto a NBR 7215:1996 quanto ASTM C305:2014 recomendam o uso de duas velocidades: (140±5) RPM seguida de (285±10) RPM em um misturador planetário. Já a ASTM C1679:2014 permite o uso de misturador axial, como o disponível no laboratório, com uma única velocidade não inferior a 400 RPM.

aditivo, para buscar um ponto ótimo entre a quantidade de água e de aditivo, em termos de miniabatimento.

3.1.4.3 Teor de aditivo e relação água/cimento variáveis. Mistura pó no líquido. Maior frequência de agitação

Aumentou-se a frequência de agitação para 25 Hz, equivalente a 733 RPM, mantendo o tempo de mistura e a sequência de incorporação dos materiais. Foram preparadas pastas com relação água/cimento 0,28 e teor de aditivo 1,4%, 1,0% e 0,8%; juntamente com a/c igual a 0,30 e teor de aditivo igual a 1,2%, 1,0%, 0,8% e 0,6%.

Foi observado abatimento apenas nas pastas com água/cimento 0,30. Concluiu-se: (i) existe um ponto ótimo do teor de aditivo entre 0,6% e 0,8%, para a relação água/cimento igual a 0,30; (ii) o *aumento na frequência de agitação* produziu pastas visualmente mais uniformes, com alto valor de água/cimento, para critérios de CUAD. A hipótese levantada neste teste foi que aumentar o tempo de mistura, reduzindo o a/c, pode ser benéfico.

3.1.4.4 Aumento no tempo de mistura. Relação água/cimento e teor de aditivo variáveis. Verificação da capacidade compressível da pasta e estanqueidade do molde

Para esta etapa manteve-se a homogeneização separada dos materiais líquidos e sólidos. Os sólidos foram incorporados nos primeiros 30 s. A mistura foi conduzida em ciclos de 2 min de agitação e 30 s de pausa para remoção do material aderido às paredes e fundo da cuba. O tempo total de mistura passou de 5 min para 12 min.

Foram preparadas pastas com a/c=0,30, teor de aditivo 0,7% e 0,5%; e a/c=0,25, aditivo = 1,4%, 1,3%, 1,2%, 1,1%, 1,0%. As pastas com maior relação água/cimento exibiram abatimento e foram conduzidas a ao próximo teste, agora nos moldes cilíndricos. Uma vez preenchidos, aplicou-se pressão manualmente utilizando o pistão projetado para tal. Uma vez que não foi possível conter o vazamento de tais pastas, estes traços foram descartados.

O abatimento foi nulo para teor de aditivo igual e inferior a 1,1% e a/c=0,25. Porém estas pastas passaram no teste de compactação manual. Com isso, optou-se por aprimorar a etapa de preparação das pastas, aumentando o tempo de mistura, para esta relação água/cimento.

3.1.4.5 Aumento no tempo de mistura. Relação água/cimento fixa. Teor de aditivo variável. Verificação da capacidade compressível da pasta e estanqueidade do molde

Aumentou-se o tempo de mistura para 14 min e da adição do material seco ao líquido para 60 s. A relação água/cimento manteve-se em 0,25 e os teores de aditivo testados foram 1,15% e 1,1%. Ambas as pastas apresentaram abatimento (Figura 3-8), passaram no teste da compactação manual, sendo que foi escolhido o menor teor.

3.1.4.6 Conclusão

Neste estudo preliminar foram exploradas as possibilidades de mistura e dosagem dos materiais. Concluiu-se que para ser possível a compactação das pastas no estado fresco, o abatimento deve ser mínimo, isto é, uma abertura imediatamente superior ao diâmetro maior do tronco do cone (vide o limite inferior demarcado por “Kantro” na Figura 3-8).

Embora diversos fatores possam influenciar na composição e trabalhabilidade das pastas, para os materiais e equipamentos disponíveis, chegou-se ao traço com relação água/cimento 0,25 e teor de aditivo 1,1% (em massa de cimento).

3.2 PROCEDIMENTO DE ELABORAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Detalhes quanto à preparação das pastas de cimento, enchimento dos moldes e cura dos corpos de prova são comentados neste tópico.

3.2.1 Preparação das pastas de cimento

Foram preparadas pastas de cimento com o traço em massa 1:0,25:0,25:1,1% (cimento : sílica ativa : água/cimento : aditivo). A partir do traço unitário e da massa específica dos materiais, tem-se o consumo (em g/cm³) e a dosagem para a preparação de 200 ml de mistura, volume suficiente para preenchimento dos 4 moldes cilíndricos de 20 mm de diâmetro por 105 mm de altura (Tabela 3-10).

Tabela 3-10 - Composição das pastas de cimento.

MATERIAIS	TRAÇO	CONSUMO (g/cm ³)	DOSAGEM (g)
Cimento	1	1,436	287,21
Sílica ativa	0,25	0,359	71,80
Água	0,25	0,359	70,13*
Aditivo	0,011	0,016	3,159

*Foi descontada a quantidade de água presente no aditivo, a partir do teor de sólidos determinado experimentalmente (47,15%).

Depois da pesagem, o cimento e a sílica ativa foram homogeneizados manualmente (VANDERLEI, 2004; İPEK, *et al.*, 2011; JUSTS, *et al.*, 2011; WANG, *et al.*, 2012; YAZICI; DENIZ; BARADAN, 2013; YU; SPIESZ; BROUWERS, 2014) em saco. O aditivo foi dissolvido na água de mistura (KANTRO, 1980; HELMI, *et al.*, 2016; VANDERLEI, 2004) e despejado no copo do misturador.

Foi utilizado o agitador mecânico TEDEMIX, com uma frequência de agitação de 25 Hz, equivalente a 733 RPM. Com o equipamento ligado, os materiais secos foram colocados gradativamente na água com aditivo, no intervalo de 30 s. Transcorridos 2 min do contato da água com o cimento, parou-se o amassamento por 30 s para remover material aderido às paredes da cuba. Retomou-se a mistura por mais 2 min, de modo que o tempo de preparo das pastas totalizou 4 min 30 s.

Este tempo difere do praticado nos testes preliminares, pois ao longo da execução do Programa Experimental verificou-se a baixa eficiência do misturador devido às falhas nas pás da hélice, que foi trocado. Outra mudança nesta etapa foi a trabalhabilidade das pastas. Enquanto nos testes o abatimento das pastas foi nulo, após a aquisição de uma nova hélice dispersora, foram obtidas pastas mais uniformes em menor tempo e com abertura média de 91,6 mm.

Outro ponto que merece explicação é a sequência de mistura (pó no líquido), distinto do observado na produção de concretos convencionais. No entanto mostrou-se mais adequado à preparação das misturas e está em acordo com a norma americana ASTM C305:2014 para o preparo de pastas e argamassas; e nacionais NBR 9831:2006 de Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos e NBR 7215:1996 para determinação da resistência à compressão de cimentos.

3.2.2 Enchimento dos moldes

A revisão de literatura indicou a possibilidade do emprego de moldes cilíndricos, com dimensões (diâmetro x altura) de 12,7 mm por 12,7 mm até 110 mm por 220 mm, sendo que a NBR 12041:2012 - Argamassa de alta resistência mecânica para pisos e a NBR 7215 - Cimento Portland, além da internacional ASTM C39/C39M - *Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens*, permitem o uso de moldes com diâmetro de 50 mm.

Todavia, por limitações justificadas no capítulo de Resultados, optou-se por trabalhar com moldes igualmente cilíndricos com diâmetro interno de 20 mm e altura de 105 mm. Devido à variabilidade inerente ao reduzido tamanho do corpo de prova, foram produzidas 4 amostras para cada composição investigada, havendo duplicata quando necessário.

Os moldes foram preenchidos em camada única e 10 golpes com barra metálica homogeneamente distribuídos, pois este foi o procedimento que produziu o melhor adensamento em testes preliminares.

Não ocorreu a rasadura do topo dos corpos de prova, como recomenda a NBR 7215:1996, uma vez que era necessário deixar um pequeno espaço para posicionar o pistão utilizado na cura sob pressão.

Em datas específicas, separou-se cerca de 10 g de pasta fresca em ampolas de vidro para o monitoramento do calor de hidratação em calorímetro isotérmico, conforme detalhado em 3.4.

3.2.3 Cura dos corpos de prova

As pastas foram expostas à diferentes combinações de cura térmica e sob pressão em um equipamento desenvolvido em parceria com Engenheiros do Laboratório de Metrologia e Automatização, da Universidade Federal de Santa Catarina (LABMETRO/EMC/UFSC). Além do equipamento, foi desenvolvido um software para controle do sistema de temperatura da câmara, seguindo o ciclo de cura típico sugerido pela literatura.

A pressão (0,1 MPa, 5 MPa e 10 MPa) foi aplicada gradualmente logo após o enchimento e posicionamento dos moldes no equipamento, sendo que esta etapa foi finalizada, aproximadamente 30 minutos do início da hidratação. A cura térmica (23°C, 40°C, 60°C) iniciou-se com a pressurização (0h) e com tempos de espera de 2h e 4h.

O tempo de espera (0h, 2h e 4h) foi definido com base no início de pega, que, por sua vez, foi determinado em aparelho de Vicat, seguindo os procedimentos da NBR NM 65:2003 com 300 ml de pasta. O início de pega ocorre quando a agulha penetra na pasta a uma distância de (4 ± 1) mm da placa base, enquanto que o fim de pega é determinado quando, ao mudar as condições de ensaio segundo a norma, tem-se uma penetração de apenas 0,5 mm.

Foram registrados o início da hidratação, as leituras de penetração no aparelho e os dados foram reportados na Tabela 3-11. Por interpolação, o início e fim de pega ocorreram 02h55 min e 03h33 min depois do contato da água com o cimento.

Tabela 3-11 - Monitoramento do tempo de pega.

HORA	TEMPO (h:min)	LEITURA NA ESCALA (mm)
11:07	01:30	0,4
11:37	02:00	1,4
12:07	02:30	1,9
12:45	03:08	3,8
12:55	03:18	3,8
13:00	03:23	3,8
13:05	03:28	3,9
13:07	03:30	com leve marcação
13:10	03:33	sem marcação 0,5mm

A duração do período isotérmico foi definido a partir do conceito de Maturidade, em especial a função Nurse-Saul, do Método do Fator Tempo-Temperatura, segundo a Equação 3-8 (KOSMATKA; WILSON, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

$$M = \sum_0^t (T - T_0) \cdot \Delta t \quad \text{Equação 3-8}$$

Onde:

M : fator maturidade ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}$);

T : temperatura média do concreto, em um intervalo Δt ($^{\circ}\text{C}$);

T_0 : temperatura base (ambiente, 23°C);

t : tempo transcorrido (h);

Δt : intervalo de tempo (h).

O conceito de maturidade relaciona o efeito acumulado de temperatura e duração de cura para o desenvolvimento das propriedades do concreto (ACI, 2001). É utilizado, por exemplo, para determinar o tempo de desforma com base em uma resistência mínima estimada a partir de um histórico de temperatura de concretos similares (KOSMATKA e WILSON, 2011).

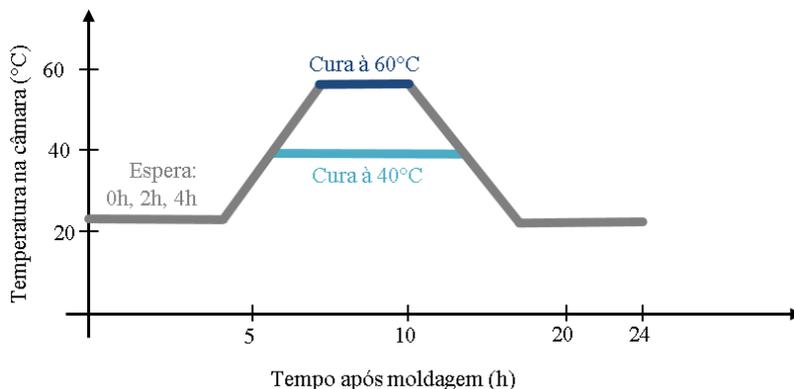
Para o cálculo foram feitas as seguintes considerações:

- A desmoldagem dos corpos de prova foi realizada após 23 h do início da hidratação. Este valor foi definido com base em uma jornada de trabalho de 24 h em que: (i) a desmoldagem dos corpos de prova ocorre depois de 20 h a 24 h do início da hidratação. (ii) foi observado em testes preliminares que o tempo médio para esta etapa e para preparar as formas para uma nova fabricação é de 50 min;
- Considerando a situação crítica de cura térmica, a combinação temperatura de cura igual a 40 °C e tempo de espera de 4 h. O período de aquecimento e resfriamento, para temperatura ambiente de 23 °C, é de 0,85 h cada. Se para a duração total de 23h, o período de patamar do regime isotérmico fica limitado à 17,30 h; então o fator de maturidade, nesta condição, foi de 308,5 °C.h. Foi adotado o gradiente térmico de 20 °C/h.
- Considerando a temperatura máxima de cura de 60 °C, o período de aquecimento e resfriamento é de 1,85 h. Para manter constante o fator de maturidade de 308,5 °C.h, a duração do regime isotérmico calculada foi de 6,5 h.

Portanto, as durações do regime isotérmico foram de 17,30 h e 6,5 h para 40 °C e 60 °C, respectivamente. No caso da temperatura ambiente, a duração foi de 23 h. Os ciclos de cura térmica aplicados neste trabalho foram ilustrados na Figura 3-9.

Após o desmolde, os corpos de prova foram identificados, medidos e acondicionados em câmara úmida, em tanque com água saturada com cal (ABNT, 1996) no LMCC, onde permaneceram até a data do ensaio das propriedades mecânicas, aos 7 e 28 dias.

Figura 3-9 - Ciclo típico de cura térmica aplicado.



3.3 MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICAS

As propriedades físicas de massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão foram determinadas, uma vez que indicam o endurecimento da matriz de cimento Portland e representam, em escala macroscópica, a evolução físico-química das reações de hidratação e, conseqüentemente, das alterações na microestrutura (GUÉNOT-DELAHAIE, 1996).

Foram testados 4 corpos de prova de 20 mm de diâmetro, dos quais calcularam-se os valores de média, desvio padrão e coeficiente de variação. Quando houve suspeita em relação à homogeneidade e qualidade dos resultados, foram testados mais 4 corpos de prova.

O efeito dos fatores influentes nas propriedades foi avaliado a partir do teste de análise de variância. Os grupos homogêneos foram obtidos com o teste de Tukey. Os procedimentos estatísticos foram executados com nível de significância de 5% no software Statistica vs 10.

Com exceção da resistência à compressão, determinada aos 7 e 28 dias; as propriedades de massa específica e módulo de elasticidade foram medidas também com 1 dia.

3.3.1 Massa específica

A massa específica, ou densidade, foi obtida da razão entre a massa e o volume. Foi determinada para monitorar a eficiência da compactação e sua possível evolução ao longo do tempo.

Utilizando um paquímetro analógico e uma balança digital, com resolução de 0,02 mm e 0,01g; e seguindo as recomendações da ASTM C39/C39M (ASTM, 2016a), foram realizadas três medições de diâmetro e altura, para cálculo do volume; e uma de massa (ASTM, 2016a).

3.3.2 Módulo de elasticidade

São conhecidos três módulos de elasticidade: estático, dinâmico e flexão (MEHTA; MONTEIRO, 2014). O módulo estático do concreto é obtido de métodos destrutivos descritos nas normas NBR 8522:2008 e ASTM C 469:2014, utilizando prensa e compressômetro para obter informações de tensão e deformação.

Já o módulo dinâmico é adquirido com técnicas não destrutivas, conforme as normas NBR 15630:2008 e ASTM C 215:2014, a partir da velocidade de pulso ultrassônico em argamassas e frequência natural dos corpos de prova de concreto.

A ASTM C 215:2014, em especial, define as técnicas de oscilação forçada com uma unidade de acionamento eletromecânica, e excitação por impulso. Ambas são utilizadas para monitorar o desenvolvimento das propriedades mecânicas do concreto. Dependendo do nível de resistência, o módulo dinâmico pode ser superior ao módulo de elasticidade estático (ASTM, 2014), cerca de 20% para concretos com resistência superior a 40 MPa. Todavia, a diferença diminui para resistências mais elevadas (DIÓGENES, *et al.*, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014) e existe uma tendência dos valores dinâmico e estático se aproximarem com o aumento da temperatura de cura (DIÓGENES, *et al.*, 2011).

Geralmente, os trabalhos experimentais na área de materiais cimentícios determinam o módulo de elasticidade estático. Entretanto, trabalhos conduzidos no grupo NANOTEC-Lab (AZEVEDO, 2015) e na Escola de Engenharia de São Carlos da USP (PRADO; HAACH, 2013) estão reportando valores coerentes e com boa correlação com a resistência à compressão de elementos de concreto (JULIANI, 2014). Além de ser um ensaio não destrutivo, o que permite o monitoramento de um mesmo corpo de prova, conta com a vantagem de ser rápido e com baixa variabilidade (SARTORI, 2015).

Sendo assim, considerando-se as particularidades do tamanho do corpo de prova, a disponibilidade de equipamento e as vantagens do método, neste trabalho foi adotado o procedimento dinâmico de excitação por impulso. Foi utilizado o equipamento Sonelastic da ATCP Engenharia, composto de captador acústico, suportes e o pulsador manual; disponível no NANOTEC-Lab.

A técnica consistiu em captar a resposta acústica gerada por um impacto na superfície do corpo de prova. O software do equipamento realizou o processamento e conversão do sinal, através da Transformada Rápida de Fourier. A resposta, inicialmente coletada no domínio do tempo, foi transformada para o domínio da frequência, em que foram detectadas as frequências naturais de vibração relacionadas ao módulo de elasticidade dinâmico. (COSSOLINO; PEREIRA, 2010; ASTM, 2014; ASTM, 2015; ASTM, 2015a).

De acordo com a ASTM C 215, a relação entre comprimento e seção transversal do corpo deve ser superior a 2, sendo o ideal entre 3 e 5 (ASTM, 2014). A seção transversal do corpo de prova deste trabalho foi de 314,16 mm, de modo que o comprimento mínimo e máximo para execução do ensaio limitaram-se à 628,32 mm e 1.570,80 mm, respectivamente.

Os corpos de prova foram retirados da câmara úmida no dia do ensaio, para realização das medidas necessárias para o cálculo da massa específica, para então iniciar as leituras de módulo.

Conforme ilustra a Figura 3-10, o microfone foi posicionado no ponto médio do corpo de prova, este acomodado em uma base com espuma. Foram impostos três impactos ao longo da extensão do corpo de prova e registrado o menor valor (ASTM, 2014).

Figura 3-10 - Ensaio de módulo de elasticidade dinâmico.



3.3.3 Resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão é o mais utilizado no desenvolvimento de materiais para construção civil dada a sua simplicidade de execução. O procedimento é normatizado para os materiais cimentícios convencionais e diferentes velocidades de aplicação da carga são sugeridas.

Segundo a NBR 5739:2007, aplica-se uma taxa de carregamento de $(0,45 \pm 0,15)$ MPa/s para corpos de prova de concreto convencionais com diâmetro de 10 cm, (ABNT, 2007). No caso de diâmetro igual a 5 cm, o referido parâmetro é de $(0,25 \pm 0,05)$ MPa/s tanto para argamassas de alta resistência (ABNT, 2012) quanto pastas de cimento (ABNT, 1996). Esta última taxa é recomendada pela ASTM C39/C39M:2016 para amostras de concreto cilíndricas com diâmetro entre 50 mm e 200 mm. Além disso, deve ser posicionada uma rótula de diâmetro máximo de 105 mm a 280 mm (ASTM, 2016a)

Em publicações científicas de CUAD foi sugerida a velocidade de 1,5 MPa/s em corpos de prova com diâmetro igual a 7,5 cm (AHLBORN; PEUSE; MISSON, 2008). Pastas de cimento com nanocompósitos, investigados neste grupo de pesquisa, são ensaiadas em corpos de prova cilíndricos com diâmetro igual a 2 cm com taxas de 2,5 MPa/s (BATISTON, 2012; COLLODETTI, 2013) ou 0,5 MPa/s (AZEVEDO, 2015).

Portanto, considerando os dados de literatura, as dimensões do corpo de prova e os testes preliminares, adotou-se a velocidade de 0,5 MPa/s, que permitiu a finalização do ensaio no tempo médio de 3 a 6 minutos, considerado ideal (AHLBORN; PEUSE; MISSON, 2008). Além disso, com esta velocidade obtiveram-se resultados homogêneos, tanto de carga de ruptura quanto modo de falha.

Para não comprometer o ensaio de compressão, manter a relação altura : diâmetro igual a 2 e garantir o paralelismo das faces (ABNT, 2007; ASTM, 2016a), os corpos de prova foram ajustados em cortadeira metalográfica de precisão de baixa velocidade Isomet, da marca Buehler, disponível no NANOTEC-Lab. Foi utilizada a velocidade máxima de 300 RPM e um disco de corte diamantado de baixa concentração (para eixos de $\frac{1}{2}$ "", diâmetro de 127 mm e espessura de 0,4 mm). Quando necessário, também foi utilizada uma lixa para concreto, para retirar eventuais rebarbas decorrentes do corte.

Nos testes preliminares, realizados na prensa Instron 5569 do NANOTEC-Lab, a carga de ruptura à compressão para alguns corpos de

prova com 1 e 7 dias foram de 16,3 kN e 25,5 kN, respectivamente. Uma vez que a célula de carga desta prensa é limitada à capacidade de 50 kN, para o programa oficial deste trabalho optou-se pela prensa universal Shimadzu com capacidade de 20.000 kN, instalada no Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC).

A resistência à compressão de cada corpo de prova foi calculada a partir da razão entre carga de ruptura e seção transversal. Em posse dos valores individuais e médio, foi calculado o desvio relativo máximo, segundo a NBR 7215:1996. Este parâmetro é a razão do valor absoluto da diferença entre a resistência média e a resistência individual que mais se afasta da média, pela resistência média, multiplicando-se por 100. Quando o desvio for superior a 6%, desconsidera-se o discrepante e uma nova média é calculada. Se o desvio permanece superior, então uma nova série de corpos de prova deve ser testada. Ao testar uma nova série, a reprodutibilidade⁹ não deve ultrapassar 15% (ABNT, 1996).

Na prática, significou verificar que o coeficiente de variação da série é próximo a 3,2% recomendado pela ASTM C39/C39M para corpos de prova de concreto de 100 mm de diâmetro e resistência de até 32 MPa (ASTM, 2016a).

Tanto o desvio relativo máximo quanto o coeficiente de variação foram parâmetros de qualidade adotados para determinar a necessidade de moldar novos corpos de prova.

3.4 MÉTODO DE DETERMINAÇÃO DE PARÂMETROS DA CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO

Para estudar a cinética das reações de hidratação, há particular interesse nos parâmetros de calor de hidratação, taxa de reação de aceleração, grau de hidratação e energia de ativação, que foram obtidos a partir de dados de calorimetria.

Este ensaio destina-se aos estudos realizados nas primeiras idades, como a investigação da hidratação de C_3S , C_3A e pozolanas em temperaturas elevadas. A análise pode ser imprecisa para reações tardias, como o C_2S e pozolanas menos reativas, uma vez que a relação sinal-ruído diminui consideravelmente ao longo do tempo. Passadas 72 horas, deve-se cuidar com a interpretação dos resultados, uma vez que o calor

⁹ A reprodutibilidade é calculada a partir da diferença entre dois resultados finais dividida pela média entre eles (ABNT, 1996).

liberado pode ter a mesma magnitude dos erros do sistema de medição (POOLE, *et al.*, 2007).

Neste cenário, adotou-se o seguinte procedimento para o ensaio de calorimetria: após o processo de mistura descrito em 3.2.1 - *Preparação das pastas de cimento*, cerca de 10g de mistura fresca (ASTM, 2014a) foi colocada em ampola de 20 ml específica e lacrada.

A ampola foi introduzida no calorímetro de condução isotérmico Thermometric AB TAM Air, da TA Instruments. Este equipamento conta com um sistema de aquisição de dados informatizado, com frequência média de uma leitura a cada 30, 40 ou 50 s, limite de detecção de 4 μ W e precisão de $\pm 20 \mu$ W (TA INSTRUMENTS, 2017). Pertence ao NANOTEC-Lab.

Uma vez que um dos objetivos desta Tese foi avaliar o efeito da temperatura na hidratação de pastas de ultra-alto desempenho, o ensaio foi conduzido em 23°C, 40°C e 60°C. O fabricante recomenda aguardar 8 horas para estabilizar todo o sistema, devido à grande massa e capacidade térmica do equipamento, o que demanda maior tempo para o equilíbrio (TA INSTRUMENTS, 2011). Por este motivo, aliada à logística das atividades de laboratório, o calorímetro foi configurado no dia anterior.

O registro dos dados de calor iniciou-se, em média, após 15 min do contato da água com o cimento Portland, de modo que não foi possível monitorar os primeiros minutos de reação. Finalizou-se a medição e os dados foram coletados depois de 72h e normalizados em relação à massa de material cimentício, conforme preconiza a norma ASTM C1679:2014.

De acordo com Livesey, *et al.* (1991), o período de monitoramento de 72 horas é curto em relação ao desenvolvimento das propriedades do concreto, porém para um tempo superior a 3 dias, a taxa de calor gerado é baixa em relação à sensibilidade do equipamento.

Por fim, os dados iniciais da primeira hora do ensaio foram descartados, em função das medidas em 40°C e 60°C. Segundo Poole, *et al.* (2007), esta filtragem é necessária pois o equilíbrio térmico do calorímetro é perturbado ao colocar uma pasta fresca recém-hidratada. A variação é ainda mais crítica quando existe grande diferença entre a temperatura ambiente e a de ensaio. Para os autores, o estudo do perfil de fluxo de calor na primeira hora pode acontecer apenas quando a mistura do cimento com a água acontecer no interior do equipamento.

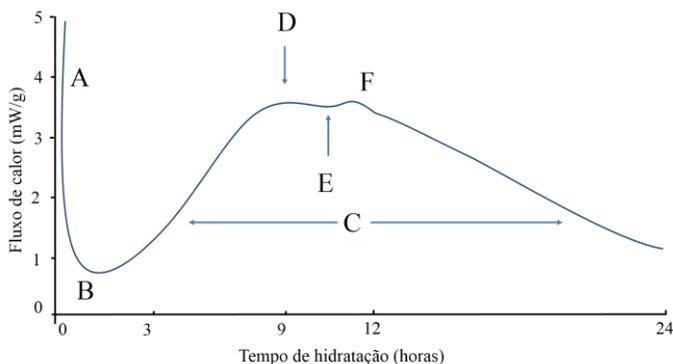
Pequenos erros nos dados experimentais são esperados antes de 1,5 h enquanto o calorímetro não alcança o estado de equilíbrio (PANG; JIMENEZ; IVERSON, 2013). O poder calorífico verdadeiro só é

considerado após completar o equilíbrio térmico do sistema. No caso de temperaturas próximas à ambiente, a espera é de aproximadamente 30 minutos e as perturbações provenientes da colocação da ampola são automaticamente corrigidas. Para temperaturas superiores a 50°C o tempo é maior e deve ser avaliado para cada situação (TA INSTRUMENTS, 2011).

3.4.1 Fluxo de calor

Uma curva típica deste ensaio é ilustrada na Figura 3-11. Em **A** tem-se a dissolução do cimento e início da hidratação. Em **B** ilustra-se o período de indução, definido por um período de baixa liberação de calor e uma reação dita bem controlada. O principal pico de hidratação associado com o endurecimento e ganho de resistência da pasta corresponde à **C**, sendo em **D** o calor máximo. O pico em **E** indica o esgotamento do sulfato, seguido da aceleração da atividade do aluminato em **F** (ASTM, 2014a).

Figura 3-11 - Exemplo de curva do perfil de liberação de calor na hidratação do cimento.



Fonte: Adaptado de ASTM (2014a).

3.4.2 Calor de hidratação

Os dados do ensaio contabilizam o calor total liberado ao longo do tempo, em J/g. Este parâmetro é um indicador do desenvolvimento de

resistência ao longo do tempo, obtido integrando-se a área abaixo da curva da taxa de liberação de calor (ASTM, 2014a).

3.4.3 Grau de hidratação

O grau de hidratação diz respeito à evolução das reações de hidratação. Depende da relação água/cimento, diâmetro das partículas do cimento, das condições de cura (THOMAS; JENNINGS, 2008), bem como da pressão aplicada (BRESSON, *et al.*, 2002).

Foi calculado para cada instante a partir da Equação 3-9 (KADABENAMEUR; WIRQUIN; DUTHOIT, 2000; BETIOLI, *et al.*, 2009; SIDDIQUI, *et al.*, 2013).

$$GDH(t) = \frac{Q(t)}{Q_{max}} \quad \text{Equação 3-9}$$

Onde:

$GDH(t)$: grau de hidratação, adimensional;

$Q(t)$: calor total no instante t, em J/g;

Q_{max} : calor máximo teórico, em J/g.

O calor máximo teórico corresponde ao somatório do calor das reações químicas como descreve a Equação 3-10, cujos os valores de calor de cada constituinte são apresentados na Tabela 3-12 (BREUGEL, 1991; TAYLOR, 1997; BETIOLI, *et al.*, 2009).

$$Q_{max} = q_1 \cdot p_{C_3S} + q_2 \cdot p_{C_2S} + q_3 \cdot p_{C_3A} + q_4 \cdot p_{C_4AF} \quad \text{Equação 3-10}$$

Onde:

Q_{max} : máximo calor liberado ao final da hidratação, em J/g;

$q_1 \dots q_2$: calor de hidratação de cada constituinte considerado (vide Tabela 3-12), em J/g;

$p_{(...)}$: fração de cada constituinte do cimento, em g.

Tabela 3-12 – Calor de hidratação relativa dos principais constituinte do cimento Portland, em J/g.

AUTOR	q_1 C ₃ S	q_2 C ₂ S	q_3 C ₃ A	q_4 C ₄ AF
Breugel (1991)*	523	260	857	223
Betioli, <i>et al</i> (2009)	510	260	1100	410

*Valores médios da revisão de literatura do autor.

A partir do calor individual das fases (BETIOLI, *et al.*, 2009), da composição potencial de Bogue (calculado em 3.1.1), o calor máximo teórico do cimento em estudo assumiu o valor de 361,2 J/g.

3.4.4 Energia de ativação

A energia de ativação foi obtida indiretamente a partir de curvas relativas entre o progresso da hidratação e o calor de hidratação em determinada temperatura. Excluiu-se o calor liberado no período inicial das reações e de indução, considerando apenas o período de aceleração (SILVA; AGOPYAN, 1998).

Este parâmetro foi determinado a partir de um gráfico de Arrhenius contendo o logaritmo natural da taxa de reação e o inverso da temperatura em Kelvin. A energia de ativação é o coeficiente angular da reta gerada multiplicada pela constante universal dos gases (SOWOJDNICH, 2015).

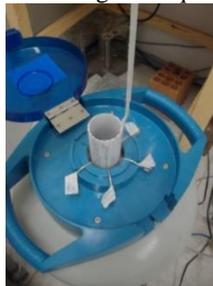
3.5 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA

Para avaliar a microestrutura, foram realizadas análises morfológicas, de porosidade, termogravimétricas e cristalográficas a partir de fragmentos. Após o ensaio de compressão, amostras foram coletadas e congeladas em nitrogênio líquido, para interromper a hidratação (Figura 3-12).

Figura 3-12 - Preparação das amostras para caracterização microestrutural. (a) Fragmentos do corpo de prova. (b) Congelamento em nitrogênio líquido.



(a)



(b)

A água congelada foi retirada por sublimação em um liofilizador Terrone, modelo Enterprise, com bomba à vácuo acoplada. O processo de

congelamento seguida de liofilização, é denominado *freeze-drying* e provoca poucas alterações na microestrutura (CINCOTTO, 2011; DAL MOLIN, 2010). Alguns autores sugerem a secagem a 105°C, antes do início das análises microestruturais. Entretanto, parte da água do C-S-H e da etringita podem ser eliminados nesta etapa, o que pode comprometer, principalmente, os resultados de termogravimetria (SCRIVENER, *et al.*, 2015).

Na sequência, foram selecionadas amostras para ensaios de microscopia eletrônica de varredura, porosidade por intrusão de mercúrio, difração de raios X e termogravimetria. Para os dois últimos, procedeu-se com a pulverização primeiro em almofariz de ágata seguido de moinho vibratório de bolas Fristch, modelo Analysete 3 Spartan Pulverisette. Por fim, foram mantidas em dessecador até a data do ensaio.

Por questões de disponibilidade de equipamento e custos, foi realizada apenas uma medição em famílias selecionadas com base nos valores de resistência.

A medição única não permite o tratamento estatístico. Entretanto, os resultados são considerados representativos, uma vez que existe um baixo coeficiente de variação das técnicas utilizadas (BETIOLI, 2007; MELO NETO, 2002).

3.5.1 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

A porosimetria por intrusão de mercúrio forneceu informações de volume e distribuição dos poros. A porosidade foi determinada conhecendo-se o volume de vazios presentes em relação ao volume total (NEVILLE, 2016).

Para este ensaio, utilizou-se o Porosímetro Micromeritics Autopore IV, do Laboratório de Física Nuclear Aplicada da Universidade Estadual de Londrina (UEL).

Cerca de 2g de amostra foi colocada no penetrômetro e submetido a um vácuo. Na sequência o mercúrio foi injetado, o sistema foi colocado em baixa pressão (3,5 kPa) e posteriormente em alta pressão (até 227,5 MPa), o que permitiu a leitura de poros na faixa de 0,005 µm até 353 µm. O tempo de equilíbrio em cada patamar para leitura foi de 5 min.

Considerando os poros cilíndricos, a pressão aplicada e as características físicas do mercúrio, calculou-se o diâmetro equivalente através da Equação de Washburn (Equação 3-11).

$$d = -\frac{4 \cdot \gamma \cdot \cos(\theta)}{p} \quad \text{Equação 3-11}$$

Onde:

d : diâmetro equivalente do poro (μm)

γ : tensão superficial do mercúrio (0,485 N/m);

θ : ângulo de contato entre o mercúrio e o sólido (130°)

p : pressão aplicada (Pa)

Para cada nível de pressão, registrou-se o volume de mercúrio intrudido por grama de amostra (ml/g). Os dados de volume foram normalizados em relação à massa da amostra e a porosidade foi calculada a partir da Equação 3-12.

$$P = \frac{V_n}{V_{abs,a}} \cdot 100 \quad \text{Equação 3-12}$$

Onde:

P : porosidade (% , ml/ml);

V_n : volume normalizado em relação à massa da amostra (ml);

$V_{abs,a}$: volume absoluto da amostra, calculado a partir da densidade absoluta da amostra (ml);

A densidade da absoluta foi calculada conhecendo-se massa da amostra, do conjunto e da densidade do mercúrio, conforme Equação 3-13.

$$D_{abs,a} = \frac{m_a}{\frac{V_p - (m_{p,a} - m_p - m_a)}{D_{Hg}}} \quad \text{Equação 3-13}$$

Onde:

$D_{abs,a}$: densidade absoluta da amostra (g/ml);

m_a : massa da amostra (g);

$m_{p,a}$: massa do conjunto penetrômetro e amostra (g);

m_p : massa do penetrômetro (g);

D_{Hg} : densidade do mercúrio (13,5335 g/ml).

3.5.2 Termogravimetria

A técnica de termogravimetria (TG) é utilizada para controle de qualidade e consiste em submeter determinado material a uma elevação de temperatura em taxa e ambiente controlados, registrando-se a massa.

A partir da variação de massa em determinadas temperaturas infere-se sobre a composição do material em análise (ASTM, 2008).

Esta técnica fornece dados relevantes para o estudo da hidratação do cimento Portland, devido à decomposição térmica das substâncias presentes (DAL MOLIN, 2010).

Deve-se atentar que as transições cristalinas que não envolvem perda de massa não podem ser detectadas. Além disso, determinadas reações são representadas por variações sutis nas curvas de TG, o que dificulta a análise (RAMACHANDRAN, 2001). Neste caso, torna-se útil a primeira derivada da termogravimetria (DTG), devido à presença de marcadores mais evidentes (ALARCON-RUIZ, *et al.*, 2005).

O ensaio de termogravimetria foi realizado em um Analisador Térmico Simultâneo TA Instruments, Modelo SDT-Q600, do NANOTEC-Lab. O equipamento conta uma faixa de medição da temperatura ambiente até 1500°C e sensibilidade de massa de 0,1 µg (TA INSTRUMENTS, 2010).

Aproximadamente 20 mg de amostra seca e moída, foi depositada em cadinho de alumínio sem tampa, este colocado no porta-amostra do equipamento.

A amostra foi aquecida a uma taxa de 20°C/min, da temperatura ambiente até 1.000°C. Foi utilizado gás nitrogênio 5.0 analítico para a purga dos gases e proteção da termobalança.

Os dados foram coletados e analisados no software do equipamento. Foram geradas curvas de TG (perda de massa) e DTG (primeira derivada da TG). Da curva de DTG, foram determinados as temperaturas limites das reações, a partir das quais foram identificados as perdas de massa referentes à água não evaporável, portlandita e fases carbonáticas.

Os valores de massa foram corrigidos em função da massa residual (Equação 3-14), uma vez que as medidas ocorreram em diferentes idades de hidratação (TAYLOR, 1997; HOPPE FILHO, 2008; MADANI; BAGHERI; PARHIZKAR, 2012).

$$FC = \frac{100}{M_{residual}} \quad \text{Equação 3-14}$$

Onde:

FC : fator de correção

$M_{residual}$: massa residual após perda de massa até 1.000 °C (%).

3.5.2.1 Teor de água não evaporável

O teor de água não evaporável relaciona-se ao grau de hidratação a partir da Equação 3-15 (GUÉNOT-DELAHAIE, 1996; LOUKILI; KHELIDJ; RICHARD, 1999; YU; SPIESZ; BROUWERS, 2014; SCRIVENER, *et al.*, 2015).

$$GDH_q(t) = \frac{m_q(t)}{m_{q\infty}} \quad \text{Equação 3-15}$$

Onde:

$m_q(t)$: massa de água quimicamente combinada no instante t ;
 $m_{q\infty}$: massa de água quimicamente combinada em uma hidratação completa.

Este cálculo está sujeito a erros, principalmente em sistemas pozolânicos, uma vez que é impraticável separar a água quimicamente combinada derivada da reação das fases do cimento e das adições presentes (SCRIVENER, *et al.*, 2015). Contudo, é possível uma aproximação, inserindo o termo de razão em massa do cimento em relação aos materiais cimentícios, conforme a Equação 3-16 (MADANI; BAGHERI; PARHIZKAR, 2012).

$$GDH_n(t) = \frac{m_n(t)}{m_c \cdot m_{n\infty}} \quad \text{Equação 3-16}$$

Onde:

$m_n(t)$: quantidade de água não evaporável no instante t ; dada pela perda de massa até a ignição, descontando-se a água evaporável, que é liberada até 105°C
 m_c : razão em massa do cimento em relação aos materiais cimentícios
 $m_{n\infty}$: quantidade de água não evaporável para a hidratação completa do cimento.

Para hidratação completa do cimento pode-se assumir valores fixos iguais a 0,23 (MADANI; BAGHERI; PARHIZKAR, 2012; MA; LI, 2013; MEHTA; MONTEIRO, 2014; YU; SPIESZ; BROUWERS, 2014; AQEL; PANESAR, 2016; NEVILLE, 2016), 0,24 (LOUKILI; KHELIDJ; RICHARD, 1999), 0,25 (SCRIVENER, *et al.*, 2015).

Foi adotado o valor de 0,23 em função da maior recorrência deste nas publicações, visando, com isso, permitir a comparação dos obtidos com os expostos pela literatura.

3.5.2.2 Teor de portlandita

O teor de portlandita foi utilizado como indicador da reação pozolânica. Foi calculado a partir da perda de massa na faixa de temperatura entre 400°C e 550°C, considerando a estequiometria (Equação 3-17) e o balanço de massas da Equação 3-18 (HOPPE FILHO, 2008; QUARCIONI, 2008; PILAR, 2012; SCRIVENER, *et al.*, 2015; RUPASINGHE, *et al.*, 2017).



$$\begin{aligned} \%CaOH(t) &= \frac{M_{Ca(OH)_2}}{M_{H_2O}} \cdot \Delta m_{400-500} = \frac{74}{18} \cdot m_{H_2O} & \text{Equação 3-18} \\ &= 4,11 \Delta m_{400-500} \end{aligned}$$

Onde:

$\%CaOH(t)$: teor de hidróxido de cálcio no instante t (%);

$M_{Ca(OH)_2}$ e M_{H_2O} : massa molecular dos hidróxido de cálcio e água, respectivamente 74u e 18u;

$\Delta m_{400-500}$: perda de massa de água referente à decomposição do hidróxido de cálcio, na faixa de 400°C a 500°C (%).

Durante o processo de manipulação e preparo das amostras para as análises de microestrutura, uma parcela do CaO pode reagir e formar carbonato de cálcio (Equação 3-19). Sendo assim, o teor de portlandita foi corrigido a partir da Equação 3-20 (SCHEPPER, *et al.*, 2014; KRAKOWIAK, *et al.*, 2015; BAHAFID, *et al.*, 2017).



$$\begin{aligned} \%CaOH(t)' &= \%Ca(OH)_2 + \frac{M_{Ca(OH)_2}}{M_{CO_2}} \cdot \Delta m_{500-800} & \text{Equação 3-20} \\ &= \%Ca(OH)_2 + 1,68 \cdot \Delta m_{500-800} \end{aligned}$$

Onde:

$\%CaOH(t)'$: teor de hidróxido de cálcio corrigido (%);

M_{CO_2} : massa molecular do anidro carbônico, 44 u;

$\Delta m_{500-800}$: perda de massa referente à decomposição do anidro carbônico, na faixa de 500°C a 800°C.

Por fim, também foi descontado o teor de fases carbonáticas presente no cimento. Na análise termogravimétrica do material (vide Apêndice VI), a perda de massa entre 500°C e 800°C indicou um teor de carbonato de cálcio de 7,39%.

Os dados experimentais foram confrontados com estimativas teóricas baseadas na relação estequiométrica da hidratação do C_3S e C_2S

(SCRIVENER, *et al.*, 2004). A partir do grau de hidratação obtido em função da água não evaporável, estimou-se a concentração potencial de portlandita formada.



Sendo assim, supondo uma hidratação completa, 100g de C_3S pode produzir 99,6 g de C-S-H e 42,2 g de portlandita; enquanto que 100 g de C_2S pode formar 132,1 g e 12,9 g dos mesmos produtos.

3.5.2.3 Teor de carbonato de cálcio

O teor de carbonato de cálcio foi estipulado com o objetivo de monitorar a carbonatação das pastas, em decorrência do manuseio das amostras (SILVA, 2001). Em uma curva de termogravimetria, a descarbonatação da calcita é observada entre 600°C e 800°C. A estequiometria e a determinação do seu teor foram reproduzidas na Equação 3-23 e Equação 3-24 (HOPPE FILHO, 2008; QUARCIONI, 2008; PILAR, 2012; RUPASINGHE, *et al.*, 2017).



$$\%CaCO_3(t) = \frac{M_{CaCO_3}}{M_{CO_2}} \cdot \Delta m_{600-800} = \frac{100}{44} \cdot m_{H_2O} \quad \text{Equação 3-24}$$

$$= 2,27 \Delta m_{600-800}$$

Como parte deste carbonato é proveniente da carbonatação do hidróxido de cálcio, a quantidade final de carbonato de cálcio foi estimada subtraindo-se a parcela anteriormente incorporado ao hidróxido de cálcio.

3.5.3 Difração de raios X

A difração de raios X (DRX) das amostras endurecidas foi realizada em um difratômetro XPert Philips, do Laboratório de Caracterização Microestrutural, do Departamento de Engenharia Mecânica (LCM/EMC/UFSC). Foi utilizado um tubo de cobre ($CuK\alpha$, $\lambda=1,54 \text{ \AA}$) e as medidas realizadas na faixa de ângulo 2θ de 3 a 80°, com passo de 0,02 °/s. O processo de identificação das fases foi o mesmo descrito em 3.1.

3.5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica que consiste em aplicar um feixe de elétrons que interage com a superfície, gerando sinais de elétrons retroespalhados (BSE), secundários (SE) ou de raios X (EDS) (ROSSIGNOLO, 2003). O sinal de elétrons secundários, utilizados neste trabalho, geram imagens com informações da topografia e morfologia. Quando combinado com a energia dispersiva de raios X, permite conhecer a composição química dos material (DAL MOLIN, 2010; ROSSIGNOLO, 2003).

As imagens foram obtidas em dois equipamentos: um Jeol JSM-6390 LV, do Laboratório Central de Microscopia Eletrônica da UFSC (LCME-UFSC) e Hitachi TM3030, do Laboratório CERMAT – Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Compósitos, do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC (CERMAT/EMC/UFSC). Em ambos, foi utilizada uma tensão de aceleração de 15 kV.

Previamente ao ensaio, as amostras foram depositadas em fita adesiva de carbono fixada no suporte (denominado “*stub*”). Receberam um recobrimento de ouro para torna-las condutoras e, assim, garantir a emissão de elétrons necessária à construção da imagem.

Quando necessários, foram realizadas medidas de EDS para quantificar os elementos químicos presentes. Foram calculadas razões atômicas de massa e os resultados foram comparados com a Tabela 3-13, reportados por Vanderlei (2004) em sua revisão de literatura.

Tabela 3-13 – Razões de massa atômica dos produtos hidratados para análise de EDS.

PRODUTO	Ca/Si	(Al+Fe)/Ca	S/Ca
C-S-H	0,8 a 2,5	$\leq 0,2$	-
CH	≥ 10	$\leq 0,04$	$\leq 0,04$
AFm	≥ 4	$\leq 0,4$	$\leq 0,15$

Fonte: Vanderlei (2004).

4 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O principal objetivo deste trabalho foi estudar o efeito de uma cura sob pressão e temperatura na hidratação e propriedades de pastas de concreto de ultra-alto desempenho.

Para tanto, o trabalho foi dividido em três grandes metas. A primeira foi desenvolver um equipamento capaz de aplicar simultaneamente as condições de pressão e temperatura na mistura no estado fresco. Além do equipamento, foram desenvolvidos dois tipos de moldes e um software para controle e automação da cura térmica.

Em seguida, o próximo objetivo foi estudar o fenômeno a partir das principais propriedades mecânicas estudadas em concreto: massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão. Além destas, os parâmetros de cinética foram estudados a partir de ensaio de calorimetria, que determinou fluxo de calor e calor liberado.

Por fim, foram selecionadas algumas amostras para caracterização microestrutural, para análises de microscopia, porosidade, termogravimetria e cristalografia.

Ao total, foram estudadas 42 famílias combinando os efeitos de diferentes regimes de cura e idade. A pressão variou de 0,1 MPa (pressão atmosférica), 5 MPa e 10 MPa e foi aplicada em média 30 min após a hidratação do cimento.

A cura térmica variou de 23 °C (temperatura ambiente), 40 °C e 60 °C. Além disso, investigou-se o efeito do tempo de espera do início do período de aquecimento, juntamente com a pressão (0 h), 2 h e 4 h do contato do cimento com a água.

O início de pega da mistura em estudo foi de 2 h 55 min, obtido experimentalmente através do aparelho de Vicat, e este foi o parâmetro que definiu os tempos de espera.

A nomenclatura adotada seguiu o padrão ilustrado na Tabela 4-1, com a definição de valores de pressão de compactação (0,1 MPa, 5 MPa e 10 MPa), temperatura (23°C, 40°C e 60°C) e tempo de espera para início do aquecimento (0h, 2h e 4h).

Tabela 4-1 - Nomenclatura adotada na identificação das amostras.

P (MPa)			T (°C)			e (h)			NOMENCLATURA DAS SÉRIES
0,1	5	10	23	40	60	0	2	4	
X			X			X			A.P0,1.T23.0H
X				X		X			B.P0,1.T40.0H
X				X			X		C.P0,1.T40.2H
X				X				X	D.P0,1.T40.4H
X					X	X			E.P0,1.T60.0H
X					X		X		F.P0,1.T60.2H
X					X			X	G.P0,1.T60.4H
	X		X			X			H.P5.T23.0H
	X			X		X			I.P5.T40.0H
	X			X			X		J.P5.T40.2H
	X			X				X	K.P5.T40.4H
	X				X	X			L.P5.T60.0H
	X				X		X		M.P5.T60.2H
	X				X			X	N.P5.T60.4H
		X	X			X			O.P10.T23.0H
		X		X		X			P.P10.T40.0H
		X		X			X		Q.P10.T40.2H
		X		X				X	R.P10.T40.4H
		X			X	X			S.P10.T60.0H
		X			X		X		T.P10.T60.2H
		X			X			X	U.P10.T60.4H

Legenda: P (pressão); T (temperatura); e (tempo de espera).

Para permitir uma análise estatística de variância (ANOVA) com um projeto de experimentos do tipo 2^k , bem como a discussão considerando o efeito isolado da pressão em temperatura ambiente (I), da temperatura em pressão atmosférica (II) e da interação entre pressão e temperatura quando utilizada a cura térmica (III), os resultados foram apresentados separadamente. Na Tabela 4-2 as variáveis avaliadas foram detalhadas.

Tabela 4-2 – Dimensionamento do experimento fatorial do tipo 2^k.

ESTUDO	PRESSÃO (MPa)	TEMPERATURA (°C)	ESPERA (h)	IDADE (dias)
I	0,1; 5, 10	23	0	1, 7, 28
II	0,1	23, 40, 60	0	1, 7, 28
III	0,1; 5, 10	40, 60	0, 2, 4	1, 7, 28

Portanto, os resultados obtidos foram discutidos conforme o interesse da investigação dos efeitos, ou seja:

- Projeto e execução do equipamento de cura;
- Efeito da pressão em temperatura ambiente nas propriedades da pasta endurecida;
- Efeito da temperatura em pressão ambiente, nas propriedades nas propriedades da pasta no estado fresco e endurecido;
- Efeito combinado de pressão, temperatura e tempo de espera (da cura térmica), nas propriedades da pasta endurecida.

4.1 PROJETO E EXECUÇÃO DO EQUIPAMENTO

O presente trabalho propôs a compactação da pasta no seu estado fresco, com uma pressão máxima de 10 MPa, equivalente à $10 \cdot 10^6 \text{ kg/(m.s}^2\text{)}$. Sabendo que a pressão é dada pela razão entre a força e uma determinada área de aplicação, para um molde cilíndrico com diâmetro de 5 cm^{10} , a força aplicada é de $19.634,4 \text{ kg.m/s}^2$, como mostra o desenvolvimento da Equação 4-1.

$$\sigma = \frac{F}{A} \therefore F = \sigma \cdot A = 10 \cdot 10^6 \cdot \pi \cdot 0,025^2$$

$$F = 19.634,4$$

Equação 4-1

Onde:

- σ : pressão, em $\text{kg/(m.s}^2\text{)}$;
 F : força, em kg.m/s^2 ;
 A : área, em m^2 .

¹⁰ Dimensão usual para o estudo de argamassas de alta resistência (ABNT, 2012) e pastas de cimento (ABNT, 1996).

A força, por sua vez, definida como o produto da massa e a aceleração da gravidade, resulta em uma massa aplicada de 2.001,5 kg para produzir uma força de 19.634,4 kg.m/s² (Equação 4-2).

$$F = m \cdot a \quad \therefore m = \frac{F}{a} = \frac{19.634,4}{9,81} \quad \therefore m = 2001,5 \quad \text{Equação 4-2}$$

Onde:

m: massa, em kg;

a: aceleração da gravidade, em m/s².

A aplicação de uma massa de 2000 kg sobre um único corpo de prova seria possível através de peso morto de mesma massa, ou do desenvolvimento de um sistema, conforme será discutido.

4.1.1 Desenvolvimento da prensa

No capítulo de Revisão de Literatura foram listados diferentes métodos de aplicação de pressão no concreto fresco: com o uso de macaco hidráulico, prensa de rosca ou fuso e prensa universal de ensaio. Para as características deste Programa Experimental, bem como questões operacionais e de logística, as prensas universais foram descartadas.

O uso de macaco hidráulico é interessante e preciso. Todavia, foi prevista uma cura sob pressão de até 23 horas, o que poderia aquecer o fluido do dispositivo e provocar perdas por vazamento e atrito, induzindo instabilidades na carga aplicada. Além disso, durante a pressurização ocorre uma perda de volume. Sendo assim, seria necessário desenvolver um sistema com aparador que evitasse a redução da pressão, mantendo-a constante durante todo o período de cura. Dada a sua complexidade, esta proposta foi descartada.

Outra possibilidade seria a aplicação de peso morto utilizando vigas metálicas disponíveis no Laboratório de Experimentação em Estruturas (LEE/ECV/UFSC), que possuem massa entre 93 kg e 125 kg. O impasse esteve no sistema do Pórtico do Laboratório e o ajuste do fuso para controlar a descida da viga (Figura 4-1). De acordo com registros do Grupo de Pesquisa em Experimentação em Estruturas (GRUPEX ECV/UFSC), durante ensaios no pórtico foram registradas alterações de carga da ordem de 100 kg, o que pode gerar erros de difícil controle e correção no procedimento experimental desta tese.

Figura 4-1 - Pórtico do Laboratório de Experimentação em Estruturas.



Cogitou-se adquirir uma prensa do tipo Bishop utilizada para determinação de propriedades de adensamento do solo (Figura 4-2). Para um conjunto composto pela prensa com carregamento traseiro, célula de adensamento, jogo de peso total de 50 kg, um extensômetro de 10 mm e uma mesa de aço, seria necessário um investimento de R\$24.400,00 (SOLOTEST, 2015), sem contabilizar os custos para adaptação ao programa experimental proposto. Uma vez que existem limitações financeiras para este trabalho, esta opção também foi descartada.

Figura 4-2 - Prensa de adensamento do tipo Bishop.

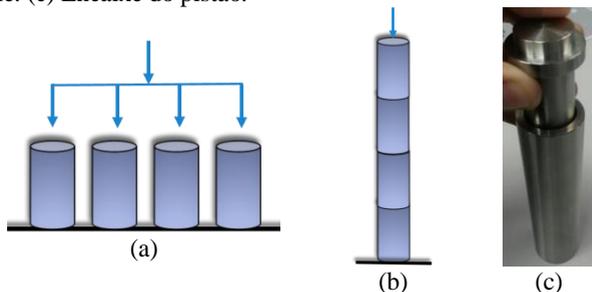


Após reunião com Engenheiros do Laboratório de Metrologia e Automação (Labmetro/EMC/UFSC), constatou-se a possibilidade de desenvolver uma prensa parecida à Bishop, com um sistema de alavanca e aplicação de carga em paralelo ou em série. No sistema em paralelo (Figura 4-3a), a carga total do sistema, necessária para aplicação da pressão, é multiplicada pelo número de corpos de prova a serem compactados. No sistema em série (Figura 4-3b), ocorre a transferência

de pressão que permite trabalhar com a mesma carga, independentemente da quantidade de corpos de prova, sendo este o sistema escolhido.

Portanto, foi desenvolvido um molde com pistão, que transfere a carga e atua como base e topo das formas (Figura 4-3c). Ademais, foi projetado com um fim de curso, para garantir que ao final do processo, o corpo de prova tenha uma altura, no mínimo, igual a 47 mm.

Figura 4-3 - Ilustração do sistema de aplicação de carga. (a) Em paralelo. (b) Em série. (c) Encaixe do pistão.



De acordo com o desenvolvimento da Equação 4-2, a carga aplicada pela prensa em moldes com diâmetro de 5 cm seria superior a 2 t. Visando reduzir este valor e garantir a estabilidade da prensa, o projeto baseou-se em três princípios mecânicos: redução da seção transversal, vantagem mecânica com braço de alavanca, polia, cabo e ponto fixo.

A redução da seção transversal de 5 cm para 2 cm permitiu uma redução da força necessária para a pressão de 10 MPa de 19,6 kN para 3,1 kN, o que significou uma diminuição da massa de 2.001,5 kg para 320,2 kg.

O braço de alavanca, cuja ilustração e diagrama de esforços foi apresentada na Figura 4-4, foi concebida como uma barra articulada com três pontos: 0, 1 e 2. Respectivamente, os pontos de apoio do pivô, de aplicação de força nos corpos de prova e da colocação dos pesos. Para as dimensões especificadas¹¹, o fator de multiplicação da carga, calculado a partir da verificação do equilíbrio do momento no ponto 0, resultou em uma vantagem de 2,25 (Equação 4-3).

$$\sum M_0 = 0$$

Equação 4-3

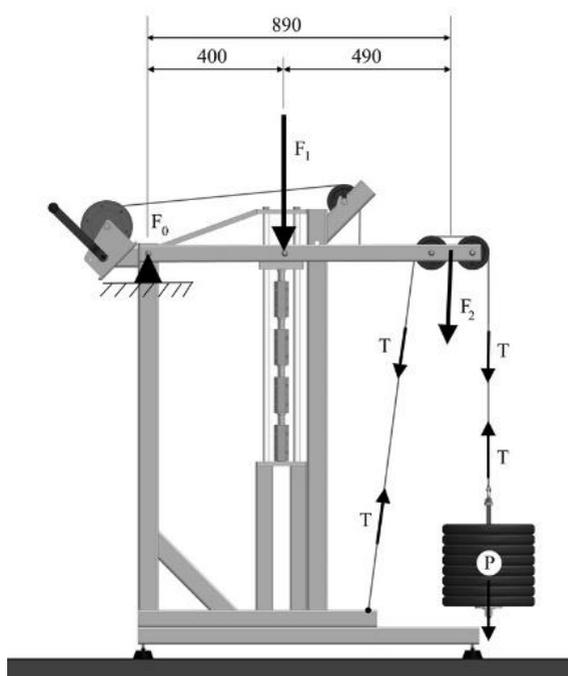
¹¹ As dimensões da prensa ficaram limitadas a uma ocupação máxima de 1,5 m². Ao final do projeto, construiu-se um equipamento que ocupou uma área de 1,15 x 0,44 m². Foi instalada no Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC/ECV/UFSC)

$$F_1 \cdot 400 - F_2 \cdot 890 = 0 \therefore F_1 = 2,25 F_2$$

Portanto, desconsiderando o peso próprio da alavanca e o atrito entre os elementos, uma massa de 10 kg aplicada no ponto 2 correspondeu a 22,5 kg, ou 0,7 MPa de pressão sobre os corpos de prova. Para 10 MPa foi necessária uma massa de 142,3 kg.

