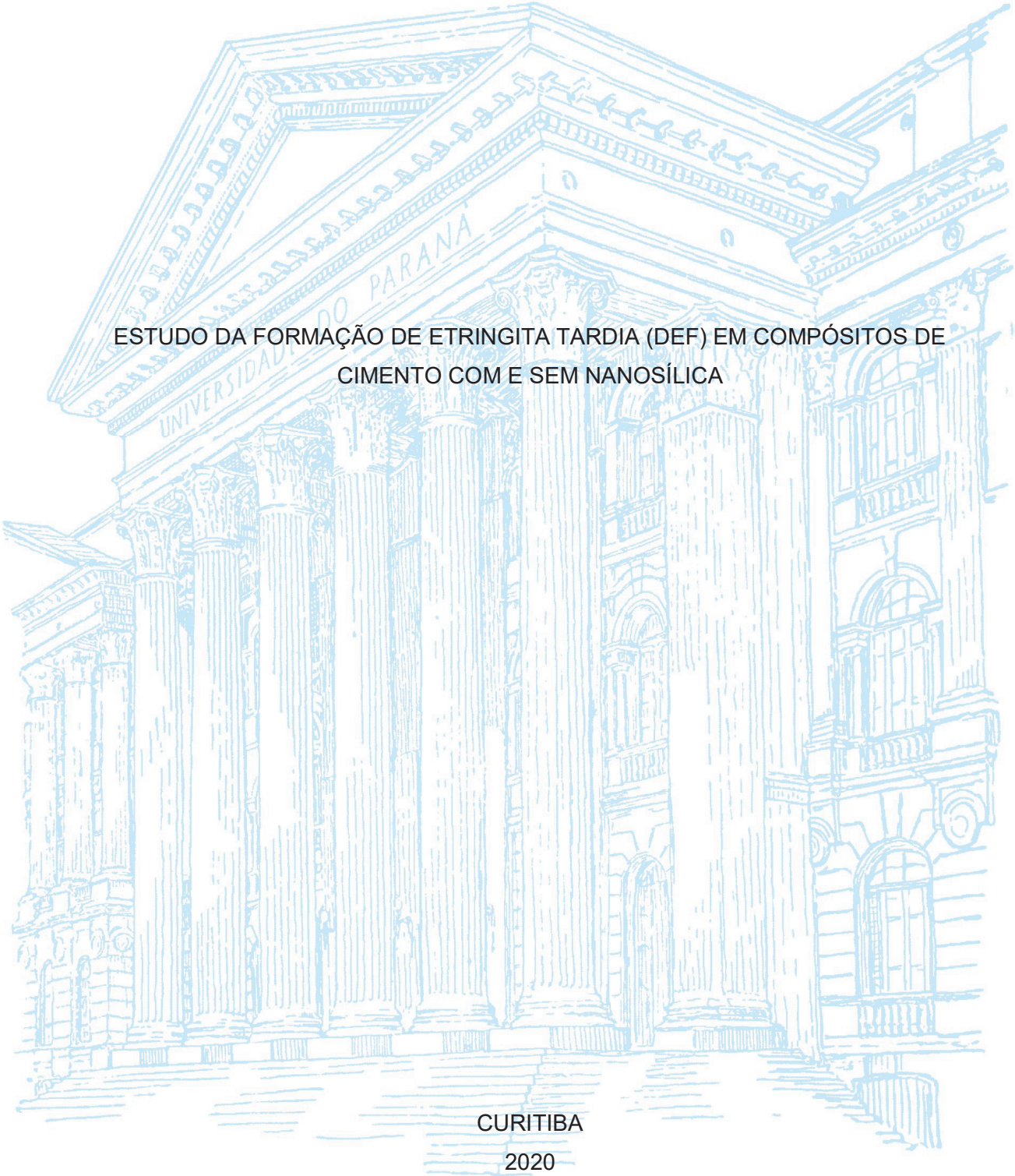
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

DAYANE DE CRISTO MIRANDA



ESTUDO DA FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA (DEF) EM COMPÓSITOS DE CIMENTO COM E SEM NANOSÍLICA

CURITIBA

2020

DAYANE DE CRISTO MIRANDA

ESTUDO DA FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA (DEF) EM COMPÓSITOS DE CIMENTO COM E SEM NANOSÍLICA

Dissertação apresentada ao curso Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia de Construção Civil.

Orientadora: Profa. Dra. Mariana D'Orey Gaivão Portella Bragança

Coorientadora: Dra. Nicole Pagan Hasparyk

CURITIBA

2020

CATALOGAÇÃO NA FONTE – SIBI/UFPR

M672e Miranda, Dayane de Cristo

Estudo da formação de etringita tardia (DEF) em compósitos de cimento com e sem nanosílica [recurso eletrônico]/ Dayane de Cristo Miranda - Curitiba, 2020.

Dissertação apresentada ao curso Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia de Construção Civil.

Orientadora: Profa. Dra. Mariana D'Orey Gaivão Portella Bragança
Coorientadora: Dra. Nicole Pagan Hasparyk

1. Cimento. 2. Concreto. 3. Construção Civil. I. Bragança, Mariana D'Orey Gaivão Portella. II. Hasparyk, Nicole Pagan. III. Título. IV. Universidade Federal do Paraná.

CDD 634.0.839

Bibliotecária: Vilma Machado CRB9/1563

TERMO DE APROVAÇÃO

Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em ENGENHARIA DE CONSTRUÇÃO CIVIL da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da dissertação de Mestrado de **DAYANE DE CRISTO MIRANDA** intitulada: **ESTUDO DA FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA (DEF) EM COMPÓSITOS DE CIMENTO COM E SEM NANOSÍLICA**, sob orientação da Profa. Dra. MARIANA D OREY GAIVAO PORTELLA BRAGANÇA, que após terem inquirido a aluna e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua APROVAÇÃO no rito de defesa.
A outorga do título de mestre está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 06 de Outubro de 2020.

Assinatura Eletrônica
16/12/2020 14:35:53.0
MARIANA D OREY GAIVAO PORTELLA BRAGANÇA
Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica
16/12/2020 14:50:21.0
SELMO KUPERMAN
Avaliador Externo (DESEK)

Assinatura Eletrônica
16/12/2020 14:51:33.0
RONALDO ALVES DE MEDEIROS JUNIOR
Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

AGRADECIMENTOS

À Eletrobras Furnas e ao Programa de Pesquisa e Desenvolvimento da Agência Nacional de Energia Elétrica (ANEEL) pelo apoio e suporte, por meio do P&D 0394-1504/2015, intitulado “Avaliação dos mecanismos de reação interdependentes da formação de etringita tardia e da reação álcali-agregado em concretos e argamassas e o efeito de nanomateriais para mitigação”.

Ao LACTEC, Área de Estruturas Civis, à equipe do Laboratório de Pesados e ao grupo de pesquisa Duracon pelo auxílio nas etapas de execução do trabalho. Agradecimentos especiais ao Jefferson por todos os ensinamentos e horas desprendidas no programa experimental, à Bruna pela paciência nas horas de análises microscópicas, à Anelize pela inspiração e troca de ideias constantes, ao Juan pelo incentivo e ao Érico pela companhia nas noites adentro no laboratório. Agradeço ainda as brilhantes contribuições do Prof. Dr. Kleber Portela e do Dr. Selmo Kuperman no desenvolvimento do projeto. Foi uma honra poder participar deste estudo ao lado desses grandes profissionais.

À Universidade Federal do Paraná e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia da Construção Civil (PPGECC).

À professora Dra. Mariana D’Orey Gaivão Portella Bragança por ser uma inspiração como mulher e pesquisadora além da orientação e apoio fundamentais.

À Dra. Nicole Pagan Hasparyk pela orientação, contribuições e imenso conhecimento compartilhado.

Aos membros da branca de qualificação por suas tão valiosas contribuições em uma etapa fundamental deste estudo: Dr. Ronaldo Medeiros Junior e Dr. Selmo Kuperman.

À minha família, amigos e ao Otávio, pelo incentivo e apoio incondicional.

À todas e todos que proporcionam, direta ou indiretamente, a existência de uma Universidade pública e de qualidade, a quem devo o compromisso de trabalhar para construir uma sociedade mais justa.

RESUMO

A formação de etringita tardia (DEF) é um processo que afeta estruturas como barragens, fundações de edifícios, pontes, viadutos e elementos de concreto que foram submetidos a altas temperaturas durante a cura. Diversos estudos vêm sendo desenvolvidos, mundialmente, para entender melhor os mecanismos de ocorrência deste fenômeno e tentar propor formas de evitá-lo ou mitigá-lo. Visando contribuir neste campo, no presente estudo foi realizada a análise de pastas de cimento e argamassas submetidas à cura térmica para indução da formação de etringita tardia e à cura convencional, em comparação. Além disso foi estudada a adição de nanosílica, no teor de 1% em relação à massa de cimento, com o objetivo de avaliar o seu potencial de mitigação da expansão. O comportamento mecânico e físico dos compósitos foi analisado pelos seguintes parâmetros: resistência à compressão axial, módulo de elasticidade, velocidade de propagação de onda ultrassônica, variação de massa e expansão. As características químicas e microestruturais foram analisadas por MEV e EDS. Os resultados indicaram o sucesso na indução da DEF por meio da metodologia de cura térmica empregada, sendo possível visualizar cristais de etringita tardia na microestrutura dos compósitos analisados. Foi possível inferir a redução parcial do dano causado pela DEF com a adição de nanosílica devido às menores expansões atingidas em comparação com os exemplares sem a nanoadição. Porém as avaliações mecânicas e físico-quimicas indicaram que a nanosílica, no teor empregado e nas condições testadas, não foi suficiente para impedir a formação de etringita tardia.

Palavras-chave: DEF. Compósitos cimentícios. Expansão. Propriedades mecânicas. Nanosílica.

ABSTRACT

Delayed ettringite formation (DEF) is a process that affects several types of structures, such as dams, buildings foundations, bridges, viaducts and concrete elements exposed to high curing temperature. Many studies worldwide have been developed seeking a better understanding of the phenomenon in pursuance of ways to avoid or mitigate it. In order to contribute to this research field, this study analyzes cement pastes and mortars subjected to a thermal curing process in order to induce DEF, while comparing the results to a sample subjected to a conventional curing. Furthermore, the addition of nanosilica, with 1% by weight of cement, was included aiming to evaluate its potential to mitigate DEF expansion. The mechanical and physical behavior of the composites were analyzed through the following parameters: compressive strength, modulus of elasticity, ultrasonic wave propagation velocity, mass variation and expansion. The chemical and microstructural characteristics were analyzed through SEM and EDS. The results indicate the success of the thermal curing process employed to induce DEF. Delayed ettringite crystals were detected in the microstructure of the composites. It was possible to infer the partial reduction of damage caused by DEF with the addition of nanosilica due to the smaller expansions achieved compared to the samples without nanoaddition. However, the mechanical and physical-chemical evaluations indicated that the nanosilica, in the content used and in the tested conditions, was not enough to prevent the delayed ettringite formation.

Keywords: DEF. Cementitious composites. Expansion. Mechanical properties.. Nanosilica.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO DE UM CIMENTO PORTLAND COMUM (HIDRATAÇÃO DA PASTA E TEMPERATURA AMBIENTE), (A) CONSUMO DAS FASES DO CLÍNQUER, (B) FORMAÇÃO DE HIDRATOS 24
Figura 2.2 - EVOLUÇÃO DO CALOR DE HIDRATAÇÃO DE UM CIMENTO PORTLAND COMUM. 1 - PRÉ INDUÇÃO; 2 - REAÇÕES INICIAIS; 3 - PERÍODO DE INDUÇÃO; 4 - REAÇÕES INTERMEDIÁRIAS (FORMAÇÃO DE C-S-H); 5 - FORMAÇÃO DE AFT; 6 - CONVERSÃO DE AFT-AFM..... 24
Figura 2.3 - FORMAÇÃO DE ETRINGITA NA INTERFACE ENTRE AGREGADO E PASTA 27
Figura 2.4 - FATORES CONDICIONANTES DO ATAQUE INTERNO DE SULFATOS (ISA)..... 28
Figura 2.5 – FISSURAS NA PARTE AÉREA DA BASE DO PILAR DA PONTE DE BOURGOGNE 29
Figura 2.6 - NEOFORMAÇÕES DE ETRINGITA EM CONCRETO COM CP V-ARI. 30
Figura 2.7 - DEF IDENTIFICADA POR MEV E ESPECTRO DE EDS 31
Figura 2.8 - MEV E EDS DA DEPOSIÇÃO BRANCA ENCONTRADA NOS VAZIOS DO CONCRETO 32
Figura 2.9 - MEV E EDS DO CONCRETO COM ATAQUE DE DEF AOS 190 DIAS 33
Figura 2.10 – AGREGADO ENVOLTO POR ETRINGITA EM MEV DE ARGAMASSA SEM NANOADIÇÃO SUBMETIDA À SUBMETIDA À CURA TÉRMICA E ESA 44
Figura 2.11 - MICROGRAFIAS DAS ARGAMASSAS COM NANOADIÇÃO SUBMETIDAS À CURA TÉRMICA E ESA SEM ANORMALIDADES 44
Figura 2.12 - REDUÇÃO DA POROSIDADE, EM COMPARARAÇÃO COM O TRAÇO DE REFERÊNCIA, CAUSADA PELA ADIÇÃO DE NANOALUMINA..... 47
Figura 3.1 – FLUXOGRAMA GERAL DA METODOLOGIA DO ESTUDO 54
Figura 3.2 – DOSAGEM DAS PASTAS DE CIMENTO 59
Figura 3.3 – FLUXOGRAMA DAS DOSAGENS DE PASTAS DE CIMENTO 60
Figura 3.4 – CÂMARA CLIMÁTICA (LACTEC) 61

Figura 3.5 – FLUXOGRAMA DE TEMPERATURA DURANTE A CURA TÉRMICA .62
Figura 3.6 – TANQUES DE ENVELHECIMENTO 62
Figura 3.7 – FLUXOGRAMA DAS DOSAGENS DE ARGAMASSA 65
Figura 3.8 - DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE 66
Figura 3.9 – LEITURA DE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA 67
Figura 3.10 – LEITURA DE EXPANSÃO DA BARRA PRISMÁTICA 68
Figura 4.1 - ESPECTRO FTIR DA NANOSÍLICA INDICANDO BANDAS CARACTERÍSTICAS DA SÍLICA 75
Figura 4.2 - ESPECTRO DRX DA NANOSÍLICA 75
Figura 4.3 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL DAS PASTAS DE CIMENTO77
Figura 4.4 - VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA DAS PASTAS 79
Figura 4.5 - PCT: (A) 3 DIAS E (B) 91 DIAS 79
Figura 4.6 - EDS PCT 91 DIAS 82
Figura 4.7 - EDS DO TRAÇO PCTNS 91 DIAS 84
Figura 4.8 - EDS DO TRAÇO PCCNS 63 DIAS 84
Figura 4.9 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL DAS ARGAMASSAS.....86
Figura 4.10 - MÓDULO DE ELASTICIDADE DAS ARGAMASAS.....87
Figura 4.11 - VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA DAS ARGAMASSAS 88
Figura 4.12 - CORRELAÇÃO ENTRE MÓDULO DE ELASTICIDADE E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO 89
Figura 4.13 - CORRELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO ULTRASSÔNICA E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO 90
Figura 4.14 - EXPANSIBILIDADE DAS ARGAMASSAS 91
Figura 4.15 – VARIAÇÃO DE MASSA DAS ARGAMASSAS 93
Figura 4.16 - CORRELAÇÃO ENTRE EXPANSÃO E VARIAÇÃO DE MASSA 94
Figura 4.17 – CORRELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA E VARIAÇÃO DE MASSA 95
Figura 4.18 – ACT: (A) 91 DIAS E (B) 180 DIAS.....96
Figura 4.19 - ACT: (A) 28 DIAS, (B) 180 DIAS (C) 270 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM AS NEOFORMAÇÕES NOS POROS.....96

