

**ESTUDO DA MICROESTRUTURA DO CONCRETO COM
ADIÇÃO DE CINZA DE CASCA DE ARROZ RESIDUAL SEM
BENEFICIAMENTO**

por

Marcelo Adriano Duart

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Área de Concentração em Materiais de Construção Civil, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Civil.**

Orientador: Geraldo Cechella Isaia

Santa Maria, RS, Brasil

2008

**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,
aprova a dissertação de Mestrado

**ESTUDO DA MICROESTRUTURA DO CONCRETO COM ADIÇÃO DE CINZA DE
CASCA DE ARROZ RESIDUAL SEM BENEFICIAMENTO**

elaborada por

Marcelo Adriano Duart

como requisito parcial para obtenção do grau de

Mestre em Engenharia Civil

COMISSÃO EXAMINADORA:

Geraldo Cechella Isaia, Dr.

(Presidente/Orientador)

Antônio Luiz Guerra Gastaldini, Dr. (UFSM)

Luiz Roberto Prudêncio Jr., Dr. (UFSC)

Santa Maria, 07 de maio de 2008.

A minha mãe, pessoa de caráter e bondade inestimável, pelo seu apoio incondicional, confiança, pelo incentivo e por sua presença ao meu lado, meu eterno agradecimento.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus pela sua presença e condução da minha vida, por ouvir minhas preces, pela família que tenho, pela minha saúde, pelos meus amigos, pelas oportunidades, por minha felicidade e por me ajudar a vencer.

À minha família, em especial minha mãe e minha irmã que presenciaram meu esforço e fizeram de tudo para tornar esta caminhada o menos árdua possível.

Ao meu saudoso padrasto Carlos, que me incentivou na matemática e principalmente por ter me mostrado o valor da honestidade e bom caráter.

Aos amigos, que nas horas de desabafo souberam me ouvir, nas horas de alegria e diversão me fizeram mais feliz ainda.

Ao meu professor orientador Geraldo Cechella Isaia, pelos ensinamentos, pelas orientações, pelo apoio, pela disponibilidade, pela confiança e principalmente pela oportunidade de realizar um sonho.

Ao professor Antonio Luiz Guerra Gastaldini, pelos ensinamentos, pela disponibilidade, pelas orientações tanto a nível acadêmico como profissional.

Ao Professor Luiz Roberto Prudêncio Jr. pelas revisões sugeridas.

À professora Tatiana Cureau Cervo, pelos ensinamentos, disponibilidade e apoio.

Aos colegas de trabalho, em especial engenheiro Ariosto Moreira Marinho e Elizandro Basso por me confiarem um cargo no qual posso trabalhar e aprender ao mesmo tempo e que me desafia a cada dia.

A todos os professores e colegas do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e do Grupo de Pesquisas em Concreto (GEPECON) pela combinação de esforços e pelo companheirismo.

Aos funcionários do Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC) em especial: Aleise, João, Marialva, Mauro, Paulo e Vitor;

Aos bolsistas de iniciação científica em especial Roberta, Carlise, Filipe e Marcelo pela colaboração indispensável que prestaram durante a fase experimental.

À Universidade Federal de Santa Maria (UFSM) pela estrutura disponibilizada.

Ao CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico, pelos recursos financeiros disponibilizados.

Marcelo Adriano Duarte.

*Vencer é uma questão de vontade, paciência e determinação, é desafiar a si mesmo, é viver, é acreditar na possibilidade, é errar, é aprender, é tentar, é descobrir o quanto se é **feliz**.*

Marcelo A. Duart

RESUMO

Dissertação de Mestrado

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

Universidade Federal de Santa Maria

ESTUDO DA MICROESTRUTURA DO CONCRETO COM ADIÇÃO DE CINZA DE CASCA DE ARROZ RESIDUAL SEM BENEFICIAMENTO

AUTOR: MARCELO ADRIANO DUART

ORIENTADOR: GERALDO CECHELLA ISAIA

Local da Defesa e Data: Santa Maria, 7 de maio de 2008.

O uso de adições minerais em concretos é um tema bastante estudado por vários pesquisadores que buscam características como: redução do consumo de cimento para redução de custos, aumento da durabilidade, aumento da resistência mecânica e aproveitamento de resíduos industriais para redução da poluição ambiental.

Este estudo pretende analisar a microestrutura dos concretos dosados com adição de cinza de casca de arroz residual sem controle de queima e sem moagem (CCAN), em substituição parcial de cimento em concretos convencionais com a finalidade de redução de custos, já que o cimento é o componente mais caro do concreto e também aproveitar a CCAN evitando assim que seja descartada no ambiente como um poluente de água e solo. Foram estudados diferentes traços de concreto: 2 traços com CCAN em teores de 15 e 25% de substituição parcial de cimento, 2 traços com CCA moída (CCAM) em teores de 15 e 25% de substituição parcial de cimento, para comparação, e um traço de referência, ou seja sem substituição de cimento. Cada traço foi desenvolvido para 3 relações a/ag (0,45, 0,55 e 0,65), totalizando então 15 diferentes traços, que foram estudados para as idades de 28 e 91 dias.

Foram realizados ensaios de resistência à compressão axial, teor de água quimicamente combinada, porosidade por intrusão de mercúrio, difração de raios x e análise de imagens no microscópio eletrônico de varredura (MEV) combinado com a espectrometria de dispersão de raios X (EDS).

Os resultados demonstraram que a utilização da CCAN é viável para teores de 15% de substituição de cimento, já que produziu concretos com valores de resistência à compressão pouco inferiores aos valores do concreto de referência, aos 28 dias, porém superiores a este quando a idade analisada é 91 dias.

Devido à combinação da reação pozolânica e efeito filler das partículas de CCAN e CCAM, os concretos com adição de CCA apresentaram modificações da microestrutura como: refinamento dos poros, redução da porosidade total, formação de silicatos de cálcio hidratados (C-S-H) a partir da reação pozolânica. Partículas inertes de CCA criaram também espaços para a nucleação aumentando a formação de cristais hidratados.

Palavras chave: CCA residual e não moída, concreto, microestrutura, estrutura dos poros, água quimicamente combinada.

ABSTRACT

Dissertação de Mestrado

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

Universidade Federal de Santa Maria

CONCRETE MICROESTRUTURE STUDY WITH ADDITION OF UNGROUND RESIDUAL RICE HUSK ASH WITHOUT BURN CONTROL

AUTHOR: MARCELO ADRIANO DUART

COORDINATOR: GERALDO CECHELLA ISAIA

Place and date: Santa Maria, 7 may, 2008.

The use of mineral addition in concrete is a widely studied theme for several researchers that looking for features like: save cement for reducing costs, durability improvement to increase mechanical strength and use of industrial wastes for reducing environmental pollution.

This study intend to analyze the microstructure of concretes mixtures with ungrounded residual rice husk ash addition without burn control unground (RHAN), like a partial cement substitute in conventional concrete for reducing costs, since cement is the most expensive component, and the use RHAN avoiding dumping on environment like a ground and water pollutant. Five different concrete mixtures proportions: 2 mixes of RHAN, with 15% and 25% of partial cement substitution, 2 mixes of ground RHA (RHAM), with 15% and 25% of partial cement substitution, for comparison, and a control design, without addition. All concrete designs were developed for 3 water/binder relationships (0,45, 0,55 e 0,65), 15 different concrete design in total, for ages 28 and 91 days, were done.

Tests like: axial compressive strength, percentual of chemically combined water, mercury intrusion porosimetry, X-ray diffraction and image analysis by scanning electronic microscope (SEM) combined energy dispersive spectroscopy (EDS) were done. Tests results proved that RHA use is feasible for 15% of substitution of cement by RHAN, since concretes had values of compressive strength few smaller than control concrete values, at 28 days, however higher than it at 91 days.

Because of pozzolanic reaction and filler effect combination, of RHAN and RHAM particles, concrete with RHA addition had microstructural changes like: size pore refinement, total porosity reduction and calcium silicate hydrate (C-S-H) formation through pozzolanic reaction. RHA Inert particles created nucleation sites improving hydrate crystals formation.

Key-words: ungrounded residual RHA, concrete, microstructure, pore structure, bound chemical water.

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	10
LISTA DE FIGURAS	12
LISTA DE QUADROS.....	15
1 INTRODUÇÃO.....	16
1.1 Relevância do tema	16
1.2 Objetivos	20
1.3 Estrutura da dissertação.....	21
2 A CCA RESIDUAL COMO MATERIAL CIMENTÍCIO EM CONCRETO	22
2.1 Adições Minerais	22
2.1 Concretos com adições minerais	23
2.3 A reação pozolânica	24
2.4 Finura e efeito filler das adições pozolânicas	26
2.5 Cinza de Casca de Arroz (CCA)	29
2.5.1 Característica da CCA	32
2.5.2 Concretos com CCA	35
3 MICROESTRUTURA DO CONCRETO	38
3.1 Análise de imagens com Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	38
3.2 Porosidade e estrutura dos poros	42
3.3 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)	44
3.3.1 Limitações da PIM	46
3.3.2 Estudo combinado da PIM e MEV	47
3.4 Difração De Raios-X (DRX)	49

4 PROGRAMA EXPERIMENTAL	51
4.1 A metodologia empregada	51
4.1.1 Seleção dos materiais	51
4.2 As variáveis	52
4.2.1 Variáveis independentes	52
4.2.2 Variáveis dependentes	52
4.3 Os materiais	53
4.3.1 Aglomerantes	53
4.3.2 Agregados	58
4.3.3 Aditivos	60
4.4 Traços	61
4.4.1 Ordem de colocação dos materiais na betoneira	62
4.5 Moldagem de corpos de prova de concreto e procedimento de cura úmida	63
4.6 Ensaios realizados.....	64
4.6.1 Resistência à compressão axial	64
4.6.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio – PIM	65
4.6.3 Difração de Raios-X – DRX	65
4.6.4 Análise de imagens no Microscópio Eletrônico de varredura (MEV).....	66
4.6.5 Água Quimicamente Combinada	68
5 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	69
5.1 Resistência à compressão	69
5.1.1 Resistência à compressão aos 28 dias	69
5.1.2 Resistência à compressão aos 91 dias	71
5.1.3 Curvas Resistência x Relação a/ag	73
5.2 Água Quimicamente Combinada	75
5.2.1 Comparação com o traço referência	77
5.3 Porosidade por Intrusão de Mercúrio.....	80
5.3.1 Volumes intrudidos acumulados.....	80
5.3.2 Distribuição dos tamanhos dos poros	82
5.3.3 Comparação entre os traços com CCA	85
5.3.4 Variação em relação ao traço referência	88
5.3.5 Porosidade total - Volume Total Intrudido.....	91
5.4 Difração de raios X.....	95
5.5. Análise de imagens no microscópio eletrônico de varredura – MEV.....	105
5.5.1 Variação com a relação a/ag	105
5.5.2 Variações microestruturais x tempo de cura.....	108
5.6 Correlações de resultados.....	116
5.6.1 Água Quimicamente Combinada e Volume Total Intrudido.....	116
5.6.2 Água quimicamente combinada e resistência à compressão	119
6 CONCLUSÕES	121
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	126

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AC - água combinada (em porcentagem)
a/ag - relação água/aglomerante em massa
a/c - relação água/cimento, em massa
ABCP - Associação Brasileira de Cimento Portland
ASTM - American Society for Testing and Materials
CV - cinza volante
CH - hidróxido de cálcio - Ca(OH)_2
 CO_2 - gás-carbônico
CaO - óxido de cálcio
 CaCO_3 - carbonato de cálcio
cm - centímetro
 cm^2 - centímetro quadrado
C/S - relação cálcio/sílica
 C_2S - silicato bicálcico
C3S - silicato tricálcico
C-S-H - silicato de cálcio hidratado
 dm^3 - decímetro cúbico
EDS - Espectrometria por dispersão de raios-X
 f_{ck} - resistência à compressão axial característica do concreto
 f_c - resistência à compressão axial de dosagem do concreto
 Fe(OH)_2 - hidróxido de ferro II
 Fe_2O_3 - óxido de ferro
g - grama
GEPECON - Grupo de Estudos e Pesquisas em Concreto
 H_2O - molécula de água
H - notação resumida da molécula de água
IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas (SP)
Kg - Kilograma
KOH - hidróxido de potássio
KPa - kilopascal (10^3 Pascal)
KW - kilowatts
KV - kilovolts

l - litros
mA - miliamperes
MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura
MgO - óxido de magnésio
ml - mililitros
MPa - Megapascal (10⁶ Pascal)
Mn - manganês
m² - metro quadrado
m³ - metro cúbico
mm - milímetro
min - minuto
NaOH - hidróxido de sódio
Na₂O - óxido de sódio
NBR - Norma Brasileira
nm - nanômetro
O₂ - molécula de oxigênio
OH⁻ - íon hidroxila
P105 - massa da amostra após a constância de massa em temperatura de 105°C
P500 - massa da amostra após uma hora em 500°C
pH - potencial de hidrogênio
R - concreto de referência (sem adição de CCA)
R² - coeficiente de correlação
SO₂ - dióxido de enxofre
SiO₂ - dióxido de silício
SO₃ - anidrido sulfúrico
Si⁺⁴ - íons silício
UFES - Universidade Federal de Santa Maria
VTI - volume total intrudido de mercúrio
µm - micrômetro
°C - graus Celsius
2θ - ângulo de difração de raios-x
Å - angstrom

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1 - Depósito de casca de arroz céu aberto.....	17
FIGURA 1.2 - População servindo-se de casca de arroz para uso doméstico, Indonésia.....	17
FIGURA 1.3 - CCA dispensada como resíduo a beira de uma rodovia.....	18
FIGURA 2.1 - Porosidade de pastas com adição de pozolana em função do tempo de cura...26	
FIGURA 2.2 - Aumento de resistência em função da finura (S) e percentuais de adição, para 1 e 28 dias	28
FIGURA 2.3 - Difração de Raios-X da CCA.....	32
FIGURA 2.4 – Micrografia, concreto 25% de substituição de cimento por CCAN, 3000X... 33	
FIGURA 2.5 - Micrografia CCA, ampliação 50X	34
FIGURA 2.6 - Resistência à compressão de concretos com CCA	35
FIGURA 2.7 - Percentual de Ca(OH)_2 em função do tempo de cura e percentual de CCA....	37
FIGURA 3.1 - Aparência do concreto após a desforma, imagem sem ampliação.....	38
FIGURA 3.2 - Imagem de concreto, interface pasta agregado – MEV	39
FIGURA 3.3 - Dimensões gerais dos componentes microestruturais do concreto	40
FIGURA 3.4 - Imagem por elétrons retro espalhados de agregado e análise por EDS	41
FIGURA 3.5 - Micrografias de argamassa $a/c= 0,6$ - ampliação 50X.....	48
FIGURA 3.6 - Micrografia argamassa, $a/c= 0,6$, aproximação 1500X.....	48
FIGURA 3.7 - Equipamento de Difração de Raios-X.....	49
FIGURA 3.8 - Esquema teórico da Difração de Raios-X	50
FIGURA 4.1 - Distribuição granulométrica a laser dos aglomerantes	54
FIGURA 4.2 - Pozolanicidade de cimento pozolânico	56
FIGURA 4.3 - Distribuição granulométrica dos agregados miúdos	59
FIGURA 4.4 - Distribuição granulométrica dos agregados graúdos	59
FIGURA 4.5 - Prensa hidráulica para ensaio de ruptura de corpos de prova à compressão ..	64
FIGURA 4.6 - Equipamento de difração de Raios-X, laboratório de Física, UFSM	66
FIGURA 4.7 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), laboratórios da UFSM	67
FIGURA 4.8 - Amostra de fragmento de concreto e equipamento de vácuo	67
FIGURA 4.9 - Balança de precisão e dessecador de amostras	68
FIGURA 5.1: Resistência à compressão axial (MPa), aos 28 dias	70
FIGURA 5.2 - Resistência à compressão axial (MPa), aos 91 dias	72

FIGURA 5.3- Resistência à compressão aos 28 dias	73
FIGURA 5.4 - Resistência à compressão aos 91 dias	74
FIGURA 5.5 - Água quimicamente combinada, aos 28 dias	75
FIGURA 5.6 - Água quimicamente combinada, aos 91 dias	76
FIGURA 5.7 - Água Quimicamente Combinada aos 28 e 91 dias em relação à R aos 28 dias, relação a/ag 0,45	77
FIGURA 5.8 - Água Quimicamente Combinada aos 28 e 91 dias em relação à R aos 28 dias, relação a/ag 0,55	78
FIGURA 5.9 - Água Quimicamente Combinada aos 28 e 91 dias em relação à R aos 28 dias, relação a/ag 0,65	79
FIGURA 5.10 - Curvas de volume de mercúrio intrudido acumulado para todos os traços estudados	81
FIGURA 5.11 - Volume de mercúrio intrudido (mL/g), - Distribuição dos tamanhos dos poros, aos 91 dias	82
FIGURA 5.12 - Volume total intrudido (mL/g) e distribuição dos tamanhos dos poros em relação à N15, 91 dias	85
FIGURA 5.13 - Volume Total Intrudido (mL/g), idade 91 dias	91
FIGURA 5.14 - Difração de Raios X, relação a/ag 0,45, aos 91 dias	97
FIGURA 5.15 - Difração de Raios X, relação a/ag 0,45, aos 91 dias	98
FIGURA 5.16 - Difração de Raios X, relação a/ag 0,55, aos 91 dias	100
FIGURA 5.17 - Difração de Raios X, relação a/ag 0,55, aos 91 dias	101
FIGURA 5.18 - Difração de Raios X, relação a/ag 0,65, aos 91 dias	103
FIGURA 5.19 - Difração de Raios X, relação a/ag 0,65, aos 91 dias	104
FIGURA 5.20 - Imagens obtidas com MEV – amostras de concreto aos 91 dias – ampliação 30X	106
FIGURA 5.21 - Imagens obtidas com MEV – amostras de concreto aos 91 dias – ampliação 30X	107
FIGURA 5.22 - Imagens obtidas com MEV – amostras de concreto aos 91 dias – ampliação 30X	109
FIGURA 5.23 - Imagens MEV – ampliação 1000 X e 3000X, traços com relação a/ag 0,45, idade 91 dias	111
FIGURA 5.24 - Imagens MEV – ampliação 3000X, traço com relação a/ag 0,55, idade 91 dias	112
FIGURA 5.25 - Traços com CCAN e CCAM, a/ag 0,55, 91 dias, imagem MEV	113

FIGURA 5.26 - Traço com CCAN a/ag 0,65, 91 dias, imagem MEV, ampliação 1000 X ..	114
FIGURA 5.27 - Micrografia, CCA presente na pasta de concreto, MEV, 5000X, 28 dias	115
FIGURA 5.28 - Micrografia, CCA presente na pasta de concreto, MEV- 1000X-91 dias	115
FIGURA 5.29 - Água Quimicamente Combinada e Volume Total Intrudido, 91 dias	116
FIGURA 5.30 - Água quimicamente combinada e resistência à compressão, 91 dias.	120

LISTA DE QUADROS

QUADRO 2.1- Resistência à compressão de blocos de concreto (N/mm ²)	36
QUADRO 4.1 - Características físicas dos aglomerantes	55
QUADRO 4.2 - Composição química dos aglomerantes	56
QUADRO 4.3 - Índice de atividade Pozolânica (Fratini)	57
QUADRO 4.4 - Características físicas dos agregados	58
QUADRO 4.5 - Consumo de materiais por m ³	60
QUADRO 4.6 - Ordem de colocação e tempo de mistura dos materiais na betoneira	62
QUADRO 5.1 - Distribuição dos tamanhos dos poros em relação ao traço R, a/ag 0,65, 91 dias	88
QUADRO 5.2 - Distribuição dos tamanhos dos poros em relação ao traço R, a/ag 0,55, 91 dias	89
QUADRO 5.3 - Distribuição dos tamanhos dos poros em relação ao traço R, a/ag 0,45, 91 dias	90
QUADRO 5.4 - Volume Total Intrudido –VTI- (mL/g), em relação ao traço R, 91 dias	92
QUADRO 5.5 – Relação, Volume Total Intrudido e Água Quimicamente Combinada	116
QUADRO 5.6 – Relação, Volume Total Intrudido e Água Quimicamente Combinada	120

1 INTRODUÇÃO

1. Relevância do tema

A preocupação com a preservação ambiental é um tema crescente na sociedade, principalmente no meio científico que tem a responsabilidade de estudar os efeitos da interação do Homem com o Meio Ambiente e suas conseqüências, não apenas imediatas como também futuras.

A construção civil é uma atividade essencial para o ser humano, no que diz respeito a sua sobrevivência e também ao desenvolvimento social, tanto isto é verdade que se pode observar que nos países mais desenvolvidos a construção civil também se desenvolve mais e num ritmo mais rápido devido ao atendimento da demanda social por moradias, obras de infra-estrutura e desenvolvimento industrial.

Também é verdade que a produção dos materiais de construção para a indústria da construção civil consome recursos naturais e gera poluição ambiental. Este é o caso do Cimento Portland que para ser produzido são necessárias matérias primas como Argila e Calcário, encontrados na natureza em jazidas naturais com potencial limitado de exploração além de serem de fontes não renováveis.

A produção do cimento necessita do aquecimento da matéria prima em fornos que liberam aproximadamente uma (01) tonelada de gás carbônico (CO_2) para cada tonelada de cimento produzido.

O cimento é o constituinte mais caro do concreto e este hoje é o material de construção mais utilizado no mundo.

Mas outros constituintes do concreto como areia e brita também são materiais obtidos de recursos naturais, não renováveis, porém com um potencial poluente menor na produção ou extração.

Considerando estes aspectos, torna-se cada vez mais necessária a busca por materiais alternativos, que possam diminuir custos, preservar recursos naturais, diminuir a poluição ambiental ao se dispensar resíduos no ambiente, figura 1.1 e figura 1.2, também agregar características positivas ao concreto como melhor desempenho e maior durabilidade.

A cinza de casca de arroz (CCA), quando queimada e moída adequadamente torna-se uma pozolana bem reativa e pode ser usada no concreto em substituição parcial do cimento, pois reage na presença da água, com o Ca(OH)_2 liberado no processo de hidratação dos

silicatos do cimento, resultando em determinadas situações, concretos com características superiores de resistências e durabilidade ao concreto com 100% de cimento.

A utilização da CCA em concretos vem sendo pesquisada nos EUA e na Índia e também e também em outros países que são potenciais produtores de arroz como é o caso do Brasil.



Figura 1.1 - Depósito de casca de arroz céu aberto, Nicarágua, (BRONZEOAK , 2003).



Figura 1.2 – População servindo-se de casca de arroz para usos domésticos, Indonésia, (BRONZEOAK , 2003)

Com o desenvolvimento do Concreto de Alto Desempenho (CAD), a busca por materiais que pudessem melhorar as características do concreto, principalmente no tocante a resistências à compressão e a durabilidade, aliada à preocupação com poluição ambiental, foram fatores importantes para se desenvolverem pesquisas com materiais residuais como a CCA que muitas vezes não têm uma utilização e são simplesmente dispensados no ambiente causando poluição do solo e água, figura 1.3.



Figura 1.3 – CCA dispensada como resíduo a beira de uma rodovia, (Santos, 1997).

Metha (1992) está entre os pesquisadores que mais fez publicações sobre a utilização da CCA no concreto.

No Brasil pesquisadores dos estudos produtores de arroz como o Rio Grande do Sul, em especial das universidades federais como Universidade Federal de Santa Maria (UFSM) e Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), assim como em outros estados como a UFSC, UFG, UnB, entre outras, possuem vários trabalhos publicados e pesquisas constantes sobre o assunto demonstrando vantagens consideráveis na utilização da CCA como um componente adicional do concreto, que sozinho ou aliado a outras adições pode substituir parte do cimento e produzir concretos com características de durabilidade e desempenho de resistência superior ao concreto feito sem adições.

Singhania (2004) lembra que o processo de queima da casca de arroz elimina a matéria orgânica e resulta num material rico em Sílica (SiO_2) que ele denomina de super pozolana e defende que a utilização em pequenas proporções (entre 5 e 10%) de substituição de cimento por CCA, resultando num concreto com melhor resistência além de propicia diminuição de permeabilidade.

Para alguns pesquisadores a CCA adquire as características de pozolanicidade aceitáveis, apenas quando é produzida num processo de queima e moagem controladas, onde o tempo e temperatura de queima e também o tempo de moagem são determinantes para grau de pozolanicidade da CCA e, justamente estas condicionantes são responsáveis pela pouca utilização deste material no concreto.

A necessidade de utilização de aditivos superplastificantes (de custo relativamente alto em relação aos plastificantes normais), visto que a superfície específica da CCA é maior que a do cimento, reduzindo a trabalhabilidade do concreto, é outro fator determinante da pouca atratividade da utilização CCA em concretos.

Mas o fator mais importante provavelmente seja a menor disponibilidade da CCA para uso como adição, o que não acontece com outras pozolanas como cinza volante (CV), Sílica Ativa (SA), que são produzidas de forma concentrada nas Usinas Termelétricas e nas Siderúrgicas respectivamente, em quantidades suficientes para viabilizar uma indústria destas pozolanas que ficam geralmente localizadas próximas ao local onde são produzidas, com processo de controle de temperatura de queima, disponibilizando então o material já pronto para uso.

Ao contrário, a CCA é produzida em locais diferentes (distribuídos pela região produtora de arroz) e em quantidades e condições de queima diferenciadas, sendo então um material não homogêneo e que além de tudo precisa ser transportado para um único local onde então se processaria a moagem.

Existem exceções como nas regiões onde a produção de arroz é muito significativa e existem geradores de energia elétrica que utilizam a casca de arroz como combustível.

Uma maneira de facilitar o uso de CCA no concreto seria o seu uso direto na betoneira, sem pré-moagem, onde a redução das dimensões das partículas desta pozolana se daria pela fricção com os agregados e cimento, durante a mistura do concreto no interior do tambor. Trata-se de uma nova modalidade de emprego deste resíduo agrícola que vem ao encontro de aumentar seu uso e contribuir para a sustentabilidade tanto do meio ambiente quanto da construção civil.

Este estudo visou justamente pesquisar a microestrutura de concretos com a utilização da CCA sem beneficiamento (sem queima controlada e sem moagem), cinza de casca de arroz natural (CCAN), em concretos convencionais que poderia ser utilizado em pequenas construções em locais próximos das empresas de beneficiamento de arroz, além de fazer uma comparação com o concreto de referência (R) e também com concretos com adição de Cinza de Casca de Arroz Moída (CCAM). A moagem da CCA demanda equipamentos apropriados e controle do tempo de moagem para se produzir cinza homogênea. O processo então acaba gerando custos e tornando o uso da CCA menos atrativa.

Estudar o uso da CCAN é uma alternativa interessante principalmente do ponto de vista econômico já que a cinza no estado natural a princípio não teria custos, exceto o de recolhimento e transporte o que seria coberto pela diminuição de custos ao se substituir o cimento.

Mas além das vantagens econômicas ainda deve-se considerar que a CCA traz características positivas ao concreto como aumento da resistência mecânica e aumento da durabilidade dos concretos pelas modificações microestruturais que são objeto deste estudo.

1.2 Objetivos

O objetivo geral desta dissertação é estudar os principais parâmetros que regem a microestrutura do concreto quando parte do cimento é substituído por cinza de casca de arroz natural, sem moagem, comparada com a microestrutura de concretos homônimos com a substituição parcial de cinza de casca de arroz moída por uma hora em moinho de bolas.

Para tanto foram estudados a resistência á compressão, água quimicamente combinada, porosimetria por intrusão de mercúrio, difração de raios X e análise de amostras no microscópio eletrônico de varredura, que serviram de parâmetros para comparação entre os concretos com substituição de cimento por CCAN e outros dois tipos de concreto: um com substituição de cimento por CCAM e outro sem substituição, chamado referência.

A par do objetivo geral acima enunciado, esta dissertação tem como objetivos específicos realizar o estudo comparativo dos traços e parâmetros acima nomeados em igualdade de relação água/materiais cimentícios de 0,45, 0,55 e 0,65 e em igualdade de existência à compressão de 30 MPa, quando parte do cimento é substituído, em massa, por 15% e 25% de cinza de casca de arroz natural, sem moagem e moída.

1.3 Estrutura da dissertação

O texto desta dissertação foi estruturado em sete capítulos sendo:

Capítulo 1 - Introdução do tema e objetivos do estudo realizado.

Capítulo 2 - Apresenta a revisão bibliográfica, conceitos referentes às adições minerais, em especial a cinza de casca de arroz.

Capítulo 3 – Contém a revisão bibliográfica sobre a microestrutura de concreto e também sobre ensaios e métodos utilizados para tal estudo.

Capítulo 4 - Apresenta a metodologia e descreve programa experimental aplicado, a caracterização de materiais e ensaios realizados nas amostras de concreto.

Capítulo 5 – Neste capítulo foi apresentada a discussão dos resultados dos ensaios realizados em laboratório e também a correlação entre os resultados.

Capítulo 6 – Apresenta as conclusões baseadas nos resultados apresentados.

Capítulo 7 – Contém a relação de referências bibliográficas que serviram de fundamentação deste estudo e também como fonte de pesquisa teórica.

2 A CCA RESIDUAL COMO MATERIAL CIMENTÍCIO EM CONCRETO

A CCAN pode ser utilizada em concretos porque é um material rico em Sílica amorfa de alta pozolanicidade e provoca alterações positivas na microestrutura do concreto que normalmente acarreta em aumento da resistência à compressão, diminuição da porosidade e refinamento dos poros, aumento da durabilidade e aumento da coesão do concreto no estado fresco.

2.1 Adições Minerais

Adição mineral é um material inorgânico finamente dividido (de finura normalmente menor ou igual a do cimento) que pode ser adicionado ao concreto com a finalidade de melhorar certas propriedades ou proporcionar características especiais ao concreto, geralmente no tocante à resistência mecânica ou durabilidade.

As adições podem ser divididas em três tipos:

- Inertes: São adições quase inertes, não apresentam reação química considerável quando adicionada ao concreto, agem principalmente pelo processo físico auxiliando na nucleação dos produtos de hidratação do cimento, um exemplo é o filler calcário.

- hidráulicas: Reagem na presença da água e produzem características cimentantes, é o caso da Escória de Alto Forno (E).

- Pozolanas: Reagem na presença da água com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) que serve como ativador na reação chamada Pozolânica, é o caso da cinza volante (CV), sílica ativa (SA) e a cinza de casca de arroz (CCA).

O uso das adições minerais é muito desejável porque normalmente elas são subprodutos no processo industrial de materiais como o ferro gusa que produz como rejeito a escória de alto forno e a sílica ativa, resultante da produção do ferro silício em fornos de arco elétrico ou ainda a cinza volante produzida a partir da queima de carvão mineral para produção de energia nas termelétricas e por último a CCA produzida pela queima da casca de arroz nas indústrias de arroz ou usinas termelétricas.

O fato das adições citadas serem subprodutos e quando não utilizadas para este fim, muitas vezes servem apenas como poluentes ambientais.

A utilização da CCA se fundamenta em dois fatores principais: o reaproveitamento de rejeito industrial e a diminuição de custo, uma vez que por serem rejeitos industriais têm custo baixo, normalmente apenas o transporte.

A CCA ainda é uma das poucas adições minerais que não despertou interesse dos empresários do setor da construção, mesmo apresentando características que já lhe renderam a designação de super-pozolana, por alguns pesquisadores, devido a sua alta reatividade (quando queimada e moída sob processo controlado) que é comparada a da sílica ativa.

2.2 Concretos com adições minerais

A utilização de adições minerais no concreto se fundamenta por uma conjunção de fatores entre eles:

- Possibilidade de redução de custos a medida que se substitui parcialmente material caro como o cimento por materiais de baixo custo como CCA e cinza volante.

- Aumento da durabilidade devido à redução de porosidade e refinamento dos poros, características normalmente alcançadas quando se adiciona adições minerais no concreto, principalmente aquelas de maior finura, como CCA, sílica ativa.

- Concretos com maior resistência à compressão – algumas adições como a sílica ativa e a CCAM, proporcionam já nas primeiras idades concretos com resistências mais altas que aqueles sem adição, devido a sua alta reatividade e também pela alta superfície específica, já a cinza volante proporciona ganhos de resistência em idades mais avançada a medida que as reações pozolânicas tornam-se mais intensas.

- Concretos resistentes a agentes agressivos como: cloretos e sulfatos, devido à diminuição da difusão devida os concretos com adições minerais serem menos porosos ou terem maior refinamento dos poros, resultando em concretos mais compactos.

- Outras características como: aumento de trabalhabilidade, normalmente em concretos com cinza volante, e aumento da coesão, característica de concretos com adições de alta finura como sílica ativa e CCAM.

O estudo da microestrutura é importante quando se usa adições minerais em concreto, porque o efeito provocado por tais materiais é resultado de alterações na estrutura interna do concreto, principalmente na interface pasta-agregado que é o ponto fraco do concreto, devido à maior porosidade causada pelo efeito parede em torno dos agregados.

As adições minerais em particular as pozolânicas apresentam a reação pozolânica que resulta na produção de C-S-H adicional pela combinação da sílica das pozolanas com CH liberado da hidratação do cimento, e ainda as partículas que não se combinam na reação pozolânica, servem espaços para a nucleação de produtos hidratados e também ocupam os vazios diminuindo o tamanho dos poros e também em muitos casos diminuindo a porosidade total.

Tais efeitos são essenciais para o reforço do elo fraco do concreto, a zona de transição entre pasta e concreto, uma vez que aumentam a compacidade deste local.

2.3 A reação pozolânica

O contato do cimento com a água (H) provoca o processo de hidratação dos seus componentes principalmente os silicatos como silicato tricálcico (C₃S) e silicato dicálcico (C₂S), que liberam hidróxido de cálcio Ca(OH)₂ em grande quantidade, sendo este último segundo alguns autores, aproximadamente 25% dos compostos hidratados, e sua formação pode ser representada, segundo Metha e Monteiro (2001), através das equações 1.1 e 1.2:



A sílica amorfa (SiO₂) presente em grande quantidade nas pozolanas reage com o hidróxido de cálcio formando silicatos de cálcio hidratados (C-S-H).

Essa reação é denominada reação pozolânica e ocorre basicamente através da equação esquemática 1.3



Para que haja reatividade pozolânica, isto é, capacidade de o material se combinar com o hidróxido de cálcio, é necessário que a sílica não esteja em elevado grau de cristalinidade: por exemplo o quartzo é perfeitamente inerte.

Como a reação entre a pozolana e a cal (Ca(OH)_2) se realiza com um dos componentes – a pozolana – no estado sólido, o estado da sua superfície é determinante para o início da reação. Por isso é necessário que a área superficial em contato seja a maior possível

Como o hidróxido de cálcio contribui muito pouco para a resistência da pasta de cimento hidratada e é, dentre os produtos da hidratação, o primeiro a ser solubilizado e lixiviado pela água, o seu consumo pela pozolana traz implicações vantagens como aumento da resistência mecânica e a aumento durabilidade de concretos e argamassas.

Da mesma forma, o hidróxido de cálcio da pasta de cimento Portland é o composto mais suscetível à carbonatação.

No entanto, uma característica positiva do Ca(OH)_2 no concreto armado é que ele mantém um alto pH, o que melhora a estabilidade da camada passivadora que protege o aço da armadura, segundo Aitcin (1998) e Neville (1997).

Segundo Cordeiro (2001) os efeitos benéficos da utilização de pozolanas em concretos não se limitam à reação pozolânica, salienta que existe também um efeito físico que advém da capacidade das pequenas partículas deste material se posicionarem nos vazios entre partículas de cimentos e na interface agregado-pasta, conhecido como efeito microfiller.