A carga foi reduzida pela metade ancorando-se o cabo que traciona as massas em um ponto fixo na estrutura, em um sistema par de transferência. Isto é: ao invés de 142,3 kg, para a mesma pressão de 10 MPa foram necessários apenas 71,2 kg. Foram previstas duas polias apenas para mudar o sentido de tração do cabo.

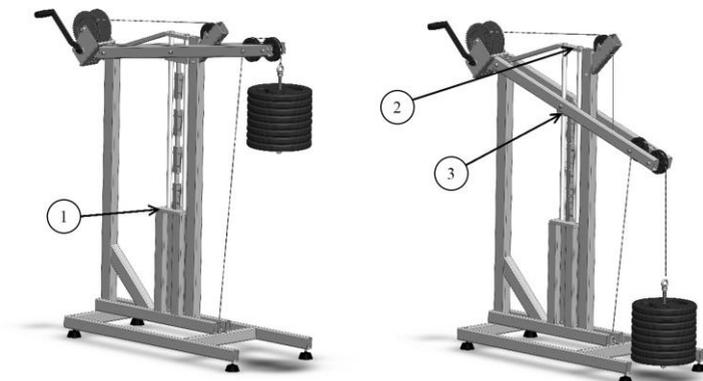
Figura 4-4 – Sistemas mecânicos de máquinas simples: Braço de alavanca, polia/cabo e ponto fixo.



Para garantir a estabilidade e direção do deslocamento imposto pelo peso durante o processo, foram previstas guias lineares, rolamentos de esferas, placas de apoio (① inferior, ② superior) e base móvel (③),

ilustrados na Figura 4-5, para as posições do braço de alavanca em estágio inicial e final da compactação.

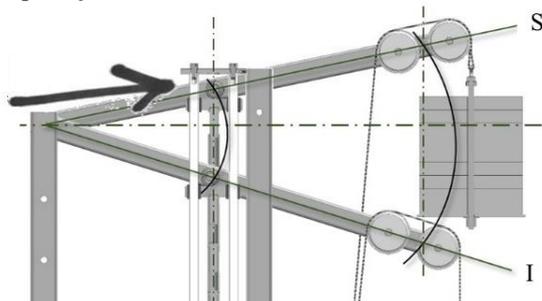
Figura 4-5 - Posição da estrutura de compactação em estágio inicial e final da compactação.



As guias foram construídas com eixos (retificados e cromados) e rolamentos lineares (com atrito desprezível). Para o suporte e alinhamento das guias e dos moldes dos corpos de prova, foram usinadas placas de apoio inferior, superior e a base móvel.

Tanto a placa superior quanto a base móvel foram responsáveis por distribuir a pressão uniformemente sobre o topo do molde. Como foi esquematizado na Figura 4-6, durante o carregamento desenvolve-se uma trajetória em arco que varia o ponto de aplicação da força. Este atinge a máxima deflexão quando na posição horizontal. Para compensar a excentricidade e coincidir o eixo da aplicação da pressão com o eixo dos moldes, foram inseridas roldanas, que deslizam sobre a base superior.

Figura 4-6 - Trajetória em arco do braço de alavanca em diferentes estágios de compactação e o uso da roldana.



Por fim, foi acrescentada uma catraca para auxiliar o levantamento do peso. Para compensar irregularidades do piso e absorver eventuais vibrações, foram inseridos seis pés niveladores do tipo “vibrastop”.

Toda a estrutura foi construída com tubos galvanizados retangulares. A união se deu por aparafusamento e solda manual com eletrodo revestido. Inicialmente, a junta entre os elementos foi ponteadada (Figura 4-7a), para ao final executar o cordão (Figura 4-7b). Para limpar resíduos e proteger as juntas, utilizou-se thinner (Figura 4-7c). A estrutura concluída pode ser conferida na Figura 4-8.

Figura 4-7 - Construção da prensa. (a) Ponteadamento das juntas. (b) Execução do cordão. (c) Limpeza e proteção da solda.

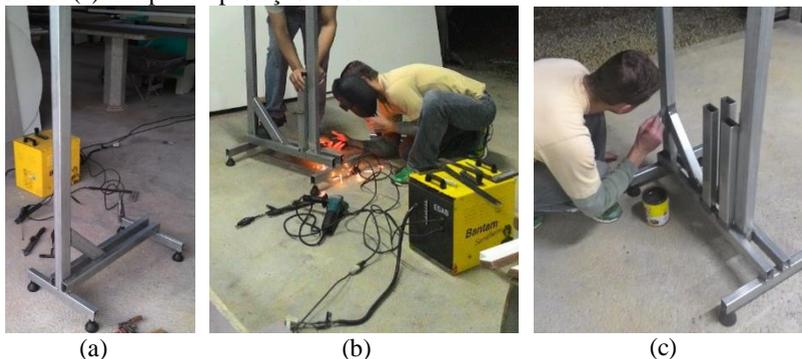


Figura 4-8 – Estrutura da prensa concluída.



4.1.2 Desenvolvimento dos moldes

Conforme descrito no item 4.1.1 - *Desenvolvimento da prensa*, foi reduzida a seção do corpo de prova, de modo o diâmetro e altura dos moldes deste trabalho são de 2 cm e 105 cm. A altura extra foi necessária para compensar a perda de volume decorrente da compactação da mistura fresca.

Definidas as dimensões dos moldes, o próximo passo foi desenvolvê-los. De acordo com a NBR 7215:2016, devem ser compostos de uma forma cilíndrica e base, ambas de metal não corrosível, com superfície interna lisa, sem defeitos. Geralmente, a forma cilíndrica é uma peça única com uma fenda longitudinal, fechamento com parafuso e base rosca (Figura 4-9).

Figura 4-9 - Moldes cilíndricos convencionais disponíveis no laboratório. (a) Vista frontal. (b) Vista superior.



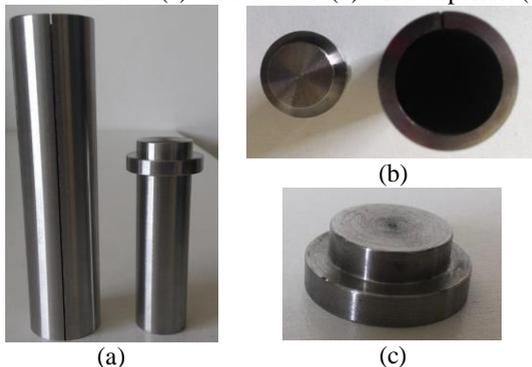
(a)



(b)

Analogamente, foram utilizados tubos de aço inox de paredes espessas, para garantir a não deformação dos moldes. O diâmetro externo foi de 26,67 mm e foi usinado pelo processo de eletro-erosão a fio¹², para chegar a um diâmetro interno de 20 mm. Também foi prevista uma fenda na direção longitudinal para permitir o escoamento do excesso de água, bem como facilitar o desmolde dos corpos de prova com abertura de 0,5mm, tomando por referência os moldes convencionais. Dada as características, este molde foi chamado de monopartido e os detalhes podem ser visualizados na Figura 4-10.

Figura 4-10 – Desenvolvimento do molde monopartido. Forma cilíndrica, pistão e base usinadas. (a) Vista lateral. (b) Vista superior. (c) Base da forma.



Para promover o fechamento, foram soldadas duas abas de aço inox, unidas por um sistema de parafuso, porca e borboleta (Figura 4-11).

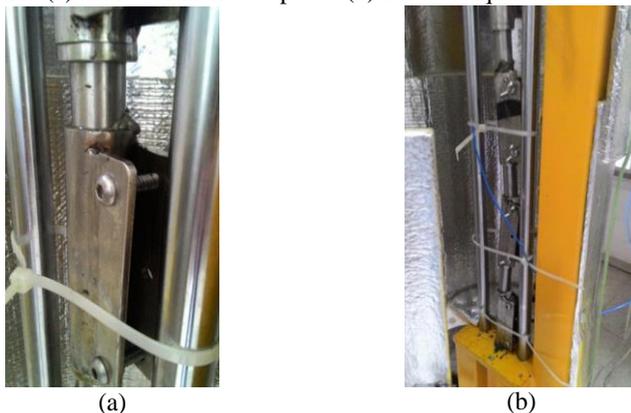
Figura 4-11 – Conclusão do desenvolvimento dos moldes monopartidos.



¹² Processo que permite realizar cortes precisos (inferiores a 0,5mm) com perda mínima de material.

Embora parecesse ideal e nos testes iniciais não foram observados problemas operacionais (vide 3.1.4), ao testá-los na prensa desenvolvida e com carga de 5 MPa, não foi possível conter o extravasamento da pasta (Figura 4-12a). Além disso, os moldes movimentam-se e saem do eixo de aplicação de carga durante a aplicação de pressão. O problema persistiu mesmo colocando abraçadeiras de nylon (Figura 4-12b).

Figura 4-12 - Dificuldades encontradas durante testes com o molde monopartido.(a) Extravasamento de pasta. (b) Falta de equilíbrio.



Uma explicação para a falta de estanqueidade foi a folga de 1 mm entre o pistão e a superfície interna da forma. Este valor foi arbitrado sem referência, já que não existia literatura para embasar o projeto.

Quanto ao problema de equilíbrio, durante o estudo foi concebido molde confeccionado como peça única, ou seja, a forma cilíndrica e as abas formariam um sistema monolítico. Contudo a empresa de usinagem contestou o modelo proposto. Por este motivo, foram usinadas apenas as formas cilíndricas e posteriormente as abas foram soldadas. Depois da soldagem a forma deformou em alguns pontos, possivelmente devido à elevação da temperatura. Por fim, as abas provocaram uma pequena alteração no centro de gravidade, que se tornou crítica durante o carregamento.

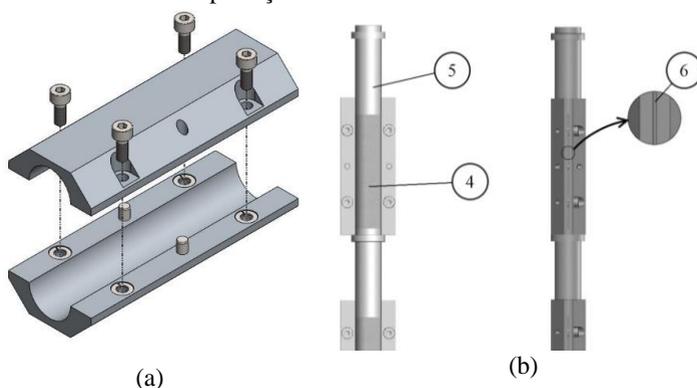
Além dessas dificuldades, este molde não se mostrou prático no que diz respeito à desmoldagem. O uso excessivo de martelo e morsa acabou deformando o molde, que perdeu sua geometria cilíndrica, como pode ser visto na Figura 4-13.

Figura 4-13 - Deformação do molde monopartido.



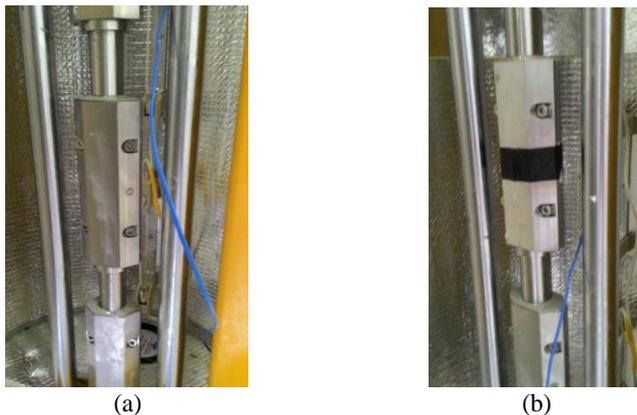
Portanto, foi necessário desenvolver novas peças. O novo modelo foi composto de uma peça bipartida. A união entre as partes se deu por parafusos. A folga entre pistão e superfície interna da forma foi reduzida para 0,5 mm. Na Figura 4-14, os desenhos conceituais do detalhamento das peças e funcionamento do molde durante a compactação, em que a pasta cimentícia (④) foi compactada com o pistão (⑤) e a água expelida principalmente pela fenda lateral (⑥). Para garantir o extravasamento sem comprometer a estanqueidade necessária, bem como evitar um possível giro do parafuso que liberaria o conjunto, foram colocadas arruelas de pressão nos quatro pontos de furo.

Figura 4-14 - Moldes bipartidos. (a) Detalhamento das peças. (b) Funcionamento do molde durante compactação.



O molde bipartido funcionou muito bem e como pode ser visualizado na Figura 4-15, apenas a água foi removida.

Figura 4-15 - Testes com moldes bipartidos e a expulsão do excesso de água: (a) pela folga entre pistão e forma na porção superior do molde; (b) pela abertura lateral.



O processo de retirada dos corpos de prova e limpeza dos moldes foi igualmente facilitado. Como ilustra a Figura 4-16, basta uma chave allen para retirar os parafusos, um tubo de PVC para remoção do material aderido à superfície e uma esponja para aço inox para acabamento.

Figura 4-16 - Ferramentas necessárias para a limpeza dos moldes.



4.1.3 Desenvolvimento da câmara de aquecimento

Além da aplicação de pressão, este trabalho propôs a cura térmica das pastas no estado fresco. Sabe-se que o aquecimento acelera as reações de hidratação necessárias ao endurecimento e desenvolvimento de resistência de misturas cimentícias, sendo a cura à vapor o principal método utilizado pela indústria de concretos pré-fabricados. Alternativamente, pode-se fornecer calor a partir de condutores elétricos,

óleos ou outros fluidos quentes e radiação infravermelha (ACI, 1980; KOSMATKA; WILSON, 2011; NEVILLE, 2016), sendo que para esta última, há pouca literatura disponível.

O uso de radiação infravermelha emitida por lâmpadas está consolidado no ramo de aquecimento industrial. Em comparação com um aquecimento por convecção, apresenta vantagens como a transferência direta de calor ao objeto, o tempo rápido de resposta ao acionamento, melhor controle de temperatura, entre outros (BARUCH, 2015).

Podem ser utilizadas lâmpadas halógenas infravermelhas, uma subcategoria das halógenas convencionais para iluminação que, por sua vez, são uma variação das incandescentes. A diferença de uma lâmpada incandescente e uma halógena é a atmosfera protetora do filamento, que costuma ser iodo ou bromo e nitrogênio ou argônio, respectivamente. Em ambas, quando o filamento é acionado ocorre liberação de calor (EPUSP, 2013?).

Para decidir qual a melhor opção, foram testadas duas lâmpadas do tipo palito com potência nominal de 500 W, uma “Comum” para iluminação e outra “Infravermelha” para aquecimento.

Para cada lâmpada foram conduzidos dois ensaios: no primeiro, o termopar de controle foi posicionado “colado” à superfície do molde, enquanto que, no segundo, o termopar foi posicionado “solto” no ponto médio entre a lâmpada e o molde. Em ambos, outro termopar foi mantido no interior do molde. Os testes foram conduzidos para uma temperatura de cura de 40°C, durante 1,5 h.

Concluiu-se que tanto a halógena comum (Figura 4-17) quanto infravermelha (Figura 4-18) promovem um aquecimento bem controlado. A diferença entre elas está na vida útil e custo. Em relação à comum, a infravermelha tem uma vida útil e custo superiores, cerca de 3 vezes e 10 vezes.

Figura 4-17 - Evolução da temperatura com lâmpada halógena comum.

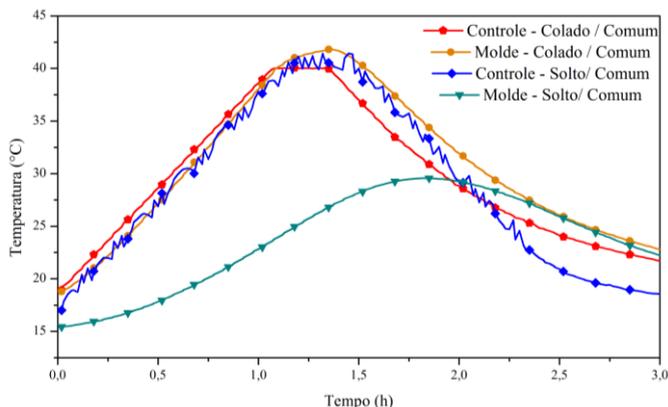
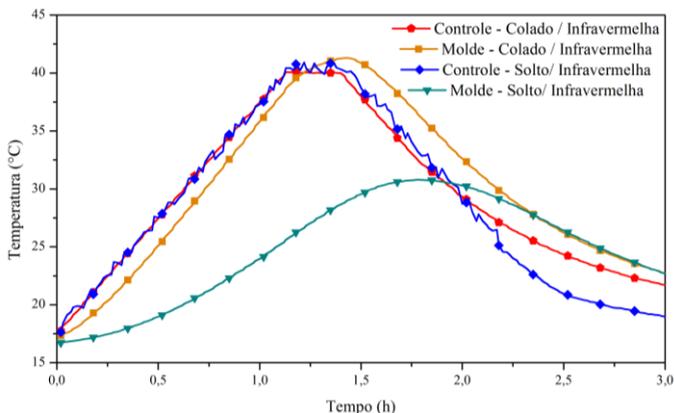


Figura 4-18 - Evolução da temperatura com lâmpada halógena infravermelha.



No que diz respeito ao posicionamento do termopar, independentemente do tipo de lâmpada, os valores medidos para temperatura de controle e do interior do molde se sobrepõem quando colado na superfície do molde.

Sabe-se que ambas emitem radiação infravermelha, a qual promove o aquecimento rápido primeiramente nos materiais sólidos (termopar e molde). O ar é aquecido posteriormente, por convecção do calor emitido pelo filamento. Em outras palavras, quando o termopar de controle está solto, ocorre primeiro o aquecimento por irradiação no termopar e as trocas de calor com a vizinhança (ar) são mais rápidas. Quando colado, o metal do termopar e do molde são aquecidos tanto por

irradiação quanto condução, como consequência os gradientes térmicos são menores.

Uma vez que é a partir do termopar de controle que a lâmpada é acionada, esta análise explica porque a temperatura no corpo de prova é menor quando o sensor se encontra solto. Quando este ultrapassa o alvo (40°C), a lâmpada foi desligada sem que a energia térmica necessária fosse transferida.

Os resultados indicaram que a transferência de calor aconteceu conforme o esperado quando o termopar de controle é mantido aderido à superfície do molde. Ou seja, o termopar de controle “colado” à superfície do molde permite melhor controle da temperatura de cura.

Este comportamento é, de certa forma, previsível. Contudo, foi necessário testá-lo para verificar a ocorrência de um *overshooting* no corpo de prova, que poderia induzir temperaturas superiores às especificadas.

Selecionado o tipo de lâmpada e posicionamento dos termopares, iniciou-se o desenvolvimento da câmara de aquecimento, construída em tubo de PVC, revestida interna e externamente com manta térmica. Foram fixados quatro soquetes, posicionados de modo a distribuir uniformemente o calor. Também foi instalado um resfriamento na base inferior para auxiliar na retirada de calor no período de resfriamento (Figura 4-19).

Figura 4-19 - Câmara de aquecimento. (a) Construção concluída. (b) Teste final das lâmpadas.



(a)



(b)

4.1.4 Desenvolvimento do de controle de aquecimento

Foi desenvolvido um software em plataforma Labview, um ambiente de programação gráfica que permite automatizar sistemas. Por se tratar de um “Controle de Temperatura para Cura de Mistura Cimentícia de Ultra-Alto Desempenho”, foi batizado de TECO.

O software recebeu informações do sistema de aquisição de dados montado com instrumentos da National Instruments (Figura 4-20a): chassi com saída USB (NI CompactDAQ-9174), módulos de entrada de termopar (NI 9213) e de saída analógica (NI 9264). Os termopares utilizados são do tipo T. O controle conta ainda com dispositivos de segurança e comunica-se com o computador pessoal via USB (Figura 4-20b).

Figura 4-20 – Instrumentação do controle de aquecimento. (a) Instrumentos National Instruments. (b) Comunicação via USB e dispositivos de segurança.



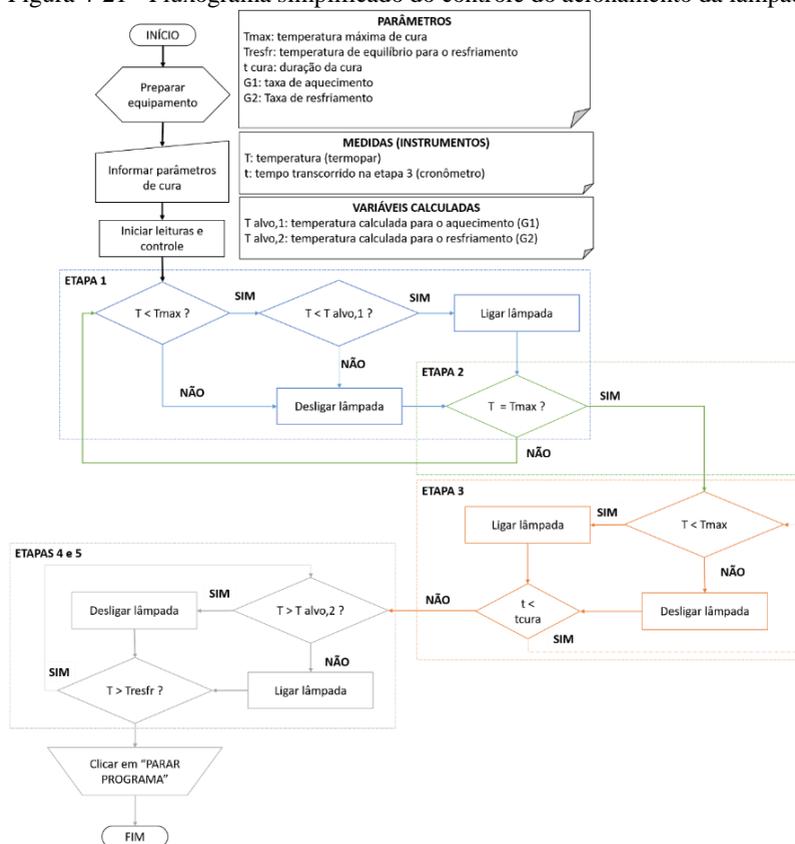
(a)



(b)

O software foi estruturado com base no conceito de ciclo de cura térmica. A lógica foi representada no fluxograma simplificado da Figura 4-21.

Figura 4-21 - Fluxograma simplificado do controle do acionamento da lâmpada.



A “preparação do equipamento” consiste em conferir se todo o sistema está funcionando. Após informar os parâmetros de cura (temperatura máxima e de resfriamento, duração da cura, taxa de aquecimento e resfriamento), iniciou-se a leitura do termopar e o controle do acionamento da lâmpada. A tolerância para variação na temperatura foi de $\pm 1,0^{\circ}\text{C}$ (ASTM, 2014a). Foram 3 laços (*loop*) executados.

O primeiro corresponde à etapa de aquecimento da câmara, em que a temperatura da câmara dada pelo termopar (T) foi inferior à temperatura máxima de cura (T_{max}). Calculou-se a temperatura alvo ($T_{alvo,1}$), a partir taxa de aquecimento ($G1$). Quando a temperatura do termopar (T) for inferior à temperatura máxima de cura (T_{max}) e inferior à temperatura

alvo, então a lâmpada foi ligada. Do contrário, (quando $T > T_{\text{alvo},1}$) a lâmpada foi desligada.

O segundo laço destinou-se ao regime isotérmico. A lâmpada foi acionada enquanto a temperatura da câmara for inferior à máxima, até que o tempo transcorrido seja igual ou superior ao tempo definido pela duração da cura.

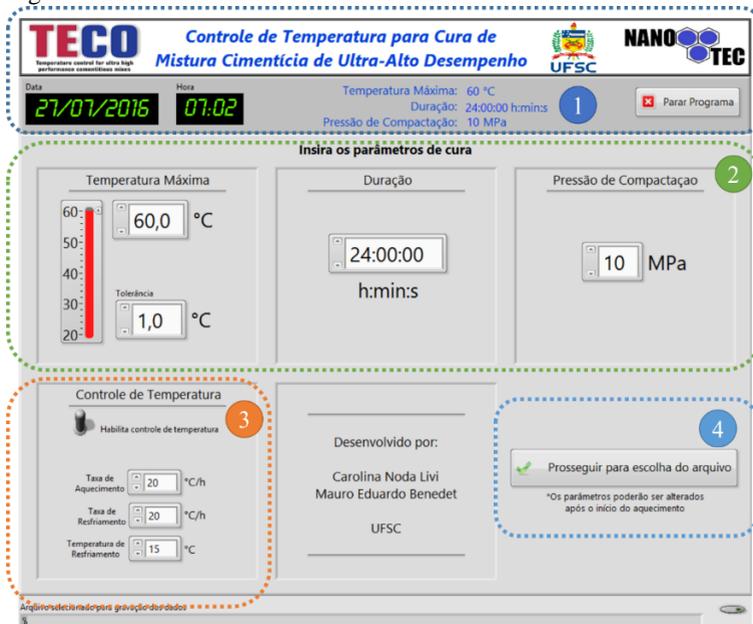
Na sequência, o terceiro e último laço correspondeu à etapa de resfriamento. A partir da taxa de resfriamento e da temperatura da câmara calculou-se nova temperatura alvo ($T_{\text{alvo},2}$) para a qual o processo continuou controlado. Se a temperatura da câmara for superior à temperatura alvo, a lâmpada foi desligada; do contrário, ligada. A repetição encerrou-se quando temperatura da câmara foi igual ou inferior à temperatura de resfriamento.

O software, contudo, encerra-se apenas quando o usuário clicar em “Parar o Programa”, em que foi direcionado para salvar os dados coletados. A alimentação do software ocorreu em tempo real e, por questões de segurança, os dados foram salvos a cada minuto.

Foi descrita a lógica do software. A interface gráfica do TECO contou com dois painéis, nomeadamente, inicial e principal. O painel inicial (Figura 4-22) foi dividido em quadros específicos, nos quais tem-se:

- ① Cabeçalho do software.
- ② Campos para inserção dos parâmetros de cura desejados, sendo “Tolerância” e “Temperatura Máxima” constantes utilizadas nos cálculos do software. Os valores inseridos alimentaram as informações de ① e foram utilizados para autoneamar o arquivo para gravação dos dados.
- ③ Botão que habilita o controle automático de temperatura.
- ④ Botão para prosseguir para o salvamento dos dados.

Figura 4-22 - Painel inicial do software TECO.



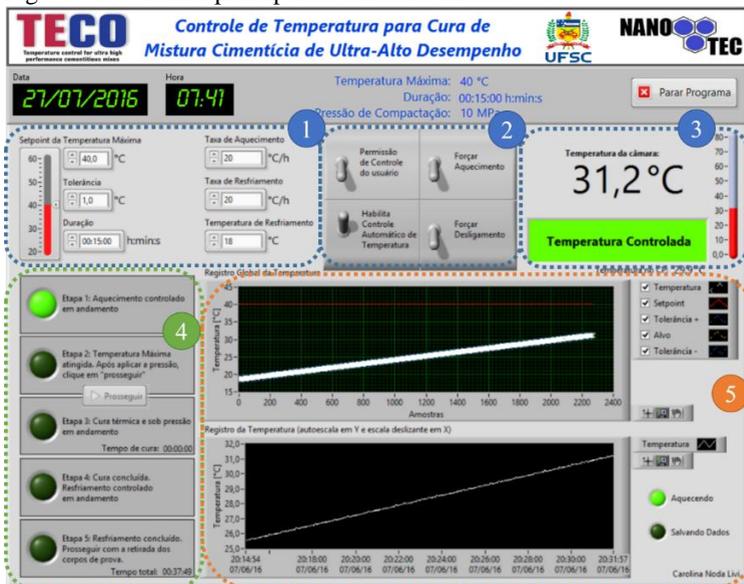
No painel principal (Figura 4-23) tem-se:

- ① Parâmetros de cura.
- ② Botões de controle do sistema de aquecimento e resfriamento.
- ③ Monitoramento da temperatura da câmara.
- ④ Monitoramento das etapas da cura térmica e indicação visual

de lâmpada acesa e do salvamento dos dados.

⑤ Gráficos de registro de temperatura. No primeiro: “Registro Global de Temperatura”, com o desenvolvimento de temperatura com o avanço do tempo. No segundo, “Registro da Temperatura”, monitoram-se oscilações instantâneas através de configurações das escalas dos eixos: autoescala em Y e deslizante em X.

Figura 4-23 - Painel principal do software TECO.



4.1.5 Calibração da prensa

Posteriormente a instalação da prensa no LMCC, chegou-se à última etapa do desenvolvimento do equipamento, destinada à calibração da prensa, uma vez que os cálculos relatados no item 4.1.1 não consideram o peso próprio da estrutura que aplica a pressão nos moldes.

Fez-se a calibração utilizando célula de carga Kratos 200 kN, aquisitor Spider 8 e software Catman (ambos da HBM *Test and Measurement*). Todos os instrumentos foram disponibilizados pelo LEE.

A sensibilidade da célula de carga era desconhecida. Para obtê-la, cada um dos 8 pesos foi colocado individualmente sobre a célula de carga e foi anotada a resposta. Conhecendo a massa dos pesos, calculou-se a força aplicada e, conseqüentemente, a sensibilidade do instrumento (Tabela 4-3).

Tabela 4-3 - Sensibilidade da célula de carga.

PESO	R (mV/V)	M (kg)	F (N)	S (mV/V/N)
livre	0	0	0	-
1	0,0101	10,075	98,802	0,000102225
2	0,0098	9,895	97,037	0,000100993
3	0,0103	10,330	101,303	0,000101675
4	0,0101	10,195	99,979	0,000101021
5	0,0100	10,105	99,096	0,000100912
6	0,0092	9,375	91,937	0,000100068
7	0,0097	9,820	96,301	0,000100726
8	0,0096	9,780	95,909	0,000100095
1+2+3+4+5+6 +7+8	0,0799	79,575	780,364	0,000102388

Legenda: R (Resposta); M (massa); F (força); S (Sensibilidade).

Na sequência, a célula de carga foi posicionada abaixo do ponto de aplicação de força. Foi lida a resposta da força aplicada apenas pela estrutura da prensa e combinada com os pesos, adicionados progressivamente. Sabendo a massa aplicada, calculou-se a força resultante e a pressão aplicada no corpo de prova (Tabela 4-4).

Tabela 4-4 – Planilha de cálculo para calibração da prensa.

PESO	R (mV/V)	Ma (kg)	Fr (N)	P (MPa)
livre	0	0	0	0,00
apenas braço	0,0122	0	120,835	0,38
1	0,0504	10,075	499,186	1,59
1+2	0,0952	19,970	942,907	3,00
1+2+3	0,1420	30,3	1406,437	4,48
1+2+3+4	0,1860	40,495	1842,235	5,86
1+2+3+4+5	0,2312	50,6	2289,917	7,29
1+2+3+4+5 +6	0,2723	59,975	2696,992	8,58
1+2+3+4+5 +6+7	0,3156	69,795	3125,856	9,95
1+2+3+4+5 +6+7+8	0,3579	79,575	3545,014	11,28

Legenda: R (resposta); Ma (massa aplicada); Fr (força resultante); P (pressão nos corpos de prova)

Plotando as informações de massa aplicada e força resultante, tem-se a curva de calibração da prensa em termos de força (Figura 4-24), uma reta do tipo $F = 43,442 \cdot x + 88,478$, onde F é a força resultante e x é a massa aplicada. A relação para a pressão no corpo de prova de seção transversal circular e diâmetro de 10 cm é ilustrada na Figura 4-25, com uma reta do tipo $P = 0,138x + 0,282$, onde P é a pressão.

Figura 4-24 - Curva de calibração relacionando massa aplicada e força resultante.

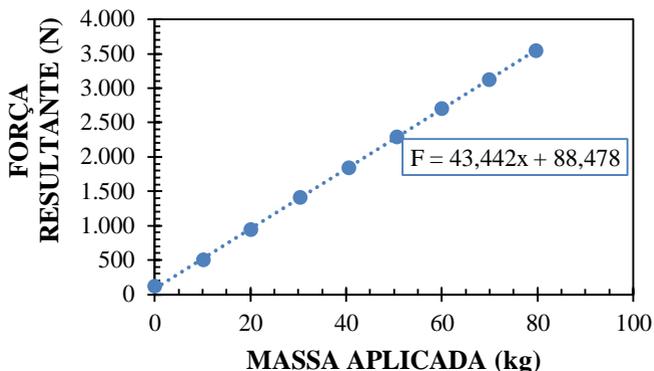
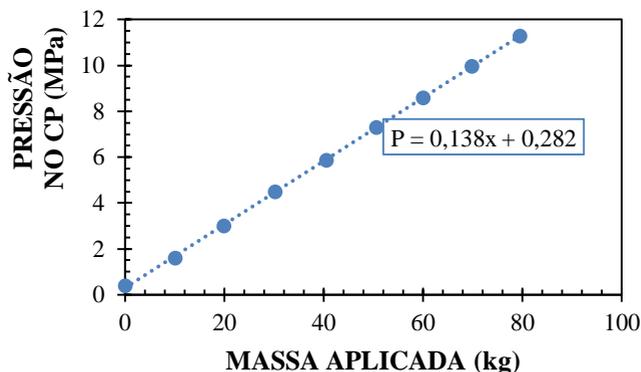


Figura 4-25 - Curva de calibração relacionando massa aplicada e pressão no corpo de prova.



Esta calibração permitiu conhecer o valor de massa aplicada para qualquer nível de pressão, além dos propostos neste trabalho, que foram de 10 MPa e 5 MPa, aplicados com 70,20 kg e 34,12 kg.

4.2 ESTUDO I: EFEITO DA PRESSÃO EM TEMPERATURA AMBIENTE

Com o objetivo de avaliar isoladamente o efeito da pressão durante a compactação dos corpos de prova, manteve-se a temperatura constante (temperatura ambiente, 23°C), variando apenas a pressão e a idade de avaliação das propriedades.

Os dados de massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão foram submetidos à análise de variância, com um nível de significância igual a 0,05. Os gráficos exibiram o valor médio e a barra de erros corresponde a um desvio padrão para cima e para baixo.

Como ensaios complementares, foram realizadas medidas de porosimetria, termogravimetria e imagens de microscopia eletrônica de varredura, em amostras selecionadas.

A título de comparação, três principais trabalhos foram utilizados como base para discussão dos resultados deste estudo.

O primeiro, de Ipek, *et al.* (2011), avaliou o efeito da pressão aplicada (até 125 MPa) anterior ao endurecimento de concretos de pós reativos reforçados com fibras de aço.

Similarmente, em Justs, *et al.*(2011) foram aplicados níveis de pressão de 0, 10, 20, 30, 40 e 50 MPa no estado de fresco de concretos de ultra-alto desempenho.

O efeito de alta pressão e temperatura na microestrutura de concretos de pós reativos foi estudado também por Helmi, *et al.* (2016). Além dos convencionais materiais utilizados nos estudos anteriores (cimento, sílica ativa, aditivo superplastificante e agregado miúdo de quartzo), os autores acrescentaram a escória granulada de alto-forno. Foram avaliados quatro regimes de cura: (a) sem pressão e cura em água; (b) sem pressão e cura em estufa; (c) com pressão e cura em água; (d) cura com pressão e em estufa. Além dos regimes de cura, este trabalho diferencia-se pela aplicação de pressão (8 MPa) depois do período de endurecimento (5h após a moldagem) e a cura térmica (240°C) iniciada com 2 dias.

4.2.1 Massa específica

Como pode ser visualizado na Figura 4-26 e na Tabela 4-5, os resultados de massa específica foram influenciados apenas pelo fator “pressão”.

Figura 4-26 – Influência da pressão em temperatura ambiente na massa específica ao longo do tempo.

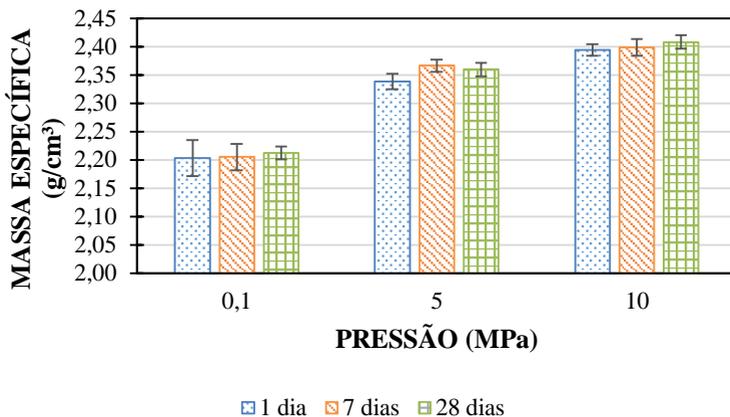


Tabela 4-5 - Análise de variância da massa específica - efeito da pressão em temperatura ambiente.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
PRESSÃO	0,4268	2	0,2134	456,7	0,000
IDADE	0,0027	2	0,0014	2,9	0,061
PRESSÃO*IDADE	0,0019	4	0,0005	1,0	0,402
Erro	0,0294	63	0,0005		

Tabela 4-6 - Grupos homogêneos de massa específica – efeito da pressão em temperatura ambiente.

PRESSÃO	IDADE	ME (MÉDIA)	1	2	3
0,1	1	2,20		****	
0,1	7	2,20		****	
0,1	28	2,21		****	
5	1	2,34			****
5	28	2,36	****		****
5	7	2,37	****		****
10	1	2,39	****		
10	7	2,40	****		
10	28	2,41	****		

Uma vez que a idade não afetou a massa específica, pode-se dizer que os valores médios aumentaram de $2,20 \text{ g/cm}^3$ (pressão atmosférica), $2,35 \text{ g/cm}^3$ (5 MPa) e $2,40 \text{ g/cm}^3$ (10 MPa), representando um ganho final de 8,8% nas pastas compactadas. Embora o teste de ANOVA não tenha mostrado o efeito da interação entre pressão e idade, a comparação de médias pelo teste de Tukey (Tabela 4-6) mostrou que os resultados obtidos para 5 MPa e 10 MPa podem ser considerados homogêneos.

Portanto, tem-se esta propriedade como indicador da eficiência da compactação aplicada. Segundo İpek, *et al.* (2011) e Justs, *et al.* (2011) este parâmetro é fundamental no controle experimental das misturas. De fato, medições de massa e volume em concretos de pós reativos compactados com 25 MPa apresentaram valores de $2,70 \text{ g/cm}^3$ enquanto os não compactados atingiram $2,50 \text{ g/cm}^3$ (İPEK, *et al.*, 2011). Também foram encontrados registros de variação para amostras de concretos de ultra-alto desempenho de $2,28 \text{ g/cm}^3$ para não compactados, $2,40 \text{ g/cm}^3$ para uma pressão de 10 MPa e $2,43$ para 50 MPa (JUSTS, *et al.*, 2011).

Outro trabalho, publicado por Helmi, *et al.* (2016), mostrou um aumento de $2,07 \text{ g/cm}^3$ em amostra não compactada para $2,22 \text{ g/cm}^3$ em amostra compactada com 8 MPa.

Sendo assim, houve uma boa relação entre os resultados experimentais e os reportados pela literatura. Além disso, o monitoramento desta propriedade após o desmolde mostrou sua relevância para o primeiro lote de corpos de prova compactados a 10 MPa com temperaturas de cura de 40°C e 60°C , para ensaio aos 28 dias. Logo após o desmolde, foram obtidos valores muito baixos de massa específica, o que levantou a suspeita de possível falha na preparação de pastas, e novas pastas foram preparadas na mesma condição. Os resultados de resistência comprovaram a suspeita. A explicação para o problema detectado foi o uso de cimento parcialmente hidratado, possivelmente por absorção de umidade do meio.

Embora seja esperado o aumento da propriedade com o nível de pressão aplicado, em alguns casos é possível que o valor de massa específica não esteja diretamente relacionado ao processo de compactação no estado fresco, devido à excentricidade do pistão e atrito com a parede dos moldes (İPEK, *et al.*, 2011; JUSTS, *et al.*, 2011), que podem comprometer a retirada de água ou bolhas de ar presentes na mistura. Além destes, a presença de cura térmica durante a compactação também interfere nos resultados, conforme será discutido no item 4.4.

Os valores obtidos também foram utilizados para estimar a quantidade real de água presente nas misturas, além de estimar a densidade teórica.

Uma vez que a massa dos corpos de prova apresentou pouca variação ao longo de todo programa experimental e assumindo que o volume de ar não variou com o preparo das misturas e enchimento dos corpos de prova, calculou-se o volume de água real conhecendo-se o traço e a massa específica dos materiais, conforme desenvolveu a Equação 4-4 para a pasta não compactada.

$$\begin{aligned}
 V_{pasta} &= V_{cimento} + V_{sílica\ ativa} + V_{água} + V_{aditivo} \\
 V_{pasta} &= \frac{m_c}{ME_c} + \frac{m_{SA}}{ME_{SA}} + \frac{m_{ag}}{ME_{ag}} + \frac{m_{ad}}{ME_{ad}} \\
 V_{pasta} &= \frac{1}{3,07} + \frac{0,25}{2,26} + 0,25 + \frac{0,0011}{1,1} \\
 &\therefore V_{pasta} = 0,68
 \end{aligned}
 \tag{Equação 4-4}$$

A massa específica das pastas não compactadas foi 2,20 g/cm³. Sendo o volume de 0,68 cm³, resulta em uma massa aparente de 1,496 g. Considerando que a massa específica das pastas compactadas com 5 MPa e 10 MPa foram de 2,35 g/cm³ e 2,40 g/cm³, os novos volumes de pasta (considerando m = 1,496 g) serão de 0,63 cm³ e 0,62 cm³.

Se o volume total de uma pasta não compactada é 0,68 cm³ e admitindo que a redução de volume foi decorrente da eliminação do excesso de água, as quantidades reais de água nas pastas compactadas foram de 0,20 cm³ e 0,19 cm³. Com isso, tem-se uma diminuição da relação água/cimento de 0,25 (pressão atmosférica) para 0,20 (pressão de 5 MPa) e 0,19 (pressão de 10 MPa), o que significou uma redução total de 24%.

Uma redução similar foi obtida por Teichmann e Schmidt (2004), que após pressurizar um concreto de pó reativo com 50 MPa durante 4 horas, no estado fresco, obteve uma diminuição da água/cimento de 0,17 para 0,14.

Por fim, estes resultados permitem calcular a densidade de empacotamento, calculada a partir da massa específica da pasta e as frações volumétricas dos materiais constituintes (LI, *et al.*, 2017), dada pela Equação 4-5.

$$\phi = \frac{V_s}{V} = \frac{ME}{(ME_{ag} \cdot R_{ag} + ME_c \cdot R_c + ME_{SA} \cdot R_{SA})} \quad \text{Equação 4-5}$$

Onde:

ϕ : densidade de empacotamento, adimensional;

ME : massa específica, em g/cm³

R : frações volumétricas em relação ao volume de sólidos.

Para o consumo e característica dos materiais apresentados no Capítulo 3, tem-se que a fração volumétrica em relação ao volume de sólidos foi de 74,7% para o cimento e 25,3% para sílica ativa. Parte da água de amassamento foi eliminada com o aumento da pressão de compactação, de modo que sua fração volumétrica em relação aos materiais sólidos também reduziu. Na Tabela 4-7, foram expostos os valores de fração de água (R_{ag}), massa específica dos corpos de prova (ME) e o valor de densidade de empacotamento calculado a partir da Equação 4-5.

Tabela 4-7 - Obtenção da densidade de empacotamento.

PRESSÃO	R_{ag} (adim)	ME (g/cm³)	ϕ (adim)
0,1 MPa	0,36	2,20	0,68
5 MPa	0,31	2,35	0,74
10 MPa	0,30	2,40	0,76

Com esta análise, verificou-se que o aumento da pressão de compactação, por eliminação da quantidade de água, modificou a densidade de empacotamento das misturas, o que está diretamente relacionado ao desenvolvimento das propriedades mecânicas.

4.2.2 Módulo de elasticidade

Os valores de módulo de elasticidade foram sensíveis aos efeitos da idade e do nível de pressão aplicada. Conforme ilustram os resultados da Figura 4-27, Tabela 4-8 e Tabela 4-9, tem-se a evolução progressiva da propriedade ao longo do tempo, indicando o desenvolvimento da microestrutura responsável pelo desempenho mecânico.

Assim como a massa específica, o módulo foi favorecido continuamente com o aumento da pressão de compactação. Logo após o

desmolde, foram obtidos valores médios de 27 GPa, 35 GPa e 38 GPa, para cada nível de pressão, representando ganhos de 21% e 32% para 5 MPa e 10 MPa em relação à 0,1 MPa. Aos 28 dias, foram obtidos valores médios de 34,6 GPa, 40,8 GPa e 44,1 GPa (incrementos de 18% e 27%).

Outra constatação interessante é que os corpos de prova compactados com apenas 5 MPa apresentaram um módulo de elasticidade logo após o desmolde similar àquele dos corpos de prova não compactados e com 28 dias. Este resultado tem um impacto tecnológico positivo, pois, com base no critério de rigidez de uma peça de concreto, pode-se liberar precocemente o elemento e, com isso, antecipar o reuso de formas.

Figura 4-27 – Influência da pressão em temperatura ambiente no módulo de elasticidade dinâmico ao longo do tempo.

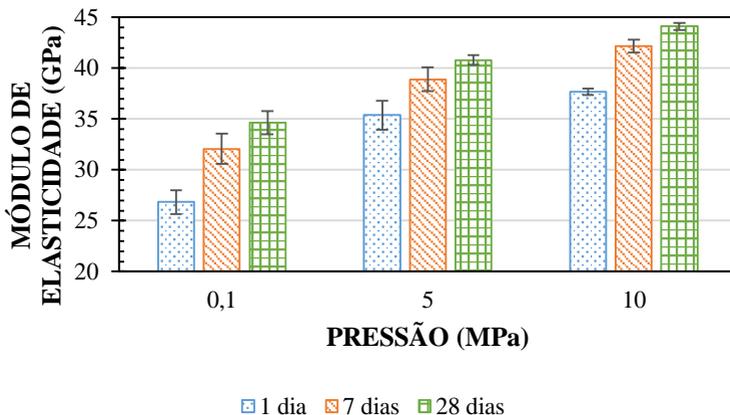


Tabela 4-8 - Análise de variância do módulo de elasticidade - efeito da pressão em temperatura ambiente.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
PRESSÃO	1395,06	2	697,53	553,370	0,000
IDADE	410,49	2	205,25	162,830	0,000
PRESSÃO*IDADE	10,44	4	2,61	2,070	0,094
Erro	84,45	67	1,26		

Tabela 4-9 - Grupos homogêneos de módulo de elasticidade – efeito da pressão em temperatura ambiente.

P	I	E	1	2	3	4	5	6	7
0,1	1	26,85						***	
0,1	7	32,06							***
0,1	28	34,64	***						
5	1	35,38	***						
10	1	37,65		***					
5	7	38,89		***	***				
5	28	40,78			***	***			
10	7	42,18				***	***		
10	28	44,11					***		

Legenda: P (Pressão); I (Idade); E (módulo de elasticidade, média).

Sabe-se que o módulo de elasticidade varia com a presença de agregados, o método de determinação, entre outros fatores. Contudo, não foram encontrados registros de dados experimentais para módulo de elasticidade dinâmico em pastas. Sendo assim, pode-se apenas fazer uma comparação superficial com Nematzadeh e Naghipour (2012).

Neste estudo, foi avaliado o efeito da pressurização de concretos convencionais, com uma resistência à compressão alvo de 30 MPa, com diferentes relações água/cimento. No caso das amostras compactadas, o módulo de elasticidade estático aos 28 dias, apresentou pouca variação, diferentemente do observado em amostras não compactadas. Outra conclusão relevante foi o aumento da propriedade com o processo de pressurização que, para uma relação água/cimento de 0,55, foi de 25 GPa para 38 GPa. O incremento, superior à 50%, confirmou uma relação positiva entre pressão e melhoria na propriedade.(NEMATZADEH; NAGHIPOUR, 2012a).

4.2.3 Resistência à compressão

Os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova compactados e não compactados, mantidos em temperatura ambiente foram reportados na Figura 4-28. Os dados de análise de variância encontram-se na Tabela 4-10 e a comparação de médias na Tabela 4-11.

Ficou evidente o efeito favorável tanto da pressão quanto da idade, nos resultados de resistência à compressão. A análise estatística indicou

influência também da interação entre os fatores idade e pressão, de modo que quanto maior a idade e pressão, melhor o desempenho mecânico obtido.

O aumento de resistência está relacionado à uma estrutura mais densa, devido à retirada de excesso de água e ar com o processo de compactação da mistura no estado fresco. O efeito da pressão é evidente para 7 dias, em que a pressão de 5 MPa e 10 MPa provocou um aumento de 54% (144 MPa) e 62% (152 MPa), respectivamente. Aos 28 dias, este incremento foi de apenas 23% (160 MPa) e 29% (166 MPa).

As grandes diferenças observadas aos 7 dias indicam o efeito acelerador da pressão no desenvolvimento das propriedades, decorrente da diminuição da água disponível para hidratação, maior aproximação das partículas e consequente diminuição dos espaços disponíveis para crescimento dos produtos hidratados, que tende a antecipar a finalização ou interrupção da hidratação (AÏTCIN, 2000).

Contudo, este crescimento não é linear e, conforme aponta a comparação de médias da Tabela 4-11, os resultados de 5 MPa e 10 MPa, são homogêneos entre si, para uma mesma idade. Além disso, conforme foi apresentado em 4.5.1, o desenvolvimento de resistência provocado pela diminuição na quantidade de água está bem relacionado à Lei de Abrams.

Figura 4-28 - Influência da pressão em temperatura ambiente na resistência à compressão, ao longo do tempo.

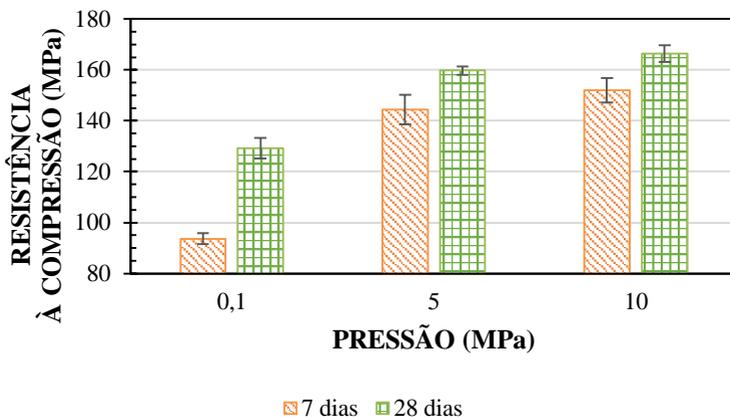


Tabela 4-10 - Análise de variância da resistência à compressão - efeito da pressão em temperatura ambiente.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
PRESSÃO	14154,5	2	7077,3	386,150	0,000
IDADE	3255,1	1	3255,1	177,600	0,000
PRESSÃO*IDADE	780,5	2	390,2	21,290	0,000
Erro	421,5	23	18,3		

Tabela 4-11 - Grupos homogêneos da resistência à compressão – efeito da pressão em temperatura ambiente.

PRESSÃO	IDADE	Rc (MÉDIA)	1	2	3	4	5
0,1	7	93,63					***
0,1	28	129,31				***	
5	7	144,44	****				
10	7	152,05	****	***			
5	28	159,74		***	***		
10	28	166,36			***		

Sendo assim, os resultados obtidos comprovam a eficiência da compactação das pastas de cimento no estado fresco e em um contexto de aplicação prática da técnica torna-se relevante avaliar a necessidade do uso de pressões elevadas, de modo que parece satisfatório limitar-se à aplicação de 5 MPa. Conclusão esta que também foi observado em Ípek, *et al.* (2011) e Justs, Bajare, *et al.* (2013).

Em Ípek, *et al.* (2011) combinou-se a compactação no estado fresco com cura térmica no estado endurecido com vapor à 90°C durante três dias, seguida de 12h em 300°C em ar seco. Os resultados de resistência à compressão aumentaram progressivamente até uma pressão de 125 MPa, com valores de 206 MPa (não compactado), 420 MPa (compactados com 25 MPa) até 475 MPa (compactados com 100 MPa). Como principal conclusão tem-se que embora a máxima resistência tenha sido alcançada com elevada pressão, o ganho de resistência é significativo para a menor pressão empregada (25 MPa).

Já Justs, Bajare, *et al.* (2013) utilizou apenas a compactação no estado fresco, em temperatura ambiente e obteve resultados de resistência aos 28 dias de 104 MPa, 137 MPa, 140 MPa, 143 MPa, 147 MPa e 154 MPa, para amostras não compactadas e com pressão de 10, 20, 30, 40 e

50 MPa, respectivamente. Para os autores, o resultado obtido para 10 MPa torna esta pressão satisfatória, sem necessidade do uso de valores mais elevados.

Para um mesmo nível de pressão, o desenvolvimento de resistência de 7 para 28 dias é positivo e constatado igualmente em Helmi, *et al.* (2016). Em cada idade, na amostra referência os resultados foram de 78 MPa e 90 MPa, enquanto que quando compactadas foi de 85 MPa e 119 MPa. Segundo os autores, com aplicação de pressão reduz-se a presença e diâmetro dos macrodefeitos. Proporcionalmente, a amostra compactada apresenta um maior volume de poros total a ser preenchido pelos produtos de hidratação. Menciona-se que a relação água/cimento foi de 0,40, a pressão foi aplicada após o endurecimento e não há detalhes quanto ao tipo de carregamento adotado ou mecanismos para retirada do excesso de água e ar.

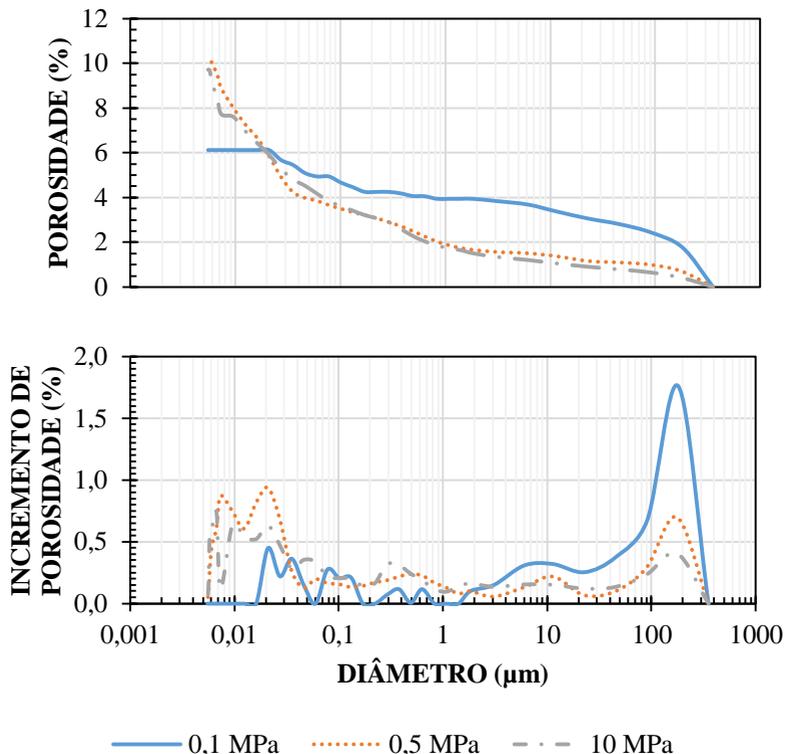
4.2.4 Porosimetria por intrusão de mercúrio

Os resultados anteriores permitiram verificar que a pressurização no estado fresco melhora as propriedades físicas. Em teoria, o processo permite aproximar as partículas, diminuindo os espaços vazios e macrodefeitos, melhorando o desempenho mecânico.

Neste cenário, amostras com 28 dias foram submetidas à análise de porosidade, cujas curvas acumulada e incremental foram apresentadas na Figura 4-29.

Em função da pressão injetada pelo equipamento, foram medidos valores de intrusão de mercúrio em poros na faixa de 353 μm a 0,005 μm , não sendo possível detectar ou quantificar os poros de gel (inferiores a 0,002 μm).

Figura 4-29 – Influência da pressão na porosidade acumulada e incremental, em temperatura ambiente.



Em Teichmann e Schmidt (2004) foram obtidos valores de porosidade total de 6,0 e 2,0%, respectivamente, para concreto de ultra-alto desempenho e de concreto de pós reativos, este último compactado com 50 MPa.