Figura 4.20 - ACTNS (A) 28 DIAS E (B) 270 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM AS NEOFORMAÇÕES NOS POROS 97
Figura 4.21 - EDS TRAÇO ACT AOS 270 DIAS 98
Figura 4.22 - EDS DO TRAÇO ACTNS AOS 270 DIASS 102

LISTA DE QUADROS

Quadro 1.1 - ESPECIFICAÇÃO DE CURA INTERNACIONAL ACELERADA.....17
Quadro 2.1 - DIFERENTES TIPOS DE NANOPARTÍCULAS E SUAS INTERAÇÕES COM A MATRIZ CIMENTÍCIA 42
Quadro 2.2 – REFERÊNCIAS NO ESTUDO DA DEF.....48
Quadro 2.3 - REFERÊNCIAS DE NANOADIÇÕES 52
Quadro 3.1 – ENSAIOS NORMATIZADOS REALIZADOS NO CIMENTO PORTLAND.....55
Quadro 3.2 – ENSAIOS NORMATIZADOS REALIZADOS NA AREIA AN.....56
Quadro 3.3 – ENSAIOS NORMATIZADOS REALIZADOS NA AREIA AB.....57
Quadro 3.4 - NOMENCLATURA PARA AS VARIAÇÕES DAS PASTAS DE CIMENTO.....60
Quadro 3.5 - NOMENCLATURA PARA AS VARIAÇÕES DAS ARGAMASSAS 65
Quadro 4.1 - MEV DAS PASTAS SEM NANOSÍLICA DE 7 A 91 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM OS CRISTAIS DE DEF 81
Quadro 4.2 - MEV DAS PASTAS COM NANOSÍLICA DE 7 A 91 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM OS CRISTAIS DE DEF 83
Quadro 4.3 - MEV DAS ARGAMASSAS SEM NANOSÍLICA DE 28 A 270 DIAS 99
Quadro 4.4 - MEV DAS ARGAMASSAS COM NANOSÍLICA DE 28 A 270 DIAS...101

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – TRAÇO DAS PASTAS DE CIMENTO 59
Tabela 3.2 – TRAÇO DAS ARGAMASSAS 64
Tabela 4.1 – PROPRIEDADES DO CIMENTO 72
Tabela 4.2 – CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS DOS AGREGADOS 74
Tabela 4.3 – CARACTERÍSTICAS DO ADITIVO REDUTOR DE VISCOSIDADE 74
Tabela 4.4 – CARACTERÍSTICAS DO ADITIVO POLIFUNCIONAL 74
Tabela 4.5 - CORRELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA E QUALIDADE DA MATRIZ 78

LISTA DE ABREVIATURAS OU SIGLAS

AB	-	Areia Britada
ACC	-	Argamassa Cura Convencional
ACCNS	-	Argamassa Cura Convencional com Adição de Nanosílica
ACI	-	American Concrete Institute
ACT	-	Argamassa Cura Térmica
ACTNS	-	Argamassa Cura Térmica com Adição de Nanosílica
AN	-	Areia Natural
ANA	-	Agência Nacional de Águas
ANOVA	-	Análise de variância
CCA	-	Cinza de Casca de Arroz
CP	-	Corpo de prova
CP IV	-	Cimento Portland do Tipo IV (Pozolânico)
CP V-ARI	-	Cimento Portland do Tipo V de Alta Resistência Inicial
CV	-	Voltametria Cíclica
DEF	-	Delayed Ettringite Formation
DRX	-	Difração de Raios X
EDS	-	Espectroscopia por Energia Dispersiva
EIS	-	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica
ESA	-	Ataque Externo de Sulfatos
FTIR	-	Espectroscopia do Infravermelho com Transformada de Fourier
IBGE	-	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
ISA	-	Ataque interno de Sulfatos
LCPC	-	Laboratoire Central des Ponts et Chausées
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIP	-	Porosimetria de Intrusão de Mercúrio (MIP)
OAE	-	Obra de Arte Especial
PCC	-	Pasta Cura Convencional
PCCNS	-	Pasta Cura Convencional com Adição de Nanosílica
PCTNS	-	Pasta Cura Térmica com Adição de Nanosílica
PCT	-	Pasta Cura Térmica
PE	-	Pernambuco
pH	-	Potencial hidrogeniônico
RAA	-	Reação Álcali-Agregado
RCPT	-	Teste de Permeabilidade Rápida Cloreto
SNISB	-	Sistema Nacional de Informação de Segurança de Barragens

LISTA DE NOTAÇÕES QUÍMICAS

C_6ASH_{32}	-	Etringita
$Ca(OH)_2$	-	Hidróxido de cálcio
Ca^{2+}	-	Íon cálcio
CaO	-	Óxido de cálcio
C-S-H	-	Silicato de cálcio hidratado
F	-	Fe_2O_3
$\bar{F}$	-	CAF_2
Fe_3O_4	-	Óxido de ferro (II, III) ou magnetita
K_2O	-	Óxido de potássio
MgO	-	Óxido de magnésio
Na_2O	-	Óxido de sódio
OH^-	-	Íon Hidroxila
S	-	SIO_2
$\bar{S}$	-	SO_3
SiO_2	-	Dióxido de silício ou sílica
SO_3	-	Óxido sulfúrico
SO_4^{2-}	-	Íon sulfato

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 15
1.1 JUSTIFICATIVA 17
1.2 OBJETIVOS 19
1.2.1 Objetivo geral 20
1.2.2 Objetivos específicos 21
2 REVISÃO DE LITERATURA 22
2.1 HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND 22
2.2 FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA (DEF) 25
2.3 ADIÇÕES MINERAIS 34
2.3.1 Escória de alto forno 36
2.3.2 Cinza volante 37
2.3.3 Sílica ativa 38
2.3.4 Cinza de casca de arroz 39
2.3.5 Metacaulim 40
2.3.6 Nanomateriais 41
3 MATERIAIS E MÉTODOS 54
3.1 MATERIAIS 55
3.1.1 Cimento 55
3.1.2 Agregados 56
3.1.3 Aditivos 57
3.1.4 Nanosílica 57
3.2 ESTUDOS EM PASTA DE CIMENTO 58
3.2.1 Dosagem das pastas de cimento 58
3.2.2 Metodologias de cura e envelhecimento das pastas de cimento 60
3.2.3 Caracterização mecânica e físico-química das pastas de cimento 62
3.3 ESTUDOS EM ARGAMASSA 63
3.3.1 Dosagens das argamassas 63
3.3.2 Metodologias de cura e envelhecimento das argamassas 66
3.3.3 Caracterização mecânica e físico-química das argamassas 66
3.3.4 Avaliação da expansibilidade e variação de massa das argamassas 67
3.4 ANÁLISES ESTATÍSTICAS 68
3.4.1 Verificação de outliers 68

3.4.2 Teste de Shapiro-Wilk 69
3.4.3 ANOVA 69
3.4.4 Teste de Tukey 71
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO 72
4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS 72
4.1.1 Cimento 72
4.1.2 Agregados 73
4.1.3 Aditivos 74
4.1.4 Nanosílica 74
4.2 ESTUDOS EM PASTAS DE CIMENTO 76
4.2.1 Caracterização mecânica das pastas de cimento 76
4.2.2 Inspeção visual 79
4.2.3 Caracterização físico-química das pastas de cimento 80
4.3 ESTUDOS EM ARGAMASSAS 84
4.3.1 Caracterização mecânica das argamassas 85
4.3.2 Estudo da expansibilidade 90
4.3.3 Inspeção Visual 95
4.3.4 Caracterização físico-química das argamassas 97
5 CONCLUSÕES 103
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 106
REFERÊNCIAS 107
ANEXO 1 – RESULTADOS DOS AGREGADOS 116
ANEXO 2 – CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E PETROGRÁFICA DOS AGREGADOS 118
APÊNDICE A – ANÁLISES ESTATÍSTICAS DOS RESULTADOS DAS PASTAS 120
APÊNDICE B – ANÁLISES ESTATÍSTICAS DOS RESULTADOS DAS ARGAMASSAS 126

1 INTRODUÇÃO

Estruturas de concreto massa são definidas por terem uma das dimensões em uma seção transversal maior ou igual a 1 metro, fazendo com que o calor liberado pela hidratação do cimento permaneça concentrado e fissuras de origem térmica possam ser geradas (LI *et al*., 2014). Portanto, visando a durabilidade, é fundamental que haja controle de execução e projeto nas estruturas que contenham elementos massivos de concreto.

As usinas hidrelétricas, conhecidas por serem compostas de elementos estruturais caracterizados como concreto massa em sua construção, são muito utilizadas no Brasil devido ao elevado potencial hídrico do país. Segundo dados divulgados em 2019 pela Agência Nacional de Águas (ANA), do Sistema Nacional de Informação de Segurança de Barragens (SNISB), aproximadamente 3,5% das barragens do Brasil têm como material de construção principal o concreto. Este percentual corresponde a 698 das 19522 barragens catalogadas e leva em consideração estruturas para todas as finalidades possíveis (regularização de vazão, hidrelétrica, abastecimento humano, recreação, etc.) (ANA, 2019).

Além destas estruturas, a construção civil faz uso de elementos de concreto massa em outros tipos de edificações, principalmente edifícios de grande porte que utilizam grandes elementos estruturais e de fundação. A construção de grandes edifícios tem se intensificado nas grandes metrópoles, a exemplo de Balneário Camboriú (no estado de Santa Catarina) que possui cinco dentre os dez maiores "arranha-céus" (edifícios com mais de 150 metros de altura) da América Latina (PIZZINI, 2019). A verticalização dos grandes centros urbanos é uma tendência gerada pela densificação de sua ocupação. De acordo com o censo demográfico do IBGE (Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística) de 2010, os municípios que apresentaram maior taxa de crescimento populacional foram os que possuíam entre 100 mil e 500 mil habitantes. Além disso, segundo estimativa do IBGE, a variação do número de municípios com mais de um milhão de habitantes foi de 13 para 17 no período de 2000 a 2019, concentrando 21,9% da população nacional (SOUZA, 2019). Portanto a tendência para o futuro é que edifícios cada vez mais altos e que necessitam de elementos estruturais de grandes dimensões sejam construídos para suprir essa demanda por moradia em centros urbanos cada vez mais densificados que tendem a se verticalizar.

A elevação de temperatura do concreto decorre do processo de hidratação do cimento, que ocorre por meio de reações exotérmicas. Dentre elas a que libera maior quantidade de calor é a hidratação do C_3A, primeiro composto a reagir com a água, que gera hidratos cristalinos (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

De acordo com o ACI, considera-se composto por concreto massa o elemento que tem dificuldade em dissipar o calor durante o processo de hidratação e que exige controle de temperatura. Além disso, segundo as recomendações do Instituto, a temperatura máxima atingida pelo maciço não deve ultrapassar a 70ºC. Entretanto esse limite não é consenso na literatura, como pode ser observado no

Quadro 1.1. Isso porque algumas fases formadas no período da hidratação inicial podem ter estabilidade variada em determinadas condições de temperatura e apresentar efeitos deletérios para o concreto e argamassa. Este é o caso da etringita (C_6ASH_{32}) que, tende a se decompor em monossulfato hidratado (C_4ASH_{12}) quando a matriz é submetida a temperaturas superiores a 60-70ºC. Ao longo do tempo, entretanto, ocorre a liberação dos íons sulfato, que se cristalizam como etringita em locais nos quais há espaço preliminarmente disponível, como poros e fissuras. Estes cristais formados tendem a se expandir, sob presença de umidade, preenchendo os espaços livres e gerando tensões não uniformes na matriz, que podem levar à fissuração (COLLEPARDI, 2003; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Este processo é conhecido como formação de etringita tardia ou DEF (*Delayed Ettringite Formation*, do inglês) e também pode ocorrer em concretos pré-fabricados a partir de cimentos com excessivo teor de sulfatos, que são sujeitos à elevada cura térmica para acelerar o endurecimento e, por conseguinte, a desforma (TAYLOR *et al.*, 2001). Como é o caso dos dormentes de concreto protendidos que passaram por cura térmica, citados por Mielenz *et al.* (1995).

Quadro 1.1 - ESPECIFICAÇÃO DE CURA INTERNACIONAL ACELERADA

País	Especificação	Temperatura máxima
Canadá	CSA/A23.4-94	70ºC
Dinamarca	DS482	70ºC
Inglaterra	Manual de documentos contratuais para obras rodoviárias	70ºC
Alemanha	Comitê para concreto armado	60ºC
África do Sul	SABS/0100-2:1992	60ºC
Espanha	UNE/83-301-91	70ºC

FONTE: Adaptado de Bauer *et al.* (2006)

Portanto, é fundamental realizar um controle da temperatura do concreto em elementos que tem dificuldade de perder calor devido às suas dimensões, como blocos de fundações de grandes edificações, elementos estruturais de obras de arte especiais e barragens e também em elementos que tenham sido submetidos à cura térmica. Sendo estas estruturas de uso comum da engenharia brasileira é significativa a preocupação com este aspecto durante a execução de tais obras.

1.1 JUSTIFICATIVA

As recomendações de durabilidade das normativas brasileiras de concreto armado preveem uma vida útil para as estruturas reforçadas com armadura de aço de no mínimo 50 anos (ABNT, 2003a; ABNT, 2013a). Esta recomendação refere-se ao período para consideração das cargas durante o projeto de uma estrutura. Porém, na prática, obras públicas e obras de infraestrutura como obras de arte especiais (OAEs, ou seja, pontes, viadutos, pontilhões, túneis) e barragens devem possuir uma vida útil superior, podendo ser de 100 a 120 anos (BRANCO *et al.*, 2013). A fim de garantir a durabilidade desejada das estruturas, devem ser observados parâmetros de projeto e

execução para evitar o surgimento de manifestações patológicas e consequente deterioração precoce.

As reações envolvendo a interação de íons sulfato com o concreto resultando em deterioração da matriz são conhecidas como ataques por sulfatos. A fonte desses íons pode ser interna (internacionalmente conhecido por ISA – *Internal Sulfate Attack*), pela decomposição térmica da etringita primária (DEF), composição do cimento ou agregados, ou externa (ESA – *External Sulfate Attack*), proveniente de água ou solo contaminados.

A formação de etringita tardia (DEF) é um processo que acarreta na degradação da matriz cimentícia e, apesar de ser conhecida antes, despertou maior interesse da engenharia civil em meados de 1980 (THOMAS, 2001). Isto porque foi observada a degradação de dormentes protendidos de concreto que eram fabricados sob cura térmica na Alemanha, Finlândia e Estados Unidos (HEINZ; LUDWIG, 1987; MIELENZ *et al.*,1995; TEPPONEN; ERIKSSON, 1987). A fim de tentar evitar a ocorrência deste processo algumas recomendações foram lançadas por diversos órgãos internacionais, como o *Laboratoire Central des Ponts et Chausées* (LCPC, do francês, Laboratório Central de Pontes e Estradas) que publicou em 2007 um manual de recomendações para prevenção de degradação causada por reações de ataque interno de sulfato (LCPC, 2007).