Metha (1994) cita que a grande maioria das adições utilizadas nos concretos são subprodutos industriais, que se não forem utilizados, irão ser acumulados em depósitos, o que acarretará inevitáveis riscos de poluição do solo, da água e do ar, além de todos os inconvenientes paisagísticos.

A utilização de adições minerais no concreto proporciona efeitos benéficos em suas propriedades tais como: melhora da resistência à fissuração térmica por causa do baixo calor de hidratação, aumento das resistências e da impermeabilidade devido ao refinamento dos poros e uma durabilidade maior aos ataques químicos, tais como, águas sulfatadas e expansão álcali-agregado (MEHTA & MONTEIRO, 1994).

A incorporação de resíduos na produção de materiais também pode reduzir o consumo de energia, não apenas pelo fato de esses produtos freqüentemente incorporarem grandes quantidades de energia, mas, também, porque se podem reduzir as distâncias de transporte de matérias-primas (JOHN, 2000) apud Corrêa (2005).

Para Melo (2002), a reciclagem e utilização de resíduos pela indústria da construção civil são consideradas uma linha de pesquisa de importância relevante na atualidade, testemunhada pela divulgação em publicações, Seminários, Workshops e Congressos.

2.4 – Finura e efeito filler das adições pozolânicas

Fernandez (2004) observou que pastas de cimento Portland adicionadas de pozolanas, apresentam maior porosidade, nas primeiras idades, do que as pastas sem adição, porém esta situação muda com o processo de hidratação do cimento aproximadamente após 60 dias ocorre uma inversão e as pastas com adição de pozolanas apresentam porosidade menor e tanto menor quanto maior o teor de adição de pozolana, figura 2.1.

Tal fenômeno é atribuído à reação pozolânica entre o hidróxido de cálcio produzido na hidratação dos Silicatos do cimento e a sílica presente na pozolana, que se intensifica ao longo do tempo e causa refinamento do diâmetro dos poros e diminui a porosidade total.

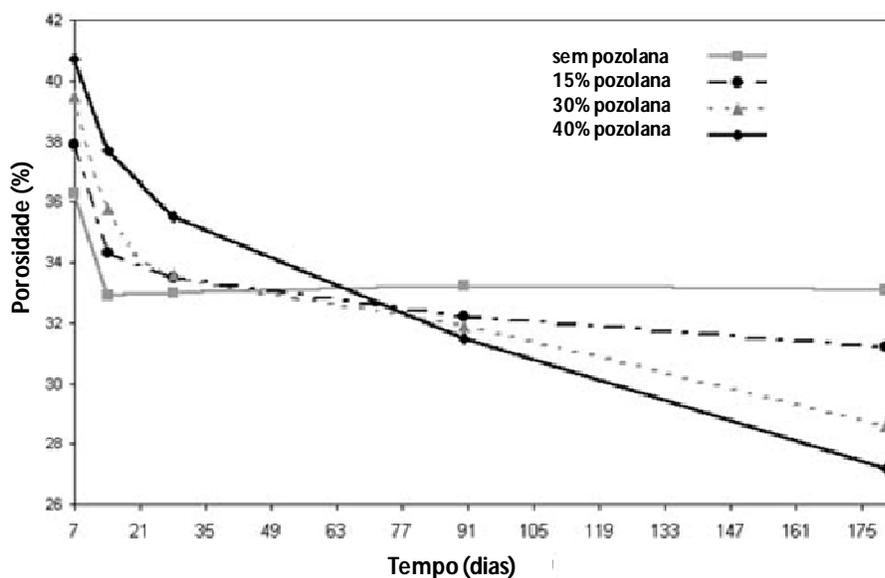


Figura 2.1 – Porosidade de pastas com adição de pozolana em função do tempo de cura.

Fonte: Fernandez (2004).

A utilização de adições pozolânicas não se fundamenta apenas na reação pozolânica, mas também nas características de finura que estes materiais podem possuir facilitando a aproximação das partículas através das forças de Van der Waals.

O efeito físico acontece pelo reduzido tamanho das partículas com diâmetros em torno de 0,1 μm , que se introduzem entre os grãos de cimento e se alojam nos interstícios da pasta,

reduzindo o espaço disponível para a água e atuando como ponto de nucleação dos produtos de hidratação, o que proporciona um refinamento da estrutura de poros.

Algumas situações como baixo índice de pozolanicidade, pouco teor de hidróxido de cálcio para reações pozolânicas ou ainda falta de água para hidratação devido às baixas relações a/ag , podem fazer com que as pozolanas não participem como formadores de C-S-H através das reações pozolânicas, mas sim como material de enchimento obturando os poros através do efeito físico conhecido como “efeito filler”.

O efeito filler também é uma característica importante que as pozolanas propiciam às pastas ou concretos adicionados, contribuindo para a formação de pastas mais densas pelo refinamento dos poros e também pela redução da porosidade total em alguns casos.

Neville (1997) cita que o uso de adições minerais proporciona além da ação química, também o efeito filler que torna a estrutura das pastas mais densas e compactas através do preenchimento dos vazios.

O refinamento dos poros através das adições de pozolanas é relevante na redução da permeabilidade, característica esta ligada diretamente a durabilidade dos concretos, pois quanto maior a permeabilidade maior a facilidade de entrada de agentes agressivos como cloretos e sulfatos que causam danos principalmente ao aço dos concretos armados.

Segundo CYR ,LAWRENCE e RINGOT (2005) o efeito físico das adições minerais se dá de duas formas: o efeito filler e a nucleação heterogênea.

O efeito filler, segundo estes autores, promove a modificação da porosidade inicial.

Já a nucleação heterogênea é o principal processo físico para ativação química da hidratação do cimento e é relacionado à nucleação de produtos hidratados na superfície das adições minerais.

CYR ,LAWRENCE e RINGOT (2005) citam ainda mais um efeito do uso de adições minerais, o “efeito de diluição” que para estes autores ocorre a medida que se substitui parte do cimento por adições minerais, já que cada acréscimo de adição mineral implica numa diminuição de cimento, provocando aumento da relação a/c e diminuição da resistência à compressão. Porém esta comprovação só foi possível quando utilizaram adições inertes, com partículas suficientemente grandes para que o efeito da nucleação heterogênea fosse então pouco significativo.

A finura da adição ,portanto, é fundamental no processo físico, pois aumenta a atração entre as partículas e também aumenta a área de contato favorecendo a nucleação.

O efeito físico depende ainda da quantidade de adição na mistura. Uma quantidade pequena de adição não fornece espaço suficiente para a precipitação dos hidratos, já uma grande quantidade ocasiona a dispersão das partículas de cimento dificultando a nucleação.

A figura 2.2 apresenta gráficos com incremento de resistência à compressão (Δf_c) de argamassas com diferentes quantidades de substituição de cimento por adição (pó de quartzo) e para variadas finuras (S) desta. Independente da idade os gráficos demonstram que o aumento da finura aumenta o incremento de resistência e este é tanto maior quanto menor a finura da adição.

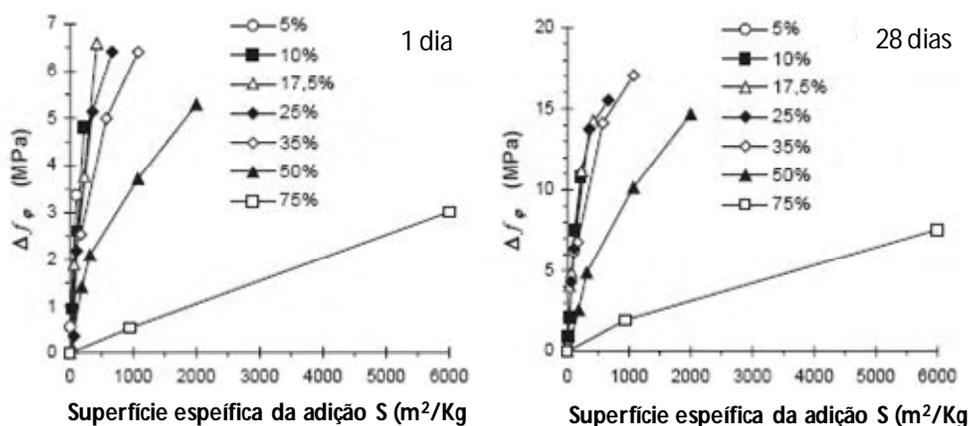


Figura 2.2 – Aumento de resistência em função da finura (S) e percentuais de adição, para 1 e 28 dias.

Fonte: CYR, LAWRENCE e RINGOT (2005).

2.5 Cinza de Casca de Arroz (CCA)

Segundo estatísticas da Internacional Rice Research Institute (IRR) a produção mundial de arroz no ano de 2007 foi mais de 645 milhões de toneladas, citando Brasil como o 10º produtor mundial de Arroz e o maior do ocidente.

Considerando que 20% (correspondem à casca que, se queimada, produziria 4% (24 milhões de toneladas) de cinza residual, então a disponibilidade anual de cinza de casca de arroz (CCA) é considerável.

O Brasil terá uma produção de 12 milhões de toneladas de arroz em 2008, segundo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), crescimento de 8,5% em relação à safra de 2007 que registrou produção de 11 milhões de toneladas de arroz.

É prática comum nas indústrias arroz a utilização da casca do arroz como combustível no processo de beneficiamento de arroz, o que gera uma quantidade considerável de cinza residual que geralmente não tem uma destinação específica sendo simplesmente dispensada no meio ambiente.

A Cinza de Casca de Arroz (CCA), queimada e moída adequadamente, é uma pozolana já bastante estudada e conhecida por pesquisadores no Brasil como: Cervo (2001), Prudêncio, Santos e Dafico (2003) e Vaghetti (2005) e também de outros países potencialmente produtores de arroz como Feng et al (2003) e Oyetola e Abdullahi (2006).

A viabilidade da substituição parcial do cimento por CCA já foi comprovada através de resultados positivos como: economia de cimento, aumento da resistência mecânica e durabilidade do concreto.

Mas a necessidade de queima controlada e moagem da CCA são fatores que contribuíram para que tal pozolana não ganhasse interesse no mercado, diferente de outras pozolanas como a Cinza Volante e Sílica Ativa, onde o processo de industrialização é mais facilitado.

O alto custo do processo de queima controlada tem inviabilizado a utilização generalizada da CCA como adição mineral, fazendo com que os resultados das pesquisas não sejam efetivamente aplicados, (REGO, 2004) apud (Vieira et al., 2005).

Missau (2004), também detectou a dificuldade no uso da CCA, que segundo ele existe um distanciamento os resultados positivos das pesquisas que demonstram que a CCA tem grande potencial como adição mineral, e a utilização deste produto no mercado da construção civil. Porém Missau (2004), ainda acredita na utilização da CCA, pois considera que num

futuro próximo haverá grande necessidade de redução de produtos poluentes, o que segundo o ele tornará obrigatório a utilização de resíduos industriais como a CCA.

Prudêncio (2003) considera inaceitável o não reaproveitamento da CCA, uma vez que a mesma é disponibilizada em grande quantidade pela indústria de arroz em vários estados do País, porém em muitos casos tal subproduto é simplesmente dispensado no ambiente causando graves danos ao ambiente e destaca ainda que a CCA produzida no Brasil é uma excelente pozolana com desempenho comparado à Sílica Ativa.

Para Metha e Folliard (1995), com a crescente demanda de concretos duráveis as nações estão finalmente valorizando o potencial dos materiais suplementares cimentantes e sugerem que a CCA pode estar disponível em quantidade suficiente para atender tal demanda por mistura mineral de alta qualidade, uma vez que o arroz é produzido na maioria dos países.

Feng et al. (2003), também concluíram que a CCA sob queima controlada e moída adequadamente tem alta atividade pozolânica e propicia o aumento da resistência à compressão de concretos com determinados teores de substituição de cimento por CCA e também possibilita o aumento da durabilidade destes concretos.

Para Vieira et al. (2005), a diferença básica entre a CCA residual e a CCA produzida com o processo de queima controlado é o teor de material amorfo das cinzas. A temperatura e duração de queima controlada, bem como o tempo de moagem influenciam as características das cinzas.

Hoppe (2005) estudou a resistividade elétrica de concretos adicionados de CCA e concluiu que houve aumento da resistividade elétrica dos concretos quando se substitui parte do cimento por CCA e conseqüentemente produz-se um concreto com maior durabilidade e defende o uso da CCA e outras adições minerais provenientes de resíduos industriais como forma de diminuir o consumo de cimento e também evitar o descarte de subprodutos industriais poluidores no meio ambiente.

O reaproveitamento de um subproduto industrial, que muitas vezes serve apenas como mais um poluente industrial, também é um aspecto de grande importância principalmente nos dias de hoje em que a busca por um desenvolvimento industrial sustentável é o grande objetivo e desafio da ciência.

Segundo Prudêncio (2003), a utilização da cinza de casca de arroz (CCA) como material pozolânico vem sendo intensamente investigada desde a década de 70, principalmente na Índia e nos EUA.

2.5.1 Característica da CCA.

A casca de arroz é uma capa lenhosa do grão, dura, com alto teor de sílica, composta de aproximadamente 50% de celulose, 30% de lignina e 20% de sílica de base anidra (MEHTA, 1992) apud Prudêncio (2003).

Segundo Silveira (1996), a CCA pode apresentar colorações de variam do cinza, preto ao branco rosado, que são determinadas pelo processo de combustão e pelas mudanças estruturais diante as mudanças de temperatura, sendo que quanto mais escura, maior o teor de carbono. Já a coloração branca indicaria a oxidação total do carbono.

Uma característica importante que a CCA deve ter é o índice de atividade pozolânica, que depende da finura da cinza e do teor de Sílica amorfa, e este último é determinado pelo processo de queima da casca de arroz, principalmente nos parâmetros de temperatura e tempo de queima.

Não existe um consenso a respeito da temperatura ideal para a queima da CCA, porém a maioria dos autores apresentam valores que estão entre 500 e 1100 °C, e também a maioria concorda que a quantidade de fases cristalinas na Sílica deve ser a menor possível e que temperaturas mais elevadas tendem a produzir CCA mais cristalina, principalmente pelo fato destas serem resfriadas naturalmente ao ambiente.

Segundo SAMPAIO, COITINHO e SAMPAIO (2000), a CCA consiste de um material rico em Sílica não cristalina de estrutura celular e produz efeitos similares ao do Fumo de Sílica, e também apresentam grande superfície específica.

A figura 2.3 apresenta o difratograma de uma CCA tipicamente amorfa, porém com alguns picos cristalinos de Quartzo (Q) e de Cristobalita (C) em destaque, resultado de uma queima não controlada da casca de arroz.

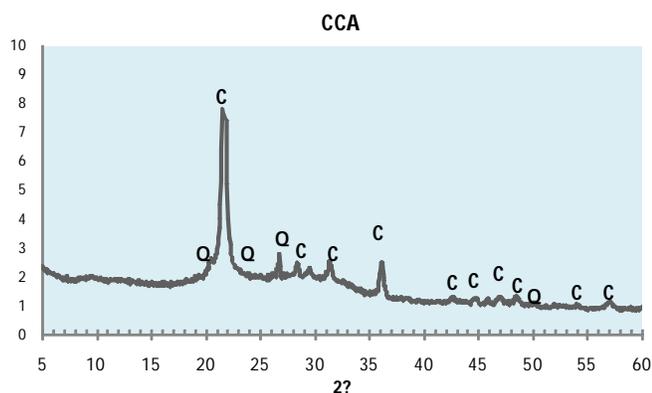


Figura 2.3 – Difração de Raios-X da CCA, fonte: (Laboratório de Física – UFSM, 2006).

A observação em microscópio eletrônico de varredura nos possibilita ver a estrutura porosa da CCA comparada a uma esponja e inclusive as paredes internas apresentam pequenas cavidades, figura 2.4. Esta característica da CCA é importante, pois é responsável pela absorção da água de amassamento e também implica em porosidade maior quando submetido o concreto ao ensaio de Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).

Porém esta estrutura porosa em forma de esponja pode ser modificada através do processo de moagem em moinhos de bolas metálicas por um determinado período de tempo ou mesmo durante o processo de mistura no interior da betoneira, através do atrito interno provocado pelos materiais (cimento, areia e brita) e a CCA, sendo tanto maior quanto maior o tempo de mistura. O alto teor de Sílica foi comprovado pela análise de EDS que apresentou um pico isolado de Silício.

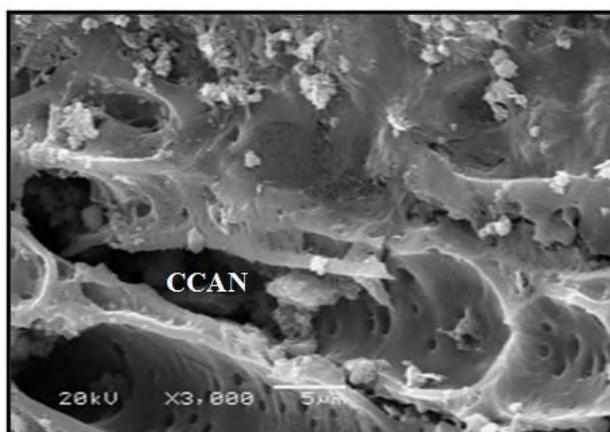


Figura 2.4 – Micrografia concreto com 25% de substituição de cimento por CCAN, 3000X, 91 dias.
Fonte: (LMCC-UFSM, 2006)

Della et al. (2001) estudaram a CCA, figura 2.5, com o objetivo de usá-las na produção de refratários e determinaram algumas características da cinza como:

- elevado teor de óxido de silício, presente sob a forma amorfa, o que torna a CCA uma fonte natural de sílica;
- sílica amorfa como constituinte básico, com predominância de partículas pequenas e de formato alongado e contorcido;

Tais características apresentadas são influenciadas pela composição química da casca de arroz, que varia para cada região produtora, devido às propriedades do solo.

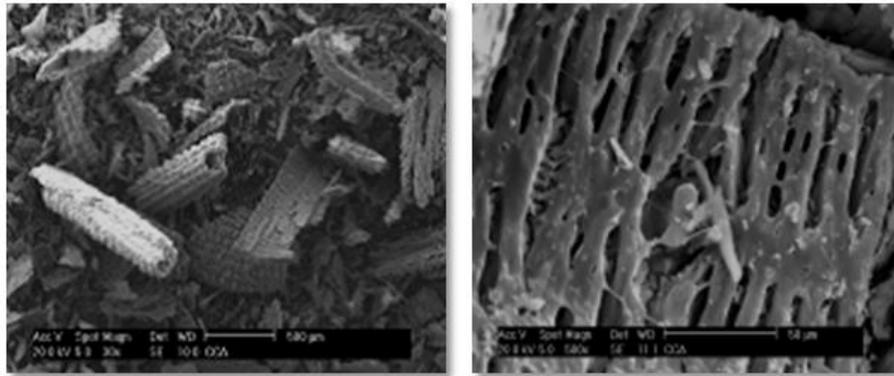


Figura 2.5 – Micrografia CCA, , ampliação 50X, (Della et al, 2001)

2.5.2 Concretos com CCA

Thashima et al (2004) verificaram aumento da resistência à compressão axial de concretos adicionados de CCA (superfície Blaine 16196 cm_2/g) moída por 30 minutos e sem controle de queima em percentuais de 5 e 10%, figura 2.6, quando comparados com concreto de referência (aglomerante apenas cimento, superfície Blaine 6916 cm_2/g).

Estes autores observaram ainda que os concretos com CCA tinham suas resistências aumentadas ainda mais quando comparado com o concreto sem adição de CCA, para idades mais avançadas e sugerem o uso da CCA tanto para redução de poluição ambiental quanto para melhorar as características dos concretos.

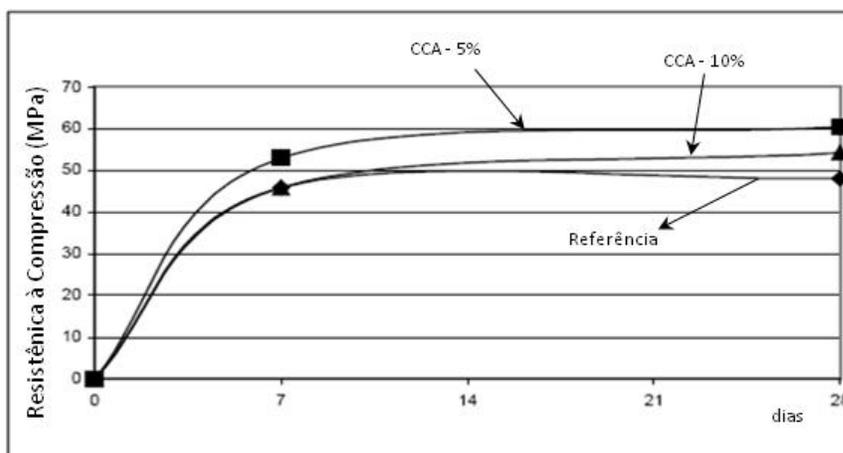


Figura 2.6 – Resistência à compressão de concretos com CCA, TASHIMA et al (2004).

Missau (2004) verificou a melhora da resistência de concretos adicionados com CCA moída, além da melhora da resistência à penetração de cloretos, para concretos com variados teores de adição de CCA (10, 20 e 30%), destacando a possibilidade de redução de poluição ambiental pelo uso deste rejeito industrial além da possibilidade de menor utilização de cimento, fato este que ajudaria a redução das emissões de CO_2 na atmosfera.

Gastaldini e Isaia (1999) pesquisaram a utilização de concretos com 50% de CCA em substituição de cimento para diferentes relações a/ag e verificaram que tais concretos apresentavam maior resistência à penetração de cloretos através de menores cargas passantes quando comparados com o concreto de referência (sem adição de CCA).

Hoppe (2005) verificou aumento da resistividade elétrica de concretos adicionados de CCA, justificado pelo refinamento da estrutura porosa, destacando a importância do uso de adições minerais entre elas a CCAM como forma de aumentar a durabilidade dos concretos, fator positivo principalmente pela possibilidade de aproveitar um subproduto industrial.

Oyetola e Abdullahi (2006) pesquisaram o uso de CCAM para produção de blocos de concreto, na Nigéria, como alternativa de redução de custo uma vez que o cimento é um material de elevado custo, principalmente para a população pobre da África e embora tenham verificado que a substituição de cimento por CCA diminui a resistência a compressão dos blocos, quadro 2.1, ainda assim consideram a utilização da CCA em blocos como forma de utilização deste material, uma vez que o mesmo não tem destinação senão a de poluente ambiental.

substituição		Resistência à compressão (N/mm ²)					
CIMENTO	CCA	1 dia	3 dias	7 dias	14 dias	21 dias	28 dias
100%	0%	0,51	0,91	1,60	2,78	3,63	4,60
90%	10%	0,40	0,70	1,31	2,43	3,35	4,09
80%	20%	0,25	0,55	1,14	2,02	2,91	3,65
70%	30%	0,15	0,36	0,74	1,35	1,79	2,07
60%	40%	0,00	0,15	0,38	0,65	0,91	1,05
50%	50%	0,00	0,06	0,30	0,40	0,42	0,59

Quadro 2.1 – Resistência a compressão de blocos de concreto (N/mm²), (OYETOLA e ABDULLAHI, 2006).

Sampaio, Coutinho e Sampaio (2000), investigaram o uso de CCA portuguesa nos teores de 10, 15 e 20% em substituição de cimento e concluíram que os concretos com CCA tinha melhor resistência à compressão e maior resistência à penetração à cloretos que o concreto de referência e também desempenho melhor que concretos com fumo de Sílica e destacam que a resistência à cloretos é um fator de grande importância na durabilidade do concreto e em especial na prevenção da corrosão dos concretos armados.

Nair, Jagadish e Fraaij (2006) estudaram o uso CCA em concretos de baixa resistência com a finalidade de construções rurais na Índia e constataram que as CCA com baixa perda ao fogo e com alta superfície específica são pozolanas reativas e também, que a duração e o tempo de queima influenciam na pozolanidade e conseqüentemente na resistência do concreto.

Feng et al (2003) afirmam que a CCA é uma pozolana altamente reativa e pode substituir parcialmente o cimento em concretos de alta resistência aumentando a resistência à compressão, requerendo maior quantidade de superplastificantes e incorporador de ar, e adverte, porém que para teores altos de substituição (em torno de 30%), o hidróxido de Cálcio (Ca(OH)_2) é praticamente todo consumido pelas reações pozolânicas diminuindo assim o pH do concreto, figura 2.7, que salienta ser prejudicial para a durabilidade do concreto armado.

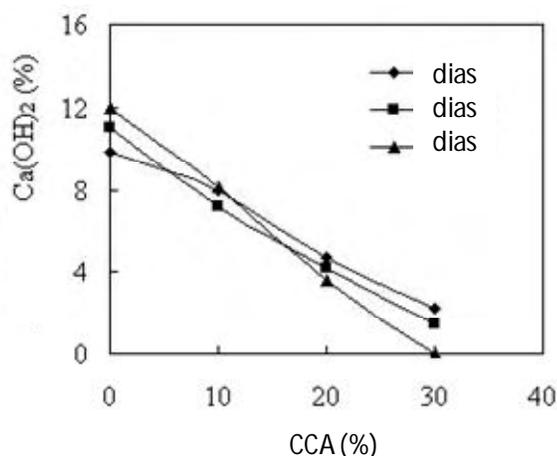


Figura 2.7 – Percentual de Ca(OH)_2 em função do tempo de cura e percentual de CCA, (Feng et al, 2003).

Para Aitcin (2000), a maioria dos materiais cimentícios suplementares têm em comum a característica de apresentarem a sílica vítrea reativa que na presença da água reage com a cal liberada no processo de hidratação do cimento formando C-S-H suplementar.

Neste sentido, é interessante a possibilidade de consumir parte da cal liberada na hidratação do cimento para produzir mais C-S-H, com a sílica das adições minerais, propiciando uma maior compacidade da microestrutura do concreto resultante.

Para Feng et al (2003) é necessário manter uma certa quantidade de hidróxido de cálcio no concreto para proteção contra a carbonatação, já que observaram que quanto maior a adição de cinza de casca de arroz, em substituição ao cimento menor era a quantidade de hidróxido de cálcio remanescente e com 30% de substituição praticamente todo o Ca(OH)_2 havia sido consumido deixando um o concreto sem a proteção alcalina, figura 2.7.

Para Nehdi, Duquette e Damatty (2003) a CCA pode ser utilizada como material cimentício suplementar melhorando características como resistência à compressão, resistência à cloretos em concretos além de ajudar a reduzir impactos ambientais pela utilização dos subprodutos da indústria do arroz.

3 MICROESTRUTURA DO CONCRETO

3.1 Análise de imagens com Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

A observação da macroscópica do concreto possibilita a identificação de três componentes do concreto: a pasta de cimento, as partículas do agregado e os vazios, figura 3.1.



Figura 3.1 – Aparência do concreto após a desforma, imagem sem ampliação.

No estudo da microestrutura do concreto, três fases são de grande importância: agregado, matriz da pasta de cimento e uma interface bem definida entre estas, denominada interface pasta agregado ou Zona de Transição (ZT), figura 3.2.

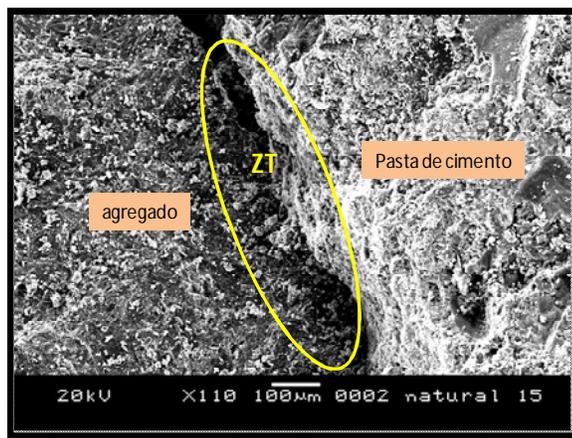


Figura 3.2 - Imagem de concreto, interface pasta agregado – MEV, ampliação 110 X.
 Fonte: (LMCC - UFSM, 2005)

A interface pasta agregado é um ponto importante no estudo da microestrutura do concreto, pois esta fase é o ponto fraco do concreto em relação à resistência mecânica do concreto, e suas características e componentes são determinantes das características do concreto endurecido, em relação a resistência mecânica e a durabilidade.

Metha (1994) define a zona de transição como sendo o elo fraco da corrente e como a fase de limite de resistência do concreto.

Para Roy e Idorn (1993), as propriedades físicas e mecânicas da pasta de cimento Portland, das argamassas e dos concretos resultam de uma série de processos complexos que acontecem durante a mistura e lançamento, incluindo as reações de hidratação.

Quando o cimento entra em contato com a água, os compostos se hidratam e preenchem os espaços originalmente ocupados pela água e este preenchimento é tanto maior quanto menor a relação água/aglomerante (a/ag).

O concreto endurecido é composto por hidratos pouco cristalinos como: Silicato de Cálcio Hidratado (C-S-H); o Aluminato de cálcio e os sulfoaluminatos mais cúbicos e cristalinos e também o hidróxido de cálcio (CH) que é mais hexagonal e cristalino.

A hidratação do cimento resulta numa estrutura complexa composta de grãos de cimentos anidros, produtos da hidratação e poros.

O estudo microestrutural é importante devido à variabilidade de componentes que determinam as características dos concretos, porém eles só podem ser estudados mediante técnicas apropriadas, pois são de dimensões microscópicas e variam de uma gama de tamanhos conforme figura 3.3.

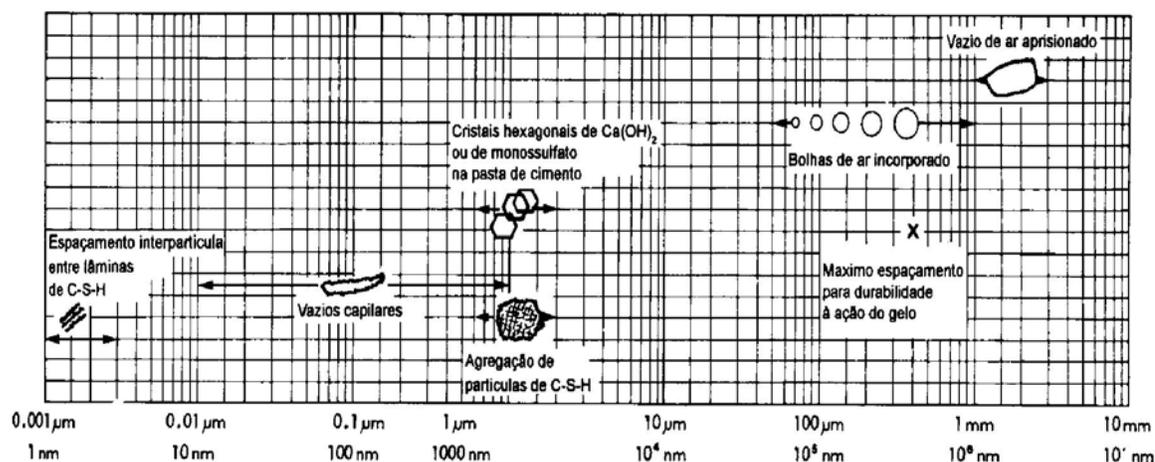


Figura 3.3 – Dimensões gerais dos componentes microestruturais do concreto.

Fonte: Mehta & Monteiro (1994)

No concreto endurecido a fase sólida é composta por agregados, hidratos e grãos de clínquer anidros, no entanto, a fase porosa contém vazios preenchidos de água ou ar, que apresentam uma forma muito complexa e as pastas ou argamassas tem sua microestrutura modificada durante o processo de hidratação ao longo do tempo, afetando assim as propriedades físicas e químicas.

Conforme Aitcin (2000), a microestrutura da zona de transição dos concretos convencionais é inerentemente fraca e impede o concreto a funcionar como um verdadeiro material composto.

A presença de grandes poros e microfissuras diminui a resistência do concreto e a resistência das partículas do agregado não chega a desempenhar papel algum na resistência mecânica, já que não há transferência de tensões entre a massa da pasta e o agregado.

O emprego do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) permite evidenciar a morfologia dos compostos hidratados em função das condições de hidratação, figura 3.4.

A difração de raios-X (DRX) permite a identificação da fase cristalina que compõem materiais à base de cimento e a obtenção de importantes informações sobre suas características cristalográficas.

Para Gomes (2005), os métodos de análise qualitativa e semi-quantitativa encontram-se disponível no sistema Espectrometria de Dispersão de Energia (EDS) e são usualmente utilizados, pois permitem de forma rápida a identificação e determinação da composição dos elementos presentes na amostra.

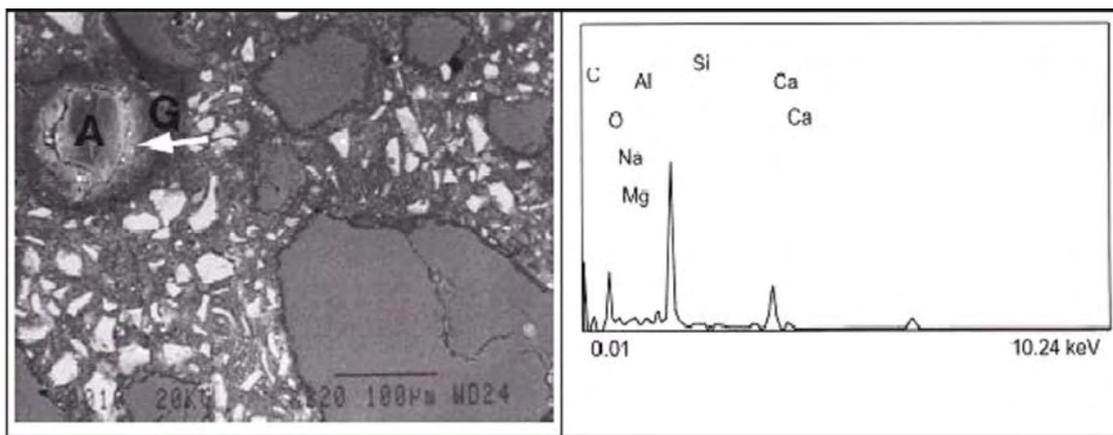


Figura 3.4 – MEV- Imagem por elétrons retro espalhados de agregado reativo e a análise por EDS da região indicada pela seta, (BAKHAREV et al, 2001).

3.2 Porosidade e estrutura dos poros

A permeabilidade da pasta do concreto e argamassas é afetada não apenas pela porosidade, mas também pela distribuição dos tamanhos dos poros.

A técnica do porosímetro de intrusão de mercúrio é comumente usada para determinar a distribuição dos tamanhos dos poros de amostras de pasta de cimento, argamassas e concreto.

Para Roy e Idorn (1993) a distribuição dos tamanhos dos poros em materiais precisa ser exibida em limites inferiores e limites superiores.

Os limites superiores da distribuição dos poros variam com a relação água/aglomerante e com o grau de hidratação.

Para uma pasta de cimento com relação água cimento $a/c=0,4$ e com um dia de cura, o tamanho dos poros varia entre 8 e 700 nm, enquanto a mesma pasta com 320 dias de cura, tem a distribuição dos poros entre 10 e 64 nm.

É bem conhecido que a presença de poros acima de certo diâmetro (diâmetro crítico) contribui significativamente para a permeabilidade.

Segundo Jennings e Tennis (1994), a estrutura dos poros é complexa porque o próprio produto de hidratação do cimento, o C-S-H, é poroso, então dois tipos de porosidade são definidos: a porosidade capilar, a grande porosidade remanescente entre as partículas de cimento hidratado, e a porosidade do gel de C-S-H, porosidade mais fina geralmente menor que 10 nm. A porosidade fina geralmente influencia nos mecanismos de fissuração e fluência, enquanto que a porosidade capilar influencia na permeabilidade e resistência mecânica.