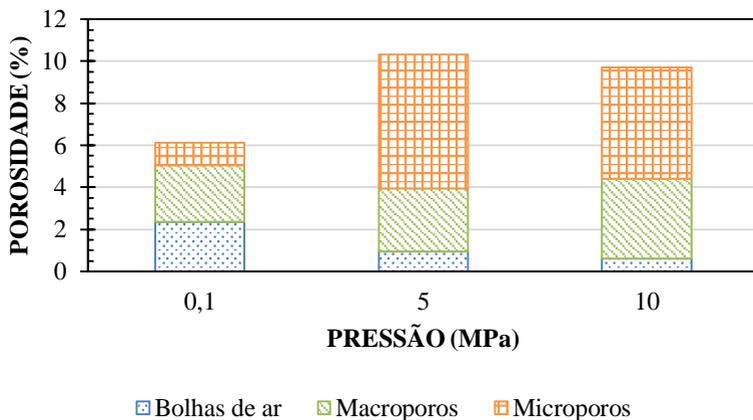
Em Justs, *et al.* (2011), a porosidade total reduziu de 7,8% para 3,3% com uma compactação com 10 MPa, chegando à 1,9% para 50 MPa de pressão de endurecimento.

Contrário ao esperado, a porosidade final aumentou com o sistema sob pressão, atingindo valores de 6,1%, 10,3% e 9,7%, para as amostras preparadas com 0,1 MPa, 5 MPa e 10 MPa. Contudo, na curva incremental foi possível avaliar qualitativamente que o resultado foi influenciado por um aumento na concentração dos poros menores.

Em uma condição de cura convencional, com o avanço da hidratação e da formação dos produtos hidratados, os poros capilares tendem a diminuir enquanto os poros de gel aumentam (NEVILLE, 2016; TAYLOR, 1997), pois estes são os espaços intrínsecos entre camadas de C-S-H preenchidas pela água interlamelar (GARTNER, *et al.*, 2001).

Portanto, buscando-se identificar o efeito da compactação na distribuição do tamanho dos poros, foram plotados na Figura 4-30, valores de porosidade segundo as faixas de classificação dos vazios presentes na pasta de cimento endurecida, quanto aos poros de bolhas de ar (200 a 50 μm), macroporos (50 μm a 50 nm) e microporos (inferior a 50 nm).

Figura 4-30 – Influência da pressão na concentração de poros de bolhas de ar, macroporos e microporos.



Observou-se uma redução progressiva da concentração das bolhas de ar de 2,4%, para 1,0% e 0,6%, com o aumento da pressão de compactação. Os macroporos, ou capilares maiores, sofreram pouca alteração, variando de 2,7%, 3,0% e 3,8%. O efeito da pressurização foi significativo na concentração de microporos, ou capilares menores, que aumentou de 1,1% para 6,4% e 5,3%, contribuindo para a maior porosidade final das amostras.

Resultado similar foi encontrado por Helmi, *et al.* (2016). Os autores associaram à possível expansão dos produtos hidratados após a retirada da pressão.

Outra explicação é o aumento da concentração de pequenos poros em sistemas pozolânicos, devido à reação da portlandita com as pequenas partículas de sílica, formando um C-S-H que ocupa o espaço anteriormente preenchido por ambos (KRAKOWIAK, *et al.*, 2015).

De fato, de acordo com Mehta e Monteiro (2014), a reação pozolânica pode ser observada em termos de estrutura de poros de uma matriz, avaliando seu efeito físico, de refinamento do tamanho dos poros e do tamanho dos grãos. No refinamento dos poros, os maiores capilares são preenchidos pelo C-S-H secundário e microporoso, decorrente da reação pozolânica. No refinamento do tamanho do grão, tem-se a nucleação da portlandita na superfície da pozolana, substituindo os grandes e bem orientados cristais do hidróxido de cálcio por pequenos e mal orientados cristais, geralmente combinados com outros produtos de hidratação menos cristalinos.

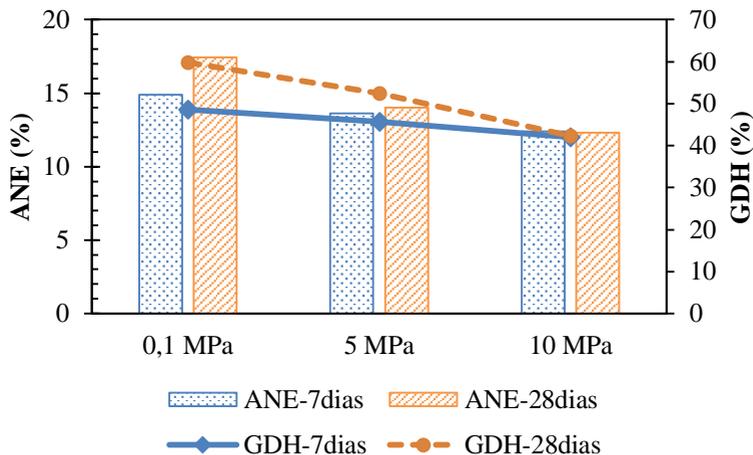
Além disso, já foi exposto que a movimentação da água promove alterações na microestrutura da pasta. A água mobiliza-se por vazios cada vez menores, criando conexões entre poros de gel e capilares, até um nível crítico em que a passagem fica restrita aos poros de gel (MEEKS; CARINO, 1999) e a aplicação contínua da pressão acaba conectando-os (HELMI, *et al.*, 2016).

Por fim, também é possível que o aumento da injeção de mercúrio durante o ensaio tenha forçado a passagem do líquido entre os poros, criando interconexões que refletiram no aumento da concentração dos microporos.

4.2.5 Análise termogravimétrica

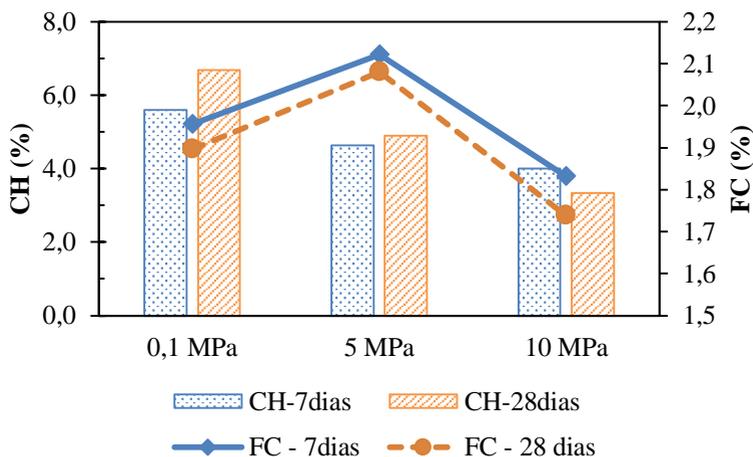
As curvas de termogravimetria, bem como os cálculos de perdas de massa foram reportados no Apêndice VI. As quantidades de água não evaporável (ANE), portlandita medida (CH), fases carbonáticas (FC) foram apresentadas juntamente com o grau de hidratação (GDH), para as idades de 7 e 28 dias nas Figura 4-31 e Figura 4-32.

Figura 4-31 – Influência da pressão em temperatura ambiente, na concentração de água não evaporável e grau de hidratação de amostras com 7 dias e 28 dias.



Legenda: ANE (Água não evaporável); GDH (grau de hidratação).

Figura 4-32 – Influência da pressão em temperatura ambiente, na concentração de portlandita e fases carbonáticas de amostras com 7 dias e 28 dias.



Legenda: CH (hidróxido de cálcio); FC (fases carbonáticas).

Tanto para 7 quanto 28 dias, registrou-se uma diminuição progressiva do teor de água não evaporável, da portlandita e do grau de hidratação com o aumento da pressão. Associa-se ao fato de que quanto

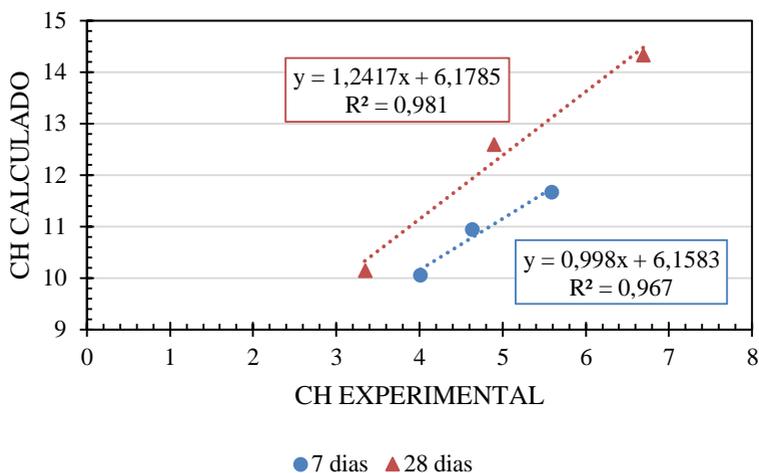
maior a compactação, maior a retirada de água disponível para hidratação e diminuição dos espaços capilares disponíveis para o crescimento dos cristais.

Comparando resultados de 28 dias em relação a 7 dias, houve um ganho de 22,6% para grau de hidratação da amostra não compactada, seguida de 15,1% para 5 MPa e 1,0% para 10 MPa. No caso da portlandita, as alterações foram pequenas: aumento de 8,5%, 5,6% e redução de 16,7%.

Esta redução decorre do consumo do hidróxido de cálcio pela reação pozolânica, possivelmente favorecida pelo aumento da pressão de compactação, que formou o C-S-H secundário e de baixa densidade (MEHTA; MONTEIRO, 2014) responsável pelo aumento da microporosidade detectada anteriormente.

Em relação à estimativa de portlandita, obtida a partir do balanço estequiométrico da hidratação do C_3S e C_2S considerando o grau de hidratação medido pela técnica, tem-se que os valores calculados foram superiores aos experimentais. Porém, houve uma boa correlação (Figura 4-33).

Figura 4-33 - Correlação entre o teor de portlandita calculado e experimental.



Obviamente, esta análise deve ser cautelosa uma vez que as reações estequiométricas utilizadas são aproximações que desconsideram o efeito fíler e as mudanças no consumo de hidróxido de cálcio pela reação pozolânica (SCRIVENER, *et al.*, 2015). Além disso, há poucos

dados experimentais para estabelecer uma correlação com significância estatística e não foi contabilizado o possível teor de hidróxido de cálcio consumido na reação pozolânica¹³. Todavia, o procedimento permitiu observar o efeito da reação pozolânica.

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura

Sabe-se que a aplicação de pressão modifica o tamanho dos poros, o que pode alterar a morfologia do silicato de gel hidratado, da portlandita e da etringita. Sendo assim, o tamanho dos poros, bem como homogeneidade da matriz, foi estudado em ampliações de 150x e 200x. As microfotografias dos exemplares obtidos com pressão de 0,1 MPa, 5 MPa e 10 MPa foram mostradas nas Figura 4-34, Figura 4-35 e Figura 4-36.

De um modo geral, as matrizes apresentam-se homogêneas. No caso da amostra compactada com 10 MPa (Figura 4-36) foi observado material granular depositado na superfície, mas sem alterações morfológicas significativas. Ghafari, *et al.* (2004) avaliou o efeito de diferentes teores de nanossílica e verificou que aos 28 dias as matrizes são similares. Chen, *et al.* (2017) em um estudo em concreto curado em autoclave durante 6h à 195 MPa, com pressão variando de 8 MPa à 48 MPa, também verificou poucas alterações morfológicas em suas análises.

Observou-se que o aumento da compactação, tornou-se cada vez menos porosa. Na amostra preparada em pressão atmosférica, foram identificadas visualmente bolhas de ar da ordem de 100 μm e vazios capilares entre 31 a 7,8 μm , sendo que a presença de vazios de ar esféricos pode ser devido ao teor e tipo de aditivo superplastificante (YAZICI, *et al.*, 2008).

Na pressão de 5 MPa, os vazios capilares observados nesta superfície foram inferiores a 7,8 μm . Já para a pressão 10 MPa não foram detectados poros desta grandeza. A interpretação qualitativa por imagem foi coerente com os resultados de porosimetria.

¹³ As imagens de microscopia eletrônica indicaram a presença de aglomerados de sílica não reagida.

Figura 4-34 - Microfotografias da amostra P0.1.T23.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.

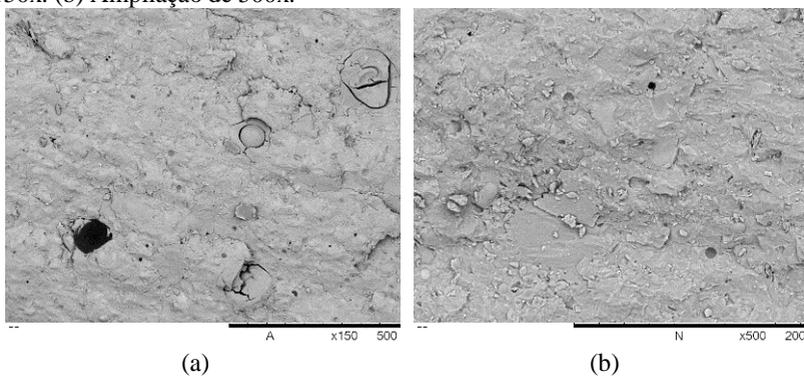


Figura 4-35 - Microfotografias da amostra P5.T23.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.

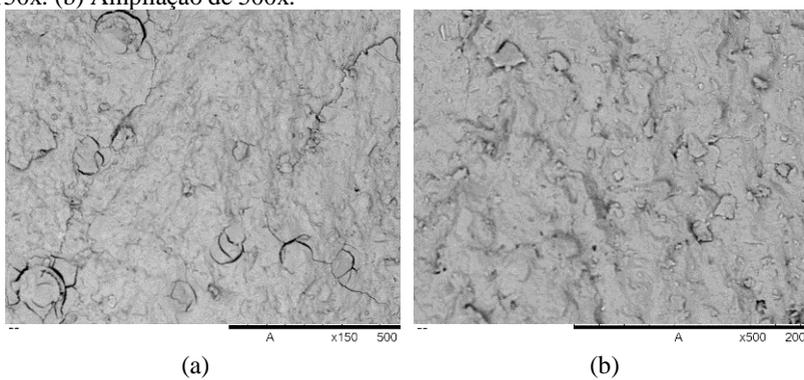
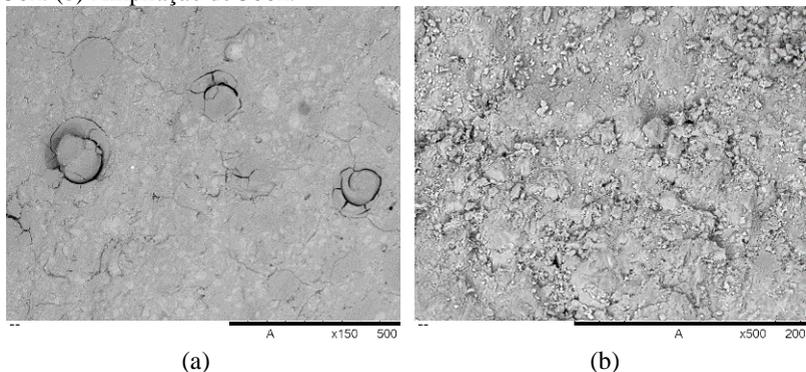


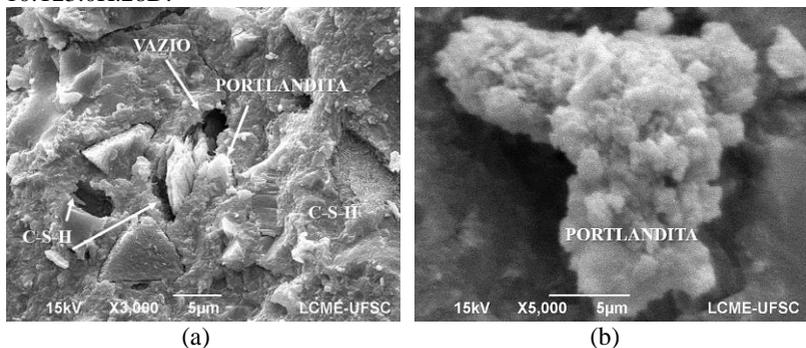
Figura 4-36 - Microfotografias da amostra P10T23.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.



Além da compactidade, foram observados aglomerados de sílica não reagida, cuja concentração aumentou com o nível de pressão aplicado.

Em relação aos produtos hidratados, foram encontrados cristais de portlandita crescendo no interior dos poros (Figura 4-37). Na amostra P0,1 MPa foram identificados por sua morfologia típica de placas empilhadas (ROSSEN; LOTHENBACH; SCRIVENER, 2015). Já na P10 MPa foi necessário o EDS¹⁴ para confirmar a natureza, do qual se obteve elevada razão Ca/Si, igual a 11,57.

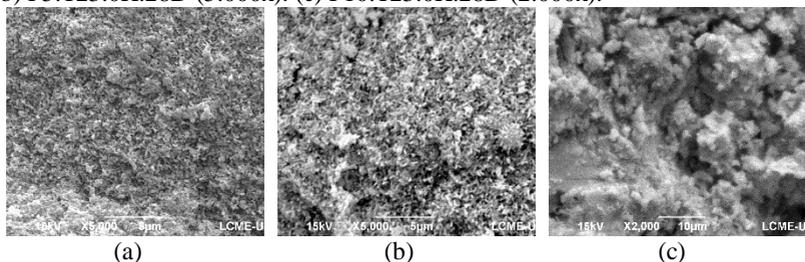
Figura 4-37 – Morfologia da portlandita nas amostras: (a) P0,1.T23.0H.28D. (b) P10.T23.0H.28D.



¹⁴ Para outras imagens e medidas de EDS, vide apêndice IV.

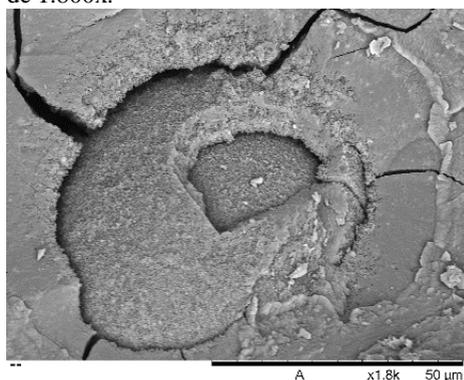
O C-S-H (Figura 4-38) foi predominantemente amorfo. As razões de massa atômicas de Ca/Si e (Al+Fe)/Ca para P0,1 MPa foram iguais a 1,4 e 0,02, e para P10 MPa foram 1,87 e 0,13, respectivamente. Dada as similaridades entre morfologias, na Figura 4-38c tem-se menor ampliação para ilustrar o arranjo dos blocos de C-S-H na matriz.

Figura 4-38 – Morfologia do C-S-H das amostras: (a) P0,1.T23.0H.28D (5.000x). (b) P5.T23.0H.28D (5.000x). (c) P10.T23.0H.28D (2.000x).



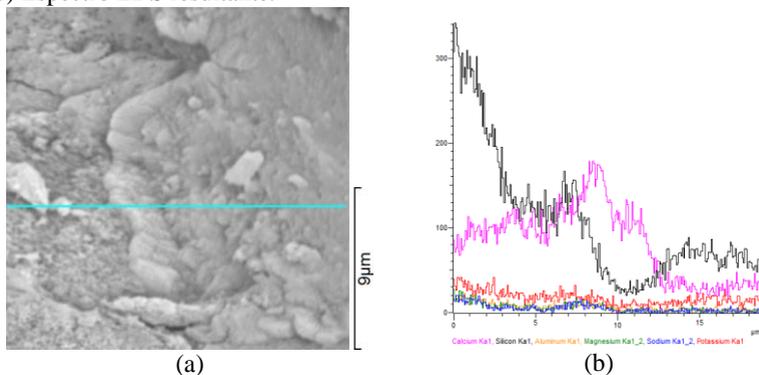
A presença de diferentes formações de C-S-H também pode ser observada na Figura 4-39, registrada na amostra submetida a compactação com 5 MPa. Na superfície do grão observa-se um produto fibrilar, que se torna compacto à medida que se afasta do centro.

Figura 4-39 – Microfotografia de um aglomerado em P5.T23.0H.28D. Ampliação de 1.800x.



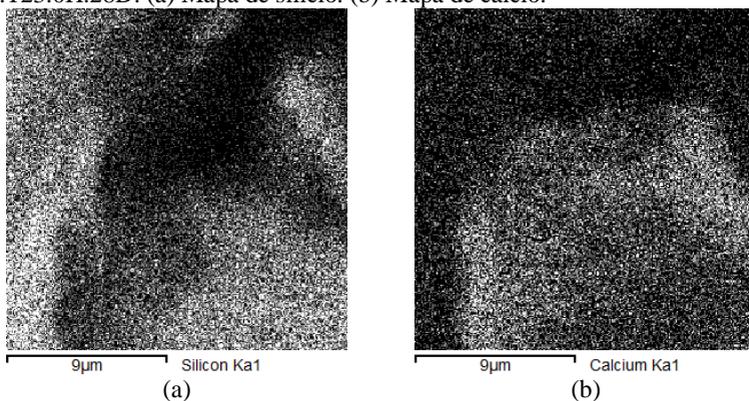
É interessante perceber que ao redor do aglomerado surge uma formação maciça. Trata-se de um tipo de C-S-H com relação Ca/Si aproximadamente a 1,35 (Figura 4-40).

Figura 4-40 – Escaneamento em linha - HH-P5.T23.0H.28D. (a) Microfotografia. (b) Espectro EDS resultante.



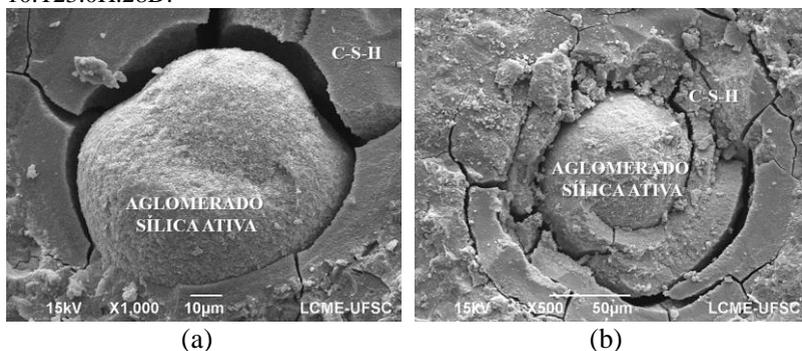
Dada a particularidade de forma deste C-S-H foi realizado também o mapeamento de silício e cálcio (Figura 4-41). Embora esta imagem não agregue quantitativamente para a discussão em questão; ilustra a mudança de concentração dos elementos silício e cálcio.

Figura 4-41 – Mapeamento dos principais elementos no C-S-H. Amostra P5.T23.0H.28D. (a) Mapa de silício. (b) Mapa de cálcio.



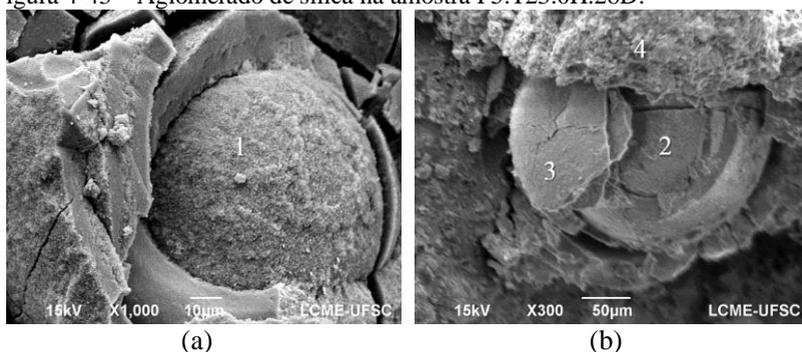
Outra constatação nas imagens de microscopia eletrônica de varredura foi a presença de aglomerados, com a formação de um C-S-H foliar depositado na superfície e na forma de protuberâncias, ou camada externa densa e fraturada (Figura 4-42).

Figura 4-42 – Aglomerado de sílica nas amostras (a) P0.1.T23.0H.28D e (b) P10.T23.0H.28D.



Dado o seu formato arredondado, pode-se dizer que não se trata de cimento anidro, apesar de que a literatura indique a sua presença em pastas com baixa relação água/cimento. Além disso, a dimensão destes aglomerados é da ordem de 50 a 100 μm . Sabe-se, da análise granulométrica dos materiais, que o diâmetro das partículas do cimento está, predominantemente, na faixa de 1 a 70 μm , enquanto que para a sílica esta faixa é de 100 a 400 μm .

Figura 4-43 – Aglomerado de sílica na amostra P5.T23.0H.28D.



Diversas medidas de EDS foram realizadas para confirmar sua natureza química. Entre elas, quatro pontos realizados na amostra P5.T23.0H.28D (Figura 4-43), resultaram nos valores compilados na Tabela 4-12. Com exceção do ponto 4, os demais apresentam baixa relação Ca/Si (inferiores a 0,30), elevada concentração de Si (superior a

30%) e potássio (superior a 11%). Com isso, pode-se afirmar que se trata de sílica ativa.

Tabela 4-12 - Medidas de EDS nos grãos da amostra P5.T23.0H.28D.

ELEMENTO	1	2	3	4
C	20,94	15,10	20,65	17,90
O	24,24	26,82	22,92	17,95
Mg	1,20	-	0,31	0,64
Al	0,00	0,33	0,40	0,85
Si	32,54	31,91	33,41	8,47
K	12,49	16,22	11,45	1,45
Ca	6,82	8,03	9,60	48,74
Fe	0,00	1,58	1,24	4,01
S	0,00	0,00	0,00	0,00

Neste ponto, é interessante ressaltar que o uso da adição em concretos de ultra alto desempenho justifica-se pela interação com o cimento Portland, a partir da qual tem-se o refinamento da microestrutura. Devido à dimensão reduzida das partículas, tendem a ocupar espaços vazios e criar pontos de nucleação, que aceleram as reações de hidratação. Além disso, tem afinidade com a portlandita, promovendo a reação pozolânica na superfície (MITCHELL; HINCZAK; RAY, 1998). Para que a reação pozolânica ocorra, o ideal é que a dimensão da adição seja 100x inferior à do cimento (GUDMUNDSSON; OLAFSSON, 1999).

Contudo, os benefícios só são possíveis se os grãos estiverem dispersos na matriz, o que pode ser comprometido na sílicas ativas densificadas normalmente comercializadas (BONEN; DIAMOND, 1992; MITCHELL; HINCZAK; RAY, 1998; GUDMUNDSSON; OLAFSSON, 1999; YAJUN; CAHYADI, 2003; DIAMOND; SAHU; THAULOW, 2004).

A densificação facilita o manuseio, transporte e armazenamento. Entretanto, pelo menos dois problemas são identificados: a formação de *clusters* e de pontos de fusão. Os *clusters* surgem durante o processo de resfriamento na produção. Os pontos de fusão permanentes são muito resistentes e criados devido aos contatos múltiplos entre as partículas (DIAMOND; SAHU; THAULOW, 2004).

Com isso, a dispersão é prejudicada e desenvolvem-se aglomerados com diâmetro entre 35 e 80 μm , com uma camada de C-S-

H eventualmente fissurada na borda. A relação Ca/Si diminuiu da borda em direção ao núcleo, à medida que a quantidade de Na e K aumenta (BONEN; DIAMOND, 1992).

De fato, um escaneamento realizado em linha na amostra mantida em pressão atmosférica, na idade de 28 dias (Figura 4-44), cujas razões atômicas foram apresentadas na Figura 4-45, mostrou que no núcleo e ao redor do aglomerado foi desenvolvido um produto com alta concentração em silício e baixa em cálcio, a qual aumentou à medida que se afastou deste centro. Dada a concentração de silício e potássio, confirmou-se a natureza química da sílica ativa, recoberta com C-S-H com relação Ca/Si entre 0,8 e 1,2.

Figura 4-44 – Escaneamento de P0,1.T23.28D. (a) Indicação da linha e pontos. (b) Espectro resultante do escaneamento em linha.

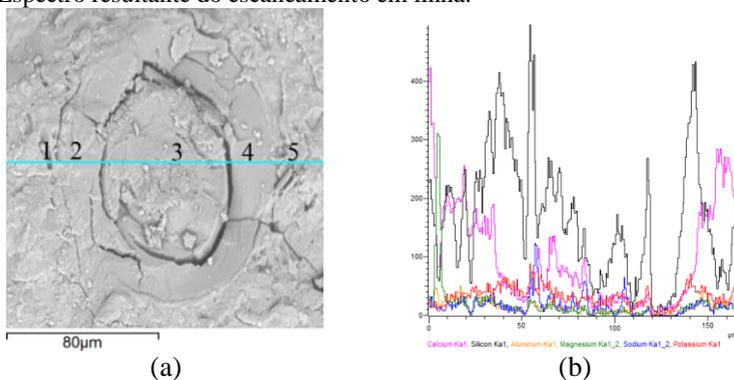
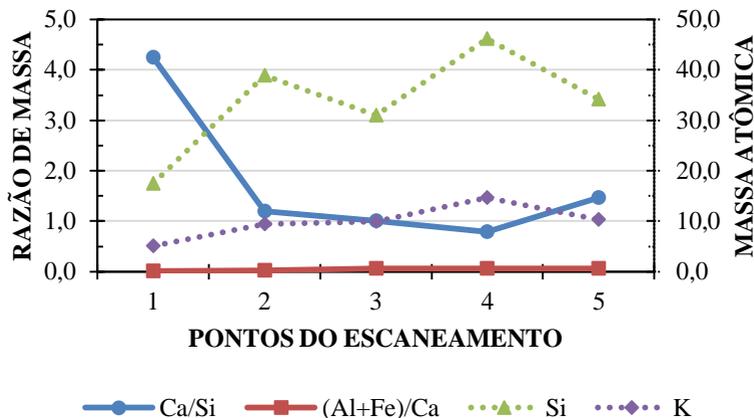
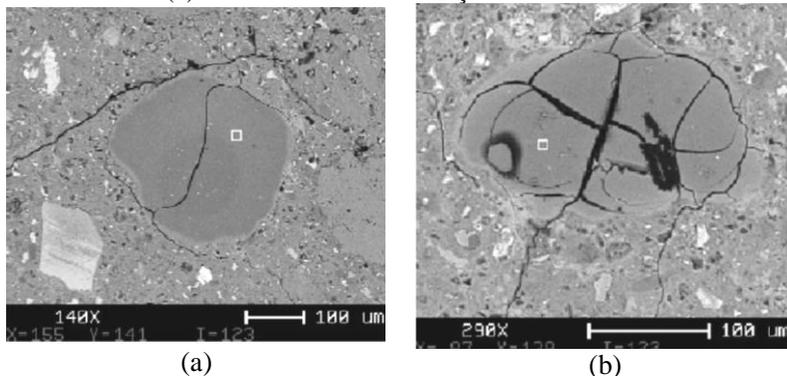


Figura 4-45 - Resultados do escaneamento em P0,1.T23.28D.



Relata-se ainda que ao redor das protuberâncias, pode ser formado um C-S-H pobre em cálcio ou um produto similar ao da reação álcali-silicato (Figura 4-46). Ambos apresentam baixa relação Ca/Si (da ordem de 0,6), o primeiro está firmemente aderido à matriz, enquanto o segundo exibe maior concentração de álcalis e fissurações ou outros indicadores de instabilidade volumétrica (DIAMOND; SAHU; THAULOW, 2004). Fato este que foi observado em imagens anteriores (Figura 4-42 e Figura 4-43).

Figura 4-46 – Produtos hidratados ao redor de aglomerados de sílica. (a) C-S-H pobre em cálcio. (b) Produto similar ao da reação álcali-silicato.



Fonte: (DIAMOND; SAHU; THAULOW, 2004).

Para que um aglomerado deste tenha potencial para reação álcali-silicato e não possua atividade pozolânica, Gudmundsson e Olafsson (1999) apontam uma dimensão superior a 30 μm .

Por fim, deve-se mencionar que neste tópico foram apresentadas algumas imagens de microscopia eletrônica de varredura. No apêndice IV, podem ser visualizadas outras microfotografias comparando matrizes com 7 e 28 dias, os pontos para medição e espectro de dispersão de raios X gerados, bem como uma maior exploração dos aglomerados de sílica presentes.

4.2.7 Conclusões parciais

Nesta etapa do trabalho, investigou-se o efeito da aplicação de pressão no estado fresco de pastas de cimento, mantidas à temperatura ambiente; além da idade de hidratação. As maiores diferenças ocorrem comparando os resultados 0,1 MPa com 5 MPa. Dos resultados, concluiu-se:

A propriedade de *massa específica* pode ser utilizada como indicador da eficiência da compactação, dada a relação positiva com o nível de pressão aplicado.

As propriedades de *módulo de elasticidade* e *resistência à compressão* foram igualmente favorecidas pelo aumento de idade e pressão, o que foi coerente com os valores de densidade de empacotamento calculados a partir dos valores de massa específica.

Os dados de *porosimetria* indicam que a aplicação de pressão alterou a estrutura e distribuição de poros de duas formas. Enquanto as bolhas de ar (diâmetro superior a 100 μm) diminuíram, aumentou-se a concentração de microporos (entre 0,02 e 0,05 μm). A diminuição das bolhas de ar foi consequência do fenômeno físico de aproximação das partículas e retirada do excesso de água. A concentração de microporos pode estar associada à movimentação da água na pasta durante a hidratação, que migrou para os poros cada vez menores, criando uma interconectividade entre os poros de gel.

Os dados de *termogravimetria* também comprovaram o efeito da compactação na microestrutura, de duas formas: se, por um lado o aumento da pressão diminuiu o grau de hidratação final, por outro acelerou o fim das reações de hidratação.

Dos dados de porosidade, coletados com 28 dias de idade, foi constatada um aumento da microporosidade com o a pressão de compactação. Do grau de hidratação estimado por termogravimetria,

teve-se uma redução na quantidade de cimento que foi hidratado. Sendo assim, a retirada de água durante a pressurização das pastas pode ter comprometido a formação dos produtos hidratados deixando uma maior quantidade de espaços não preenchidos, mas sem comprometer a resistência à compressão. Também é possível que a pressão tenha favorecido a reação pozolânica, de modo que parte do hidróxido de cálcio foi consumido e/ou convertido em pequenos cristais que, juntamente com o C-S-H secundário, contribuiu com o aumento da microporosidade das amostras.

As imagens de *microscopia*, não indicaram alterações morfológicas significativas com o aumento da pressão, em maior escala. Foram observadas formações de C-S-H do tipo alveolar e cristais de portlandita, incluindo os micro-cristais citados pela literatura.

4.3 ESTUDO II: EFEITO DA TEMPERATURA EM PRESSÃO ATMOSFÉRICA

O fornecimento de calor durante a cura acelera o processo de endurecimento por afetar diretamente a velocidade das reações. Para verificar a influência da temperatura na hidratação e desempenho das pastas, optou-se por manter a pressão atmosférica como sendo um fator constante, variando-se apenas a temperatura de cura (23°C, 40°C, 60°C), cujo aquecimento iniciou-se logo após o posicionamento dos moldes no equipamento.

As propriedades de massa específica e módulo de elasticidade dinâmico foram avaliadas nas idades de 1, 7 e 28 dias. A resistência à compressão, por sua vez, foi determinada aos 7 e 28 dias. Assim como no estudo anterior, os dados experimentais foram submetidos ao teste de ANOVA e comparação de médias pelo método de Tukey, com um nível de significância igual a 0,05. Os gráficos exibem o valor médio e a barra de erros corresponde a um desvio padrão para cima e para baixo.

Para complementar a discussão, foram realizados ensaios de calorimetria isotérmica, tempo de pega e termogravimetria.

4.3.1 Parâmetros de cinética a partir da calorimetria isotérmica

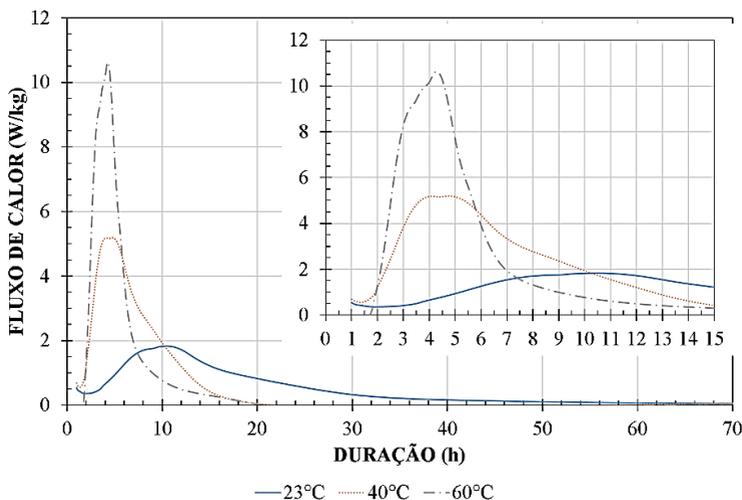
O ensaio de calorimetria isotérmica permitiu avaliar a hidratação das pastas nas temperaturas de 23°C, 40°C e 60°C. Os parâmetros de cinética foram determinados a partir de dados do fluxo e do calor de

hidratação liberado ao longo das 72h de ensaio. Os dados foram normalizados em relação à massa de cimento.

4.3.1.1 Fluxo de calor

As curvas de fluxo de calor plotadas em função do tempo foram representadas na Figura 4-47. No destaque, ampliou-se o sinal no intervalo da reação principal, para evidenciar as diferenças.

Figura 4-47 - Curvas de fluxo de calor normalizado em relação à massa de cimento.



As etapas das reações de hidratação do cimento Portland são divididas em cinco: período inicial, primeira desaceleração, baixa reatividade, aceleração, segunda desaceleração e diminuição da reação.

Os dados da primeira hora do ensaio foram descartados, de modo que não foi possível discorrer sobre o período inicial e da primeira desaceleração, que correspondem à dissolução das fases principais e criação dos primeiros pontos de nucleação do C-S-H (TAYLOR, 1997; AÏTCIN, 2000; BULLARD, *et al.*, 2011).

Quanto ao período de baixa reatividade, também denominado período de indução ou de dormência, percebeu-se o efeito catalisador da temperatura. Para as medidas realizadas à 23°C, iniciou após 1h24min do primeiro contato do cimento com a água e finalizou transcorridas 3h10min. No caso da temperatura de 40°C, o início foi antecipado para 1h, enquanto que para 60°C não foi possível determinar este tempo. Além

do adiantamento, o aumento da temperatura encurtou o período de indução, que foi de 1h55min para 23°C e 48min para 40°C.

O estágio de aceleração marca o início da reação principal com o endurecimento e desenvolvimento da resistência inicial devida à formação, principalmente, do C-S-H (GARTNER, *et al.*, 2001; ASTM, 2014a; MEHTA; MONTEIRO, 2014). O aumento da temperatura de cura modificou tanto a taxa quanto a intensidade deste pico principal, que foi de 1,8 W/kg para 23°C, 5,2 W/kg para 40°C e 10,6 W/kg de cimento para 60°C.

Com exceção de 60°C, para as demais foram observados ombros suaves, subsequente ao pico máximo, associados à formação de etringita seguida da transformação em monossulfato. A posição dos picos se anteciparam com o aumento da temperatura, sendo que os deslocamentos observados podem ser explicados pela dissolução das fases anidras e solubilização da portlandita, que são favorecidas pelo fornecimento de calor (CINCOTTO, 2011).

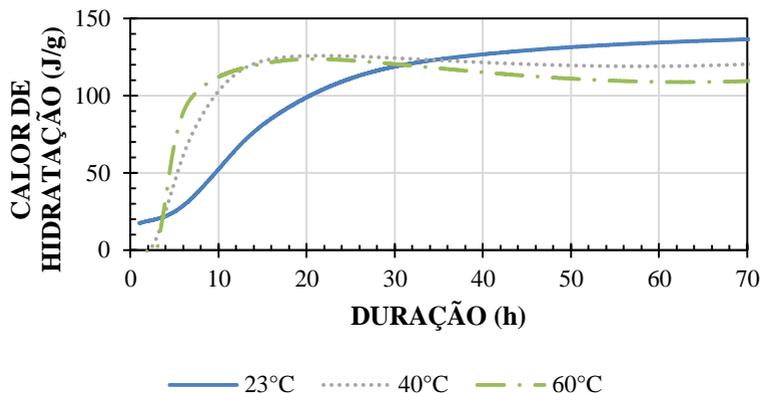
Em relação aos últimos estágios, com o aumento da temperatura de ensaio, a desaceleração foi intensificada e antecipando-se o equilíbrio. Tal equilíbrio do fluxo de calor é um indicador da mudança de mecanismo de reação: enquanto nas primeiras horas a hidratação do cimento Portland ocorre por dissolução-precipitação, com forte influência da temperatura da vizinhança, nas etapas finais muda-se para um processo de difusão da água e íons entre as camadas de hidratos (KADA-BENAMEUR; WIRQUIN; DUTHOIT, 2000).

Na prática, esta última análise indica que nas pastas aquecidas há um menor intervalo de tempo que o fornecimento de calor acelera de fato as reações de hidratação, já que com a mudança para um processo de difusão a Lei de Arrhenius começa a perder a validade para explicar as alterações de cinética das reações.

4.3.1.2 Calor e grau de hidratação

A temperatura alterou não apenas o perfil típico da curva de fluxo, como do calor de hidratação acumulado (Figura 4-48), obtido da integração do primeiro.

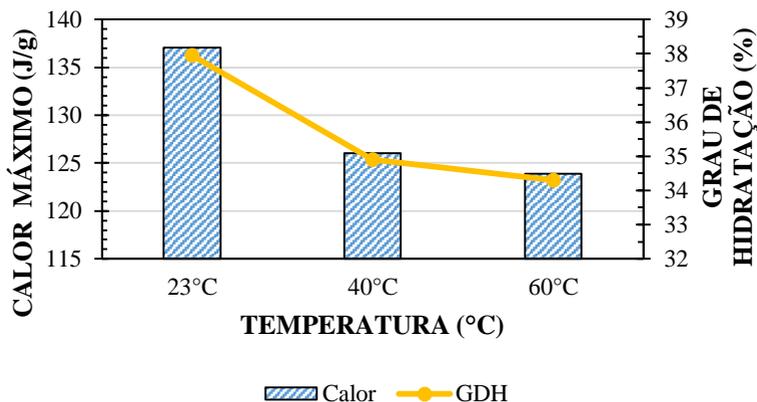
Figura 4-48 – Curvas de calor de hidratação liberado normalizado em relação à massa de cimento.



Na pasta a 23°C o calor foi liberado ao longo de todo o monitoramento e mostrou uma tendência de crescimento, que não se estabilizou depois das 70 h. As pastas aquecidas (40°C ou 60°C) atingem o máximo em apenas 12h, a partir do qual registrou-se uma pequena perda, seguida da consolidação do calor. Após 30h de ensaio, a pasta não aquecida atingiu o mesmo nível de calor de hidratação das demais.

Considerando o calor máximo liberado ao longo de 72h e o teórico para o cimento em estudo (no valor de 361,2 J/g), calculou-se o grau de hidratação em cada temperatura (Figura 4-49).

Figura 4-49 - Calor máximo e grau de hidratação.



Conforme observado na curva de calor de hidratação acumulado, ao final de 72h houve maior liberação de calor para as reações que aconteceram em temperatura ambiente (137,1 J/g) e, conseqüentemente, o grau de hidratação foi maior (38%). Estes parâmetros foram cerca de 10% inferiores nas pastas aquecidas (média de 125 J/g e 35%, sem distinção entre 40°C e 60°C)

A redução pode ser justificada pelo método de medição do ensaio proposto, uma vez que os dados de calorimetria foram obtidos a partir de sensores de fluxo e os materiais utilizados foram mantidos em temperatura ambiente antes do procedimento.

Apesar da exotermia das reações, é possível que a temperatura da pasta não tenha excedido os 40°C ou 60°C do banho térmico utilizado na calorimetria. Sendo assim, a pasta passou a absorver o calor fornecido pelo equipamento após, aproximadamente, 15h.

Esta hipótese foi baseada em estudos de elevação de temperatura adiabática. Em concreto massa, a temperatura máxima chega à ordem de 70°C depois de 2 dias, no centro; e 50°C na superfície com 1 dia (SALUM, 2016). O monitoramento de tensões térmicas durante o endurecimento em prismas de concreto retratam valores típicos de temperatura máxima de 50°C após 3h de hidratação (RILEM TC 119-TCE, 1997). Por fim, um perfil térmico típico de pastas cimentícias, obtido por medições térmicas para determinação da hidratação inicial em condições normais, apresenta uma variação máxima de 10°C a 20°C transcorridas 7 h de ensaio (ASTM, 2015).

Apesar destas limitações, as medições do ensaio foram adequadas e permitiram avaliar a cinética diante de diferentes temperaturas, bem como determinar a energia de ativação.

4.3.1.3 Energia de ativação

A energia de ativação é uma das principais variáveis da Lei de Arrhenius e define a energia mínima necessária para que determinada reação química aconteça (SOWOIDNICH, 2015). Demonstra a dependência entre temperatura e taxa de reação nas primeiras idades, em que o grau de hidratação é inferior a 30% e o mecanismo é quimicamente controlado pela dissolução-precipitação (KJELLEN; DETWILLER, 1992). Autores indicam que para um grau de hidratação entre 5 e 50%, a energia de ativação é praticamente constante (KADA-BENAMEUR; WIRQUIN; DUTHOIT, 2000; LIN; MEYER, 2009; SCHINDLER, 2004).

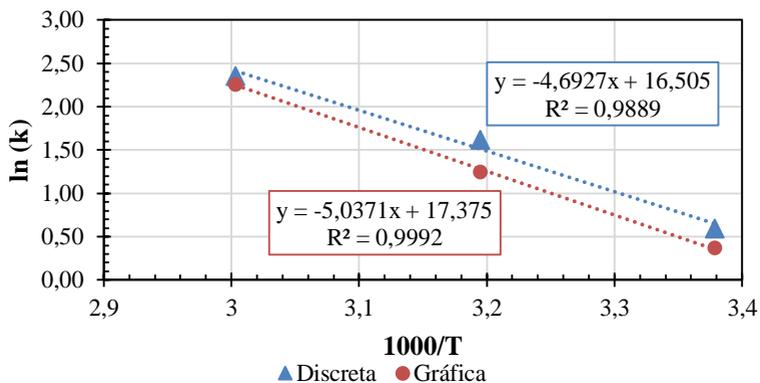
Para sua determinação, é necessário conhecer a taxa no período da aceleração, que pode ser obtida discretamente, a partir da derivada do grau de hidratação ao longo do tempo; ou graficamente, da regressão linear da reta equivalente ao período de aceleração da curva de calor de hidratação.

O gráfico do logaritmo natural desta taxa x o inverso da temperatura, em Kelvin, gera uma reta, cujo coeficiente angular multiplicado pela constante universal dos gases ($R=8,214 \text{ J/K.mol}$), representa o valor numérico da energia de ativação.

As retas obtidas considerando a taxa de reação determinada pelo método discreto e gráfico foram plotadas na Figura 4-50. Os valores de energia de ativação obtidos foram de 39,02 kJ/mol e 41,88 kJ/mol, respectivamente.

Da literatura, tem-se que para cimentos são esperados valores superiores a 33 kJ/mol (MEHTA; MONTEIRO, 2014), tipicamente entre 40 e 45 kJ/mol (ASTM, 2011; LIN, 2006). Pode reduzir para 31 kJ/mol na presença de sílica ativa (POOLE, *et al.*, 2007). Sendo assim, o valor médio experimental de 40 kJ/mol foi coerente com os dados de literatura.

Figura 4-50 - Gráfico de Arrhenius para determinação da energia de ativação.



4.3.2 Massa específica

Os valores médios de massa específica para cada idade (1, 7 e 28 dias), temperatura de cura (23°C, 40°C e 60°C) iniciada logo após a moldagem, em pressão atmosférica (0,1 MPa) foram ilustrados na Figura

4-51, enquanto os resultados do teste de ANOVA constam na Tabela 4-13 e a comparação de médias na Tabela 4-14.

Tem-se que independente da temperatura e idade, os corpos de prova atingiram um valor de massa específica homogêneo em todas as combinações, assumindo um valor médio de $2,20 \text{ g/cm}^3$, o que pode ser considerado coerente com a análise anterior, em que as amostras mantidas em pressão atmosférica atingiram o mesmo resultado.

Figura 4-51 – Efeito da temperatura em pressão atmosférica na massa específica.

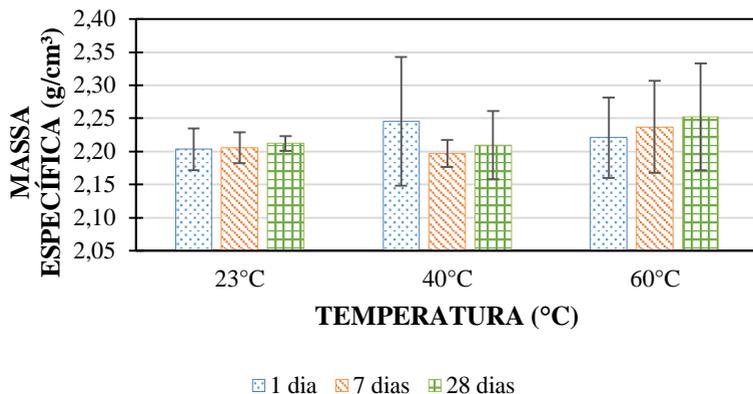


Tabela 4-13 - Análise de variância da massa específica - efeito da temperatura.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
TEMPERATURA	0,0128	2	0,0064	1,55	0,218532
IDADE	0,0022	2	0,0011	0,27	0,766756
TEMPERATURA*IDADE	0,0175	4	0,0044	1,06	0,382016
Erro	0,3593	87	0,0041		

Tabela 4-14 - Grupos homogêneos de massa específica – efeito da temperatura.

TEMPERATURA	IDADE	ME (MÉDIA)	1
40	7	2,196852	****
23	1	2,203231	****
23	7	2,205486	****
40	28	2,209543	****
23	28	2,212212	****
60	1	2,220843	****
60	7	2,237141	****
40	1	2,245073	****
60	28	2,252166	****

Graybeal (2006) realizou um amplo estudo de caracterização das propriedades físicas, mecânicas e de durabilidade, de CUAD. Para os regimes de cura aplicado após o desmolde, estudou o efeito de (i) cura com vapor à 90°C durante 48 h (recomendação do fabricante do Ductal, utilizado na pesquisa); (ii) sem tratamento, isto é, os corpos de prova foram mantidos em ambiente de laboratório até a data de ensaio; (iii) com vapor à 60°C durante 48h; (iv) com vapor à 60°C aplicada 15 dias após a moldagem. Em termos de massa específica, os valores oscilaram de 2,4 g/cm³ até 2,5 g/cm³, independente do regime de cura.

Porém, no trabalho de Helmi, *et al.* (2016), além da cura sob pressão mencionada anteriormente, foi investigado o efeito do aquecimento em estufa no estado endurecido, após 2 dias de desmolde. O ciclo de cura adotado foi de um pré-aquecimento à 40°C durante 2h, etapa de aquecimento com uma taxa de 50°C/h até 240°C; período de manutenção à 240°C por 48h, e um período de resfriamento similar ao de aquecimento. Após a cura térmica, os corpos de prova foram mantidos em tanque com água até os 7 e 28 dias. Como resultado desta propriedade, foi observado que, na medição aos 7 dias, a cura térmica promoveu um pequeno ganho de 5%, uma vez que a massa específica da amostra referência foi de 2,07 g/cm³ que aumentou para 2,17 g/cm³ quando aquecida. Este incremento foi associado ao preenchimento dos poros pela xonolita, detectada no padrão de difração de raios X das amostras.

Sendo assim, pode-se supor a massa específica pode ser influenciada apenas por altas temperatura na massa específica. Segundo Taylor (1997), o aquecimento de sistemas pozolânicos até 180°C forma a 1,1 n tobermorita que, para temperaturas maiores, converte-se em xonolita, sendo esta última uma fase com maior estabilidade térmica. Também pode ocorrer a formação de C-S-H (I), considerada mais bem ordenada que o gel de C-S-H. Em síntese, estes produtos apresentam menor relação Ca/Si, o que tem um impacto direto na melhoria do desempenho mecânico.

4.3.3 Módulo de elasticidade dinâmico

Os resultados de módulo de elasticidade foram expostos na Figura 4-52. Resultados de ANOVA e comparação de médias foram apresentados nas Tabela 4-15 e Tabela 4-16.

Diferentemente da massa específica, o módulo cresceu progressivamente ao longo do tempo, independentemente da temperatura de cura adotada, em concordância com o mencionado por Neville (2006).

Figura 4-52 – Efeito isolado da temperatura no módulo de elasticidade.

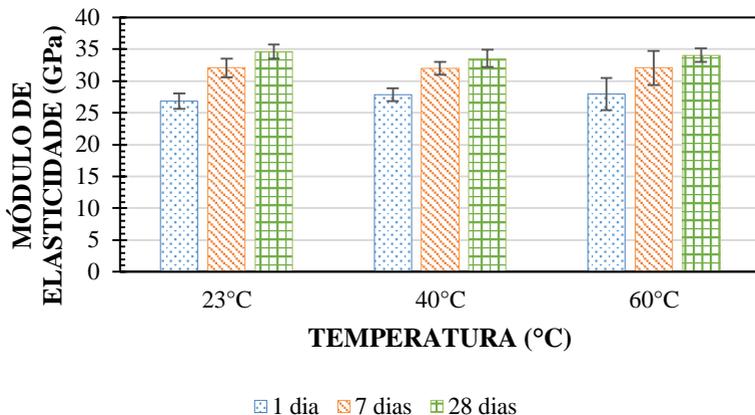


Tabela 4-15- Análise de variância do módulo de elasticidade - efeito da temperatura.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
TEMPERATURA	0,89	2	0,45	0,13	0,874932
IDADE	741,57	2	370,78	111,12	0,000000
T x I	13,29	4	3,32	1,00	0,413752
Erro	323,66	97	3,34		

Tabela 4-16 - Grupos homogêneos de módulo de elasticidade – efeito da temperatura.

TEMPERATURA	IDADE	E (MÉDIA)	1	2	3
23	1	26,84688			****
40	1	27,82833			****
60	1	27,94250			****
40	7	31,97375	****	****	
60	7	32,06000	****		
23	7	32,06312	****		
40	28	33,57000	****	****	
60	28	34,05875	****	****	
23	28	34,64500		****	

A análise de variância e comparação de médias confirmou o efeito apenas da idade. Sendo assim, independente da temperatura de cura, houve um acréscimo nos valores médios do módulo de elasticidade dinâmico (média das três temperaturas) aos 7 e 28 dias, de 18% (32 GPa) e 25% (34 GPa) quando comparados com 1 dia.

Foram encontrados registros de módulo de elasticidade estático para concreto de ultra-alta resistência, da ordem de 43 GPa (MURTHY; IYER; PRASAD, 2013). O efeito da temperatura foi estudado por Graybeal (2006), cujo aquecimento no estado endurecido propiciou o aumento do módulo de 42 GPa (temperatura ambiente) para 52 GPa (aquecida com vapor, à 60°C ou 90°C).

4.3.4 Resistência à compressão

O efeito da temperatura na resistência à compressão aos 7 e 28 dias foi exposto na Figura 4-53, Tabela 4-17 e Tabela 4-18. A análise de variância indicou o efeito da idade e da interação entre idade e temperatura. A determinação de grupos homogêneos por Tukey auxiliou a comparação dos resultados.

Para as duas idades, os resultados de resistência para 23°C para 40°C foram homogêneos. Porém, pode-se verificar o efeito positivo da temperatura na resistência aos 7 dias, através dos ganhos de 10% e 22%, para 40°C (103 MPa) e 60°C (115 MPa), em relação à 23°C (94 MPa). No caso dos resultados com 28 dias, a elevação de temperatura diminuiu a resistência em relação à 23°C.

Este comportamento costuma ser explicado pelo rápido desenvolvimento de produtos hidratados de menor resistência, que formam uma camada porosa ao redor das partículas, comprometendo a hidratação posterior e prejudicando a resistência (NEVILLE, 2016).

Durante a hidratação, a umidade relativa interna tende a diminuir e se nenhuma água externa for fornecida, a resistência à longo prazo é comprometida em certos casos, como o de um estudo com diferentes temperaturas e idades no qual um concreto curado à 32°C apresentou maior resistência inicial, com redução expressiva aos 28 dias (KOSMATKA; WILSON, 2011).

Entretanto, é importante ressaltar que para os resultados obtidos, o teste de Tukey indicou homogeneidade entre os valores médios de 115 MPa e 111 MPa, obtidos para 60°C aos 7 e 28 dias, respectivamente, de modo que neste estudo, a elevação de temperatura no início da hidratação não provocou perdas significativas na propriedade avaliada.

Figura 4-53 – Efeito isolado da temperatura na resistência à compressão.