No Brasil ainda não há publicações neste sentido em termos de métodos normalizados, apesar de várias publicações já mostrarem casos nacionais e estudos em andamento, como por exemplo o caso apresentado por (TORRES; ANDRADE, 2016). Neste estudo os autores avaliaram o potencial de surgimento de DEF em blocos de fundação de diferentes edificações na Região Metropolitana de Recife (PE) e todos atingiram mais de 70ºC durante a hidratação, apresentando condições para o desenvolvimento da DEF a longo prazo.

Outro estudo em concretos de fundação foi realizado por Hasparyk *et al.* (2014), que encontraram indícios de comprometimento da estrutura por um ataque combinado de reação álcali agregado (RAA) e formação de etringita tardia (DEF).

Um estudo realizado por Melo (2010) também analisou de forma aprofundada o desenvolvimento de etringita tardia em concretos com diferentes consumos de cimento e submetidos à elevada temperatura de cura devido à dificuldade de dissipação do calor de hidratação gerado pelo próprio cimento.

As várias reações expansivas passíveis de ocorrer no concreto são abordadas no artigo de Hasparyk e Kuperman (2019), que apresentaram vários exemplos de casos bem como análises mostrando a presença das manifestações patológicas, incluindo a DEF em concretos de barragens que apresentavam padrões fissuratórios anteriormente atribuídos a outros fatores.

Outro estudo recente e de relevância neste campo foi realizado por Schovanz (2019), em que foram comparados os desempenhos de concretos com cimentos do tipo pozolânico com cinza volante (CP IV) e de alta resistência inicial (CP V-ARI) frente ao ataque por DEF, esta induzida por cura térmica.

Apesar dos principais fatores que desencadeiam a etringita tardia e algumas práticas para evitar o seu surgimento, como a redução no consumo de cimento (para redução no calor de hidratação), resfriamento dos materiais e/ou do concreto, já serem conhecidos ainda há carência no entendimento dos fatores que influenciam e aceleram o processo da DEF. A forma como ela é influenciada por outros processos de degradação, como a RAA, por exemplo, ainda não é completamente compreendida. Não há também um consenso sobre a mínima temperatura capaz de causar a degradação da etringita primária. Os limites aceitáveis de determinadas características do cimento que podem exercer influência na DEF também não foram plenamente estabelecidos. Da mesma forma, há ainda uma demanda pelo domínio dos processos de mitigação das expansões causadas pela DEF.

Algumas adições minerais tem sido usadas com o propósito de evitar a formação de etringita tardia (SILVA *et al.*, 2010; NGUYEN *et al.* 2013), como será apresentado na seção 2.3. Além das adições convencionais, as nanoadições também tem sido estudadas para melhora na durabilidade de concretos e argamassas (NAZARI; RIAHI, 2011; BRAGANÇA *et al.*,2016; SIKORA *et al.*, 2016). A nanosílica tem destaque nesse campo, por ter mais estudos investigando seu uso e por já ser produzida comercialmente no Brasil para aplicação em matrizes cimentícias (SAID *et al.*, 2012; SCHMALZ *et al.*, 2017; MENDES; REPETTE, 2019)

1.2 OBJETIVOS

Nesta seção serão apresentados o objetivo geral e os específicos deste trabalho.

1.2.1 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho foi investigar o potencial de incidência de DEF (formação de etringita tardia) em pastas e argamassas de cimento Portland e avaliar a possibilidade de mitigação dos efeitos deletérios dessa manifestação patológica por meio do emprego de uma nanoadição.

1.2.2 Objetivos específicos

- Investigar a ocorrência da DEF em pastas e argamassas contendo cimento do tipo CP V, bem como em compósitos com nanomateriais, por meio da indução desta reação pelo desenvolvimento de cura térmica e pela utilização de ambiente de exposição específico ao longo do tempo;
- Avaliar o comportamento mecânico dos compósitos de cimento supracitados;
- Avaliar o efeito mitigador das expansões da DEF por meio do emprego de nanosílica.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Nesta seção serão abordados os temas que serviram de embasamento para este estudo, iniciando-se pelos processos desenvolvidos durante a hidratação do cimento para que haja um melhor entendimento da formação da etringita tardia, abordada da sequência, e em seguida as adições, para entender o seu potencial de mitigação de diferentes fenômenos patológicos.

2.1 HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND

Os compostos do cimento Portland são produtos que estão em estado de alta energia e que ao entrarem em contato com a água liberam calor para assumirem estados mais estáveis (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A composição básica do cimento Portland é C_3S (silicato tricálcico) na proporção de 45% a 60%, C_2S (silicato dicálcico) de 15% a 30%, C_3A (aluminato tricálcico) de 6% a 12% e C_4AF (ferroaluminato tetracálcico) de 6% a 8% (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O processo de hidratação do cimento é dividido por Hewlett (1988) em quatro fases principais: (i) o período de pré-indução (primeiros minutos), (ii) período de indução (primeiras horas), (iii) etapa de aceleração (3 a 12 horas depois da mistura) e (iv) período de pós aceleração.

Na primeira delas (i), há uma formação inicial de silicatos de cálcio hidratados, conhecidos como C-S-H, ao redor da partícula de cimento, a partir da dissolução de cerca de 2% a 10% do silicato tricálcico total, acompanhada de um aumento na concentração de íons Ca^{2+} e OH^- na solução. Além disso, o aluminato tricálcico reage com a água formando hidratos cristalinos como C_3AH_6, C_4AH_{19} e C_2AH_8 liberando cerca de três vezes mais calor de hidratação do que o C_3S e o C_4AF (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Isso é um indicativo da alta reatividade do C_3A, motivo pelo qual é adicionado gesso ao cimento, retardando seu rápido endurecimento (pega). Com a solubilização do C_3A são formados cristais pontiagudos de etringita (também conhecida como fase AFt) ao redor do grão, segundo Taylor (1997). Nesta fase, de acordo com Hewlett (1988), em torno de 5% a 25% do C_3A é hidratado, dependendo do tipo de cimento. Ainda de acordo com este autor, o C_4AF também contribui para a

formação de etringita em reações similares às do C_3A. O autor afirmou ainda que a velocidade da reação diminui devido à deposição destes produtos na superfície do grão de cimento.

Na segunda fase de hidratação (ii), denominada período de indução, há aumento dos íons na solução bem como do C-S-H, e ocorre uma redução na velocidade das reações e do calor de hidratação gerado.

A terceira etapa do processo (iii), envolve uma nova aceleração da reação com a hidratação dos compostos C_3S e C_2S, dando origem à diferentes tipos de silicato de cálcio hidratado, conhecidos como C-S-H, ao final da hidratação. As equações deste processo são descritas em 2.1 e 2.2 (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Segundo Hewlett (1988), na terceira fase (iii), ainda ocorre a formação do restante da etringita primária.

$$2C_3S + 6H \rightarrow C_3S_2H_3 + 3CH \quad (2.1)$$

$$2C_2S + 4H \rightarrow C_3S_2H_3 + CH \quad (2.2)$$

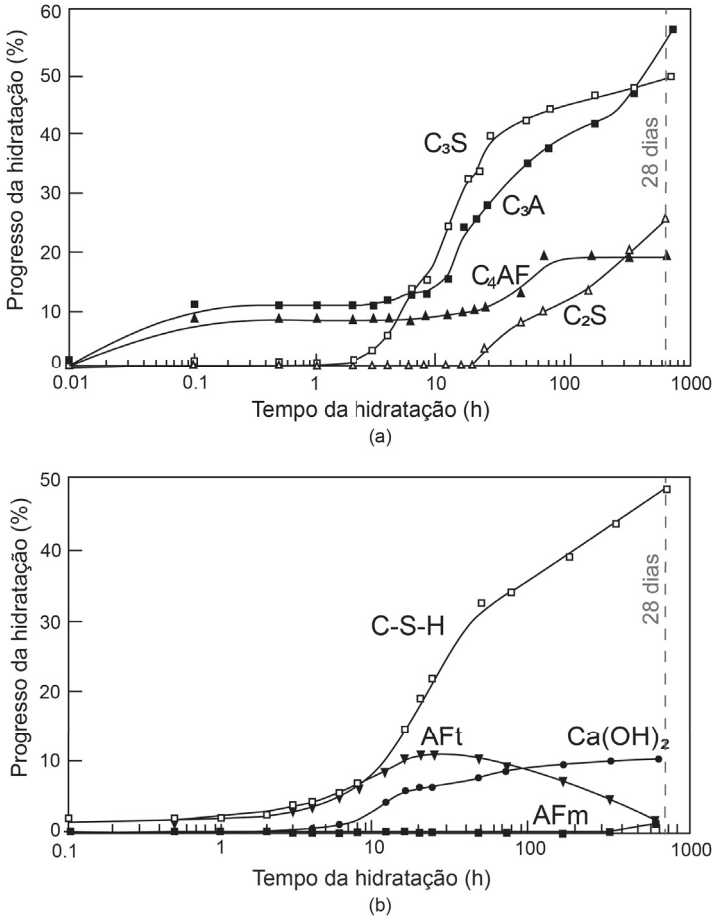
Na última etapa (iv), o período de pós aceleração, a taxa de reação diminui novamente devido à diminuição de compostos anidros. Os silicatos de cálcio hidratados continuam a ser formados (majoritariamente pelo C_2S) e a etringita reage com o C_3A formando monossufato (também referido como AFm), em forma de finas placas hexagonais, conforme a equação 2.3 (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

$$[AlO_4]^- + [SO_4]^{2-} + 4[Ca]^{2+} + aq. \rightarrow C_4A\bar{S}H_{18} \quad (2.3)$$

Na Figura 2.1 estão apresentados os gráficos que ilustram a cinética de reação da hidratação do cimento, o consumo das fases do clínquer e a formação de hidratos ao longo do tempo.

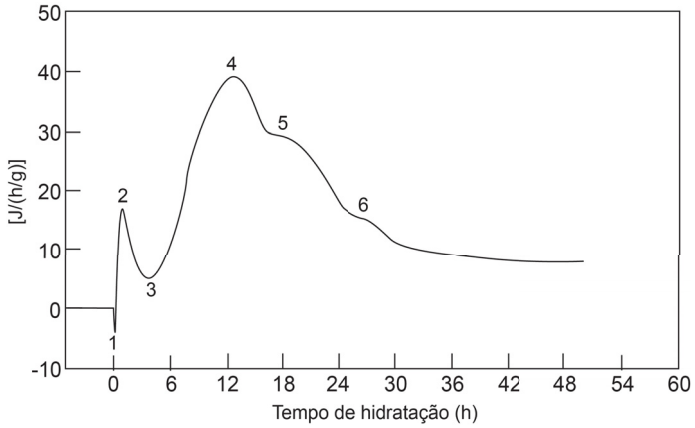
Em relação ao calor de hidratação, Hewlett (1988) caracterizou o processo como possuindo um pequeno período inicial endotérmico, seguido de um aumento de temperatura e um primeiro pico devido à hidratação do C_3S e C_3A no período de pré-indução. Em seguida, no período de indução, há uma redução da temperatura devido à desaceleração das reações e, na sequência, o pico máximo devido à produção do C-S-H. Esta curva foi apresentada na Figura 2.2. O calor gerado durante o processo é influenciado principalmente pela composição do cimento e pelo seu índice de finura.

Figura 2.1 - CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO DE UM CIMENTO PORTLAND COMUM (HIDRATAÇÃO DA PASTA E TEMPERATURA AMBIENTE), (A) CONSUMO DAS FASES DO CLÍNQUER, (B) FORMAÇÃO DE HIDRATOS



FONTE: Adaptado de Hewlett (1988)

Figura 2.2 - EVOLUÇÃO DO CALOR DE HIDRATAÇÃO DE UM CIMENTO PORTLAND COMUM. 1 - PRÉ INDUÇÃO; 2 - REAÇÕES INICIAIS; 3 - PERÍODO DE INDUÇÃO; 4 - REAÇÕES INTERMEDIÁRIAS (FORMAÇÃO DE C-S-H); 5 - FORMAÇÃO DE AFT; 6 - CONVERSÃO DE AFT-AFM



FONTE: Adaptado de Hewlett (1988)

A partir do entendimento dos processos desenvolvidos durante a hidratação do cimento é possível destacar as etapas que tem maior influência no desenvolvimento do calor durante a hidratação do cimento e consequentemente quais etapas devem ser foco da mitigação da formação de etringita tardia.

2.2 FORMAÇÃO DE ETRINGITA TARDIA (DEF)

A formação de etringita primária é intrínseca ao processo de hidratação do cimento Portland, conforme abordado em 2.1, e produz uma expansão homogênea e desejada, quando ocorre nas primeiras horas, com o material em estado fresco. Ela é resultado da reação do gesso com o aluminato de tricálcico (C_3A), regulando a pega da mistura cimentícia, conforme equação estequiométrica descrita em 2.4 (COLLEPARDI, 2003). Este efeito de regulação ocorre devido à formação de uma camada do produto formado ao redor do grão de cimento, desacelerando a reação de hidratação (TAYLOR, 1997).

$$C_3A + 3(CaSO_4 \cdot 2H_2O) + 26H_2O \rightarrow C_3A \cdot 3C\bar{S} \cdot H_{32} \qquad (2.4)$$

De acordo com Collepardi (2003), em um segundo momento, a etringita contribui para a pega, a resistência inicial e o módulo de elasticidade da matriz cimentícia, por meio da hidratação do sulfoaluminato de cálcio, conforme descrito na reação 2.5.

$$C_4A_3\bar{S} + 6Ca(OH_2) + 8(CaSO_4 \cdot 2H_2O) + 74H_2O \rightarrow 3(C_3A \cdot C\bar{S} \cdot H_{32}) \qquad (2.5)$$

Porém, quando a etringita se forma já na matriz enrijecida, denominada etringita secundária, causa expansões heterogêneas que podem gerar fissuras e desagregação da matriz. Esta formação posterior se caracteriza quando a matriz está sujeita a um ataque por íons sulfato, o qual pode ser proveniente de fontes externas (intitulado ESA, do inglês, ataque externo por sulfatos; oriundo do ar, da água ou do solo contaminado, em contato com a estrutura) ou internas (ISA, também do inglês, ataque interno por sulfatos; do próprio cimento, água ou agregados contaminados) (COLLEPARDI, 2003).

Segundo Mehta e Monteiro (2014) o hidróxido de cálcio e as fases contendo alumina são mais suscetíveis ao ataque pelos íons sulfato. Devido à presença de hidróxido de cálcio na pasta de cimento Portland hidratada, na interação com os íons sulfato, os hidratos contendo alumina são convertidos das formas baixo sulfato ($C_3AC\bar{S}H_{18}, C_3ACHH_{18}$) para a forma de alto sulfato (etringita, $C_3A3C\bar{S}H_{32}$), conforme mostrado a seguir Equações 2.6 e 2.7.

$$C_3ACHH_{18} + 2CH + 3\bar{S} + 11H \rightarrow C_3A3C\bar{S}H_{32} \quad (2.6)$$

$$C_3AC\bar{S}H_{18} + 2CH + 2\bar{S} + 12H \rightarrow C_3A3C\bar{S}H_{32} \quad (2.7)$$

Já o termo *Delayed Ettingite Formation* ou DEF, segundo Taylor (1997), é utilizado para designar a formação de etringita tardia decorrente de uma submissão da matriz à altas temperaturas, seja por cura térmica (como é o caso de dormentes ferroviários e outras peças de concreto pré-fabricado), por calor excessivo gerado durante a hidratação do cimento (no caso de estruturas massivas, com grandes seções) ou por fonte externa durante o uso da estrutura. Assim, a DEF ocorre quando a temperatura máxima atingida pela matriz cimentícia é superior a 65-70ºC, favorecendo a dissolução da etringita primária. De acordo com Taylor *et al.* (2001), os cristais de etringita, em presença de umidade, se reestruturam inicialmente em cavidades de até 10 mm e, em seguida, em microfissuras na pasta ou na zona de transição entre agregados e pasta, gerando pressões internas. Como essa reestruturação dos cristais ocorre na matriz já endurecida, formando-se nos vazios, onde não havia nenhum produto, ela é chamada de neoformação. Neste sentido, os cristais neoformados diferem da etringita primária pois, como se formam nos vazios de poros e interfaces pasta-agregado e são expansivos, tendem a ficar comprimidos e gerar tensões na matriz cimentícia.