A exsudação provoca o aumento da relação água/aglomerante e conseqüentemente o deslocamento entre a pasta e o agregado e também aumento da porosidade da pasta no local.

Segundo Mindess e Young (1981) apud Silveira (2004) apud Brizola (2007), os poros se classificam baseados no diâmetro em capilares e poros de gel.

Os capilares são divididos em :

Macroporos - (diâmetros maiores que 50 nm)

Mesoporos - (diâmetros maiores que 10 e menores que 50 nm)

Poros do gel também conhecidos como microporos - (diâmetros menores que 10 nm)

As características de resistência mecânica e permeabilidade são relacionadas aos macroporos e mesoporos enquanto que parâmetros como fluência são mais atribuídos aos poros do gel.

Para Metha e Monteiro (1993) a porosidade capilar é influenciada pela relação a/ag e também pelo grau de hidratação e segundo os autores, para pastas bem hidratadas e com relações a/ag baixas, o diâmetro dos poros capilares fica entre 10 e 50 nm enquanto que para pastas com relações a/ag mais altas o diâmetro dos poros capilares está entre 30 e 50 nm.

3.3 - Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

Neste método o mercúrio é forçado a penetrar nos poros da amostra com pressões crescentes.

Como o mercúrio é um material que não molha a superfície dos poros, a pressão de intrusão pode determinar o diâmetro dos poros, desde que se conheça o ângulo de contato entre o mercúrio e a amostra ensaiada, Roy et al (1993).

A Porosimetria de mercúrio é baseada na lei da permeabilidade que domina o efeito de um líquido que penetra em pequenos poros.

Para líquidos como o mercúrio, que não causam molhamento, considerando poros cilíndricos o diâmetro do poro pela expressão de Washburn é dado pela equação 3.1:

$$D = - \left(\frac{1}{P} \right) 4 \gamma \cos \theta \quad (3.1)$$

Onde:

D - Diâmetro do poro.

P - Pressão aplicada.

γ - Tensão superficial.

θ - Ângulo de contato.

Os poros raramente são cilíndricos e, por isso, a equação acima constitui um modelo particular.

O volume de mercúrio que penetra nos poros é obtido através de uma relação direta com a pressão aplicada.

O mercúrio é forçado a entrar nos poros do material através da pressão exercida no equipamento.

A distribuição dos tamanhos dos poros é determinada pelo volume de mercúrio introduzido em cada incremento de pressão e a porosidade total é determinada pelo volume total introduzido ABELL, WILLIS e LANGE (1999).

O cálculo da área superficial de poros é feita considerando-se o trabalho reversível dW requerido para imersão de um objeto não molhável, de área dA , em mercúrio, equação 3.2:

$$dW = \gamma \cos\theta dA \quad (3.2)$$

Onde:

γ - Tensão superficial do mercúrio (apesar de γ variar com a pureza do mercúrio, costuma-se adotar o valor 485×10^{-7} MPa).

θ - Ângulo de contato (na falta de informação específica, recomenda-se o valor de 130°).

3.3.1 - Limitações da PIM

A PIM é muito usada, pois é um método simples, mas não consegue medir a distribuição real dos tamanhos das diferentes geometrias dos poros. A PIM faz uma simplificação errônea de que o diâmetro dos poros é o mesmo dos canais que os interconectam isto fica bem claro quando se analisa o “efeito garrafa” em que o orifício de entrada é menor que o diâmetro interno do poro.

Outra limitação da PIM é que as amostras precisam ser secas para realização do ensaio o que muda a estrutura dos poros e o ângulo de contato.

A microscopia tem sido empregada de forma adicional para estudo da porosidade e permeabilidade diante das limitações do PIM.

Jennings e Shah (1994), através de imagens de elétrons espalhados analisaram pastas de cimento e argamassas com e sem adição de Sílica e observaram a distribuição dos tamanhos dos poros era similar a encontrada nas curva da PIM, mas o tamanho dos poros era três magnitudes maior que as apresentadas na PIM.

Diamond e Leeman (1995) realizaram experimentos e também chegaram nesta mesma conclusão.

3.3.2 Estudo combinado da PIM e MEV

A combinação da análise do PIM e da micrografia do SEM é de grande importância para uma melhor compreensão da porosidade na microestrutura das pastas de cimento e argamassas.

Na figura 3.5, temos o resultado dos experimentos de ABELL, WILLIS e LANGE (1999), combinando a análise do PIM e imagens do SEM, numa seqüência de cinco imagens, de uma amostra de argamassa com relação água/cimento $a/c=0,6$, onde foi aumentada a pressão de intrusão de mercúrio na amostra e observado o resultado no SEM.

As imagens são em tons de preto e branco, sendo que o branco demonstra a presença de mercúrio que foi introduzido sob pressão no ensaio do PIM.

A pressão intrusão de mercúrio foi crescente passando de 3,4 MPa em na fig. 3.5 (a), para 34,5 MPa na figura 3.5 (b).

Percebe-se que na fig. 3.5 (a), onde a pressão de intrusão é baixa, apenas os poros de maior diâmetro estão preenchidos, mas à medida que a pressão de intrusão aumenta, a presença de mercúrio ao redor dos agregados é maior devido ao preenchimento dos poros de menor diâmetro e na imagem e, percebemos que o espaço entre os agregados apresenta uma grande quantidade de poros preenchidos com mercúrio, e os diâmetros medidos neste estágio pelo MIP foi $0,036 \mu\text{m}$ que corresponde ao diâmetro dos poros do gel de C-S-H.

A combinação então dos métodos PIM e SEM é uma solução muito boa para o estudo da microestrutura de concretos e pastas de cimento e permite uma análise mais detalhada não apenas dos parâmetros relacionados com a porosidade, mas também com relação aos cristais formados, microfissuras e também possibilita a verificação de alguns erros provenientes das limitações do PIM.

Porém a análise do MEV deve ser feita com cuidado e deve-se procurar varrer uma área representativa e abrangente da amostra, uma vez que devido ao seu alto grau de ampliação das imagens, também é possível incorrer em erros de análise se por ventura as imagens forem tomadas de pontos muito específicos e com determinadas características que não representam as amostras de uma forma geral. Cada característica então deve ser procurada em outros locais da amostra, pelo processo de varredura, para assim poder-se afirmar que é uma característica da amostra.

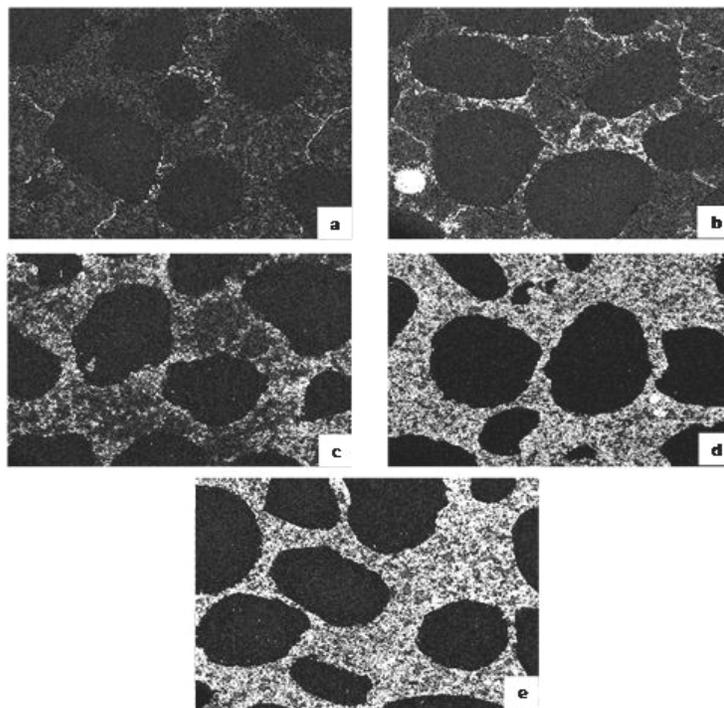


Figura 3.5 - Micrografias de argamassa $a/c=0,6$ - ampliação 50X. ABELL, WILLIS e LANGE (1999)

Na figura 3.6, ABELL, WILLIS e LANGE (1999), demonstram que ao redor dos grãos de cimento não hidratado, existe uma fina película escura, ou seja, sem a presença de mercúrio, o que demonstra que o C-S-H formado em idades posteriores é mais denso e, portanto menos poroso que o C-S-H formado nas primeiras idades, que é mais poroso portanto a intrusão de mercúrio foi maior, evidenciado pela coloração branca.

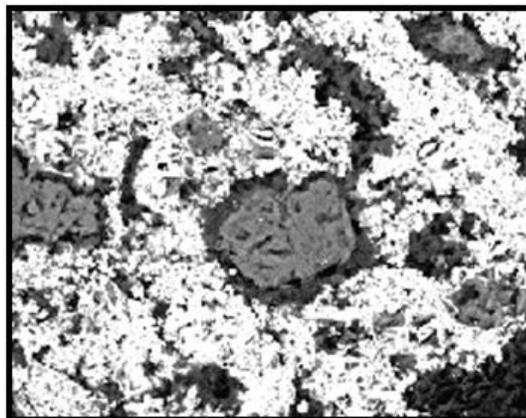


Figura 3.6 - Micrografia argamassa, $a/c=0,6$ - aproximação 1500X, ABELL, WILLIS e LANGE (1999)

3.4 Difração de Raios-X (DRX)

A difração de Raios-X é um tipo de ensaio que permite a identificação de fases cristalinas e também informações sobre a estrutura cristalográfica de amostras de materiais e também permite a quantificação das fases cristalinas e amorfas dos materiais, segundo Gomes (2005 apud Silva 2001).

Este método de análise baseia-se na incidência de feixes de Raios-X monocromáticos sobre a amostra do material. Este processo é feito dentro de um aparelho apropriado no qual a amostra fica em uma posição fixa e o ângulo de incidência é variado pelo aparelho, de acordo com a programação prévia dos ângulos inicial e final, figura 3.7.

A difração acontece em várias direções devido à existência de diferentes planos cristalinos das fases cristalinas da amostra, entretanto existem interações entre as ondas da radiação X somente nas direções em que os efeitos das células vizinhas provocam entre si uma interferência construtiva completa, que são representadas por pico no diagrama de difração.

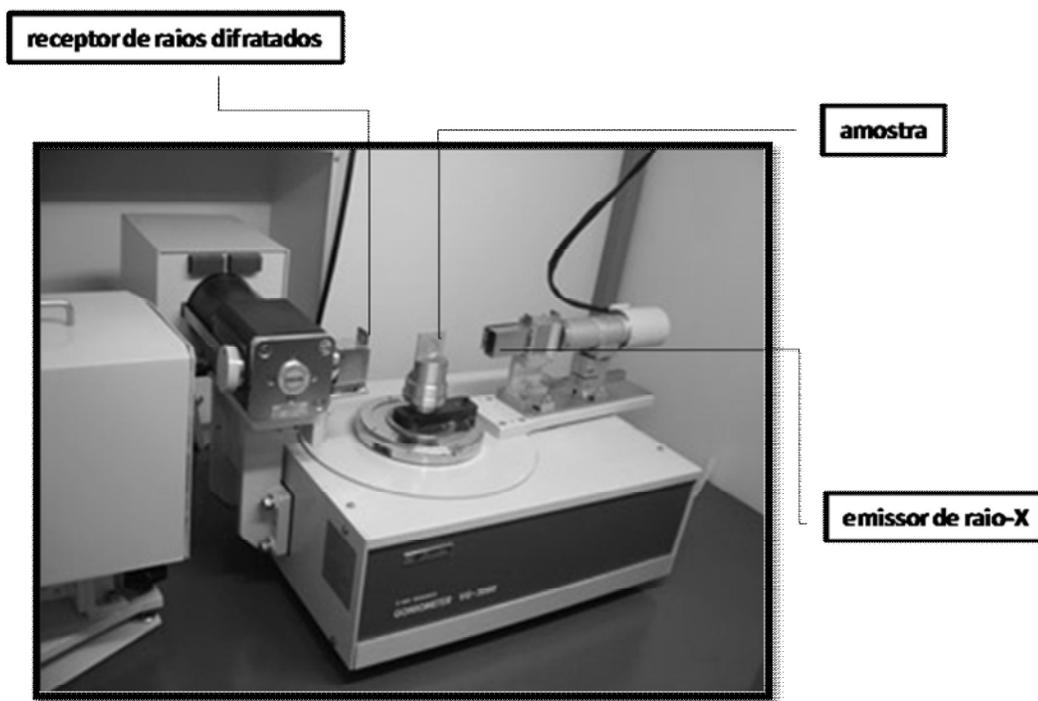


Figura 3.7 – Equipamento de Difração de Raios-X.

O método de difração de raio-X baseia-se na lei de Bragg: $2.d.\text{sen}\theta = n.\lambda$

Onde d é a distância interplanar, que é a distância entre os planos do cristal, θ o ângulo de difração (entre o feixe emitido e os planos atômicos da amostra), n número inteiro de comprimento de onda e λ é o comprimento de onda da radiação incidente, figura 3.8.

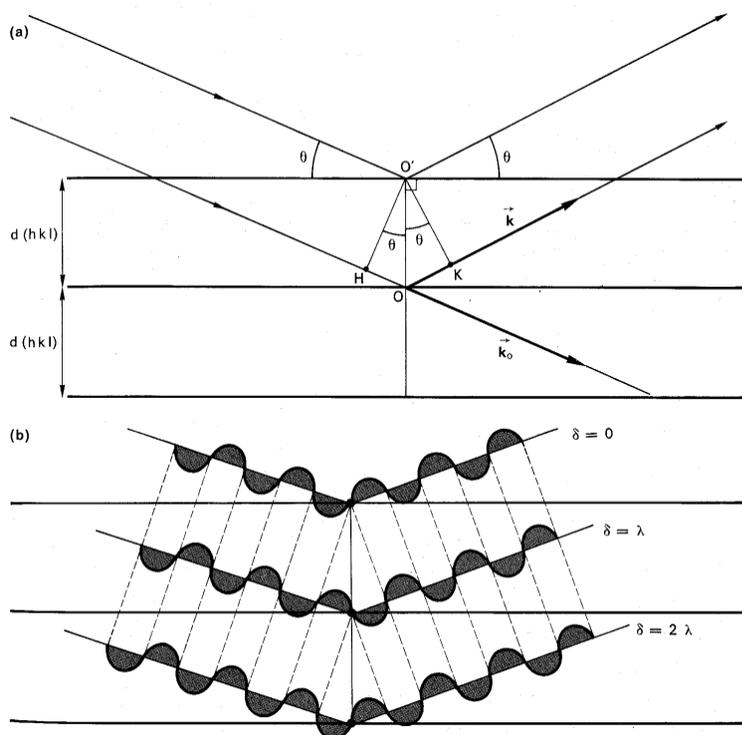


Figura 3.8 – Esquema teórico da Difração de Raios-X

Elementos cristalinos submetidos à incidência de feixe de raios X em determinado ângulo, ocorre reflexão de parte da radiação dos diferentes planos ou camadas de átomos dos cristais, e o ângulo de reflexão é então igual ao ângulo de incidência. Para que as ondas refletidas pelos diferentes planos cristalinos estejam em fase, isto é, para que seja máxima a intensidade da radiação refletida, é necessário que se verifique uma certa relação entre o comprimento de onda da radiação, a distância entre os planos dos cristais (distância interplanar) e o ângulo de incidência (lei de Bragg).

4 PROGRAMA EXPERIMENTAL

4.1 Metodologia empregada

A base deste estudo é a comparação, em nível de microestrutura, de concretos adicionados de CCAN, com concretos adicionados de CCAM e também concreto de referência.

O concreto de referência (sem adições) foi indispensável já que o uso da CCAN neste trabalho implica na substituição parcial de cimento, o que provoca mudanças na resistência do concreto em consequência das alterações microestruturais que são objeto deste estudo.

Os traços com CCAM foram utilizados para se ter um comparativo ainda mais completa, já que este material já foi estudado por vários pesquisadores e as alterações microestruturais provocadas por este material, quando substitui parte do cimento, já são conhecidas.

Foram então desenvolvidos traços: 02 (dois) com substituição parcial de cimento por CCAN (01 com teor de 15% e 01 com 25% de substituição); 02 (dois) com substituição parcial de cimento por CCAM (01 com teor de 15% e 01 com 25% de substituição), 01 (um) traço de referência.

Cada traço foi ainda dosado para 03 (três) relações a/ag : 0,45, 0,55 e 0,65, totalizando 15 diferentes traços.

As idades para os ensaios foram de 28 e 91 dias.

Foram retiradas amostras e realizados ensaios de: Resistência à compressão axial, teor de água quimicamente combinada, porosimetria por intrusão de mercúrio, difração de raios X e análise de imagens no microscópio eletrônico de varredura combinada com identificação por Espectrometria por dispersão de raios-X.

4.1.1 Seleção dos materiais

Os materiais como: areia, brita e CCA são provenientes da região de Santa Maria, RS.

Foram adquiridos em único lote de cada material e armazenados em quantidade suficiente para todas as dosagens, evitando assim a possibilidade de alterações devido à diferença entre lotes de materiais. Foram ainda submetidos a ensaios de caracterização em todos os materiais.

4.2 As variáveis

4.2.1 Variáveis independentes

- Relação água/aglomerante: valores em massa 0,45, 0,55 e 0,65.
Aglomerantes: cimento e CCA.
- Tempo de cura: idade onde as amostras foram ensaiadas.
28 e 91 dias para os ensaios de resistência à compressão axial simples.
91 dias para ensaio Porosimetria por intrusão de mercúrio,
28 e 91 dias para ensaio de água quimicamente combinada.
28 e 91 dias para a análise em microscópio eletrônico de varredura – MEV.
28 e 91 dias para ensaio de Difração de Raio X – DRX.
- Tipo de adições minerais: CCAN e CCAM.
- Teor de substituição de cimento por CCA: 15% e 25%

4.2.2 Variáveis dependentes

- Resistência à compressão axial.
- Porosidade.
- Teor de Água Quimicamente Combinada.
- Quantidade de CH e C-S-H, no ensaio de DRX.
- Formação microestrutural, presença de cristais, formatos e tamanhos destes, microfraturas e poros, observados no MEV.

4.3 Os materiais

4.3.1 Aglomerantes

O aglomerante principal utilizado foi o cimento Portland CII F – 32, por ser um cimento livre de adição de pozolanas conforme NBR 11578 (ABNT, 1991), para que fosse possível a comparação com os traços adicionados de CCA, que apresentam a reação pozolânica e o traço de referência por ser composto de 100% de cimento como aglomerante.

Como os traços estudados apresentavam teores de substituição de 15 e 25% de cimento por CCAN ou CCAM, foi feita a escolha de um cimento isento de adições para que o teor de substituição fosse realmente um valor real e não uma combinação de uma provável adição existente no cimento, com a CCA estudada.

Para os traços com adições utilizou-se CCA, em substituição parcial ao cimento em massa, oriunda das indústrias de arroz da cidade de Santa Maria, RS, produzida por queima sem controle de temperatura. Este material é o que sobra da queima casca de arroz em fornos para gerar energia calorífica para secagem de grãos armazenados.

A CCA como subproduto da queima e sem destinação específica é simplesmente dispensada no solo em áreas de descarte no pátio das indústrias de arroz, de onde foi recolhida e acondicionada em sacos fechados e levadas então ao laboratório onde foram secas em estufa, peneiradas para retirada de impurezas e novamente acondicionadas em sacos fechados.

A CCA foi utilizada em dois tipos: CCAN, CCA sem moagem, e CCAM, CCA moída em moinho de bolas metálicas durante 60 minutos

Com o objetivo de estudar o processo de moagem por atrito interno da CCA dentro da betoneira, durante a mistura dos componentes do concreto, foram realizados ensaios de distribuição granulométrica à laser na CCA moída em betoneira, figura 4.1.

O processo de simulação da moagem por atrito interno dos componentes, baseou-se na mistura dos materiais secos, em betoneira, por 15 minutos, respeitando a composição dos traços e o teor de 15 e 25% de substituição de cimento por CCA, então, durante o processo de mistura em betoneira, os materiais secos entrariam em contato e o choque entre as partículas faria com que os materiais mais frágeis como a CCAN fossem quebrados e reduzissem de tamanho, assim como acontece num processo de moagem.

Tal estudo foi importante porque a CCAN que não sofreu moagem em moinho, estaria sujeita a uma diminuição no tamanho das partículas durante o processo de mistura do concreto e foram realizados os seguintes ensaios:

- Massa específica: norma NBRNM 23
- Análise química – pelo método ABCP/SP PO-GT-3051 Revisão 02
- Resistência à compressão: norma NBR 7215
- Finura na peneira 0,075 mm: norma NBR 11579
- Área específica BET: norma ASTM D-3663
- Tempo de início e fim de pega: norma NBRNM 65
- Distribuição granulométrica à laser: Método PO-GT-1043
- Pozolanicidade de Cimento Portland Pozolânico: Método PO-GT-3004
- Análise por difração de Raios-X.

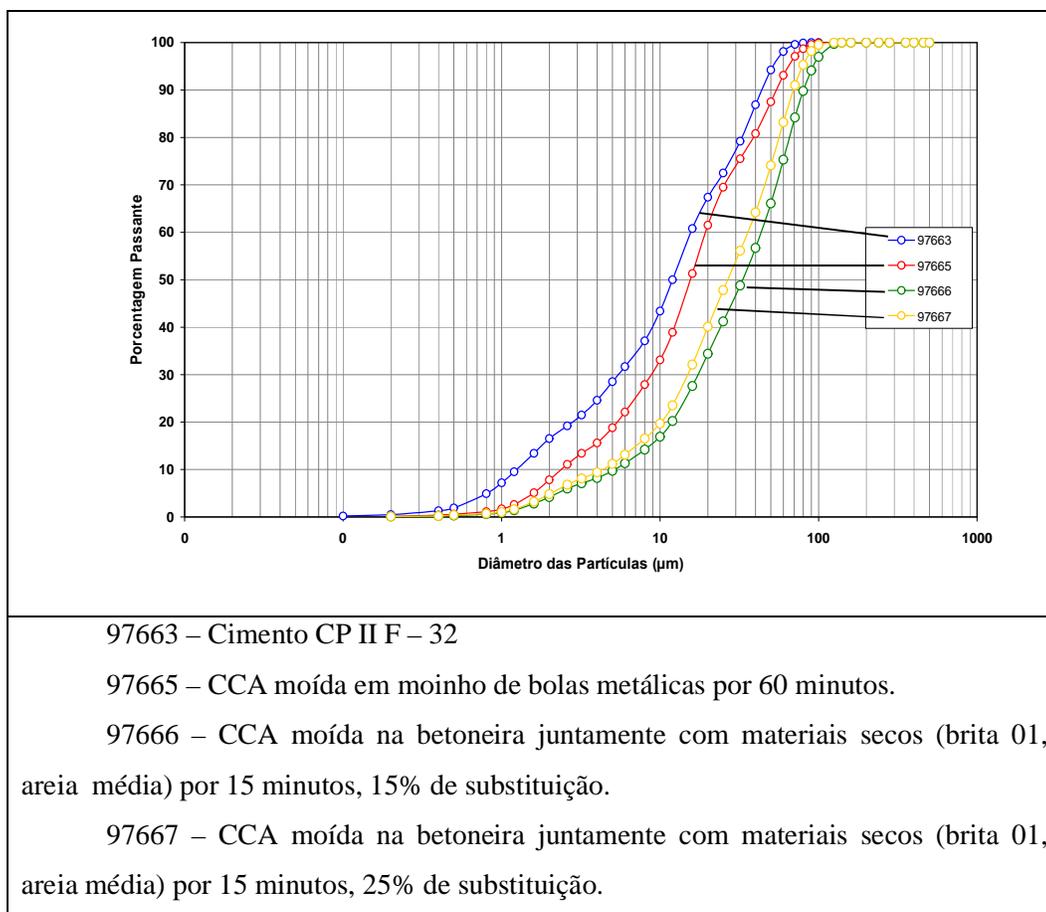


Figura 4.1 – Distribuição granulométrica a laser dos aglomerantes

Os resultados apresentados na figura 4.1, demonstraram que o cimento foi o material mais fino, seguido pela CCA moída em moinho de bolas. As amostras de materiais moídos em betoneira (CCAN) apresentaram uma granulometria tendendo para a distribuição em diâmetro maiores que o cimento e a CCAM. Entre as amostras com CCAN, a que apresentou maior percentual de substituição de cimento (25%), foi a que apresentou a distribuição granulométrica de material mais fino, principalmente para o intervalo entre 10 e 100 μm , isto se deve pela presença da maior quantidade de material frágil (CCAN) que se envolveu entre as partículas de areia e cimento e provocou maior atrito interno, demais ensaios de caracterização foram apresentados nos quadros 4.1 e 4.2.

Grandeza física	Cimento	CCAN	CCAM	CCAN 15% ¹	CCAN 25% ²	
Massa específica (Kg/dm ³)	3,06	1,41	2,09	1,96	1,93	
Área específica BET (m ² /g)	1,44	19,67	49,25	44,41	45,01	
Resíduo na # 0,075mm (%)	2,98	82,18	4,97	9,09	4,84	
Início de Pega (min)	157	-	-	-	-	
Fim de pega (min)	205	-	-	-	-	
Resistência a compressão (MPa)						
1 dia	15	-	-	-	-	
3 dias	26,3	-	-	-	-	
7 dias	32,2	-	-	-	-	
28 dias	40	-	-	-	-	
Dimensões características	Diâmetro médio (μm)	11,5	-	15,54	33,19	26,7
	Diâmetro abaixo do qual encontram-se 10% das partículas (Nm)	1,28	-	2,38	5,19	4,34
	Diâmetro abaixo do qual encontram-se 90% das partículas (Nm)	41,57	-	54,14	80,51	69,39
¹ CCAN, no teor de 15%, moída por 15 minutos na betoneira com agregados graúdos.						
² CCAN, no teor de 25%, moída por 15 minutos na betoneira com agregados graúdos.						

Quadro 4.1 - Características físicas dos aglomerantes.

Componentes	Porcentagem em massa dos materiais (%)		
	CP II-F-32	CCAN	CCAM
Perda ao fogo	1,31	0,51	0,25
SiO ₂	18,92	95,04	94,84
Al ₂ O ₃	4,32	0,00	0,39
Fe ₂ O ₃	2,58	0,44	0,54
CaO	60,15	1,25	1,32
MgO	4,91	0,45	0,40
SO ₃	3,19	0,01	0,01
Na ₂ O	-	0,09	0,11
K ₂ O	-	1,40	1,45

Quadro 4.2 - Composição química dos aglomerantes.

Determinou-se também, o índice de atividade pozolânica (IAP) através do método proposto por Isaia (1995).

Mediu-se no gráfico do ensaio Fratini, figura 4.2 a distancia “d”, diagonal entre a origem dos eixos até o ponto em questão, então, calculou-se o IAP , quadro 4.3.

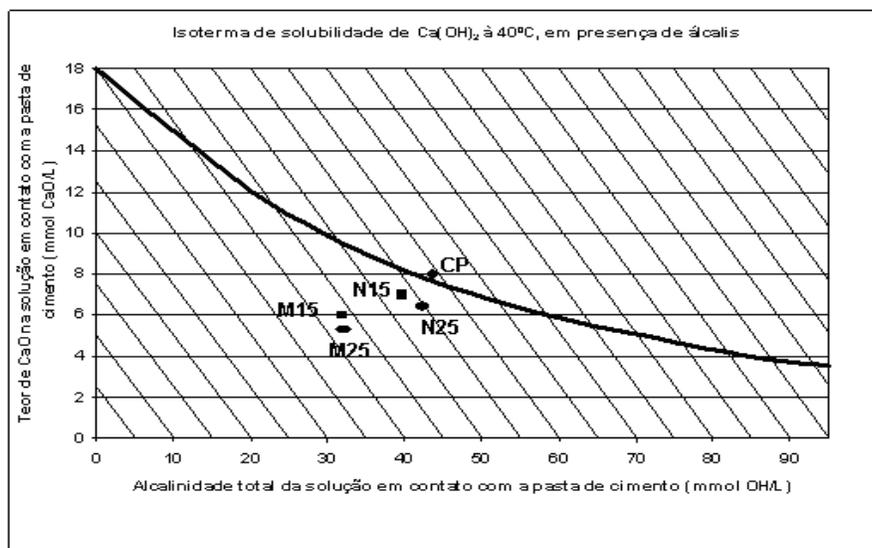


Figura 4.2 –Pozolanicidade de cimento pozolânico.

Misturas	Atividade Pozolanica		Distância ("d" cm)	Índice de atividade pozzolanica ¹ IAP
	mmol CaO/l	mmol OH ⁻ /l		
CP	8,0	59,0	6,8	14,7
N15	9,0	48,0	6,0	16,7
N25	8,5	49,0	5,8	17,2
M15	6,0	43,0	5,2	19,2
M25	5,5	42,0	5,0	20,0

Nota: ¹ Obtenção do índice (IAP=1/d %) conforme Isaia (1995).

Quadro 4.3 – Índice de atividade Pozolânica (Fratini)

Os resultados demonstram aumento da pozzolanicidade da CCA em relação ao cimento portland e também que a CCAM é tem maior índice de pozzolanicidade que a CCAN, pelo processo de moagem que reduz o tamanho das partículas.

4.3.2 Agregados

O agregado miúdo utilizado na pesquisa foi areia natural de origem quartzosa, proveniente do município de Santa Maria, RS. Procederam-se nesta, a secagem em estufa, peneiramento na peneira # 4,8mm e, também, estocagem em cubas de alvenaria devidamente tampadas.

O agregado graúdo utilizado foi a pedra britada de rocha diabásica, proveniente do município de Itaara, RS. Procederam-se neste, o peneiramento na peneira de abertura # 19mm e a lavagem na peneira de abertura 6,3mm para eliminar possíveis impurezas que de alguma forma pudessem influenciar nas propriedades do concreto. Posteriormente a pedra foi seca ao ar e estocada em cubas, semelhante ao procedimento adotado para a areia.

O Quadro 4.4 apresenta as características físicas dos agregados e nas Figuras 4.3 e 4.4 são apresentadas às curvas granulométricas para os agregados.

Foi realizado também um estudo de composição granulométrica do agregado graúdo e agregado miúdo que possibilitasse uma granulometria mais fechada possível. As porcentagens ótimas foram 50% de agregado A + 50% de agregado B, tanto para a areia quanto para a pedra, e os valores para as massas unitárias são apresentados no Quadro 4.4

Grandeza física	Agregados graúdos		Agregados miúdos	
	Pedra - A	Pedra - B	Areia - A	Areia - B
Massa específica	2,55 Kg/dm ³	2,49 Kg/dm ³	2,60 Kg/dm ³	2,63 Kg/dm ³
Massa unitária no estado solto	1,40 Kg/dm ³	1,39 Kg/dm ³	1,51 Kg/dm ³	1,57 Kg/dm ³
Massa unitária no estado solto da composição (50% A + 50% B)	1,45 Kg/dm ³		1,61 Kg/dm ³	
Módulo de finura	5,42	6,91	2,81	1,89
Coef. de Inchamento	-	-	1,37	1,33
Dimensão máxima característica	9,5 mm	19 mm	4,75 mm	1,18 mm

Quadro 4.4 – Características físicas dos agregados.

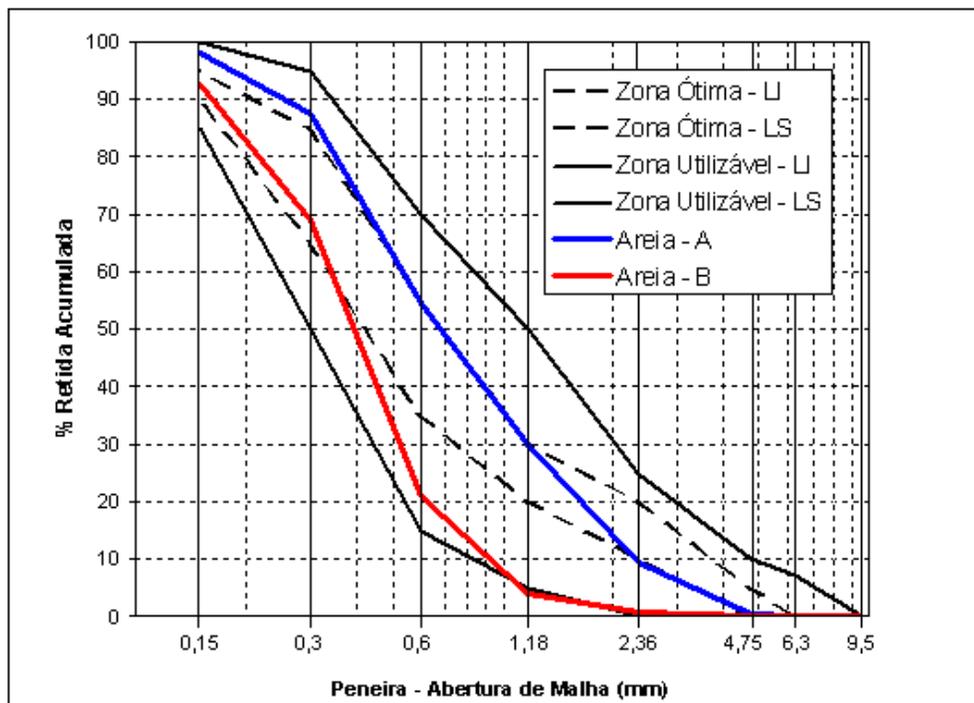


Figura 4.3 – Distribuição granulométrica dos agregados miúdos.

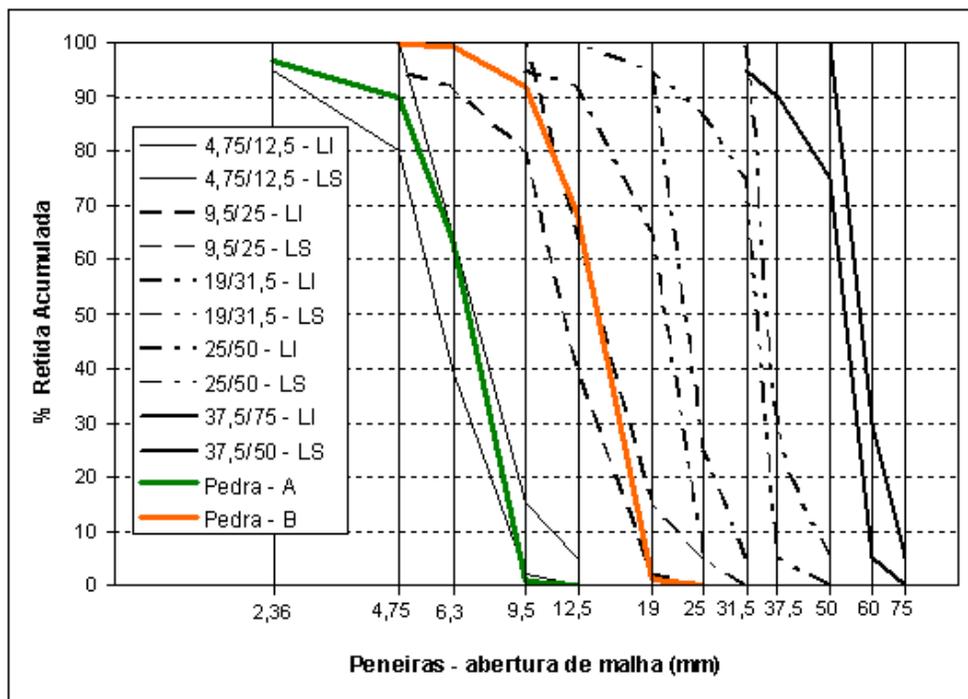


Figura 4.4 – Distribuição granulométrica dos agregados graúdos.