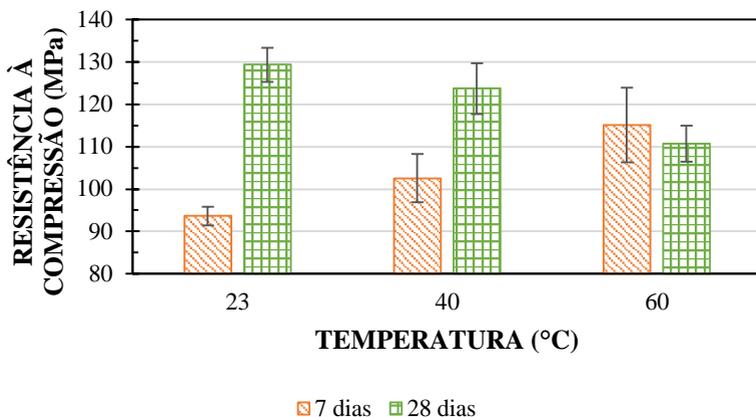


Tabela 4-17 - Análise de variância da resistência à compressão - efeito da temperatura.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
TEMPERATURA	21,59	2	10,79	0,289	0,750
IDADE	3167,95	1	3167,95	85,098	0,000
T x I	2990,96	2	1495,48	40,172	0,000
Erro	1340,17	36	37,227		

Tabela 4-18 - Grupos homogêneos de resistência à compressão – efeito da temperatura.

TEMPERATURA	IDADE	Rc (MÉDIA)	1	2	3	4	5
23	7	93,62	***				
40	7	102,56	***	***			
60	28	110,75		****	***		
60	7	115,09			***	***	
40	28	123,69				***	***
23	28	129,31					***

Com certa ressalva, é possível comparar os resultados obtidos com os dados de Graybeal (2006) e Helmi, *et al.* (2016), que utilizaram a cura térmica após o endurecimento do concreto, e em temperaturas mais elevadas.

Os dados de Graybeal (2006) mostram uma evolução na resistência do CUAD/Ductal. Amostras que não receberam tratamento apresentaram uma resistência à compressão aos 28 dias de 126 MPa. Com a cura térmica à vapor com 40°C e 90°C durante 44h após o desmolde, os valores foram de 171 MPa e 193 MPa. Sendo assim, os maiores ganhos de resistência aconteceram comparando-se resultados de 23°C com 90°C.

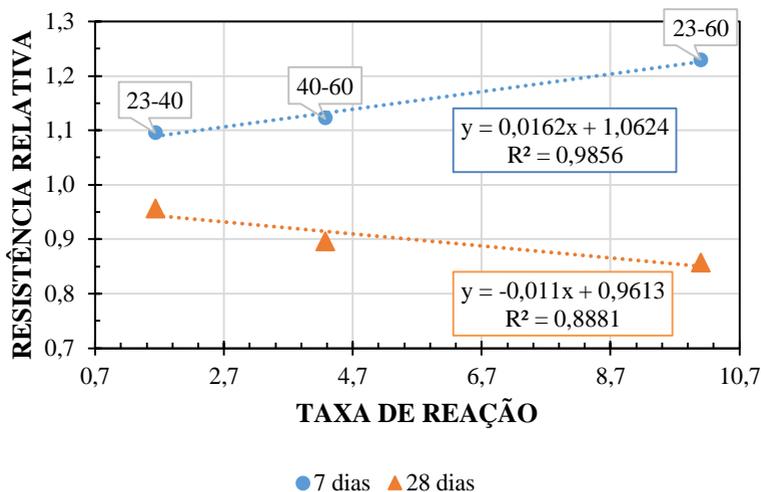
Em Helmi, *et al.* (2016), conforme mencionado anteriormente, foi aplicada uma cura térmica à 240°C no estado endurecido. Como resultados, tem-se um aumento de resistência com o uso da cura térmica (110 MPa), em comparação à amostra não aquecida (79 MPa). Entretanto, os resultados aos 28 dias foram 5% inferiores aos 7 dias nas amostras aquecidas. Segundo os autores, esta redução deve-se à formação mal orientada de produtos porosos que diminui o tempo disponível para a difusão necessária à formação de hidratos nos vazios nas idades subsequentes. Já a melhor resistência com o aquecimento aos 7 dias indica uma aceleração da reação pozolânica através da temperatura de cura.

Por fim, a inversão de desempenho foi observada também no ensaio de calorimetria, em que o fornecimento de calor acelerou as reações de hidratação e, conseqüentemente, a liberação de calor. Contudo, após 30h, a pasta não aquecida supera o grau de hidratação.

Ao plotar a taxa de reação do período de aceleração x resistências relativas para cada diferença de temperatura (Figura 4-54) confirmou-se o efeito da cura térmica nas primeiras idades. Deve-se considerar, contudo, que a relação entre taxa de hidratação e temperatura de cura, a partir da Lei de Arrhenius, é bem definida nas idades iniciais de hidratação, quando os produtos hidratados são formados por mecanismos quimicamente controlados. Com o progresso da hidratação, esta relação (temperatura e hidratação) enfraquece, indicando uma mudança do mecanismo para um processo de difusão, isto é, de transferência de massa entre as camadas formadas ao redor das partículas hidratadas (KJELLEN; DETWILLER, 1992).

Quando o mecanismo de hidratação muda de dissolução-precipitação para difusão iônica (caracterizando o processo topoquímico), a lei de Arrhenius perde a validade. Com isso, as variações nos valores experimentais das propriedades físicas não mais se relacionam com mudanças de temperatura (KADA-BENAMEUR; WIRQUIN; DUTHOIT, 2000).

Figura 4-54 - Relação entre taxa de reação e resistência relativa.

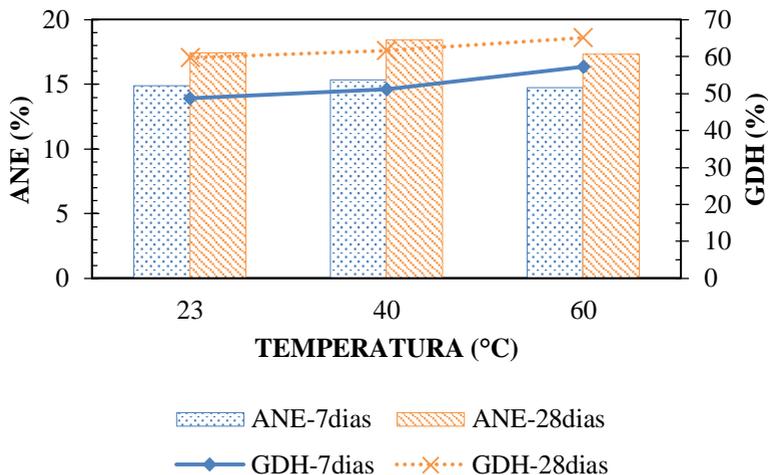


4.3.5 Análise termogravimétrica

Das curvas termogravimétricas e perdas de massa (Apêndice VI), foram calculados os teores de água não evaporável e o grau de hidratação (Figura 4-55), além da concentração de portlandita e fases carbonáticas (Figura 4-56).

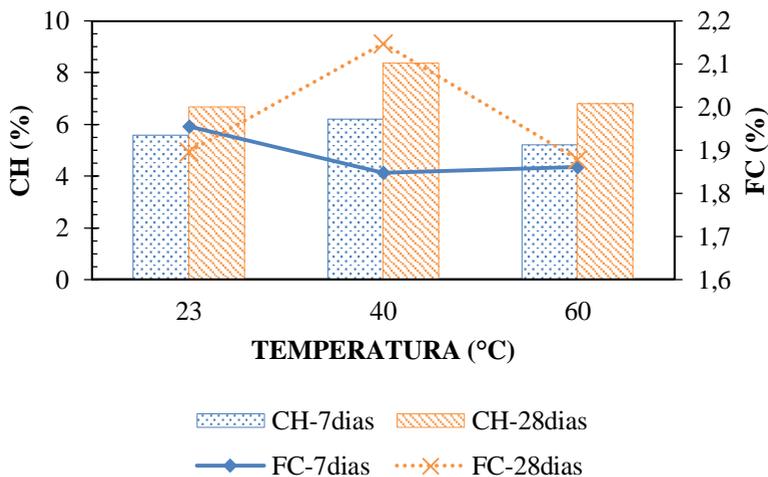
Houve aumento dos teores de água não evaporável e grau de hidratação em função da idade, evidenciando a evolução das reações de hidratação. Há um pequeno incremento do grau de hidratação com a elevação de temperatura que, aos 28 dias, foi estimado em 59,7% para 23°C, 61,7% para 40°C e 65,2% para 60°C.

Figura 4-55 - Efeito da temperatura na concentração de água não evaporável e grau de hidratação em amostras com 7 e 28 dias.



Legenda: ANE (Água não evaporável); GDH (grau de hidratação).

Figura 4-56 - Efeito da temperatura na concentração de hidróxido de cálcio e de fases carbonáticas em amostras com 7 e 28 dias.



Legenda: CH (hidróxido de cálcio); FC (fases carbonáticas).

De 7 para 28 dias foi observada a produção de hidróxido de cálcio, dado os incrementos de 20%, 35% e 31%, para 23°C, 40°C e 60°C. Com

o emprego de cura térmica, esperava-se detectar o consumo através da redução das concentrações devido ao favorecimento da reação pozolânica.

É possível que a elevada concentração de sílica ativa, bem como os problemas de dispersão observados, tenham comprometido o resultado obtido. Contudo, é importante destacar que teoricamente, para o grau de hidratação medido no ensaio, a reação de hidratação do cimento Portland resultaria em uma concentração entre 11% e 14% para 7 dias e 14% a 16% para 28 dias e os valores experimentais foram inferiores. Logo, pode-se supor que a reação pozolânica ocorreu em menor intensidade.

4.3.6 Conclusões parciais

Foi investigado nesta etapa do trabalho o efeito da temperatura máxima de cura variando de 23°C, para 40°C e 60°C quando aplicada nas primeiras horas de hidratação.

Confirmou-se a relação entre temperatura e *cinética das reações* a partir do ensaio de calorimetria. Foi observada uma relação positiva com o fluxo de calor e calor de hidratação nas primeiras horas. Já com o período de indução, calor total e grau de hidratação, o efeito foi negativo, no sentido de reduzir o valor mensurado de cada parâmetro. A partir das curvas de calor, foi possível calcular a energia de ativação da pasta em estudo, que foi de 40 kJ/mol.

Não influenciou as propriedades de *massa específica* e *módulo de elasticidade*, mas afetou os resultados de *resistência à compressão*. Na idade inicial, a resistência aumentou com a temperatura e aos 28 dias este comportamento se inverteu, mas sem prejudicar o desenvolvimento esperado de 7 para 28 dias.

Em relação aos dados de *termogravimetria*, não foram observadas grandes diferenças nas concentrações de água não evaporável e portlandita, com o aumento da temperatura; mas sim com a idade. Todavia, foi possível observar uma tendência de aumento do grau de hidratação de 23°C para 60°C.

4.4 ESTUDO III: EFEITO DA COMBINAÇÃO ENTRE CURA TÉRMICA E SOB PRESSÃO

A elevação da temperatura inicial de cura acelera as reações de hidratação do cimento, antecipando o ganho de resistência inicial. Porém, pode retardar a hidratação em dias posteriores, devido à criação não

uniforme de produtos hidratados porosos ao redor das partículas (NEVILLE, 2016).

Por esse motivo aliado à prevenção de fissuras nas primeiras horas, em um contexto de cura térmica à vapor em pressão atmosférica, recomenda-se aguardar o início de pega ou, pelo menos, 3 à 5 horas após a moldagem (KOSMATKA; WILSON, 2011).

Um estudo pioneiro desenvolvido por (HANSON, 1963) relatou que o tempo ótimo de espera para a máxima resistência inicial é de 5 horas, sendo que para um tempo mínimo de 1h são obtidas menores resistências devido à formação de pequenas fissuras, cuja intensidade aumenta com a temperatura de cura (HIGGINSON, 1961).

Além da questão térmica, outras pequenas fissuras podem surgir devido à expansão das bolhas de ar na pasta, durante o aquecimento, que gera tensões de tração ao redor das partículas hidratadas. A adoção de tempo de espera bem como o uso de cura térmica em autoclave parece eliminar este problema (NEVILLE, 2016).

Na análise anterior, do efeito isolado da cura térmica, foi observado um pequeno prejuízo de resistência com a elevação da temperatura, aos 28 dias. Sendo assim, nesta etapa, foi acrescentado o tempo de espera e aplicação de pressão.

Para tanto, foram definidos os seguintes fatores de estudo (Tabela 4-19).

Tabela 4-19 - Fatores avaliados na combinação entre temperatura e pressão.

PRESSÃO (MPa)	TEMPERATURA (°C)	ESPERA (h)	IDADE (dias)
0,1, 5 e 10	40°C, 60°C	0h, 2h, 4h	1, 7 e 28

Foram realizadas medidas de massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão. Adicionalmente, as amostras compactadas a 10 MPa, nas temperaturas de cura de 40°C e 60°C, com tempo de espera de 0h e 4h, na idade de 28 dias, foram analisadas microestruturalmente com as técnicas de microscopia eletrônica de varredura, termogravimetria e porosimetria por intrusão de mercúrio. Considerando os resultados obtidos, foram separados exemplares com tempo de espera nulo e máxima pressão, para realização de medidas de difração de raios X.

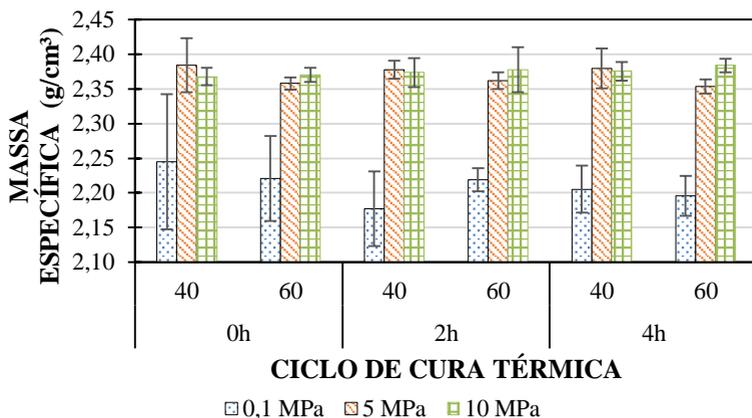
4.4.1 Massa específica

A análise estatística dos dados de massa específica indicaram efeito significativo dos fatores pressão, idade e a combinação entre pressão e temperatura (Apêndice I). Na prática, as diferenças entre as idades são muito pequenas e influenciadas, principalmente, pela pressão. Além disso, conforme já apontado, esta propriedade atua como indicador da eficiência da compactação. Portanto, foram discutidos apenas os valores médios determinados com 1 dia, na Figura 4-57.

Tabelas estatísticas de análise de variância e comparação de médias por Tukey foram apresentadas nas

Tabela 4-20 e Tabela 4-21.

Figura 4-57 - Efeito do tempo de espera na combinação entre cura térmica e sob pressão na massa específica (1 dia).



O tempo de espera não influenciou os resultados obtidos e a aplicação entre pressão e temperatura provocou uma interação de modo que, embora a pressão tenha apresentado diferenças estatísticas significativas, o que se percebe é a distinção entre corpos de prova “não compactados” e “compactados”, que foram obtidos valores médios de massa específica entre 2,18 g/cm³ a 2,25 g/cm³ e 2,35 g/cm³ a 2,38 g/cm³, respectivamente.

Do primeiro estudo, em temperatura ambiente, contudo, foram obtidos resultados de 2,20 g/cm³, 2,35 g/cm³ e 2,40 g/cm³, para pressão atmosférica, 5 MPa e 10 MPa.

Tabela 4-20 - Análise de variância da massa específica - efeito combinado.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
PRESSÃO	2,347	2	1,174	845	0,000
TEMPERATURA	0	1	0	0	0,827
ESPERA	0,001	2	0,001	0	0,622
IDADE	0,023	2	0,012	8	0,000
P x T	0,012	2	0,006	4	0,013
P x E	0,01	4	0,002	2	0,139
T x E	0,006	2	0,003	2	0,099
P x I	0,004	4	0,001	1	0,614
T x I	0,004	2	0,002	1	0,264
E x I	0,004	4	0,001	1	0,543
P x T x E	0,007	4	0,002	1	0,320
P x T x I	0,009	4	0,002	2	0,154
P x E x I	0,006	8	0,001	1	0,855
T x E x I	0,007	4	0,002	1	0,256
P x T x E x I	0,004	8	0	0	0,946
Erro	0,529	381	0,001		

Tabela 4-21 - Grupos homogêneos de massa específica (1 dia) – efeito combinado.

P	T	E	ME (MÉDIA)	1	2	3	4
0,1	40	2	2,177333	****			
0,1	60	4	2,195509	****	****	****	
0,1	40	4	2,205491	****	****	****	
0,1	60	2	2,218979	****	****	****	
0,1	60	0	2,220843	****	****	****	
0,1	40	0	2,245073			****	
5	60	4	2,353606				****
5	60	0	2,357876				****
5	60	2	2,361855				****
10	40	0	2,367812				****
10	60	0	2,370398				****
10	40	2	2,373478				****
10	40	4	2,375377				****
5	40	2	2,377252				****

10	60	2	2,377598	****
5	40	4	2,379179	****
10	60	4	2,383717	****
5	40	0	2,384189	****

Percebeu-se, portanto, a interação entre pressão e temperatura, uma vez que não se detecta um aumento progressivo com a pressão, diferentemente do observado na primeira análise. A massa específica dos corpos de prova compactados com 5 MPa e 10 MPa foram similares na presença de cura térmica, independente da temperatura e do tempo de espera, apresentando um valor médio de 2,4 g/cm³, superior 7% em relação à amostra referência, com pressão atmosférica em 23°C (2,2 g/cm³).

4.4.2 Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade dinâmico de amostras submetidas aos diferentes regimes de cura propostos, foi influenciado pela pressão, temperatura, idade e interação entre pressão e temperatura, conforme mostra a análise de variância da Tabela 4-22.

Na Figura 4-58 foram plotados os resultados obtidos aos 28 dias, e a comparação de médias na

O melhor desempenho foi obtido com 10 MPa de compactação em 23°C (44,1 GPa), seguido pela combinação entre cura térmica e sob pressão (média de 42 GPa, para qualquer regime de cura).

O módulo de elasticidade dinâmico de amostras submetidas aos diferentes regimes de cura propostos, foi influenciado pela pressão, temperatura, idade e interação entre pressão e temperatura, conforme mostra a análise de variância da Tabela 4-22.

Figura 4-58 - Efeito do tempo de espera na combinação entre cura térmica e sob pressão no módulo de elasticidade (28 dias).

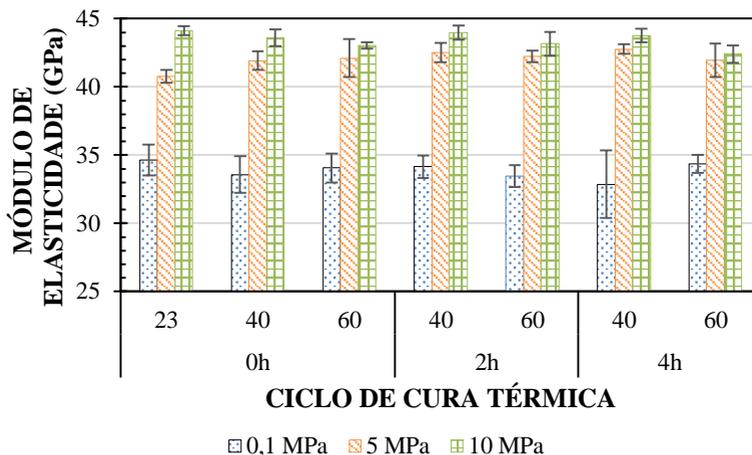


Tabela 4-22 - Análise de variância do módulo de elasticidade - efeito combinado.

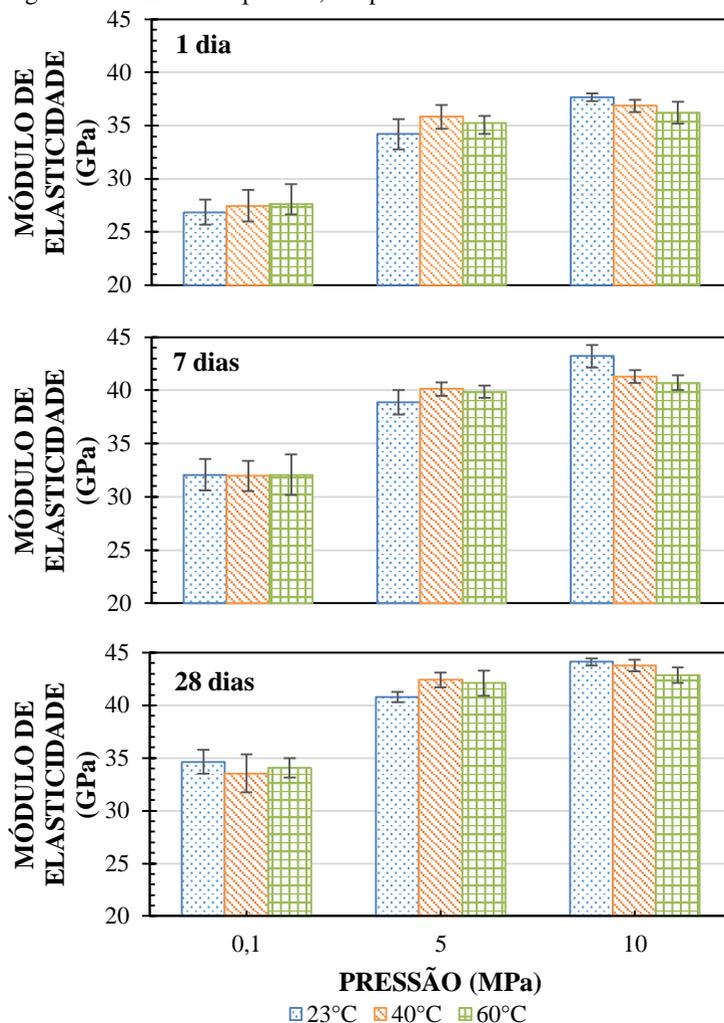
FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
PRESSÃO (P)	7177,4	2	3588,7	2314,7	0,000
TEMPERATURA (T)	8,4	1	8,4	5,4	0,021
ESPERA (E)	1,5	2	0,8	0,5	0,615
IDADE (I)	3019	2	1509,5	973,6	0,000
P x T	15,1	2	7,5	4,9	0,008
P x E	7,2	4	1,8	1,2	0,329
T x E	1,1	2	0,5	0,4	0,705
P x I	5,1	4	1,3	0,8	0,507
T x I	0,6	2	0,3	0,2	0,830
E x I	1	4	0,2	0,2	0,961
P x T x E	14,3	4	3,6	2,3	0,058
P x T x I	1,6	4	0,4	0,3	0,905
P x E x I	4,2	8	0,5	0,3	0,951
T x E x I	4,3	4	1,1	0,7	0,595
P x T x E x I	5	8	0,6	0,4	0,920
Erro	614	396	1,6		

Tabela 4-23 - Grupos homogêneos de módulo de elasticidade (28 dias) – efeito combinado.

P	T	E	E - Mean	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0,1	40	4	32,86	*	*	*							
0,1	60	2	33,47	*	*	*							
0,1	40	0	33,57	*	*	*							
0,1	60	0	34,06	*	*	*							
0,1	40	2	34,17		*	*							
0,1	60	4	34,36			*							
5	40	0	41,92				*	*	*	*	*	*	*
5	60	4	41,94				*	*	*	*	*	*	*
5	60	0	42,11					*	*	*	*	*	*
5	60	2	42,28				*	*	*	*	*	*	*
10	60	4	42,41				*	*	*	*	*	*	*
5	40	2	42,54				*	*	*	*	*	*	*
5	40	4	42,78					*	*	*	*	*	*
10	60	0	43,02						*	*	*	*	*
10	60	2	43,16							*	*	*	*
10	40	0	43,62								*	*	*
10	40	4	43,76									*	*
10	40	2	43,99										*

A evolução desta propriedade ao longo do tempo foi reportada na Figura 4-59, para cada tempo de espera nas temperaturas de 40°C e 60°C. Neste gráfico, aliada à comparação de médias, percebe-se uma fraca influência da temperatura, com predominância do efeito da pressão. O módulo aumentou progressivamente ao longo do tempo e com a pressurização, de modo que as pastas compactadas com 5 MPa e 1 dia de idade obtiveram o mesmo desempenho das não compactadas com 28 dias. Assim como observado no item 4.2, esta similaridade de resultados impacta positivamente numa tomada de decisão baseada na rigidez de peças logo após o desmolde.

Figura 4-59 - Efeito da pressão, temperatura e idade no módulo de elasticidade.



O módulo de elasticidade estático para CPR, contendo agregados e fibras metálicas, esteve na faixa de 50 a 60 GPa para amostras não pressurizadas e aquecidas até 90°C, e de 65 a 75 GPa para uma pressurização de 50 MPa combinada com cura térmica de 250°C à 400°C (RICHARD; CHEYREZY, 1995)

4.4.3 Resistência à compressão

Os resultados de resistência obtidos aos 7 e 28 dias foram plotados na Figura 4-60. A análise estatística de variância (Tabela 4-24) mostrou o efeito da pressão, temperatura, idade e interação entre pressão e temperatura. Assim como nas propriedades anteriores, os diferentes tempos de espera não provocaram diferenças significativas.

A separação entre grupos homogêneos pelo teste de Tukey, apenas para estes fatores principais foi apresentada na Tabela 4-25, da qual é possível estabelecer que, como regra geral, os valores de resistência podem ser melhorados com o aumento de pressão ou de temperatura.

Figura 4-60 - Efeito do tempo de espera na combinação entre cura térmica e sob pressão na resistência à compressão.

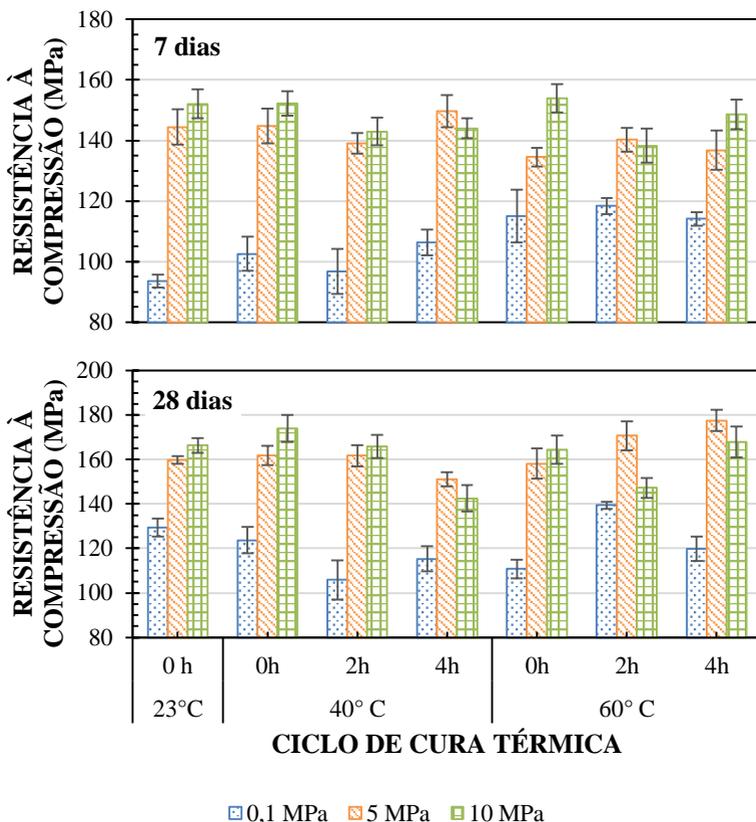


Tabela 4-24 - Análise de variância da resistência à compressão - efeito combinado.

FONTE	SQ	GDL	MQ	F	p
PRESSÃO	62377	2	31188	811,04	0,000
TEMPERATURA	742	1	742	19,3	0,000
ESPERA	189	2	94	2,45	0,090
IDADE	10063	1	10063	261,67	0,000
P x T	1138	2	569	14,79	0,000
P x E	1585	4	396	10,3	0,000
T x E	1380	2	690	17,95	0,000
P x I	1171	2	586	15,23	0,000
T x I	136	1	136	3,54	0,062
E x I	311	2	156	4,04	0,020
P x T x E	2926	4	731	19,02	0,000
P x T x I	1097	2	549	14,26	0,000
P x E x I	96	4	24	0,62	0,648
T x E x I	1523	2	761	19,8	0,000
P x T x E x I	1059	4	265	6,89	0,000
Erro	5499	143	38		

Tabela 4-25 - Grupos homogêneos de resistência à compressão dos principais fatores – efeito combinado.

PRESSÃO	MÉDIA	1	2		
0	113,17		*		
5	151,64	*			
10	152,89	*			
TEMPERATURA	MÉDIA	1	2		
40	132,65	*			
60	138,99		*		
IDADE	MÉDIA	1	2		
7	129,04	*			
28	142,62		*		
PRESSÃO	TEMPERATURA	MÉDIA	1	2	3
0	40	108,88		*	
0	60	118,08			*
5	40	151,32	*		
5	60	151,89	*		
10	60	152,25	*		
10	40	153,58	*		

Analisando separadamente os resultados, percebe-se que em relação às amostras mantidas em temperatura ambiente, o desempenho foi melhorado com a compactação, corroborando com os resultados discutidos no Estudo I. Contudo, não existem diferenças estatísticas significativas entre 5 MPa e 10 MPa.

Em uma realidade de prensagem de materiais cerâmicos, tem-se que durante a compactação ocorre a consolidação da microestrutura do material devido à uma reordenação de vazios e grânulos, reduzindo a concentração de poros intergranulares e intragranulares, respectivamente, dependendo se a pressão aplicada é inferior ou superior à pressão máxima de prensagem. Se inferior, a pressão externa é capaz de modificar apenas os vazios entre partículas. Com o aumento da pressão, os espaços intergranulares diminuem e aumenta-se a probabilidade de pontos de contato entre grãos até um valor crítico que provoca a destruição de aglomerados e modifica-se, então, a porosidade intragranular. Contudo, a compactação real do sistema será sempre inferior ao empacotamento teórico, seja pela formação de um empacotamento irregular e poroso, devido ao aumento do atrito entre grãos, seja por uma saturação dos poros com material ligante ou plastificante (ALBARO, 2000a).

Seguindo o procedimento de cálculo citado por Mendes (2016), a partir dos trabalhos de Yu e Standish (1991 e 2003) e admitindo que a porosidade inicial do sistema granular corresponde à 40% de cada material, tem-se uma porosidade teórica calculada de 38,87%. Com esta informação e de características do cimento e da sílica ativa, calculou-se a distância de separação entre partículas (Equação 4-6).

$$IPS = \frac{2}{VSA} \left[\left(\frac{1}{Vs} \right) - \left(\frac{1}{1 - P0} \right) \right] \quad \text{Equação 4-6}$$

Onde:

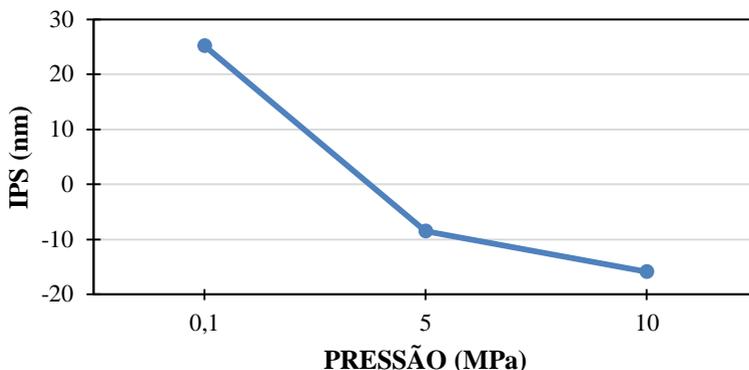
IPS: distância de separação entre partículas, em nm;

VSA: área superficial volumétrica, em %, dada pela multiplicação entre área superficial e densidade das partículas;

Vs: concentração volumétrica (ou teor de sólidos), em %;

P0: porosidade teórica calculada, em %.

Figura 4-61 – Estimativa da distância de separação entre partículas.



O aumento da pressão de compactação provocou uma redução na quantidade de água disponível e uma aproximação dos grãos presentes na mistura. Por consequência, diminuiu a distância de separação entre partículas, resultado em valores negativos de até -15,8 nm, o que indica que não há água suficiente para separar as partículas, que pode estar absorvida, em pontes capilares ou em suspensão.

Ou seja, o aumento da pressão durante o endurecimento aproximou as partículas de tal forma, capaz de criar pontos de contato com forças de atrito tão fortes, a ponto de não ser possível um melhor reordenamento das partículas. A proximidade dos resultados sugeriu, portanto, que, quando combinado com a cura térmica, os níveis de 5 MPa e 10 MPa aproximam-se da pressão máxima, a partir da qual tem-se pouca influência na redução dos espaços vazios entre grãos.

Em relação a temperatura, assim como na análise anterior, verificou-se o efeito positivo na resistência aos 7 dias para as que não foram compactadas. Aos 28 dias o aquecimento prejudicou a resistência apenas das não compactadas, quando comparado com as famílias na mesma idade.

Estes resultados também foram coerentes com a análise do Estudo II, do efeito da temperatura em pressão atmosférica e verificou-se que o uso do tempo de espera não contribui para a mitigação do efeito negativo da cura térmica nas idades posteriores.

Outra análise foi realizada comparando-se resultados de 7 e 28 dias, para averiguar a possível perda de resistência aos 28 dias, devido à cura térmica. Tem-se que a pasta curada à 60°C sem tempo de espera, na pressão atmosférica, apresentou um prejuízo de 4% (resultado de 28 dias

em relação a 7). Para a cura à 40°C iniciada após 4h, a compactação não afetou os resultados de resistência. Nos demais casos, a combinação entre pressão e temperatura favoreceu o desenvolvimento da resistência de 7 para 28 dias.

Por fim, comenta-se sobre o efeito do tempo de espera. Conforme justificado anteriormente, o teste dos tempos de espera baseou-se na recomendação de aguardar o início do aquecimento, a fim de evitar a formação de fissuras de origem térmica e da expansão das bolhas de ar, bem como potencializar os ganhos nas propriedades na etapa em que existe uma relação direta entre temperatura e resistência, nas primeiras horas de hidratação.

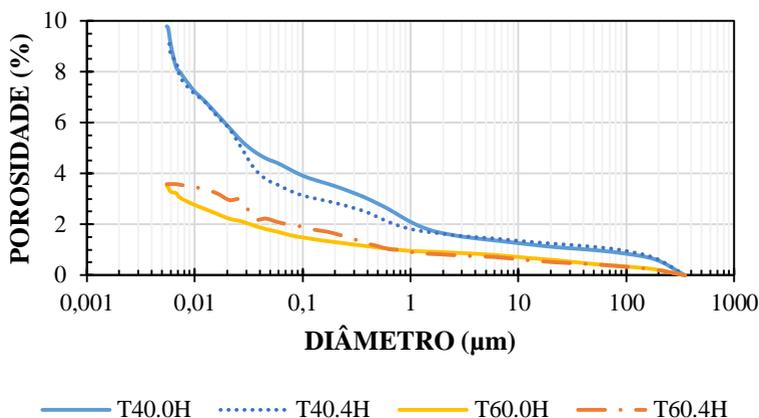
Sendo assim, com base no início de pega determinado pela agulha de Vicat, foram definidos três tempos de espera: 0h, 2h e 4h, sendo que o tempo 0h equivale ao início do aquecimento simultaneamente à aplicação de pressão, que ocorreu 30 minutos depois da mistura dos materiais cimentícios com a água.

Porém, não foi detectado uma tendência positiva nem negativa deste parâmetro. A temperatura de cura, a pressão e a idade continuaram sendo os fatores influentes principais. Recentemente, um trabalho comparando cura térmica à vapor e aquecimento com micro-ondas, mostrou que no caso das micro-ondas, o tempo de espera também não influencia o desempenho final (KONG, *et al.*, 2016). Segundo os autores, o que define o efeito favorável ou não deste procedimento é a quantidade de energia fornecida. Além disso, as mudanças observadas nas propriedades mecânicas e microestruturais foram explicadas pelo efeito da radiação aplicada, que aumentou a polaridade da água e acelerou a dissolução das partículas de cimento. Assim como nas demais curas térmicas, forma-se uma membrana ao redor dos grãos, porém mais fina e facilmente perturbada, o que pode atenuar a resistência à difusão que, em outros métodos, provoca o retardo da hidratação posterior. A agitação das moléculas eliminou o excesso de água e antecipou a retração plástica. Contudo, o uso de micro-ondas provoca uma expansão volumétrica que compensou a retração. Em termos de produtos de hidratação, o uso desta radiação propiciou a formação de cristais de etringita e portlandita fracamente ordenados, o que pode ter contribuído para o melhor desempenho mecânico.

4.4.4 Porosimetria por intrusão de mercúrio

As curvas de porosidade para amostras compactadas com 10 MPa, submetidas à cura térmica de 40°C e 60°C, ambas com tempo de espera igual a 0h e 4h (Figura 4-62).

Figura 4-62 - Efeito da temperatura de cura e tempo de espera na porosidade.

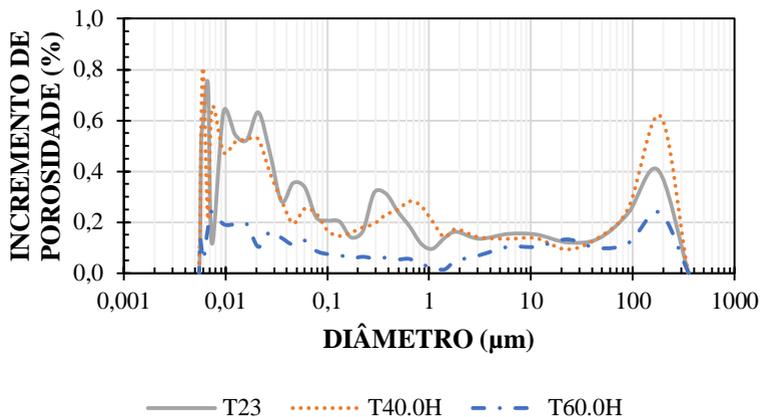


Dois fatores foram avaliados: (1) o tempo de espera do início da cura térmica e (2) a temperatura máxima do regime isotérmico. O retardo do ciclo de cura não provocou alterações significativas na resistência nem na estrutura de poros.

A semelhança pode ser benéfica no que se refere à produtividade em um contexto de indústria do concreto pré-fabricado. A recomendação técnica é que a cura térmica seja iniciada posteriormente o início do tempo de pega do cimento. Entretanto, os resultados obtidos indicam que não há necessidade de aguardar. Pode-se antecipar o início do aquecimento da matriz, o que implica redução no tempo de produção até a desforma.

Em relação ao segundo fator, para a maior temperatura aplicada obteve-se melhor refinamento dos poros e redução da porosidade total. A curva de incremento de porosidade foi exibida na Figura 4-63. As curvas das amostras obtidas com tempo de espera foram omitidas em função da similaridade com 0h.

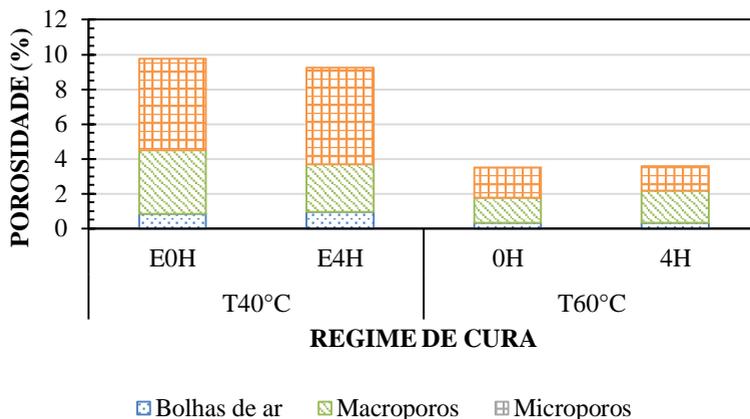
Figura 4-63 - Efeito da temperatura no incremento de porosidade das amostras compactadas com 10 MPa.



A curva de incremento forneceu uma informação generalizada sobre o efeito da temperatura na estrutura de poros, da qual se verificou a redução uniforme dos diferentes tamanhos de poros. Na Figura 4-64 ilustrou-se a distribuição da concentração de poros, para a classificação em bolhas de ar, capilares, macroporos e microporos.

Enquanto não foram observadas diferenças significativas entre a amostra aquecida a 40°C em relação à temperatura ambiente; para 60°C tem-se uma redução da porosidade capilar, principalmente dos microporos com diâmetro entre 0,02 µm e 0,05 µm.

Figura 4-64 - Distribuição da concentração de poros para as diferentes temperaturas de cura.



Considerando que o crescimento dos produtos de hidratação ocorre apenas nos poros capilares (NEVILLE, 2016), concluiu-se que a combinação da alta compactação (10 MPa) e cura térmica à 60°C favoreceu o desenvolvimento de C-S-H mais denso.

Um entendimento similar foi abordado por (BAHAFID, *et al.*, 2017), com diferentes condições de ensaio. Os autores verificaram que entre 40°C e 60°C ocorre uma inversão na distribuição dos poros capilares, mantendo-se a porosidade total. A explicação é que a partir de 60°C, iniciam-se reações de polimerização que contribuem para um C-S-H mais denso, de modo a diminuir a concentração dos poros menores.

Helmi, *et al.* (2016) combinaram pressão de 8 MPa, seguida de cura térmica à 40°C. Os autores verificaram que a aplicação inicial de pressão reduziu os vazios de ar e aumentou a densidade do gel. O fornecimento posterior de calor acelerou as reações pozolânicas, favorecendo a formação de C-S-H cristalino (xonolita, detectada por difratometria de raios X). Contudo, assim como observado em amostras aquecidas em pressão atmosférica, ocorreu a perda de resistência aos 28 dias, em comparação com 7 dias, devido à formação dos produtos porosos e à microfissuração.

A densificação da matriz pode ser avaliada pela compactidade ou densidade relativa, representado na Equação 4-7, com resultados plotados na Figura 4-65.

$$C = \frac{\rho_0}{\rho_s} = 1 - \frac{P}{100} \quad \text{Equação 4-7}$$

Onde:

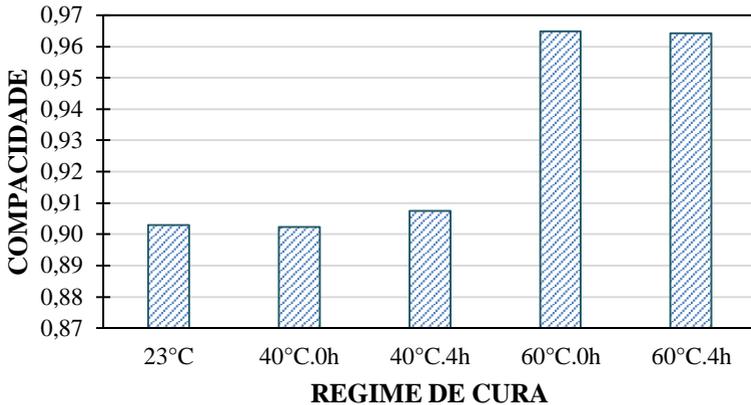
C : compacidade, adimensional;

ρ_0 : densidade real (*bulk density*), em g/ml;

ρ_s : densidade do sólido (*skeletal density*), em g/ml;

P : porosidade, em %.

Figura 4-65 - Efeito da cura térmica sob pressão na compacidade.

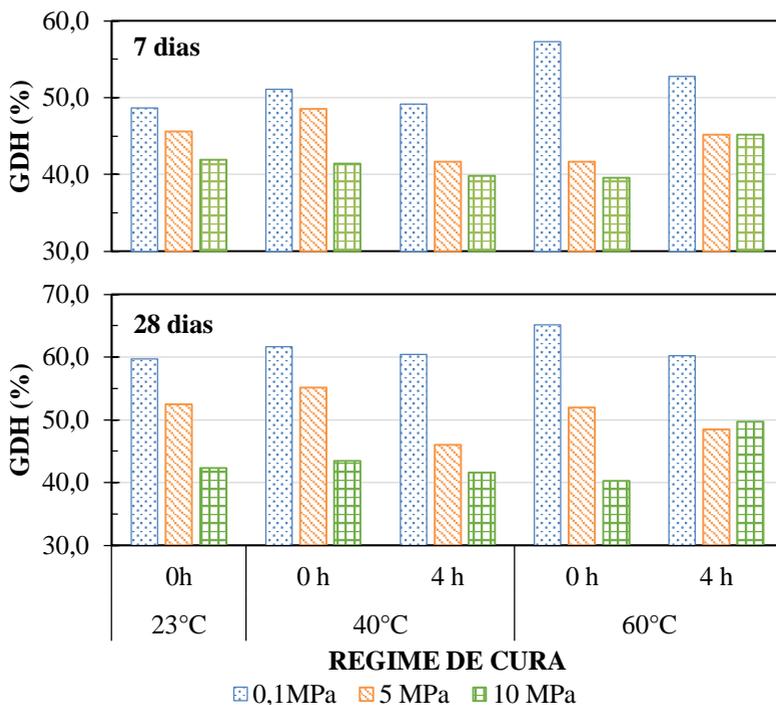


Verificou-se, portanto, que mantida a pressão constante (10 MPa) uma maior temperatura aumentou a compacidade da matriz. Enquanto que para as temperaturas de 23°C e 40°C, o valor médio foi 0,90; para 60°C foi para 0,96.

4.4.5 Análise termogravimétrica

Assim como observado na resistência à compressão, o grau de hidratação, calculado a partir da quantidade de água não evaporável foi influenciado principalmente pela idade, pressão e a interação entre pressão e temperatura (Figura 4-66).

Figura 4-66 - Efeito combinado de cura térmica e sob pressão no grau de hidratação.

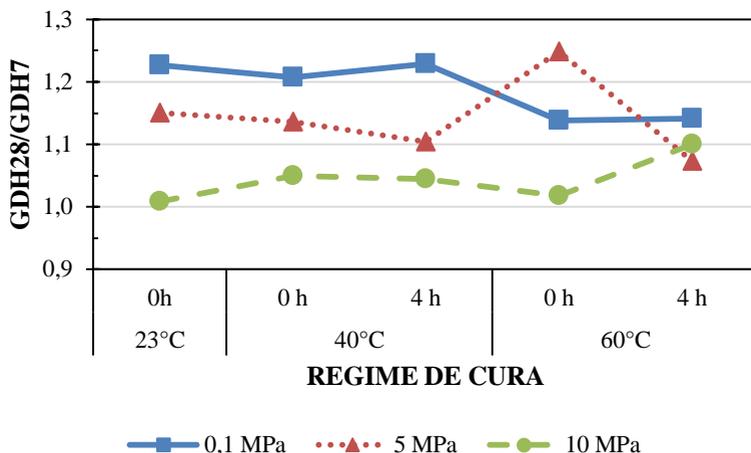


Legenda: GDH (grau de hidratação).

Para as duas idades, o que se observou foi que o aumento da pressão diminuiu o grau de hidratação em todas as temperaturas, independentemente do tempo de espera. Porém, as diferenças entre 5 MPa e 10 MPa para as pastas que foram aquecidas é muito pequena. Fato este que é coerente com a resistência obtida.

Como pode ser conferido na Figura 4-67, o ganho deste parâmetro aos 28 dias, em relação aos 7 dias é cada vez menor com o aumento da pressão, o que corrobora com a ideia de que compactação antecipou a consolidação da microestrutura.

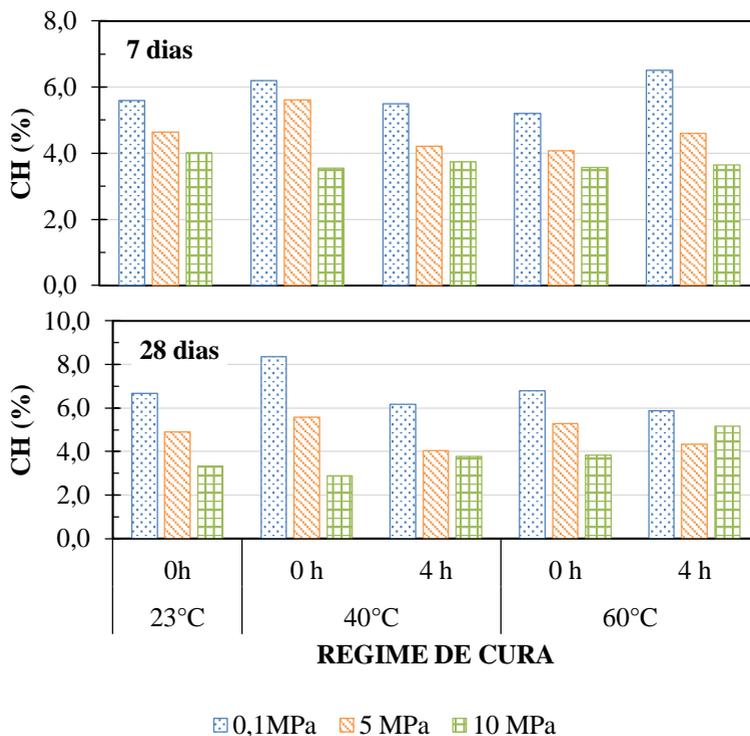
Figura 4-67 - Ganho de grau de hidratação com a idade.



Essa consolidação baseia-se na premissa de que a hidratação encerra quando (i) não existe mais água disponível para hidratação ou (ii) quando não há mais espaço disponível para o crescimento dos produtos hidratados. De fato, os resultados de porosimetria indicaram uma redução considerável na porosidade total e distribuição dos poros para as amostras compactadas com 10 MPa e aquecidas à 60 °C, após 0h ou 4h do início da hidratação.

Em relação à concentração de portlandita (Figura 4-68), já foi discutido que o aumento da pressão em temperatura ambiente diminuiu os espaços disponíveis para o crescimento de cristais, interferindo na sua concentração. Contudo, quando foi combinado o efeito da pressão e temperatura, independentemente do tempo de espera, as concentrações de portlandita oscilaram entre 4 a 6% para 5 MPa e 10 MPa, sem obedecer uma tendência clara de comportamento, de modo que pouco pode ser explorado acerca deste resultado.

Figura 4-68 - Efeito combinado de cura térmica e sob pressão na concentração de portlandita.



Legenda: CH (portlandita).

4.4.6 Difração de raios X

Diante das constatações anteriores, foram separadas as amostras da Tabela 4-26, para análise cristalográfica.

Tabela 4-26 - Fatores avaliados no efeito da temperatura.

PRESSÃO (MPa)	TEMPERATURA (°C)	ESPERA (h)	IDADE (dias)
0,1	23°C	0h	28 dias
10	23°C, 40°C, 60°C	0h	28 dias

Para avaliação qualitativa das características cristalográficas das amostras hidratadas, iniciou-se pela conferência dos picos mais intensos

das fases do cimento anidro: B (brownmillerita), C3 (alita); C2 (belita). Os picos remanescentes foram associados com produtos hidratados de etringita (ET) e portlandita (P). As fases identificadas, com respectivo código ICSD, nome e fórmula química podem ser conferidas na Tabela 4-27.

Tabela 4-27 - Fases identificadas nas amostras hidratadas.

CÓDIGO ICSD	NOME	FÓRMULA QUÍMICA
9197	Brownmillerita	$\text{Ca}_2(\text{Al},\text{Fe}_{3+})_2\text{O}_5$
81100	Alita	Ca_3SiO_5
963	Belita	Ca_2SiO_5
27039	Etringita	$\text{Ca}_6(\text{Al}(\text{OH})_6)_2(\text{SO}_4)_3(\text{H}_2\text{O})_{25.7}$
73467	Portlandita	$\text{Ca}(\text{OH})_2$

As medidas realizadas em amostras mantidas em temperatura ambiente e com pressão de compactação com 0,1 MPa e 10 MPa foram apresentadas na Figura 4-69. As amostras compactadas com 10 MPa e aquecidas com 40°C e 60°C foram representadas na Figura 4-70. Mais informações sobre o padrão de difração das fases identificadas e das amostras avaliadas podem ser conferidos no Apêndice VII.

A aplicação de pressão em temperatura ambiente (Figura 4-69) reduziu a intensidade dos picos cristalinos de etringita, situados nas posições de 2θ igual a 9,1; 17,9° e 23°. O mesmo ocorreu para a portlandita, em que foram detectadas perdas de intensidade nas posições 18°, 35,4° e 43,7°. Outra alteração foi o aumento da intensidade das contagens para a alita em 34,4°, 41,3°, 51,8° e 62,2°.

Estes resultados concordam com os dados de termogravimetria, em que o aumento de pressão em temperatura ambiente esteve associado à diminuição no teor de hidróxido de cálcio e grau de hidratação, o que indica a maior presença de cimento anidro nas pastas compactadas.

Figura 4-69 – Efeito da pressão em temperatura ambiente na difração de raios x de amostras hidratadas com 28 dias.

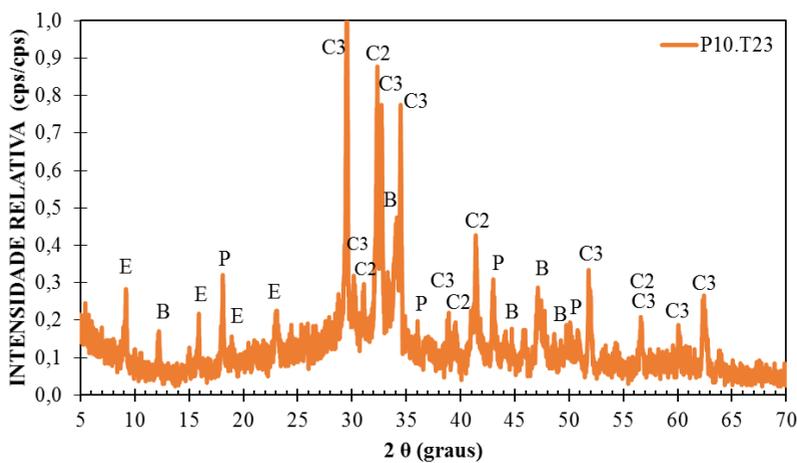
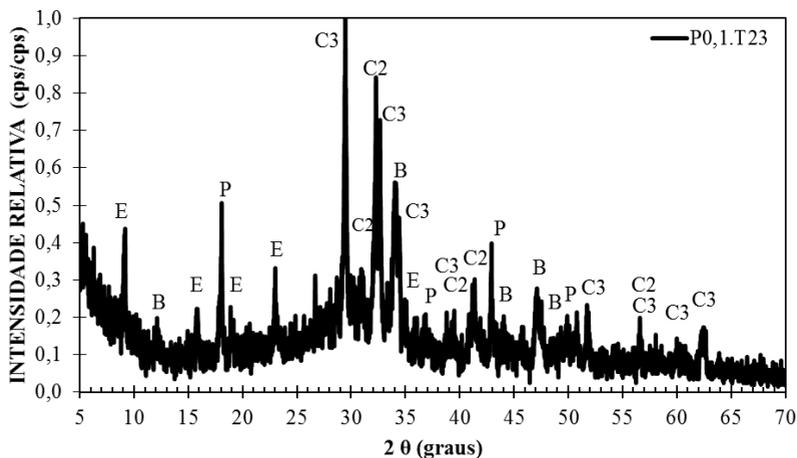
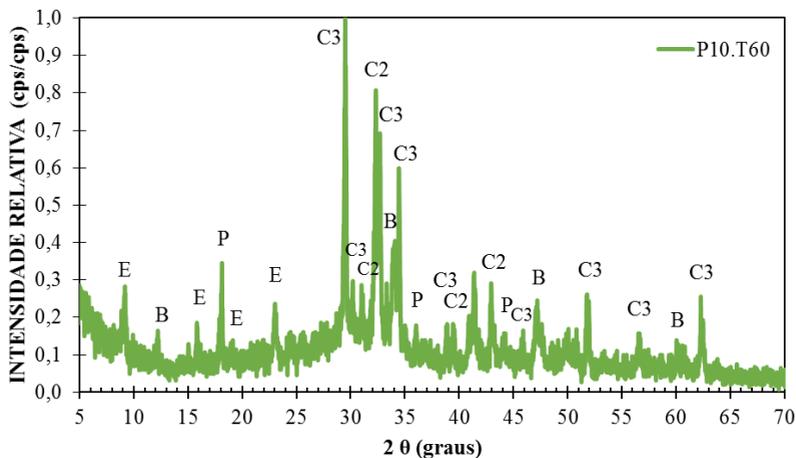
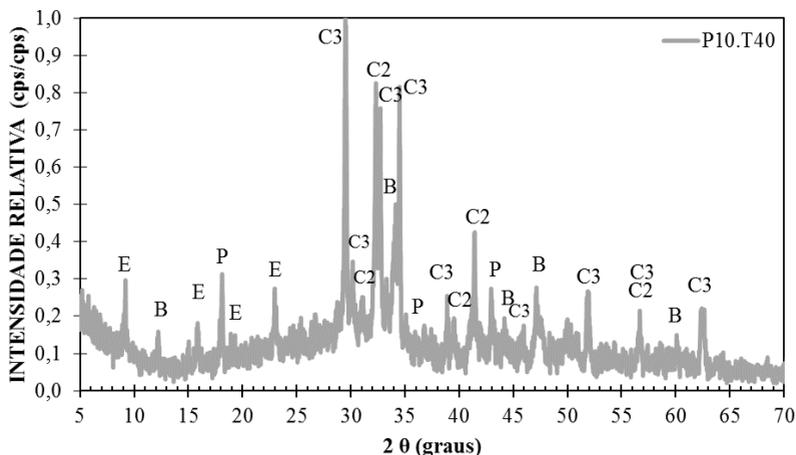


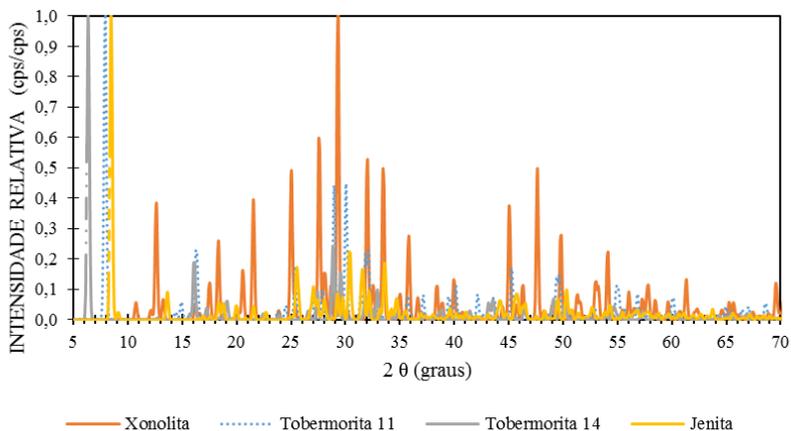
Figura 4-70 - Efeito da temperatura (40°C e 60°C) em alta pressão (10 MPa) na difração de raios x de amostras hidratadas com 28 dias..