Segundo Mehta e Hu (1978), a expansão ocorre porque os cristais neoformados adsorvem grande quantidade de água devido à sua elevada superfície específica, além de ser carregada negativamente. Esta expansão gera tensões não uniformes ao longo da matriz, podendo gerar fissuração e afetar as propriedades mecânicas da matriz.

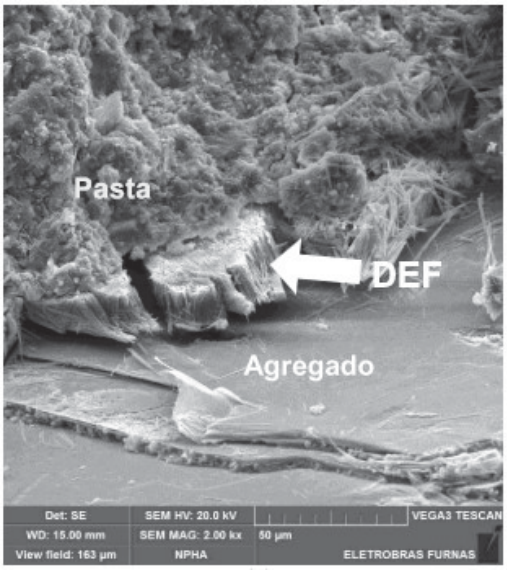
Entre os fatores condicionantes da DEF, fundamentais para a ocorrência do processo químico, se encontram a concentração dos íons sulfato e o teor de umidade,

atrelados à decomposição térmica da etringita primária (COLLEPARDI, 2003; ROTHSTEIN, 2018; THIEBAUT, 2019).

Algumas características do cimento são apontadas como fatores influentes para a ocorrência da DEF por favorecerem a sua expansão. Teores de SO_3 superiores a 2,6%, C_3A entre 7 e 11% e álcalis equivalentes superiores a 3 kg/m³ (LCPC, 2007) são exemplos destes fatores. Entretanto, esses teores máximos não são consenso na literatura e diversos autores indicam valores diferentes (KELHAM, 1996), sendo recomendada a adoção do menor teor, para ação a favor da segurança. Outros parâmetros, como a relação SO_3/Al_2O_3 e $(SO_3)^2/Al_2O_3$ também exercem influência na DEF, devendo ser idealmente inferiores à 0,5 e 2,0, respectivamente (HEINZ; LUDWIG, 1987 *apud* BRUNETAUD, 2005;TOSUN; BARADAN, 2010). Estes valores também não estão completamente estabelecidos, havendo divergência entre alguns autores. Outras características dos cimentos relatadas como influentes na DEF são elevados teor de álcalis e de MgO.

A expansão ocorre devido à neoformação dos cristais de etringita ocorrer em pequenas cavidades da matriz, como poros, microfissuras pré-existentes ou na interface entre a pasta e o agregado (TAYLOR, 1997) e estes cristais são altamente expansivos, devido à sua tendência adsorver água (MEHTA; HU, 1978; THIEBAUT, 2019). Na Figura 2.3 é apresentada a formação de etringita na interface.

Figura 2.3 - FORMAÇÃO DE ETRINGITA NA INTERFACE ENTRE AGREGADO E PASTA



FONTE: Schovanz (2019)

De acordo com Collepardi (2003) os três elementos fundamentais para a ocorrência da DEF são: umidade, microfissuração e liberação de sulfatos em decorrência das altas temperaturas. A microfissuração pode ser decorrente de diversas situações como a cura sob altas temperaturas, ciclos de aquecimento e resfriamento (naturais ou artificiais), ocorrência de reação álcali-agregado (RAA), processos umedecimento e secagem, desenvolvimento de carregamentos dinâmicos, retração plástica, ações de congelamento e descongelamento ou esforço localizado, e permite que haja espaço na matriz para a deposição dos cristais de etringita secundária (COLLEPARDI, 2003). A liberação tardia de sulfatos, no caso da DEF, provém da decomposição da etringita primária da matriz exposta a temperaturas superiores a 70ºC, segundo Collepardi (2003), embora ainda não haja consenso na literatura acerca desse valor, o que faz com os que íons de sulfato sejam adsorvidos pelo C-S-H, sendo depois lentamente liberados. A umidade é necessária para que ocorra a migração dos íons SO_4^{2-} , $Al(OH)^-$ e Ca^{2+} da pasta de cimento para as microfissuras, onde a etringita se depositará gerando fissuras (COLLEPARDI, 2003). Na Figura 2.4 são sumarizados os aspectos envolvidos com o ataque interno por sulfatos de forma geral.

Figura 2.4 - FATORES CONDICIONANTES DO ATAQUE INTERNO DE SULFATOS (ISA)



FONTE: Adaptado de Collepardi (2003)

A formação de etringita tardia pode ser identificada no concreto pela incidência de fissuração em mapa (assim como outras reações expansivas, como a

RAA) a nível macro, como observado na Figura 2.5. Entretanto, a diferença em relação à RAA é a ausência do gel característico que se deposita ao redor dos agregados. A olho nu, em concretos acometidos por DEF, é possível observar pontos brancos disseminados na matriz, principalmente em poros, fissuras e interface pasta-agregado, relacionados à tal formação.

Figura 2.5 – FISSURAS NA PARTE AÉREA DA BASE DO PILAR DA PONTE DE BOURGOGNE



FONTE: Adaptado de Godart e Divet (2013)

Além disso, análises laboratoriais devem ser realizadas para o correto diagnóstico da DEF. Dentre as análises realizadas estão a microscopia eletrônica de varredura, a difração de raios X e as análises químicas (GODART; DIVET, 2013). Na análise do MEV devem ser observadas a regiões de possível deposição das neoformações em busca de cristais de etringita. Em alguns casos, a etringita pode ser encontrada na forma comprimida, por ser expansiva e se desenvolver em espaços confinados. Associado ao MEV, deve ser realizada a análise por EDS (espectroscopia por energia dispersiva de Raios X) para a identificação dos elementos químicos presentes no ponto analisado. Quando há a presença de DEF, picos de cálcio, enxofre e alumínio podem ser verificados no espectro da EDS. Na Figura 2.6 podem ser observadas imagens, contidas em Schovanz *et al.* (2019), que indicam um concreto sob ataque da DEF já aos 3 meses de idade, com neoformações observadas por inspeção visual na pasta (a) e aglomerações de etringita no poro, por MEV (b).

Figura 2.6 - NEOFORMAÇÕES DE ETRINGITA EM CONCRETO COM CP V-ARI



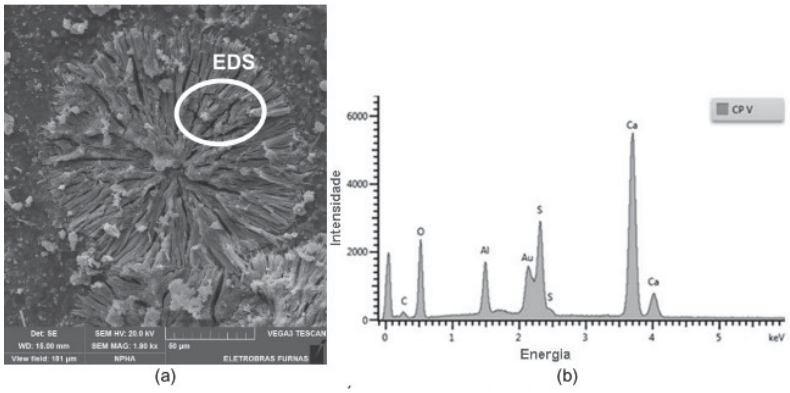
FONTE: Schovanz *et al*. (2019)

No estudo de Schovanz (2019), a formação de etringita tardia foi avaliada em concretos submetidos à cura térmica em laboratório. A pesquisadora avaliou concretos produzidos com cimento CP V e CP IV, com consumo de 471 kg/m³ e relação água cimento de 0,46. O processo de cura foi realizado através das etapas:

(i) permanência em temperatura ambiente por 6 horas;
(ii) imersão em água com temperatura inicial de 25ºC;
(iii) elevação da temperatura do tanque até 85ºC em 6 horas (taxa de elevação de 10ºC/h);
(iv) resfriamento do tanque até 38ºC com taxa de 10ºC/h;
(v) permanência dos corpos de prova em imersão a 38ºC durante todo o estudo.

Foram verificadas elevadas expansões, da ordem de 1%, no período de até 252 dias para concretos fabricados com cimento CP V, que se traduziram em fissuras nos corpos de prova (SCHOVANZ; 2019). Além disso, estes mesmos concretos apresentaram redução da ordem de 80% no módulo de elasticidade ao final do período avaliado (SCHOVANZ; 2019). A pesquisadora relatou ainda uma redução de até 64% na resistência à compressão entre 252 e 7 dias. A presença de neoformações de etringita comprimida foi verificada ao longo do tempo, em várias idades, por análises de MEV/EDS, conforme exemplificado na Figura 2.7, para 84 dias (SCHOVANZ; 2019).

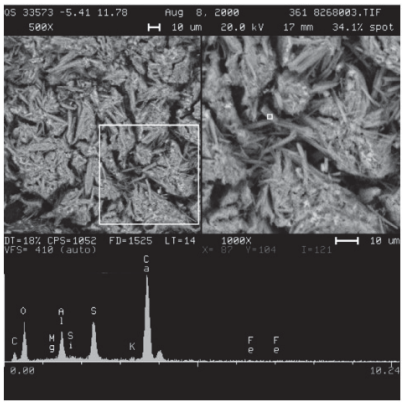
Figura 2.7 - DEF IDENTIFICADA POR MEV E ESPECTRO DE EDS



FONTE: Schovanz (2019)

A formação de etringita tardia também foi investigada por Sahu e Thaulow (2004) em dormentes rodoviários de concreto, na Suécia. Estes autores visualizaram fissuras nestes elementos ao longo da pasta e na região da interface da pasta-agregado, causadas pela DEF. Além disso, nestas fissuras foram observadas deposições brancas, que após análise de MEV e EDS, foram identificadas como DEF, conforme Figura 2.8 (SAHU; THAULOW, 2004). Essas fissuras estavam, segundo os autores, espalhadas por toda a matriz e não apenas na superfície dos dormentes. Neste estudo, foi relatado que a cura dos elementos de concreto foi realizada em temperatura inferior a 60ºC, por 5 h. Os principais fatores desencadeadores da DEF que podem ser listados, neste caso, foram a elevada finura do cimento, de 550 m²/kg, o alto teor de C_3S (59%), C_3A (8%), SO_3 (3,7%), além de elevada relação SO_3/Al_2O_3 (0,84) (SAHU; THAULOW, 2004).

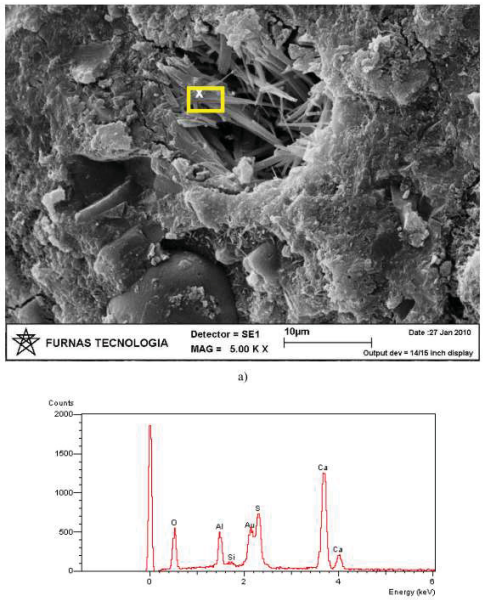
Figura 2.8 - MEV E EDS DA DEPOSIÇÃO BRANCA ENCONTRADA NOS VAZIOS DO CONCRETO



FONTE: Sahu e Thaulow (2004)

Melo (2010) avaliou a formação de etringita tardia decorrente do efeito do calor de hidratação de concretos produzidos com o cimento CP IV, com teor de SO_3 de 2,93% e relação SO_3/Al_2O_3 de 0,25. Os concretos analisados por Melo (2010) possuíam dois consumos de cimento, de 350 kg/m³ e 450 kg/m³, e o calor interno gerado foi avaliado pelo ensaio de elevação adiabática da temperatura do concreto. Para tal, foi moldado um grande corpo de prova cilíndrico, de 550 mm de diâmetro e 900 mm de altura, do qual foram extraídos 36 testemunhos de concreto cilíndricos de (100 x 200) mm (MELO, 2010). Para o concreto de consumo 350 kg/cm³ foram também moldados CPs cilíndricos individuais (100 x 200) mm e CPs prismáticos de (75 x 75 x 285) mm. Todos os corpos de prova do estudo foram avaliados até a idade de 270 dias, após a geração excessiva de calor interno (MELO, 2010). De acordo com a autora, os concretos atingiram temperaturas de 60ºC e 80ºC, respectivamente, para os consumos de 350 kg/m³ e 450 kg/m³, durante o ensaio de elevação adiabática, sendo verificada por MEV/EDS a presença de etringita em poros, conforme Figura 2.9. Entretanto, este ataque não alterou significativamente o comportamento mecânico (resistência e módulo de elasticidade) destes concretos até a idade avaliada de 270 dias. Além disso, a relação SO_3/Al_2O_3 do cimento utilizado foi inferior à 0,46%, indicando que este fator isolado não foi suficiente para evitar a formação da etringita (MELO, 2010).

Figura 2.9 - MEV E EDS DO CONCRETO COM ATAQUE DE DEF AOS 190 DIAS



FONTE: Melo (2010)

Segundo Collepardi (2003), a prevenção da DEF pode ser feita pela eliminação de um dos três fatores mencionados na Figura 2.4. A microfissuração pode ser reduzida por meio da adoção de boas práticas de projeto e execução, incluindo a redução de temperatura de cura de elementos pré-moldados. Outra medida é limitar o acesso da água à estrutura, entretanto, na prática, produtos que formam uma camada impermeável na superfície do concreto ou atuam como hidrofugantes ainda são caros para utilização em larga escala. Collepardi (2003) destaca ainda que a profilaxia em relação ao terceiro fator, a liberação tardia de sulfatos internos, poderia ser feita com a restrição do teor de sulfatos do cimento, o uso de agregados não contaminados e o controle de temperatura máxima atingida pelo concreto para evitar a decomposição térmica da etringita primária. O autor defendeu ainda que os produtores de cimento deveriam investigar os fatores que tornam determinados aglomerantes mais suscetíveis à ocorrência da DEF do que outros.

Hasparyk e Kuperman (2019) indicam como prevenção da DEF limitar a temperatura atingida pelo concreto, que deve ser inferior a 65ºC em elementos estruturais que tenham dificuldade em perder calor para o meio externo devido às suas dimensões. Os autores afirmaram que esta profilaxia pode ser feita por meio do resfriamento do concreto, a partir da adoção de serpentinas, pelo resfriamento de seus

materiais constituintes ou ainda pelo uso de gelo em substituição à água de amassamento.