4.3.3 Aditivos

Nas misturas com baixa relação a/ag (0,55 e 0,45), bem como nas compostas com CCA, foi necessária a utilização de aditivo superplastificante a base de policarboxilatos, isento de cloretos conforme ASTM C 494 para que se alcançassem a consistência e trabalhabilidade desejadas. Tal aditivo é considerado e aditivo de terceira geração e apresenta além do efeito de repulsão eletrostática das partículas, ainda o efeito estérico que mantém as partículas afastadas por mais tempo, impedindo assim que elas tornem a flocular rapidamente.

Para tanto foi convencionado valor de abatimento no cone de Abrams de 80 ± 20 mm, determinados através do ensaio de abatimento do tronco de cone segundo norma NBRNM 67.

Na medida em que os aditivos, inclusive o utilizado, podem influenciar nas condições de hidratação, modificando a microestrutura dos concretos, optou-se por utilizá-lo em todas as misturas aglomerantes, possibilitando maior homogeneidade dos concretos. A quantidade de aditivo por metro cúbico de concreto está apresentada no Quadro 4.5.

Traço	Substituição de cimento (%)	a/ag	cimento (Kg/m ³)	CCA (Kg/m ³)	areia (Kg/m ³)	brita (Kg/m ³)	aditivo ¹ (l/m ³)
R	-	0,45	407,2	-	688,1	1095,3	0,1
	-	0,55	319,8	-	779,3	1098,6	0,3
	-	0,65	262,7	-	838	1100,8	0,1
M15	15	0,45	346,1	61,1	663,7	1095,3	1,3
	15	0,55	271,5	47,9	760,1	1098,6	1,4
	15	0,65	223,3	39,4	822,3	1100,8	1,2
M25	25	0,45	305,4	101,8	647,4	1095,3	1,8
	25	0,55	239,5	79,8	747,3	1098,6	1,8
	25	0,65	197	65,7	811,8	1100,8	1,3
N15	15	0,45	346,1	61,1	627,1	1095,3	2,2
	15	0,55	271,5	47,9	731,7	1098,6	2,1
	15	0,65	223,3	39,4	798,6	1100,8	2,2
N25	25	0,45	305,4	101,8	586,3	1095,3	3,6
	25	0,55	239,5	79,8	699,4	1098,6	3,2
	25	0,65	197	65,7	772,4	1100,8	3,1

Nota: ¹ Adotou-se densidade igual a 1,1g/cm³

Quadro 4.5 – Consumo de materiais por m³.

4.4 Traços

O proporcionamento dos concretos foi realizado segundo procedimento proposto por Helene e Terzian (1992) e as quantidades de materiais são apresentadas no Quadro 4.5.

Cinco misturas aglomerantes foram utilizadas, resultando cinco traços diferentes para cada relação a/ag: traço de referência com 100% cimento Portland e dois com CCAN em teores de substituição de 15% e 25% e outros dois com CCAM em teores de substituição de 15% e 25%.

Três relações a/ag foram utilizadas para cada uma das misturas estudadas: 0,45; 0,55 e 0,65, com proporções aglomerante/agregado de 1:4,38; 1:5,87 e 1:7,38.

Os percentuais de substituição 15 e 25% foram arbitrados pela experiência de trabalhos experimentais anteriores, considerando principalmente a possibilidade da redução de custos aos substituir parte do cimento, porém buscando misturas que também apresentassem uma resistência à compressão aceitável.

As três relações a/ag foram adotadas para possibilitar variações microestruturais, principalmente na interface pasta/agregado e ocasionando então reflexos principalmente na porosidade e resistência à compressão, sendo que esta variável (a/ag) também é empregada por vários autores que estudaram o emprego das adições minerais como Brizola (2007) e Vagheti (2005), principalmente pelo fato destas relações a/ag resultarem normalmente em concretos com resistência à compressão na faixa de concretos convencionais correntemente usados na construção civil e outras aplicações.

Nos traços com adição de CCA foram realizadas correções nas quantidades do agregado miúdo, devido a CCA ter menor massa específica que o cimento utilizado e também por ter a CCAM e a CCAN massas específicas diferentes também, com isso foi possível manter constante o percentual de 50% de argamassa seca para todos os traços.

4.4.1 Ordem de colocação dos materiais na betoneira

Um trabalho experimental foi realizado para determinar a melhor ordem de colocação e o tempo ideal de mistura dos materiais para atingir a trabalhabilidade desejada com o menor consumo de superplastificante possível, considerando que com maior tempo de mistura ocorreria quebra das partículas de CCAN pelo atrito interno dos materiais no interior da betoneira.

A ordem de colocação dos materiais influenciou na trabalhabilidade da mistura e os traços com CCAN foram os que necessitaram de uma ordem de colocação diferente dos demais traços, sendo que a CCAN foi adicionada primeiro juntamente com a brita, o que possibilitou efeito semelhante a moagem, porém com uma eficiência menor, mas suficiente para provocar uma diminuição do tamanho das partículas de CCAN, quebrando a estrutura porosa das partículas de maior dimensão, diminuindo assim a absorção e aprisionamento de água no interior das partículas e melhorando então a trabalhabilidade da mistura. Porém para este efeito ser possível, foi necessário um tempo adicional de mistura em betoneira (5 min.), período em que a cinza se atritava com a brita e com as paredes e pás da betoneira.

As ordens de colocação ideais para cada traço estão apresentadas no Quadro 4.6.

Traço	Ordem / Tempo	Materiais						Tempo de mistura
		Cimento	CCA	Brita	Areia	Água	Aditivo	
R	Ordem	2º	-	1º	4º	1º	3º	10min
	Tempo	2min	-	2min	4min	2min	2min	
M15	Ordem	2º	2º	1º	4º	1º	3º	10min
	Tempo	2min	2min	2min	4min	2min	2min	
M25	Ordem	2º	2º	1º	4º	1º	3º	10min
	Tempo	2min	2min	2min	4min	2min	2min	
N15	Ordem	3º	1º	1º	4º	2º	2º	15min
	Tempo	2min	2min	2min	9min	2min	2min	
N25	Ordem	3º	1º	1º	4º	2º	2º	15min
	Tempo	2min	2min	2min	9min	2min	2min	

Quadro 4.6 - Ordem de colocação e tempo de mistura dos materiais na betoneira.

4.5 Moldagem de corpos de prova de concreto e procedimento de cura úmida

Com a finalidade evitar o parâmetro temperatura do concreto, utilizou-se da equação 4.1, proposta por Metha e Monteiro (1994) e Neville (1995) para realizar as correções necessárias para manter em todas as moldagens a temperatura mais próxima possível. A correção foi feita através da temperatura da água, dependendo da temperatura dos materiais, aqueceu-se ou resfriou-se a água de amassamento procurando-se manter a temperatura do concreto aproximadamente constante em $19^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, equação 4.1.

$$T = \frac{0,22.(T_m.M_m + T_c.M_c) + T_a.M_a}{0,22.(M_m + M_c) + M_a} \quad (4.1)$$

T – Temperatura da massa de concreto ($^{\circ}\text{F}$)

T_m – Temperatura dos agregados ($^{\circ}\text{F}$)

T_c – Temperatura do cimento ($^{\circ}\text{F}$)

T_a – Temperatura da água ($^{\circ}\text{F}$)

M_m – Massa dos agregados (Kg)

M_c – Massa de cimento (Kg)

M_a – Massa de água (Kg)

As moldagens dos corpos de prova de concreto foram de acordo com a norma NBR 5738/2003 em fôrmas metálicas 10x20cm e o adensamento foi através de mesa vibratória em duas camadas.

Os corpos de prova ficaram à temperatura ambiente pelas primeiras 24 horas, sendo posteriormente desmoldados e acondicionados em câmara úmida sob temperatura em $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e umidade $> 95\%$, onde permaneceram até a data dos ensaios.

Os ensaios de resistência à compressão axial os corpos-de-prova foram realizados aos 28 e 91 dias, conforme norma NBR 5739/2003.

Para os demais ensaios foram retiradas amostras de pó e também de fragmentos dos corpos de prova ensaiados, sendo que tais amostras foram tratadas com álcool etílico absoluto para que fosse retirada a água livre e então o processo de hidratação fosse paralisado.

Após a secagem as amostras foram acondicionadas apropriadamente em embalagens hermeticamente fechadas.

4.6 Ensaio realizados

4.6.1 Resistência à compressão axial

O ensaio de resistência à compressão axial foi realizado de acordo com as NBR 5739/2003, no Laboratório de Materiais de Construção Civil da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), figura 4.5.

Para tanto foram moldados três (03) corpos-de-prova cilíndricos de 10x20cm por idade de ensaio, 28 e 91 dias.



Figura 4.5 – Prensa hidráulica para ensaio de ruptura de corpos de prova à compressão axial.

4.6.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio - PIM

O ensaio foi realizado nos laboratórios da Associação Brasileira do Cimento Portland (ABCP) no equipamento da marca Micromeritics, modelo Autopore II 9220.

As amostras enviadas foram obtidas de fragmentos de tamanho aproximado de 6 mm de aresta retirados da argamassa do concreto dos corpos de prova que foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão axial.

Com a finalidade de remover a água livre e induzir a paralisação das reações de hidratação e pozolânica sem correr o risco de alterar a microestrutura do material, as amostras foram imersas em álcool etílico absoluto por 24 horas e secas em estufa a 60 °C por um período de 12 horas e posteriormente foram acondicionadas em recipiente hermeticamente fechado.

4.6.3 Difração de Raios-X - DRX

As amostras consistiram de pó passante na peneira # 0,075 μm , retirado através de furadeira elétrica, dos corpos –de- prova de concreto e posteriormente foram tratadas com álcool etílico absoluto através de um processo onde a amostra era colocada em filtro de papel pelo qual praticamente só passava o álcool.

Tal processo foi repetido por 3 vezes com a finalidade de induzir a paralisação das reações de hidratação e pozolânica e posteriormente foram secas em estufa por 12 horas à uma temperatura de 60 °C e em seguida foram acondicionadas em recipientes hermeticamente fechados.

As amostras então foram ensaiadas no laboratório do Departamento de Física UFSM no equipamento marca Shimatzu, modelo XD7A com tubo de cobre de potência 2KW, figura 4.6.

Os parâmetros de regulação foram: tensão de 40KV, corrente de 20 mA, goniômetro VG-208R com varredura do ângulo 2θ à razão de 2°/minuto.

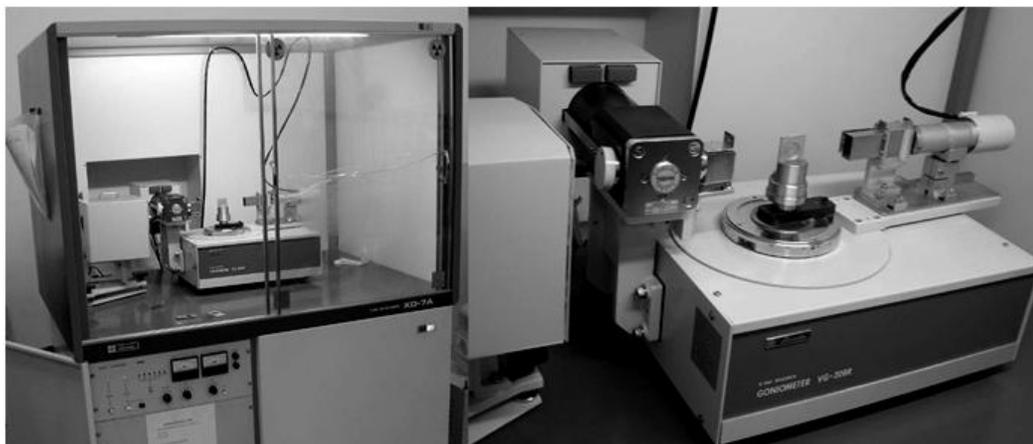


Figura 4.6 – Equipamento de difração de Raios-X, laboratório de Física, UFSM.

4.6.4 Análise de imagens no Microscópio Eletrônico de varredura (MEV)

Algumas amostras de concreto foram analisadas no MEV, figura 4.7, com a finalidade de observar a microestrutura de cada traço, e consistiam de fragmentos de concreto retirados dos corpos de provas submetidos ao ensaio de compressão axial.

As amostras foram tratadas com álcool etílico absoluto para paralisação das reações de hidratação, submetidas ao mesmo processo das amostras preparadas para a Porosimetria por intrusão de mercúrio, descrito na seção 4.6.2 e, posteriormente acondicionadas em embalagem fechada.

A preparação prévia do material a ser analisado consiste na aplicação de uma fina película de ouro, e para tanto foi utilizado o equipamento de vácuo, figura 4.8.

Acoplado ao microscópio, existe o equipamento de Espectrometria de Dispersão de Energia (EDS), o qual possibilita a identificação dos elementos químicos presentes nos pontos selecionados nas imagens durante o processo de varredura, auxiliando então na identificação de cristais e componentes observados, figura 4.7.

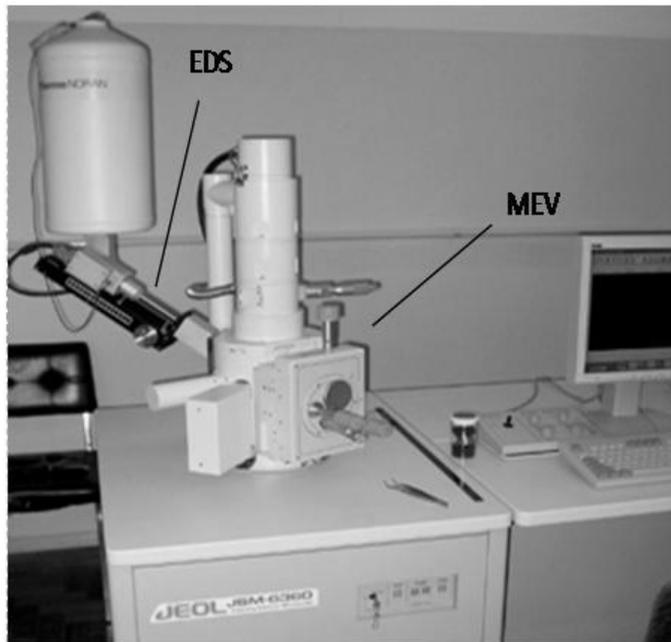


Figura 4.7 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), laboratórios da UFSM.



Figura 4.8 – Amostra de fragmento de concreto e equipamento de vácuo.

4.6.5 Água Quimicamente Combinada

Os ensaios de água quimicamente combinada foram realizados no Departamento de Química da UFSM.

As amostras consistiram de pó retirado dos corpos de prova de concreto e foram submetidas ao mesmo processo de paralisação de reação, secagem e acondicionamento que o pó utilizado para os ensaios de DRX, já descritos na seção 4.6.3.

O teor de água combinada foi determinado pela diferença de massa da amostra aos 105° (P105) e 550°C (P550), sendo assim a quantidade de água não evaporável.

Segundo MARSH & DAY(1988) e SELLEVOLD & JUSTNES(1993), apud ISAIA (1995), o teor de água combinada é dado por $AC = [(P105 - P550)] / P105$ onde:

- O valor P105 foi determinado pesando 20g de amostra a qual foi levada à estufa a 105°C, até que atingissem a constância de massa com tolerância de 0,01 g.

- O valor P550 foi determinado levando em seguida as amostras para uma mufla com temperatura de 550°C, mantendo durante uma hora e depois colocadas num dessecador até atingir a temperatura ambiente então foram pesadas com precisão de 0.01 g, figura 4.9.

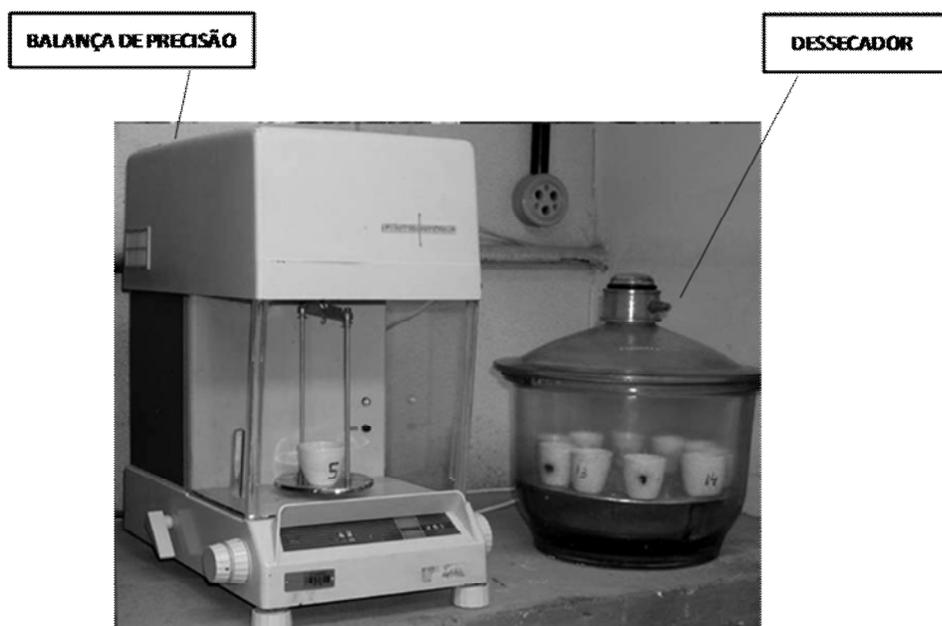


Figura 4.9 – Balança de precisão e dessecador de amostras.

5 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 Resistência à compressão

5.1.1 Resistência à compressão aos 28 dias

Para relação a/ag 0,65 tem-se que todos os traços com adição apresentam resistência á compressão inferior ao traço de referência, figura 5.1 (a), com exceção do traço M15, que apresentou resistência maior que o traço R e o traço N15 que foi igual ao valor de R. O traço M25 apresentou valor de resistência próximo ao do traço R e o traço N25 foi o que apresentou pior resultado de resistência entre todos os traços.

Quando a relação a/ag é 0,55, figura 5.1 (b), o traço M15 continua com resistência superior a R e o traço M25 iguala-se em valor a este. O traço N15 teve um valor ligeiramente menor que R e o traço N25 continua com resistência bem inferior a todos os outros traços.

Todos os traços tiveram aumento de resistência quando comparados com a relação a/ag 0,65.

Com a relação a/ag 0,45, figura 5.1 (c), as resistências são maiores ainda e superam os traços com relação a/ag 0,55, comportamento esperado.

Os traços com CCAM apresentam a maior resistência e superam o traço R. Os traços com CCAN tiveram menores resistências que os traços com CCAM e também inferiores ao traço R, o traço N15 continua com valor próximo ao traço de referência e o traço N25 é o que apresenta menor valor, como aconteceu para as relações a/ag 0,65 e 0,55.

Os traços com CCAM apresentaram resistências próximas e até superiores à R para todas as relações a/ag , já os traços com CCAN apresentaram para todas as relações a/ag valores de resistências inferiores a R e também aos traços com CCAM.

Os traços com percentual de 15% substituição apresentaram melhores resultados de resistência, tanto para CCAM como para CCAN, porém para a CCAN foi mais expressivo que o traço com 25% de substituição teve resistência bem inferior aos demais traços.

Missau (2004) obteve resultados semelhantes para concretos com 10, 20 e 30% de

CCAM em substituição ao cimento, e observou que aos 28 dias para as relações a/ag 0,35, 0,50 e 0,65 os concretos com CCAM sempre apresentavam resistências superiores ao traço de referência e o desempenho era melhor quanto menor a relação a/ag e também que as resistências mais altas foram para os traços com 20% de substituição.

Vagheti (2005) obteve resultados de resistência, aos 28 dias, inferiores para os traços com CCAM, quando comparados ao traço de referência, usando 25% de substituição de cimento em massa, sendo que para as relações a/ag 0,50 e 0,60 as resistências foram em média 15% inferiores ao traço de referência, já para a relação a/ag 0,70 o traço com CCAM teve resistência praticamente igual ao traço referência.

Feng et al (2003) também observaram para concretos com CCAM, relação a/ag 0,35 e 0,45, valores de resistências superiores aos do concreto de referência, para a idade 28 dias.

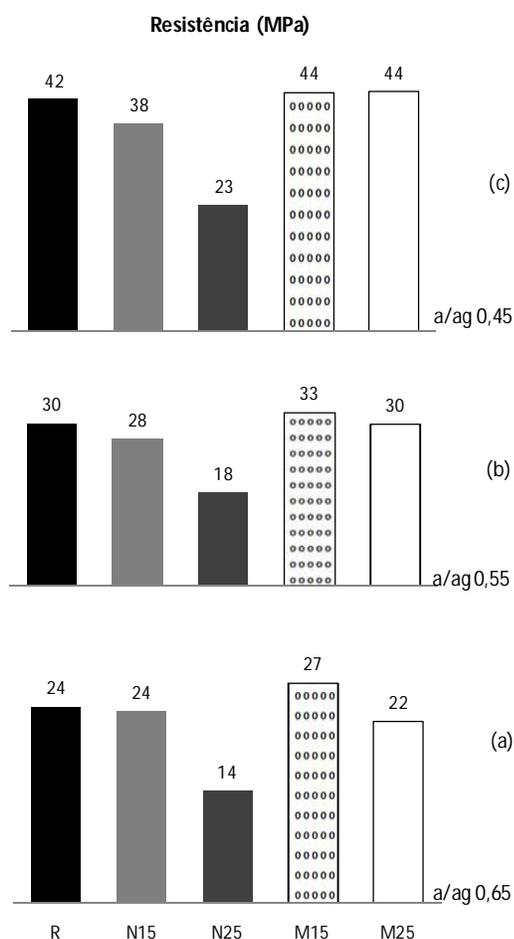


Figura 5.1 – Resistência à compressão axial (MPa), aos 28 dias.

5.1.2 Resistência à compressão aos 91 dias

Com um tempo de cura maior, destacou-se o avanço das reações de hidratação dos componentes do cimento e também do progresso das reações pozolânicas dos traços com CCA, resultando valores de resistência à compressão maiores que os valores apresentados aos 28 dias.

Diferente do comportamento aos 28 dias, para a relação a/ag 0,65, figura 5.2 (a), todos os traços com adição apresentaram valores superiores ao traço de referência, com exceção do traço N25 que foi o menos resistente entre todos os traços. O traço M15 foi o que apresentou maior valor de resistência, mesmo comportamento para todas as relações a/ag aos 28 dias. Os traços N15 e M25 superaram ligeiramente a resistência do traço R.

Quando a relação a/ag passa para 0,55, fig. 5.2 (b), o traço N15 apresenta resistência igual a R e os traços com CCAM apresentam os valores mais altos e também um crescimento maior quando comparados com a relação a/ag 0,65.

Já com a relação a/ag 0,45, figura 5.2 (c), apenas o traço N25 não superou o traço de referência e continuou sendo o traço menos resistente, mesmo assim teve um crescimento de resistência quando comparado com a relação a/ag 0,55. Tanto os traços com CCAM como CCAN apresentaram resistência parecidas, aproximadamente 50 MPa, sendo bem superiores ao traço R, porém o traço N25 foi o único que apresentou resistência abaixo de R, repetindo o comportamento apresentado aos 28 dias, figura 5.1.

O aumento da resistência dos concretos com CCA, quando comparado com a idade de 28 dias, foi considerável e se explica pela evolução das reações pozolânicas, que normalmente se acentuam nas idades superiores aos 28 dias, porém o mesmo não aconteceu com o traço R, que apresentou crescimento de resistência menor, principalmente para a relação a/ag 0,45 e isto se explica pelo fato do traço R não apresentar a reação pozolânica devido ser o aglomerante composto de 100% de cimento, que provavelmente teve uma reação de hidratação rápida até os 28 dias e mais lenta ao passar do tempo contanto principalmente com a hidratação dos Silicatos Dicalcicos (C_2S), que se hidratam com idades mais avançadas.

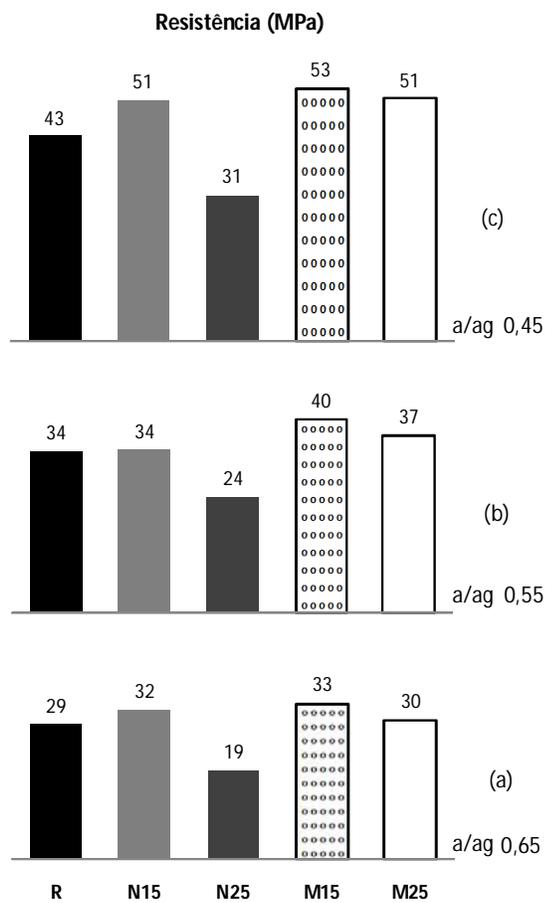


Figura 5.2 – Resistência à compressão axial (MPa), aos 91 dias.

5.1.3 Curvas Resistência x Relação a/ag

O traço N25 destaca-se com a curva mais abaixo que os outros traços, devido a sua menor resistência para todas as relações a/ag aos 28 dias, figura 5.3.

O traço M15 manteve-se sempre na posição superior por apresentar sempre maior resistência, porem na relação a/ag 0,45 as curvas dos traços R, M15 e M25 se aproximam.

A inflexão das curvas dos traços é maior quando passa da relação a/ag 0,55 para 0,45, demonstrando maior aumento de resistência para relações a/ag menores, menos para o traço N25 que manteve a mesma inclinação.

Já para as curvas aos 91 dias, fig. 5.4 o traço R manteve-se numa posição inferior, superando apenas o traço N25. A mudança de inflexão do traço de referência, foi mais suave que os demais traços, quando passou da relação a/ag 0,55 para 0,45, sendo pouco maior que o traço N25 apenas.

O traço N15 teve um aumento de resistência maior que os demais traços ao passar da relação a/ag 0,55 para 0,45, demonstrando um bom crescimento de resistência.

A maior mudança de inflexão nas curvas de resistência foi apresentada pelo traço N15 aos 91 dias e por N15 e M15 aos 28 dias, demonstrando que para relações a/ag menores a adição de CCA proporciona maiores valores de resistência.

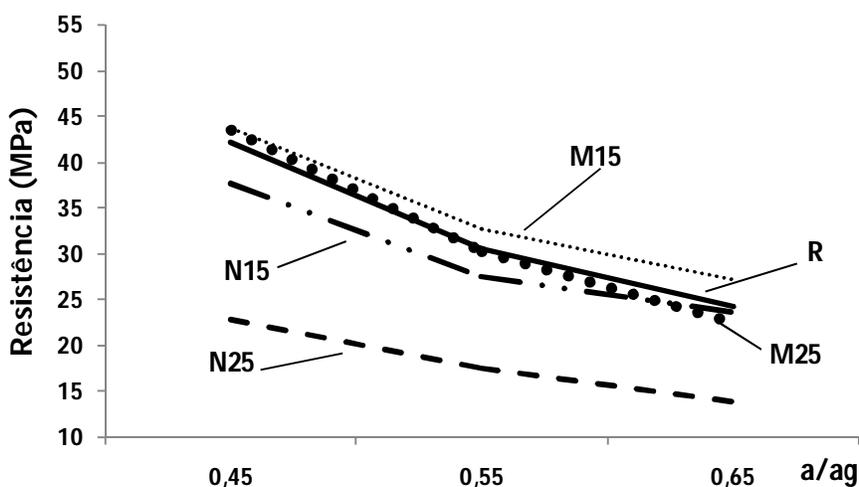


Figura 5.3 – Resistência à compressão aos 28 dias

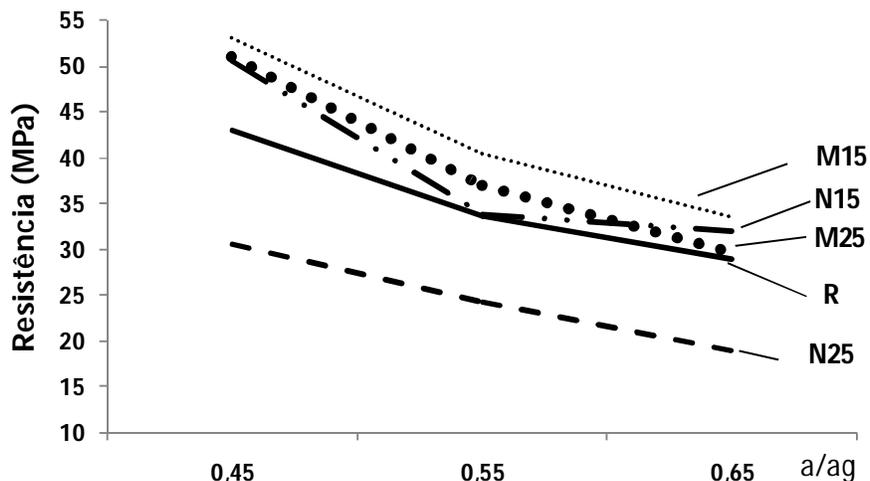


Figura 5.4 – Resistência á compressão aos 91 dias

Os traços com CCAM ocuparam as posições mais elevadas entre as curvas, principalmente o traço M15, para ambas as idades, demonstrando que a moagem da cinza foi determinante para o aumento da resistência à compressão devido à maior superfície específica das partículas, conforme quadro 4.1, que favoreceu a nucleação de cristais. CCAN apresentaram menores resistências, aos 28 dias, que o traço de referência e menores ainda quando comparados aos traços com CCAM, já que as partículas de CCAN possuem maior área específica, e o efeito da reação pozolânica não foi determinante nesta idade uma vez que nesta idade o efeito de reação pozolânica não foi tão relevante, e o maior percentual de substituição, caso do traço N25, resultou nos menores valores de resistência e, conseqüentemente a posição mais inferior entre as curvas.

Aos 91 dias, o efeito da reação pozolânica possibilitou ao traço N15 um crescimento de resistência, colocando no patamar dos traços com CCAM e superando a resistência do traço de referência. A partir da relação a/ag a inflexão da curva do traço N15 teve uma variação mais pronunciada quando comparada com os demais traços, demonstrando que para as menores relações a/ag maior o efeito positivo da CCAN que praticamente se iguala em resistência aos traços com CCAM, quando a relação a/ag é 0,45.

5.2 ÁGUA QUIMICAMENTE COMBINADA

A figura 5.5 apresenta os resultados para os diferentes traços do ensaio aos 28 dias, e para as diferentes relações a/ag.

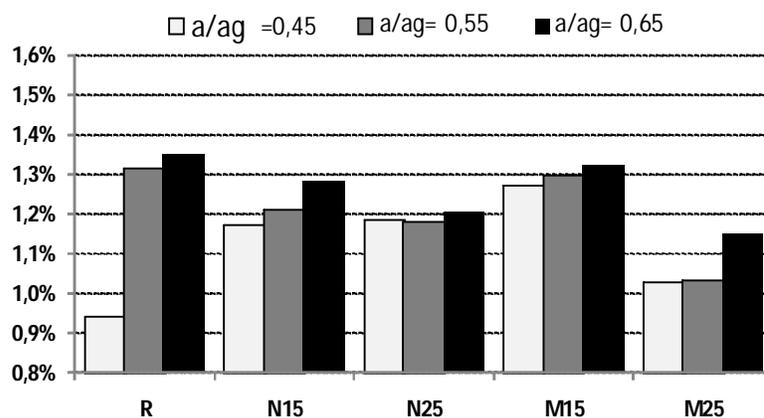


Figura 5.5– Água quimicamente combinada, aos 28 dias.

O teor de água quimicamente combinada foi crescente para todos os traços à medida que a relação a/ag aumentou. Uma explicação para este comportamento seria que para relações a/ag maiores existe maior espaço livre entre as partículas, uma vez que para a mesma quantidade de água existe menos aglomerante, resultando maior porosidade e mais espaços para ocupação pelos produtos hidratados que geralmente são maiores, como é o caso do Hidróxido de Cálcio que tende a se formar em cristais de grande dimensões ou em grandes aglomerados.

Já para as relações a/ag menores existe mais aglomerante e os cristais se hidratam em tamanhos menores por haver menos espaço livre e o resultado é uma menor quantidade de água quimicamente combinada.

Aos 91 dias, figura 5.6, o teor de água quimicamente combinada foi maior para todos os traços, e para todas as relações a/ag, em relação aos 28 dias. Isto se explica pelo aumento da atividade química provocado pela hidratação dos Silicatos do cimento, principalmente do C_2S que se hidrata em idades mais avançadas que o C_3S , e também das reações pozolânicas

existentes nos traços com adição de CCA gerando, portanto, mais produtos hidratados e reduzindo a quantidade de água evaporável devido aumento da água quimicamente combinada

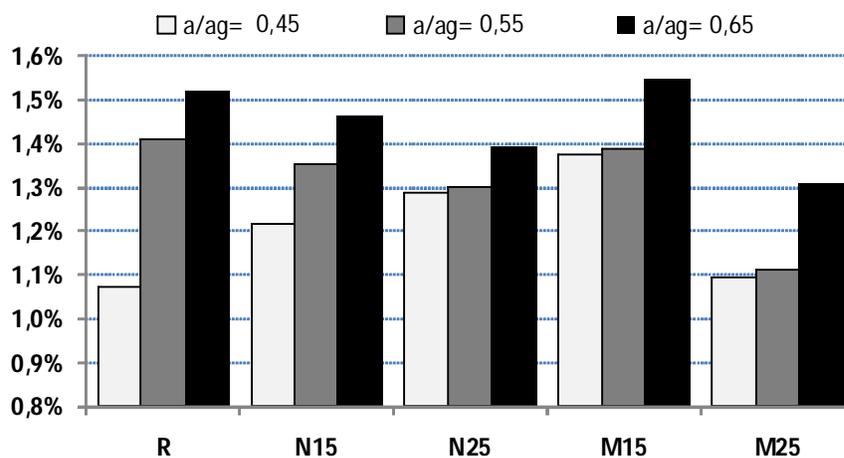


Figura 5.6 – Água quimicamente combinada, aos 91 dias.

5.2.1 Comparação com o traço referência

A seguir os traços são comparados com o traço de referência aos 28 dias, sendo cada valor tanto aos 28 como aos 91 dias foi sempre relacionado com o traço de referência aos 28 dias, que teve percentual arbitrado de 100%.

Então conforme figura 5.7, tem-se que aos 91 dias, para a relação a/ag 0,45, o teor de água combinada do traço R aumentou 14% , demonstrando o avanço das reações de hidratação do cimento.

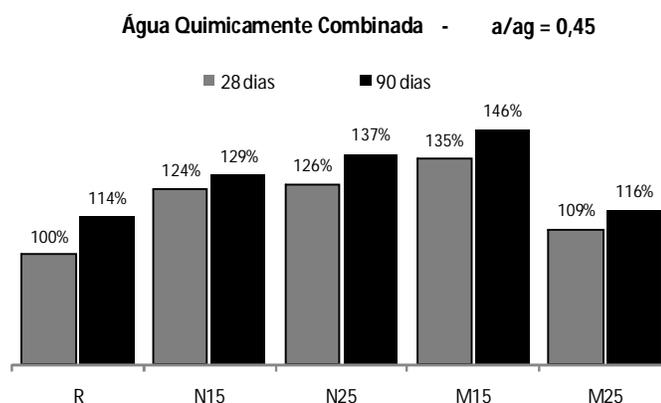


Figura 5.7 – Água Quimicamente Combinada aos 28 e 91 dias em relação à R aos 28 dias, relação a/ag 0,45.