Na Figura 4-70, observa-se que para a mesma pressão (10 MPa), o aquecimento a 60°C em comparação com 23°C e 40°C, apresentou maior diminuição dos picos da alita em ângulos 2θ de 34,4°, 41,3° e 51,8°. Deve-se mencionar que a alita apresenta diversos picos com diferentes níveis de intensidade e a fase identificada (código ICSD 8110) é definida pelos sinais mais intensos em 29,4°, 32,2° e 32,6° (intensidades relativas de 1,0; 0,92 e 0,94, respectivamente).

Além disso, o uso de temperatura e pressão não propiciou a formação de C-S-H cristalino (xonolita, tobermorita ou jenita) encontrados em CPR curados em autoclave ou condição similar (TAYLOR, 1997; YAZICI, et al., 2008; HELMI, et al., 2016). Na Figura 4-71 foram apresentados os padrões de algumas fases cristalinas testadas, mas não detectadas nas amostras hidratadas.

Figura 4-71 - Padrão de difração de raios X de diferentes fases de C-S-H.



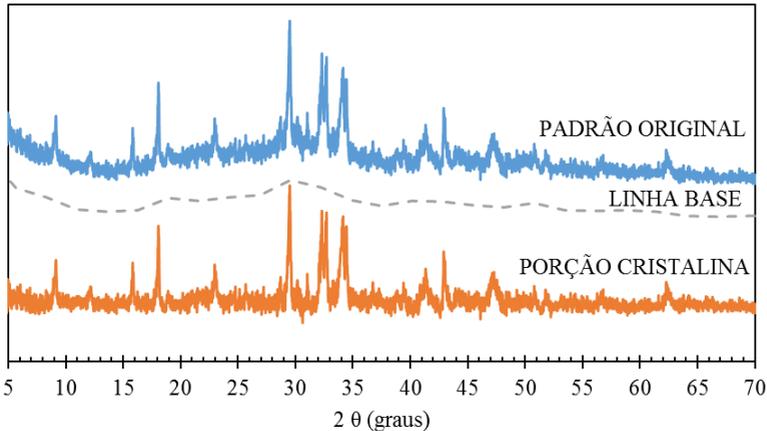
Entre as diferentes fases de C-S-H cristalino, pode-se dizer que a xonolita é de difícil detecção uma vez que apresenta diversos picos de alta e média intensidade na faixa de 12° a 47° , próximos aos da alita e belita. Já as demais apresentam o sinal principal nas posições de ângulo 2θ iguais a $6,3^{\circ}$ (tobermorita 14 Å), $8,4^{\circ}$ (tobermorita 11 Å) e $8,4^{\circ}$ (jenita), o que facilita sua identificação. Contudo, nas amostras avaliadas, o primeiro pico ocorre na posição 9° , atribuído à etringita.

Os resultados apresentados indicam a mudança no padrão de difração em que o aumento de pressão de 0,1 para 10 MPa e temperatura de 23°C para 60°C diminuiu a intensidade dos picos cristalinos dos produtos hidratados e aumentou dos componentes anidros do cimento. Outra alteração foi a redução do halo amorfo referente ao gel de silicato de cálcio hidratado.

O grau de cristalinidade foi obtido matematicamente com o auxílio de um software gráfico através da separação das porções amorfa e cristalina, conforme exemplifica a Figura 4-72. A partir do padrão de

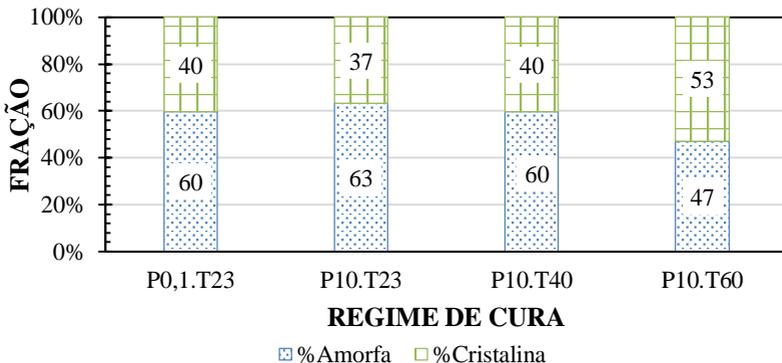
difração original, foi construída uma linha base da qual foi separada a porção cristalina.

Figura 4-72 – Exemplificação da separação das curvas para estimativa do grau de cristalinidade.



Sabendo que o material é composto de uma fração amorfa e outra cristalina, o grau de cristalinidade pode ser obtido dividindo-se a área da curva da porção cristalina pela área original. Assim, as respectivas frações amorfa e cristalina das amostras foi plotada na Figura 4-73, da qual conclui-se que a cristalinidade da amostra compactada à 10 MPa e aquecida à 60°C correspondeu a 53% da matéria, o que significou ser 35% superior em relação às demais.

Figura 4-73 - Fração amorfa e cristalina das amostras hidratadas.



4.4.7 Microscopia eletrônica de varredura

A microestrutura de pastas compactadas com 10 MPa e submetidas à cura térmica de 40°C e 60°C, com tempos de espera 0h e 4h, foi explorada com a microscopia eletrônica de varredura, com ampliações de 150x e 500x.

Como pode ser conferido nas imagens das amostras P10.T40.0H.28D (Figura 4-74), P10.T40.4H.28D (Figura 4-75), P10.T60.0H.28D (Figura 4-76) e P10.T60.4H.28D (Figura 4-77), A matriz manteve-se homogênea e compacta, sem grandes alterações morfológicas, o que foi coerente com os resultados de resistência obtidos.

Constatou-se, novamente, a presença de aglomerados de material não reagido, principalmente para o tempo de espera de 4h, tanto para a temperatura de cura de 40°C (Figura 4-75) quanto 60°C (Figura 4-77).

Figura 4-74 - Microfotografias de P10T40.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.

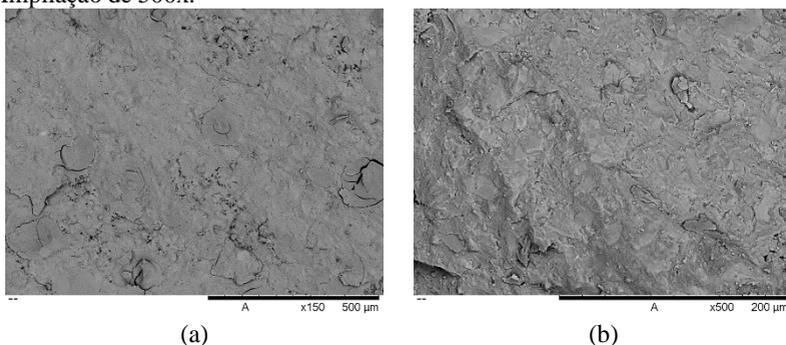


Figura 4-75 - Microfotografias de P10T40.4H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.

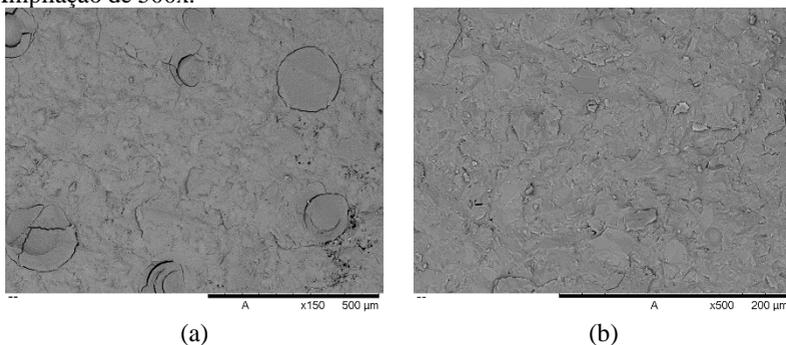


Figura 4-76 - Microfotografias de P10T60.0H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.

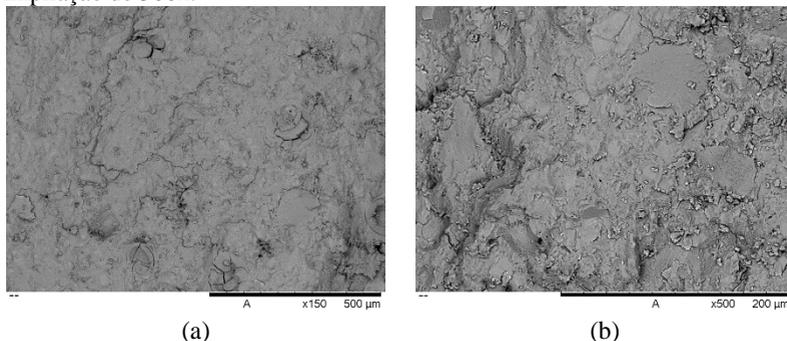
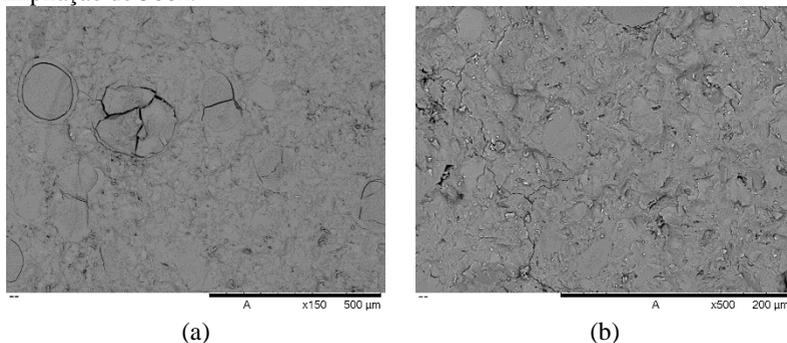


Figura 4-77 - Microfotografias de P10T60.4H.28D. (a) Ampliação de 150x. (b) Ampliação de 500x.



A presença constante de aglomerados não reagidos, especialmente para o tempo de espera de 4h, pode estar relacionada com a água expelida durante a compactação. A estabilização da pressão ocorria após 2h a 3h. Passado este intervalo não era observada a saída de água pelas fendas do molde. Isso pode sugerir que a quantidade de água presente no momento do aquecimento foi insuficiente, deixando uma quantidade considerável de partículas de sílica não dissolvidas.

A aglomeração observada reduz a área específica para contato e reação com o Ca(OH)_2 , provocando uma redução da taxa da reação pozolânica. Yajun e Cahyadi (2003) estudaram pastas contendo cimento e sílica ativa (até 20% de substituição), relação água/aglomerante igual a 0,40. Foram encontradas partículas aglomeradas não reagidas em pastas com mais de 90 dias, em corpos de prova com baixa evolução de resistência com o tempo.

Em relação aos produtos hidratados, nas amostras e com as ampliações realizadas, não foi detectada a mesma formação de portlandita da análise anterior (placas ou placas empilhadas crescendo no interior dos vazios, ou microcristais precipitados na superfície de um grão), possivelmente pela reduzida presença de espaços vazios, o que inviabilizou seu crescimento convencional, ou por consumo nas reações pozolânicas. Contudo, deve-se destacar que hidróxido de cálcio está presente sim, dada sua quantificação na análise termogravimétrica e identificação na difração de raios X.

O que se observou foram maciços de C-S-H bem distribuídos em toda matriz, tanto nas amostras compactadas com 10 MPa e submetidas à cura de 40°C (Figura 4-78) quanto 60°C (Figura 4-79), ambas com ampliação de 2.000x.

Figura 4-78 – Microfotografias com ampliação de 2.000x: (a) P10.T40.0H.28D; (b) P10.T40.4H.28D

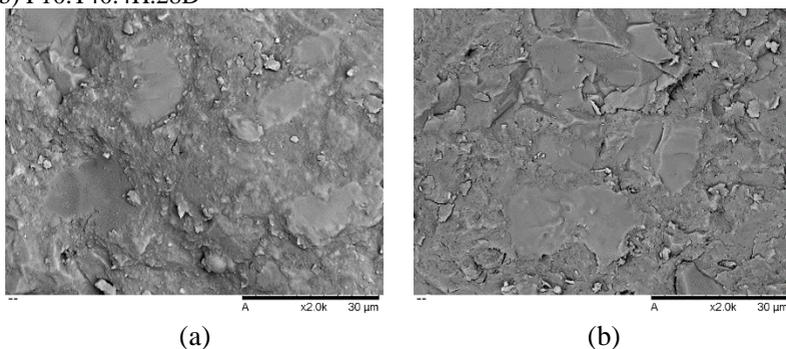
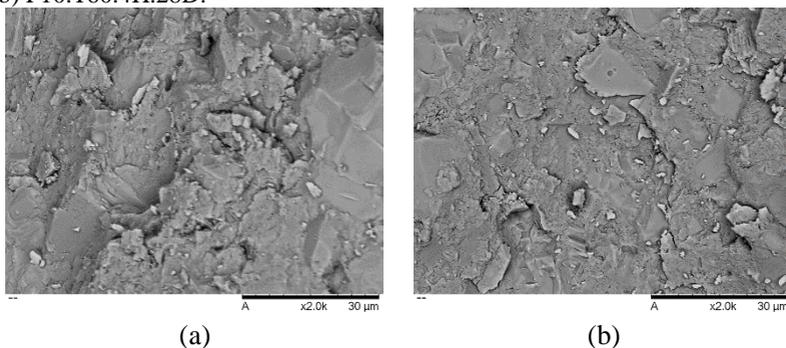


Figura 4-79 – Microfotografias com ampliação de 2.000x (a) P10.T60.0H.28D; (b) P10.T60.4H.28D.



4.4.8 Conclusões parciais

Esta etapa do trabalho combinou: pressão de compactação, temperatura máxima de cura e tempo de espera para cura térmica. Os efeitos foram avaliados quanto à massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão. Foram conduzidos ensaios de microestrutura, para melhor entender as alterações observadas na escala macro das pastas.

A sinergia entre temperatura e pressão foi observada na caracterização mecânica e microestrutural. Porém, não foi observada uma influência clara entre o tempo de espera e as propriedades citadas.

No que diz respeito à *massa específica*, os resultados obtidos nesta etapa corroboram as anteriores, isto é, esta propriedade aumentou com o nível de pressão de compactação, sendo que com o aumento da temperatura, os valores obtidos com 5 MPa e 10 MPa foram próximos.

O *módulo de elasticidade* foi maior para as pastas compactada com 10 MPa e temperatura ambiente. As pastas compactadas e aquecidas mostraram-se superiores em relação à referência (pressão atmosférica e temperatura ambiente). Houve pouca variação entre os níveis de temperatura aplicados.

Em relação à *resistência à compressão*, a aplicação de pressão compensou as perdas de resistência observadas nas pastas curadas apenas com temperatura. A análise de variância indicou diferenças estatísticas no fator temperatura e temperatura x pressão. Mas, assim como no módulo de elasticidade, o fator pressão de compactação foi preponderante.

Foi verificado um pequeno incremento de resistência os 28 dias das amostras que foram compactadas e aquecidas simultaneamente. É possível que a pressão tenha acelerado o término das reações (por redução da quantidade de água e/ou dos espaços disponíveis para hidratação). Mas também pelo excesso de sílica ativa não reagida.

As imagens de *microscopia eletrônica* exibiram uma microestrutura densa e compacta, sem vestígios de grandes cristais de portlandita. Além disso, foram observados diversos aglomerados de sílica não reagidos, principalmente para a cura térmica que se iniciou após 4 horas de hidratação.

Os dados de *termogravimetria* indicaram, contudo, a presença do hidróxido de cálcio hidratado e que não houve a redução esperada em reações pozolânicas.

Mas, com base nas micrografias, pode-se supor que esta fase pode estar presente em uma morfologia diferenciada, mas não detectada nas varreduras realizadas.

No que diz respeito à **porosidade** das pastas avaliadas, concluiu-se que, independentemente do tempo de espera, a elevação da temperatura de 40°C para 60°C alterou significativamente a estrutura de poros, promovendo uma grande redução na porosidade capilar no último caso.

Por fim, as medidas de **difração de raios X** apresentam uma redução contínua na intensidade dos picos cristalinos de portlandita, bem como do halo amorfo do C-S-H, sugerindo a transformação do gel para uma estrutura mais bem orientada. Contudo, não foi identificada a presença de torbermorita, jenita ou xonolita.

A literatura recomenda alguns cuidados com o ciclo de cura térmica à vapor, em especial o tempo de espera, sendo que o ideal seria aguardar o início de pega para começar o aquecimento controlado. Há, contudo, pouca informação sobre os ciclos de cura térmica executados juntamente com baixos níveis de pressão. Mais ainda, não há relatos de cura térmica com aquecimento por radiação infravermelha, conduzida juntamente com pressurização axial das pastas no estado fresco, em umidade relativa ordinária.

O que se observou foi que o tempo de espera pode até ser prejudicial, uma vez que uma maior concentração de partículas não reagidas foram detectadas e houve pequena perda de resistência para as pastas submetidas à cura térmica de 40°C.

4.5 CORRELAÇÕES

Até o momento, foram apresentados os resultados médios das propriedades avaliadas. Neste tópico, os dados de resistência, módulo de elasticidade, termogravimetria e porosidade foram confrontados, seguindo modelos existentes na literatura. O objetivo foi identificar a existência, ou não, de correlações.

4.5.1 Resistência x Módulo de Elasticidade

O módulo de elasticidade geralmente está relacionado à resistência a partir de funções de potência, como mostra a Tabela 4-28, em que foram listadas equações presentes em documentos como a NBR 6118 - Projeto de estruturas de concreto (ABNT, 2014), *Bétons Fibrés à Ultra-Hautes Performances – Recommandations* (AFGC, 2013) e *Recommendations for Design and Construction of High Performance Fiber Reinforced Cement Composites with Multiple Fine Cracks* (JSCE, 2008). Uma

discussão comparativa com outras expressões pode ser conferida em Graybeal (2006) e Nematzadeh e Naghipour (2012a).

Tabela 4-28 - Relações entre módulo de elasticidade e resistência à compressão.

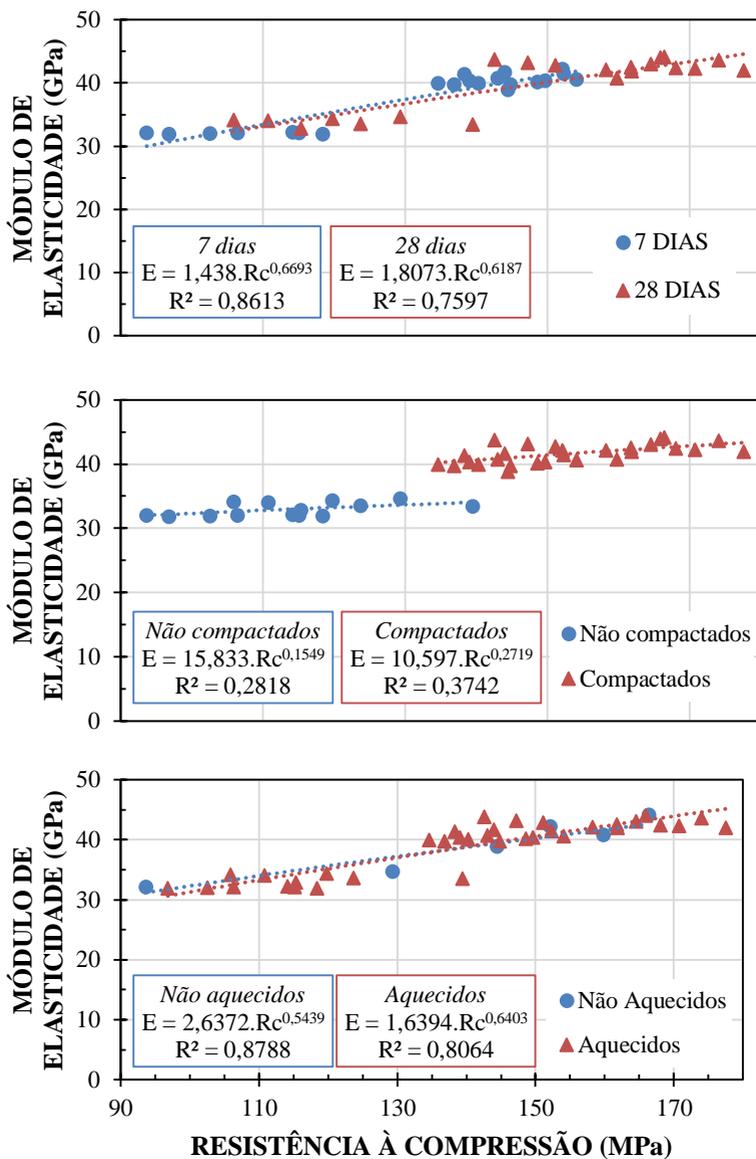
DOCUMENTO	EQUAÇÃO
AFGC (2013)	$E_{cm} = k_0 \cdot f_{cm}^{1/3}$
JSCE (2008)	$E = 1,77 \cdot 10^4 \cdot \sqrt{\frac{\gamma}{18,5} \cdot \left(\frac{f_{ck}}{60}\right)^{1/3}}$

De fato, a relação de potência foi verificada para os dados experimentais deste trabalho quando agrupados quanto à idade de hidratação e a condição de cura térmica. Na Figura 4-80 as informações foram organizados conforme a idade (7 e 28 dias), compactação (para todas as temperaturas de cura) e aquecimento (para todas as pressões).

O agrupamento entre “Compactados” (5 MPa e 10 MPa) e “Não compactados (0,1 MPa) não tenha apresentado uma boa correlação, todavia ficou evidente o efeito desta variável na melhora da resistência à compressão e módulo de elasticidade.

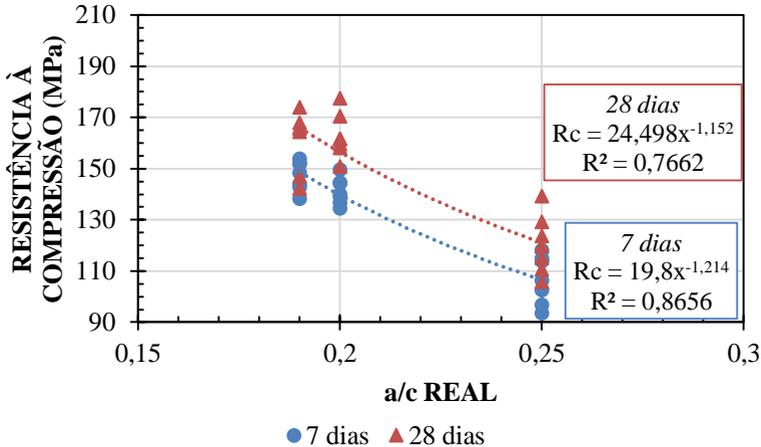
Para a combinação entre “Aquecidos” e “Não aquecidos”, não foi observado uma tendência, possivelmente, pela interação entre pressão e temperatura. Outra possibilidade é o número reduzido de corpos de prova que não foram aquecidos.

Figura 4-80 - Relação entre módulo de elasticidade e resistência à compressão.



Conforme discutido em 0, a pressurização reduziu o quantidade de água real presente na mistura, de modo que os valores de resistência podem ser plotados segundo a Curva de Abrams (Figura 4-81), que é respeitada separando-se os resultados para 7 e 28 dias, considerando todo o conjunto de dados.

Figura 4-81 - Resultados de resistência segundo a curva de Abrams.

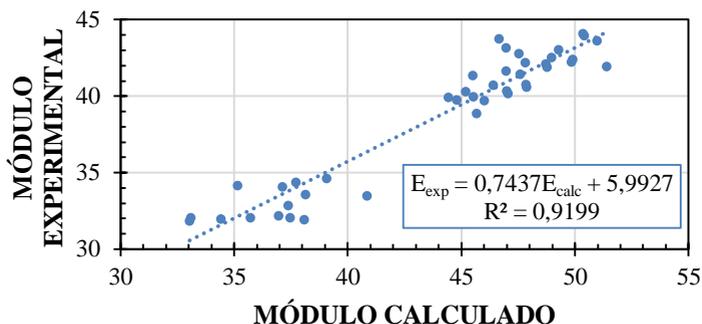


Por fim, foi testado a relação apresentada em Graybeal (2006) para o módulo de elasticidade incluindo a massa específica (Equação 4-8). Esta equação faz parte do ACI 318 e é apresentado juntamente com equações de outras entidades, como o CEB. Como pode ser verificado na Figura 4-82, houve um bom ajuste entre o dado calculado e experimental.

$$E = 33. \rho^{1,5}. f_c^{1/2}$$

Equação 4-8

Figura 4-82 - Relação entre módulo de elasticidade experimental e calculado considerando a massa específica.



4.5.2 Resistência x Termogravimetria

A análise termogravimétrica forneceu o grau de hidratação e a concentração de portlandita como respostas principais. Já foi definido que o grau de hidratação traduz a relação entre a pasta hidratada e o material anidro inicial, a partir da quantificação da água não evaporável.

Ao longo do tempo, o grau de hidratação aumenta devido à formação progressiva de C-S-H, que passa a ocupar os espaços vazios. A porosidade capilar da matriz é reduzida, influenciando, diretamente, a resistência (THOMAS; JENNINGS, 2008).

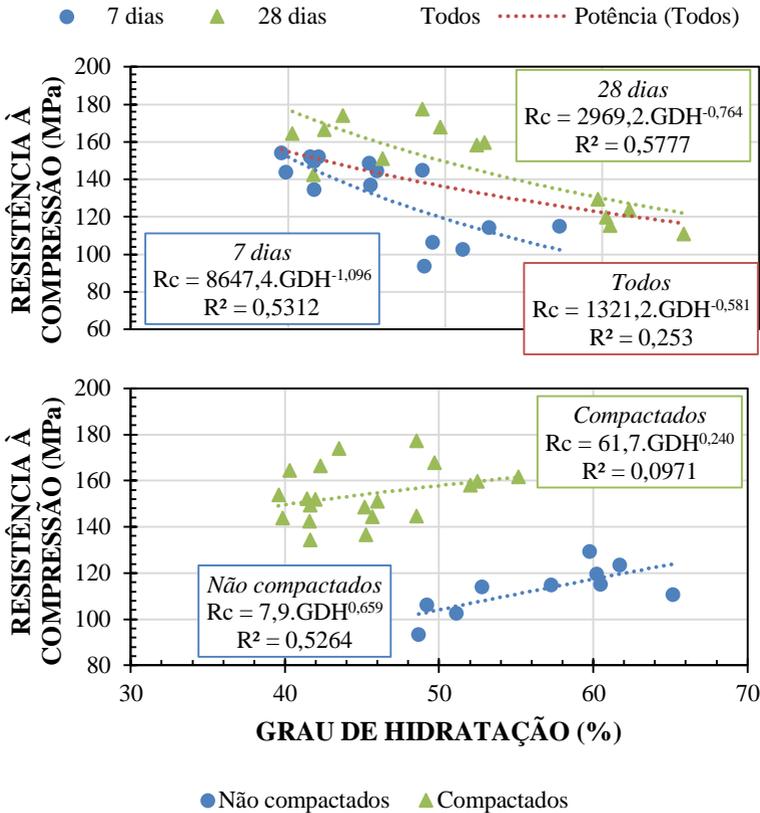
Neste cenário, o desenvolvimento de uma estrutura cada vez mais densa decorrente da hidratação do cimento e da reação pozolânica com a sílica, poderia estar relacionado à resistência à compressão das pastas.

Existe uma relação entre resistência e grau de hidratação com limitações, assumindo a função de potência que relacionou resistência e módulo de elasticidade (Figura 4-83). Como regra geral, os maiores resultados de resistência e grau de hidratação foram obtidos com avanço da idade. No entanto, a compactação das pastas pareceu ser mais relevante do que a idade. A diminuição dos espaços vazios devido à pressurização das pastas no estado fresco, pode ter antecipado a interrupção da hidratação, o que explica a pouca variação de resistência e grau de hidratação de determinadas amostras.

As maiores resistências não estiveram associados ao maior grau de hidratação, fato este que concorda com (ACI, 2001). De acordo com o referido documento, as misturas com baixas relações água/cimento não

necessariamente precisam atingir o máximo de sua hidratação potencial, para desenvolver desempenho mecânico satisfatório.

Figura 4-83 - Relação entre resistência à compressão e grau de hidratação.



Legenda: GDH (grau de hidratação).

Segundo Taylor (1997), a aplicação de pressão altera o equilíbrio e, possivelmente, a cinética das reações. Em concretos preparados em estufas de autoclave, relata-se a obtenção de fases cristalinas de silicato de cálcio hidratado, como a tobermorita, a jenita e o C-S-H(I), sendo esta última mais comum quando na presença de sílica reativa.

Bisschop (2011) testou a hipótese de que a solubilidade das fases de cimento é influenciada pelo aumento da pressão, e manteve pastas de cimento sob pressão não hidrostática de até 0,48 MPa por até 100 dias. Em

sua revisão de literatura, constatou que a pressão hidrostática acima de 100 MPa tem efeito acelerador no desenvolvimento de resistência, por modificar a cinética de hidratação do cimento e a compacidade da matriz, mas sem alterar a termodinâmica.

Porém, os dados experimentais indicaram redução do grau de hidratação após 107 dias, estimado a partir da quantidade de cimento anidro detectado em análise de microscopia. O autor concluiu que a pressurização tem efeito desprezível na dissolução do cimento, mas afeta o desenvolvimento dos produtos hidratados, os quais são comprimidos durante a sua formação, prejudicando o desenvolvimento e a precipitação de novos produtos (BISSCHOP, 2011).

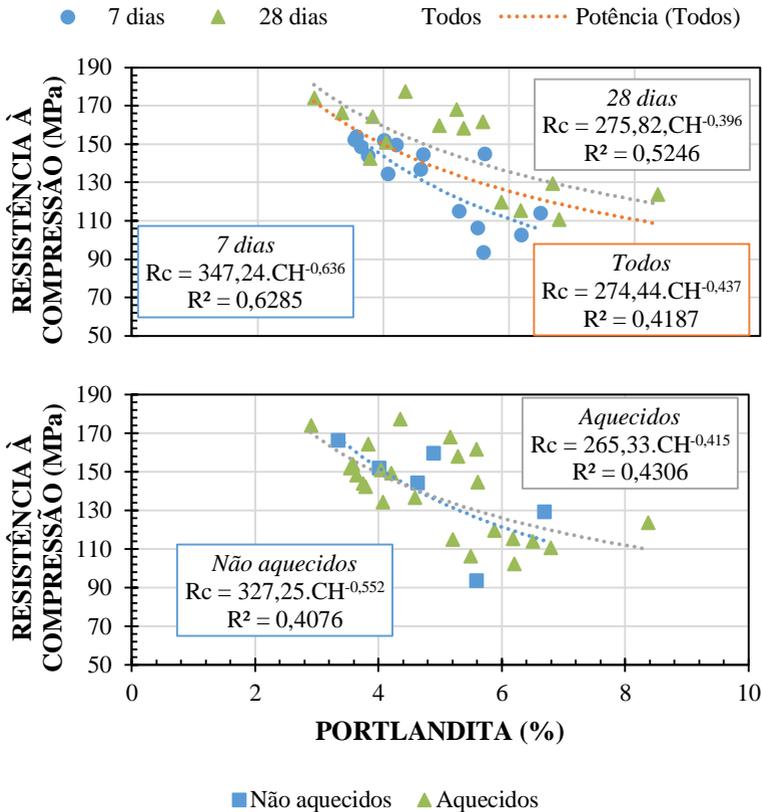
No item 0 foi deduzida a redução da relação água/cimento real de 0,25 para 0,20 e 0,19, com o aumento da pressão de 0,1 MPa, para 5 MPa e 10 MPa. Esta diminuição fundamenta a hipótese de que a compactação das misturas no estado fresco eliminou o excesso de água e, conseqüentemente, promoveu o aumento na resistência à compressão, através de um efeito físico.

Contudo, a retirada de água pode ser prejudicial se for atingido um nível crítico de umidade relativa abaixo de 80%, para a qual a hidratação do C_3S é inibida devido ao surgimento de um tensão negativa nos capilares, da ordem de -30 MPa, que reduz consideravelmente a atividade química da água (FLATT; SCHERER; BULLARD, 2011).

No que diz respeito à concentração de portlandita (Figura 4-84), a análise desta em relação à resistência à compressão, considerando a idade dos corpos de prova, seguiu a mesma tendência do grau de hidratação. Em uma análise global, os maiores valores de resistência estiveram associados a uma menor concentração de hidróxido de cálcio. Isso pode ser explicado dada a menor resistência da portlandita em comparação com o gel de silicato de cálcio hidratado.

Separando os dados em termos de aplicação ou não de cura térmica, verificou-se uma sobreposição dos resultados. A expectativa de diminuir a concentração de hidróxido de cálcio ao fornecer calor ao sistema, por consumo na reação pozolânica não se confirmou.

Figura 4-84 - Relação entre resistência à compressão e concentração de portlandita.



LENGEDA: CH (portlandita).

Assumindo que o grau de hidratação foi menor para os corpos de prova compactados por um encerramento precoce das reações de hidratação, pode-se supor que a manutenção da quantidade de hidróxido de cálcio foi devida à não existência de condição química, por limitação da água, para que os efeitos da reação pozolânica fossem observados.

Outra hipótese está relacionada à quantidade excessiva de sílica ativa, que atuou mais como filler do que como pozolana. Conforme observado nas imagens de microscopia, foram encontrados muitos pontos de sílica aglomerada, o que comprometeu a sua atuação tanto no contexto

físico (efeito fíler, de refinamento dos espaços vazios), quanto químico (no consumo de CH para formação de C-S-H secundário).

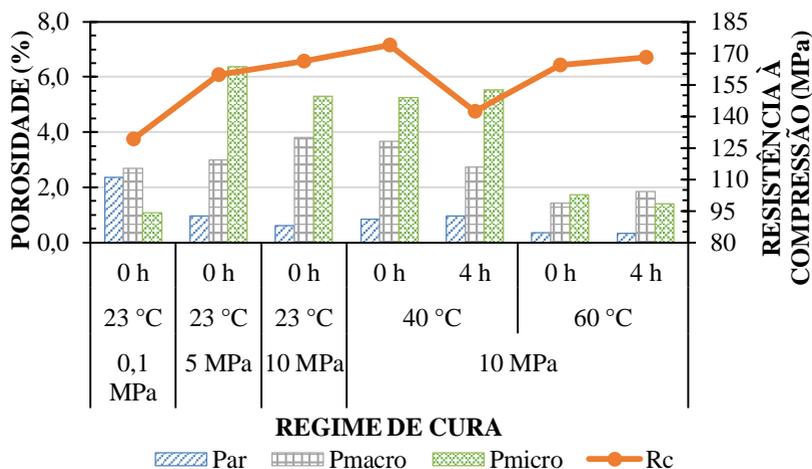
Descartou-se a possibilidade de uma cura térmica não eficiente, uma vez que os resultados do item 4.3 obedecem o comportamento esperado da hidratação do cimento Portland acelerada a partir da elevação de temperatura. Além disso, as curvas de monitoramento do aquecimento (Apêndice VII) mostram que houve o controle devido.

4.5.3 Porosidade x Resistência x Termogravimetria

Os poros vazios são pontos fracos e acumuladores de tensão, sendo a sua distribuição relacionada à resistência à compressão. Uma matriz mais compacta e homogênea dissipa melhor os esforços mecânicos. Quanto maior o refinamento dos grandes capilares e redução das bolhas de ar, maior a resistência final.

A relação entre porosidade e resistência através da Figura 4-85. O aumento da concentração de bolhas de ar esteve associado à diminuição da resistência, o que ficou bastante claro quando considerado o efeito isolado da pressão (aplicação de 0,1 MPa, 5 MPa e 10 MPa, para temperatura ambiente).

Figura 4-85 - Relação entre porosidade e resistência à compressão, aos 28 dias.



Legenda: Par (bolhas de ar); Pmacro (macroporos); Pmicro (microporos); Rc (resistência à compressão).

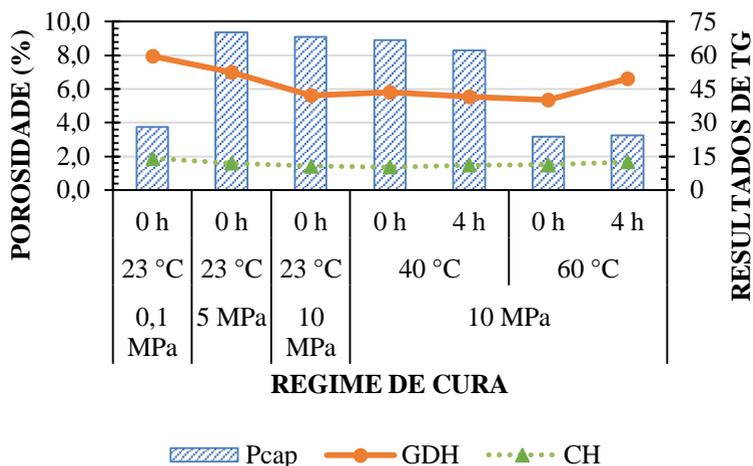
Em relação à porosidade capilar, observaram-se duas relações distintas. Para os corpos de prova mantidos em temperatura ambiente, a porosidade capilar e resistência aumentaram com o nível de pressão. Conforme discutido anteriormente, esta aparente contradição pode ser devida a um possível aumento da conexão entre os microporos ou da presença de produtos microporosos.

Quando o sistema é mantido pressurizado com aquecimento, uma maior temperatura de cura resultou em menor porosidade, pela redução tanto de macro quanto microporos. Com base na análise cristalográfica, concluiu-se que a cura térmica à 60°C sob pressão favoreceu a formação de uma fase com menor grau de amorfismo e com reduzida presença de etringita ou portlandita,

Os produtos hidratados ocupam um volume superior, cerca de 2x o espaço do cimento anidro; de modo que o refinamento dos poros capilares é consequência da formação contínua de C-S-H com a evolução do grau de hidratação. Porém, misturas com reduzido volume de água em relação ao cimento apresentaram menor porosidade inicial e demandaram um menor grau de hidratação para o mesmo preenchimento dos poros com produtos hidratados (ACI, 2001). De fato, independente do regime de cura, quanto menor a porosidade capilar, maior o grau de hidratação, com pouca variação na quantidade de hidróxido de cálcio (Figura 4-86). É válido lembrar que o grau de hidratação mensurado a partir da análise termogravimétrica considerou a quantidade de cimento hidratado, a partir da liberação da água presente nos produtos hidratados.

Se, por um lado, a baixa relação água/cimento diminui os espaços vazios entre as partículas de cimento, por outro, a evolução do grau de hidratação pode ter sido comprometida afetando, conseqüentemente, o preenchimento dos poros com produtos de hidratação (ACI, 2007).

Figura 4-86 - Relação entre porosidade capilar e resultados de termogravimetria aos 28 dias.



Legenda: Pcap (porosidade capilar); GDH (grau de hidratação); CH (concentração de portlandita).

4.5.4 Conclusões parciais

A correlação entre os resultados de caracterização mecânica e microestrutural foi explorada neste tópico. Verificou-se que a relação de potência entre resistência à compressão, módulo de elasticidade e massa específica permaneceram válidas.

O mesmo não pode ser dito quando da confrontação entre resistência à compressão e termogravimetria. Todavia, os gráficos corroboraram com a discussão acerca dos efeitos dos tipos de cura.

No que diz respeito aos valores de porosidade, verificou-se a relação tanto com a resistência quanto grau de hidratação, principalmente apenas na condição de temperatura ambiente e pressão atmosférica. Para a combinação de alta pressão e temperatura, existem efeitos sinérgicos, que dificultaram a análise.

Considerando as técnicas de caracterização utilizadas nesta tese, as principais conclusões foram sintetizadas na Tabela 4-29, segundo os parâmetros de idade (I), pressão de compactação (P), temperatura (T), tempo de espera (E) e a combinação entre a cura sob pressão e temperatura (PxT). Considerou-se um efeito positivo quanto o aumento

de determinado parâmetro foi acompanhado do aumento da propriedade; efeito negativo para a relação oposta; efeito neutro quando não foi possível realizar a distinção.

Tabela 4-29 - Síntese dos principais efeitos.

PROPRIEDADE	I	P	T	E	PxT
Massa específica	+	+	°	°	+ (P) ° (T)
Módulo de elasticidade	+	+	°	°	+ (P>T)
Resistência à compressão	+	+	+ (7) - (28)	°	+ (P>T)
Porosidade	N.A.	-(BA, PT) +(mP)	N.A.	°	-(PT, mP)
Grau de hidratação	+	-	°	°	-(P) ? (T)
Fases cristalinas	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	+(T)

Legenda: I (idade); P (pressão); T (temperatura); E (tempo de espera); PxT (interação entre pressão e temperatura); + (efeito positivo); ° (efeito negativo); ° (efeito neutro); N.A. (não avaliado); BA (bolhas de ar); PT (porosidade total); mP (microporos).

Por fim, os resultados apresentados permitiram verificar que o comportamento das pastas diante dos diferentes de cura propostos dependem das condições de exposição.

Isto é, para uma cura sob pressão em temperatura ambiente, o aumento progressivo de pressão até 10 MPa favoreceu o desenvolvimento de resistência e módulo, ao longo do tempo.

Quando em pressão atmosférica, o aquecimento até 60°C promove ganhos de resistência, principalmente, aos 7 dias. Aos 28 dias, o desenvolvimento das propriedades prossegue, porém ao comparar as pastas aquecidas das não aquecidas, verifica-se que o uso de 40°C ou 60°C produziu corpos de prova menos resistentes que a 23°C.

Porém, quando combinada a cura térmica (40°C ou 60°C) com a cura sob pressão, verifica-se o efeito positivo desta combinação, porém há pouca diferença entre 5 MPa e 10 MPa, 40°C e 60°C.

Uma visualização global do efeito da pressão e temperatura no módulo de elasticidade e resistência à compressão, aos 7 e 28 dias, podem ser visualizados em Figura 4-87 e Figura 4-88, em que foram plotados os pontos experimentais e a superfície resultante do ajuste dos dados. Verifica-se que a pressão tem um efeito preponderante em relação à temperatura, isto é, a aplicação de pressão até um ponto ótimo entre 5

MPa e 10 MPa tem impacto superior ao aquecimento de 23°C à 60°C, nas duas propriedades avaliadas.

Figura 4-87 - Interação entre pressão e temperatura no módulo de elasticidade.

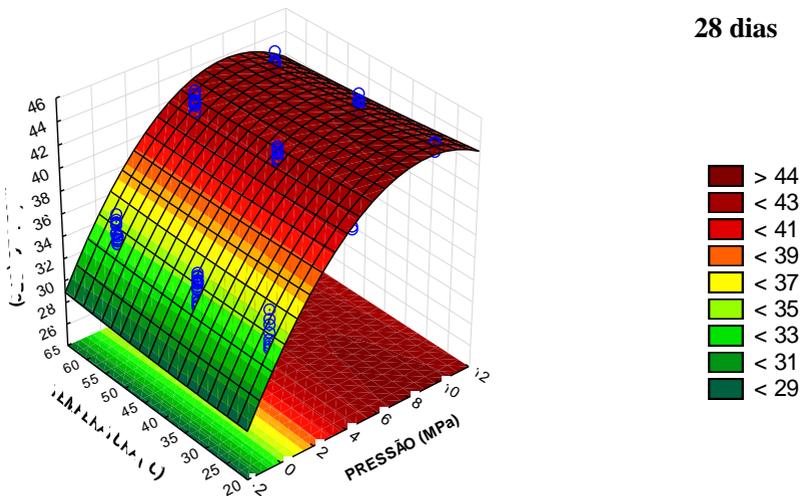
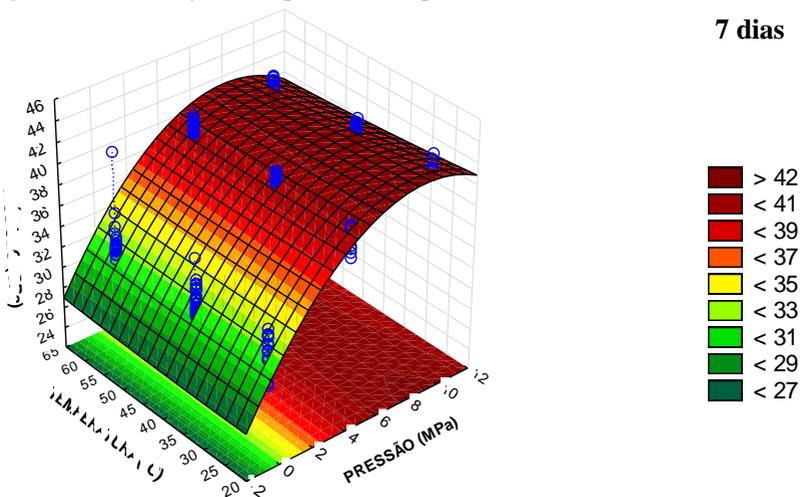
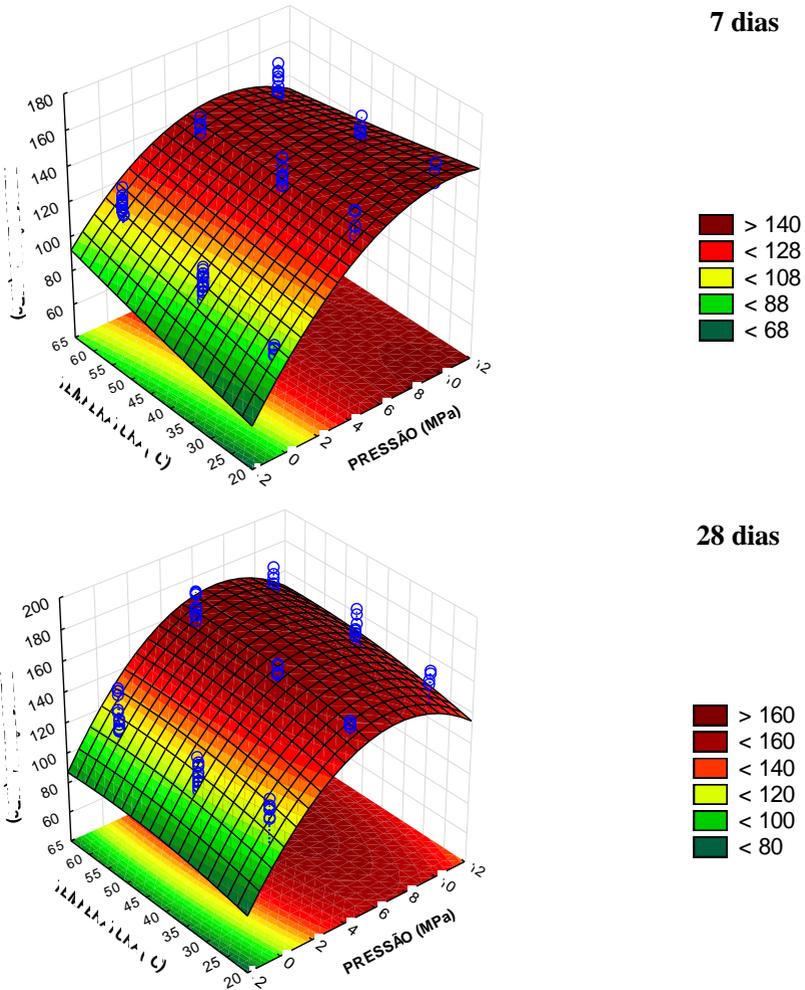
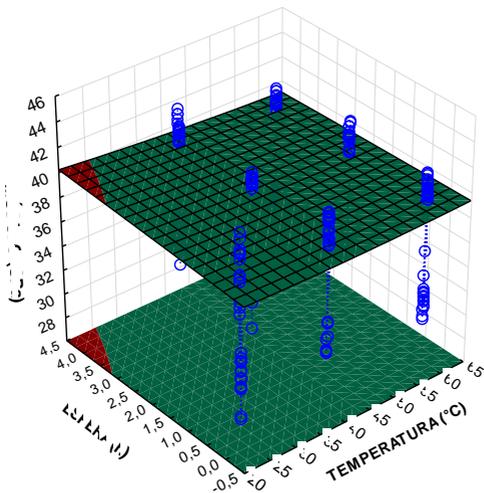


Figura 4-88 - Interação entre temperatura e pressão na resistência à compressão.



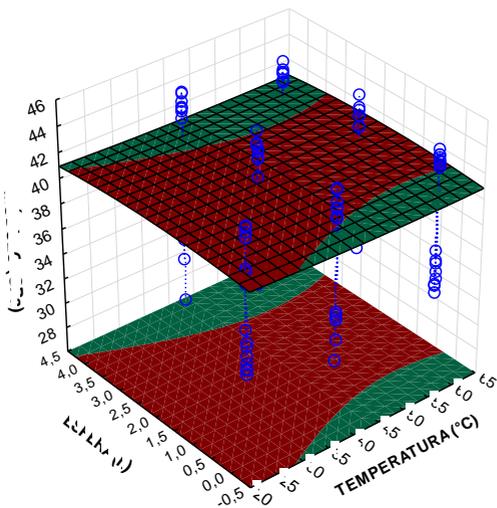
Em relação ao tempo de espera para início da cura térmica, não se verificou uma não influência nos resultados de módulo de elasticidade (Figura 4-89). Para a resistência à compressão (Figura 4-90), enquanto que para 7 dias não há um efeito claro dos parâmetros, para 28 dias tem-se que o tempo de espera retardado (superior à 2h), pode ser prejudicial.

Figura 4-89 - Interação entre temperatura e tempo de espera no módulo de elasticidade dinâmico.



7 dias

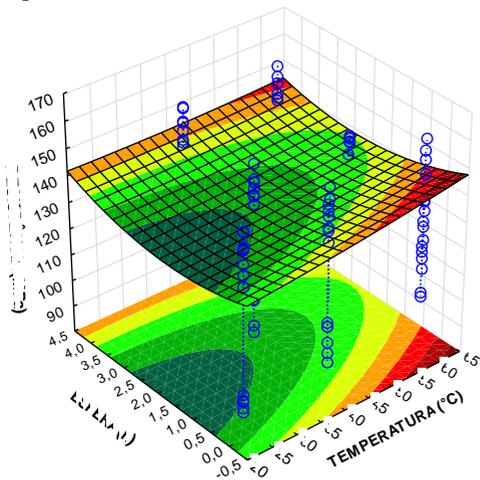
■ > 40
■ < 40



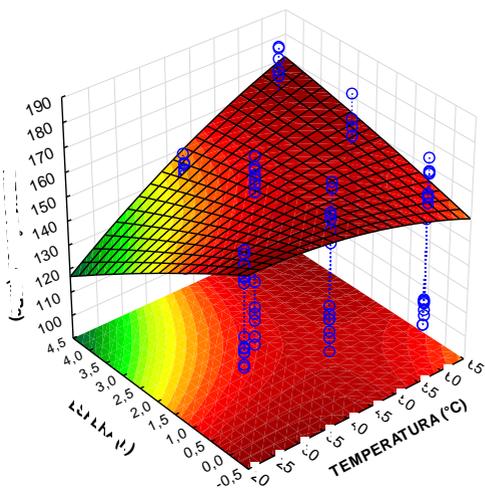
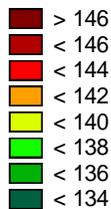
28 dias

■ > 41
■ < 41

Figura 4-90 - Interação entre temperatura e tempo de espera na resistência à compressão.



7 dias



28 dias



5 CONCLUSÕES

As propriedades das pastas foram avaliadas quanto à massa específica, módulo de elasticidade e resistência à compressão. Em função da resistência, amostras foram selecionadas para caracterização microestrutural da morfologia, estrutura de poros, o grau de hidratação e a presença de fases cristalinas.

Concluiu-se que quanto maior *idade* (I), melhor foi o desempenho geral das pastas, demonstrando que as reações de hidratação continuaram, embora a adoção de pressão e/ou temperatura tenha acelerado o término do desenvolvimento da microestrutura, de modo que pastas compactadas e aquecidas simultaneamente apresentaram menor incremento de resistência de 7 para 28 dias.

O fator *pressão* (P) foi determinante em todas as propriedades avaliadas. Quanto maior a pressão, melhores foram a *massa específica*, *módulo de elasticidade* e *resistência à compressão*. O aumento da pressão reduziu a *porosidade* total e bolhas de ar, aumentou a concentração de microporos (em temperatura ambiente), diminuiu a porosidade capilar (em amostras aquecidas e pressurizadas), e diminuiu o *grau de hidratação*. Os resultados obtidos foram decorrentes da redução da quantidade de água real presente nas pastas, em função da compactação. Contudo, deve-se ressaltar que, em alguns casos, não foram detectadas diferenças significativas entre os resultados de amostras compactadas com 5 MPa e 10 MPa.

A *temperatura* (T) influenciou os parâmetros de *cinética* e de *resistência*. Nas primeiras horas o aumento da temperatura (40°C ou 60°C) acelerou as taxas de reação. Após 30h os parâmetros das pastas aquecidas estabilizaram-se e a pasta não aquecida atingiu o mesmo patamar. O sinal desta não se estabilizou, indicando a continuidade das reações de hidratação. Ao final das 72h o calor total e, conseqüentemente o grau de hidratação, nas três temperaturas, foram similares.

Esta inversão também foi notada nos dados de resistência: aumento da temperatura foi benéfico para os corpos de prova ensaiados aos 7 dias, mas não aos 28 dias. Destaca-se que as diferenças foram observadas internamente aos grupos. Não foi observada perda de resistência ao longo do tempo.

Foi observada a sinergia entre os fatores *pressão* (P) x *temperatura* (T), dependendo da propriedade avaliada. Para a massa específica, prevaleceu o efeito positivo da *pressão*. Tanto o *módulo de elasticidade* quanto a *resistência à compressão* foram favorecidos pela combinação P

x T que, de um modo geral, resultaram em melhor desempenho mecânico quando comparados à referência (pressão atmosférica e temperatura ambiente).

Além disso, a pressurização durante a cura térmica pareceu compensar o efeito negativo da elevação da temperatura observado anteriormente, com exceção da família avaliada com 7 dias, compactada com 5 MPa e tempo de espera igual a 4h; e 28 dias, compactada com 10 MPa e tempo de espera igual a 2h.

Estatisticamente não foi comprovado o efeito significativo do parâmetro *tempo de espera* (E), nas propriedades avaliadas. Existe, na realidade, uma dependência com a temperatura, a pressão aplicada e a idade. Enquanto para 7 dias, os valores médios são parecidos (fixando o parâmetro Pressão x Temperatura); para 28 dias, especialmente na condição atmosférica, o tempo de espera de 2h criou pontos de inflexão na curva de 40°C e 60°C, de modo que para 40°C o tempo de espera foi negativo, mas para 60°C houve um pequeno acréscimo de resistência quando comparados 0h x 4h.

Por fim, confrontando os resultados obtidos e tomando por base os modelos constitutivos atuais, verificou-se que há uma boa correlação seguindo uma função de potência, para o *módulo de elasticidade e resistência à compressão*. Além disso, os gráficos evidenciaram o efeito positivo da cura sob pressão, dos quais foi possível distinguir os corpos de prova compactados. Os dados obtidos adequaram-se à equação proposta por Graybeal para CUAD (2006) relacionando módulo, massa específica e resistência.

Houve uma baixa correlação entre *grau de hidratação e resistência*. Comparando 7 com 28 dias, foram obtidos baixos incrementos de grau de hidratação para as pastas compactadas e aquecidas com tempo de espera de 4 horas, que não foi observado para resistência à compressão.

Em função do reduzido número de pontos, não foi possível testar a relação inversa fundamental utilizada para explicar os resultados de *resistência* com base na *porosidade*. Contudo, foi possível perceber que quanto menor a *porosidade*, maior o *grau de hidratação*, calculado a partir da água não evaporável medida em ensaio termogravimétrico,

Com isso, o desempenho mecânico está mais relacionado à porosidade do que o grau de hidratação. A presença de material anidro remanescente não prejudicou a resistência. O uso da cura térmica e sob pressão combinadas pode, inclusive, compensar deficiências nos materiais ou no processo de preparação das matrizes.