Além do controle durante a produção, alguns estudos (NGUYEN *et al*., 2013; SCHMALZ, 2018) sugerem o uso de algumas adições, buscando mitigar a formação de etringita tardia, porém não existe normalização para tais testes em laboratório a nível nacional e internacional (SCHOVANZ, 2019).

2.3 ADIÇÕES MINERAIS

As adições minerais comumente empregadas podem ser segmentadas em pozolânicas, cimentantes ou fíler.

São consideradas pozolânicas as adições de material silicoso ou sílico-aluminoso que, quando finamente divididos e na presença de umidade, tem a capacidade de reagir com o hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$) para formar compostos com propriedades cimentantes (C-S-H). Esta reação faz com que a quantidade final de portlandita na matriz seja menor do que a inicial (HEWLETT, 1988), reduzindo, consequentemente, o pH da solução de poros. Este tipo de adição é composto majoritariamente por SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3 (ABNT, 2014b), sendo exemplos a cinza volante, a sílica ativa, a cinza de casca de arroz e o metacaulim.

Já as adições consideradas cimentantes não precisam de interação com o $Ca(OH)_2$ para formar compostos aglomerantes, porém a presença dessas adições acelera a hidratação da matriz como um todo, sendo a escória de alto forno moída um exemplo típico.

As adições consideradas fíler atuam fisicamente na matriz cimentícia, por meio do empacotamento granulométrico e da criação de pontos de nucleação para a hidratação do cimento. São exemplos o fíler calcário, o pó de quartzo e o pó de pedra (DAL MOLIN, 2011).

Do ponto de vista econômico e ambiental, as adições minerais podem reduzir o custo geral do concreto se forem utilizados subprodutos de atividades industriais e considerando a sua utilização em substituição parcial ao cimento (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Além disso, são observadas diversas alterações no estado fresco e endurecido dos compósitos de cimento Portland. No estado fresco, podem melhorar a plasticidade e coesão da mistura, devido ao aumento do volume de sólidos em

relação ao volume de água, contribuindo para a trabalhabilidade. São capazes também de reduzir a exsudação e segregação do concreto ou argamassa, devido ao aumento no volume de finos e na compacidade da pasta, além de diminuir a interconectividade dos poros. O consumo de água também pode ser alterado pelas adições minerais: as pozolanas comuns (cinza volante com teor de CaO inferior a 10%, argilas calcinadas e cinzas vulcânicas) tem efeito dispersor, devido ao formato esférico de suas partículas e à atuação de forças eletrostáticas (DAL MOLIN, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

As superpozolanas (sílica ativa, metacaulim, cinza de casca de arroz), por outro lado, podem contribuir para um aumento no consumo de água por serem compostas de partículas extremamente finas, menores do que 10 μm (DAL MOLIN, 2011). Esse tipo de pozolana é caracterizada por ser composta essencialmente de sílica pura em forma não cristalina e alta superfície específica (maior de 40 m^2/g) (MEHTA; MONTEIRO, 2014). No estado endurecido, as principais alterações se dão quanto à resistência mecânica dos compostos formados, o refinamento dos poros e dos cristais da pasta além do aumento da resistência da matriz na zona de transição pasta-agregado. Além disso, o refinamento dos poros proporciona um ganho de durabilidade, visto que a matriz se torna menos permeável a água e a agentes agressivos. O incremento de durabilidade também pode se dar no aumento à resistência à sulfatos, devido à redução na quantidade de hidróxido de cálcio disponível na matriz para a reação com estes íons, ou ainda na mitigação da reação álcali-agregado, pela redução da disponibilidade de álcalis na matriz, devido ao seu consumo por reações pozolânicas (HOPPE FILHO, 2008; DAL MOLIN, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Algumas adições minerais podem reduzir a temperatura máxima atingida em uma estrutura maciça de concreto de forma diretamente proporcional à quantidade de cimento substituído pela adição, reduzindo assim riscos de DEF. Esta vantagem se deve ao fato das adições minerais, na sua maioria, reagirem mais lentamente e liberarem cerca de metade do calor de hidratação do cimento Portland (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Desta forma é importante entender as características e aplicações das adições utilizadas no cimento, para que seja possível otimizar dosagens com foco na durabilidade das estruturas de concreto armado.

Algumas das principais adições minerais comumente empregadas em compósitos de cimento serão discutidas nos itens subsequentes.

2.3.1 Escória de alto forno

A escória de alto forno é um subproduto da fabricação do ferro fundido, que resulta em um material amorfo e potencialmente reativo, cujo tamanho médio das partículas é de 45 μm e sua superfície específica está entre 400 m^2/kg e 600 m^2/kg (HEWLETT, 1988; DAL MOLIN, 2011; MEHTA; MONTEIRO, 2014). Concretos produzidos a partir de cimentos com escória de alto forno tem uma redução da quantidade de água necessária para obter o mesmo abatimento, da ordem de 2% a 5% menor do que a do concreto com cimento Portland, devido à uma menor absorção de água pelas partículas de escória (SHETTY, 2000; WALKER; PAVÍA, 2011; CABRERA-MADRID *et al.*, 2016). Além disso, ao utilizar escória de alto forno com o cimento, há um refinamento dos poros, afetando a rede capilar do concreto. Durante a hidratação, a dissolução da escória é mais lenta, resultando em menor calor de hidratação, e os álcalis (Na_2O e K_2O) agem como catalisadores da reação e ficam retidos na rede cristalina, fazendo com que haja menos álcalis livres para reações expansivas (CABRERA-MADRID *et al.*, 2016).

Uma revisão do estado da arte de concretos com substituição de cimento por escória de alto forno foi realizada por Cabrera-Madrid *et al*. (2016). Neste levantamento os autores analisaram diversos trabalhos nos quais houve a substituição de cimento por escória variando de 0 a 80%. Nestes estudos, Cabrera-Madrid *et al*. (2016) identificaram que, para os teores de substituição de 20% a 60%, houve um incremento na resistência à compressão dos concretos, havendo queda para os traços com mais de 60% de substituição. Os autores ressaltaram, no entanto, que tal efeito verificado para teores de substituição maiores de 50%, houve a necessidade de utilização de aditivos para dispersão da escória e retomada da trabalhabilidade, garantindo a resistência mecânica.

A efetividade da aplicação de escória de alto forno na mitigação da DEF foi investigada em laboratório por Deboucha *et al*. (2018). Os pesquisadores realizaram o estudo em argamassas com adição de 10% a 40% de escória (como substituição do cimento), submetidas à cura térmica (temperatura de pico de 80ºC, por 20 horas) e verificaram que a adição nos teores de até 20% não foi completamente capaz de evitar a expansão causada pela DEF, apenas deixou a reação um pouco mais lenta. Já, nos teores de acima de 20%, a escória reduziu a expansão a longo prazo, devido

à diminuição da concentração dos íons sulfato na solução do poro. Os estudos foram levados até a idade de 750 dias.

Silva *et al.* (2010) estudaram o a influência de diversas adições minerais para a inibição da formação de etringita tardia em materiais de base cimentícia. Neste estudo os pesquisadores submeteram cilindros de concreto à cura térmica em câmara climática. Esta câmara visou simular a temperatura atingida no centro de uma estrutura de concreto de 14 m de comprimento, 3,5 m de largura e 1,5 m de altura, configurando concreto massa (SILVA *et. al*., 2010). Nestas condições o concreto atingiu a temperatura máxima de 80ºC após 15 horas da mistura e foram mantido a aproximadamente 70ºC durante 3 dias, de acordo com o pesquisadores. Após esse período os corpos de prova passaram por dois ciclos de molhagem e secagem, que consistiram em 7 dias a em uma câmara a 38ºC e umidade relativa inferior a 30%, seguido de um ciclo de imersão por 7 dias a 20ºC (SILVA *et. al*., 2010). Buscando investigar seu o potencial de mitigação, os autores analisaram os efeitos da escória de alto forno em teores de 10%, 20% e 40% (substituição em relação a massa de cimento) em comparação com o traço de referência (sem adição) quanto à variação de massa, expansão e mudanças microestruturais (via MEV/EDS). Neste sentido, segundo Silva *et. al* (2010), houve redução da expansão de cerca de 25% para o teor de 20% de adição e total para o teor de 40%, por volta dos 635 dias. Os autores relataram que a eficiência na supressão do mecanismo de expansão da DEF no teor de 40% da adição se deu devido ao consumo de portlandita ($Ca(OH)_2$) causado pela reação pozolânica da adição, que resultou em um conteúdo total aproximadamente 2,5% menor, em relação à referência, para a idade de 1 ano. Este fator é importante, pois nas reações sulfáticas internas a portlandita reage com os íons sulfato (SILVA *et al.*, 2010).

2.3.2 Cinza volante

A cinza volante é um subproduto de processos de queima de carvão como o de usinas termoelétricas e dependendo do tipo de carvão utilizado na queima as suas partículas são esferas vítreas com diâmetro entre 1 μm e 100 μm (MEHTA; MONTEIRO, 2014). A superfície específica das partículas pode variar entre 300 m^2/kg a 700 m^2/kg e a massa específica entre 1.900 kg/m^3 a 2.400 kg/m^3 (DAL MOLIN, 2011).

Os principais efeitos desta adição à matriz cimentícia, segundo Hoppe Filho (2008) são: retardo no tempo de pega, redução do calor de hidratação do cimento contendo a adição, melhoria na trabalhabilidade do concreto bem como refinamento dos poros.

No estudo desenvolvido por Nguyen *et al.* (2013), foi investigado o efeito da cinza volante como agente mitigador da formação de etringita tardia em argamassas submetidas à cura térmica (pico de 80ºC). Estes autores relataram que, com 20% a 30% de cinza em substituição ao cimento houve mitigação da expansão por DEF causada pela redução da relação SO_3/Al_2O_3. Além disso, a redução da expansão foi atribuída também ao consumo de portlandita pelas reações pozolânicas, resultando em diminuição do pH e, portanto, da concentração dos íons SO_4^{2-} na solução dos poros.

O estudo desenvolvido por Silva *et. al* (2010), apresentado em 2.3.1, também investigou a aplicação de cinza volante para mitigação da DEF, nos teores de 10%, 15%, 20% e 30% de substituição ao cimento. Os autores concluíram que para teores a partir de 15% esta adição mineral foi capaz de mitigar significativamente a expansão causada pela formação de etringita tardia, em 1000 dias de análise. O consumo de hidróxido de cálcio, apontado por esses autores como fator chave na supressão da DEF, para esta adição resultou em um teor final de aproximadamente metade do encontrado nos teores de referência. Segundo estes autores ainda, em análise MEV/EDS, houve menor ocorrência de etringita nas regiões de interface pasta-agregado.

2.3.3 Sílica ativa

A sílica ativa é um subproduto da indústria de silício metálico e ferro-sílicio que forma partículas esféricas de sílica, amorfas e altamente pozolânicas, com tamanho médio de 0,1 μm, superfície específica entre 15.000 e 25.000 m^2/kg e massa específica em torno de 2.200 kg/m^3 (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A sílica ativa empregada no teor de 10% em substituição ao cimento, na pesquisa de Raisdorfer (2015), apresentou melhor desempenho em relação à absorção do concreto, ao ser comparada a outras adições minerais. No estudo em argamassas, apresentado por Williams *et al.* (2017), o uso de sílica ativa, em teores de 5% e 10% foi testado frente ao ataque interno por sulfatos. Os pesquisadores

concluíram que a adição refinou a microestrutura das argamassas, melhorando o seu desempenho frente ao ataque. Isto foi medido pelo desempenho mecânico destas argamassas ao longo de 90 dias de exposição, em solução de sulfato de sódio, que chegou a ser 125% maior nas argamassas com 10% de sílica ativa em comparação com as argamassas sem a sílica, e que também estiveram sujeitas ao ataque.

O estudo de Silva *et al.* (2010), já mencionado em 2.3.1 e 2.3.2 também analisou a sílica ativa, como possível inibidor da DEF. Os pesquisadores analisaram teores de 5% e 10% de sílica ativa em substituição ao cimento e concluíram que ambos promoveram melhora efetiva na redução da expansão causada pela formação de etringita tardia, sendo 10% o teor que obteve melhores resultados, em torno dos 635 dias. Nesse teor a expansão foi próxima a 0% enquanto no traço de referência chegou a aproximadamente 0,50% (SILVA *et. al*, 2010).

2.3.4 Cinza de casca de arroz

Esta adição mineral é um subproduto do beneficiamento do arroz, que produz 200 kg de casca para cada tonelada de arroz, gerando aproximadamente 40 kg de cinza. Sob combustão não controlada, a casca de arroz gera uma adição menos reativa e que precisa ser finamente moída para apresentar atividade pozolânica, porém, ao passar pelo processo de combustão controlada a cinza apresenta alta pozolanicidade (MEHTA; MONTEIRO, 2014). A superfície específica das partículas da cinza de casca de arroz (CCA) varia entre 50.000 m^2/kg a 100.000 m^2/kg, a massa específica entre 2.200 kg/m^3 e 2.600 kg/m^3 e sua composição é majoritariamente sílica (DAL MOLIN, 2011). Nos Estados Unidos, esta adição é patenteada sob o nome de Agrosílica e utilizada em teores de 10% em relação à massa de cimento para melhorar a trabalhabilidade e a permeabilidade do concreto (SHETTY, 2000).

No trabalho desenvolvido por Hoppe (2005), foram analisados concretos com teores de substituição de 10 a 30% de CCA, sendo observada melhoria na resistência à compressão do material, e em especial no teor de 20%. O autor identificou ainda melhora na resistividade elétrica, causada pelo refinamento dos poros, além de condutividade elétrica da solução dos poros; nesses aspectos, o melhor resultado foi obtido com 30% de substituição. Com base nestes resultados o autor infere que a adição da cinza de casca de arroz contribuiu para o aumento da durabilidade dos concretos.

No âmbito da durabilidade e reações expansivas, Hasparyk (1999) investigou o uso de cinza de casca de arroz altamente pozolânica na mitigação da reação álcali-agregado. Neste estudo, a pesquisadora indicou que o teor ótimo de adição foi de 15%, mas teores menores, de 12%, também foram capazes de reduzir a expansão a níveis inferiores aos exigidos por norma na presença do agregado reativo de basalto, contendo vidro e clorofeíta, responsáveis pela reação do tipo álcali-sílica. Esse resultado positivo foi indicado como proveniente do refinamento de poros e de grãos, devido à reação da adição com o CH e formação de C-S-H, reduzindo a permeabilidade da matriz. Além disso, a pesquisadora apontou que a alta reatividade da adição fez com que ela reagisse rapidamente com os álcalis e consequentemente não estivessem disponíveis para reagir com os agregados. Outro fator apontado como relevante na mitigação foi a formação, a partir das pozolanas, de um gel sílico-alcalino de baixa capacidade de absorção de água (HASPARYK, 1999).

Em relação à aplicação de cinza de casca de arroz para mitigação da DEF, não foram encontrados resultados nas buscas realizadas nas principais bases de dados de artigos científicos, indicando carência na exploração desta adição para este fim.

2.3.5 Metacaulim

O metacaulim é um material de alta reatividade obtido a partir da calcinação de argilas cauliníticas (caulim), que são empregadas nas indústrias de porcelana, papel, cerâmica, tintas, plásticos, entre outras. O prefixo “meta” denota a transformação do caulim, que ocorre pelas altas temperaturas a que é submetido (MEDINA, 2011).