Os traços com adição de CCA têm valores maiores que o traço referência, tanto para os 28 quanto para os 91 dias, o que pode ser explicado pelo fato destes traços terem além da hidratação do cimento, mais uma reação química na presença de água, a reação pozolânica, entre o CH e a sílica presente na CCA, gerando mais produtos hidratados como C-S-H.

O traço M15 foi o que apresentou maiores valores em relação o traço R, 35% a mais aos 28 dias e 46 % aos 91 dias, enquanto R cresceu apenas 14% dos 28 para 91 dias, comportamento coerente com a resistência à compressão, figura 5.1 e figura 5.2, onde o traço M15 apresenta as maiores resistências.

Já o traço M25 teve valores parecidos com traço referência embora tenha apresentado maior resistência, principalmente aos 91 dias.

O traço N15 apresentou maiores valores que R, 24% maior aos 28 dias e crescimento de 29% aos 91 dias, enquanto R cresceu apenas 14% dos 28 aos 91 dias. O traço N25 teve desempenho um pouco melhor, 26% maior aos 28 dias e crescimento de 37% aos 91 dias.

Os maiores valores de água quimicamente combinada dos traços com CCAN em relação ao traço R, podem ser explicados pela adsorção de cristais CH nas paredes internas das partículas de CCAN e pela combinação destes cristais formando mais C-S-H aderido às partículas de CCA, este comportamento provavelmente deve ter sido apresentado para os traços com CCAM. O traço N25 apresentou maiores valores justamente por ter maior percentual de adição.

Quando a relação a/ag passa a ser 0,55, figura 5.8, os traços com adição de CCA tem menores valores em relação ao traço de referência, 92% e 90% para N15 e N25 respectivamente, e 99% e 78% para M15 e M25 respectivamente, todos aos 28 dias.

Já aos 91 dias, o traço R cresceu 7%, enquanto N15 e M15 cresceram 3% e 6%, ou seja pouca diferença em relação a R. Os traços com 25% de substituição N25 e M25, aos 91 apresentaram valores menores que os de R aos 28 dias, ou seja, 99% e 85% respectivamente.

Para esta relação a/ag o traço R é mais poroso quando comparado com o traço a relação a/ag 0,45 e provavelmente seus produtos hidratados sejam de maior dimensão ou em aglomerados maiores devido à maior porosidade, discutida adiante na seção 5.3, resultando maior valor de água quimicamente combinada e se aproximando dos valores apresentados pelos traços com CCA. O traço M15 teve valores quase iguais ao traço R para ambas as idades, embora aos 91 dias tenha apresentado resistência bem superior à R, figura 5.2, então provavelmente o aumento de resistência possa ter acontecido por efeito físico onde as partículas de CCA embora não se combinem quimicamente, ocupam espaços vazios diminuindo assim o tamanho dos poros, efeito filler, propiciando pasta mais compacta principalmente na ZT, aumentando a resistência mecânica.

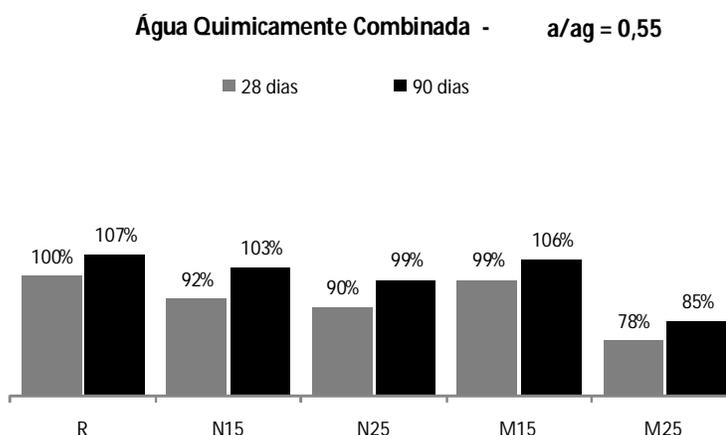


Figura 5.8 – Água Quimicamente Combinada aos 28 e 91 dias em relação à R aos 28 dias, relação a/ag 0,55.

Já quando a relação a/ag é maior ainda passando para 0,65, fig. 5.9, o teor de água combinada dos traços com adição de CCA aos 28 dias são inferiores ao do traço referência e aos 91 apenas o traço M15 apresenta valor maior que R, porém praticamente igual.

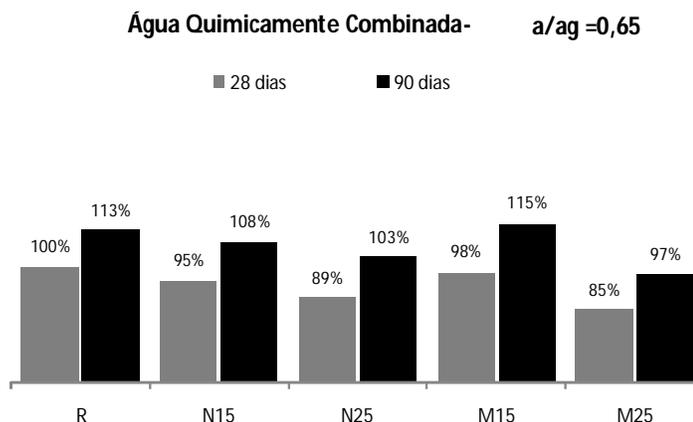


Figura 5.9 – Água Quimicamente Combinada aos 28 e 91 dias em relação à R aos 28 dias, relação a/ag 0,65.

Nesta relação a/ag os traços são mais porosos que para a relação a/ag 0,55 e 0,45, principalmente o traço R que não possui adição e portanto não apresenta o efeito positivo do refinamento dos poros, provocado pelas partículas de CCA e dessa forma os produtos de hidratação são de dimensões maiores e o teor de água quimicamente combinada por sua vez é maior e atingiu o nível dos traços com CCA que apresentam um pouco de reação pozolânica e também produtos hidratados no interior da estrutura porosa.

Desta forma os valores de água quimicamente combinada são próximos para todos os traços, assim como aconteceu para a resistência, figura 5.2 (a), onde os traços apresentaram valores parecidos, com exceção do traço N25 que apresentou valor mais baixo.

O traço N25 teve então um valor de água quimicamente combinada não tão baixo em relação ao traço de R, quanto aconteceu com a resistência, provavelmente pela sua estrutura porosa ter absorvido água e formado no seu interior produtos hidratados que inicialmente estavam diluídos, como o CH, que posteriormente se combinou com a própria CCA e formou C-S-H.

O traço M25 embora tenha apresentado valor baixo para água quimicamente combinada, apresentou aos 91 dias resistência praticamente igual ao traço R, o que provavelmente pode ser explicado pelo efeito filler que propiciou uma interface pasta-agregado compacta e, portanto um concreto resistente, mesmo com menos cimento e tendo possivelmente formado menos produtos hidratados que o traço R.

5.3 Porosidade por intrusão de mercúrio

5.3.1 Volumes intrudidos acumulados

Os gráficos de distribuição dos volumes acumulados de intrusão são apresentados na figura 5.10, onde percebemos que a linha do traço de referência variou pouco de posição enquanto as linhas dos demais traços deslocaram-se para uma posição mais baixa, demonstrando que a porosidade acumulada dos traços com CCA diminuiu principalmente quando comparada com o traço R, quando a relação a/ag diminui e isto fica bem perceptível para a relação a/ag 0,45 onde a linha do traço R destaca-se isolada na posição superior, principalmente para diâmetros abaixo de $1 \mu\text{m}$, figura 5.10 (c).

A linha do traço M15 manteve-se na posição mais baixa em relação aos outros traços, nas relações a/ag 0,45 e 0,55, porém destacou-se na posição superior quando a relação a/ag foi 0,65, devido a maior porosidade total.

Quando a relação a/ag diminui, as curvas das distribuição dos volumes acumulados tende a se afastarem, denotando a maior variação dos valores de intrusão (principalmente nos valores abaixo de $10 \mu\text{m}$), na relação a/ag 0,65 os valores tem pouca variação e as curvas estão bem próximas, já para a relação a/ag 0,45, os valores tem variação maior e as curvas então têm uma distancia maior entre si, isto se deve pelo redistribuição dos tamanhos dos poros que se intensificou com as relações a/ag mais baixas para os traços com CCA.

Percebe-se ainda para todos os traços uma tendência de verticalização das curvas quando a relação a/ag aumenta, o que denota a tendência de inter-conectividade dos poros.

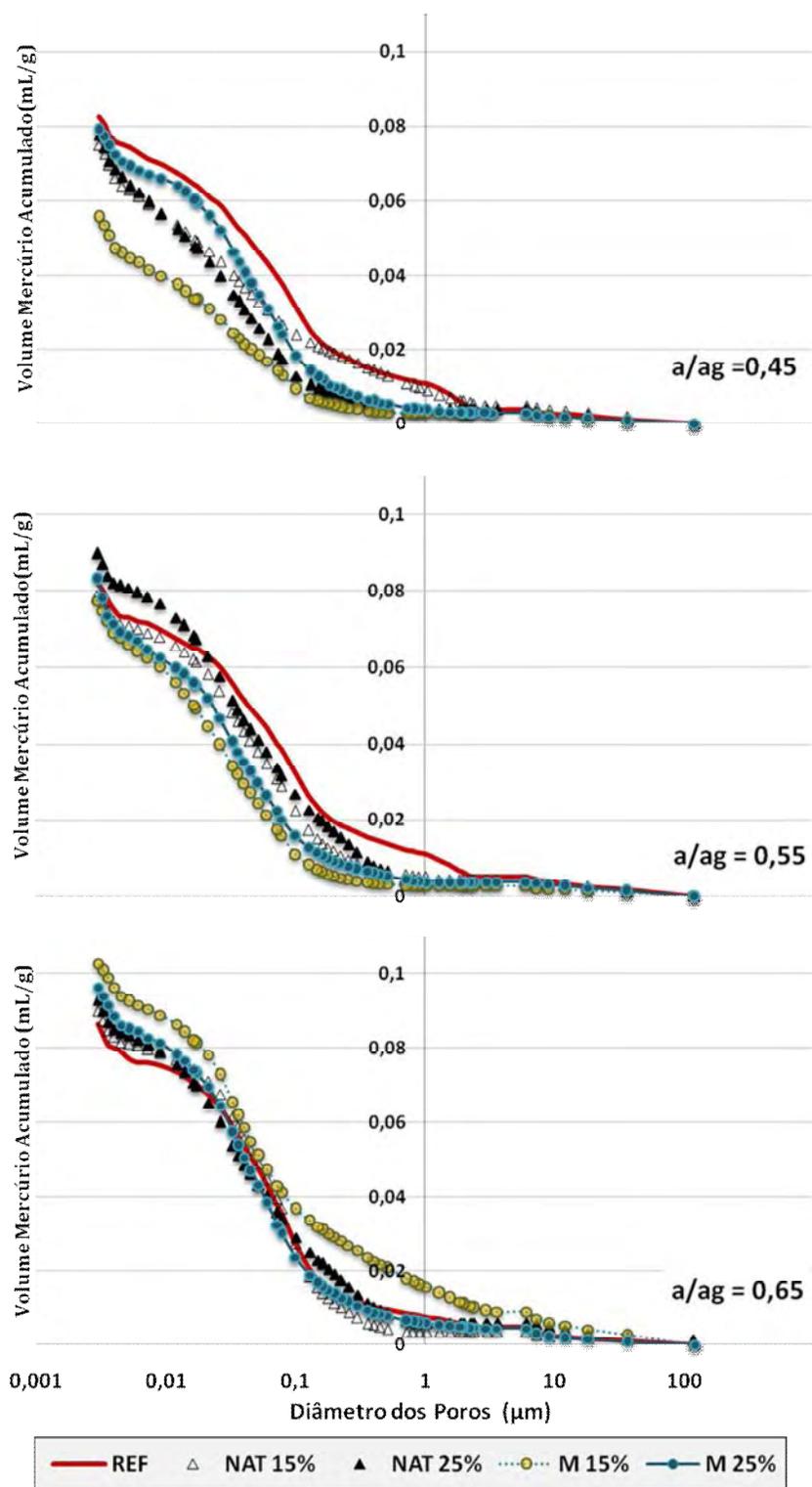


Figura 5.10 – Curvas de volume de mercúrio intrudido acumulado para os traços estudados

5.3.2 Distribuição dos tamanhos dos poros

A figura 5.11 apresenta a distribuição dos tamanhos dos poros para os diferentes traços, agrupados pelas relações a/ag.

Segundo a classificação Segundo Mindess e Young (1981), foram consideradas 3 (três) faixas onde os poros:

MACROPOROS - poros com os diâmetros superiores a 50 ηm - ($\varnothing > 50 \eta\text{m}$).

MESOPOROS - poros com diâmetros entre 10 e 50 ηm - ($50 \eta\text{m} > \varnothing > 10 \eta\text{m}$).

POROS DO GEL - poros com diâmetros entre 10 e 2 ηm - ($2 < \varnothing < 10 \eta\text{m}$).

A esquerda os gráficos apresentam os valores totais de intrusão por faixa de poros e o total de volume intrudido na parte superior das barras, á direita os gráficos apresentam o percentual do volume total intrudido correspondente a cada faixa.

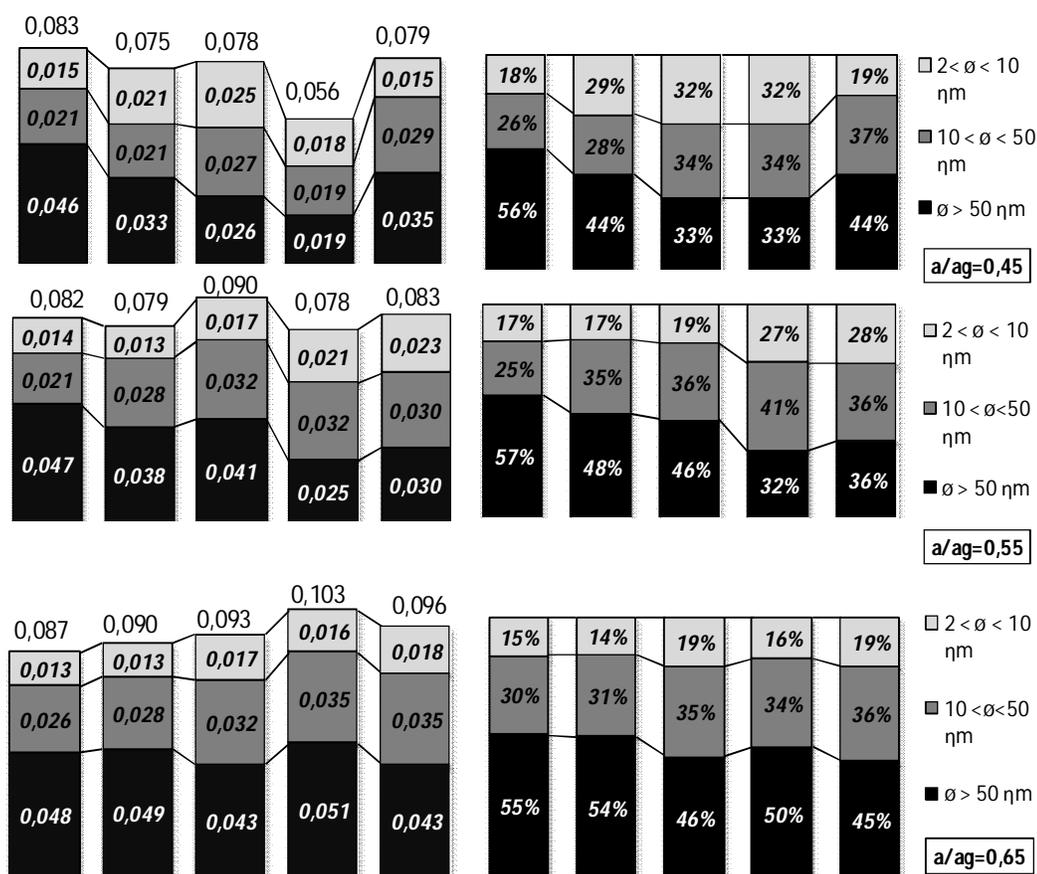


Figura 5.11 – Volume de mercúrio intrudido (mL/g), - Distribuição dos tamanhos dos poros, aos 91 dias.

Para a relação a/ag 0,65, todos os traços com substituição apresentaram valores de poros do gel e mesoporos, superiores ao traço de referência, e menores valores de macroporos, com exceção do traço N15, que apresentou uma distribuição dos poros muito semelhante ao traço de referência, o que indica que houve um refinamento dos poros embora a porosidade total tenha aumentado com relação ao traço de referência.

O aumento da porosidade se dá então pelo aumento de poros de menor diâmetro e diminuição dos poros de grande diâmetro, situação esta bastante benéfica, pois são justamente os poros de maior diâmetro que propiciam maior facilidade de entrada de agentes agressivos para o interior do concreto, diminuindo assim a durabilidade do mesmo.

Quando a relação a/ag é 0,55, há uma diminuição expressiva dos macroporos para todos os traços com substituição, destacando-se o traço M15 com apenas 32% de macroporos e 27% poros do gel demonstrando claramente que houve um refinamento dos poros com relação ao traço de referência que apresenta 57% de macroporos e apenas 17% de poros do gel.

O traço N15 novamente apresentou um comportamento semelhante ao traço referência no que se refere a poros do gel, porém houve aumento de mesoporos e diminuição dos macroporos com relação ao traço referência.

Com a relação $a/ag = 0,45$, o traço de referência manteve o percentual de macroporos praticamente estável se comparado com as relações a/ag 0,55 e 0,65, o percentual de mesoporos e poros do gel foi também parecido com a relação a/ag 0,55, porém comparados com a relação a/ag 0,65 percebe-se que houve uma substituição de mesoporos por um percentual de macroporos.

Vagheti (2005) observou o refinamento dos poros devido à presença física de adições minerais como cinza volante, cinza de casca de arroz e escória granulada de alto forno, principalmente nas relações a/ag mais baixas.

Missau (2004) constatou o aumento da porosidade de concretos adicionados com CCA, se comparados ao traço de referência e a mesma relação a/ag , porém concluiu que a maior parte do mercúrio foi intrudido nos poros de diâmetro inferior a 50 μm .

De forma geral a adição de CCA proporcionou uma modificação na distribuição dos poros, com isso alterou a microestrutura dos concretos no sentido de causar uma redistribuição dos poros, principalmente nas relações a/ag menores.

Os traços com CCAM apresentaram redução do teor de macroporos e aumento do percentual de poros do gel, quando comparados com o traço R, representando um refinamento

dos poros, que foi mais expressivo a medida que a relação a/ag diminuía. O traço M15 apresentou maior refinamento que o traço M25, principalmente nas relações a/ag 0,55 e 0,45.

Já os traços com CCAN apresentaram um comportamento diferente já que os o traço N25 apresentou menores percentuais de macroporos e maiores percentuais de poros de gel que o traço N15.

Os traços com CCAM apresentaram maior refinamento que os traços com CCAN, e maiores ainda quando comparados com o traço R.

5.3.3 Comparação entre os traços com CCA

A comparação entre os traços com CCAM e CCAN está apresentada na figura 5.12, onde cada traço tem a distribuição dos volumes dos poros tomada em relação aos percentuais do traço N15, que teve seus valores atribuídos com 100%. Também na mesma figura está apresentado o total de volume de mercúrio intrudido, considerado como a porosidade total, todos os dados são para ensaio aos 91 dias.

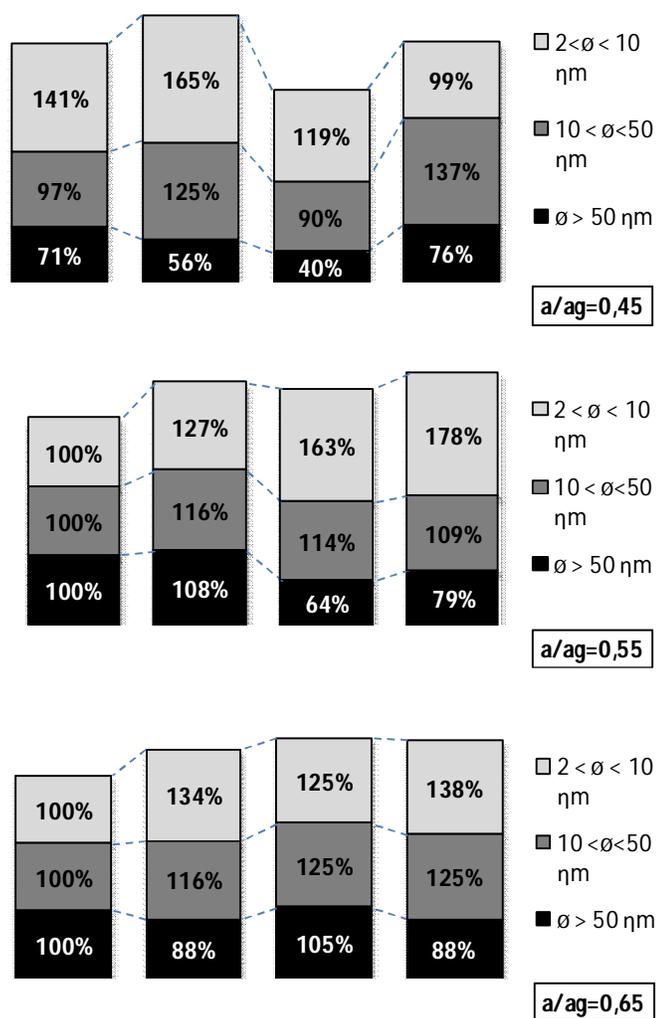


Figura 5.12 – Volume total intrudido (mL/g) e distribuição dos tamanhos dos poros em relação à N15, 91 dias.

Para a relação a/ag 0,65, figura 5.12 (a), o traço N15 apresentou o menor volume total intrudido seguido pelo traço N25 que teve volume total intrudido pouco maior, porém a porosidade aumento nos poros de menor dimensão, mesoporos 16% a mais, poros do gel 34% maior e macroporos 12% menor, representando que embora a porosidade total seja maior para o traço N25 ela se apresentou de forma mais refinada e também mais benéfica no sentido da durabilidade, embora a resistência tenha sido menor, figura 5.2, bem como o teor de água quimicamente combinada, figura 5.6, possivelmente pela menor atividade pozolânica do traço N25 quando comparado com N15.

O traço M15 apresentou maior valor para as três categorias de poros, porém para macroporos o aumento foi apenas de 5%, menor que o aumento da porosidade total, em torno de 10%. O aumento de água quimicamente combinada, figura 5.6, garantiu uma resistência pouco superior ao traço N15, figura 5.2, provavelmente pela maior atividade pozolânica da CCAM, uma vez que esta tem superfície específica menor devido à moagem.

O traço M25 foi menos poroso que o traço M15 devido à diminuição de macroporos, provavelmente pelo maior teor de cinza, mas foi mais poroso que N15 e teve resistência pouco menor que este, figura 5.1, uma vez que o teor de água quimicamente combinada foi menor, figura 5.6, demonstrando que auto teor de cinza foi significativo para a formação de menos produtos hidratados nesta relação a/ag.

Quando a relação a/ag passa para 0,55, figura 5.12 (b), a porosidade total dos traços com 15% de substituição é menor que a dos traços com 25% de substituição, e os traços com CCAM apresentam menor porosidade total, e traços mais compactos devido menor percentual de macroporos e aumento expressivo de poros de gel, resultando em traços mais resistentes, figura 5.2 (a), principalmente o traço M15 que apresentou o maior teor de água quimicamente combinada, figura 5.6, provavelmente pela maior atividade pozolânica da CCAM, já o traços M25 teve menor teor de água quimicamente combinada e menor resistência que M15, explicada pelo fato do alto teor de cinza não ter sido todo utilizado em reações químicas, mas foram positivos como efeito filler, uma vez o teor de poros de gel foi o maior entre os traços com adição e 78% maior que o traço N15.

Já para a relação a/ag 0,45, figura 5.12 (c), o aumento de teor de CCAN, provocou leve aumento de porosidade do traço N25 quando comparado com o traço N15, porém diminuiu macroporos e aumentou poros de gel e mesoporos, mas a resistência foi bem menor, figura 5.2 (b), mesmo tendo um teor de água quimicamente maior, figura 5.6

O traço M15 apresentou menor porosidade total e menores percentuais para todas as categorias de poros, destacando uma redução de quase 50% de macroporos quando comparado com o traço N15 e o maior teor de água quimicamente combinada, figura 5.6, propiciou a maior resistência entre os traços com CCA, figura 5.2 (c). O traço M25 foi bem mais poroso que M15, com maior teor de macroporos e também alto percentual de mesoporos e mesmo tendo menor teor de água quimicamente combinada, figura 5.6, sua resistência foi alta e pouco menor que a do traço M15 e igual a do traço N15, provavelmente pelo efeito filler proporcionado pelo auto teor de CCAM o que propiciou ao traço M25 porosidade total praticamente igual ao traço N15, porém com uma distribuição de poros diferente.

5.3.4 Variação em relação ao traço referência

Para a relação a/ag 0,65, Quadro 5.1, verifica-se que nos traços com 25% de substituição tanto por CCAM como CCAN, o percentual de macroporos teve uma diminuição de 100 para 91% em relação ao traço referência, os traços com 15% de substituição tiveram aumento do percentual de macroporos 3 e 8 % respectivamente para CCAN e CCAM em relação ao traço R.

Em relação aos mesoporos todos os traços tiveram aumento com relação ao traço de referência, e os traços com CCAM foram os que mais aumentaram, M15 e M25 35%, seguidos pelos traços com CCAN, N25 com 25% e N15 apenas 8%.

Já para o percentual de poros do gel os traços com 25% de substituição foram os que tiveram os maiores valores em relação ao traço de referência, 40 e 35% para os traços M25 e N25 respectivamente, o traço M15 apresentou 26% de aumento e o traços N15 apenas 1%.

Este comportamento em relação à distribuição nos ajuda a explicar porque nesta relação a/ag 0,65 a porosidade total foi maior para todos os traços quando comparados com o referência, uma vez que houve um aumento dos meso e poros do gel sem diminuição proporcional de macroporos. Alias, em alguns traços, houve inclusive aumento destes.

a/ag = 0,65	macroporos	mesoporos	poros do gel
	$\varnothing > 50 \text{ }\eta\text{m}$	$10 < \varnothing < 50 \text{ }\eta\text{m}$	$2 < \varnothing < 10 \text{ }\eta\text{m}$
R	0,048	0,026	0,013
	100%	100%	100%
N 15	0,049	0,028	0,013
	103%	108%	101%
N25	0,043	0,032	0,017
	91%	125%	135%
M15	0,051	0,035	0,016
	108%	135%	126%
M25	0,043	0,035	0,018
	91%	135%	140%

Quadro 5.1 Distribuição dos tamanhos dos poros em relação ao traço R, a/ag 0,65, 91 dias.

Quando a relação a/ag passa para 0,55, Quadro 5.2 percentual de macroporos em relação ao traço R diminuiu bastante se comparado com a relação a/ag 0,65.

Os traços com CCAM são os que apresentaram menores percentuais de macroporos, 52% para M15 e 63% para M25, os traços com CCAN também tiveram diminuição

comparados com o traço R, porém em escala menor, 81% e 87% de percentual de macroporos, para os traços N15 e N25 respectivamente.

Com relação à meso e poros do gel, todos os traços com substituição tiveram maior percentual que o traço R, exceto N15 que teve percentual de poros do gel 8% menor.

N25 com 55% a mais de mesoporos e M25 com 63% a mais de poros do gel.

a/ag = 0,55	macroporos	mesoporos	poros do gel
	$\varnothing > 50 \text{ }\eta\text{m}$	$10 < \varnothing < 50 \text{ }\eta\text{m}$	$2 < \varnothing < 10 \text{ }\eta\text{m}$
R	0,047	0,021	0,014
	100%	100%	100%
N 15	0,038	0,028	0,013
	81%	134%	92%
N 25	0,041	0,032	0,017
	87%	155%	117%
M 15	0,025	0,032	0,021
	52%	153%	149%
M 25	0,030	0,030	0,023
	63%	145%	163%

Quadro 5.2 Distribuição dos tamanhos dos poros em relação ao traço R, a/ag 0,55, 91 dias.

Já para a relação a/ag 0,45, Quadro 5.3, a tendência de diminuição dos macroporos foi ainda maior para todos os traços com substituição e novamente os traços com CCAM tiveram os menores valores 40% para M15 e 56% para M25.

Considerando os mesoporos alguns traços tiveram diminuição em relação à R, N25 e M15 com 97 e 90% de mesoporos.

Com relação aos poros do gel o traço N15 manteve praticamente o mesmo valor de R e os demais traços todos tiveram aumento e os traços com 15% de substituição N15 e M15 tiveram os maiores valores 141 e 165% respectivamente.

a/ag = 0,45	macroporos	mesoporos	poros do gel
	$\varnothing > 50 \text{ }\eta\text{m}$	$10 < \varnothing < 50 \text{ }\eta\text{m}$	$2 < \varnothing < 10 \text{ }\eta\text{m}$
R	0,046	0,021	0,015
	100%	100%	100%
N 15	0,033	0,021	0,021
	71%	97%	141%
N 25	0,026	0,027	0,025
	56%	125%	165%
M 15	0,019	0,019	0,018
	40%	90%	119%
M 25	0,035	0,029	0,015
	76%	137%	99%

Quadro 5.3 Distribuição dos tamanhos dos poros em relação ao traço R, a/ag 0,45, 91 dias.

O percentual de mesoporos aumentou com relação à R, com exceção da relação a/ag 0,45 onde houve pequena diminuição em alguns traços (N25 e M15), e ainda o percentual de poros do gel também aumentou em relação ao traço R para todos as relações a/ag, exceto para o traço N15 que apresentou pequena diminuição nas relações a/ag 0,55 e 0,45.

Houve um refinamento dos poros dos traços adicionados com CCA, pois ocorreu uma redistribuição dos tamanhos dos poros ocasionando diminuição do percentual dos poros de maior diâmetro e aumento do percentual dos poros de menor diâmetro, trazendo melhoria da microestrutura do concreto conforme Aitcin (2000), que afirmou que a substituição parcial de cimento por adições minerais proporciona o refinamento dos poros e melhora a microestrutura dos concretos devido a densificação da matriz da pasta de cimento e melhora a interface pasta-agregado.

5.3.5 Porosidade total - Volume Total Intrudido

Os valores do volume total de intrusão de mercúrio estão apresentados na figura 5.13, cujo ensaio foi realizado aos 91 dias. Os diferentes traços foram agrupados para iguais relações a/ag .

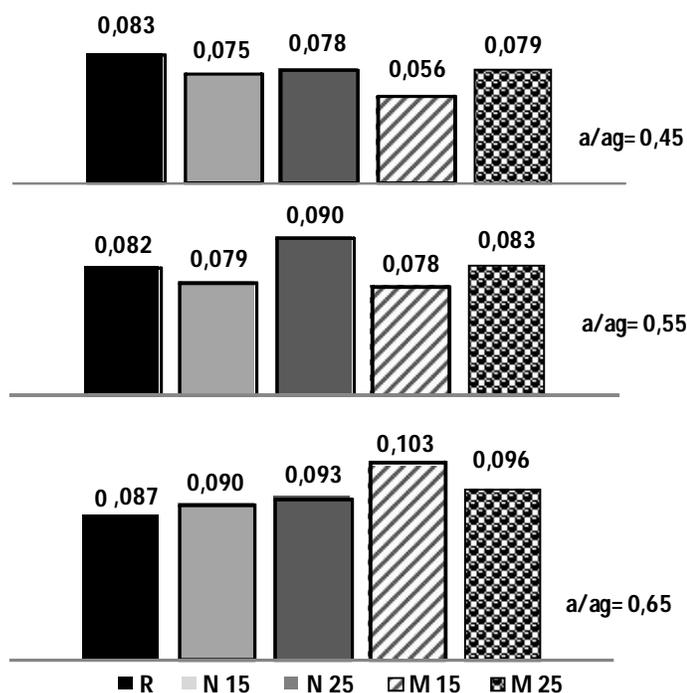


Figura 5.13 – Volume Total Intrudido (mL/g), idade 91 dias.

Os dados apresentam a tendência esperada do crescimento do volume total intrudido com o aumento da relação a/ag , pois traços com maiores relação a/ag apresentam maior porosidade total quando mantidos os outros parâmetros (idade, composição, etc.).

O traço de referência foi o único que não apresentou crescimento da porosidade quando a relação a/ag mudou de 0,45 para 0,55, ocorrendo inclusive uma pequena diminuição de 0,083 para 0,082 mL/g no volume total intrudido.

Para a relação a/ag 0,65, todos os traços com adição de CCA apresentam valores de intrusão de mercúrio maiores que o traço de referência, comportamento este explicado pelo aumento de volume intrudido nos poros de menor dimensão, ou seja a porosidade cresceu principalmente pelo aumento do volume de poros de menor diâmetro (poros do gel e mesoporos), quando comparado com o traço de referência, Quadro 5.1, onde é possível observar que o maior valor de intrusão para macroporos é para o traço de referência.

Mesmo resultado foi obtido por Missau (2004) que observou que concretos com adições minerais (escória de alto forno, cinza volante e CCA) apresentaram uma maior quantidade de poros de menor dimensão (poros do gel e macroporos) em consequência da diminuição dos poros de maior dimensão (macroporos), fenômeno que definiu como refinamento dos poros, o qual foi tanto maior quanto menor foi a relação água aglomerante.

O volume total intrudido teve um comportamento bem definido quando a relação a/ag variou, demonstrando que a diminuição da relação a/ag foi determinante para o efeito positivo da diminuição da porosidade dos traços adicionados com CCA, principalmente o traço M15 que passou de um percentual de 119% para 67% em relação à R, Quadro 5.4, quando a relação a/ag variou de 0,65 para 0,45, seguido pelo traço M25 que passou de 111% para 96%.

É importante destacar que para a relação a/ag = 0,65 (todos os traços com adição) e para relação 0,55 (traços M25 e N25), o valor total intrudido foi maior quando comparados com o traço de referência, Quadro 5.4, e isto se deve ao aumento da quantidade de poros de menor diâmetro, sem a compensação de uma diminuição proporcional de poros de maior dimensão, Quadros 5.1 a 5.3.

VTI	a/ag = 0,45	a/ag = 0,55	a/ag = 0,65
R	0,083	0,082	0,087
	100%	100%	100%
N 15	0,075	0,079	0,090
	91%	96%	104%
N 25	0,078	0,090	0,093
	94%	109%	107%
M 15	0,056	0,078	0,103
	67%	94%	119%
M 25	0,079	0,083	0,096
	96%	101%	111%

Quadro 5.4 – Volume Total Intrudido –VTI- (mL/g), em relação ao traço R, 91 dias

O traço M15 que apresentou porosidade total 0,103 mL/g para a relação a/ag 0,65, maior portanto que o traço R com 0,087 mL/g, conforme Quadro 5.4, mas quando analisamos a distribuição dos tamanhos dos poros, figura 5.11, percebemos que o traço M15 apresenta 0,051 mL/g de macroporos contra 0,048 mL/g do traço R, porém para mesoporos e poros do gel o traço M15 apresenta 0,035 e 0,016 mL/g e o traço R apresenta 0,026 e 0,013 mL/g, ou seja o traço M15 teve somados meso e poros do gel, um volume de 0,012 a maior que o traço R, porém a quantidade de macroporos foi apenas 0,003 maior.