Do ponto de vista prático e tecnológico, com o objetivo de fundamentar possíveis tomadas de decisão quanto à implementação do sistema de cura aqui proposto, esta tese permitiu levantar as seguintes considerações:

1. Se for possível implementar o sistema aqui proposto de cura sob pressão concomitantemente com a elevação de temperatura de cura, não há necessidade de aguardar o tempo de espera recomendando para os ciclos de cura térmica à vapor em pressão atmosférica usualmente utilizados na indústria de pré-fabricados;
- a) Em uma análise global dos resultados obtidos aos 28 dias, o melhor desempenho foi obtido para a pressão de compactação de 10 MPa, combinada com a cura térmica à 40°C, sem tempo de espera.
2. Se o foco de desempenho estiver na resistência à compressão aos 7 dias, a cura térmica em pressão atmosférica resultou em (resistência superior à 100 MPa e módulo superior à 30 GPa);
3. Se o foco do desempenho estiver no desmolde precoce (com apenas 1 dia), sugere-se a cura sob pressão com nível máximo de 10 MPa, acompanhada ou não de cura térmica (valor médio de módulo: 37 GPa)
4. O desempenho mecânico médio das pastas compactadas com 10 MPa foi superior, no entanto as diferenças são muito pequenas em comparação ao nível de carregamento de 5 MPa, com o qual foram obtidos resultados satisfatórios e maior facilidade de implementação.

Finalmente, no decorrer deste trabalho foram enfrentadas dificuldades que despertaram a curiosidade e motivaram a sugestão dos seguintes trabalhos futuros:

1. Uma vez não houve uma separação clara da alteração entre 5 MPa e 10 MPa, quando combinados com a cura térmica, sugere-se, aumentar o intervalo de análise com menores incrementos de pressão. Além disso, variar o tempo de aplicação da pressão pode surtir conclusões interessantes. No entanto, recomenda-se não ultrapassar 3 horas do início da hidratação, pois foi observado no decorrer do Programa Experimental que a carga aplicada estabiliza e pouco (ou nenhum) excesso de água é removido.
2. Em relação à cura térmica, não ficou claro se a falta de variação nos resultados foi devida ao tempo de espera ou à fixação do fator maturidade. Sendo assim, sugere-se a variação destes parâmetros.

3. A respeito da possível reação pozolânica limitada, aconselha-se estudar formas de melhorar a sua dispersão e/ou reatividade, seja por tratamentos físicos ou químicos; bem como testar novos parâmetros de dosagem.
4. Explorar a relação entre porosidade e grau de hidratação, principalmente para matrizes submetidas à cura térmica e sob pressão, já que os dados experimentais não se adequaram aos modelos vigentes. Isso indica a presença de efeitos sinérgicos não compreendidos ou explorados nesta tese.

BIBLIOGRAFIA

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10908 - Aditivos para argamassa e concreto - Ensaios de uniformidade.**

Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, p. 7. 1990.

_____. **NBR 5733 - Cimento Portland de alta resistência inicial.**

Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, p. 5. 1991.

_____. **NBR 7215 - Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão.** Rio de Janeiro, p. 8. 1996.

_____. **NBR NM 65 - Cimento portland - Determinação do tempo de pega.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, p. 4. 2003.

_____. **NBR 9778 - Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica.** ABNT. Rio de Janeiro, p. 4. 2005.

_____. **NBR 9062: Projeto e execução de estruturas de concreto pré-moldado.** Rio de Janeiro, p. 42. 2006a.

_____. **NBR 9831 - Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos - Requisitos e métodos de ensaio.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, p. Rio de. 2006b. (36).

_____. **NBR 5739 - Concreto - Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos.** Rio de Janeiro, p. 9. 2007.

_____. **NBR 12041 - Argamassa de alta resistência mecânica para pisos — Determinação da resistência à compressão simples e tração por compressão diametral.** Rio de Janeiro, p. 10. 2012.

_____. **NBR 6118 - Projeto de estruturas de concreto - Procedimentos.** Rio de Janeiro, p. 238. 2014.

_____. **NBR 8953 - Concreto para fins estruturais - Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência.** Rio de Janeiro, p. 3. 2015.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **ACI 517.2R - Accelerated curing of concrete at atmospheric pressure - State of the art.** ACI Committee 517. [S.l.], p. 20. 1980.

_____. **ACI 517.2R: Accelerated curing of concrete at atmospheric pressure - State of the art.** American Concrete Institute. Farmington Hills, p. 20. 1980.

_____. **ACI 308R-01: Guide to curing concrete.** American Concrete Institute. Farmington Hills, p. 31p. 2001.

_____. **ACI 305.1: Specification for Hot Weather Concreting.** American Concrete Institute. Farmington Hills, p. 12p. 2007.

AFGC. **Ultra High Performance Fibre-Reinforced Concretes: Recommendations.** [S.l.], p. 357. 2013.

AFNOR CEN/TC229. **EN 13369: Common rules for precast concrete products.** AFNOR. [S.l.], p. 72 P. 2012.

AHLBORN, T. M. et al. **Strength and durability characterization of ultra-high performance concrete under variable curing conditions.** Proceedings Transportation Research Board 90th Annual Meeting. Washington: [s.n.]. 2011. p. 19.

AHLBORN, T. M.; PEUSE, E. J. P.; MISSON, D. L. **High-performance-concrete for Michigan Bridges - Material Performane - Phase I.** Michigan Department of Transportation. Construction and Technology Division. Lansing, p. 190. 2008.

AÏTCIN, P. C. **Concreto de Alto Desempenho.** São Paulo: Pini, 2000.

ALARCON-RUIZ, L. et al. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 35, p. 609-613, 2005.

ALBARO, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte II: A compactação. **Cerâmica Industrial**, 5, n. 6, Nov/Dez 2000a. 14-20.

_____. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte I: O preenchimento das cavidades do molde. **Cerâmica Industrial**, 5, n. 5, Set/Out 2000. 23-28.

AQEL, M.; PANESAR, D. K. Hydration kinetics and compressive strength of steam-cured cement pastes and mortars containing limestone filler. **Construction and Building Materials**, 113, 2016. 359-368.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1074: Standard Practice for Estimating Concrete Strength by the Maturity Method.** West Conshohocken, p. 10p. 2011.

_____. **ASTM C642 - Standard test method for density, absorption, and voids in hardened concrete..** West Conshohocken, p. 3. 2013.

_____. **ASTM C 215 - Standard test method for fundamental transverse, longitudinal and torsional resonant frequencies of concrete specimens.** West Conshohocken, p. 7 p. 2014.

_____. **ASTM C1679 - Standard practice for measuring hydration kinetics of hydraulic cementitious mixtures using isothermal calorimetry.** West Conshohocken, p. 15 p. 2014a.

_____. **ASTM C 1753 - Standard practice for evaluating early hydration of hydraulic cementitious mixtures using thermal measurements.** West Conshohocken, p. 19p. 2015.

_____. **ASTM C1259 - Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio for advanced ceramics by impulse excitation of vibration.** West Conshohocken, p. 17 p. 2015.

_____. **ASTM E 1876 - Standard test method fo dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration.** West Conshohocken, p. 17 p. 2015a.

_____. **ASTM C150/C150M - Standard specification for Portland cement.** West Conshohocken, p. 10. 2016.

_____. **C39/C39M - Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens.** West Conshohocken, p. 7. 2016a.

_____, A. S. F. T. M. **ASTM E1131 - Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry.** West Conshohocken, p. 6 f. 2008.

AZEVEDO, N. H. **Incorporação de nanobastões de carbeto de silício em matrizes cimentícias.** Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 109p. 2015.

BAHAFID, S. et al. Effect of the hydration temperature on the microstructure of Class G cement: C-S-H composition and density. **Cement and Concrete Research**, 95, 2017. 270-281.

BAJZA, A. Structure of compacted cement pastes. **Cement and Concrete Research**, 13, 1983. 239-245.

BARUCH, F. **Heraeus Noblelight - Aquecimento infravermelho na indústria plástica e compósitos.** Heraeus. [S.l.], p. 46 s. 2015.

BATISTON, E. R. **Incorporação de nanotubos de carbono em matriz de cimento Portland**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Florianópolis, p. 150p. 2012.

BETIOLI, A. M. **Influência dos polímeros MHEC e EVA na hidratação e comportamento reológico de pastas de cimento Portland**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 211 p. 2007.

BETIOLI, A. M. et al. Effect of HMEC on the consolidation of cement pastes: isothermal calorimetry versus oscillatory rheometry. **Cement and Concrete Research**, 2009. 440-445.

BISSCHOP, J. **Does applied stress affect Portland cement hydration?** 13 th International Congress of Chemistry of Cement. Madrid: [s.n.]. 2011.

BONEN, D.; DIAMOND, S. Occurrence of large silica fume - derived particles in hydrated cement paste. **Cement and Concrete Research**, 1992. 1059-1066.

BONNEAU, O. et al. Mechanical Properties and Durability of Two Industrial Reactive Powder Concretes. **ACI Materials Journal**, 94, 1997. 286-290.

BRANDÃO, J. H. **Análise experimental e numérica de cascas de concreto de ultra-alto desempenho reforçado com fibras**. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE. Rio de Janeiro, p. 128p. 2005.

BRESSON, B. et al. Hydration of tricalcium silicate (C3S) at high temperature and high pressure. **Journal of Materials Science**, 37, 2002. 5355-5365.

BREUGEL, K. V. **Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based materials**. Tese (Doutorado). Univerisdade de Tecnologia de Delft. Delft, Holanda, p. 295 f. 1991.

BRUNAUER, S. Tobermorite gel - The heart of concrete. **American Scientist**, 50, 1962. 210-229.

BULLARD, J. W. et al. Mechanisms of cement hydration. **Cement and Concrete Research**, 41, 2011. 1208-1223.

CAMARINI, G. **Desempenho de misturas cimento Portland e escória de alto-forno submetidas à cura térmica**. Tese (Doutorado).

Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. São Paulo, p. 252 p. 1995.

CAMARINI, G.; CINCOTTO, M. A. **Efeito da cura térmica na resistência de argamassas de cimento Portland comum e de alto forno**. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP. Departamento de Engenharia de Construção Civil. São Paulo, p. 20 p. 1995.

CERVERA, M. et al. Numerical modelling of concrete curing, regarding hydration and temperature phenomena. **Computers and Structures**, 80, 2002. 1511-1521.

CHEN, M. et al. Investigation on the formation of tobermorite in calcium silicate board and its influence factors under autoclaved curing. **Construction and Building Materials**, 143, 2017. 280-288.

CIMENTO ITAMBÉ. Relatórios de ensaios de cimento - CP V-ARI - Agosto 2016. **Cimento Itambé**, 2016. Disponível em: <<http://www.cimentoitambe.com.br/relatorios-de-ensaio/?pro=371&chave=2016-8>>. Acesso em: 13 dez. 2016.

CINCOTTO, M. A. Reações de Hidratação e Pozolânicas. In: ISAIA, G. C. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: IBRACON, v. I, 2011. Cap. 11, p. 381-413.

COLLODETTI, G. **Desenvolvimento de híbrido sílica/siloxano para uso como aditivo em pastas de cimento**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Florianópolis, p. 181p. 2013.

COSSOLINO, L. C.; PEREIRA, A. H. A. **Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização**. ATCP Engenharia Física. Ribeirão Preto, SP, p. 30 f. 2010. (ITC03-ATCP).

DAL MOLIN, D. C. C. Técnicas experimentais para estudo da microestrutura. In: ISAIA, G. C. **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. São Paulo: IBRACON, 2010. Cap. 14, p. 403-438.

DE LARRARD, F.; SEDRAN, T. Optimization of ultra-high-performance concrete by the use of a packing model. **Cement and Concrete Research**, 24, 1994. 997-1009.

_____. Mixture-proportioning of high-performance concrete. **Cement and Concrete Research**, 32, 2002. 1699-1704.

DIAMOND, S.; SAHU, S.; THAULOW, N. Reaction products of densified silica fume agglomerates in concrete. **Cement and Concrete Research**, 34, 2004. 1625-1632.

DIÓGENES, H. J. F. et al. Determinação do módulo de elasticidade do concreto a partir da resposta acústica. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, 4, n. 5, Dezembro 2011. 792-813.

DONIAK, Í. L. O.; GUTSTEIN, D. Concreto Pré-Fabricado. In: ISAIA, G. C. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1a ed. ed. São Paulo: IBRACON, v. II, 2011. Cap. 43, p. 1569-1613.

DWECK, J. et al. Study by thermogravimetry of the evolution of ettringite phase during type II Portland Cement hydration. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, 69, 2002. 179-186.

EPUSP. Lâmpadas elétricas e luminotécnica. In: _____ **Apostila de Eletrotécnica Geral**. [S.l.]: [s.n.], 2013? Cap. 13, p. 301-341.

ESCALANTE-GARCIA, J. I.; SHARP, J. H. Effect of temperature on the hydration of the main clinker phases in Portland cements: Part 1, Neat cements. **Cement and Concrete Research**, 28, 1998. 1245-1257.

FÉDÉRATION INTERNATIONALE DU BÉTON. **Bulletin 42: Constitutive modelling of high strength/high performance concrete**. p. 134 f. 2008.

FLATT, R. J.; SCHERER, G. W.; BULLARD, J. W. Why alite stops hydration below 80% relative humidity. **Cement and Concrete Research**, 41, 2011. 987-992.

GALLUCCI, E.; SCRIVENER, K. Crystallisation of calcium hydroxide in early age model and ordinary cementitious systems. **Cement and Concrete Research**, 37, 2007. 492-501.

GARTNER, E. M. et al. Hydration of Portland Cement. In: BENSTED, J.; BARNES, P. **Structure and Performance of Cements**. 2a. ed. [S.l.]: CRC Press, 2001. Cap. 3, p. 57-113.

GERLICHER, T.; HEINZ, D.; URBONAS, L. **Effect of finely ground blast furnace slag on the properties of fresh and hardened UHPC**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. Kessel: [s.n.]. 2008. p. 367-374.

GHAFFARI, E. et al. The effect on nanosilica addition on flowability, strength and transport properties of ultra high performance concrete. **Materials and Design**, 59, 2014. 1-9.

GOBBO, L. D. A. **Aplicação da difração de raios-x e método de Rietveld no estudo de cimento Portland**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Recursos Minerais e Hidrogeologia. Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 273 p. 2009.

GOWRIPALAN, N.; GILBERT, I. R. **Design guidelines for Ductal prestressed concrete beams**. School of Civil and Environmental Engineering. The University of New South Wales. New South Wales, p. 53. 2000.

GRACE. Tec flow - Aditivo superplastificante para concreto, 2015. Disponível em: <https://gcpat.com/construction/pt-br/Documents/TEC-FLOW_2015.pdf>. Acesso em: 09 ago. 2016.

GRAYBEAL, B. **UHPC in the U.S. highway transportation system**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. Kassel. 2008. p. 11-17.

_____. **Material property characterization of ultra-high performance concrete**. Relatório FHWA-HRT-06-103. McLean, p. 186. 2006.

GRAYBEAL, B. A.; HARTMANN, J. L. **Strength and durability of ultra-high performance concrete**. Proceedings PCI National Concrete Bridge Conference. Orlando. 2003. p. 1-20.

GUDMUNDSSON, G.; OLAFSSON, H. Alkali-silica reactions and silica fume - 20 years of experience in Iceland. **Cement and Concrete Research**, 29, 1999. 1289-1297.

GUÉNOT-DELAHAIE, I. **Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton**. Tese (Doutorado). École Nationale des Ponts et Chaussées. French, p. 165 f. 1996.

HANSON, J. A. Optimum steam curing procedure in precasting plants. **Journal of the American Concrete Institute**, 1963. 75-100.

HELMI, M. et al. Effects of high-pressure/temperature curing on reactive powder concrete microstructure formation. **Construction and Building Materials**, 105, 2016. 554-562.

HIGGINSON, E. C. Effect of steam curing on the important properties of concrete. **Journal of the American Concrete Institute**, 1961. 281-298.

HOPPE FILHO, J. **Sistemas cimento, cinza volante e cal hidratada: mecanismos de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto**. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 247 p. 2008.

İPEK, M. et al. Effect of pre-setting pressure applied to mechanical behaviours of reactive powder concrete during setting phase. **Construction and Building Materials**, 25, 2011. 61-68.

İPEK, M.; YILMAZ, K.; UYSAL, M. The effect of pre-setting pressure applied flexural strength and fracture toughness of reactive powder concrete during the setting phase. **Construction and Building Materials**, 26, 2012. 459-465.

JAPANESE SOCIETY OF CIVIL ENGINEERS. **Recommendations for Design and Construction of High Performance Fiber Reinforced Cement Composites with Multiple Fine Cracks**. Concrete Engineering Series 82. p. 113. 2008.

JULIANI, L. M. **Avaliação das propriedades mecânicas do concreto de lajes alveolares pré-fabricadas utilizando ensaios não destrutivos**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Estruturas - Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo. São Carlos, p. 195p. 2014.

JUSTS, J. et al. **Ultra high performance concrete hardening under pressure**. 3rd International Conference Civil Engineering'11 Proceedings. Jelgava: Latvia University of Agriculture. 2011. p. 38-43.

JUSTS, J. et al. Microstructural investigations of ultra-high performance concrete obtained by pressure application within the first 24 hours of hardening. **Construction Science**, 14, 2013. 50-57.

KADA-BENAMEUR, H.; WIRQUIN, E.; DUTHOIT, B. Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry. **Cement and Concrete Research**, 30, 2000. 301-305.

KANTRO, D. L. Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste - A miniature slump test. **Cement, Concrete, and Aggregates**, 1980. 95-102.

- KHAN, M. I.; LYNSDALE, C. J. Strength, permeability, and carbonation of high-performance concrete. **Cement and Concrete Research**, 32, 2002. 123-131.
- KJELLEN, K. O.; DETWILLER, R. J. Reaction kinetics of Portland cement mortars hydrated at different temperatures. **Cement and Concrete Research**, 22, 1992. 112-120.
- KONG, Y. et al. Hydration and microstructure of cement-based materials under microwave curing. **Construction and Building Materials**, 114, 2016. 831-838.
- KOSMATKA, S. H.; WILSON, M. L. **Design and control of concrete mixtures**. 15th. ed. Skokie: Portland Cement Association, v. I, 2011. 460 p. p.
- KOSMATKA, S. H.; WILSON, M. L. Curing concrete. In: _____ **Design and Control of Concrete Mixtures**. 14 th. ed. [S.l.]: Portland Cement Association, 2015. p. 303-314.
- KRAKOWIAK, K. J. et al. Nano-chemo-mechanical signature of conventional oil-well cement systems: effects of elevated temperature and curing time. **Cement and Concrete Research**, 2015. 103-121.
- LAFARGE HOLCIM. Ductal Projects, 2017. Disponível em: <<http://www.ductal.com/en/architecture/projects#>>. Acesso em: 14 outubro 2017.
- LI, L. G. et al. Effects of packing on compressive behaviour of recycled aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, 157, 2017. 757-777.
- LIN, F. **Modeling of hydration kinetics and shrinkage of Portland cement paste**. Tese (Doutorado). Columbia University. Nova Iorque, p. 170f. 2006.
- LIN, F.; MEYER, C. Hydration kinetics modeling of Portland cement considering the effects of curing temperature and applied pressure. **Cement and Concrete Research**, v. 39, p. 255-265, 2009.
- LOUKILI, A.; KHELIDJ, A.; RICHARD, P. Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogeneous shrinkage of ultra-high-strength concrete. **Cement and Concrete Research**, 29, 1999. 577-584.
- MA, H.; LI, Z. Realistic pore structure of Portland cement paste: experimental study and numerical simulation. **Computers and Concrete**, 11, n. 4, 2013. 317-336.

MADANI, H.; BAGHERI, A.; PARHIZKAR, T. The pozzolanic reactivity of monodispersed nanosilica hydrosols and their influence on the hydration characteristics of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, 42, 2012. 1563-1570.

MEEKS, K. W.; CARINO, N. J. **Curing of High-Performance Concrete: Report of the State-of-the-Art**. Building and Fire Research Laboratory. National Institute of Standards and Technology. U.S. Department of Commerce. Gaithersburg, p. 191 p. 1999.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedade e Materiais**. 2a. ed. São Paulo: IBRACON, 2014. 782 p. p.

MELO NETO, A. A. D. **Influência de aditivos redutores e compensadores de retração em argamassas e pastas com cimento de escória ativada**. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil e Urbana. São Paulo, p. 253p. 2002.

MELO, A. B. **Influência da cura térmica (vapor) sob pressão atmosférica no desenvolvimento da microestrutura dos concretos de cimento Portland**. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo. São Carlos, p. 296p. 2000.

MENDES, T. M. **Efeito da nanossílica em matrizes cimentícias de ultra alta resistência**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 113. 2016.

MIKHAIL, R. S. et al. Ettringite formation in compressed expansive cement pastes. **Cement and Concrete Research**, 11, 1981. 665-673.

MIKHAIL, R. S.; OWEIMREEN, G. A. Surface area and pore structure of compressed low-porosity cement pastes. **Cement and Concrete Research**, 3, 1973. 561-573.

MITCHELL, D. R. G.; HINCZAK, I.; RAY, R. A. Interaction of silica fume with calcium hydroxide solutions and hydrated cement pastes. **Cement and Concrete Research**, 1998. 1571-1584.

MOELLER, A. **Use of UHPC in offshore wind turbine foundations**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. Kessel. 2008. p. 863-869.

MURTHY, A. R.; IYER, N. R.; PRASAD, B. K. R. Evaluation of mechanical properties for high strength and ultrahigh strength concretes. **Advances in Concrete Construction**, 1, 2013. 341-358.

NEMATZADEH, M.; NAGHIPOUR, M. Compressive fresh concrete technique and the effect of excess of water content on physical-mechanical properties of compressed concrete. **Materials and Design**, 37, 2012. 256-267.

_____. Compressive strength and modulus of elasticity of freshly compressed concrete. **Construction and Building Materials**, 34, 2012a. 476-485.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto**. 5a. ed. Porto Alegre: Bookman Editora, 2016.

NÖLDGEN, M. et al. **Properties of ultra high performance concrete (UHPC) in tension at high strain rates**. Proceedings of 8th International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures. Toledo: [s.n.]. 2013. p. 1-13.

NOZAHIC, V. et al. Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice-lime binder. **Cement & Concrete Composites**, 34, 2012. 231-241.

OERTEL, T. et al. Primary particle size and agglomerate size effects of amorphous silica in ultra-high performance concrete. **Cement & Concrete Composites**, 37, 2013. 61-67.

OERTEL, T. et al. Influence of amorphous silica on the hydration in ultra-high performance concrete. **Cement and Concrete Research**, 58, 2014a. 121-130.

PANE, I.; HANSEN, W. Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis. **Cement and Concrete Research**, 35, 2005. 1155-1164.

PANG, X.; JIMENEZ, W. C.; IVERSON, B. J. Hydration kinetics modeling of the effect of curing temperature and pressure on the heat evolution of oil well cement. **Cement and Concrete Research**, 54, 2013. 69-75.

PARAMESHWAR, N. H.; YARAGAL, S. C. Effect of different curing regimes and durations on early strength development of reactive powder concrete. **Construction and Building Materials**, n. 154, 2017. 72-87.

PAULON, V.; KIRCHHEIM, A. P. Nanoestrutura e microestrutura do concreto endurecido. In: ISAIA, G. C. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1a. ed. São Paulo: IBRACON, v. I, 2011. Cap. 16, p. 585-614.

PILAR, R. **Avaliação da atividade pozolânica da cinza pesada moída em pastas de cimento Portland**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 125 p. 2012.

POOLE, J. L. et al. Methods for calculating activation energy for portland cement. **ACI Materials Journal**, 104, n. 1, 2007. 303-311.

PRADO, D. M.; HAACH, G. Análise experimental e numérica de vigas de concreto armado reforçadas ao cisalhamento com laminados de CFRP. **Cadernos de Engenharia de Estruturas**, São Carlos, v. 15, n. 65, p. 57-60, 2013.

PREM, P. R.; BHARATKUMAR, B. H.; IYER, N. R. Influence of curing regimes on compressive strength of ultra high performance concrete. **Sādhanā**, 38 - Part 6, 2013. 1421-1431.

QUARCIONI, V. A. **Influência da cal hidratada nas idades iniciais da hidratação do cimento Portland - Estudo em pasta**. Tese (Doutorado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Construção Civil. São Paulo, p. 172p. 2008.

RAMACHANDRAN, V. S. Thermal Analysis. In: RAMACHANDRAN, V. S.; BEAUDOIN, J. J. **Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology - Principles, Techniques, and Applications**. [S.l.]: William Andrew Inc, 2001. Cap. 4, p. 127-173.

REBENTROST, M.; WIGHT, G. **Experience and applications of ultra-high performance concrete in Asia**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. Kessel: [s.n.]. 2008. p. 19-30.

RESPLENDINO, J. **First recommendations for Ultra-High-Performance Concretes and examples of application**. Proceedings of the International Symposium on Ultra-High-Performance Concrete. Kassel. 2004. p. 79-90.

RESPLENDINO, J. **Ultra-High Performance Concretes - recent realizations and research programs on UHPFRC bridges in France**.

Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. 2008. p. 31-43.

RICHARD, P.; CHEYREZY, M. Composition of reactive powder concretes. **Cement and Concrete Research**, 25, 1995. 1501-1511.

RILEM TC 119-TCE. Recommendations of TC 119-TCE: Avoidance of thermal cracking in concrete at early ages. **Materials and Structures**, 30, 1997. 451-464.

ROCHA, A. A. **Influência da pressão e temperatura de cura e da adição de NaCl e KCl no comportamento de pastas para cimentação de poços de petróleo**. Tese (doutorado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro/COPPE. Rio de Janeiro, p. 211 p. 2015.

ROSSEN, J. E.; LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K. L. Composition of C-S-H in pastes with increasing levels of silica fume addition. **Cement and Concrete Research**, 75, 2015. 14-22.

ROSSIGNOLO, J. A. **Concreto leve de alto desempenho modificado com SB para pré-fabricados esbeltos - dosagem, produção, propriedades e microestrutura**. Tese (de Doutorado). Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos e Instituto de Química de São Carlos. Universidade de São Paulo. São Carlos, p. 211f. 2003.

ROY, D. M.; GOUDA, G. R. High strength generation in cement pastes. **Cement and Concrete Research**, 3, 1973. 807-820.

ROY, D. M.; GOUDA, G. R.; BOBROWSKY, A. Very high strength cement pastes prepared by hot pressing and other high pressure techniques. **Cement and Concrete Research**, 2, 1972. 349-366.

RUPASINGHE, M. et al. Investigation of strength and hydration characteristics in nano-silica incorporated cement paste. **Cement and Concrete Composites**, 2017. 17-30.

SALUM, P. D. L. **Efeito da elevação de temperatura sobre a resistência à compressão de concretos massa com diferentes teores de cinza volante**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Florianópolis, p. 164p. 2016.

SARTORI, A. L. **Comportamento dinâmico de lajes maciças de concreto leve com pérolas de EPS**. Tese (Doutorado) - Programa de

Pós-Graduação em Engenharia de Estruturas - Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo. São Carlos, p. 251 p. 2015.

SCHEPPER, M. D. et al. The hydration of cement regenerated from completely recyclable concrete. **Construction and Building Materials**, 60, 2014. 33-41.

SCHINDLER, A. K. Effect of Temperature on Hydration of Cementitious Materials. **ACI Materials Journal**, 101, n. 1, 2004. 72-81.

SCHRÖL, C.; PLANK, J.; GRUBER, M. **Structure performance relationship of polycarboxylate superplasticizers based on methacrylic acid esters in ultra high performance concrete**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. Kassel: [s.n.]. 2008. p. 383-390.

SCRIVENER, K. L. et al. Quantitative study of Portland cement hydration by X-ray diffraction/Rietveld analysis and independent methods. **Cement and Concrete Research**, 2004. 1541-1547.

SCRIVENER, K. L. et al. TC 238-SCM: Hydration and microstructure of concrete with SCMs. **Materials and Structures**, 48, 2015. 835-862.

SIDDIQUI, M. S. et al. Effect of curing water availability and composition on cement hydration. **ACI Materials Journal**, 110, 2013. 315-322.

SILVA, A. **Efeito dos polímeros HEC e EVA na microestrutura de pastas de cimento Portland**. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 263 p. 2001.

SILVA, M. G.; AGOPYAN, V. **A influência da temperatura na hidratação dos cimentos de escória de alto-forno**. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP. Departamento de Engenharia de Construção Civil. BT/PCC/224. São Paulo, p. 20p. 1998.

SOLOTEST. **Assunto: Orçamento**. 2015. E-mail do Departamento de Vendas.

SOWOINICH, T. **A study of retarding effects on cement and tricalcium silicate hydration induced by superplasticizers**. Tese (Doutorado). Bauhaus-Universistät. Weimar, p. 216 p. 2015.

STARK, J. Recent advances in the field of cement hydration and microstructure analysis. **Cement and Concrete Research**, 41, 2011. 666-678.

STRUNGE, J.; DEUSE, T. **Special cements for ultra high performance concrete**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. 2008. p. 61-68.

SVINNING, K.; HOSKULDSSON, A.; JUSTNES, H. Prediction of compressive strength up to 28 days from microstructure of Portland cement. **Cement & Concrete Composites**, 30, 2008. 138-151.

TA INSTRUMENTS. SDT Q600 Specifications. **TA Instruments**, 2010. Disponível em: <<http://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/sdt.pdf>>. Acesso em: 12 mar 2017.

TA INSTRUMENTS. **TAM AIR Calorimeter Operator's Manual**. 2011.

TA INSTRUMENTS. **TAM AIR Isothermal calorimetry**. 2017.

TAYEH, B. A. et al. Utilization of Ultra-High Performance Fibre Concrete (UHPC) for Rehabilitation a Review. **Procedia Engineering**, 54, 2013. 525-538.

TAYLOR, H. F. W. Nanostructure of C-S-H: Current Status. **Advanced Cement Based Materials**, 1, 1993. 38-46.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2a. ed. London: Thomas Telford, 1997. 459 p.

TECNOSIL. Sílica ativa, 2010. Disponível em: <<http://www.tecnosilbr.com.br/wp-content/themes/tecnosilbr/download-fispaq/FISPAQ-PT-BR-DOWNCORNING-silica-ativa.pdf>>. Acesso em: 15 set. 2016.

TEICHMANN, T.; SCHMIDT, M. **Influence of the packing density of fine particles on structure, strength and durability of UHPC**. International Symposium on Ultra High Performance Concrete. Kassel: Kassel University Press. 2004. p. 313-323.

THOMAS, J.; JENNINGS, H. The science of concrete. **Overview of the hydration process**, 2008. Disponível em: <http://iti.northwestern.edu/cement/monograph/Monograph5_1.html>. Acesso em: 09 Jul 2015.

TUTIKIAN, B. F.; ISAIA, G. C.; HELENE, P. H. Concreto de Alto e Ultra-Alto Desempenho. In: ISAIA, G. C. **Concreto: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: IBRACON, 2011. Cap. 36.

VANDERLEI, R. D. **Análise experimental do concreto de pós-reativos: dosagem e propriedades mecânicas**. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo. São Carlos, p. 168 p. 2004.

VOLLENWEIDER, B. **Various methods of accelerated curing for precast concrete applications, and their impact on short and long term compressive strength**. 2004.

WALRAVEN, J. **On the way to design recommendations for UHPFRC**. Proceedings of the 2nd International Symposium on Ultra High Performance Concrete. 2008. p. 45-56.

WANG, C. et al. Preparation of Ultra-High Performance Concrete with common technology and materials. **Cement & Concrete Composites**, 34, 2012. 538-544.

WONGKEO, W. et al. Thermogravimetry of ternary cement blends. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, 113, 2013. 1079-1090.

YAJUN, J.; CAHYADI, H. Effects of densified silica fume on microstructure and compressive strength of blended cement pastes. **Cement and Concrete Research**, 2003. 1543-1548.

YAZICI, H. et al. Utilization of fly ash and ground granulated blast furnace slag as an alternative silica source in reactive powder concrete. **Fuel**, 87, 2008. 2401-2407.

YAZICI, H.; DENIZ, E.; BARADAN, B. The effect of autoclave pressure, temperature and duration time on mechanical properties of reactive powder concrete. **Construction and Building Materials**, 42, 2013. 53-63.

YU, R.; SPIESZ, P.; BROUWERS, H. J. H. Effect of nano-silica on the hydration and microstructure development of Ultra-High Performance Concrete (UHPC) with a low binder amount. **Construction and Building Materials**, 65, 2014. 140-150.

YU, R.; SPIESZ, P.; BROUWERS, H. J. H. Mix design and properties assessment of Ultra-High Performance Fibre Reinforced Concrete (UHPFRC). **Cement and Concrete Research**, 56, 2014. 29-39.

ZHOU, Q.; BEAUDOIN, J. J. Effect of applied hydrostatic stress on the hydration of Portland cement and C3S. **Advances in Cement Research**, 15, n. 1, 2003. 9–16.

ŽIVICA, V.; KRIŽMA, M. Dependence of efficiency of pressure compaction on the cement type used. **Construction and Building Materials**, 25, 2011. 3073-3077.

APÊNDICE I: RESULTADOS DE MASSA ESPECÍFICA

Neste apêndice são mostrados os resultados individuais de massa específica dos corpos de prova ensaiados nesta tese, bem como a média, desvio padrão e coeficiente de variação da família em estudo.

As tabelas estão divididas em

- a) I: Idade do corpo de prova, em dias;
- b) ME: Massa específica calculada, em g/cm^3 ;
- c) M: Média dos valores de massa específica, em g/cm^3 ;
- d) DP: Desvio padrão, em g/cm^3 ;
- e) COV: Coeficiente de variação, em %.

As primeiras amostras (família A até D), não apresentam os resultados de massa específica para 7 e 28 dias, pois foram determinadas de uma adaptação do método da balança hidrostática, previsto na NBR 9778 (ABNT, 2005) e ASTM C659 (ASTM, 2013), sem secagem em estufa e imersão. Porém, os valores obtidos foram inconsistentes, incoerentes e, portanto, descartados. As amostras seguintes seguiram as recomendações da ASTM C39/C39M (ASTM, 2016a) e estes foram reportados.

Destacaram-se as amostras QQ à TT pois foram considerados suspeitos. Foram observados problemas desde à moldagem. A obtenção dos resultados da duplicata confirmou a hipótese.

Por fim, com o intuito de facilitar a compreensão das imagens, relembra-se a nomenclatura utilizada nas amostras, a partir do esquema da Figura I.1.

Figura I.1 - Nomenclatura das amostras.

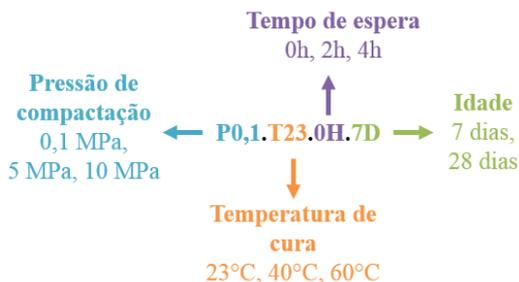


Tabela I.1- Massa específica dos corpos de prova A-P0,1.T23.0H.7D e AA-P0,1.T23.0H.28D.

	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
A.P0,1.T23.0H.7D		2,25													
		2,26													
		2,19													
	1 dia	2,23	2,2	0,0	1,5	7 dias	2,24	2,2	0,0	0,9					
		2,22					2,24								
		2,23					2,19								
		2,18					2,21								
	2,16														
	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
AA.P0,1.T23.0H.28D		2,23					2,17					-			
		2,20					2,23					-			
		2,14					2,20					-			
	1 dia	2,20	2,2	0,0	1,2	7 dias	2,18	2,2	0,0	0,9	28 dias	-	2,2	0,0	0,5
		2,18					2,17					2,21			
		2,21					2,20					2,20			
		2,19					2,22					2,23			
	2,18					2,21					2,22				

Tabela I.2 - Massa específica dos corpos de prova B-P0,1.T40.0H.7D e BB-P0,1.T40.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
B.P0,1.T40.0H.7D			2,44					-								
			2,42					-								
			2,38					-								
	1 dia		2,39	2,3	0,1	4,8	7 dias	-	2,2	0,0	0,7					
			2,20					2,20								
			2,20					2,22								
			2,19					2,18								
			2,18					2,18								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
BB.P0,1.T40.0H.28D			2,20					-					-			
			2,17					-					-			
			2,24					-					-			
	1 dia		2,22	2,2	0,0	1,4	7 dias	-	2,2	0,0	1,1	28 dias	-	2,2	0,1	2,3
			2,18					2,21					2,26			
			2,19					2,23					2,21			
			2,14					2,17					2,24			
			2,19					2,19					2,12			

Tabela I.4 - Massa específica dos corpos de prova D-P0,1.T40.4H.7D e DD-P0,1.T40.4H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
D.P0,1.T40.4H.7D			2,21					-								
			2,25					-								
			2,22					-								
	1 dia		2,24	2,2	0,0	1,7	7 dias	-	2,2	0,0	1,5					
			2,19					2,24								
			2,20					2,22								
			2,21					2,25								
			2,12					2,16								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
DD.P0,1.T40.4H.28D			2,21					-					-			
			2,23					-					-			
			2,15					-					-			
	1 dia		2,24	2,2	0,0	1,3	7 dias	-	2,2	0,0	0,7	28 dias	-	2,2	0,0	1,7
			2,21					2,22					2,25			
			2,19					2,21					2,17			
			2,23					2,25					2,24			
			2,20					2,24					2,27			

Tabela I.5 - Massa específica dos corpos de prova E-P0,1.T60.0H.7D e EE-P0,1.T60.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
E.P0,1.T60.0H.7D			2,19					-								
			2,27					-								
			2,19					-								
	1 dia		2,22					-								
		2,19	2,2	0,0	1,2	7 dias	2,20	2,2	0,0	1,1						
			2,23					2,26								
			2,22					2,20								
			2,21					2,23								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
EE.P0,1.T60.0H.28D			2,22					2,24					2,25			
			2,42					2,45					2,45			
			2,24					2,25					2,26			
	1 dia		2,21					2,24					2,25			
		2,20	2,2	0,1	3,7	7 dias	2,22	2,2	0,1	3,7	28 dias	2,23	2,3	0,1	3,6	
			2,22					2,18					2,17			
			2,14					2,18					2,21			
			2,15					2,18					2,21			

Tabela I.6 - Massa específica dos corpos de prova F-P0,1.T60.2H.7D e FF-P0,1.T60.2H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV							
F.P0,1.T60. 2H.7D	1 dia		2,25					2,26										
			2,21	2,2	0,0	0,9	7 dias	2,23	2,2	0,0	0,7							
			2,22					2,25										
			2,20					2,22										
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV		
FF.P0,1.T60. 2H.28D	1 dia		2,23					2,25					2,26					
			2,22	2,2	0,0	0,6	7 dias	2,24	2,2	0,0	0,7	28 dias	2,19	2,2	0,0	1,4		
			2,20					2,22										
			2,23					2,25										

Tabela I.7 - Massa específica dos corpos de prova G-P0,1.T60.4H.7D e GG-P0,1.T60.4H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV						
G.P0,1.T60.4H.7D	1 dia		2,11					2,18									
			2,22	2,2	0,0	1,9	7 dias	2,23	2,2	0,0	1,1						
			2,20					2,24									
			2,19					2,23									
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	
GG.P0,1.T60.4H.28D	1 dia		2,21					2,23					2,21				
			2,20					2,22					2,21				
			2,20					2,22					2,21				
			2,24	2,2	0,0	0,6	7 dias	2,26	2,2	0,0	0,8	28 dias	2,24	2,2	0,0	0,5	
		2,20					2,21					2,23					
		2,19					2,21					2,22					
		2,20					2,21					2,20					
		2,19					2,24					2,22					

Tabela I.8 - Massa específica dos corpos de prova H-P5.T23.0H.7D e HH-P5.T23.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV						
H.P5.T23. 0H.7D	1 dia		2,35					2,38									
			2,36	2,3	0,0	0,6	7 dias	2,37	2,4	0,0	0,2						
			2,35					2,38									
			2,32					2,37									
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	
HH.P5.T23. 0H.28D	1 dia		2,35					2,37					2,37				
			2,34	2,3	0,0	0,4	7 dias	2,36	2,4	0,0	0,4	28 dias	2,36	2,4	0,0	0,5	
			2,33					2,35					2,34				
			2,32					2,35					2,37				

Tabela I.11 - Massa específica dos corpos de prova K-P5.T40.4H.7D e KK-P5.T40.4H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV						
K.P5.T40. 4H.7D	1 dia		2,36					2,39									
			2,35	2,4	0,0	0,3	7 dias	2,40	2,4	0,0	0,2						
			2,37					2,39									
			2,36					2,39									
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	
KK.P5.T40. 4H.28D	1 dia		2,38					2,37					2,42				
			2,45	2,4	0,0	1,3	7 dias	2,38	2,4	0,0	0,1	28 dias	2,39	2,4	0,0	0,6	
			2,38					2,38					2,38				
			2,37					2,38					2,39				

Tabela I.12 - Massa específica dos corpos de prova L-P5.T60.0H.7D e LL-P5.T60.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
L.P5.T60.0H. 7D	1 dia		2,35					2,40								
			2,37	2,4	0,0	0,4	7 dias	2,39	2,4	0,0	0,4					
			2,35					2,38								
			2,35					2,37								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
LL.P5.T60.0H.28D	1 dia		2,35					2,37					2,37			
			2,38					2,37					2,40			
			2,36					2,36					2,39			
			2,35	2,4	0,0	0,3	7 dias	2,34	2,4	0,0	0,8	28 dias	2,38	2,4	0,0	0,9
			2,35					2,39					2,40			
			2,36					2,40					2,39			
			2,36					2,38					2,41			
			2,36					2,38					2,44			

Tabela I.13 - Massa específica dos corpos de prova M-P5.T60.2H.7D e MM-P5.T60.2H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
M.P5.T60. 2H.7D	1 dia		2,39					2,40								
			2,36	2,4	0,0	0,5	7 dias	2,38	2,4	0,0	0,6					
			2,37					2,42								
			2,36					2,39								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
MM.P5.T60. 2H.28D	1 dia		2,36					2,36					2,38			
			2,36	2,4	0,0	0,3	7 dias	2,37	2,4	0,0	0,3	28 dias	2,38	2,4	0,0	0,3
			2,35					2,38					2,38			
			2,35					2,36					2,36			

Tabela I.14 - Massa específica dos corpos de prova N-P5.T60.4H.7D e NN-P5.T60.4H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
N.P5.T60.4H.7D	1 dia		2,36					2,40								
			2,35					2,37								
			2,37					2,39								
			2,36	2,4	0,0	0,5	7 dias	2,38	2,4	0,0	0,5					
			2,35					2,37								
			2,33					2,36								
			2,36					2,37								
			2,34					2,38								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
NN.P5.T60.4H.28D	1 dia		2,36					2,38					2,39			
			2,35	2,4	0,0	0,3	7 dias	2,37	2,4	0,0	0,5	28 dias	2,39	2,4	0,0	0,4
			2,36					2,37					2,41			
			2,35					2,40					2,38			

Tabela 1.15 - Massa específica dos corpos de prova O-P10.T23.0H.7D e OO-P10.T23.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV						
O.P10.T23. 0H.7D	1 dia		2,39					2,36									
			2,40	2,4	0,0	0,5	7 dias	2,40	2,4	0,0	0,7						
			2,42					2,39									
			2,40					2,41									
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	
OO.P10.T23. 0H.28D	1 dia		2,39					2,41					2,41				
			2,38	2,4	0,0	0,2	7 dias	2,40	2,4	0,0	0,2	28 dias	2,39	2,4	0,0	0,5	
			2,39					2,41					2,41				
			2,39					2,41					2,42				

Tabela I.16 - Massa específica dos corpos de prova P-P10.T40.0H.7D e PP-P10.T40.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV						
P.P10.T40. 0H.7D	1 dia		2,39					2,40									
			2,38	2,4	0,0	0,5	7 dias	2,38	2,4	0,0	0,4						
			2,37					2,39									
			2,36					2,40									
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	
PP.P10.T40. 0H.28D	1 dia		2,38					2,40					2,38				
			2,36	2,4	0,0	0,4	7 dias	2,37	2,4	0,0	0,5	28 dias	2,40	2,4	0,0	0,2	
			2,36					2,38					2,39				
			2,35					2,40					2,40				

Tabela I.17 - Massa específica dos corpos de prova Q-P10.T40.2H.7D e QQ-P10.T40.2H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
Q.P10.T40. 2H.7D	1 dia		2,33					2,37								
			2,40	2,4	0,0	1,2	7 dias	2,46	2,4	0,0	1,5					
			2,39					2,41								
			2,37					2,38								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
QQ.P10.T40.2H.28D	1 dia		2,34*					-					2,35*			
			2,32*					-					2,37*			
			2,36*					-					2,36*			
			2,34*					-					2,36*			
			2,38	2,4	0,0	0,4	7 dias	2,39	2,4	0,0	0,6	28 dias	2,41	2,4	0,0	0,5
			2,38					2,41					2,42			
	2,36					2,41					2,43					
	2,39					2,37					2,40					

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela I.18 - Massa específica dos corpos de prova R-P10.T40.4H.7D e RR-P10.T40.4H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV						
R.P10.T40. 4H.7D	1 dia		2,36					2,40									
			2,38	2,4	0,0	0,3	7 dias	2,43	2,4	0,0	0,5						
			2,38					2,43									
			2,36					2,43									
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	
RR.P10.T40.4H.28D	1 dia		2,33*					-					2,37*				
			2,33*					-					2,36*				
			2,34*					-					2,35*				
			2,33*					-					2,38*				
			2,37	2,4	0,0	0,6	7 dias	2,41	2,4	0,0	0,5	28 dias	2,42	2,4	0,0	0,3	
			2,38					2,41					2,41				
	2,41					2,39					2,42						
	2,37					2,42					2,40						

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela I.19 - Massa específica dos corpos de prova S-P10.T60.0H.7D e SS-P10.T60.0H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
S.P10.T60. 0H.7D	1 dia		2,38					2,40								
			2,38	2,4	0,0	0,0	7 dias	2,40	2,4	0,0	0,2					
			2,38					2,39								
			2,38					2,39								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
S.P10.T60.0H.7D	1 dia		2,35*					2,36*					2,38*			
			2,32*					2,37*					2,37*			
			2,30*					2,34*					2,38*			
			2,35*					2,37*					2,39*			
			2,39	2,4	0,0	0,5	7 dias	-				28 dias	2,40	2,4	0,0	0,3
			2,37					-					2,39			
			2,39					-					2,41			
	2,37					-					2,39					

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela I.20 - Massa específica dos corpos de prova T-P10.T60.2H.7D e TT-P10.T60.2H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
T.P10.T60.2H.7D	1 dia		2,39					2,39								
			2,47					2,41								
			2,37					2,37								
			2,36	2,4	0,0	1,6	7 dias	2,41	2,4	0,0	0,7					
			2,34					2,37								
			2,34					2,38								
			2,36					2,41								
			2,38					2,41								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
TT.P10.T60.2H.28D	1 dia		2,35*					2,36*					2,38*			
			2,32*					2,37*					2,37*			
			2,30*					2,34*					2,38*			
			2,35*	2,4	0,0	0,5	7 dias	2,37*				28 dias	2,39*	2,4	0,0	0,3
			2,39					-					2,40			
			2,37					-					2,39			
			2,39					-					2,41			
			2,37					-					2,39			

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela I.21 - Massa específica dos corpos de prova U-P10.T60.4H.7D e UU-P10.T60.4H.28D.

		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV					
U.P10.T60. 4H.7D	1 dia		2,39					2,39								
			2,39	2,4	0,0	0,1	7 dias	2,40	2,4	0,0	0,3					
			2,39					2,40								
			2,39					2,39								
		I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV
UU.P10.T60. 4H.28D	1 dia		2,37					2,39					2,38			
			2,39	2,4	0,0	0,4	7 dias	2,40	2,4	0,0	0,4	28 dias	2,40	2,4	0,0	0,3
			2,38					2,37					2,38			
			2,37					2,40					2,39			

APÊNDICE II: RESULTADOS DE MÓDULO DE ELASTICIDADE

Os resultados de módulo de elasticidade seguem as mesmas explicações descritas para a massa específica.

Tabela II.1 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova A-PO,1.T23.0H.7D e AA-PO,1.T23.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
A.P0,1.T23.0H.7D			28,08					33,39								
			28,85					33,48								
			26,66					28,76								
	1 dia		27,25	27,2	1,0	3,6	7 dias	28,92	31,8	1,9	6,0					
			27,29					32,58								
			27,69					34,11								
			25,34					31,42								
			26,58					32,07								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
AA.P0,1.T23.0H.28D			27,40					32,08					35,78			
			28,14					31,23					36,69			
			23,66					31,14					33,28			
	1 dia		26,20	26,5	1,2	4,6	7 dias	32,02	32,3	0,9	2,7	28 dias	34,12	34,6	1,1	3,3
			26,70					32,00					35,37			
			26,47					33,46					33,51			
			26,32					32,70					33,72			
			26,92					33,65					34,69			

Tabela II.3 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova C-P0,1.T40.2H.7D e CC-P0,1.T40.2H.28D.

	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
C.P0,1.T40.2H.7D		31,63					36,15								
		27,60					31,36								
		28,64					30,59								
	1 dia	26,62	27,7	1,8	6,4	7 dias	31,04	31,5	2,0	6,3					
		26,63					31,29								
		27,61					31,31								
		25,17					28,51								
		27,98					31,69								
	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
CC.P0,1.T40.2H.28D		25,98										32,88			
		26,01										32,90			
		26,74										34,16			
	1 dia	26,37	27,2	1,0	3,8	7 dias	32,55	32,6	0,3	1,0	28 dias	33,94	34,2	0,8	2,4
		28,35					32,55					35,25			
		28,91					33,12					34,68			
		27,77					32,32					34,60			
		27,76					32,35					34,92			

Tabela II.4 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova D-P0,1.T40.4H.7D e DD-P0,1.T40.4H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
D.P0,1.T40.4H.7D			28,78					33,48								
			27,76					33,63								
			27,36					32,27								
	1 dia		28,81	28,0	0,6	2,3	7 dias	33,70	32,7	1,0	3,2					
			27,55					32,07								
			27,82					31,19								
			27,05					31,45								
			28,71					33,99								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
DD.P0,1.T40.4H.28D			25,75					-					32,98			
			26,50					-					34,84			
			26,24					-					30,95			
	1 dia		22,02	26,2	1,7	6,5	7 dias	-	30,8	0,6	2,0	28 dias	27,56	32,9	2,5	7,5
			27,78					31,22					33,35			
			27,50					31,12					32,50			
			26,92					29,73					35,20			
			26,90					30,96					35,55			

Tabela II.5 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova E-P0,1.T60.0H.7D e EE-P0,1.T60.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
E.P0,1.T60.0H.7D			26,73					31,06								
			28,90					31,83								
			28,83					31,71								
	1 dia		27,56	27,6	0,9	3,1	7 dias	31,43	31,4	0,4	1,2					
			26,26					30,64								
			27,42					31,52								
			27,47					31,18								
			27,80					31,72								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
EE.P0,1.T60.0H.28D			27,41					32,10					35,88			
			36,11					40,98					34,89			
			29,52					33,15					34,19			
	1 dia		29,98	28,3	3,4	12,2	7 dias	35,22	32,7	3,6	11,0	28 dias	35,04	34,1	1,1	3,1
			24,56					30,41					33,11			
			27,11					30,71					33,65			
			25,60					29,54					32,56			
			25,82					29,76					33,15			

Tabela II.6 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova F-P0,1.T60.2H.7D e FF-P0,1.T60.2H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
F.P0,1.T60. 2H.7D	1 dia		27,27					31,78								
			27,74	27,1	0,8	2,9	7 dias	31,80	31,7	0,1	0,3					
			27,57					31,71								
			25,77					31,59								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
FF.P0,1.T60. 2H.28D	1 dia		26,50					31,80					34,09			
			28,54	27,5	0,9	3,3	7 dias	32,82	32,1	0,4	1,3	28 dias	34,19	33,5	0,8	2,4
			28,28					32,02					32,15			
			26,73					31,86					33,48			

Tabela II.7 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova G-P0,1.T60.4H.7D e GG-P0,1.T60.4H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV						
G.P0,1.T60. 4H.7D	1 dia		26,59					32,48									
			27,71	28,1	1,5	5,3	7 dias	31,50	32,5	0,8	2,6						
			30,58					33,84									
			27,62					32,21									
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	
GG.P0,1.T60.4H.28D	1 dia		26,41					31,68					34,10				
			28,05					32,04					33,93				
			28,10					31,89					35,08				
			27,24	27,1	0,8	3,1	7 dias	31,90	31,9	0,1	0,4	28 dias	33,39	34,4	0,7	1,9	
			26,03					-					35,13				
			28,19					-					35,31				
			26,22					-					33,84				
			26,79					-					34,12				

Tabela II.8 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova H-P5.T23.0H.7D e HH-P5.T23.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
H.P5.T23. 0H.7D	1 dia		35,24					39,97								
			35,50	35,4	0,1	0,4	7 dias	40,22	40,0	0,2	0,6					
			35,55					40,14								
			35,23					39,63								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
HH.P5.T23. 0H.28D	1 dia		33,32					38,35					41,35			
			32,41	32,6	0,4	1,3	7 dias	37,62	37,8	0,5	1,2	28 dias	41,15	40,8	0,5	1,2
			32,14					37,15					40,21			
			32,53					38,06					40,42			

Tabela II.9 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova I-P5.T40.0H.7D e II-P5.T40.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
I.P5.T40.0H. 7D			36,01					40,30								
	1 dia		36,25	34,8	2,1	6,0	7 dias	40,51	40,1	0,4	1,0					
			31,16					39,44								
			35,59					39,97								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
II.P5.T40.0H. 28D			35,64					39,91					42,71			
	1 dia		35,84	35,5	0,4	1,0	7 dias	39,37	39,4	0,5	1,2	28 dias	42,19	41,9	0,7	1,6
			34,92					39,68					40,83			
			35,64					38,66					41,96			

Tabela II.10 -Módulo de elasticidade dos corpos de prova J-P5.T40.2H.7D e JJ-P5.T40.2H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV							
J.P5.T40.2H. 7D			37,06					40,94										
	1 dia		36,84	36,7	0,3	0,8	7 dias	40,48	40,0	0,9	2,2							
			36,56					38,61										
			36,27					39,97										
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV		
JJ.P5.T40.2H. 28D			36,35					40,94					43,26					
	1 dia		35,88	36,1	0,3	0,8	7 dias	40,31	40,6	0,3	0,7	28 dias	42,69	42,5	0,7	1,7		
			35,83					40,34					42,85					
			36,49					40,92					41,37					

Tabela II.11 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova K-P5.T40.4H.7D e KK-P5.T40.4H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV							
K.P5.T40.4H.7D			35,18					40,08										
	1 dia		36,20	35,7	0,4	1,1	7 dias	40,92	40,5	0,5	1,2							
			36,01					39,91										
			35,56					40,97										
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV		
KK.P5.T40.4H.28D			35,69					39,91					43,12					
	1 dia		37,01	36,3	0,6	1,7	7 dias	40,04	40,2	0,3	0,7	28 dias	42,78	42,8	0,4	0,8		
			36,70					40,62					43,01					
			35,64					40,31					42,21					

Tabela II.12 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova L-P5.T60.0H.7D e LL-P5.T60.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV							
L.P5.T60.0H. 7D	1 dia		34,22					39,71										
			35,02	34,8	0,4	1,2	7 dias	40,21	39,7	0,3	0,8							
			35,34					39,60										
			34,68					39,37										
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV		
LL.P5.T60.0H.28D	1 dia		35,01					39,96					42,37					
			35,37					40,62					43,75					
			35,85					39,12					42,60					
			36,43	35,3	0,6	1,8	7 dias	41,34	40,0	0,7	1,6	28 dias	39,59	42,1	1,4	3,3		
			34,54					39,84										
			34,40					40,31										
			35,71					39,80										
			35,03					39,40										

Tabela II.13 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova M-P5.T60.2H.7D e MM-P5.T60.2H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV						
M.P5.T60. 2H.7D	1 dia		35,63					40,77									
			35,22	35,4	0,2	0,4	7 dias	39,51	40,0	0,5	1,3						
			35,54					39,47									
			35,37					40,21									
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	
MM.P5.T60. 2H.28D	1 dia		34,32					39,05					41,79				
			36,66	35,6	0,8	2,4	7 dias	40,47	40,0	0,7	1,7	28 dias	42,71	42,2	0,4	1,0	
			35,91					40,76					42,65				
			35,46					39,66					41,84				

Tabela II.14 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova N-P5.T60.4H.7D e NN-P5.T60.4H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
N.P5.T60.4H.7D	1 dia		34,24					40,01								
			35,80					39,91								
			35,70					39,83								
			35,22	35,0	0,8	2,3	7 dias	39,73	39,6	0,6	1,4					
			33,53					38,42								
			34,33					39,38								
			35,76					39,13								
			35,28					40,35								
		I	E	M	DP	COV	I	ME	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
NN.P5.T60.4H.28D	1 dia		35,06					39,95					42,77			
			35,52	35,5	0,3	0,9	7 dias	39,68	40,1	0,5	1,3	28 dias	42,58	41,9	1,2	2,9
			35,94					39,75					39,83			
			35,64					41,01					42,59			

Tabela II.15 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova O-P10.T23.0H.7D e OO-P10.T23.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV						
O.P10.T23. 0H.7D	1 dia		37,17					43,47									
			37,26	37,7	0,5	1,3	7 dias	41,81	42,3	0,7	1,6						
			38,14					41,86									
			38,18					42,11									
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	
OO.P10.T23. 0H.28D	1 dia		37,79					42,93					44,49				
			37,79	37,6	0,2	0,5	7 dias	41,44	42,0	0,5	1,3	28 dias	43,62	44,1	0,3	0,8	
			37,37					41,83					43,99				
			37,54					41,99					44,36				

Tabela II.17 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova Q-P10.T40.2H.7D e QQ-P10.T40.2H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV						
Q.P10.T40. 2H.7D	1 dia		37,00					40,22									
			36,52	36,3	0,6	1,6	7 dias	40,74	40,6	0,2	0,6						
			36,48					40,81									
			35,37					40,48									
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	
QQ.P10.T40.2H.28D	1 dia		32,69*					-					39,95*				
			33,50*					-					40,56*				
			33,73*					-					40,06*				
			33,11*					-					40,77*				
			36,56	37,0	0,6	1,7	7 dias	40,66	40,9	0,2	0,6	28 dias	43,76	44,0	0,5	1,1	
			36,39					40,65					43,49				
			37,15					41,25					44,82				
	38,02					40,87					43,88						

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela II.18 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova R-P10.T40.4H.7D e RR-P10.T40.4H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV						
R.P10.T40. 4H.7D	1 dia		36,29				7 dias	41,19									
			36,61	36,4	0,2	0,5		42,65	42,1	0,5	1,3						
			36,23					42,26									
			36,57					42,15									
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	
RR.P10.T40.4H.28D	1 dia		32,59*				7 dias	-				28 dias	40,34*				
			33,30*					-				40,53*					
			33,40*					-				40,80*					
			33,77*					-				40,95*					
			36,37	37,1	0,6	1,5		41,09	41,2	0,4	0,9		43,08	43,8	0,5	1,1	
			37,13					40,75				43,49					
	37,96					41,74				44,19							
	37,02					41,39				44,28							

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela II.19 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova S-P10.T60.0H.7D e SS-P10.T60.0H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV						
S.P10.T60. 0H.7D	1 dia		35,46				7 dias	39,70									
			36,23	36,5	0,7	1,9		40,87	40,9	0,7	1,7						
			37,18					41,46									
			36,99					41,44									
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	
S.P10.T60.0H.7D	1 dia		32,84*				7 dias	-				28 dias	41,22*				
			34,25*					-				41,20*					
			33,20*					-				41,55*					
			33,64*	35,6	0,2	0,4		-	40,3	0,3	0,8		42,32*	43,0	0,2	0,5	
			35,41					40,22				43,12					
			35,42					40,64				43,35					
			35,67					39,90				42,76					
	35,76					40,62				42,88							

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

Tabela II.20 - Módulo de elasticidade dos corpos de prova T-P10.T60.2H.7D e TT-P10.T60.2H.28D.