Esse material é utilizado para aumentar a resistência e a durabilidade de concretos (DAL MOLIN, 2011). O uso desta adição para mitigar o ataque externo por sulfatos em concretos de estruturas de estações de tratamento de esgoto foi estudado por Quintão (2018) em corpos de prova instalados em campo. Segundo o pesquisador, a adição (testada nos teores de 4 e 8%) acelerou as reações de hidratação da pasta, por possuir alta reatividade com o $Ca(OH)_2$, e refletiu em melhora de cerca de 10% na resistência mecânica cerca dos concretos com adição. A resistividade elétrica também apresentou valores maiores nos concretos com metacaulim, chegando a cerca de 87% superior para 8% de adição, aos 296 dias, em

concretos expostos a biogás, segundo o autor. Entretanto, nos ensaios de resistência à abrasão não houve mudanças significativas, indicando que o metacaulim não seria capaz de mitigar o desplacamento causado pela desintegração da matriz no caso de ataque externo por sulfatos. Neste estudo a desagregação de placas na superfície do concreto era relevante, pois foi estudada a durabilidade de estruturas de estações de tratamento de esgoto, onde esse processo é comum devido ao ataque externo por sulfatos.

2.3.6 Nanomateriais

As nanoadições, materiais com tamanho menor que 100 nm, tem o seu uso consolidado nas indústrias de biomedicina e eletrônica. Na indústria da construção civil, o seu uso vem sendo adotado mais recentemente, visando melhorar a performance de concretos e argamassas (DUPUIS, 2005; ELAHI *et al.*, 2018; Paul *et al.*, 2018; SINGH, 2020). A principal característica das nanoadições é possuir grande superfície específica e, portanto, possuir muitos sítios ativos na superfície da sua partícula, tornando-se altamente reativa (AGGARWAL *et al*. 2015; PAUL *et al*., 2018). Em geral, nanoadições fazem com que seja necessário aumentar a proporção de água na mistura, a fim de manter a trabalhabilidade, devido à grande área superficial (AGGARWAL *et al*. 2015). Portanto, a adição de nanomateriais às matrizes cimentícias tem a capacidade de alterar significativamente as características no estado fresco e endurecido (PAUL *et al.*, 2018). No Quadro 2.1 são identificadas as características físico-químicas que são influenciadas pela adição de diferentes nanomateriais.

Quadro 2.1 - DIFERENTES TIPOS DE NANOPARTÍCULAS E SUAS INTERAÇÕES COM A MATRIZ CIMENTÍCIA

Característica	Nanomaterial			
	SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3
Redução do abatimento	X	X	X	X
Redução do tempo de pega	X	X	-	-
Aumento do calor de hidratação	X	X	X	*
Alterações mecânicas	X	X	X	X
Alterações microestruturais	X	-	-	-
Absorção de água	-	X	X	X
Ingresso de cloretos	X	*	*	*

* Não foram apresentados resultados na revisão proposta por Paul *et.al* (2018) avaliando os referidos nanomateriais neste sentido.

FONTE: Adaptado de Paul *et al.* (2018)

A nanoadição mineral mais conhecida e já produzida comercialmente no Brasil para a utilização em matrizes cimentícias é a nanosílica, ou nano-SiO_2. Quando adicionada ao concreto ou argamassa, tal adição tem a capacidade de aumentar a resistência mecânica de forma mais expressiva do que a sílica ativa, dependendo das condições e do teor empregados. Isso porque apresenta maior reatividade, devido ao seu tamanho reduzido, além do efeito de empacotamento que causa da matriz. Além disso, o composto melhora a resistência da zona de transição e densifica a matriz cimentícia, devido ao fato das partículas preencherem os vazios, ligando-se ou adsorvendo-se às cadeias de C-S-H (AGGARWAL *et al*., 2015). Esta alteração na microestrutura também faz com que o compósito cimentício, seja concreto ou argamassa, fique mais resistente à lixiviação, conforme relatado por Grzeszczyk *et al*. (2019), que verificou uma maior dificuldade na migração de água que poderia carrear grãos de cimento e outros grãos finos da matriz para fora do concreto.

Em relação ao estado fresco, Mendes e Repette (2019) relataram um aumento na tensão de escoamento e na viscosidade de pastas com cimento CP V e nanosílica, causado pela redução da separação entre as partículas da matriz. Estes pesquisadores concluíram ainda que o teor ótimo de nanoadição variou conforme a variação da relação água/sólidos, isto porque quanto maior a quantidade de nanoadição, mais água foi necessária causando, por conseguinte, um decréscimo na

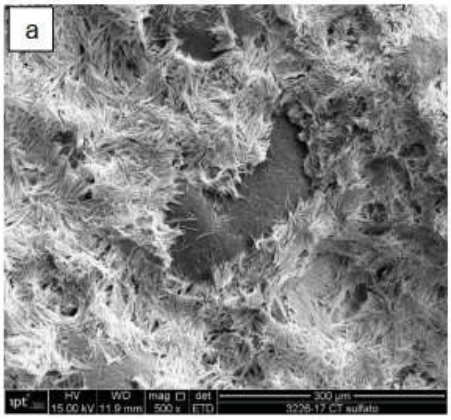
resistência, caso um adequado aditivo não seja empregado. Por exemplo, os autores relatam que para teores de 2% de nanoadição a relação água/sólidos foi de 0,23 e a resistência à compressão obtida foi de 130 MPa; entretanto para o teor 8% de nanoadição a relação água/sólidos teve que ser aumentada para 0,34, reduzindo a resistência a 80 MPa. Além disso, a estrutura dos poros na matriz foi modificada, havendo um maior refinamento dos mesmos, resultado da atividade pozolânica e do empacotamento de partículas proporcionados pela adição (MENDES; REPETTE, 2019).

A nanosílica como adição ao concreto foi estudada por Said *et al.* (2012), que aplicaram a adição na forma coloidal, com teor de sólido de 50%, em teores de 3% e 6%, além da adição de cinza volante. Os autores analisaram a evolução de temperatura durante a cura e a resistência à compressão nas idades de 3, 7, 28, 90 e 365 dias. Aos 28 dias foi verificada a penetração de cloretos nos corpos de prova, através do teste de permeabilidade rápida cloreto (RCPT), e a porosidade, através do ensaio de porosimetria de intrusão de mercúrio (MIP). O consumo da portlandita devido às reações pozolânicas foi determinado por meio de termogravimetria. De acordo com os pesquisadores, de modo geral, a temperatura adiabática dos concretos contendo nanosílica foi maior em comparação com os que não continham a nanoadição. Esse aumento foi atribuído à grande superfície específica da adição, que atuaram como sítios de nucleação das reações de hidratação. Em relação à resistência à compressão, aos 28 dias, houve um aumento de até 36% (com 6% de nanosílica), devido aos efeitos pozolânico e fíler da nanoadição. Os autores também relataram que houve redução na profundidade de penetração de cloretos e refinamento dos poros para os concretos com nanosílica. Em relação à quantidade de portlandita na matriz os resultados foram em torno de 2,7% para o dois teores de nanoadição (SAID *et al.*, 2012).

Schmalz (2018) estudou a adição de 1%, 5% e 10% nanosílica coloidal (em substituição ao cimento) para mitigar o efeito do ataque de sulfatos em argamassas. A autora investigou o ataque externo por sulfatos e também a DEF, induzida a partir da cura a 85ºC dos corpos de prova. Em relação ao ataque externo isolado, segundo a autora, não foi possível observar mitigação uma vez que a expansão, em ambos os traços (com e sem adição), não ocorreu até 91 dias. Porém, para os corpos de prova submetidos à cura térmica e, em seguida, ao ataque externo por sulfatos, a pesquisadora inferiu ter ocorrido mitigação, uma vez que, para os corpos de prova

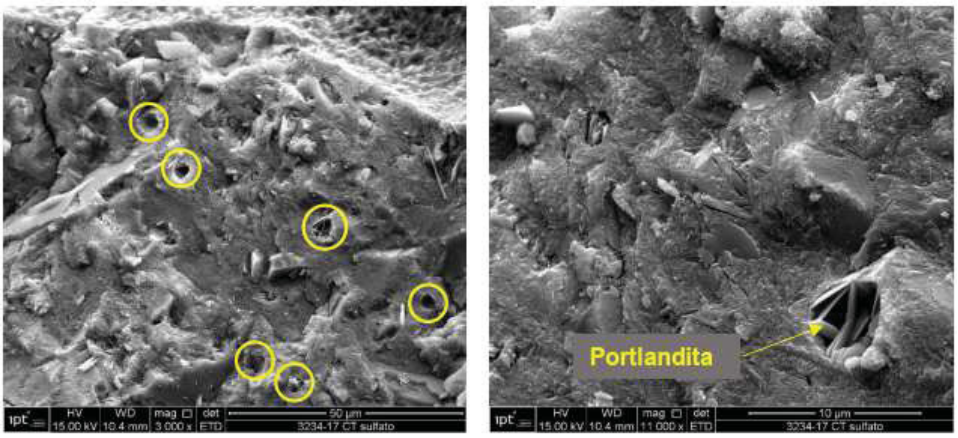
com adição, não houve nenhuma expansão; já para os CPs de referência (sem a nanoadição) houve expansão da ordem de 0,020% (aos 42 dias estudados), até a sua fissuração completa. Na Figura 2.10 é apresentada uma micrografia da argamassa sem adição, submetida aos dois ataques (cura térmica seguida por ataque externo de sulfatos), em que é possível verificar a formação de etringita em diversos pontos ao redor de agregados. Já a matriz sem anormalidades, da argamassa contendo 10% da nanoadição, está apresentada na Figura 2.11.

Figura 2.10 – AGREGADO ENVOLTO POR ETRINGITA EM MEV DE ARGAMASSA SEM NANOADIÇÃO SUBMETIDA À SUBMETIDA À CURA TÉRMICA E ESA



FONTE: Schmalz (2018)

Figura 2.11 - MICROGRAFIAS DAS ARGAMASSAS COM NANOADIÇÃO SUBMETIDAS À CURA TÉRMICA E ESA SEM ANORMALIDADES



FONTE: Schmalz (2018)

Outra nanoadição com algumas aplicações em matrizes cimentícias é a nanomagnetita, ou nano-Fe_3O_4. De acordo com Horszczaruk (2019), esta adição, em pastas e argamassas, em teores de até 5% de adição ao cimento, foi capaz de aumentar a resistência à compressão de compósitos cimentícios, sem prejuízo para a trabalhabilidade. Segundo Horszczaruk (2019), isso se deu devido à partícula ser não porosa e hidrofóbica. Outra característica ressaltada foi a melhora na capacidade de absorção de ondas eletromagnéticas das pastas e argamassas produzidas com nano-Fe_3O_4, podendo ser úteis em ambientes médicos e hospitalares (HORSZCZARUK, 2019). Um problema para a utilização desta nanoadição, relatado pela autora, foi a sua dispersão na matriz, pois além da aglomeração característica das nanopartículas, o nano-Fe_3O_4 possui propriedade magnética, que provocou a formação de grânulos. Para mitigar este problema Horszczaruk (2019) sugeriu a utilização de sonicação (dispersão através de ultrassom) durante a mistura dos componentes e o revestimento das partículas com conchas de nanosílica.

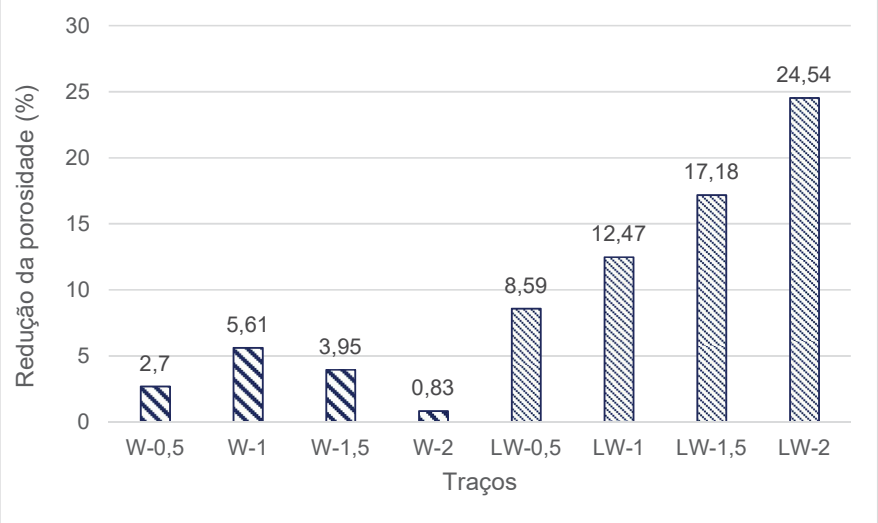
Concretos com 1% de nanoadição de Fe_3O_4 e submetidos à ataques de cloreto e sulfatos foram estudados por Bragança *et al.* (2016). As condições de exposição do estudo foram: dessecador (referência), câmara de sulfatos e câmara de névoa salina, durante 300 dias. Os pesquisadores caracterizam o concreto, ao longo do período, por voltametria cíclica (CV), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) e MEV/EDS. Segundo os pesquisadores, a nanoadição manteve a características mecânicas do concreto, mas modificou suas características físico-químicas, por meio da reação do nano-Fe_3O_4 com o $Ca(OH)_2$, nucleando e facilitando a formação de C-S-H. Além disso, os autores indicaram que a nanoadição é adsorvida pelo C-S-H, reduzindo vazios e formação de poros na matriz. A nanoadição promoveu ainda uma maior interação da pasta com o agregado, por forças de van der Waals, densificando a zona de transição pasta-agregado. Quanto aos resultados da CV, segundo os pesquisadores, a densidade da corrente nos corpos de prova sem nanoadição foi maior para ambas as condições de ataque, indicando maior tendência de ocorrer oxidação em armaduras deste tipo de concreto. Este resultado se deu devido às alterações microestruturais promovidas pelo nano-Fe_3O_4 e também ao fato de que a nanoadição ajudou a preservar a camada de passivação do aço (BRAGANÇA *et. al,* 2016).

Em relação à técnica EIS, segundo Bragança *et al.* (2016), os corpos de prova testados com adição da nanomagnetita se mostraram mais eletricamente resistivos

em ambos os ataques, segundo os autores, devido à formação e deposição de subprodutos nos poros, melhorando suas propriedades microestruturais e na zona de transição. De acordo com Csizmadia *et al.* (2001) e Möschner *et al.* (2008) citados por Bragança *et. al* (2016) a adição nanomagnetita faz com que o alumínio seja substituído pelo ferro em alguns subprodutos resultantes de ataques por cloretos e sulfatos, como a etringita e os sais de Friedel, formando Fe-etringita e sais de Kuzel, respectivamente. De acordo com estes autores, a substituição do Al por Fe na etringita faz com que um composto menos expansivo seja gerado, eliminando a formação de pressões internas e consequentemente fissuração. Os autores concluíram que a nanoadição resultou em uma matriz mais homogênea e com maior durabilidade frente à ambientes agressivos.

Uma nanoadição menos explorada para uso em matrizes cimentícias é a nanoalumina ou nano-Al_2O_3. Nazari e Riahi (2011) estudaram os efeitos dessa adição em concretos nos teores de 0,5%, 1% e 1,5% e com dois tipos de cura: imersão em água (traço W) e imersão em água saturada com cal (traço LW). Segundo os autores, para ambos os traços houve incremento de resistência para todos os traços e métodos de cura, sugerindo a possibilidade de substituição parcial do cimento por esse nano material. Através da porosimetria por intrusão de mercúrio, Nazari e Riahi (2011) analisaram a porosidade das matrizes. A conclusão desses autores foi que houve redução no volume total de poros (verificada pela técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio – MIP) com a adição da nanoalumina, em comparação com o traço sem nanoadição. Os autores comentam que houve um refinamento dos poros, mais expressivo nos traços curados em água saturada com cal (Figura 2.12). Esses resultados sugeriram que houve reação da cal em solução com a nanoalumina (NAZARI; RIAHI, 2011).