O quadro 5.1 ilustra melhor esta comparação em relação ao traço de referência, e podemos então constatar que o aumento percentual de macroporos dos traços com adição foi no máximo 8%, traço M15, e para os traços N25 e M25 ocorreu inclusive diminuição de 9%, para a relação a/ag 0,65, porém os percentuais de mesoporos e poros do gel foram bem maiores, chegando a 35% a mais para mesoporos nos traços M15 e M25 e 40% a mais de poros do gel para o traço M15, quando comparado com o traço R.

Desta forma pode-se perceber que mesmo aumentando a porosidade total, este aumento foi de certa forma não foi totalmente negativo, já que para os traços N25 e M25 houve diminuição de macroporos e aumento de poros do gel, o que representa um refinamento dos poros, fator este positivo, pois quanto maior o tamanho dos poros, maior a facilidade de entrada de agentes agressivos para o interior do concreto.

O traço M15 teve o maior valor de intrusão, portanto a maior porosidade total, seguido pelo traço M25. Os traços com CCAN 15 e 25% tiveram os menores valores de intrusão dos traços com substituição, sendo o traço N15 com valor bem próximo ao traço de referência.

Quando a relação é a/ag 0,55, os traços com 15% de substituição M15 e N15 apresentam menores valores de intrusão de mercúrio que o traço de referência, e o traço M15 apresenta o menor valor total de intrusão de todos o traço estudados, quadro 5.4.

O traço M25 apresenta valor próximo ao traço de referência e os valores de intrusão agora não se apresentam com grande variação, com exceção de traço N25 que teve valor mais elevado.

Então a substituição de parte do cimento por CCAM ou CCAN, apresenta um resultado positivo com relação ao volume total intrudido, principalmente quando o percentual é 15% de substituição (traços N15 e M15).

A tendência geral então para a relação a/ag 0,55 foi uma aproximação do valor do volume total intrudido dos traços com adição de CCA, com o valor do volume do traço de referência, além da diminuição dos valores quando comparado com a relação a/ag 0,65 e

também pode-se verificar que os traços com 15% de substituição apresentaram valores de intrusão menores que os traços com 25% de substituição tanto para CCAN com para CCAM.

Para a relação a/ag 0,45 todos os traços com substituição tiveram valores de intrusão de mercúrio menores que o traço de referência, quadro 5.4. O traço M15 teve o valor mais baixo de todos, apresentando apenas 67% do volume total intrudido do traço referência, seguido pelo traço N15, 91% do valor do traço de referência e os traços com 25% de substituição (M25 e N25) apresentaram valores praticamente iguais de intrusão.

Novamente os traços com 15% de substituição apresentaram os menores valores de intrusão total de mercúrio entre os traços com substituição, mesmo assim os traços com 25% de substituição apresentaram valores menores que o traço R.

Os quadros 5.2 e 5.3 demonstram que o refinamento dos poros foi intenso e inclusive que parte dos poros de maior diâmetro foi convertida em poros de menor diâmetro, uma vez que para todos os traços com substituição o volume total intrudido foi menor que o traço de referência, e também os volumes de macroporos foram menores que o traço de referência para todos os traços com adição de CCA.

Então para a relação a/ag 0,45, figura 5.11, todos os traços com adição de CCA apresentaram menor volume total intrudido, portanto menor porosidade total que o traço de referência, além de uma diminuição dos volumes de macroporos combinada com um aumento do volume de poros do gel o que resultou nos traços com adição de CCA, uma porosidade menor e mais refinada quando comparada com o traço R.

5.4 Difrações de raios X (DRX)

Nesta etapa foram analisadas amostras com 91 dias de idade, de todos os traços agrupados para a mesma reação a/ag, sendo que a comparação foi feita baseando-se nos picos de CH para as distâncias interplanares (d) 4,90 Å, 2,63Å, e C-S-H para as distâncias interplanares 3,07 Å, 2,81 Å, 1,83 Å.

O objetivo principal desta análise é observar a variação dos picos cristalinos de CH e C-S-H dos diferentes traços e diferentes relação a/ag.

Relação a/ag 0,45

O traço R, fig. 5.14 (a) apresenta um pico pronunciado de C-S-H para $d=1,93 \text{ \AA}$ (3800 counts) e outro pico em marcante em $d = 3,07 \text{ \AA}$ (2400 counts), o CH apresenta pico de 2100 counts em $2,63 \text{ \AA}$.

O traço N15, fig. 5.14 (b), apresentou diminuição do pico principal de CH em $2,63 \text{ \AA}$ (1150 counts) e também para C-S-H que apresentou 1900 counts em $1,93 \text{ \AA}$ e 1200 counts em $3,07 \text{ \AA}$.

O traço N25, fig. 5.14 (c), apresentou picos menores ainda quando comparado com o traço R e N15, em $1,93 \text{ \AA}$ o pico de C-S-H, é de 1000 counts, a metade do valor do traço N15 e bem menor quando comparado com o traço R, talvez por ser o C-S-H formado nos traços com CCA, menos cristalinos que C-S-H do traço de referência. O pico de CH $2,63 \text{ \AA}$ é de 700 counts, menor quando comparado com N15 e também com R que pode ser explicado pela combinação do CH com a CCA e também pela menor produção de CH, já que existe apenas 75% de cimento na mistura.

O traço M15, fig. 5.15 (b) apresentou pico de C-S-H de 3200 counts em $1,93 \text{ \AA}$, pequena diminuição comparado a R (3800 counts) porém superior aos traços N15, N25 e M25 que apresentou pico de 1900, igual valor apresentado por N15, situação coerente com os resultados de resistência à compressão aos 91 dias, figura 5.2, onde M25 e M15 apresentaram o mesmo valor, explicado pela atividade pozolânica parecida para estes dois traços, nesta idade e para a relação a/ag 0,45.

Com relação ao CH o traço M15 e M25 apresentaram picos de 1900 e 900 counts respectivamente, maiores, portanto para os traços com CCAN quando considerados o mesmo percentual de substituição, provavelmente porque parte dos cristais de CH, nos traços com CCAN, ficam adsorvidos na estrutura porosa destas partículas.

De forma geral está perceptível nos difratogramas que os picos de CH se apresentam menores para os traços com CCA, provavelmente pela reação pozolânica da Sílica presente na CCA, com o CH, formando C-S-H e consumindo parte do CH.

Houve também diminuição dos picos de C-S-H, com a explicação provável pela diminuição de parte do cimento, reduzindo o C-S-H primário, mas produzindo C-S-H secundário, proveniente da reação pozolânica, possivelmente menos cristalino que os primários.

A presença de C-S-H é menor nos traços com CCAN, possivelmente pelo maior tamanho das partículas, resultando numa mistura menos reativa que a CCAM.

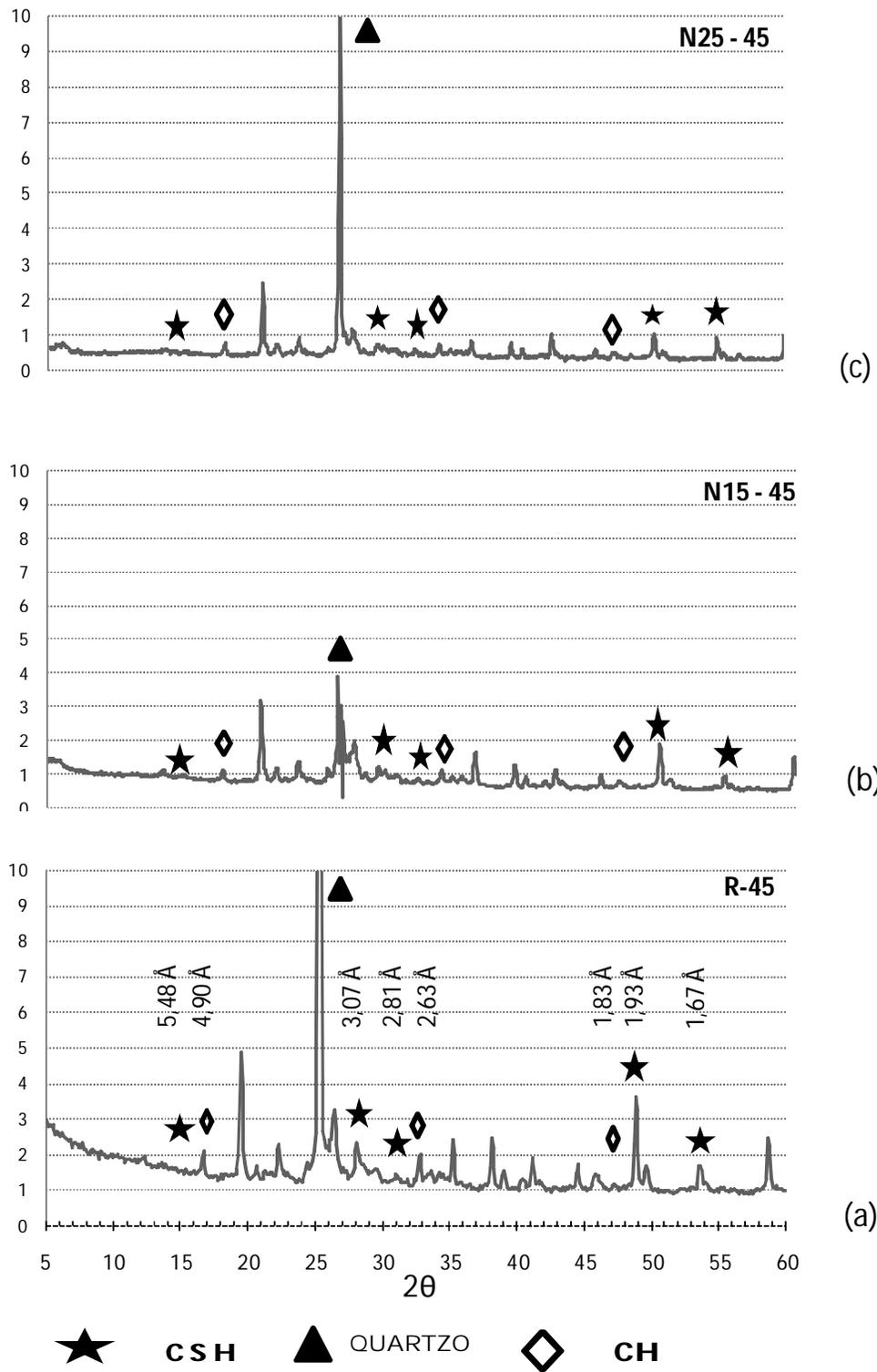


Figura 5.14– Difração de Raios X, relação a/ag 0,45, aos 91 dias.

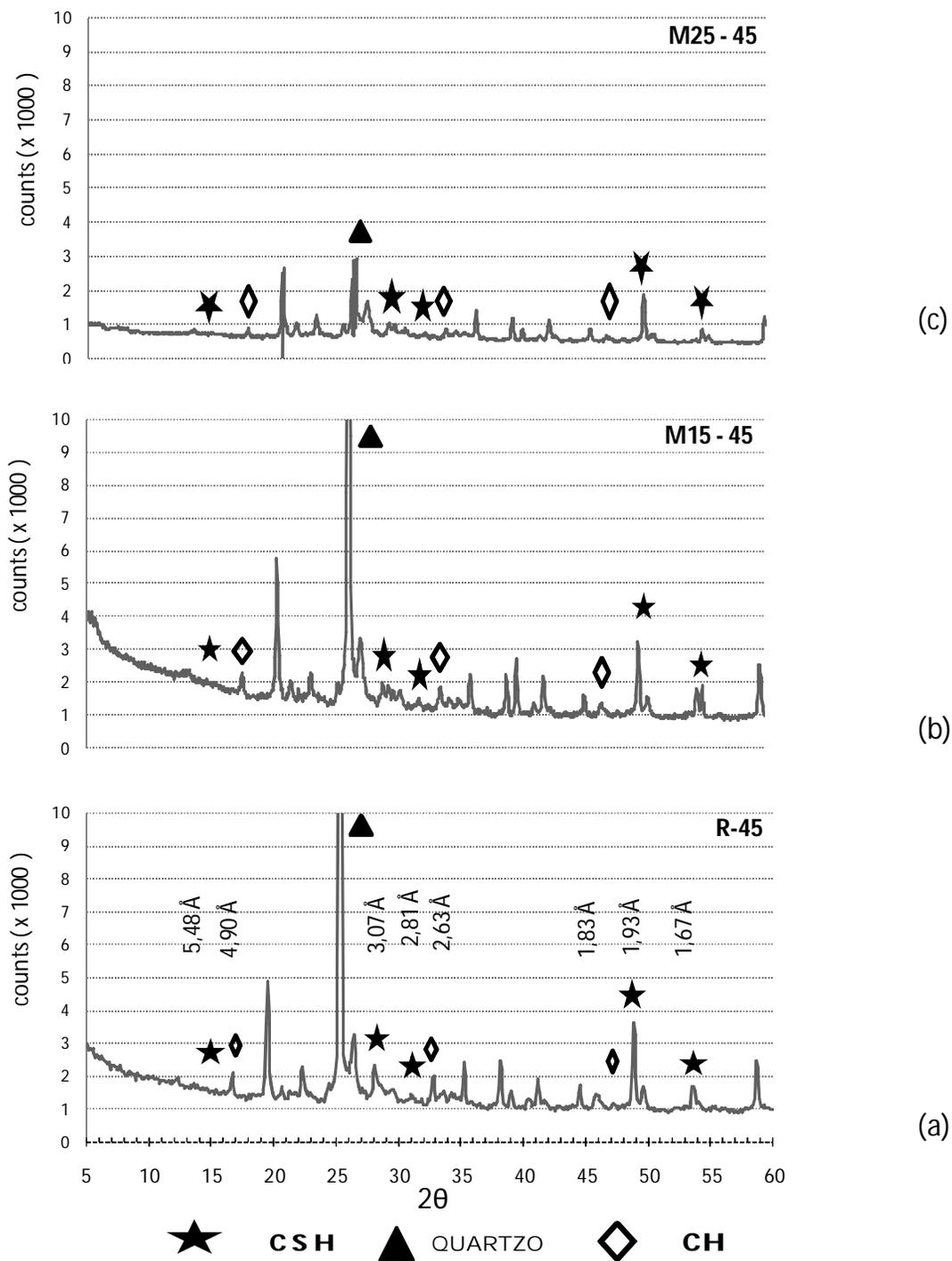


Figura 5.15 – Difração de Raios X, relação a/ag 0,45, aos 91 dias.

Relação a/ag = 0,55

O traço R, fig. 5.16(a), apresentou os picos C-S-H pouco menores quando comparados com a relação a/ag 0,45, figura 5.14 (a), sendo 2200 counts para $d=3,07 \text{ \AA}$ e 3400 counts em $1,93 \text{ \AA}$, esta redução, ajuda a explicar a redução de resistência à compressão do traço R, figura 5.2, quando a relação a/ag variou de 0,45 para 0,55, resultando em maior porosidade e também formação de menos cristais de C-S-H.

Quanto ao CH o pico principal em $2,63 \text{ \AA}$, ficou em 1950 counts, variando pouco quando da relação a/ag 0,45 (2100 counts), que houve menos produção de CH, uma vez que o pelos menores picos de C-S-H, estes também foram produzidos em menor quantidade..

Os traços com CCAN apresentaram a mesma tendência, ou seja, diminuição marcante dos picos de CH, em relação à R.

O traço N15, figura 5.16 (b) apresentou pico de (700 counts) de CH em $2,63 \text{ \AA}$, significando um provável consumo destes cristais na formação de C-S-H, embora estes tenham apresentados 900 e 1350 counts em $3,07 \text{ \AA}$ e $1,93 \text{ \AA}$, ou seja menores que o traço R, o que pode ser explicado pela menor quantidade de cimento neste traço, e também pela possibilidade do C-S-H secundário formado ser menos cristalino que o C-S-H formado pelos silicatos do cimento.

O traço N25, figura (c) apresentou maiores picos de CH em todas as posições, quando comparado com o traço N15, porém menor que o traço R em $2,63 \text{ \AA}$, já os picos de C-S-H foram praticamente iguais aos picos do traço N15.

Os traços com CCAM apresentaram maiores picos de C-S-H em $1,93 \text{ \AA}$, quando comparados com o traços com CCAN, para o mesmo percentual de substituição, embora os picos de CH não tenham apresentado variações consideráveis, uma vez que são pequenos, assim como foram para os traços com CCAN, ou seja quase ausência de picos cristalinos de CH, destacando apenas os picos de C-S-H, o que pode ser explicado como resultado da reação pozolânica.

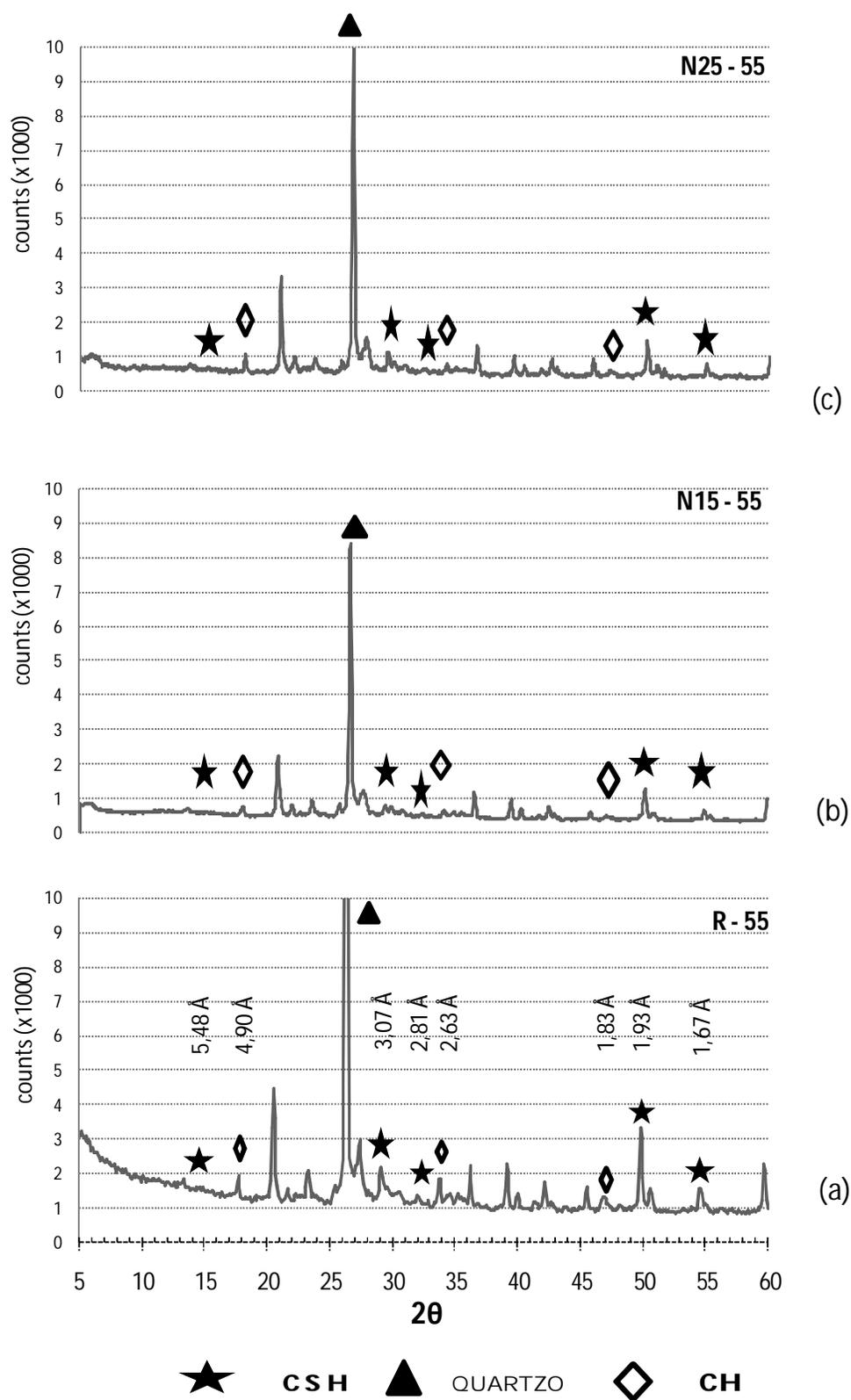


Figura 5.16– Difração de Raios X, relação a/ag 0,55, aos 91 dias.

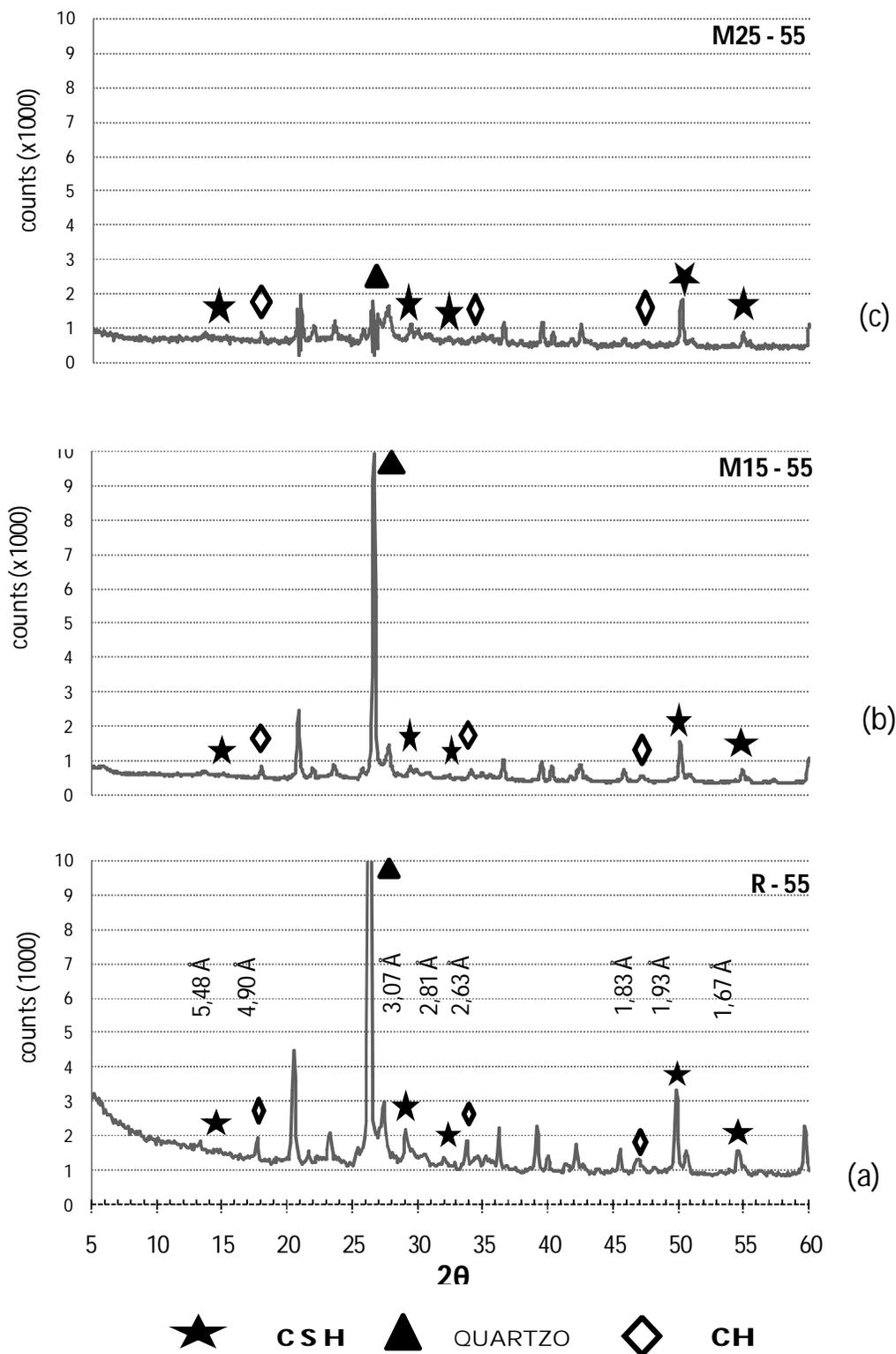


Figura 5.17 – Difração de Raios X, relação a/ag 0,55, aos 91 dias.

Relação a/ag = 0,65.

O traço R apresentou menor pico de C-S-H (1600 counts) em 1,93 Å, figura 5.18 (a), e também menores picos de CH em todas as posições, quando comparado com as relações a/g 0,45 e 0,55, explicado pela menor formação de cristais de C-S-H e, portanto menor produção de CH também.

O traço N15 apresentou picos cristalinos parecidos com o traço de referência, porém o traço N25 apresentou quase ausência do pico principal de CH em 2,63 Å

Já os traços com CCAM apresentaram maiores picos de C-S-H em 1,93 Å, em relação aos traços com CCAN e também em relação ao traço de referência, destaque para o traço M15 que apresentou valor de 4500 counts.

Com relação ao CH, os traços são mais cristalinos quando comparados com os traços com CCAN, e apresentaram maiores valores de pico, e para o maior valor de substituição, M25, os picos foram menores, comparado com M15, mas como o C-S-H, também foi bem menor (1950 counts), deve-se a menor atividade química do traço M25 para esta alta relação a/ag.

Os difratogramas apresentaram dados coerentes com as suposições iniciais a respeito da diminuição do teor hidróxido de cálcio, devido a sua combinação com a Sílica presente em grande quantidade na CCA, conhecida como reação pozolânica que produz mais C-S-H, porém este último com uma composição química diferenciada do C-S-H formado originariamente dos silicatos, e mesmo os silicatos C3S e C2S, produzem Silicatos hidratados quimicamente diferentes.

A os gráficos de DRX não são apropriados para uma análise quantitativa, mas apresentaram a variação dos picos de CH menores para os traços com CCA, quando comparados com o traço de referência e este é o resultado esperado, principalmente por ser o CH o componente que apresenta a estrutura cristalina mais definida dentre os componentes do concreto e também por ter uma única origem, a hidratação dos silicatos do cimento.

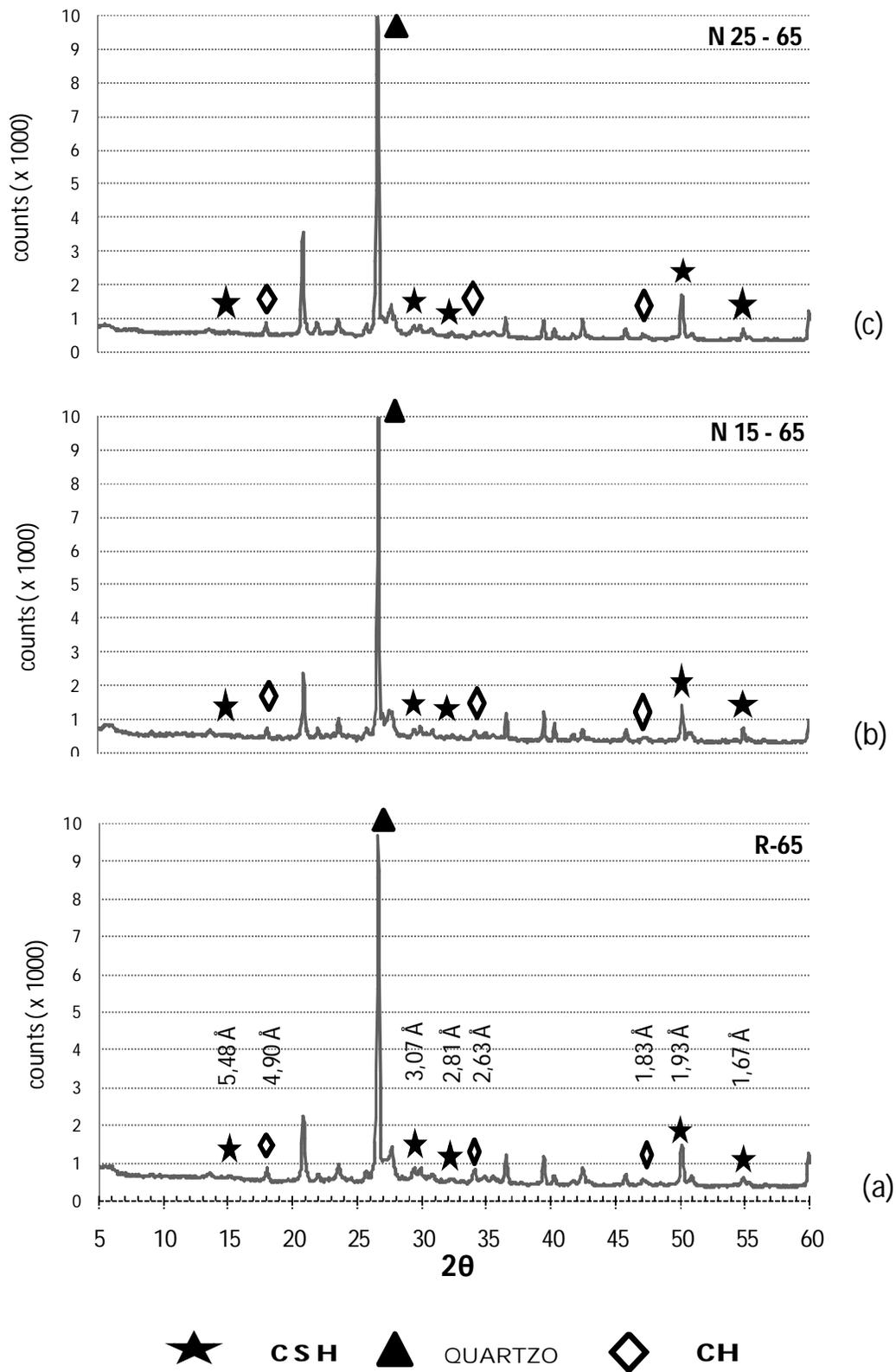


Figura 5.18 – Difração de Raios X, relação a/ag 0,65, aos 91 dias.

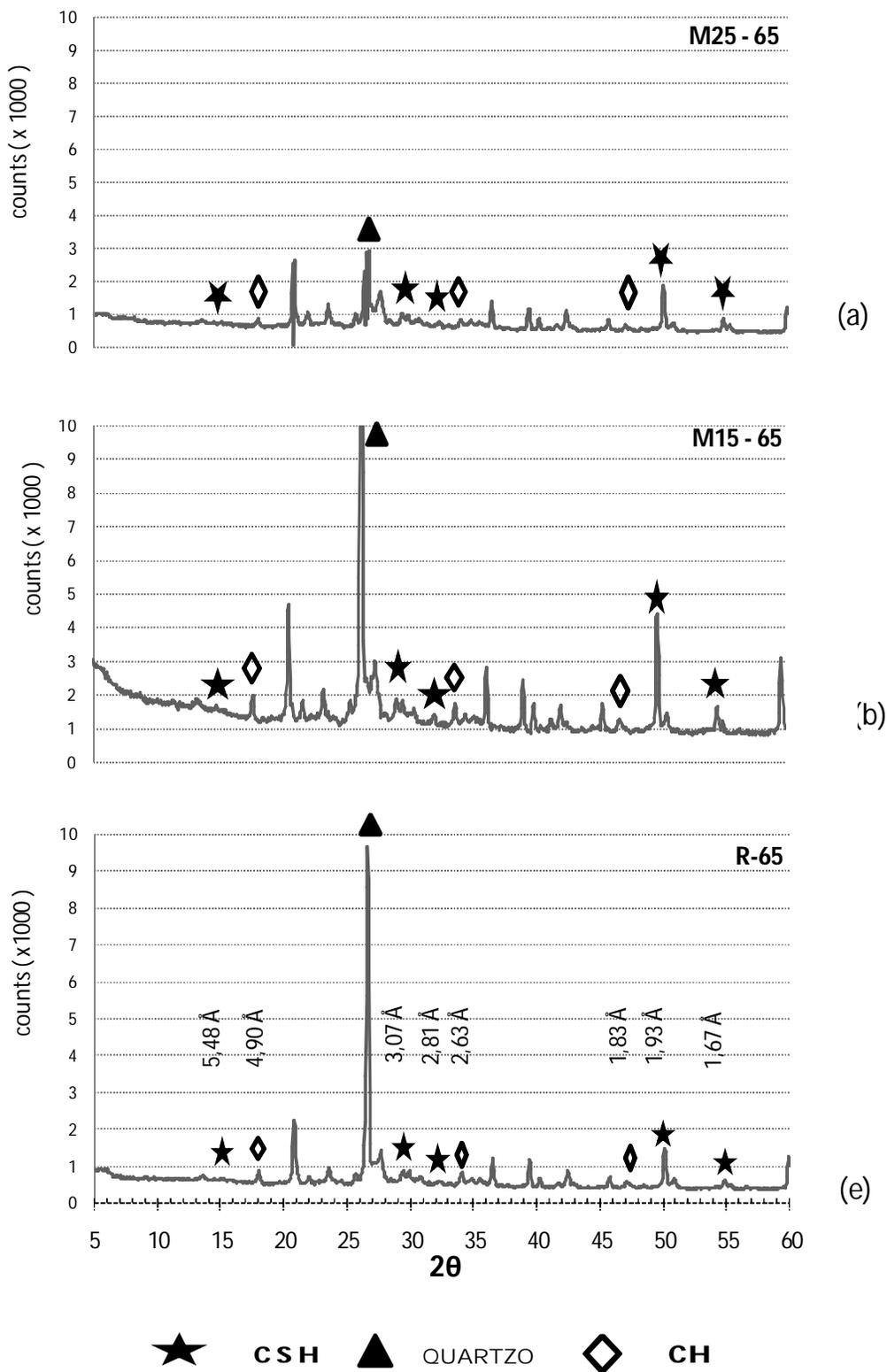


Figura 5.19 – Difração de Raios X, relação a/ag 0,65, aos 91 dias.

5.5 ANÁLISES DE IMAGENS NO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)

5.5.1 Variação com a relação a/ag.

As figuras 5.20 e 5.21 apresentam micrografias, obtidas no MEV, para ampliação de 30X, de amostras dos diferentes traços para as relações a/ag 0,45 e 0,65. Desta forma, é possível observar alguns aspectos da interface entre o agregado e a matriz de pasta de cimento, zona de transição (ZT), principalmente a presença de poros de grande diâmetro.

Para todos os traços com relação a/ag 0,45 a matriz de pasta de cimento e a interface com o agregado, apresentam-se mais homogêneas, com menos poros ou com poros de menor diâmetro e apresentam-se como uma pasta mais densa do que os mesmos traços com a relação a/ag 0,65.

Para a relação a/g 0,65 observa-se que o traço R parece ser o mais denso e apresenta menos poros que os traços com adição de CCA. Os traços N15, N25 e M15 têm uma pasta com aspecto menos compacta além de apresentar poros de grande dimensão.

Para a relação a/ag 0,45, é possível perceber nas imagens que os traços com CCA têm uma pasta mais compacta e apresentam menos poros visíveis, principalmente os de maiores dimensão que são facilmente percebidos nas imagens com ampliação de 30 X, com relação a/ag 0,65.

O traço M15 apresenta um aspecto de pasta bastante compacta comparado com os demais, na relação a/ag 0,45, apresenta-se mais homogêneo e presença de poros é pouco perceptível, até mesmo quando comparado com o traço R, já o traço N25 tem um aspecto menos homogêneo e apresenta mais poros que os demais traços.

Esta situação é similar ao comportamento da porosidade total, apresentada na figura 5.11, onde temos para a relação a/ag 0,45, o traço M15 com menor valor intrudido (menor porosidade total) e o traço N25 com maior valor intrudido, portanto com a porosidade total maior.