		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV					
T.P10.T60.2H.7D			36,56					41,03								
			34,03					41,45								
			37,32					41,54								
	1 dia		36,93	36,0	1,1	2,9	7 dias	41,80	41,4	0,5	1,1					
			35,29					40,81								
			34,87					40,58								
			36,30					41,81								
			36,40					41,88								
		I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV	I	E	M	DP	COV
TT.P10.T60.2H.28D			32,41*					38,51*					41,16*			
			32,98*					39,15*					41,46*			
			34,08*					40,33*					43,59*			
	1 dia		33,50*	37,2	1,5	4,1	7 dias	39,16*	-	-	-	28 dias	42,13*	43,2	0,9	2,0
			39,79					-					41,86			
			36,34					-					44,32			
			36,07					-					43,36			
		36,54					-					43,13				

Nota: valores indicados com * foram descartados por problemas na preparação dos corpos de prova.

APÊNDICE III: RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

São reportados os resultados do ensaio de resistência à compressão. Devido à variação observada, algumas famílias foram refeitas, em especial as do grupo de pressão atmosférica. As primeiras pastas foram preparadas com a hélice antiga do misturador, com menor homogeneidade e trabalhabilidade. Tais dificuldades comprometeram a moldagem, mas não prejudicou o desempenho mecânico.

Também foram refeitas as pastas compactadas à 10 MPa (QQ, RR, SS, TT). O cimento utilizado nestas misturas apresentou grumos parcialmente hidratados, possivelmente, por absorção de umidade ambiente. A trabalhabilidade e a resistência, aos 28 dias, foi comprometida. É interessante mencionar que as medidas de massa específica e módulo de elasticidade, realizadas depois da desmoldagem, indicaram a anomalia.

As demais composições foram replicadas pois o desvio relativo máximo foi superior a 6%, mesmo com a eliminação de um valor discrepante (sinalizado com “*”, como recomenda a NBR 7215:1996 (ABNT, 1996).

Nas tabelas estão presentes os dados de Força de ruptura à compressão (F, em kN), resistência à compressão (Rc, em MPa), média (M, em MPa), desvio padrão (DP, em MPa), coeficiente de variação (COV, em %), desvio relativo máximo (DRM, em %) e reprodutibilidade das duplicatas (R, em %).

Tabela III.1 - Resistência à compressão dos corpos de prova A-P0,1.T23.0H.7D e AA-P0,1.T23.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
A.P0,1.T23.0H	29.630	94,32	93,6	2,2	2,3	3,7	0,1	42.700	135,92	129,3	4,0	3,1	5,1	1,0
	28.760	91,55						38.700	123,19					
	25.750	81,96*						36.090	114,88*					
	29.800	94,86						41.190	131,11					
A2.P0,1.T23.0H	36.960	117,65*						39.100	124,46					
	29.560	94,09						40.640	129,36					
	30.390	96,73						41.350	131,62					
	28.340	90,21						40.690	129,52					

Tabela III.2 - Resistência à compressão dos corpos de prova B-P0,1.T40.0H.7D e BB-P0,1.T40.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
B.P0,1.T40.0H	22.080	70,28*	102,6	5,7	5,5	8,6	3,7	31.040	98,80*	123,7	6,0	4,8	8,7	6,4
	30.530	97,18						35.460	112,87					
	33.690	107,24						39.620	126,11					
	34.210	108,89						37.240	118,54					
B2.P0,1.T40.H	31.760	101,10	102,6	5,7	5,5	8,6	3,7	38.180	121,53	123,7	6,0	4,8	8,7	6,4
	29.460	93,77						40.290	128,25					
	33.680	107,21						41.460	131,97					
	36.520	116,25						39.750	126,53					

Tabela III.3 - Resistência à compressão dos corpos de prova C-P0,1.T40.2H.7D e CC-P0,1.T40.2H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
C.P0,1.T40.2H	31.110	99,03	96,8	7,4	7,7	11,1	12,4	30.630	97,50	105,8	8,9	8,4	14,6	13,6
	27.970	89,03*						34.650	110,29*					
	32.150	102,34						29.510	93,93					
	33.650	107,11						32.840	104,53					
C2.P0,1.T40.2H	32.290	102,78	96,8	7,4	7,7	11,1	12,4	28.490	90,69*	105,8	8,9	8,4	14,6	13,6
	27.040	86,07						33.770	107,49					
	30.800	98,04						38.100	121,28					
	27.720	88,24						34.650	110,29					

Tabela III.4 - Resistência à compressão dos corpos de prova D-P0,1.T40.4H.7D e DD-P0,1.T40.4H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
D.P0,1.T40.4H	32.070	102,08	106,4	4,2	4,0	6,0	0,7	35.390	112,65	115,3	5,7	4,9	10,1	4,9
	35.410	112,71						36.470	116,09					
	33.830	107,68						39.890	126,97					
	32.840	104,53						30.900	98,36*					
D2.P0,1.T40.4H	34.320	109,24						35.560	113,19					
	31.800	101,22						36.570	116,41					
	34.990	111,38						36.280	115,48					
	32.060	102,05						33.470	106,54					

Tabela III.5 -Resistência à compressão dos corpos de prova E-P0,1.T60.0H.7D e EE-P0,1.T60.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
E.P0,1.T60.0H	32.320	102,88	115,1	8,7	7,6	7,5	0,1	32.830	104,50	110,8	4,2	3,8	5,9	0,9
	31.800	101,22						34.840	110,90					
	37.150	118,25						35.860	114,15					
	38.660	123,06						36.260	115,42					
E2.P0,1.T60.0H	35.060	111,60						34.090	108,51					
	37.750	120,16						36.000	114,59					
	36.400	115,86						32.740	104,21					
	40.110	127,67						35.730	113,73					

Tabela III.6 - Resistência à compressão dos corpos de prova F-P0,1.T60.2H.7D e FF-P0,1.T60.2H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
F.P0,1.T60. 2H	35.740	113,76	118,4	2,7	2,3	3,9	-	44.400	141,33	139,4	1,6	1,1	1,8	-
	37.430	119,14						43.040	137,00					
	37.960	120,83						43.840	139,55					
	37.600	119,68						43.940	139,87					

Tabela III.7 - Resistência à compressão dos corpos de prova G-P0,1.T60.4H.7D e GG-P0,1.T60.4H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
G.P0,1.T60.4 H	34.860	110,96	114,1	2,2	1,9	2,8	-	28.820	91,74*	119,8	5,5	4,6	7,2	5,8
	35.910	114,31						37.130	118,19					
	36.800	117,14						39.410	125,45					
	35.830	114,05						40.070	127,55					
G2.P0,1.T60.4 H	-	-	-	-	-	-	-	38.250	121,75	-	-	-	-	-
	-	-						37.860	120,51					
	-	-						34.910	111,12					
	-	-						35.740	113,76					

Tabela III.8 - Resistência à compressão dos corpos de prova H-P5.T23.0H.7D e HH-P5.T23.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
H.P5.T23.0H	47.220	150,31	144,4	5,8	4,0	5,5	-	50.120	159,54	159,7	1,7	1,1	1,5	-
	47.060	149,80						50.910	162,05					
	44.330	141,11						50.280	160,05					
	42.900	136,55						49.420	157,31					

Tabela III.9 - Resistência à compressão dos corpos de prova I-P5.T40.0H.7D e II-P5.T40.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
I.P5.T40.0H	45.170	143,78	144,8	5,8	4,0	6,5	-	52.930	168,48	161,8	4,3	2,7	4,1	-
	43.470	138,37						50.000	159,15					
	44.830	142,70						51.040	162,47					
	48.450	154,22						49.370	157,15					

Tabela III.10 - Resistência à compressão dos corpos de prova J-P5.T40.2H.7D e JJ-P5.T40.2H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
J.P5.T40.2H	42.390	134,93	139,0	3,4	2,4	3,8	-	50.730	161,48	161,7	4,7	2,9	4,5	-
	43.470	138,37						48.490	154,35					
	43.520	138,53						52.590	167,40					
	45.340	144,32						51.360	163,48					

Tabela III.11 - Resistência à compressão dos corpos de prova K-P5.T40.4H.7D e KK-P5.T40.4H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
K.P5.T40.4H	48.370	153,97	149,6	5,3	3,6	5,7	-	47.400	150,88	151,0	3,1	2,1	3,0	-
	46.860	149,16						48.790	155,30					
	44.310	141,04						46.010	146,45					
	48.460	154,25						47.600	151,52					

Tabela III.12 - Resistência à compressão dos corpos de prova L-P5.T60.0H.7D e LL-P5.T60.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
L.P5.T60.0H	42.080	133,94	134,5	3,1	2,3	3,6	-	48.750	155,18	158,2	6,7	4,2	6,2	1,6
	43.030	136,97						49.420	157,31					
	43.200	137,51						49.540	157,69					
	40.770	129,77						40.650	129,39*					
L2.P5.T60.0H	-	-	-	-	-	-	-	52.770	167,97					
								48.070	153,01					
								46.630	148,43					
								52.640	167,56					

Tabela III.13 - Resistência à compressão dos corpos de prova M-P5.T60.2H.7D e MM-P5.T60.2H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
M.P5.T60.2H	42.750	136,08	140,2	3,9	2,8	3,0	-	56.880	181,05	170,7	6,5	3,8	6,1	-
	45.160	143,75						51.380	163,55					
	42.950	136,71						52.610	167,46					
	45.380	144,45						53.610	170,65					

Tabela III.14 - Resistência à compressão dos corpos de prova N-P5.T60.4H.7D e NN-P5.T60.4H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
N.P5.T60.4H	46.630	148,43	136,8	6,5	4,7	8,5	5,4	54.290	172,81	177,5	4,7	2,7	2,8	-
	44.640	142,09						54.260	172,71					
	41.620	132,48						57.300	182,39					
	39.020	124,20*						57.190	182,04					
N2.P5.T60.4H	41.390	131,75						-	-	-	-	-	-	-
	43.750	139,26												
	42.600	135,60												
	40.230	128,06												

Tabela III.15 - Resistência à compressão dos corpos de prova O-P10.T23.0H.7D e OO-P10.T23.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
O.P10.T23.0H	47.320	150,62	152,0	4,7	3,1	4,7	-	50.890	161,99	166,4	3,3	2,0	2,6	-
	49.060	156,16						51.710	164,60					
	49.170	156,51						52.950	168,55					
	45.520	144,89						53.500	170,30					

Tabela III.16 - Resistência à compressão dos corpos de prova P-P10.T40.0H.7D e PP-P10.T40.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
P.P10.T40.0H	47.880	152,41	152,2	4,0	2,6	4,2	-	57.020	181,50	174,0	6,2	3,6	4,3	-
	46.510	148,05						52.360	166,67					
	49.820	158,58						53.170	169,25					
	47.090	149,89						56.090	178,54					

Tabela III.17 - Resistência à compressão dos corpos de prova Q-P10.T40.2H.7D e QQ-P10.T40.2H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
Q.P10.T40.2H	47.140	150,05	143,0	4,5	3,1	5,0	-	48.650*	154,86*	165,8	5,3	3,2	10,1	-
	44.980	143,18						49.490*	157,53*					
	44.190	140,66						45.650*	145,31*					
	43.340	137,96						44.570*	141,87*					
Q2.P10.T40.2H	-	-	-	-	-	-	-	54.140	172,33	165,8	5,3	3,2	10,1	-
	-	-						52.860	168,26					
	-	-						51.830	164,98					
	-	-						49.580	157,82					

Tabela III.18 - Resistência à compressão dos corpos de prova R-P10.T40.4H.7D e RR-P10.T40.4H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
R.P10.T40.4H	43.910	139,77	144,0	3,3	2,3	3,0	-	46.820*	149,03*	142,5	5,9	4,1	6,3	-
	45.780	145,72						42.560*	135,47*					
	46.600	148,33						41.810*	133,09*					
	44.620	142,03						46.830*	149,06*					
R2.P10.T40.4H	-	-	-	-	-	-	-	43.480	138,40	142,5	5,9	4,1	6,3	-
	-	-	-	-	-	-	-	42.440	135,09					
	-	-	-	-	-	-	-	46.500	148,01					
	-	-	-	-	-	-	-	46.660	148,52					

Tabela III.19 - Resistência à compressão dos corpos de prova S-P10.T60.0H.7D e SS-P10.T60.0H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
S.P10.T60.0H	46.320	147,44	154,0	4,7	3,0	4,3	-	31.710*	100,94*	164,5	6,3	3,9	28,9	31,8
	47.930	152,57						37.990*	120,93*					
	50.330	160,21						44.290*	140,98*					
	48.940	155,78						36.040*	114,72*					
S2.P10.T60.0H	-	-	-	-	-	-	-	54.520	173,54	164,5	6,3	3,9	28,9	31,8
								49.680	158,14					
								52.540	167,24					
								49.930	158,93					

Tabela III.20 - Resistência à compressão dos corpos de prova T-P10.T60.2H.7D e TT-P10.T60.2H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
T.P10.T60.2H	45.450	144,67	138,3	5,6	4,1	5,7	0,8	47.320*	150,62*	147,2	4,4	3,0	4,4	0,1
	40.980	130,44						47.510*	151,23*					
	43.380	138,08						44.330*	141,11*					
	37.420	119,11*						45.980*	146,36*					
TT.P10.T60.2H	41.250	131,30						44.210	140,72					
	44.890	142,89						48.130	153,20					
	37.180	118,35*						46.270	147,28					
	44.700	142,28						46.360	147,57					

Tabela III.21 - Resistência à compressão dos corpos de prova U-P10.T60.4H.7D e UU-P10.T60.4H.28D.

ID	7 DIAS							28 DIAS						
	F	Rc	M	DP	COV	DRM	R	F	R	M	DP	COV	DRM	R
U.P10.T60.4H	47.490	151,17	148,5	4,9	3,3	4,5	-	51.370	163,52	168,0	7,0	4,1	5,9	-
	45.020	143,30						50.190	159,76					
	45.380	144,45						55.890	177,90					
	48.770	155,24						53.640	170,74					

APÊNDICE IV: MICROFOTOGRAFIAS E ESPECTROS DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X

Foram realizadas imagens de MEV nas amostras submetidas à cura com compactação em pressão atmosférica, 5 MPa e 10 MPa, com a hidratação interrompida nas idades de 7 e 28 dias. O objetivo foi verificar se haviam alterações significativas na morfologia dos produtos hidratados. Como era de se esperar, o C-S-H torna-se cada vez mais denso com o avanço da idade, mas outras modificações não foram encontradas e, por isso, não foram reportadas.

Optou-se por apresentar estas imagens em apêndice, pois apenas complementam a discussão já apresentada.

PRESSÃO ATMOSFÉRICA

A morfologia da amostra preparada em condições ambientes de temperatura e pressão com 7 dias (Figura IV.1a) difere daquela com 28 dias de hidratação (Figura IV.1b). Nas amostras com 7 dias são observados C-S-H maciços e amorfos, estes da ordem de 1 μm , formando uma estrutura reticular.

O silicato de cálcio hidratado aos 28 dias apresenta-se predominantemente denso e amorfo, com razões de massa atômicas de Ca/Si e (Al+Fe)/Ca iguais a 1,4 e 0,02.

Aos 28 dias foram encontrados diversos cristais de portlandita nos poros. A morfologia difere da característica observada na literatura, das placas hexagonais. Sua natureza química foi confirmada por EDS, do qual foram obtidas razões atômicas de massa Ca/Si igual a 4,65 e (Al+Fe)/Ca igual a 0,05 (Figura IV.2).

Figura IV.1 – Morfologia da superfície fraturada, ampliação de 2.000 x. (a) A P0,1.T23.0H.7D. (b) AA-P0,1.T23.0H.28D

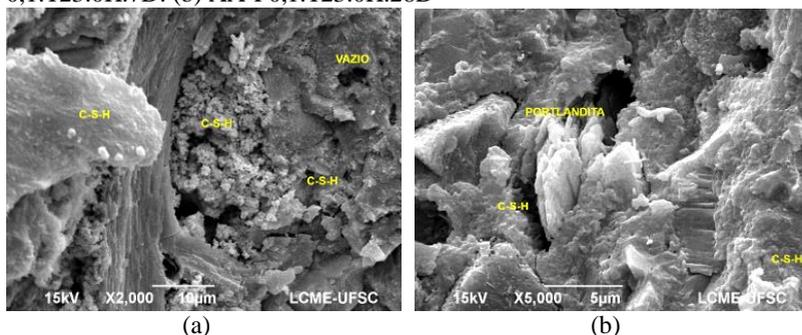
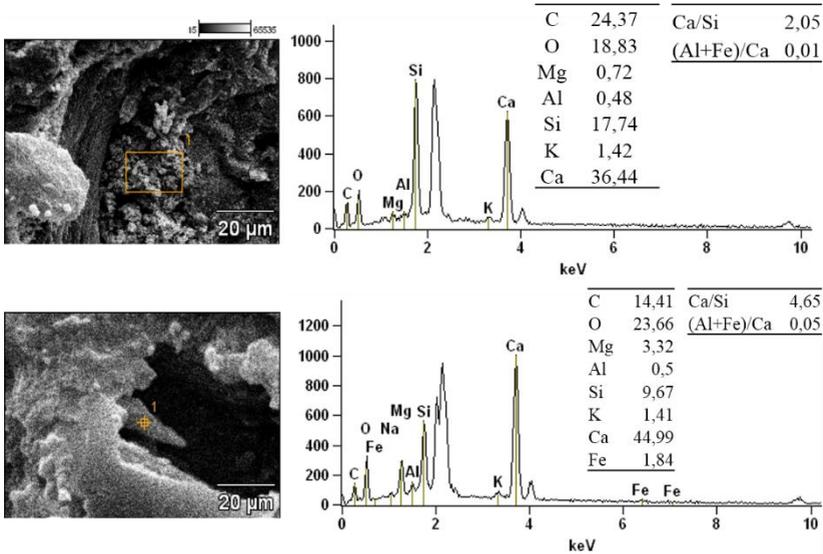


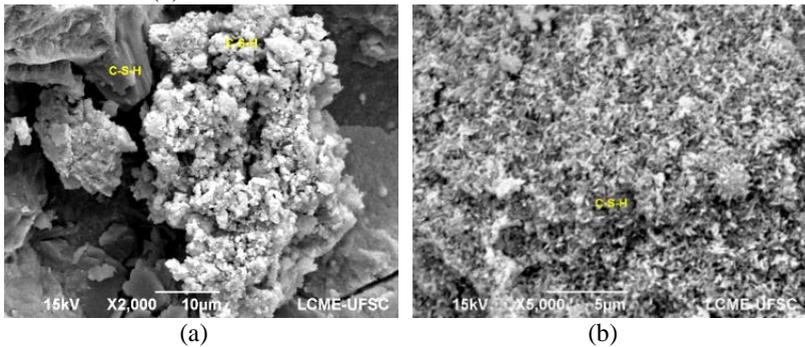
Figura IV.2 - EDS realizado em A-P0,1.T23.0H.7D. Identificação do C-S-H.



PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO DE 5 MPa

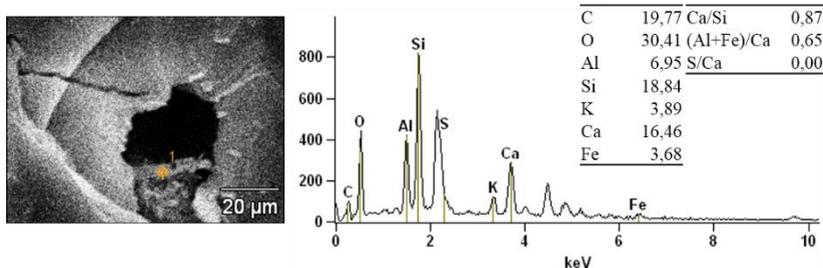
Os diferentes silicatos de cálcio hidratados foram observados para as pastas compactadas a 5 MPa à temperatura ambiente. As micrografias da superfície com 7 e 28 dias são apresentada na Figura IV.3. Observa-se o aumento da homogeneidade e compacidade do silicato de cálcio hidratado da amostra com 28 dias.

Figura IV.3 - Morfologia da superfície fraturada, ampliação de 2.000x. (a) H-P5.T23.0H.7D. (b) HH-P5.T23.0H.28D



Foram observados vazios da ordem de 1 a 3 μm com crescimento de pequenos aglomerados de C-S-H com razões atômicas de Ca/Si e (Al+Fe)/Ca iguais a 0,87 e 0,65, nas amostras com 7 dias (Figura IV.4).

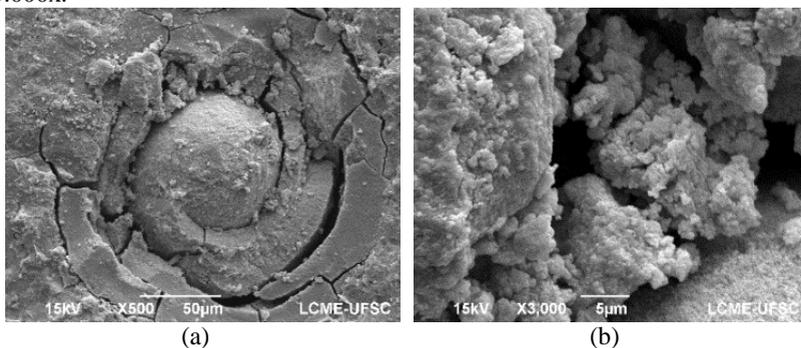
Figura IV.4 – EDS realizado em P5.T23.0H.7D. Identificação de C-S-H.



PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO DE 10 MPA

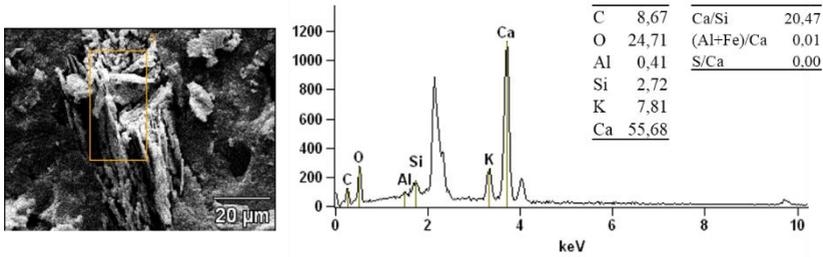
Conforme mencionado, ao redor aglomerados de sílica ativa, desenvolvem-se, pelo menos, dois tipos de C-S-H: um fibrilar na superfície do aglomerado, e uma camada externa densa fraturada ao redor. Mas também encontram-se pequenos conjuntos amorfos entre o fibrilar e a camada (Figura IV.5)

Figura IV.5 – Identificação de aglomerado recoberto de C-S-H em P10.T23.0H.7D. (a) Aglomerado, ampliação de 500x. (b) C-S-H, ampliação de 3.000x.



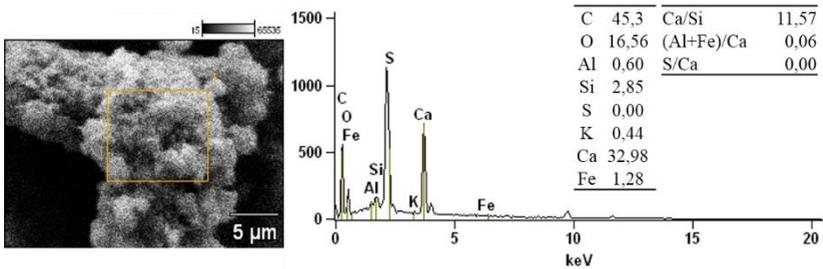
Além do C-S-H foram observados cristais de portlandita na pasta compactada com 10 MPa, aos 7 dias, crescendo no interior de um vazio (Figura IV.6). Foram obtidas as seguintes razões de massa atômica: Ca/Si igual a 20,47, (Al+Fe)/Ca igual a 0,01. É válido mencionar a alta concentração de potássio (7,81%).

Figura IV.6– EDS realizado em P10.T23.0H.7D. Identificação de portlandita.



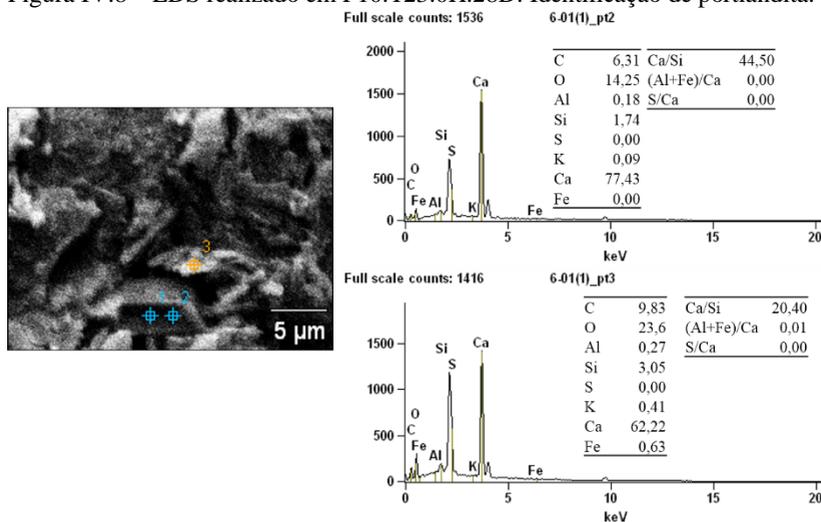
Outra morfologia de portlandita na amostra com 7 dias é reportada na Figura IV.7. São pequenos cristais com alta razão Ca/Si e (Al+Fe)/Ca, iguais à 11,57 e 0,06, respectivamente.

Figura IV.7 – EDS realizado em P10.T23.0H.7D. Identificação de portlandita.



Na amostra com 28 dias, foram observadas duas novas formações de portlandita (Figura). A primeira, prismática de maior dimensão, alta razão Ca/Si (44,50) e não foram detectados traços de Al, Fe, S. A segunda, também prismática, mas aparentemente com menor dimensão, razão atômica Ca/Si igual a 20,40, (Al+Fe)/Ca igual a 0,01.

Figura IV.8 – EDS realizado em P10.T23.0H.28D. Identificação de portlandita.



Assim como para a amostra compactada com 5 MPa aos 28 dias, a com 10 MPa de compactação apresenta um silicato de cálcio hidratado homogêneo e denso, como observado na Figura IV.9, razões atômicas de Ca/Si e (Al+Fe)/Ca iguais a 1,87 e 0,13, respectivamente (Figura IV.10).

Figura IV.9 – Microfotografias da superfície fraturada de P10.T23.0H.28D. (a) Ampliação de 300x. (b) Ampliação de 1.000x.

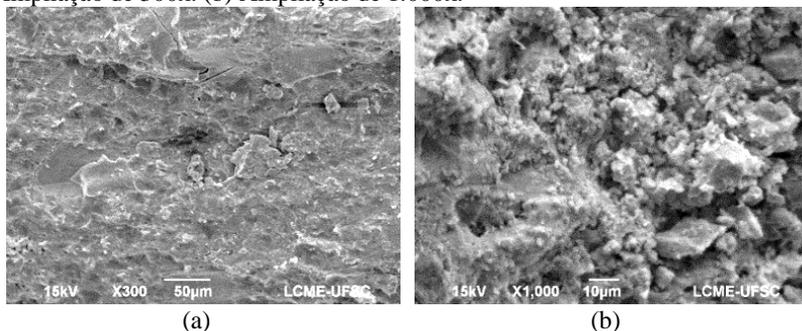
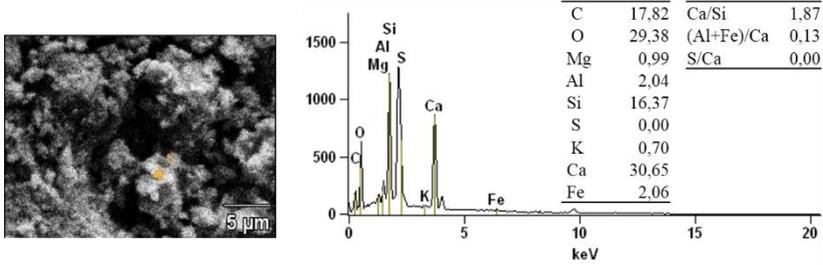


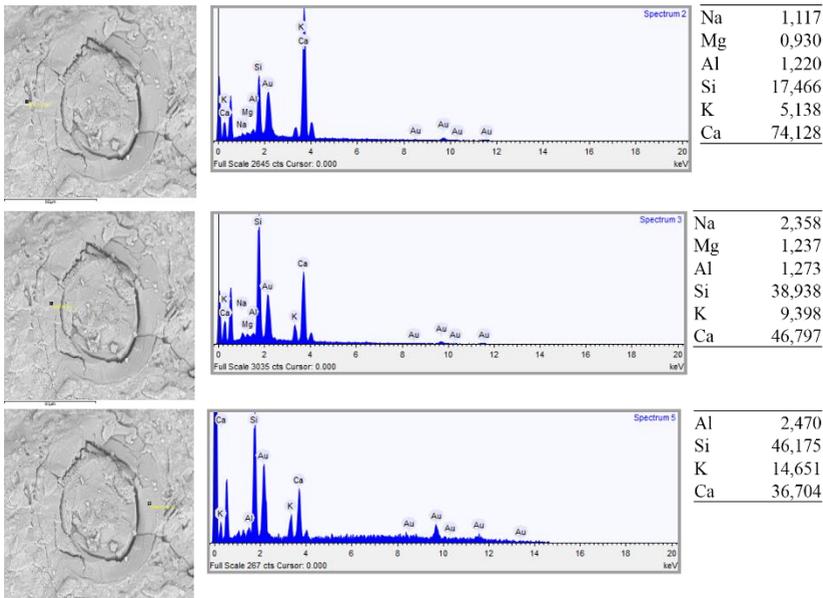
Figura IV.10 – EDS realizado em P10.T23.0H.28D. Identificação de C-S-H.



PRESENÇA DE AGLOMERADOS NÃO REAGIDOS

Pressão atmosférica

Figura IV.11 – EDS - AA-P0,1.T23.0H.28D.



Pressão de compactação de 5 MPa

Outro tipo de aglomerado é exibido na Figura . Devido à baixa relação Ca/Si e alta concentração de potássio (Figura IV.13), conclui-se tratar apenas de sílica ativa, devido à sua composição química.

Figura IV.12 – Microfotografias de um aglomerado em P5.T23.0H.28D. (a) Ampliação de 500x. (b) Ampliação de 2.000x.

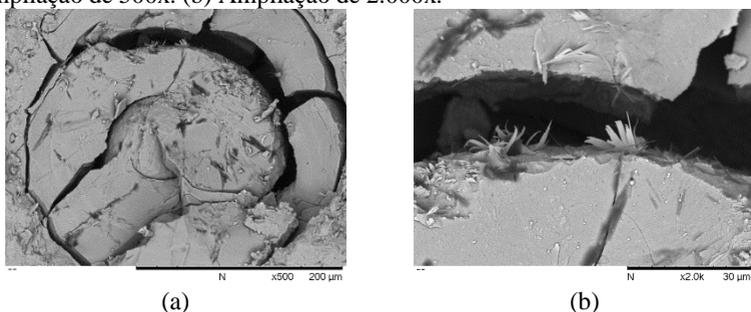
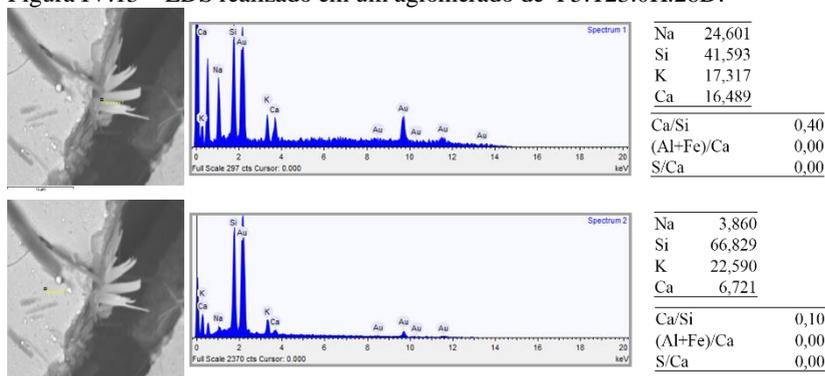
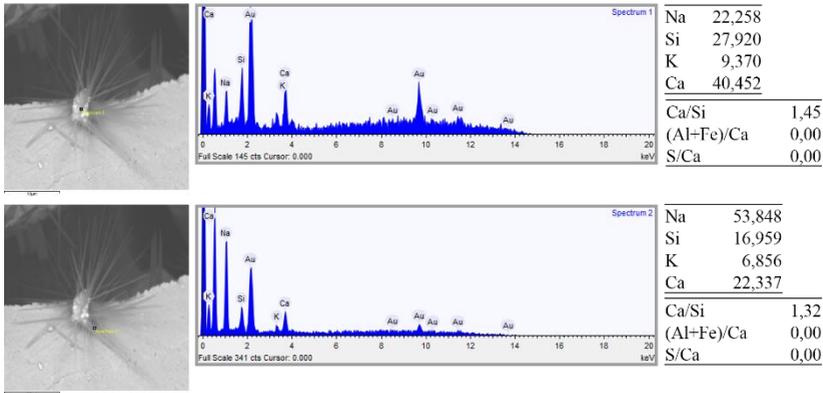


Figura IV.13 – EDS realizado em um aglomerado de P5.T23.0H.28D.



Na Figura IV.14 ilustra-se um diferente produto de hidratação acicular, que se formou na interface entre o aglomerado de sílica e a camada externa de C-S-H. Em função da sua composição química, pode ser classificado como C-S-H, porém sua morfologia não é convencional.

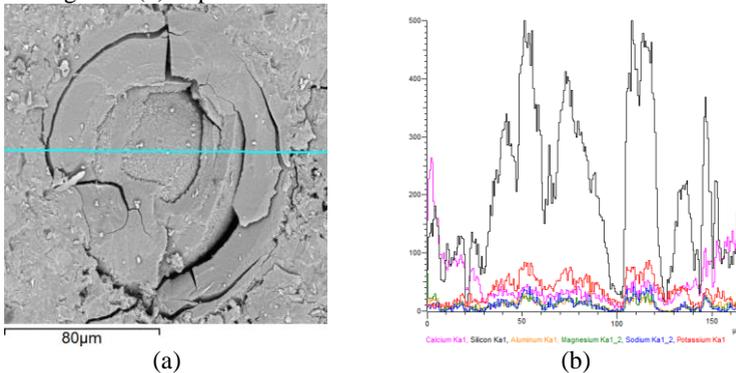
Figura IV.14 – EDS realizado em HH-P5.T23.0H.28D.



Pressão de compactação de 10 MPa

Assim como nas situações anteriores, o escaneamento em linha indica que no centro da imagem tem-se um aglomerado de sílica ativa, com camadas externas de C-S-H, com uma relação Ca/Si próxima de 1,00, sendo que a concentração de cálcio aumenta à medida que se afasta do aglomerado de OO, submetida à cura em temperatura ambiente (Figura IV.15).

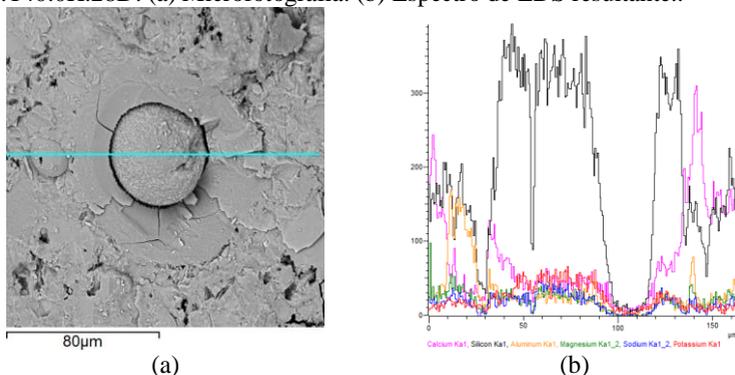
Figura IV.15 – Escaneamento em linha de aglomerado em P10.T23.0H.28D. (a) Microfotografia. (b) Espectro de EDS resultante.



A mesma tendência é observada na Figura IV.16, cuja amostra que foi submetida à cura térmica à 40°C, iniciada juntamente com a compactação de 10 MPa. É nítida a diferença entre um aglomerado de

sílica e um grão de cimento anidro. No cimento anidro, aumentou-se a contagem de Alumínio e o grão permanece bem aderido à matriz. No aglomerado de sílica, aumenta-se a contagem de potássio e observa-se tanto o C-S-H fibrilar depositado na superfície, como a camada externa fissurada e mais densa.

Figura IV.16 – Escaneamento em linha de aglomerado da amostra PP-P10.T40.0H.28D. (a) Microfotografia. (b) Espectro de EDS resultante..



A medida de EDS realizada pontualmente indica que grão de cimento com alta concentração de Si, Al, Ca, Fe (Figura IV.17). O aglomerado de sílica, por sua vez, é marcado pela concentração de K (Figura IV.18).

Figura IV.17 – EDS realizado no grão de cimento de PP-P10.T40.0H.28D.

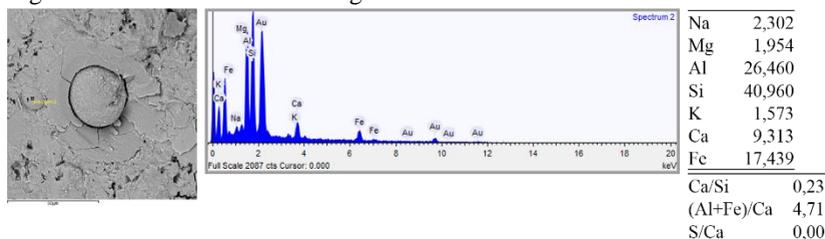
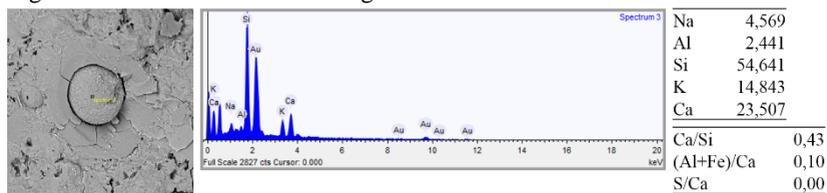


Figura IV.18 – EDS realizado no aglomerado de sílica de PP-P10.T40.0H.28D.



APÊNDICE V: RESULTADOS DE POROSIMETRIA

Tabela V.1 - Resultados de porosimetria de P0,1.T23.0H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (μm)	Porosidade (%, ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3531,270	353,133	0,000	0,000
6880,207	181,246	1,757	1,757
13676,051	91,182	2,431	0,674
27441,363	45,443	2,807	0,376
54940,964	22,697	3,061	0,254
110035,410	11,333	3,382	0,321
206527,567	6,038	3,691	0,309
405510,942	3,075	3,842	0,151
679223,252	1,836	3,944	0,102
888354,448	1,404	3,944	0,000
1162838,389	1,072	3,944	0,000
1502568,767	0,830	3,944	0,000
1981454,647	0,629	4,062	0,117
2547355,589	0,490	4,069	0,007
3309291,465	0,377	4,186	0,117
4328079,763	0,288	4,255	0,069
5615548,965	0,222	4,255	0,000
7310274,681	0,171	4,255	0,000
9482778,779	0,132	4,466	0,210
12337140,843	0,101	4,672	0,207
16053246,537	0,078	4,948	0,276
20875385,046	0,060	4,948	0,000
27127192,490	0,046	5,100	0,152
35271637,662	0,035	5,464	0,363
45849555,001	0,027	5,684	0,221
59615300,939	0,021	6,133	0,449
77506313,308	0,016	6,133	0,000
100765520,183	0,012	6,133	0,000
131000598,461	0,010	6,133	0,000
170322838,498	0,007	6,133	0,000
186137835,536	0,007	6,133	0,000
206827573,871	0,006	6,133	0,000
217168860,971	0,006	6,133	0,000
222340979,068	0,006	6,133	0,000
227513568,560	0,005	6,133	0,000

Tabela V.2 - Resultados de porosimetria de P5.T23.0H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (µm)	Porosidade (% , ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3524,563	353,805	0,000	0,000
7076,927	176,208	0,697	0,697
13864,411	89,943	0,987	0,289
27444,281	45,438	1,086	0,099
54947,977	22,694	1,151	0,066
109993,525	11,337	1,369	0,217
206590,322	6,036	1,500	0,132
403549,619	3,090	1,555	0,055
682241,234	1,828	1,653	0,098
884134,124	1,410	1,732	0,079
1160716,813	1,074	1,860	0,128
1513409,892	0,824	2,027	0,167
1958449,119	0,637	2,251	0,224
2545109,028	0,490	2,489	0,238
3306713,506	0,377	2,706	0,217
4312597,701	0,289	2,892	0,186
5612899,467	0,222	3,062	0,169
7292784,454	0,171	3,203	0,141
9505916,445	0,131	3,335	0,131
12337080,246	0,101	3,489	0,155
16050802,401	0,078	3,653	0,164
20862723,336	0,060	3,849	0,196
27126195,981	0,046	3,975	0,126
35267782,927	0,035	4,234	0,259
45850639,037	0,027	4,912	0,678
59614317,898	0,021	5,848	0,936
77497183,144	0,016	6,663	0,815
100769741,882	0,012	7,268	0,605
131000140,606	0,010	8,014	0,746
170319593,145	0,007	8,883	0,869
186138145,252	0,007	9,497	0,613
206827641,185	0,006	9,956	0,459
217167797,136	0,006	10,205	0,249
222338905,285	0,006	10,278	0,073
227513380,015	0,005	10,311	0,033

Tabela V.3 - Resultados de porosimetria de P10.T23.0H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (μm)	Porosidade (%, ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3524,563	353,805	0,000	0,000
7076,927	176,208	0,405	0,405
13864,411	89,943	0,640	0,235
27444,281	45,438	0,774	0,134
54947,977	22,694	0,894	0,120
109993,525	11,337	1,045	0,151
206590,322	6,036	1,198	0,154
403622,474	3,090	1,333	0,134
678579,236	1,838	1,494	0,162
883680,056	1,411	1,631	0,137
1159846,657	1,075	1,727	0,095
1495947,755	0,834	1,841	0,115
1958545,908	0,637	2,026	0,184
2544195,843	0,490	2,267	0,241
3308884,740	0,377	2,578	0,311
4329558,955	0,288	2,894	0,316
5601199,758	0,223	3,059	0,165
7291244,243	0,171	3,198	0,139
9496235,001	0,131	3,400	0,202
12346336,659	0,101	3,606	0,206
16049201,592	0,078	3,823	0,218
20860859,934	0,060	4,160	0,337
27129816,739	0,046	4,514	0,353
35268914,098	0,035	4,795	0,281
45854113,348	0,027	5,267	0,472
59612796,203	0,021	5,898	0,631
77502057,952	0,016	6,421	0,523
100769627,418	0,012	6,964	0,543
130995562,057	0,010	7,597	0,634
170323915,834	0,007	7,713	0,115
186137243,009	0,007	8,452	0,739
206823466,625	0,006	9,051	0,600
217170409,603	0,006	9,573	0,522
222345315,254	0,006	9,704	0,131
227513353,082	0,005	9,704	0,000

Tabela V.4 - Resultados de porosimetria de P10.T40.0H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (µm)	Porosidade (% , ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3536,397	352,621	0,000	0,000
6618,613	188,409	0,618	0,618
13695,224	91,054	0,872	0,254
27450,970	45,427	1,009	0,137
54886,129	22,720	1,101	0,093
110093,944	11,327	1,238	0,137
206585,903	6,036	1,372	0,134
403318,666	3,092	1,513	0,141
679129,882	1,836	1,686	0,173
885548,929	1,408	1,828	0,142
1159893,158	1,075	2,032	0,205
1512148,372	0,825	2,299	0,266
1954706,533	0,638	2,580	0,282
2542329,915	0,490	2,829	0,248
3308121,368	0,377	3,058	0,230
4314900,021	0,289	3,252	0,194
5602631,396	0,223	3,432	0,180
7293846,610	0,171	3,591	0,159
9481270,550	0,132	3,736	0,146
12341102,468	0,101	3,903	0,166
16052478,958	0,078	4,136	0,233
20857126,396	0,060	4,388	0,253
27137132,318	0,046	4,584	0,195
35270297,763	0,035	4,870	0,286
45853157,239	0,027	5,266	0,396
59609975,009	0,021	5,792	0,527
77499977,406	0,016	6,318	0,526
100768657,843	0,012	6,833	0,515
130994834,875	0,010	7,308	0,475
170325922,316	0,007	7,959	0,651
186139047,496	0,007	8,169	0,211
206828381,833	0,006	8,968	0,799
217169870,950	0,006	9,539	0,571
222345328,721	0,006	9,735	0,196
227513406,947	0,005	9,772	0,037

Tabela V.5 - Resultados de porosimetria de P10.T40.4H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (μm)	Porosidade (%, ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3536,397	352,621	0,000	0,000
6618,613	188,409	0,667	0,667
13695,224	91,054	0,991	0,324
27450,970	45,427	1,138	0,147
54886,129	22,720	1,236	0,098
110093,944	11,327	1,337	0,102
206585,903	6,036	1,447	0,109
407437,572	3,061	1,541	0,094
677810,919	1,840	1,653	0,112
884415,128	1,410	1,710	0,057
1168108,666	1,068	1,795	0,085
1496531,646	0,833	1,912	0,117
1948456,266	0,640	2,084	0,173
2543609,847	0,490	2,302	0,218
3309848,844	0,377	2,512	0,210
4315713,892	0,289	2,661	0,149
5605411,771	0,222	2,795	0,134
7289667,842	0,171	2,913	0,118
9491330,734	0,131	3,017	0,104
12345021,168	0,101	3,132	0,115
16051091,927	0,078	3,308	0,176
20858698,589	0,060	3,542	0,234
27130331,825	0,046	3,771	0,229
35267338,538	0,035	4,215	0,444
45851356,119	0,027	4,993	0,777
59613179,994	0,021	5,754	0,761
77501263,439	0,016	6,251	0,498
100776542,374	0,012	6,819	0,567
130997339,611	0,010	7,203	0,385
170318057,984	0,007	7,781	0,578
186136138,770	0,007	8,420	0,639
206827264,128	0,006	8,613	0,194
217169332,297	0,006	9,219	0,606
222340453,912	0,006	9,249	0,030
227511171,538	0,005	9,249	0,000

Tabela V.6 - Resultados de porosimetria de P10.T60.0H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (μm)	Porosidade (%, ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3526,075	353,653	0,000	0,000
6825,539	182,697	0,240	0,240
13719,171	90,895	0,359	0,119
27394,762	45,520	0,457	0,098
54894,115	22,717	0,590	0,133
110214,760	11,314	0,694	0,104
206562,179	6,037	0,798	0,104
403753,771	3,089	0,867	0,070
683487,342	1,824	0,914	0,047
886916,497	1,406	0,928	0,014
1160908,813	1,074	0,950	0,022
1503760,115	0,829	0,985	0,035
1962016,853	0,636	1,041	0,056
2543534,310	0,490	1,094	0,054
3312442,795	0,376	1,155	0,061
4316713,767	0,289	1,212	0,057
5603172,574	0,223	1,277	0,064
7299068,176	0,171	1,335	0,058
9499240,515	0,131	1,405	0,070
12343958,170	0,101	1,479	0,074
16052206,265	0,078	1,567	0,087
20864411,676	0,060	1,695	0,128
27131850,153	0,046	1,807	0,112
35270136,167	0,035	1,945	0,139
45852978,811	0,027	2,108	0,163
59615193,209	0,021	2,212	0,103
77503411,318	0,016	2,405	0,193
100774091,504	0,012	2,597	0,192
130995817,917	0,010	2,790	0,193
170319902,870	0,007	3,034	0,244
186137269,941	0,007	3,213	0,179
206827506,522	0,006	3,265	0,052
217171971,696	0,006	3,373	0,108
222341665,881	0,006	3,506	0,133
227512976,025	0,005	3,507	0,000

Tabela V.7 - Resultados de porosimetria de P10.T60.4H.28D.

Pressão (Pa)	Diâmetro (μm)	Porosidade (%, ml/ml)	Incremento de porosidade (%)
3526,075	353,653	0,000	0,000
6825,539	182,697	0,229	0,229
13719,171	90,895	0,349	0,120
27394,762	45,520	0,442	0,093
54894,115	22,717	0,508	0,066
110214,760	11,314	0,606	0,098
206562,179	6,037	0,718	0,112
405376,173	3,076	0,767	0,049
677793,508	1,840	0,828	0,061
886204,886	1,407	0,847	0,019
1166382,347	1,069	0,895	0,048
1499581,768	0,832	0,987	0,092
1961550,371	0,636	1,024	0,037
2543246,467	0,490	1,152	0,128
3309898,291	0,377	1,274	0,122
4320305,487	0,289	1,442	0,168
5605033,872	0,222	1,578	0,135
7305505,920	0,171	1,706	0,128
9491523,471	0,131	1,778	0,073
12340159,826	0,101	1,899	0,121
16050305,830	0,078	1,978	0,079
20865972,086	0,060	2,076	0,097
27128463,373	0,046	2,222	0,147
35270738,785	0,035	2,222	0,000
45851214,722	0,027	2,948	0,726
59610123,138	0,021	2,948	0,000
77505370,668	0,016	3,209	0,261
100771485,770	0,012	3,367	0,157
130998753,575	0,010	3,473	0,106
170323390,648	0,007	3,544	0,071
186142104,351	0,007	3,574	0,030
206825904,030	0,006	3,574	0,000
217170396,136	0,006	3,574	0,000
222346742,685	0,006	3,574	0,000
227515130,636	0,005	3,574	0,000

APÊNDICE VI: RESULTADOS DE TERMOGRAVIMETRIA

São apresentadas as curvas de perda de massa (TG) e a derivada da perda de massa (DTG) de todas as amostras analisadas. Adicionalmente, foram tabulados as informações de cada fase detectada na análise: temperatura de decomposição, perda de massa em relação à massa residual, fator estequiométrico, teor. O grau de hidratação foi calculado com base no teor de água não evaporável.

Foram adotadas as siglas: ANE (água não evaporável), AC (água combinada nos hidratos), HC (hidróxido de cálcio), FC (fases carbonáticas), C(HC) (carbonato proveniente do hidróxido de cálcio).

Figura VI.1 - Curva de termogravimetria do cimento anidro.

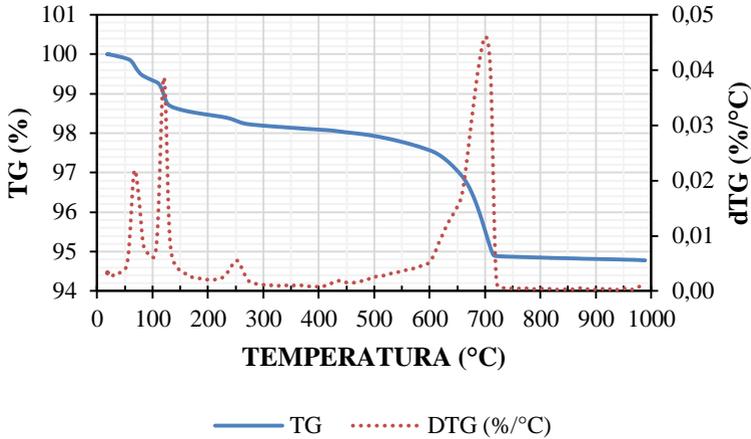


Tabela VI.1 - Dados de perda de massa do cimento anidro.

	ANE	AC	CH	FC
Massa da amostra (mg)		20,39		
Massa residual (mg)		19,33		
Perda de massa (mg)	0,92	0,39	0,03	0,63
Perda de massa (%)	4,77	1,99	0,17	3,25
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27
Teor (%)	4,77	1,99	0,70	7,39

Destacam-se 4 perdas de massa, evidenciadas pela curva derivada da perda de massa (dTG). Até 100°C, a perda de massa é decorrente da desidratação do C-S-H¹⁵ (TAYLOR, 1997; DWECK, *et al.*, 2002; WONGKEO, *et al.*, 2013). Entre 100 e 200°C ocorre a decomposição do gesso e próximo aos 250°C tem-se a decomposição da singenita (KOSMATKA; WILSON, 2011; SVINNING; HOSKULDSSON; JUSTNES, 2008). Após 600°C registra-se a decomposição do carbonto de cálcio (HOPPE FILHO, 2008; DWECK, *et al.*, 2002; WONGKEO, *et al.*, 2013).

¹⁵ De acordo com Taylor (1997) a desidratação da tobermorita ocorre há 55°C, enquanto a jenita ocorre entre 70°C e 90°C. Porém, na análise de difratometria do cimento, não foram detectados picos relacionados aos produtos cristalinos.

Figura VI.2 - Curva de termogravimetria da amostra A-P0,1.T23.0H.7D.

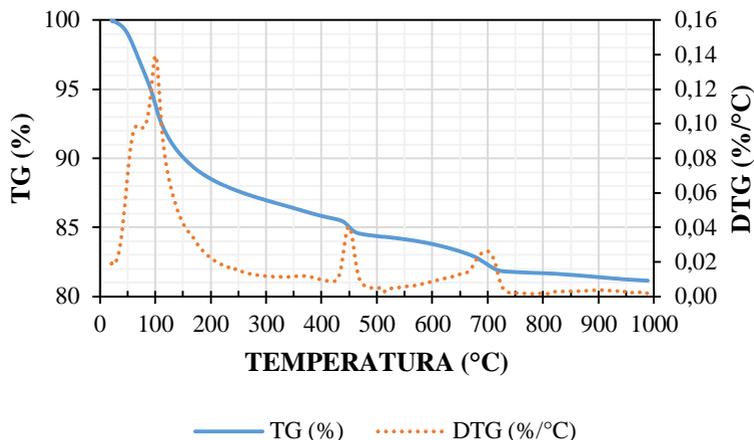


Tabela VI.2 - Dados de produtos hidratados da amostra A-P0,1.T23.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		100,65	449,54	698,88	698,88
Massa da amostra (mg)			21,84		
Massa residual (mg)			17,72		
Perda de massa (mg)	2,64	3,09	0,32	0,59	0,59
Perda de massa (%)	14,88	17,46	1,80	3,31	3,31
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	14,88	17,46	5,59	1,96	5,57
Grau de hidratação (%)			48,67		

Figura VI.3 - Curva de termogravimetria da amostra AA-P0,1.T23.0H.28D.