Figura 2.12 - REDUÇÃO DA POROSIDADE, EM COMPARARAÇÃO COM O TRAÇO DE REFERÊNCIA, CAUSADA PELA ADIÇÃO DE NANOALUMINA



FONTE: Elaborado a partir de Tabela 6, Nazari e Riahi (2011)

No Quadro 2.2 está apresentado um resumo de algumas investigações de DEF contidas nesta revisão, além de outras também consultadas. No Quadro 2.3 está apresentado o mesmo levantamento para as nanoadições.

Diante do exposto, é possível verificar que a busca por adições que realizem, de forma eficiente, a mitigação da formação de etringita tardia ainda é um desafio. Desta forma este trabalho propõe a utilização da nanosílica como adição para esta finalidade, à medida que é a mais utilizada em estudos envolvendo matrizes cimentícias.

Quadro 2.2 – REFERÊNCIAS NO ESTUDO DA DEF

Referência	Matriz	Processo de cura	Principais resultados e conclusões
Schovanz (2019)	Concreto	1. Temperatura ambiente por 6h; 2. Imersão em água a 25º; 3. Aquecimento da água a 10ºC/h; 4. Patamar de 85ºC por 12h; 5. Resfriamento da água a 10ºC/h; 6. Permanência da água a 38°C até idades de ensaio.	• Formações esbranquiçadas nos poros e bordas dos CPs aos 84 dias e microfissuras a partir de 196 dias; • Expansão de 1% (CP V) e 0,2% (CP IV) aos 252 dias; • Ganho de massa de 2,44% (CP V) e 0,52% (CP IV) aos 252 dias; • Redução de resistência à compressão de 64% para o CP V (entre 7 e 256 dias) e 11% para o CP IV (entre 56 e 256 dias); • Redução do módulo de elasticidade de 82% para o CP V (entre 7 e 256 dias) e sem diferenças significativas para o CP IV; • Observada presença pontual de DEF aos 28 dias e generalizada a partir dos 56 dias, por meio do MEV, para o CP V; • Detectada presença de DEF por meio de DRX a partir de 168 dias, para o CPV.
Giannini *et al.* (2018)	Concreto	1. CPs em câmara seca com temperatura inicial de 23ºC; 2. Incremento da temperatura até 90ºC em 4h; 3. Patamar de 90ºC por 12h; 4. Decréscimo da temperatura até 23ºC em 4h; 5. CPs foram desmoldados e mantidos em cura úmida a 23ºC por 24h; 6. Permanência em água saturada com cal a 23°C.	• Mistura 1: agregado graúdo não reativo e agregado miúdo reativo; • Mistura 2: agregado graúdo reativo e agregado miúdo não reativo; • Expansão de 1% para mistura 1 e 0,35% mistura 2 na idade de aproximada de 150 dias; • Módulo de elasticidade reduziu 75% para mistura 1 e 59% para mistura 2; • Resistência à compressão reduziu 41% para mistura 1 e 24% para mistura 2; • Módulos de elasticidade medidos foram 60 a 70% inferiores que os calculados a partir da resistência à compressão.

Referência	Matriz	Processo de cura	Principais resultados e conclusões
Torres; Andrade (2016)	Concreto	• Monitoramento das temperaturas de 5 blocos de concreto por meio de sensores; • Em todos os casos os concretos atingiram temperaturas acima de 70°C, com pico de aprox. 75°C; • Teste de Duggan: prismas moldados em laboratório foram submetidos à cura térmica com rampa de aquecimento por 2 horas até 85º C, permaneceram neste patamar por 4 horas e resfriaram até a temperatura ambiente naturalmente.	• Temperaturas acima dos 70ºC detectadas por termopares nos blocos de fundação; • Teste de Duggan demonstrou expansão de 0,146% para o cimento com teor de C_3A de 9,66%, SO_3 de 3,55%, e álcalis equivalentes de 0,91% (cimento CP II E 40), aos 20 dias; • Adição de 10% de sílica ativa reduziu em 60% a expansão média.

Kchakech (2015)	Concreto	• Dois grupos:
		  ○ 1. passou pelo tratamento térmico 2 horas após o início da pega;
		  ○ 2. passou pelo tratamento térmico após permanecerem 100 dias a 20ºC;
		• Tratamento térmico: imersão em água com taxa de aquecimento e resfriamento de 5ºC e diferentes temperaturas máximas: 81°C, 71°C, 66°C e 61°C.
			• Grupo 1: temperatura mínima para início da DEF entre 61ºC 66ºC; expansões máximas com platôs de temperatura entre 71ºC e 81ºC, sendo da ordem de 1,3 a 1,5% para tratamentos a 71ºC durante 7, 12 e 14 dias e da ordem de 1,7% para tratamentos a 81ºC por 3 e 5 dias;
			• Grupo 2: expansões finais aos 500 dias da ordem de 1,4% (máxima) para o tratamento a 81ºC por 7 dias e de 0,6% (mínima) para o tratamento a 81ºC por 14 dias;
			• Risco de desenvolvimento da DEF em ambos os grupos.

Dayarathne *et al.* (2013)	Argamassa	1. Cura em temperatura ambiente por 1h; 2. CPs imersos e acréscimo de temperatura até 95ºC em 1h; 3. Patamar de 95°C por 12h; 4. Decréscimo de temperatura até 30°C em 4h; 5. Desmolde dos CPs e imersão em água por 6h antes da primeira medida de expansão; 6. Estufa a 85ºC por 24h; 7. Imersão em água saturada com cal a 30ºC. • Foram realizados três tratamentos em que o número de ciclos térmicos variou: 1, 2 ou 3.	• Expansão máxima de 0,03% para os tratamentos com 2 e 3 ciclos térmicos (entre 80 e 100 dias); • Diferentes tipos de cimentos foram testados, sendo o cimento comum e o cimento com fíler os que apresentaram maior expansão (0,03%) seguidos do cimento de mistura de cinza volante com fíler calcário (aprox. 0,019%) e do cimento com cinza volante (aprox. 0,018%).

Referência	Matriz	Processo de cura	Principais resultados e conclusões
Al Shamaa (2012)	Concreto	• Grupo 1: elevação da temperatura até 66ºC a 4ºC/h e decréscimo até 25ºC a 0,25ºC/h (tratamento térmico com duração de 18 dias); • Grupo 2: elevação da temperatura até 70ºC em 54 horas, decréscimo até 60ºC em 9 dias e após isso resfriamento em 18 dias.	• Grupo 1: CPs apresentaram menor taxa de expansão; o Redução de 20% da resistência à compressão e do módulo de elasticidade, aos 28 dias, em comparação com o referência; • Grupo 2: o Expansão máxima de 0,28% e variação de massa de 1,1% a 740 dias; o Taxa de expansão linear até 400 dias, depois diminui; o CPs apresentaram fissuração em mapa na parte externa; o Módulo dinâmico cerca de 20% menor do que a referência; o Redução de 20% da resistência à compressão e do módulo estático, aos 28 dias, em comparação com o referência; o Redução de cerca de 59% na resistividade elétrica, em comparação com a referência, aos 650 dias; • Porosimetria pro intrusão de mercúrio indicou porosidade inalterada, devido a um equilíbrio estabelecido entre o preenchimento de alguns poros com a etringita formada e a formação de novas fissuras;
Ormsby *et al.* (2011)	Concreto	1. Cura no vapor a 82ºC por 24h e armazenamento e água saturada por 8h a 22ºC. 2. Foram submetidos ao protocolo de Duggan: dois ciclos de aquecimento por dois dias a 82ºC seguidos por 2h de resfriamento no ar a 22ºC e resfriamento em água; e um terceiro ciclo de 72h de aquecimento a 82ºC seguido por resfriamento em ar por 48h. 3. Os CPs foram então armazenados em água saturada com cal por 40 dias	• Após a cura térmica os autores aplicaram tratamentos de impermeabilização (com o objetivo de evitar a DEF pela ausência de entrada de água) e inibidores de crescimento de cristal; • Os tratamentos mostraram-se ineficazes na inibição da DEF, resultando em uma expansão dos corpos de prova de até 2,25% e variação de massa de até 7% aos 300 dias; • Redução média da resistência mecânica de cerca de 75% em todos os traços, corroborando os resultados de expansão e variação de massa;

Referência	Matriz	Processo de cura	Principais resultados e conclusões
			• Análises de superfícies de fratura por MEV indicaram a presença de etringita tardia.
Brunetaud (2011)	Concreto	1. Permanência por 10h a 30ºC 2. Elevação da temperatura a 25ºC/h 3. Patamar de 65º C ou 85ºC (dependendo do grupo de estudo) por 2 h, 6 h, 2 dias ou 10 dias 4. Retorno da temperatura a 20ºC a uma taxa de 25ºC/h	• Perda de resistência à compressão de 63% para uma expansão de 1,2%, obtida aos 700 dias; • Divide a expansão em 3 tipos: o Negligenciável: não passa de 0,04% e não apresenta manifestações macroscópicas; o Pequena: resultam em um comportamento linear de expansão com amplitude final de 0,04% a 0,2% e não levam a modificações significativas nas propriedades mecânicas do concreto; o Grande: expansão ultrapassa 0,4%, causa queda no módulo dinâmico do material, que se inicia por volta de 0,1% de expansão, seguida por uma aceleração da expansão.
Melo (2010)	Concreto e pasta	• Concreto: Elevação adiabática com picos de 60ºC a 75ºC • Pasta: um grupo submetido a temp. máxima de 60ºC e outro a 80ºC (patamares de 96h), ambos em câmara climática com umidade de 50%	• Concreto com consumo de 350 kg/m³ atingiu 61,7ºC e com consumo de 450 kg/m³ atingiu 70,5ºC. • MEV indicou aumento da incidência de poros com presença de etringita com aumento do consumo de cimento e com idade; • Mais poros contendo DEF próximos à superfície decorrente da dependência da água para ocorrência da DEF; • Apesar da visualização de DEF na microestrutura não foram visualizadas fissuras e não houve alterações significativas no comportamento mecânico do concreto; • Em poros com aproximadamente 30 µm os cristais se formaram perpendiculares às paredes dos poros e nos

Referência	Matriz	Processo de cura	Principais resultados e conclusões
			menores a etringita se formou de forma massiva ou comprimida; • Pastas apresentaram velocidade de propagação de onda ultrassônica em torno de 6% e 10% menor para cura a 80ºC e 60ºC, respectivamente, em comparação com a referência; • Variação de massa chegou a aproximadamente 1% para pasta curada a 80ºC, 0,7% para referência e 0,6% para pasta curada a 60ºC, aos 180 dias.

FONTE: A autora (2020)

Quadro 2.3 - REFERÊNCIAS DE NANOADIÇÕES

Referência	Compósito	Nanomaterial	Teor	Principais resultados e conclusões
Mendes; Repette (2019)	Pasta	Nano-SiO_2	0,42%, 0,85%, 1,70%, 3,10%, 6,20%, 11% (adição)	• Nanosílica levou a um aumento na tensão de escoamento e viscosidade; • Aumento no teor de nanoadição levou a um aumento da quantidade de água na mistura; • Observado refinamento dos poros.
Schmalz (2018)	Argamassa	Nano-SiO_2	1%, 5% e 10% (substituição)	• Ataque externo por sulfatos não apresentou expansão nos CPs de referência, portanto não foi possível avaliar se houve mitigação; • Ataque interno e externo combinados: adição inibiu expansão; • Foi possível visualizar cristais de etringita tardia em poros e interface pasta-agregado através do MEV.
Bragança *et al.* (2016)	Concreto	Nano-Fe3O4	1% (substituição)	• Nanoadição modificou características físico-químicas do concreto, melhorando suas propriedades microestruturais e da zona de transição;

Referência	Compósito	Nanomaterial	Teor	Principais resultados e conclusões
				• Voltametria cíclica indicou menor tendência de ocorrer corrosão de armaduras em concretos coma nanoadição; • Espectroscopia de impedância eletroquímica indicou maior resistividade elétrica nos CPs com adição; • Substituição do Al por Fe na etringita, gerando compostos menos expansivos.
Said et al. (2012)	Concreto	Nano-SiO_2	6% e 12% (adição)	• Temperatura de hidratação maior com nanoadição; • Aumento de até 28% na resistência mecânica à compressão aos 28 dias; • Redução na profundidade de penetração de cloretos e refinamento dos poros em decorrência da nanosílica.
Nazari; Riahi (2011)	Concreto	Nano-Al_2O_3	0,5%, 1% e 1,5% (adição)	• Aumento da resistência mecânica à compressão; • Aumento do calor total de hidratação gerado, porém com redução do tempo de pico (em comparação com a referência); • Maior redução na absorção de água para o teor de 0,5% de adição.

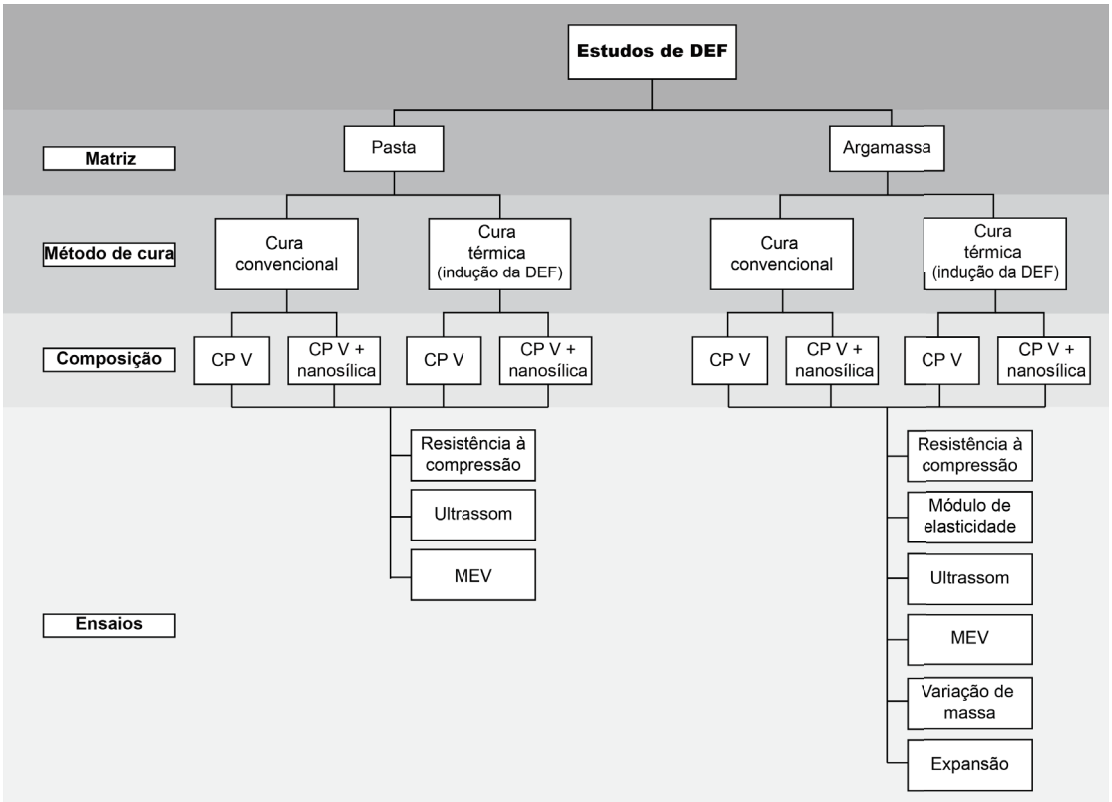
FONTE: A autora (2020)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho está inserido dentro do contexto do Projeto de P&D da ANEEL 0394-1504/2015, intitulado “Avaliação dos mecanismos de reação interdependentes da formação de etringita tardia e da reação álcali-agregado em concretos e argamassas e o efeito de nanomateriais para mitigação”, desenvolvido em uma parceria da Eletrobras Furnas com o Lactec.