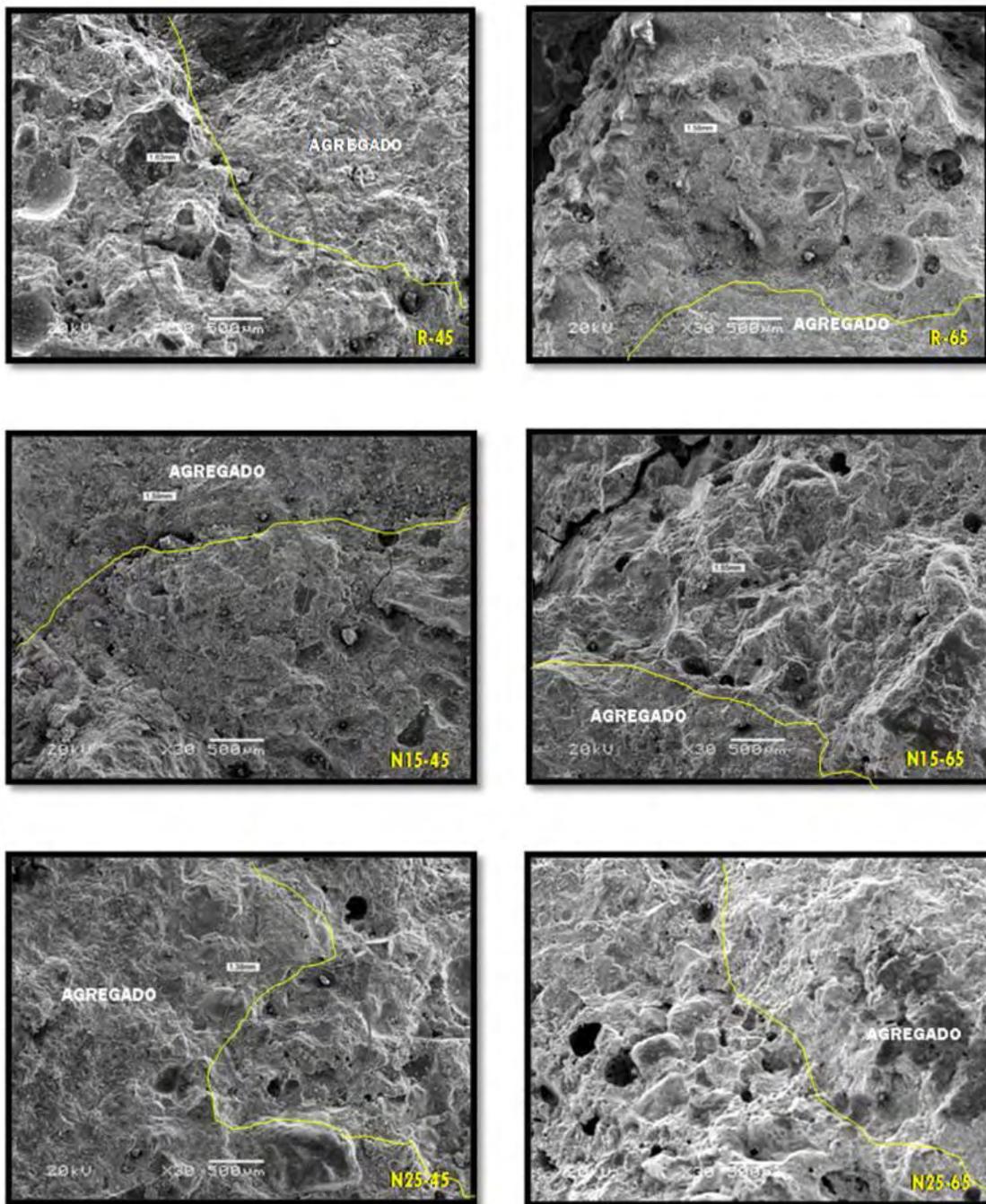


Figura 5.20 – Imagens obtidas com MEV – amostras de concreto aos 91 dias – ampliação 30X.

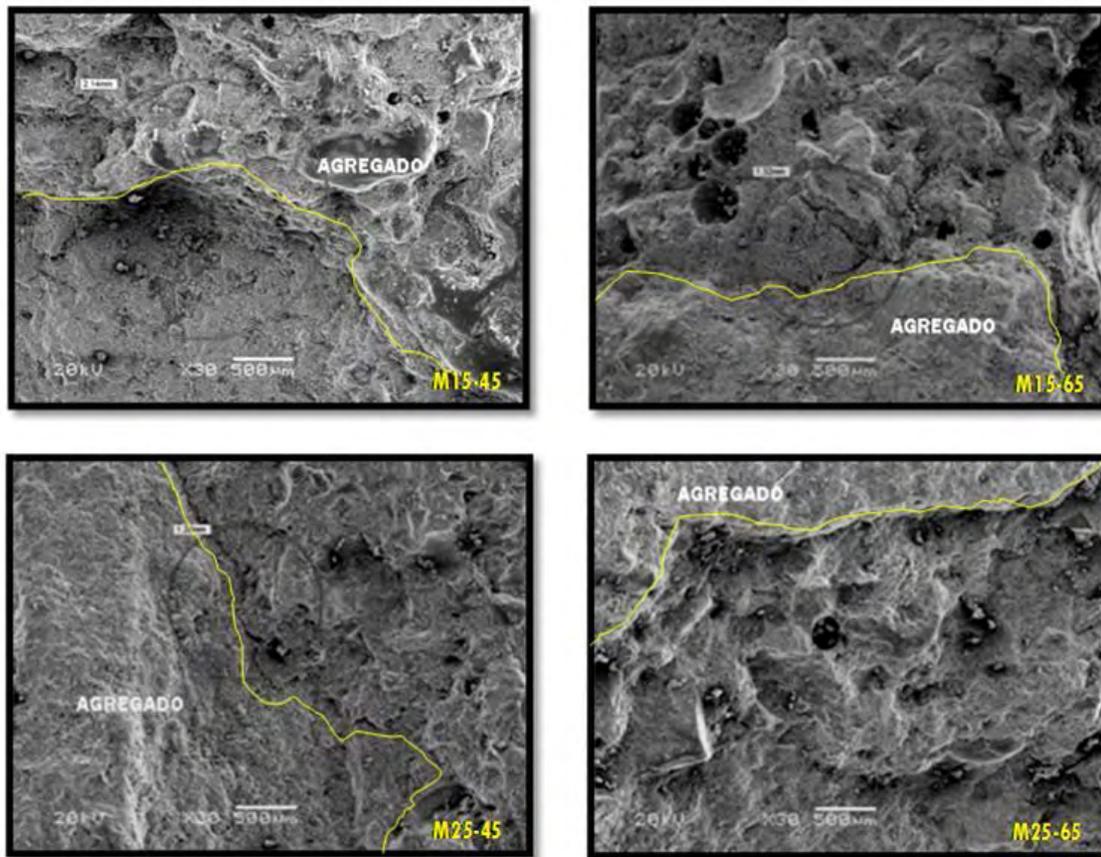


Figura 5.21 – Imagens obtidas com MEV – amostras de concreto aos 91 dias – ampliação 30X.

5.5.2 Variações microestruturais

O uso do MEV combinado com o EDS possibilitou visualização de cristais e sua identificação, além de uma visão quanto à porosidade, microfissuras e homogeneidade da matriz de cimento e da interface desta com o agregado.

As imagens obtidas foram todas direcionadas para o local mais próximo ao agregado, de forma que com as ampliações sucessivas fosse possível observar a zona de transição entre agregado e matriz da pasta de cimento.

A figura 5.22 (a) apresenta o traço R relação a/ag 0,45 aos 91 dias. A pasta é compacta e não apresenta poros visíveis nem microfissuras, uma característica típica da baixa relação a/ag.

O equipamento de EDS foi apontado para uma região da pasta e identificou a presença de cristal rico em Cálcio e Sílica, numa relação Cálcio/Sílica (C/S) alta, em torno de 1,5, típica do C-S-H de pastas cimento sem adições pozolânicas.

Na figura 5.22 (b), traço N15, o concreto apresentado é mais fragmentado e poroso, porém existem entrelaçados de C-S-H ocupando a abertura de alguns poros, fato este que reduz a porosidade total e também propicia o refinamento dos poros. O C-S-H identificado apresenta uma relação C/S menor, em torno de 1,3, pela presença de maior quantidade de Sílica da CCA.

O traço N25 aparece na figura 5.22 (c), onde uma região com grande quantidade de CCAN foi focalizada sendo possível observar os poros da CCAN em grande quantidade, porém os entrelaçados de C-S-H também estão presente por todo o perímetro da CCA e tendem a diminuir um pouco a porosidade, porém a concentração de CCAN é expressiva e grandes poros permanecem abertos com grandes diâmetros.

A relação C/S foi a mais baixa, em torno de 0,3, uma vez que o local analisado é uma região rica em CCAN, o resultou grande detecção de Sílica.

Os entrelaçados de CCAN no orifício de entrada dos poros provoca o “efeito garrafa” em que o orifício de entrada é de menor dimensão que o diâmetro interno do poro, e este efeito distorce de os resultados da intrusão de mercúrio uma vez que representa um refinamento dos poros já que dificulta a entrada do mercúrio.

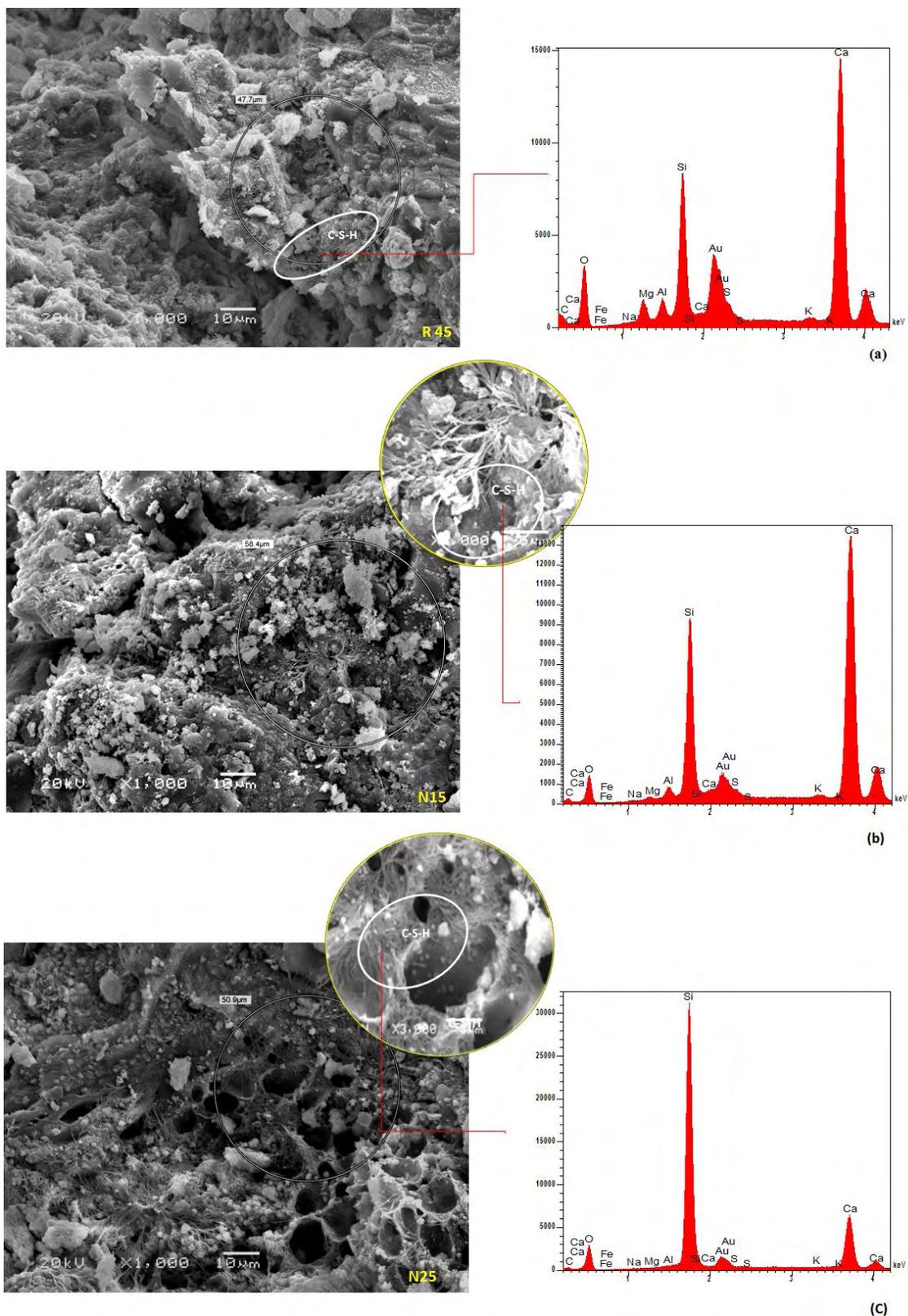


Figura 5.22– Imagens MEV – ampliação 1000 X e 3000X, traços com relação a/ag 0,45, idade 91 dias.

Os traços com CCAM estão apresentados na figura 5.23, onde na figura 5.23 (a) tem-se uma amostra do traço M15, com uma superfície bastante fechada por pequenas partículas, que identificadas na ampliação como sendo partículas de CCAM, com grande teor de Sílica mostrado no gráfico do EDS e a ampliação em 6000 vezes foi possível observar uma partícula de CCA, de pequena dimensão que serviu de núcleo para a formação de tufos de C-S-H, o que possibilitou uma superfície fechada e de pouca porosidade. A relação C/S é baixa uma vez que o EDS foi apontado para uma partícula de CCAM, detectando então alto teor de Sílica.

Na figura 5.23 (b) o traço M25 apresenta um cristal de C-S-H bem compacto e de geometria pouco definida e com uma relação C/S em torno de 1,0, típica de traços com adição de pozolanas. A imagem apresenta o cristal em uma região de grandes espaços livres e o cristal analisado é um aglomerado de grande dimensão, comportamento este não típico para traços baixa relação a/ag e principalmente com adição pozolânica, e provavelmente originado por falha de adensamento do corpo de prova.

Os traços CCAM foram os que apresentaram uma superfície mais compacta quando observados no MEV uma vez que os traços com CCAN apresentaram as partículas de maior dimensão e este fato foi representativo nos diagramas de EDS, onde os cristais apresentaram uma relação C/S maior, explicado pela menor atividade da CCA para grandes áreas específicas.

Na figura 5.23 (a) está bem representado o efeito de nucleação das partículas de CCAM facilitando a formação de C-S-H de menor relação C/S, justamente por elas serem de pequena dimensão quando comparadas com as partículas de CCAN, uma vez que aquelas passaram pelo processo de moagem e tiveram não apenas as partículas reduzidas, como também a estrutura esponjosa quebrada.

A maior atividade da CCAM foi comprovado pelo maior teor de água quimicamente combinada, sendo o traço M15 o de valor mais alto para a relação a/ag 0,45, figura 5.6 (c) que resultou na maior resistência à compressão para todas as relações a/ag tanto para os 28 como aos 91 dias, figuras 5.1 e 5.2.

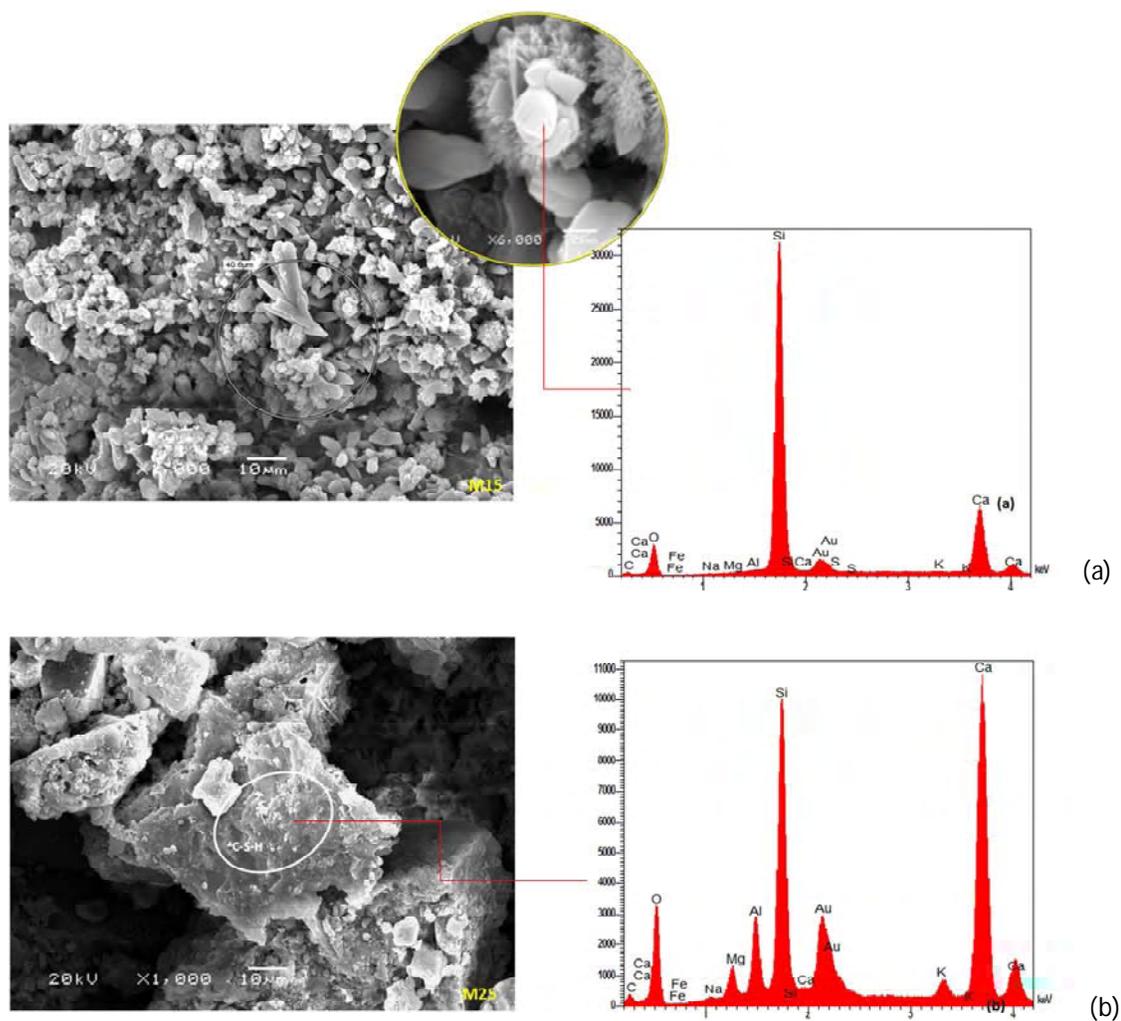


Figura 5.23 – Imagens MEV – ampliação 1000 X e 3000X, traços com relação a/ag 0,45, idade 91 dias.

No entanto, nem toda a CCA se combina com o CH e forma C-S-H, e este efeito foi mais percebido nos traços com relação a/ag mais altas e nestes casos a CCA participa como material de enchimento dos poros, efeito filler, diminuindo a porosidade ao ocupar espaços vazios mesmo de forma inerte. Isto pode-se observar na figura 5.24 onde tem-se uma amostra do traço M15 com relação a/ag 0,55 que apresenta uma superfície com várias partículas de CCA, porém não apresenta os tufo de C-S-H e o EDS apresenta as partículas com baixa relação C/S, somente no cristal de C-S-H a taxa de cálcio foi mais alta, justamente pelo presença de um grande cristal de CH que está combinado com as partículas de CCAM.

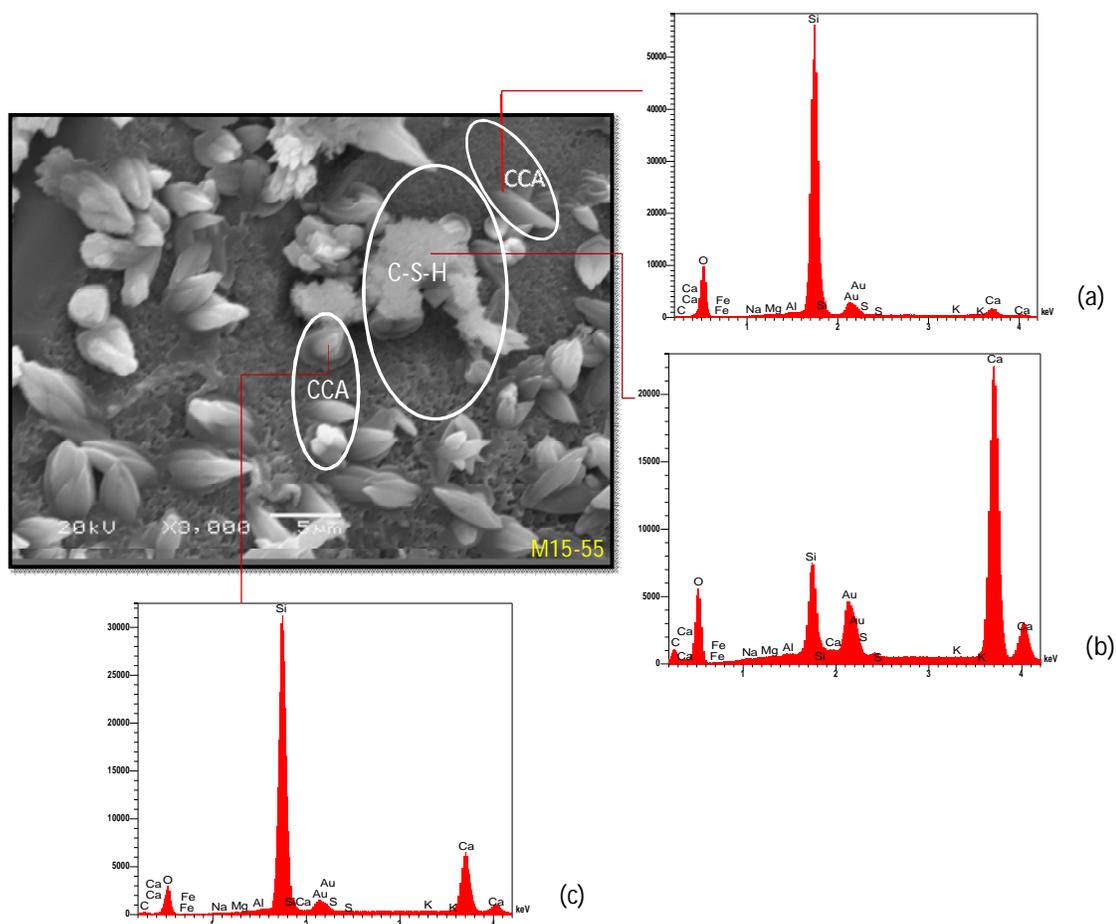


Figura 5.24 – Imagens MEV – ampliação 3000X, traço com relação a/ag 0,55, idade 91 dias.

Na figura 5.25 os traços com CCAM e CCAN foram observados para a relação a/ag 0,55.

O traço M25, figura 5.25 (a), apresenta a superfície mais fechada pela presença dos entrelaçados de C-S-H que fecham as aberturas dos poros, já o traço N25, figura 5.25 (b), apresenta partículas de CCAN com grandes dimensões e com sua estrutura porosa o que resulta na maior porosidade do traço N25, bem como maior percentual de macroporos e menor percentual de poros do gel, figura 5.11, evidenciando que o traço com CCAM tem porosidade mais refinada que o traço com CCAN, para a relação a/ag 0,55.

Em destaque na figura 5.25 (b), a estrutura original de uma partícula de CCA com sua estrutura porosa, que pela ausência de moagem manteve-se muito parecida com o formato original, demonstrando que as partículas fibrosas desta cinza não se dissolvem na água e que também o processo de mistura em betoneira não foi tão eficiente ao ponto de restar muitas partículas de CCA inteiras e que colaboram para criar espaços com porosidade principalmente na faixa de mesoporos.

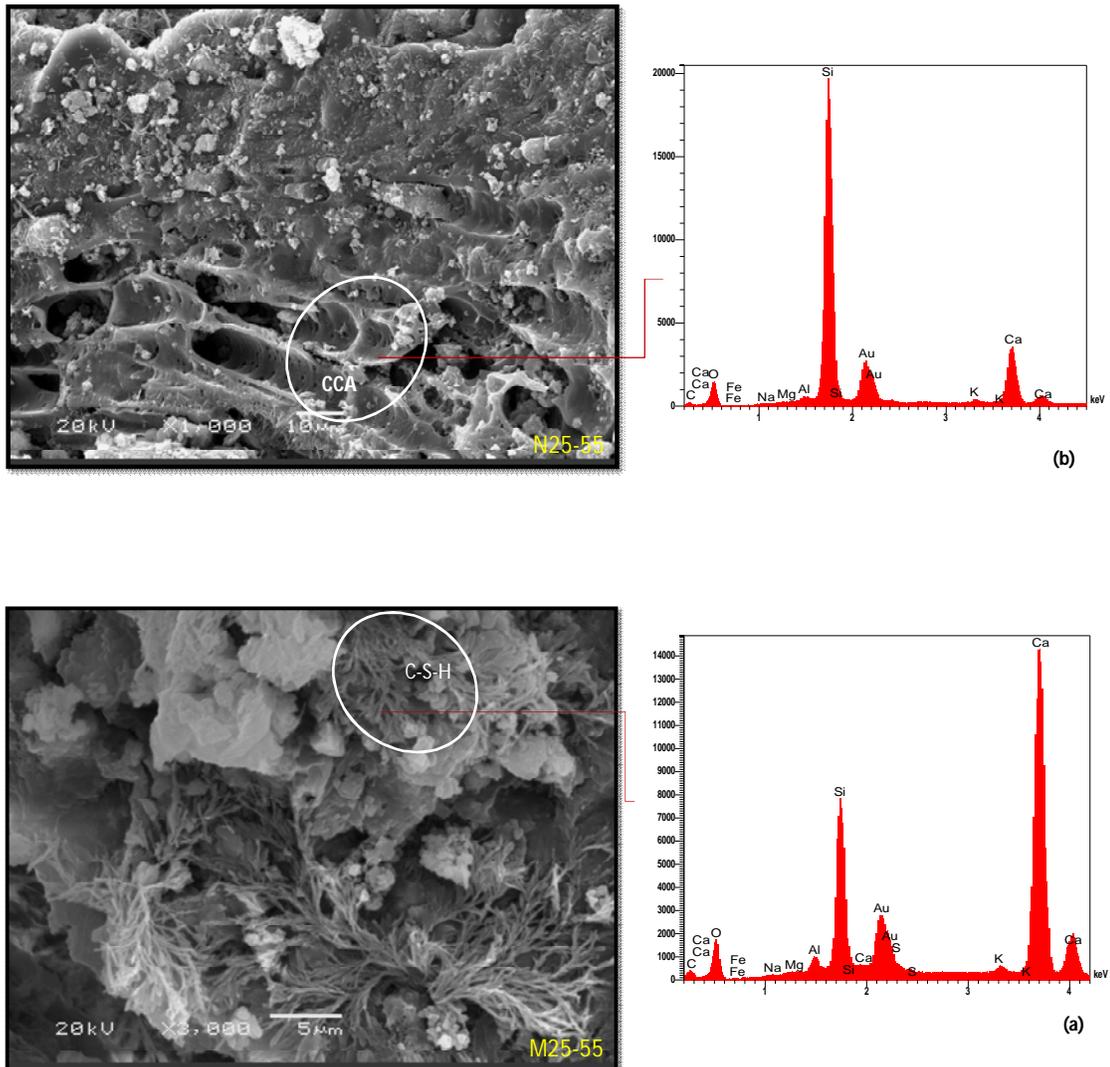


Figura 5.25 – Traços com CCAN e CCAM, a/ag 0,55, 91 dias, imagem MEV.

Na figura 5.26 observa-se a microestrutura traço N25 relação a/ag 0,55, aos 91 dias, apresentando a CCAN com sua estrutura porosa e de grandes dimensões uma vez que a CCA não foi submetida ao processo de moagem que reduziria substancialmente o tamanho das partículas. A CCAN apresenta grandes poros com paredes também porosas, e como se fossem esponjas absorvendo água da mistura que juntamente, leva os componentes dissolvidos do cimento para o interior das partículas de CCAN, e posteriormente com o processo de hidratação dos Silicatos do cimento os poros são parcialmente preenchidos com cristais CH que aderem as paredes destes poros formando mais C-S-H.

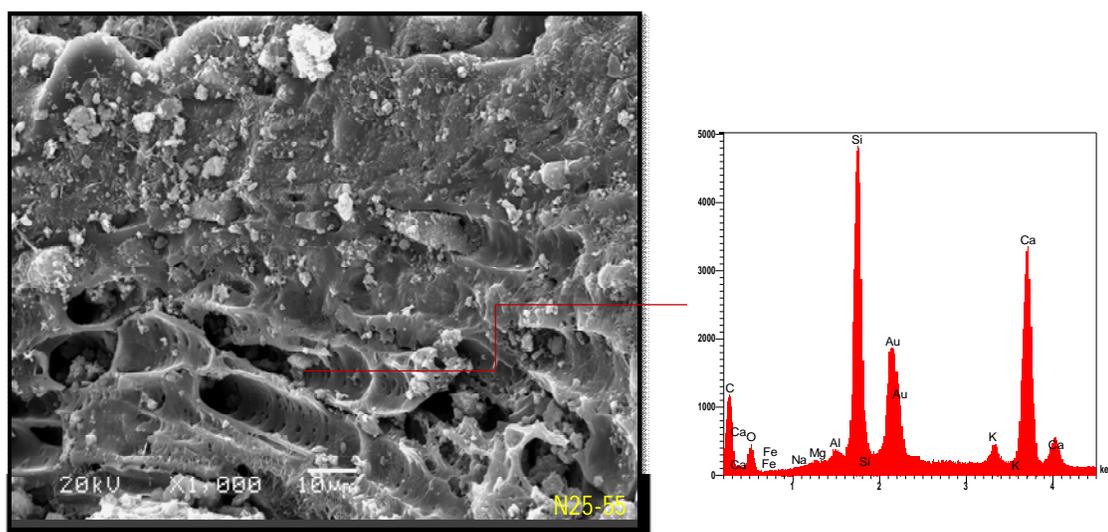


Figura 5.26 – Traço com CCAN a/ag 0,65, 91 dias, imagem MEV – ampliação 1000 X.

Na figura 5.27, temos imagem através do MEV e percebe-se que o CH se prende as paredes da CCA, também é possível observar ramificações de C-S-H, formadas em volta da cinza que propicia espaço importante para a nucleação de C-S-H. Percebe-se ainda que aos 28 dias, nem toda a CCA se combina formando C-S-H, porém ela está ocupando um espaço onde poderia existir um poro, então ela está tornando a matriz de pasta do cimento ou até mesmo a interface pasta-agregado, mais densa e menos porosa, fenômeno conhecido como refinamento dos poros ou efeito filler.

Mas aos 91 dias o entrelaçamento em volta da CCA é quase total e a área então parece muito pouco porosa, figura 5.28.

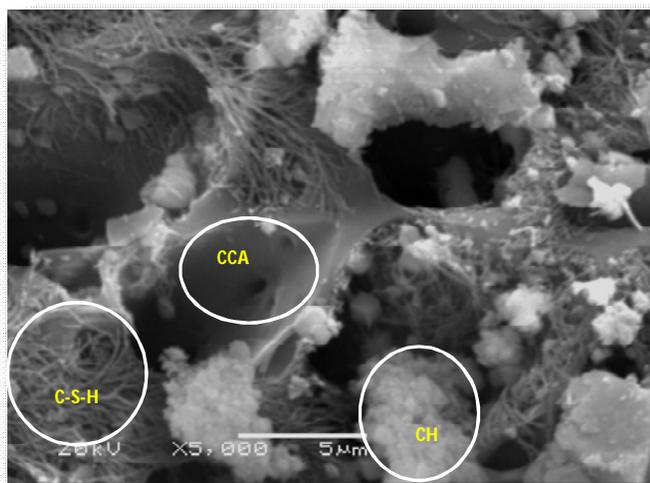


Figura 5.27 - Micrografia da CCA presente na pasta de concreto, MEV- 5000X-28 dias.

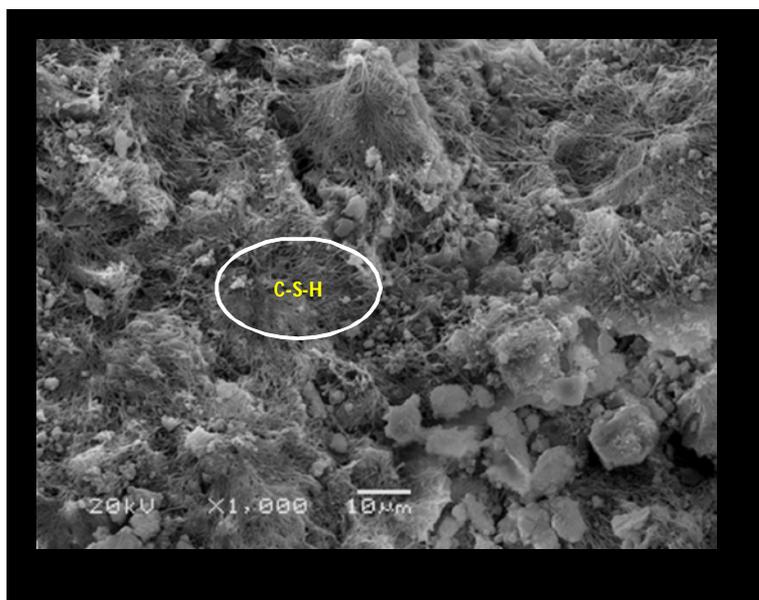


Figura 5.28 Micrografia da CCA presente na pasta de concreto, MEV- 1000X-91 dias.

5.6 CORRELAÇÕES DE RESULTADOS

5.6.1 Água Quimicamente Combinada e Volume Total Intrudido.

Nessa análise foi verificada a relação entre a porosidade total, representada pelo volume total intrudido, e a formação dos produtos de hidratação, através do teor de água quimicamente combinada.

Os parâmetros relacionados estão representados na figura 5.29 onde foram considerados três pontos para cada traço correspondentes relações a/ag 0,45, 0,55 e 0,65, respectivamente da esquerda para a direita, as equações das curvas e os coeficientes de correlação estão apresentados do quadro 5.5.

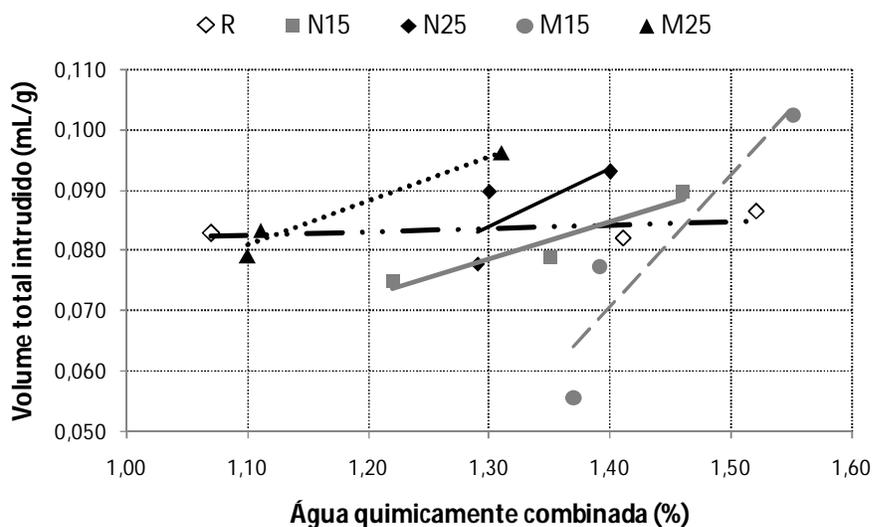


Figura 5.29 – Água Quimicamente Combinada e Volume Total Intrudido, 91 dias.

traço	equação	coef. Correlação
R	$R = 0,006.AC + 0,075$	$R^2 = 0,351$
N15	$R = 0,060.AC$	$R^2 = 0,899$
N25	$R = 0,094.AC - 0,039$	$R^2 = 0,514$
M15	$R = 0,22.AC - 0,238$	$R^2 = 0,862$
M25	$R = 0,073.AC$	$R^2 = 0,964$

Quadro 5.5 – Relação entre Volume Total Intrudido e Água Quimicamente Combinada.