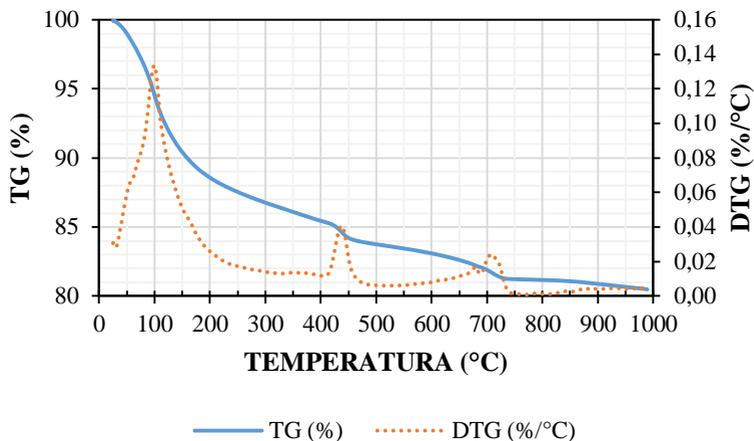


Tabela VI.3 - Dados de produtos hidratados da amostra AA-P0,1.T23.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		99,62	437,37	709,21	698,88
Massa da amostra (mg)			21,02		
Massa residual (mg)			16,92		
Perda de massa (mg)	2,95	3,06	0,36	0,54	0,54
Perda de massa (%)	17,43	18,08	2,11	3,21	3,21
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	17,43	18,08	6,69	1,90	5,40
Grau de hidratação (%)			59,73		

Figura VI.4 - Curva de termogravimetria da amostra B-P0,1.T40.0H.7D.

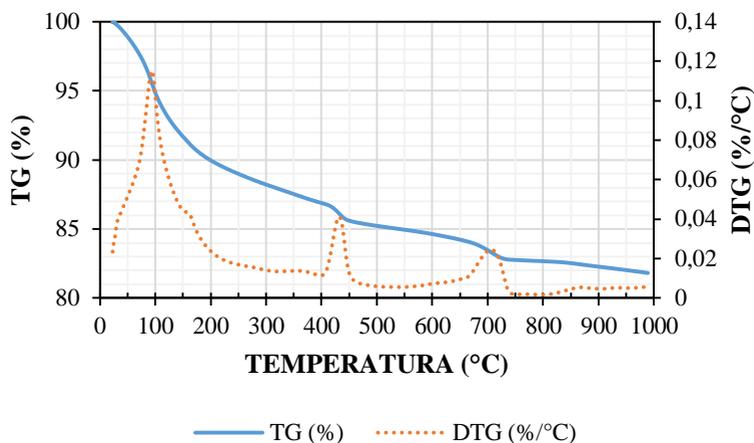


Tabela VI.4 - Dados de produtos hidratados da amostra B-P0,1.T40.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,94	431,91	706,47	698,88
Massa da amostra (mg)			21,29		
Massa residual (mg)			17,42		
Perda de massa (mg)	2,67	2,79	0,35	0,54	0,54
Perda de massa (%)	15,36	16,03	2,03	3,13	3,13
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	15,36	16,03	6,20	1,85	5,26
Grau de hidratação (%)			51,10		

Figura VI.5 - Curva de termogravimetria da amostra BB-P0,1.T40.0H.28D.

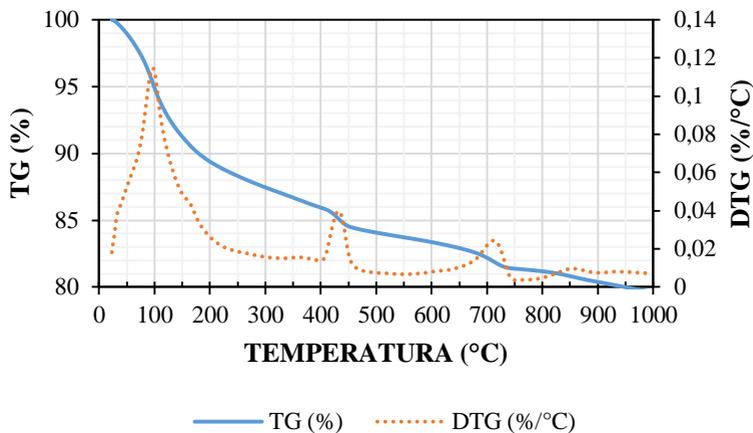


Tabela VI.5 - Dados de produtos hidratados da amostra BB-P0,1.T40.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		96,59	431,88	711,90	698,88
Massa da amostra (mg)			21,73		
Massa residual (mg)			17,31		
Perda de massa (mg)	3,19	3,05	0,41	0,63	0,63
Perda de massa (%)	18,42	17,64	2,35	3,63	3,63
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	18,42	17,64	8,37	2,15	6,11
Grau de hidratação (%)			61,69		

Figura VI.6 - Curva de termogravimetria da amostra D-P0,1.T40.4H.7D.

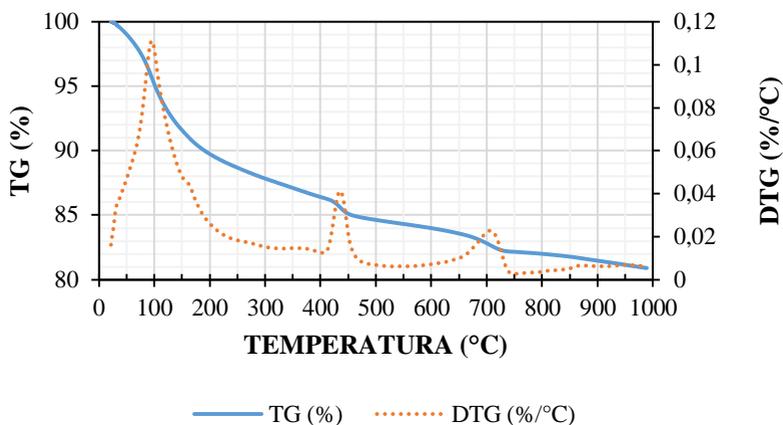


Tabela VI.6 - Dados de produtos hidratados da amostra D-P0,1.T40.4H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		96,01	447,76	695,94	698,88
Massa da amostra (mg)			19,95		
Massa residual (mg)			16,56		
Perda de massa (mg)	2,33	2,50	0,33	0,47	0,47
Perda de massa (%)	14,05	15,08	1,98	2,83	2,83
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	14,05	15,08	5,50	1,67	4,76
Grau de hidratação (%)			49,20		

Figura VI.7 - Curva de termogravimetria da amostra DD-P0,1.T40.4H.28D.

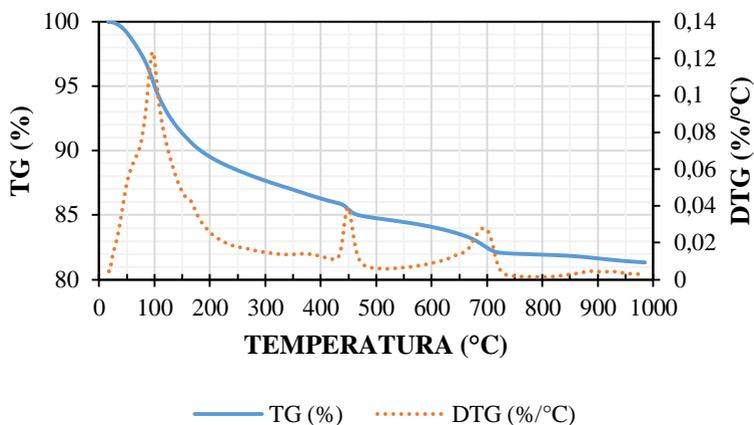


Tabela VI.7 - Dados de produtos hidratados da amostra DD-P0,1.T40.4H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		96,58	448,97	694,93	698,88
Massa da amostra (mg)			19,02		
Massa residual (mg)			15,47		
Perda de massa (mg)	2,50	2,61	0,29	0,54	0,54
Perda de massa (%)	16,14	16,86	1,88	3,48	3,48
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	16,14	16,86	6,18	2,06	5,86
Grau de hidratação (%)			60,47		

Figura VI.8 - Curva de termogravimetria da amostra E-P0,1.T60.0H.7D.

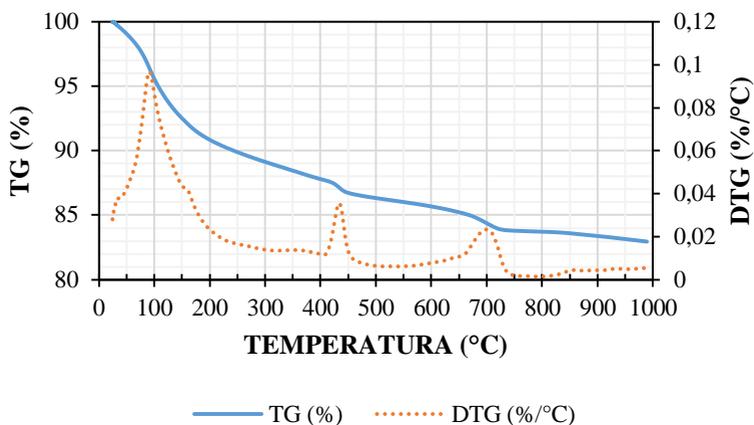


Tabela VI.8 - Dados de produtos hidratados da amostra E-P0,1.T60.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		91,42	433,50	701,03	698,88
Massa da amostra (mg)			17,99		
Massa residual (mg)			14,92		
Perda de massa (mg)	2,20	2,20	0,26	0,47	0,47
Perda de massa (%)	14,74	14,71	1,77	3,15	3,15
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	14,74	14,71	5,20	1,86	5,30
Grau de hidratação (%)			57,27		

Figura VI.9 - Curva de termogravimetria da amostra EE-P0,1.T60.0H.28D.

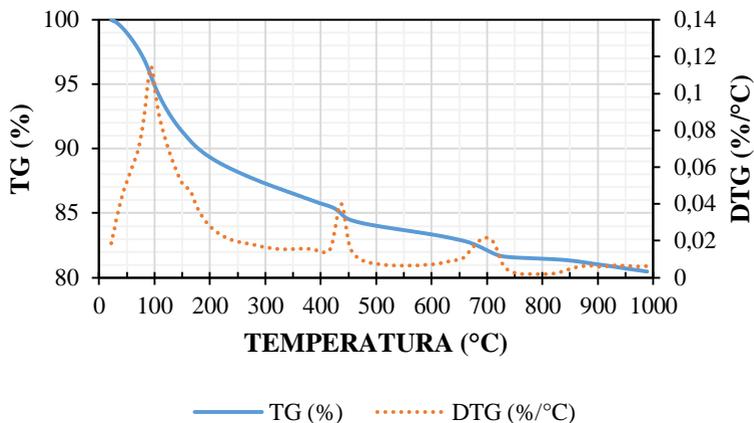


Tabela VI.9 - Dados de produtos hidratados da amostra EE-P0,1.T60.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,50	436,72	697,70	698,88
Massa da amostra (mg)			19,16		
Massa residual (mg)			15,42		
Perda de massa (mg)	2,67	2,73	0,33	0,49	0,49
Perda de massa (%)	17,33	17,71	2,15	3,18	3,18
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	17,33	17,71	6,79	1,88	5,35
Grau de hidratação (%)			65,16		

Figura VI.10 - Curva de termogravimetria da amostra G-P0,1.T60.4H.7D.

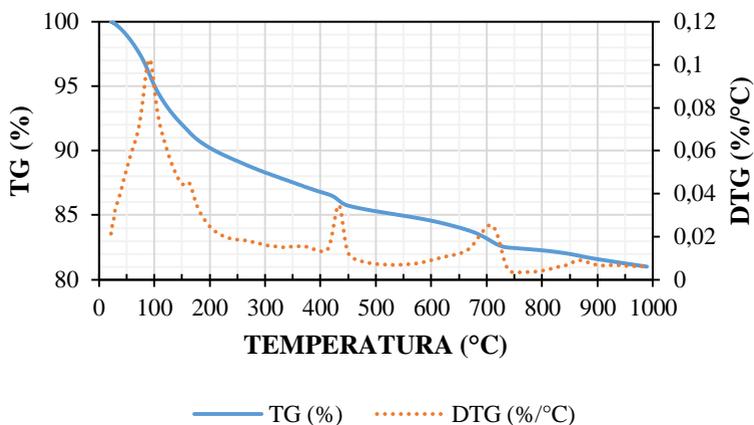


Tabela VI.10 - Dados de produtos hidratados da amostra G-P0,1.T60.4H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		91,49	432,84	707,74	698,88
Massa da amostra (mg)			19,01		
Massa residual (mg)			15,4		
Perda de massa (mg)	2,59	2,51	0,28	0,58	0,58
Perda de massa (%)	16,82	16,29	1,85	3,74	3,74
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	16,82	16,29	6,50	2,21	6,30
Grau de hidratação (%)			63,30		

Figura VI.11 - Curva de termogravimetria da amostra GG-P0,1.T60.4H.28D.

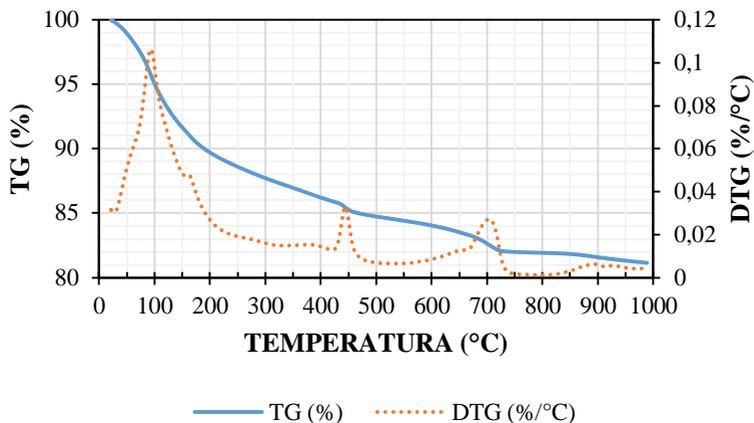


Tabela VI.11 - Dados de produtos hidratados da amostra GG-P0,1.T60.4H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,35	444,25	703,50	698,88
Massa da amostra (mg)			19,62		
Massa residual (mg)			15,92		
Perda de massa (mg)	2,63	2,71	0,29	0,55	0,55
Perda de massa (%)	16,54	17,00	1,81	3,48	3,48
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	16,54	17,00	5,88	2,05	5,85
Grau de hidratação (%)			60,22		

Figura VI.12 - Curva de termogravimetria da amostra H-P5.T23.0H.7D.

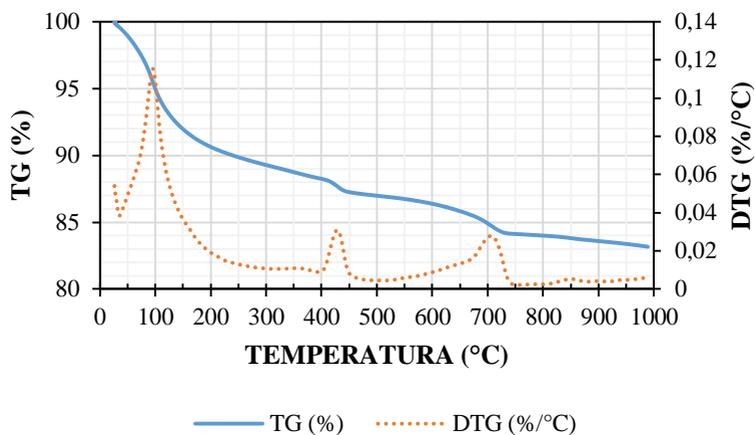


Tabela VI.12 - Dados de produtos hidratados da amostra H-P5.T23.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		95,76	428,47	706,25	698,88
Massa da amostra (mg)			20,84		
Massa residual (mg)			17,33		
Perda de massa (mg)	2,36	2,45	0,26	0,62	0,62
Perda de massa (%)	13,64	14,12	1,52	3,59	3,59
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	13,64	14,12	4,89	2,12	6,04
Grau de hidratação (%)			45,64		

Figura VI.13 - Curva de termogravimetria da amostra HH-P5.T23.0H.28D.

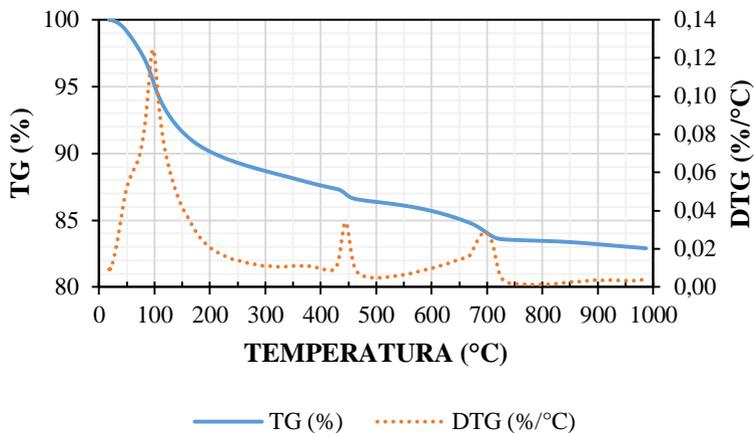


Tabela VI.13 - Dados de produtos hidratados da amostra HH-P5.T23.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		97,21	444,80	696,20	698,88
Massa da amostra (mg)			18,70		
Massa residual (mg)			15,5		
Perda de massa (mg)	2,18	2,32	0,23	0,55	0,55
Perda de massa (%)	14,03	14,94	1,48	3,52	3,52
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	14,03	14,94	4,63	2,08	5,92
Grau de hidratação (%)			52,49		

Figura VI.14 - Curva de termogravimetria da amostra I-P5.T40.0H.7D.

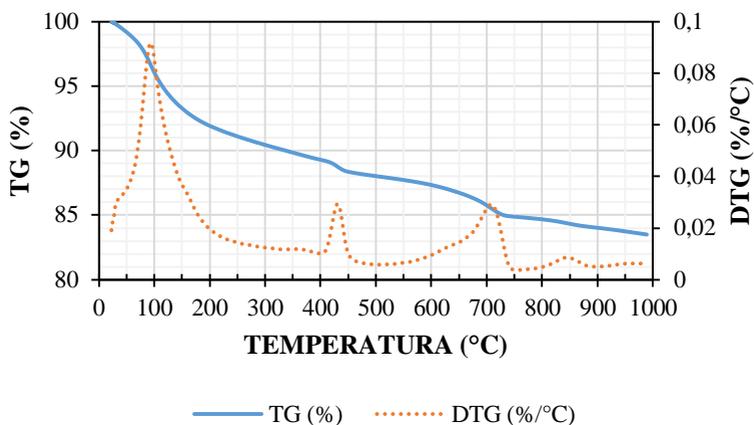


Tabela VI.14- Dados de produtos hidratados da amostra I-P5.T40.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,48	431,12	708,24	698,88
Massa da amostra (mg)			20,88		
Massa residual (mg)			17,43		
Perda de massa (mg)	2,54	2,23	0,26	0,70	0,70
Perda de massa (%)	14,59	12,82	1,52	4,02	4,02
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	14,59	12,82	5,61	2,37	6,76
Grau de hidratação (%)			48,52		

Figura VI.15 - Curva de termogravimetria da amostra II-P5.T40.0H.28D.

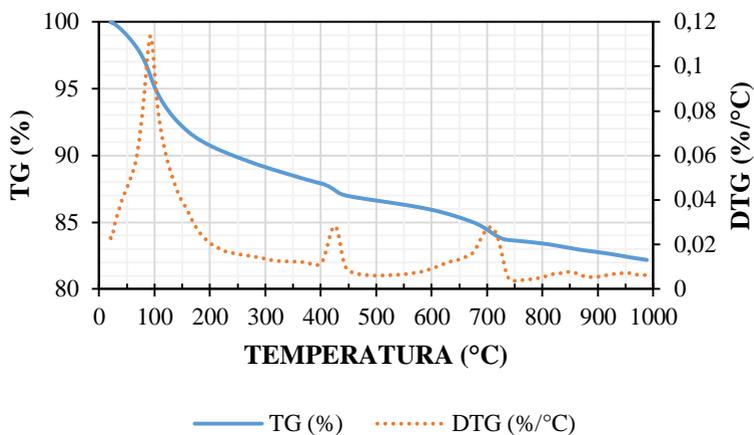


Tabela VI.15 - Dados de produtos hidratados da amostra II-P5.T40.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,15	425,18	707,13	698,88
Massa da amostra (mg)			19,44		
Massa residual (mg)			15,98		
Perda de massa (mg)	2,43	2,35	0,25	0,63	0,63
Perda de massa (%)	15,20	14,71	1,56	3,91	3,91
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	15,20	14,71	5,59	2,31	6,58
Grau de hidratação (%)			55,13		

Figura VI.16 - Curva de termogravimetria da amostra K-P5.T40.4H.7D.

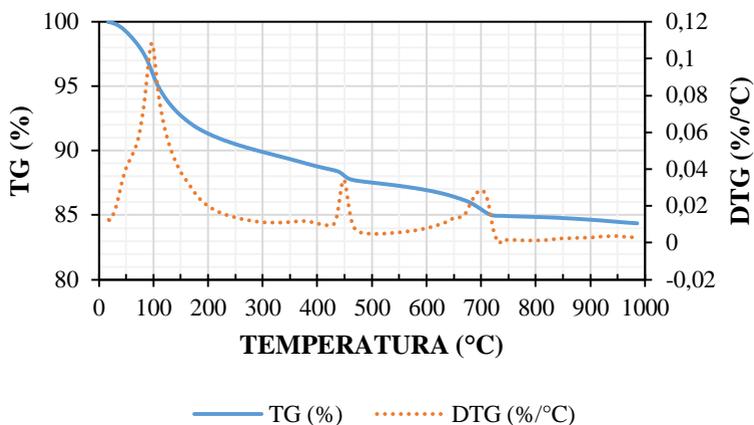


Tabela VI.16 - Dados de produtos hidratados da amostra K-P5.T40.4H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		99,17	448,26	700,96	698,88
Massa da amostra (mg)			21,43		
Massa residual (mg)			18,08		
Perda de massa (mg)	2,35	2,40	0,27	0,57	0,57
Perda de massa (%)	12,99	13,30	1,49	3,16	3,16
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,99	13,30	4,04	1,87	5,32
Grau de hidratação (%)			41,64		

Figura VI.17 - Curva de termogravimetria da amostra KK-P5.T40.4H.28D.

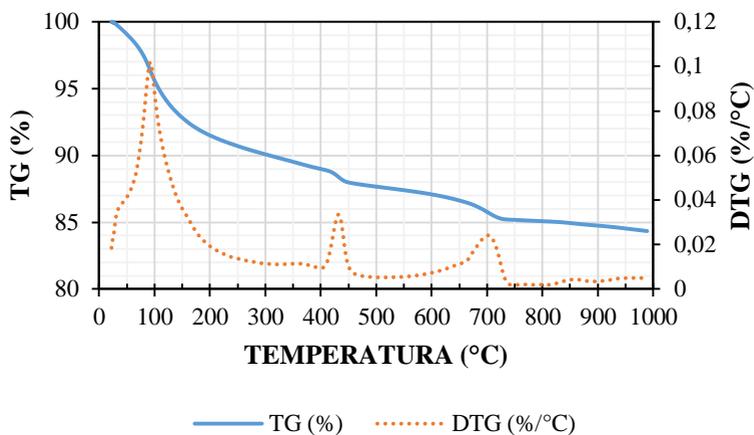


Tabela VI.17- Dados de produtos hidratados da amostra KK-P5.T40.4H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		92,51	432,13	702,65	698,88
Massa da amostra (mg)			19,18		
Massa residual (mg)			16,18		
Perda de massa (mg)	2,08	2,11	0,25	0,50	0,50
Perda de massa (%)	12,84	13,05	1,57	3,07	3,07
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,84	13,05	4,21	1,81	5,16
Grau de hidratação (%)			45,99		

Figura VI.18 - Curva de termogravimetria da amostra L-P5.T60.0H.7D.

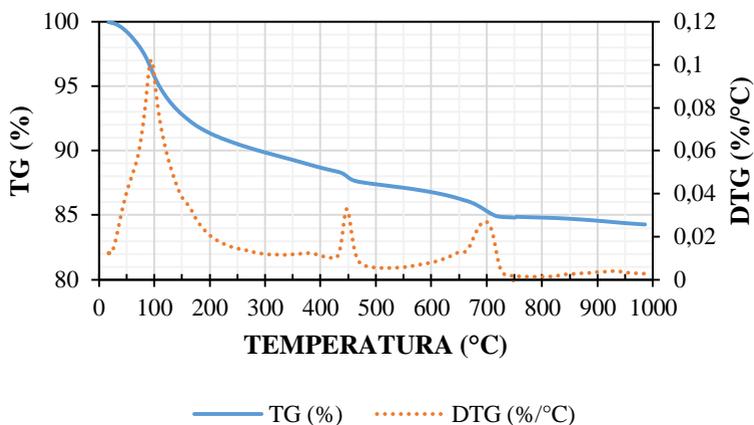


Tabela VI.18 - Dados de produtos hidratados da amostra L-P5.T60.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,15	425,18	707,13	698,88
Massa da amostra (mg)			21,71		
Massa residual (mg)			18,29		
Perda de massa (mg)	2,40	2,46	0,28	0,56	0,56
Perda de massa (%)	13,14	13,43	1,53	3,07	3,07
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	13,14	13,43	4,07	1,81	5,16
Grau de hidratação (%)			41,64		

Figura VI.19 - Curva de termogravimetria da amostra LL-P5.T60.0H.28D.

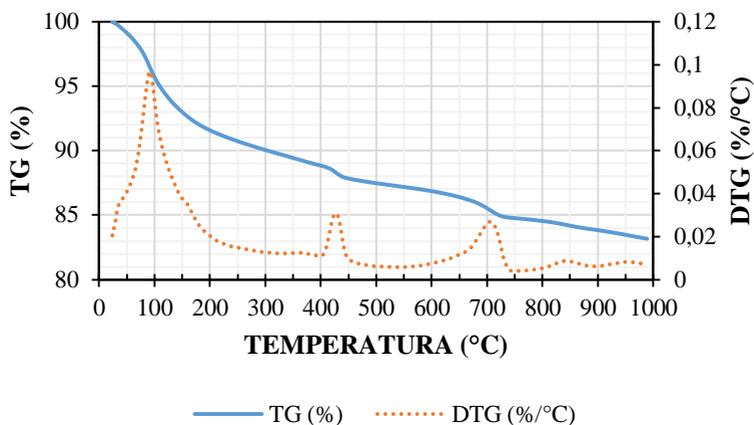


Tabela VI.19 - Dados de produtos hidratados da amostra LL-P5.T60.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		91,59	426,89	706,36	698,88
Massa da amostra (mg)			19,51		
Massa residual (mg)			16,23		
Perda de massa (mg)	2,36	2,18	0,27	0,57	0,57
Perda de massa (%)	14,56	13,41	1,64	3,53	3,53
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	14,56	13,41	4,07	2,09	5,93
Grau de hidratação (%)			52,00		

Figura VI.20 - Curva de termogravimetria da amostra N-P5.T60.4H.7D.

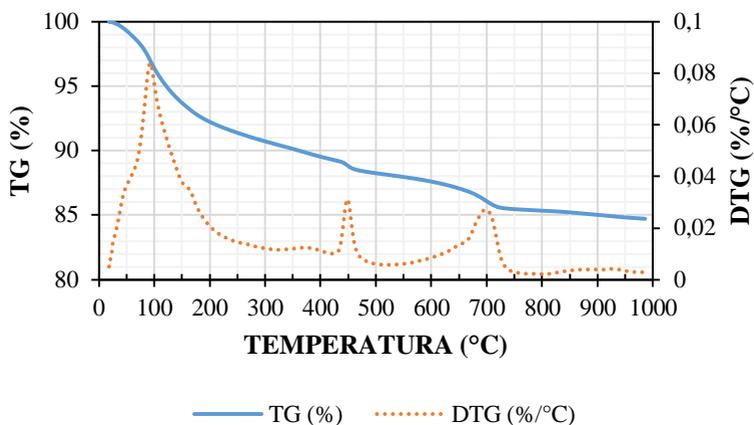


Tabela VI.20 - Dados de produtos hidratados da amostra N-P5.T60.4H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		92,86	448,44	698,68	698,88
Massa da amostra (mg)			20,26		
Massa residual (mg)			17,16		
Perda de massa (mg)	2,30	2,12	0,26	0,59	0,59
Perda de massa (%)	13,38	12,36	1,51	3,43	3,43
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	13,38	12,36	4,59	2,03	5,77
Grau de hidratação (%)			45,22		

Figura VI.21 - Curva de termogravimetria da amostra NN-P5.T60.4H.28D.

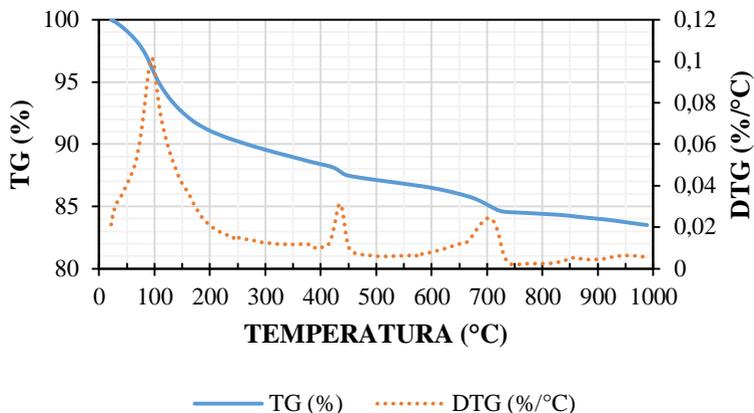


Tabela VI.21 - Dados de produtos hidratados da amostra NN-P5.T60.4H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		95,44	434,64	703,96	698,88
Massa da amostra (mg)			20,02		
Massa residual (mg)			16,72		
Perda de massa (mg)	2,34	2,32	0,25	0,55	0,55
Perda de massa (%)	13,99	13,90	1,52	3,26	3,26
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	13,99	13,90	4,35	1,93	5,49
Grau de hidratação (%)			48,52		

Figura VI.22 - Curva de termogravimetria da amostra O-P10.T23.0H.7D.

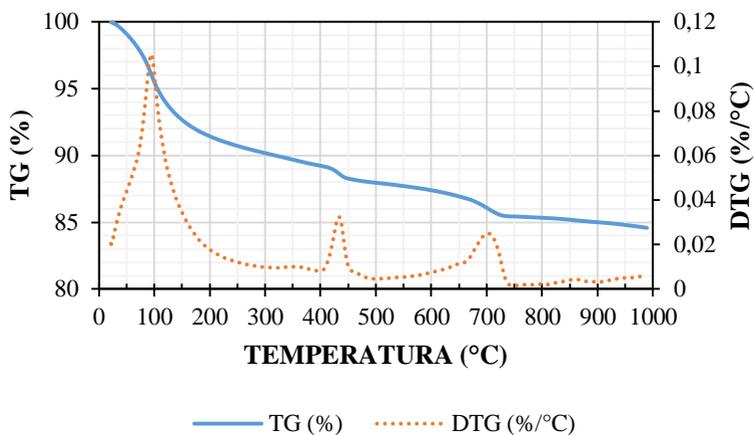


Tabela VI.22 - Dados de produtos hidratados da amostra O-P10.T23.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		94,57	433,48	701,81	698,88
Massa da amostra (mg)			20,24		
Massa residual (mg)			17,12		
Perda de massa (mg)	2,12	2,18	0,26	0,53	0,53
Perda de massa (%)	12,39	12,73	1,51	3,10	3,10
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,39	12,73	4,01	1,83	5,21
Grau de hidratação (%)			41,94		

Figura VI.23 - Curva de termogravimetria da amostra OO-P10.T23.0H.28D.

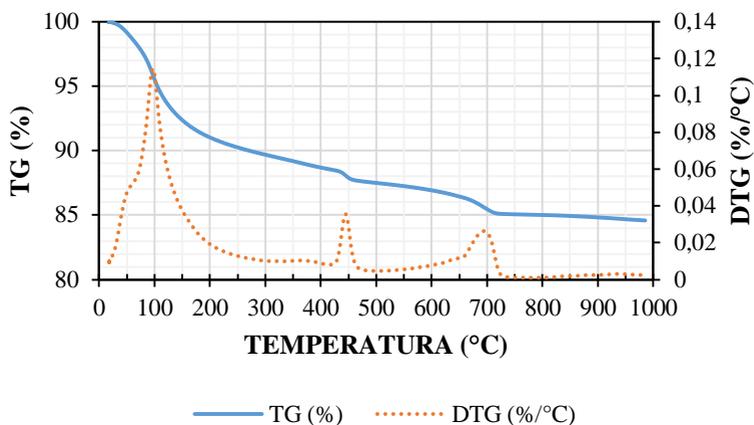


Tabela VI.23 - Dados de produtos hidratados da amostra OO-P10.T23.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		97,18	444,80	694,51	698,88
Massa da amostra (mg)			19,93		
Massa residual (mg)			16,86		
Perda de massa (mg)	2,07	2,25	0,24	0,50	0,50
Perda de massa (%)	12,30	13,37	1,41	2,94	2,94
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,30	13,37	3,34	1,74	4,95
Grau de hidratação (%)			42,31		

Figura VI.24 - Curva de termogravimetria da amostra P-P10.T40.0H.7D.

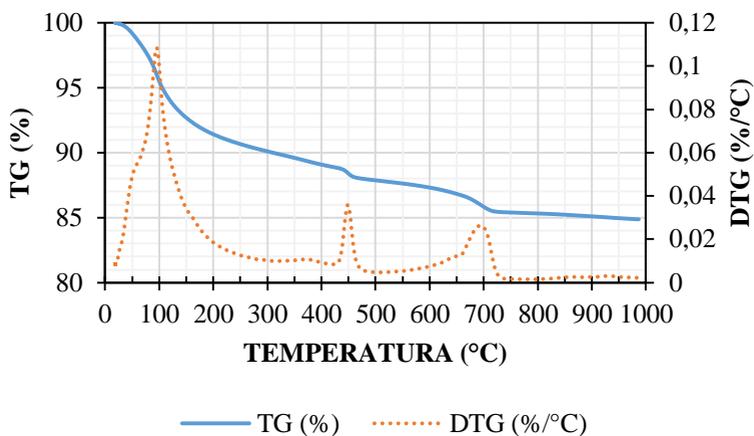


Tabela VI.24 - Dados de produtos hidratados da amostra P-P10.T40.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		95,38	448,77	695,11	698,88
Massa da amostra (mg)			19,82		
Massa residual (mg)			16,82		
Perda de massa (mg)	2,02	2,16	0,24	0,51	0,51
Perda de massa (%)	12,02	12,86	1,43	3,01	3,01
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,02	12,86	3,54	1,78	5,06
Grau de hidratação (%)			41,42		

Figura VI.25 - Curva de termogravimetria da amostra PP-P10.T40.0H.28D.

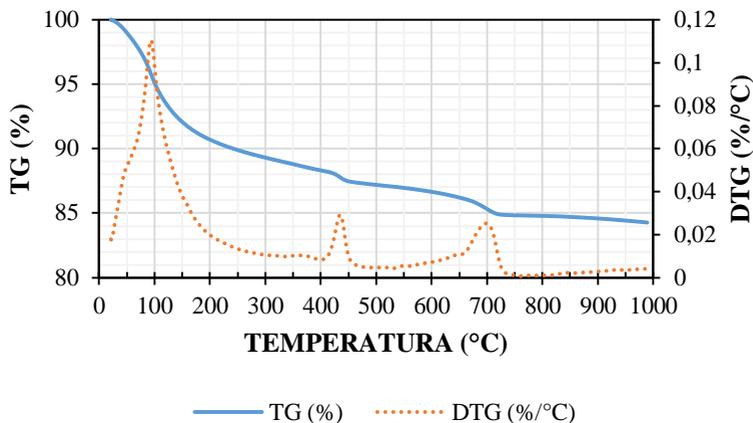


Tabela VI.25 - Dados de produtos hidratados da amostra PP-P10.T40.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		93,60	435,04	698,24	698,88
Massa da amostra (mg)			19,51		
Massa residual (mg)			16,44		
Perda de massa (mg)	2,03	2,28	0,22	0,47	0,47
Perda de massa (%)	12,33	13,87	1,33	2,86	2,86
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,33	13,87	2,90	1,69	4,81
Grau de hidratação (%)			43,49		

Figura VI.26 - Curva de termogravimetria da amostra R-P10.T40.4H.7D.

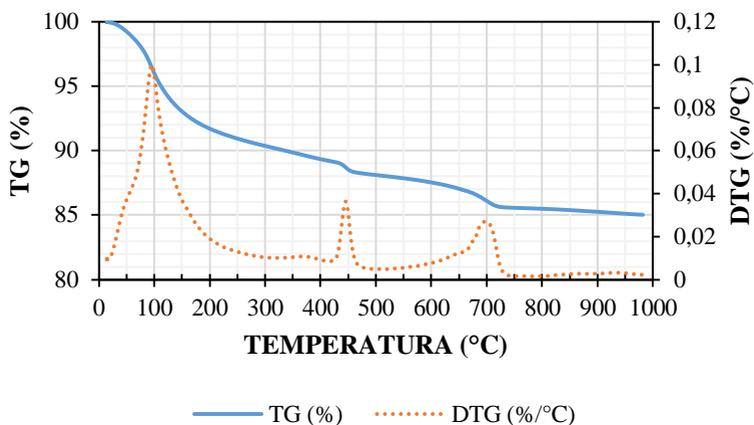


Tabela VI.26 - Dados de produtos hidratados da amostra R-P10.T40.4H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		95,67	445,52	698,74	698,88
Massa da amostra (mg)			21,17		
Massa residual (mg)			18,00		
Perda de massa (mg)	2,23	2,26	0,26	0,55	0,55
Perda de massa (%)	12,37	12,53	1,45	3,08	3,08
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,37	12,53	3,75	1,82	5,18
Grau de hidratação (%)			39,84		

Figura VI.27 - Curva de termogravimetria da amostra RR-P10.T40.4H.28D.

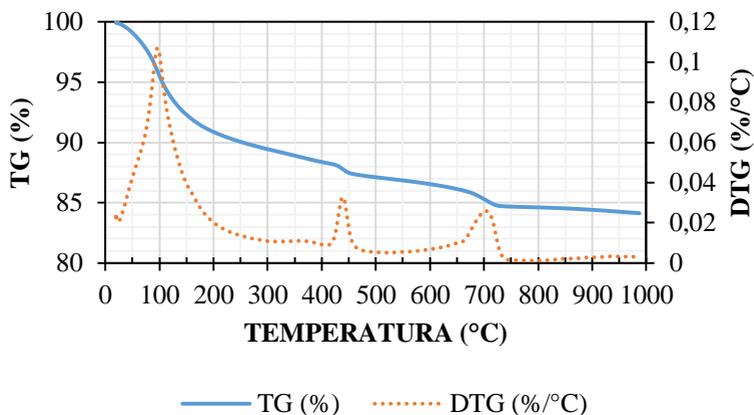


Tabela VI.27 - Dados de produtos hidratados da amostra RR-P10.T40.4H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		96,41	438,78	703,83	698,88
Massa da amostra (mg)			21,43		
Massa residual (mg)			18,03		
Perda de massa (mg)	2,33	2,49	0,27	0,54	0,54
Perda de massa (%)	12,94	13,81	1,50	2,97	2,97
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,94	13,81	3,79	1,76	5,00
Grau de hidratação (%)			41,59		

Figura VI.28 - Curva de termogravimetria da amostra S-P10.T60.0H.7D.

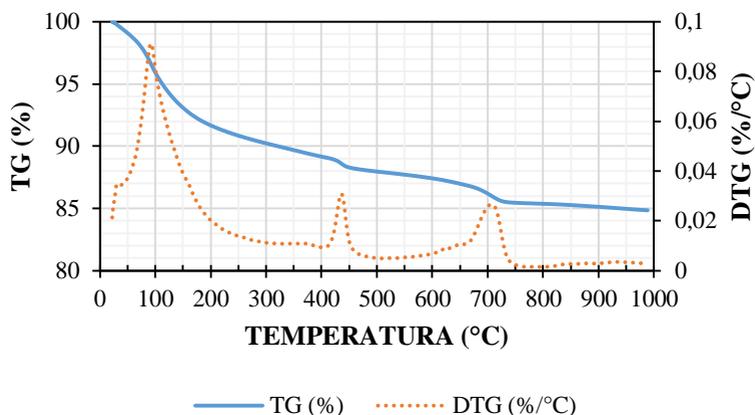


Tabela VI.28 - Dados de produtos hidratados da amostra S-P10.T60.0H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		92,15	435,97	707,24	698,88
Massa da amostra (mg)			21,83		
Massa residual (mg)			18,52		
Perda de massa (mg)	2,34	2,37	0,26	0,57	0,57
Perda de massa (%)	12,64	12,77	1,42	3,06	3,06
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,64	12,77	3,58	1,81	5,14
Grau de hidratação (%)			39,57		

Figura VI.29 - Curva de termogravimetria da amostra SS-P10.T60.0H.28D.

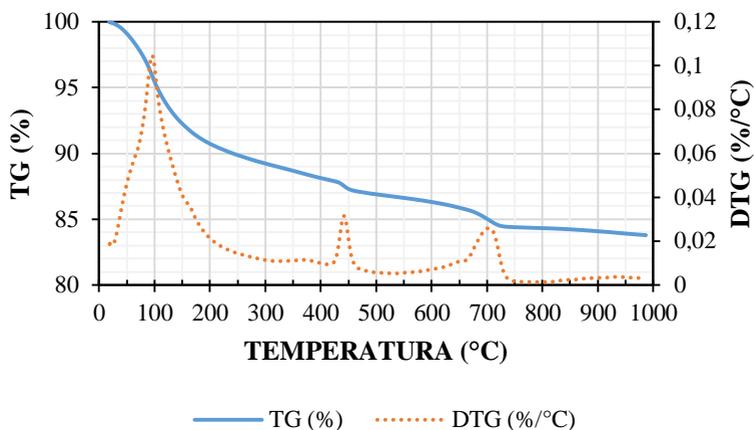


Tabela VI.29 - Dados de produtos hidratados da amostra SS-P10.T60.0H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		95,70	441,88	703,22	698,88
Massa da amostra (mg)			22,99		
Massa residual (mg)			19,26		
Perda de massa (mg)	2,58	2,73	0,28	0,59	0,59
Perda de massa (%)	13,38	14,17	1,47	3,07	3,07
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	13,38	14,17	3,83	1,81	5,16
Grau de hidratação (%)			40,28		

Figura VI.30 - Curva de termogravimetria da amostra U-P10.T60.4H.7D.

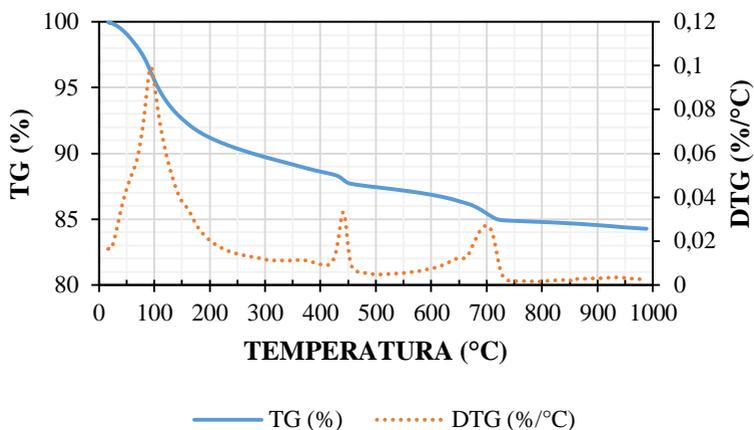


Tabela VI.30 - Dados de produtos hidratados da amostra U-P10.T60.4H.7D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		94,22	441,14	699,54	698,88
Massa da amostra (mg)			19,69		
Massa residual (mg)			16,59		
Perda de massa (mg)	2,14	2,24	0,23	0,52	0,52
Perda de massa (%)	12,92	13,51	1,40	3,14	3,14
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	12,92	13,51	3,65	1,86	5,28
Grau de hidratação (%)			45,15		

Figura VI.31 - Curva de termogravimetria da amostra UU-P10.T60.4H.28D.

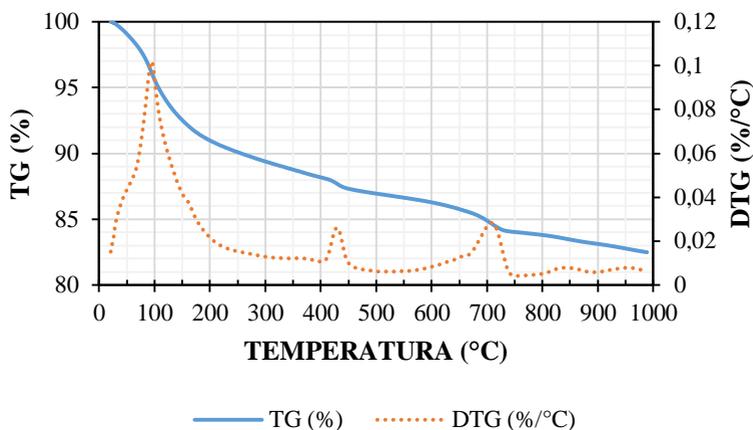


Tabela VI.32 - Dados de produtos hidratados da amostra UU-P10.T60.4H.28D.

	ANE	AC	CH	FC	C(CH)
Temperatura decomposição (°C)		94,44	429,48	708,53	698,88
Massa da amostra (mg)			21,67		
Massa residual (mg)			17,88		
Perda de massa (mg)	2,74	2,56	0,27	0,68	0,68
Perda de massa (%)	15,32	14,32	1,49	3,81	3,81
Fator estequiométrico	1,00	1,00	4,11	2,27	1,68
Teor (%)	15,32	14,32	5,16	2,25	6,41
Grau de hidratação (%)			49,68		

APÊNDICE VII: COMPARAÇÃO DOS PADRÕES DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Neste Apêndice, foram apresentados separadamente, para cada amostra, os padrões de difração das fases identificadas. O padrão da tobermorita foi mantido para comprovar a sua não detecção.

Figura VII.1 - Padrão de difração de raios X para amostra P0,1.T23 e P10.T23.

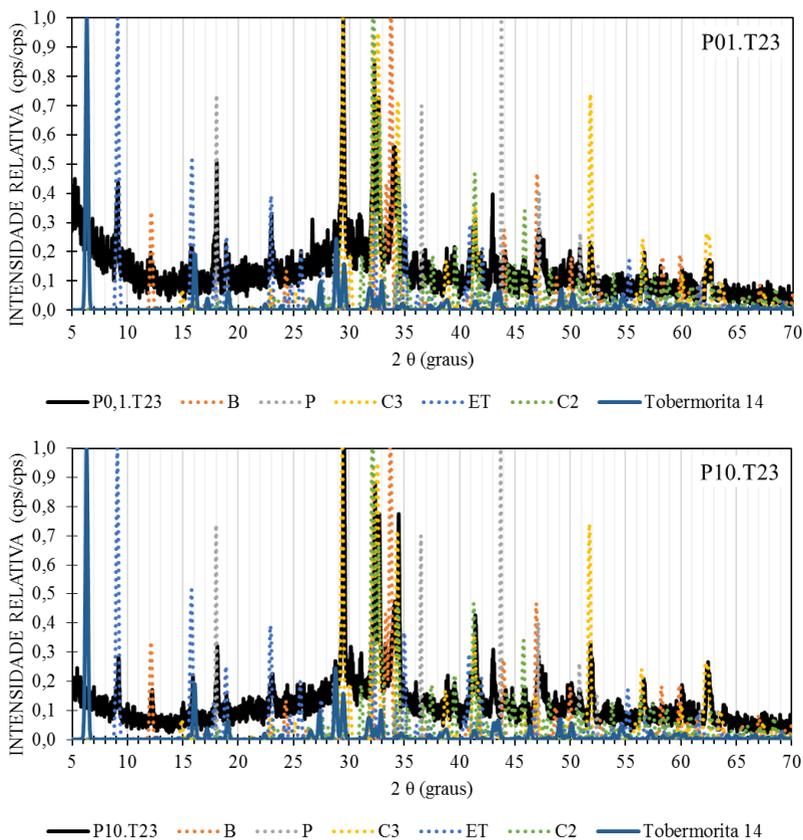
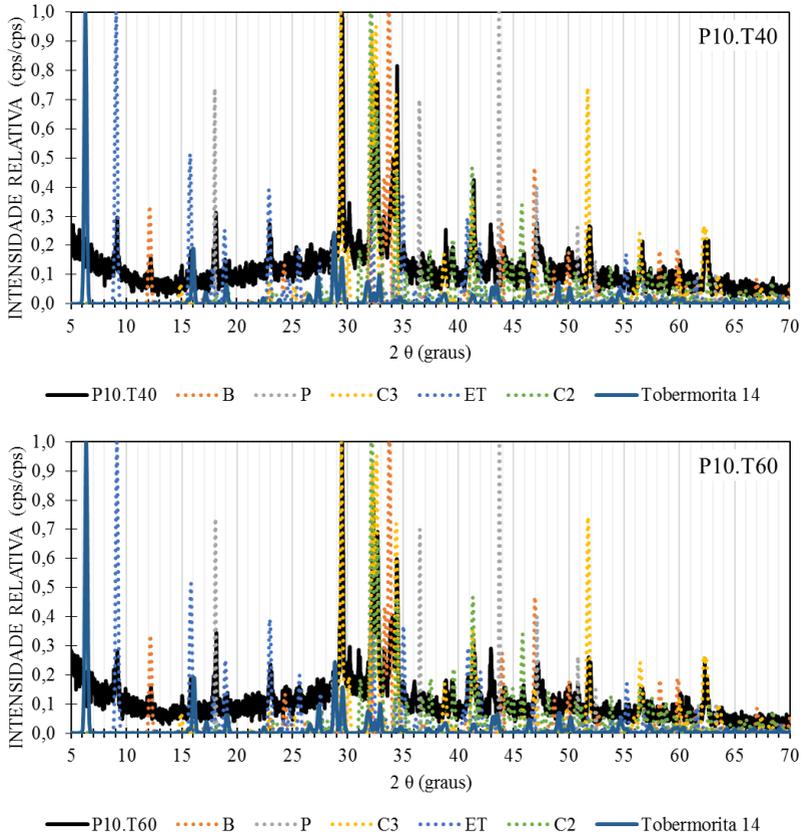


Figura VII.2 - Padrão de difração de raios X para amostra P0,1.T23 e P10.T23.



APÊNDICE VIII: CURVAS DE MONITORAMENTO DA CURA TÉRMICA

A cura térmica foi controlada a partir de um termopar colado à superfície do molde. Neste apêndice foram apresentadas as curvas de monitoramento da temperatura no interior da câmara. As leituras no termopar eram iniciadas juntamente com o período de aquecimento.

- Temperatura de cura: 40°C; Tempo de espera: 0h;
- Temperatura de cura: 40°C; Tempo de espera: 2h;
- Temperatura de cura: 40°C; Tempo de espera: 4h;
- Temperatura de cura: 60°C; Tempo de espera: 0h;
- Temperatura de cura: 60°C; Tempo de espera: 2h;
- Temperatura de cura: 60°C; Tempo de espera: 4h .

Figura VIII.1 - Curvas de monitoramento da cura térmica à 40°C, com tempo de espera de 0h.

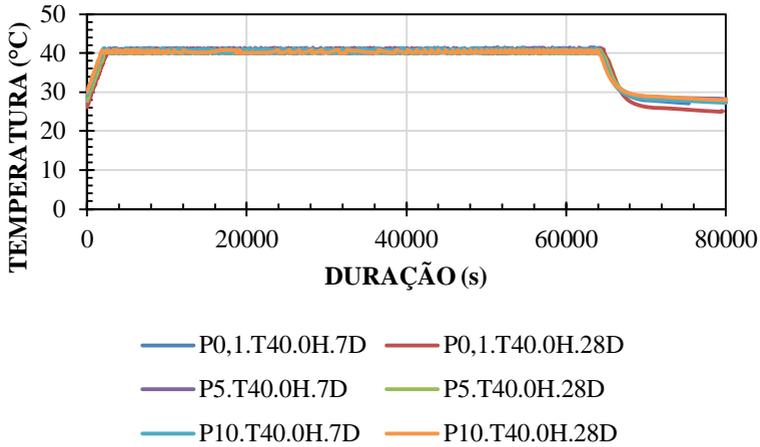


Figura VIII.2- Curvas de monitoramento da cura térmica à 40°C, com tempo de espera de 2h.

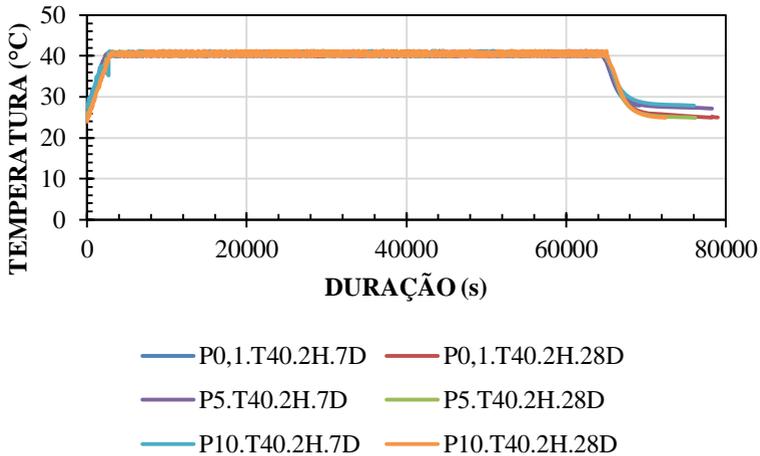


Figura VIII.3 - Curvas de monitoramento da cura térmica à 40°C, com tempo de espera de 4h.

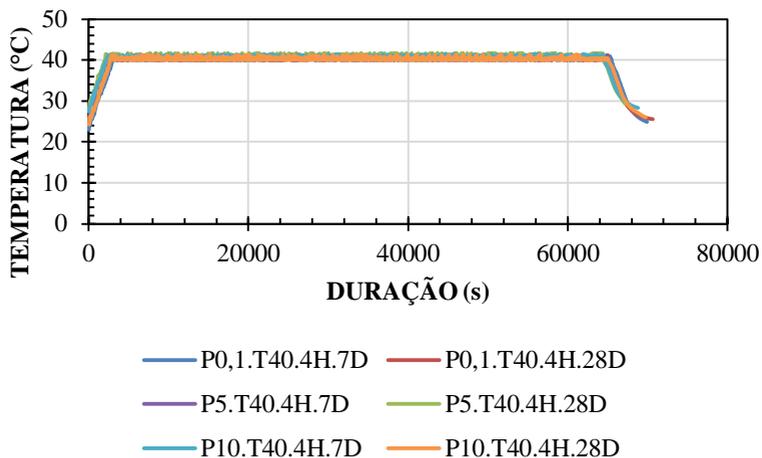


Figura VIII.4 - Curvas de monitoramento da cura térmica à 60°C, com tempo de espera de 0h.

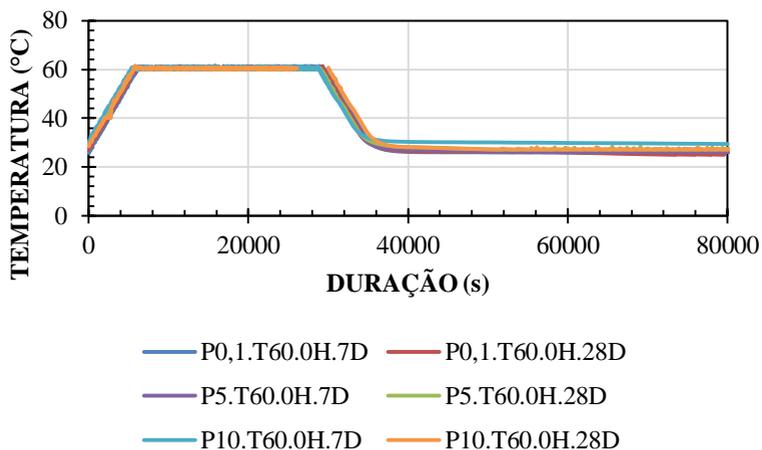


Figura VIII.5 - Curvas de monitoramento da cura térmica à 60°C, com tempo de espera de 2h.

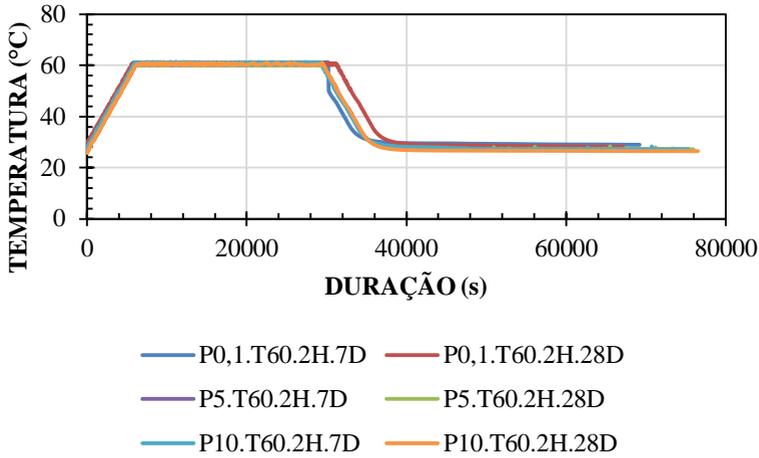


Figura VIII.6 - Curvas de monitoramento da cura térmica à 60°C, com tempo de espera de 4h.