O aumento da relação a/ag resultou tanto no aumento do volume total intrudido (VI) como também o teor de água quimicamente combinada (AC) para todos os traços.

O traço R teve o teor de AC crescente de forma expressiva com o crescimento da relação a/ag , porém o VI não apresentou variação muito acentuada, demonstrando que a atividade química de formação de produtos hidratados não influenciou de forma expressiva na porosidade total.

Já os traços com adição de CCA tiveram um comportamento diferente de R, sendo o crescimento de AC expressivamente influenciado pelo crescimento da porosidade devido à formação de produtos hidratados de maior dimensão nos traços mais porosos, pela disponibilidade de maiores espaços para crescimento dos cristais.

O traço M15 apresentou uma drástica redução no valor de VI quando a/ag diminuiu, enquanto AC diminuiu pouco se comparado principalmente com o traço R. Isto ocorreu pelo efeito filler propiciado pela presença das partículas de CCAM, sendo então a porosidade diminuída mais pela presença das partículas de CCAM nos poros do que pelo crescimento de cristais hidratados, quando a relação a/ag varia. Porém a curva do traço M15 apresenta-se mais a direita de todos os traços, uma vez que os valores de AC são mais altos, mesmo para as relações a/ag maiores, demonstrando maior formação de produtos hidratados que os demais traços, principalmente pela reação pozolânica, típica dos traços com CCA.

O traço M25 teve a curva mais a esquerda que M15, aliás, mais a esquerda que todos os traços com CCA, representando valores menores de AC, porém VI diminuiu expressivamente, possivelmente pelo efeito de preenchimento da CCAM, já que o alto percentual (25%) não foi todo aproveitado em reações pozolânicas e sim parte da cinza ficou inerte servindo como material de enchimento dos poros.

O traço N15 apresentou uma curva bem distribuída com relação a AC e VI, demonstrando um equilíbrio entre efeito químico e efeito filler, diferente de N25 que teve a menor variação de AC, explicado pelo alto percentual de CCAN, que não foi aproveitado integralmente para a formação de C-S-H e a porosidade diminuiu pela diminuição da relação a/ag que melhorou o efeito filler.

Os traços com CCA apresentaram curvas com coeficientes angulares parecidos, demonstrando um comportamento semelhante, com exceção do traço M15 que variou mais o valor de VI para menores variações de AC, demonstrando que a substituição de parte do cimento por CCAM, possibilitou a formação de mais produtos hidratados mesmo para as relações a/ag mais altas uma vez que cristais de CH, que normalmente se formam com grandes dimensões principalmente em relações a/ag mais baixas, se combinaram com a CCAM para formar novos cristais de C-S-H.

A opção de reta para a curva de tendência foi feita para facilitar a comparação entre os traços, porém é preciso observar que nos traços com CCA os dois primeiros pontos que correspondem a relação a/ag 0,45 e 0,55, tem valores quase iguais para AC e a maior variação de AC é justamente quando se passa do segundo para o terceiro ponto (correspondente a relação a/ag 0,65) onde o traço é mais poroso e propicia o crescimento de cristais com maiores dimensões e levam o teor de água combinada a valores mais altos. Este comportamento foi bem expresso para os traços M15, M25 e N25, o traço N15 apresentou variação equilibrada e o traço R apresentou o efeito oposto tendo os dois últimos pontos (a/ag 0,55 e 0,65) mais próximos, justamente por não apresentar o efeito do refinamento dos poros propiciado pela presença da CCA, que foi tanto mais eficiente quanto menor a relação a/ag, mas foi bem expressivo a partir da relação a/ag 0,55, conforme figura 5.11, quando comparados com o traço R.

5.6.2 Água quimicamente combinada e resistência à compressão

O estudo do Volume intrudido versus água quimicamente combinada, seção anterior, revelou que o crescimento do teor de água quimicamente combinada relaciona-se com a porosidade dos traços e quanto maior a porosidade maior o teor de água quimicamente combinada pelo fato dos cristais hidratados serem de maior dimensão ou se formarem em aglomerados maiores devido a disponibilidade de espaços maiores, porém esta característica foi mais marcante nos traços com CCA.

Para todos os traços a curva apresentada é uma reta descendente, pela diminuição de AC, quando a relação a/ag cresce, ou seja para maiores porosidades, figura 5.30.

A resistência á compressão é então resultado da menor porosidade, maior quantidade e maior dimensão dos cristais hidratados formados e também do efeito filler, que por sua vez também diminui a porosidade.

O traço R apresentou a reta com coeficiente angular baixo em torno de 30 (menor inclinação) demonstrando menor sensibilidade da Resistência para as variações de AC.

Já os traços com CCA, apresentaram coeficientes angulares maiores e também com valores parecidos (entre 72 e 84), quadro 5.6, o que se percebe pelo quase paralelismo entre as retas, evidenciando uma maior sensibilidade de variação de resistências quando AC varia, justamente por este parâmetro estar também ligado à porosidade.

Os traços com 15% de substituição de cimento (N15 e M15), apresentaram retas na posição superior e mais à direita de R, por terem maiores valores de AC e R. A explicação deste comportamento é que o teor de 15% de CCAM e CCAN, propicia a formação de mais produtos hidratados pela reação pozolânica, o traço M15 ficou mais a direita, justamente por ser a CCAM mais reativa e causou a formação de mais produtos hidratados, no caso C-S-H.

Os traços com 25% de CCA ocuparam posições abaixo da curva do traço R, por apresentar menor resistência à compressão.

O traço M25 teve os menores valores de AC, porém resistências maiores que o traço N25, isto se deve pelo refinamento dos poros ocasionado por parte da CCAM que não se combinou quimicamente mas foi aproveitada como material de enchimento e diminui a porosidade.

O traço N25 apresentou as menores resistências mesmo para as relações a/ag baixas, porém ocupou uma posição central, com valores médios de AC, por ter maior porosidade e, portanto facilitado a formação de cristais de maiores dimensões e também pelo fato das

partículas de CCAN terem estrutura porosa, absorvendo água e formando produtos hidratados no seu interior embora estas formações não confirmem uma estrutura resistente devido não possibilitar o entrelaçamento entre os cristais de C-S-H.

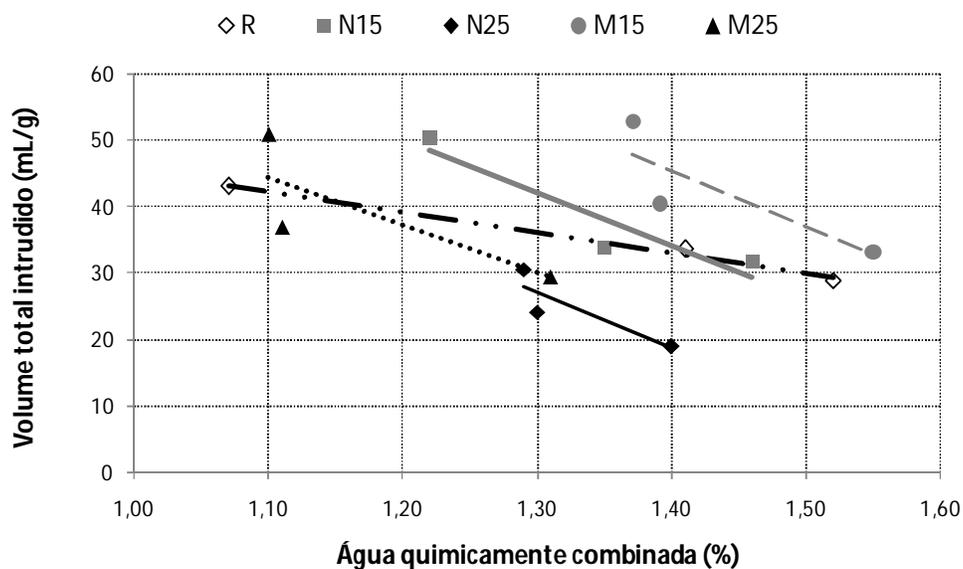


Figura 5.30– Água quimicamente combinada e resistência à compressão, 91 dias.

traço	equação	coef. Correlação
R	$VI = 0,006.AC + 0,075$	$R^2 = 0,351$
N15	$VI = 0,060.AC$	$R^2 = 0,899$
N25	$VI = 0,094.AC - 0,039$	$R^2 = 0,514$
M15	$VI = 0,22.AC - 0,238$	$R^2 = 0,862$
M25	$VI = 0,073.AC$	$R^2 = 0,964$

Quadro 5.6 – Relação entre Volume Total Intrudido e Água Quimicamente Combinada.

6 CONCLUSÕES

A resistência à compressão axial dos traços com adição de CCA foi aos 28 dias, menor que a do traço de referência apenas para os traços com CCAN, principalmente o traço N25 que apresentou os valores mais baixos. Tal comportamento foi verificado para as relações a/ag 0,65, 0,55 e 0,45, porém os traços com CCAM apresentaram valores pouco superiores aos valores da resistência do traço de referência em todas as relações a/ag estudadas.

A CCAM então substituiu bem o cimento quanto ao critério de resistência, uma vez que foram realizadas substituições de 15 e 25% de cimento em massa e as resistências aos 28 superaram, para todas as relações a/ag , os valores do traço de referência, principalmente para os traços com 15% de substituição que tiveram desempenho pouco melhor que o traço com 25% de substituição, resistências 10% maior para as relações a/ag 0,65 e 0,55 e 4% para a relação a/ag 0,45, o que sugere, baseado nestes dados, que o teor ótimo de substituição pode estar entre 15 e 25% quando se analisa resistência e custo.

Os traços com CCAM apresentaram maior resistência principalmente quando comparados com os traços com CCAN, pelo fato do processo de moagem aumentar a finura das partículas de CCAM aumentando a superfície específica o que possibilitou maiores espaços de nucleação o que resultou na produção de C-S-H adicional mesmo os traços apresentando menor consumo de cimento. Este comportamento não se repetiu para os traços com CCAN justamente pela maior dimensão das partículas de CCAN quando comparadas com o cimento e principalmente com as partículas de CCAM o que acabou resultando numa maior dispersão das partículas de cimento prejudicando a resistência à compressão, principalmente para os maiores teores de substituição como 25%.

Os traços com teor de substituição de 15% de CCAN embora tenham apresentado resistência abaixo do traço R, ficaram com valores bem próximos, principalmente para as relações a/ag mais altas 0,65 e 0,55, demonstrando que para concretos onde não se necessita de resistências elevadas, a substituição cimento por CCAN em teores de 15%, seria economicamente viável e não diminuiria expressivamente a resistência à compressão.

Como a resistência caiu bastante com 25% de substituição por CCAN e para 15% a resistência foi apenas pouco menor que a do traço R, o teor ótimo de substituição de cimento por CCAN deve estar entre 0 e 15%, quando forem considerados custo e resistência aos 28 dias.

Aos 91 dias o comportamento dos traços com CCAM foi ainda melhor quando se analisa a resistência principalmente para as relações a/ag menores onde o aumento de resistência com relação ao traço de referência foi ainda maior.

Enquanto a resistência do traço referência cresceu pouco quando comparado com os 28 dias, os traços com CCAM apresentaram o crescimento superiores a 20% dos 28 para os 91 dias, para todas as relações a/ag estudadas e este comportamento se explica pelo maior desenvolvimento das reações pozolânicas, que foram possibilitadas pelo alto teor de Sílica das partículas de CCA que reagiram como o CH produzido pelas reações de hidratação do cimento e também pela finura da CCAM que potencializou tais reações além possibilitar maior nucleação de cristais. O melhor desempenho ainda foi para os traços com 15% de substituição, porém pouca diferença quando comparado com os traços com 25% de substituição, reforçando a idéia que economicamente o melhor teor estaria entre 15 e 25%.

Os traços com CCAN com 15% de substituição tiveram uma recuperação de resistência aos 91 e superaram o traço R em todas as relações a/ag e também apresentaram valores bem próximos aos traços com CCAM e tal comportamento foi possível graças à reação pozolânica. Porém os traços com 25% continuaram apresentando valores mais baixos e mesmo aos 91 dias apresentaram valores mais baixos que o traço de referência aos 28 dias quando analisado a mesma relação a/ag, devido ao alto teor de substituição que provocou apenas o aumento da relação a/c e maior dispersão das partículas de cimento reduzindo assim a nucleação de cristais e dificultando o entrelaçamento de cristais formados.

Quanto ao ensaio de água quimicamente combinada, a primeira conclusão diz respeito á comparação entre 28 e 91 dias. Todos os traços apresentaram maiores valores de água quimicamente combinada aos 91 do que aos 28 dias e este comportamento é explicado pelo desenvolvimento das reações de hidratação do cimento e também da reação pozolânica nos traços com CCA, e estas duas reações resultam na maior quantidade de produtos hidratados.

O teor de água quimicamente combinada também esta relacionado com a porosidade, que propicia maiores espaços livres para o crescimento dos cristais e então os cristais formados são geralmente de maior dimensão, fato que reflete no aumento do valor de água quimicamente combinada, mesmo para traços onde a atividade pozolânica ou as reações de hidratação do cimento foi maior. Este foi o caso dos traços com CCA que apresentaram aos 28 dias valores bem próximos ao traço R.

Os traços com CCAN apresentaram valores menores aos 28 dias quando comparados com o traço R, sendo os traços com 25 % de substituição pouco menores que os valores dos traços com 15% de substituição, valores coerentes com os valores de resistência à

compressão, porém a diferença entre os traços com 15 e 25% foi pequena para o teor de água quimicamente combinada se for comparado a diferença de resistência à compressão, o que demonstra que para este tipo de adição, aos 28 dias a reação pozolânica não teve desenvolvimento expressivo, principalmente pelo maior diâmetro das partículas de CCAN, quando comparados com as partículas de CCAM ou até mesmo com as partículas de cimento.

O traço M25 embora tenha ficado entre os mais resistentes à compressão, apresentou os valores mais baixos de água quimicamente combinada, reforçando a idéia de que aos 28 dias a maior resistência deste traço se deu mais pelo efeito físico, devido à finura das partículas de CCAM, do que pela reação pozolânica.

Aos 91 dias os traços com CCAN continuaram apresentando valores de água quimicamente combinada menores do que aos do traço de referência, com exceção da relação a/ag 0,45, mas o traço N15 teve valores próximo ao traço de referência, já o traço N25 ficou pouco abaixo que o traço N15 porém sua resistência foi bem menor e o teor alto de água quimicamente combinada deve ter sido em função da maior porosidade.

O traço M15 apresentou maiores valores de água quimicamente combinada e também maiores valores de resistência em função da sua maior finura que propiciou boa atividade pozolânica e favoreceu a nucleação de cristais.

O traço M25 apresentou menor valor de água quimicamente combinada e a explicação se deve ao fato deste ter sido um dos traços mais porosos aos 91 dias, porém uma porosidade refinada pela presença de grande quantidade de material ultra fino, que favoreceu o efeito filler e resultou em nucleação de maior quantidade de cristais e por isso a resistência à compressão deste traço foi uma das mais altas.

O estudo da porosidade através do volume intrudido de mercúrio, demonstrou que a porosidade dos traços com CCA diminuíram expressivamente a medida que a relação a/ag diminuía, fato que não aconteceu com o traço de referência.

A adição de CCAN e CCAM possibilitou aos traços um refinamento dos poros, quando comparados com o traço de referência, e mesmo quando a porosidade total se apresentava maior ela se deva justamente pelo aumento dos poros de menor dimensão e para a relação a/ag 0,45 além do refinamento dos poros a porosidade total também foi reduzida para todos os traços com CCA.

Os valores de macroporos diminuíram os valores de poros do gel aumentaram para os traços com CCA quando comparados com o traço de referência.

Os traços com CCAM apresentaram o refinamento dos poros mais expressivamente do os traços com CCAN o para o teor de substituição de 15% o desempenho foi melhor, assim como o traços com CCAN.

Os traços com CCAN só apresentaram refinamento dos poros mais expressivo para a relação a/ag 0,45, que foi onde se apresentou também a maior redução da porosidade total.

O ensaio de difração de raios X não apresentou valores conclusivos quanto às modificações microestruturais dos concretos ensaiados, justamente por este tipo de servir apenas como análise qualitativa, porém foi possível observar que os traços com adição de CCA apresentaram menores picos de hidróxido de Cálcio que o traço de referência, quando comparados as mesmas posições principalmente em 4,90 Å e 2,63 Å, sendo estes resultados esperados uma vez que o desenvolvimento das reações pozolânicas se dá com a combinação da sílica presente na CCA e o hidróxido de cálcio liberado durante a hidratação dos silicatos do cimento, portanto a redução hidróxido de cálcio é uma confirmação da presença de tais reações.

A análise das imagens através do SEM e EDS, propiciou a observação de algumas amostras revelando a estrutura porosa da CCA e a combinação destas partículas para a formação de cristais de C-S-H.

De forma geral foi possível observar que a presença da CCA possibilitou a formação de cristais e microestruturas entrelaçadas que envolviam os poros do concreto e possibilitou a redução do diâmetro dos poros, fato confirmado pela análise da porosidade.

Foi possível observar a presença dos cristais de CH e C-S-H, identificados pelo EDS, em quantidade e dimensões variadas, confirmando a presença das reações pozolânicas e a nucleação dos cristais sobre as partículas de CCA, para os diferentes traços e idades.

Os resultados apresentados dos diferentes ensaios confirmam que a utilização da CCA em concretos provoca alterações microestruturais no concreto que tendem a causar o refinamento dos poros e em algumas situações até diminuir a porosidade total, que foi o caso das relações a/ag menores.

O aumento da resistência à compressão também foi fato comprovado nos traços com adição de CCA, principalmente aos 91 dias, quando as reações pozolânicas já puderam apresentar seu efeito.

A utilização da CCAN em substituição parcial ao cimento mostrou-se viável para o teor de 15% para a idade de 91 dias, uma vez que a resistência à compressão foi em relação ao traço R 10 % maior para a relação a/ag 0,65 e 18% maior para relação a/ag 0,45, sendo que para a relação a/ag 0,55, o traço N15 apresentou resistência igual ao traço R. Os valores de

resistência são pouco menores que os obtidos com os traços com CCAM para as relações a/ag 0,65 e 0,45 e praticamente iguais quando a relação a/ag é 0,55, demonstrando que no percentual de 15% de substituição a CCA sem moagem possibilita aos concretos, resistência praticamente igual a CCA moída (processo demorado e que agrega custo), tanto para o percentual de 15% com 25% de substituição.

Como para as relações a/ag 0,55 e 0,45 porosidade total do traço N15 foi 4% e 10% respectivamente, menor que o traço R, além da redução expressiva do percentual de macroporos, 16% e 21 % respectivamente, combina-se com o aumento da resistência à compressão, também o aumento da durabilidade, quando comparado com o traço de referência.

Para concretos que necessitam de resistência aos 28 dias o teor ótimo de adição de CCAN, deverá estar pouco abaixo de 15%, uma vez que para todas as relações a/ag estudadas, a resistência à compressão ficou pouco abaixo do traço de referência.

Para a relação a/ag 0,55 o traço R apresentou resistência de 30 MPa contra 28 MPa do traço N15, uma diferença de apenas 2 MPa ou seja pouco mais de 6,5 %, já para a relação a/ag 0,45 o traço N15 apresentou resistência de 32 MPa contra 42 MPa do traço R, uma diferença de 4 MPa que equivale a aproximadamente 10%.

Então possivelmente teores de substituição de cimento por CCAN pouco menores (entre 10 e 14%) provavelmente fariam a resistência à compressão do traço N15 atingir valores iguais ou pouco superiores aos do traço de referência e ainda assim seria viável pela redução do consumo de cimento, mesmo em pequenos percentuais e também pela utilização da cinza que normalmente não teria uma utilização que não fosse à poluição do ambiente.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABELL, A.B.; WILLIS, K.L.; LANGE, D.A. **Mercury Intrusion Porosimetry and Image Analysis of Cement-Based Materials**, JOURNAL OF COLLOID AND INTERFACE SCIENCE, **211**, pp. 39-44, University of Illinois, 1999.

AITCIN. P. C. **Concreto de alto desempenho**. 1. Ed. São Paulo: PINI, 2000.

ALVES, A. S. **Efeitos físicos e químicos de misturas pozolânicas na carbonatação e penetrabilidade à água em concretos de alto desempenho**. Santa Maria, 2000. 117 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Moldagem e cura de corpos de prova de concreto, cilíndricos ou prismáticos – Método de ensaio: NBR 5738**. Rio de Janeiro, 2003

__ **Agregado graúdo – determinação do índice de forma pelo método do paquímetro: NBR 7809**. Rio de Janeiro, 1983.

__ **Agregado graúdo – determinação da abrasão Los Angeles: NBR 6465**. Rio de Janeiro. 1984.

__ **Agregados – determinação da composição granulométrica: NBR 7217 – NM 248**. Rio de Janeiro, 2001.

__ **Agregados – determinação da massa específica de agregados miúdos por meio do frasco chapman: NBR 9776 – NM 52**. Rio de Janeiro. 2003.

__ **Agregados – determinação da absorção e da massa específica do agregado graúdo: NBR 9937 – NM 53**. Rio de Janeiro. 2003.

__ **Agregados para concreto: NBR 7211**. Rio de Janeiro. 2004.

__ **Análise química de cimento Portland – determinação da perda ao fogo:** NBR 5743 – NM 12. Rio de Janeiro. 1991.

__ **Análise química de cimento Portland – determinação do resíduo insolúvel:** NBR 5744 – NM 13. Rio de Janeiro. 1989.

__ **Análise química de cimento Portland – determinação do anidrido sulfúrico:** NBR 5745 – NM 14. Rio de Janeiro. 1989.

__ **Cimento portland – determinação da resistência à compressão:** NBR 7215. Rio de Janeiro. 1991.

__ **Cimento portland - determinação do tempo de pega:** NBR 11581 – NM 65. Rio de Janeiro. 1991.

__ **Cimento portland e outros materiais em pó, determinação da massa específica:** NBR 6474 – NM 23. Rio de Janeiro. 2001.

__ **Cimento portland e outros materiais em pó, determinação da área específica:** NBR 7224 – NM 76. Rio de Janeiro. 1984.

__ **Cimento portland - determinação da finura por meio da peneira 200:** NBR 11579. Rio de Janeiro. 1991.

__ **Cimento portland de alta resistência inicial:** NBR 5733. Rio de Janeiro. 1991.

__ **Cimento portland – determinação da água da pasta de consistência normal:** NBR 11580. Rio de Janeiro. 1991.

__ **Determinação da consistência do concreto pelo abatimento tronco de cone:** NBR 7223. Rio de Janeiro. 1982.

___ **Ensaio de compressão de corpos cilíndricos de concreto:** NBR 5739. Rio de Janeiro, 2003.

___ **Moldagem e cura de corpos de prova de concreto, cilíndricos ou prismáticos – método de ensaio:** NBR 5738. Rio de Janeiro. 1984.

___ **Materiais pozolânicos – especificação:** NBR 12653. Rio de Janeiro. 1992.

BAKHAREV, T; SANJAYAN, J. G.; CHENG, Y.-B. **Resistance of alkali-activated slag concrete to alkali-aggregate reaction.** CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, Vol. 31 pp. 331-334, 2001.

BAKKER, F.M. Initiation period. In: SCHIESSL, P. (ed). Corrosion of steel in concrete, RILEM Technical Committee 60 – CSC. London, Chapman e Hall, 1998

BRIZOLA, R. M. **Microestrutura do cobrimento de concretos com altos teores de escória e cinza volante ativadas por cimento Portland e cal hidratada,** Santa Maria, 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, 2007.

CERVO, T. C. **Influência da finura e do teor de pozolana na penetração de cloretos e na solução aquosa dos poros do concreto.** Santa Maria, 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria , Santa Maria, 2001.

COMITÉ EUROINTERNATIONAL DU BÉTON – CEB – FIP. **Durable concrete structures.** DESIGN GUIDE. LONDON: Thomas Telford, 1992.

CORDEIRO, G. C, **Concreto de alto desempenho com metacaulinita.** Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade do Norte Fluminense, Campo dos Goytacazes, 2001.

CORRÊA, S. M. **Compósito à base de resíduos de concreto e resíduos de produção de cal.** Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Paraná, 2005.

COSTA, P. E. F. **Influência da finura e teor de escória na penetração de cloretos no concreto.** Santa Maria, 2001. 115 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria, 2001.

DAL RI, M, GASTALDINI, A. L. G., ISAIA, G. C. **Penetração de cloretos em concretos com diferentes composições aglomerantes contendo adição de cal hidratada.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 44º, 2002, Belo Horizonte. Anais... Instituto Brasileiro do Concreto, 2002, 13 p.

DAVIDOVITS, J. **High-Alkali cements for 21st century concretes.** In: Metha, P. K. (ed.) Proceedings of V. Mohan Malhotra Symposium – Concrete Technology: Past, Present and Future, Berkeley, 1994. **Proceedings.** Detroit: American Concrete Institute, p. 383-397

DELLA, V.P. **Caracterização de cinza de casca de arroz para uso como matéria-prima na fabricação de refratários de sílica,** Química Nova, Vol. 24, n. 06, p. 778-782, maio 2001.

BRONZEOAK. **Rice husk ash market study,** DTI/Pub URN 03/668, 2003.

CYR, M.; LAWRENCE, P.; RINGOT, E. **Efficiency of mineral admixtures in mortars: Quantification of the physical and chemical effects of fine admixtures in relation with compressive strength,** Cement and Concrete Research, 2005.

FENG, Qingge et al. **Efficiency of highly active rice husk ash on the High-strength concrete.** In: International Congress on the Chemistry of Cement (ICCC), 11, 2003, Durban, Africa do Sul. The Cement and Concrete Institute of South Africa, 2003.

FERNANDEZ, J.L. et al. **Evolución de la Porosidad de Pastas de Cemento Portland por la Incorporación de una Pozolana Natural.** Inf. tecnol., 2004, vol.15, no.5, p.37-40. ISSN 0718-0764.

FRIZZO, B. T. **Influência do teor e da finura de pozolanas na permeabilidade ao oxigênio e na absorção capilar do concreto.** Santa Maria, 2001. 135 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2001.

GASTALDINI, A. L. G. **Influência das adições minerais na porosidade de pastas de cimento Portland.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIMENTO, 4., 1996, São Paulo. Anais... Porto Alegre: ABCP, 1996, 3v, v. 1, p. 119-136.

GASTALDINI, A.L.G., ISAIA, G.C. **Chloride permeability of high performance concrete with mineral addition: binary e ternary mixtures.** INTERNATIONAL CONFERENCE ON HIGH-PERFORMANCE CONCRETE, 2. Gramado, Brasil, Proceedings...1999. 1 CD-ROM.

GOMES, C. E. M. **Propriedades da pasta de cimento portland com adições de copolímero Va/VeoVa e fibras de poliamida – Estudo da interface fibra matriz.** 221 f. Tese (Doutorado Ciência e Engenharia de Materiais) – Instituto de Física São Carlos, Universidade de São Paulo, 2005.

HASPARYK, N. P., ANDRADE, M. A. S., MUNIZ, F. C., LIDUÁRIO, A. S., BITTENCOURT, R. M., ANDRADE, W. P. **Estudo da influência de adições na durabilidade e microestrutura do concreto.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 44°, 2002, Belo Horizonte. Anais. Instituto Brasileiro do Concreto, 2002, 16 p.

HOPPE, T. F. **Resistividade de Concretos Contendo Diferentes teores de Cinza de Casca de Arroz.** Santa Maria, 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2007.

HOPPE, J. F. **Efeitos da adição de cal hidratada sobre a permeabilidade ao oxigênio e absorção capilar de concreto com altos teores de adições minerais.** Santa Maria, 2002, Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2002.

ISAIA, G. C., VAGHETTI, M. A., GASTALDINI, A. L. G. **Carbonatação acelerada e natural de concreto com alto teor de pozolanas: um estudo preliminar.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 43°, 2001, Foz do Iguaçu. Anais... Instituto Brasileiro do Concreto, 2001, 16 p.

ISAIA, G. C., GASTALDINI, A. L. G., MORAES, R. C. **The physical and pozzolanic action of mineral additions on the mechanical strength of high-performance concrete.** In: SUSTAINABLE CONSTRUCTION INTO THE NEXT MILLENNIUM ENVIRONMENTALLY-FRIENDLY AND INNOVATIVE CEMENT BASED MATERIALS, 2000, João Pessoa. Proceedings of the International Conference on Sustainable Construction into the next millenium, João Pessoa: Universidade Federal da Paraíba, 2000. v.1, p. 229-244.

ISAIA, G. C., VAGHETTI, M. A., GASTALDINI, A. L. G. **Efeitos de misturas pozolônicas sobre a carbonatação do concreto de cimento Portland.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 40º, 1998, Rio de Janeiro. Anais. São Paulo: Instituto Brasileiro do Concreto, 1998, p. 30.

ISAIA, G. C. **Efeitos de misturas binárias e ternárias de pozolanas em concreto de elevado desempenho: um estudo de durabilidade com vistas à corrosão da armadura.** Tese (Doutorado em Engenharia), Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995.

JENNINGS, H M.; TENNIS, P. D. **Model for the Developing Microstructure in Portland Cement Pastes.** JOURNAL OF THE AMERICAN CERAMIC SOCIETY, EUA, 1994.

JÚNIOR, E. L. F. ; CAMARINI, G. . **Análise de imagens: um avanço para a tecnologia do concreto.** In: 44º Congresso Brasileiro do Concreto, Belo Horizonte, 2002. v. 1. p. I-1-I-16.

LIMA, E. P.; HELENE, P. R. L. **Influência do Volume de Pasta na Zona de Transição Pasta/Agregado com Relação às Propriedades Mecânicas e de Durabilidade do Concreto.** Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP - BT/PCC/270, São Paulo, Brasil, 2001.

MELO, A. A. **Estudo da retração em argamassa com cimento de escória.** São Paulo, 2002, Dissertação (Mestrado em Engenharia), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

MALHOTRA (Ed), Proceedings of the International Symposium on Advances in Concrete Technology. CANMET/ACI, Athens, Greece, May, 1992, pp. 407-430.

METHA, P. K. **Rice husk ash – A unique supplementary cementing material**, in: Advances in Concrete Technology. MSL Report 94-1 (R) CANMET, 1994.

METHA, P. K., FOLLIARD, K.J. **Rice husk ash – a unique supplementary cementing material: durability aspects**. In: Advance in Concrete Technology, 1995, Las Vegas, 1995, p. 531-541.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. CONCRETE Microstructure, Properties and Materials, 2001. 239 p.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais**. ed. São Paulo: Pini, 1994. 573p.

MATSUTATO, H., OGAWA, K., FUNATO, M., SATO, T. **Studies on the carbonation of hydrated cement and its effects on microstructure and strength**. In: International Congress on the Chemistry of Cement, 9th, New Delhi, 1992. **Proceedings**. New Delhi: National Council of Cement and Building Materials, 1992, 6 v., v. 5, p. 363-376.

MIRA P., PAPADAKIS V. G., TSIMAS S. **Effect of lime putty addition on structural and durability properties of concrete**. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, v. 32, p. 683-689. USA: Pergamon Press, 2002.

MISSAU, F. **Penetração de cloretos contendo diferentes teores de cinza de casca de arroz**. Santa Maria, 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, 2004.

MOREIRA, B. P. **Estudo da penetração de cloretos na camada de cobrimento do concreto com altos teores de cinza volante**. Santa Maria, 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2004.

NAIR, D. G., JAGADISH, K.S., FRAAIJ, A., **Reactive pozzolanas from rice husk ash: An alternative to cement for rural housing**, CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 2006. Disponível em [http://www. Sciencedirect.com](http://www.Sciencedirect.com), acesso janeiro de 2007.

NEHDI, M., DUQUETTE, J., DAMATTY, El, **Performance of Rice husk ash produced using a new technology as a mineral admixture in concrete**. Cement and Concrete Research, 2003, p. 1203-1210.

NEVILLE, A. M. Propriedades do concreto. 2. ed. São Paulo: Pini, 1997.

OYETOLA, E. B, ABDULLAHI, M. **The Use of Rice Husk Ash in Low - Cost Sandcrete Block Production**. LEONARDO ELECTRONIC JOURNAL OF PRACTICES AND TECHNOLOGIES, Issue 8, January-June , 2006.

PRUDÊNCIO, L. R.; SANTOS, S.; DAFICO, D. A. **Cinza de Casca de Arroz**, Coletânea Habitare - vol. 4 - Utilização de Resíduos na Construção Habitacional, 2003.

RILEM. **Recomendations of TC 116-PCD. Tests for gas permeability of concrete**. Materials and Structures. V. 32, n. 217, p. 163-179, abril 1999.

ROY, D. M.; IDORN, G.M. **Concrete Microstructure**, Strategic Highway Research Program C - 340, National Research Council, EUA, 1993.

ROY, D.M. et al. **Concrete Microstructure Porosity and Permeability**, Strategic Highway Research Program C - 628, National Research Council, Washington DC, USA, 1993.

SARKAR, S. L. **Roles of silica fume, slag and fly ash in the development of high-performance concrete microstructure**. In: MALHOTRA, V. M. (ed). INTERNATIONAL

CONFERENCE ON THE USE OF FLY ASH, SILICA FUME, SLAG AND NATURAL POZZOLANS IN CONCRETE, 5rd. Milwaukee, 1995. Proceedings. Detroit: American Concrete Institute, 1995, 2 v., v. 1 (SP-149).

SAMPAIO, J.; COUTINHO, J. S.; SAMPAIO, M.N, **Portuguese Rice Husk Ash as a Partial Cement Replacement**, Portugal, [2000].

SANTOS, S. **Estudo da viabilidade de utilização de cinza de casca de arroz residual em argamassas e concretos**. Florianópolis, 1997. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1997.

SILVEIRA, A. A. **A utilização da cinza de casca de arroz com vistas a durabilidade dos concretos: estudo do ataque por sulfatos**. Porto Alegre, 1996. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal Do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1996.

SINGHANIA, N. P. **Rice Husk Ash**. The Institute of Concrete Technology NEWSLETTER, n. 55, out. 2004.

STUMPP, M. J., ISAIA, G. C., GASTALDINI, A. L. G. **Efeito da adição de cal hidratada sobre a carbonatação de concretos com altos teores de adições minerais: abordagem preliminar**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 44°, 2002, Belo Horizonte. Anais. Instituto Brasileiro do Concreto, 2002, 16 p.

TASHIMA, M. M. et al. **The possibility of adding the rice husk ash (RHA) to the Concrete**.

VAGHETTI, M.A. **Estudo da corrosão do aço, induzida pro carbonatação, em concretos com adições minerais**. Porto Alegre, 2005. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

VIEIRA, Flávio de Lima et al. **Comparativo da determinação do teor de amorfismo da cinza de casca de arroz (CCA) através de difração de raios – x e método químico**. In: 47º Congresso Brasileiro do Concreto, 2005, Anais. IBRACON, 2005, 372-381.

YUASA, N., KASAI, Y., MATSUI, I. **Inhomogeneous distribution of compressive strength from surface layer to interior of concrete in structures**. In: Malhotra, V. M. (ed) Durability of concrete. CANMET/ACI International Conference, Barcelona, 2000. **Proceedings**. American Concrete Institute, 2000, 2 v., v.1, p. 269-281 (SP-192).