Isto posto, a presente pesquisa se focou no desenvolvimento da etringita tardia em matrizes cimentícias e sua mitigação por meio do uso de nanomateriais. Buscando entender a evolução da formação da DEF ao longo do tempo e em diferentes complexidades, foram realizadas análises em pastas e argamassas, submetidas ou não à cura térmica para indução da formação da etringita tardia nas matrizes. O uso de nanosílica (nano-SiO_2) foi adicionado às variáveis, na tentativa de mitigar a DEF. Na Figura 3.1 está ilustrado um fluxograma do estudo realizado.

Figura 3.1 – FLUXOGRAMA GERAL DA METODOLOGIA DO ESTUDO



FONTE: A autora (2020)

3.1 MATERIAIS

Nesta seção serão apresentados os materiais empregados neste estudo e as metodologias utilizadas para caracterizá-los.

3.1.1 Cimento

O cimento utilizado para os estudos em pasta e argamassa desenvolvidos neste trabalho foi o CP V ARI de forma a facilitar a indução da DEF e permitir avaliar o efeito nanosílica, por não possuir adições. A caracterização das fases químicas presentes foi realizada por meio da difratometria de Raios X (DRX), utilizando equipamento Bruker, modelo D8 Advanced Eco. As amostras foram preparadas pelo método do pó prensado, sendo o ensaio realizado com varredura 2θ de 5º a 70º e identificação das fases químicas minerais pelo banco de dados *Crystallography Open Database*, COD. Além disso a caracterização química foi realizada por espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX), utilizando amostras policristalinas e equipamento Espectrofotômetro PANalytical Axios Max, segundo a norma NBR 14656 (ABNT, 2001a). No Quadro 3.1 estão apresentados os ensaios normatizados realizados no cimento, para caracterizá-lo.

Quadro 3.1 – ENSAIOS NORMATIZADOS REALIZADOS NO CIMENTO PORTLAND

Método	**Referência**
Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 μm	NBR 12826 (ABNT, 2014)
Determinação do índice de finura por meio de peneirador aerodinâmico da peneira 45 μm	NBR 12826 (ABNT, 2014)
Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método Blaine	NBR 16372 (ABNT, 2015)
Determinação da expansibilidade Le Chatelier	NBR 11582 (ABNT, 2016)
Determinação da pasta de consistência normal	NBR 16606 (ABNT, 2018a)
Determinação do tempo de pega	NBR 16607 (ABNT, 2018b)
Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica	NBR 16605 (ABNT, 2017)

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

3.1.2 Agregados

O programa experimental contemplou nas argamassas o emprego de dois agregados miúdos combinados de forma a representar um traço de concreto de referência testado previamente pelo projeto de P&D. Nesse traço de concreto, foi utilizada uma areia natural e uma brita granítica.

No estudo em argamassas, portanto, foi feita uma adaptação do traço de concreto proposto por Bronholo (2020), que utilizava a proporção 1:1,60:1,78 (cimento:areia:brita), para argamassa. Para tal, o agregado graúdo foi britado, na forma de areia artificial, e utilizado como agregado miúdo em combinação com a areia natural no traço de referência. Sendo assim, foi empregada a areia natural (doravante denominada AN) na proporção de 47%, e a areia artificial proveniente do agregado graúdo britado (doravante denominada AB), em 53% do agregado total.

A areia AN foi caracterizada como areia natural média quartzosa, proveniente do município de Cristalina, Goiás. Esta areia foi escolhida porque a maioria daquelas provenientes do estado do Paraná avaliadas apresentaram algum grau de reatividade, conforme apresentado em Miranda *et al.* (2019). Entretanto, é importante ressaltar que esses estudos foram realizados em barras de argamassa, sendo importante serem complementados com estudos em prismas de concreto.

Vários ensaios de caracterização, incluindo a análise mineralógica da areia natural foram realizados, conforme metodologias indicadas no Quadro 3.2.

Quadro 3.2 – ENSAIOS NORMATIZADOS REALIZADOS NA AREIA AN

Método	**Referência**
Reatividade álcali-agregado	NBR 15577-4 (ABNT, 2018)
Granulometria	NM 248 (ABNT, 2003b)
Absorção de água	NM 50 (ABNT, 1996)
Massa específica SSS, seca e média	NM 52 (ABNT, 2009)
Determinação do material fino passante na peneira 75 μm	NM 46 (ABNT, 2003c)
Determinação do teor de argila em torrões e materiais friáveis	NBR 7218 (ABNT, 2010)
Petrografia	NBR 15577-3 (ABNT, 2018d)

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

A areia AB utilizada foi proveniente de Recife (PE) e foi caracterizada conforme as metodologias descritas no Quadro 3.3 e análises de difração de raios X (DRX) e fluorescência de raios X (FRX), conforme metodologia descrita no item 3.1.1.

Quadro 3.3 – ENSAIOS NORMATIZADOS REALIZADOS NA AREIA AB

Método	Referência
Abrasão Los Angeles μm	NM 51 (ABNT, 2001b)
Massa unitária e volume de vazios μm	NM 45 (ABNT, 2006)
Massa específica e absorção de água	NM 53 (ABNT, 2009)
Granulometria	NM 248 (ABNT, 2003b)
Índice de forma	NM 7809 (ABNT, 2019)
Petrografia	NBR 15577-3 (ABNT ,2018d)
Reatividade álcali-agregado	NBR 15577-4 (ABNT, 2018)
Ataque ao sulfato de sódio	ASTM C 88 (ASTM, 2018a)

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

3.1.3 Aditivos

Nos estudos em pasta e argamassa, a fim de manter a trabalhabilidade e a viscosidade adequadas, foram utilizados os aditivos polifuncional e redutor de viscosidade ambos caracterizados de acordo com a NBR 11768-3 (ABNT, 2019b). O polifuncional foi empregado em todos os traços, já o redutor de viscosidade apenas nos compósitos contendo a adição de nanosílica. Isso foi necessário pois a nanoadição resultou em maior viscosidade à mistura.

3.1.4 Nanosílica

A nanosílica utilizada foi a coloidal CB 30 com 30% de teor de sólidos, área de superfície específica de 305 m^2/g, pH 10,5, viscosidade de 7 cP e densidade 1,2 g/cm^3 (informações fornecidas pelo fabricante). Além disso, o material foi analisado por espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), utilizando equipamento do fabricante Bomem (modelo MB-100). Foi feita ainda análise por difração de raios X (DRX), utilizando equipamento da Bruker, modelo D8 Advanced Eco o reconhecimento de fases foi feito pelo software DIFFRAC.EVA integrado ao equipamento. As análises de FTIR foram realizadas na faixa de aquisição de 5000 cm^{-1} a 500 cm^{-1}, com resolução de 4 cm^{-1}, com 16 varreduras e utilização de

suporte para filme polimérico e brometo de potássio (KBr). A análise de DRX foi realizada pelo método do pó prensado, em procedimento similar ao realizado para o aglomerante e agregados.

3.2 ESTUDOS EM PASTA DE CIMENTO

Esta seção apresenta a metodologia desenvolvida para os estudos em pasta de cimento, com e sem adição de nanosílica, para as condições de cura convencional e cura térmica (indução de DEF). Foram detalhadas as condições de cura e envelhecimento e os ensaios realizados para a avaliação da pasta no tempo.

3.2.1 Dosagem das pastas de cimento

Para a produção das pastas de cimento, foi utilizada a metodologia descrita na norma NBR 7681 (ABNT, 2013b). Foram produzidos corpos de prova cilíndricos de (5x10) cm, para a análise nas idades de 3, 7, 28, 63 e 91 dias (Figura 3.2). Os traços utilizados estão apresentados na Tabela 3.1.

O presente estudo fez parte de um projeto maior que realizou análises também quanto à reação álcali-sílica (RAS). Portanto, para todos os traços buscou-se atingir o teor de 1,25% de álcalis totais no cimento, de forma a acelerar o processo de expansão da RAS. Para tanto, foi adicionado NaOH à água de amassamento, como preconizado pela norma NBR 15577-4 (ABNT, 2018). Segundo o LCPC (2007), esta adição pode também colaborar na indução da DEF, pois a solubilidade da etringita aumenta com o aumento da alcalinidade do meio. Além disso, existe uma interação entre o teor de álcalis e a temperatura, pois quanto maior a alcalinidade menor o valor critico de temperatura para dissolução da etringita primária (LCPC, 2007).

Os traços foram baseados naqueles elaborados para os concretos desenvolvidos por Bronholo (2020), pertencentes ao projeto no qual este estudo está inserido.

Para cada idade, foram produzidos dois traços: com e sem nanosílica, sendo moldados 3 corpos de prova por idade, por traço. Além disso, para cada traço e cada idade, foram produzidos corpos de prova que foram submetidos à cura convencional e

à cura térmica, para indução da DEF, conforme ilustrado na Figura 3.3, totalizando 60 corpos de prova.

Tabela 3.1 – TRAÇO DAS PASTAS DE CIMENTO

Materiais	**Teor traço 1 (referência)**	**Teor traço 2 (com nanoadição)**
Água/cimento	0,46	0,46
Redutor de viscosidade (%)	0	0,18
Polifuncional (%)	0,14	0,22
Nanosílica (%)	0	3,33[1]

FONTE: A autora (2020)

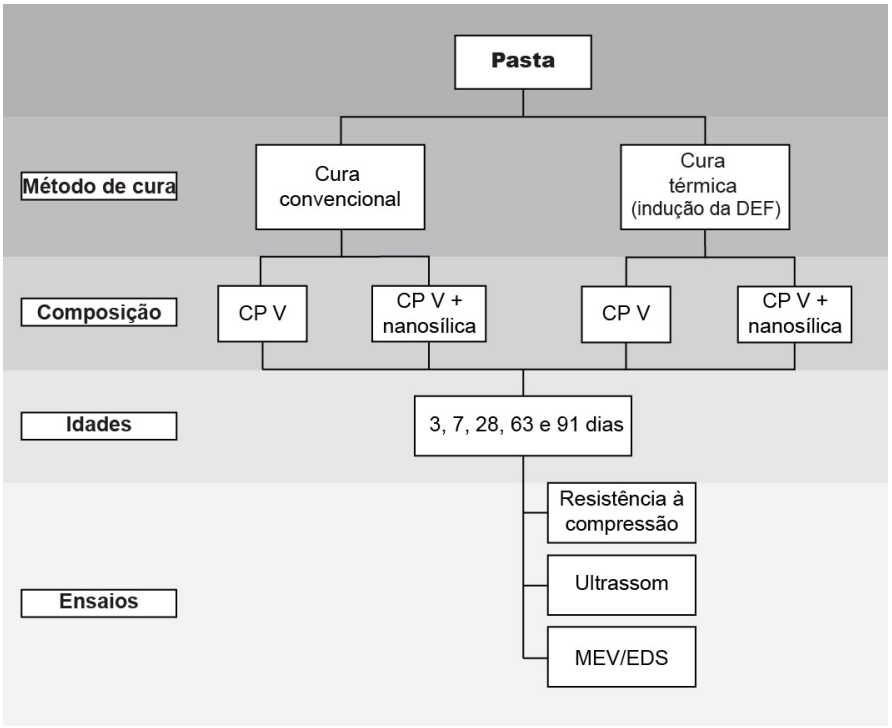
Figura 3.2 – DOSAGEM DAS PASTAS DE CIMENTO



FONTE: A autora (2020)

[1] O teor total da nanosílica coloidal utilizada foi de 3,33% para que se obtivesse um teor de sólidos adicionado à mistura de 1% em relação à massa de cimento. A água presente no composto foi descontada da água presente na adição coloidal adicionada à mistura.

Figura 3.3 – FLUXOGRAMA DAS DOSAGENS DE PASTAS DE CIMENTO



FONTE: A autora (2020)

Para facilitar as posteriores referências, a nomenclatura adotada para cada condição de estudo em pasta foi apresentada no Quadro 3.4.

Quadro 3.4 - NOMENCLATURA PARA AS VARIAÇÕES DAS PASTAS DE CIMENTO

Nomenclatura	Traço/Condição de cura
PCC	Pasta CPV e cura convencional
PCCNS	Pasta CPV + nanosílica e cura convencional
PCT	Pasta CPV e cura térmica
PCTNS	Pasta CPV + nanosílica e cura térmica

FONTE: A autora (2020)

3.2.2 Metodologias de cura e envelhecimento das pastas de cimento

Os corpos de prova de referência (sem indução de DEF) foram submetidos à cura em uma câmara úmida em temperatura ambiente, de acordo com a norma NBR 7215 (ABNT; 2019c).

Os corpos de prova para indução de DEF permaneceram por 6 horas em temperatura ambiente e, após esse período, foram transferidos para uma câmara climática (Figura 3.4), na qual foi realizado um ciclo térmico, submetendo os CPs a um aquecimento inicial, a uma taxa de 10 ºC/h, até chegar ao patamar de 85 ºC, onde permaneceram por 12 h. Após este período, os corpos de prova foram resfriados até 38ºC, a uma taxa de cerca de 5 ºC/h. Este processo está apresentado na Figura 3.5. Durante este ciclo, a umidade relativa do ar dentro da câmara foi mantida em 99%. A escolha destes patamares de temperatura se deu com base nos estudos apresentados no Quadro 2.2 e, principalmente, no método testado por Schovanz (2019), por estar englobado no mesmo projeto de P&D Furnas ANEEL (HASPARYK *et al.*, 2020).

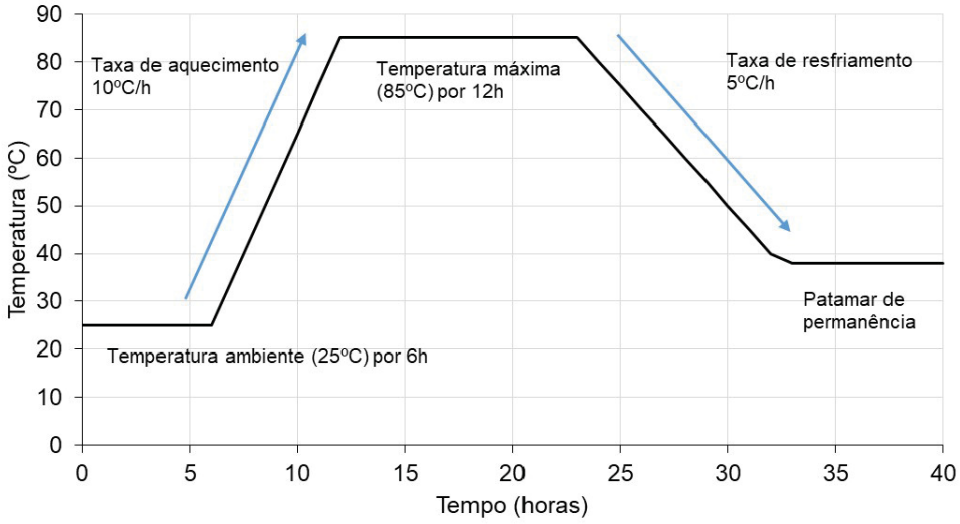
Após a cura, ambos os grupos de corpos de prova foram transferidos para um tanque de água potável mantida a 38ºC por meio resistência elétrica, onde permaneceram até a idade de ruptura (Figura 3.6).

Figura 3.4 – CÂMARA CLIMÁTICA (LACTEC)



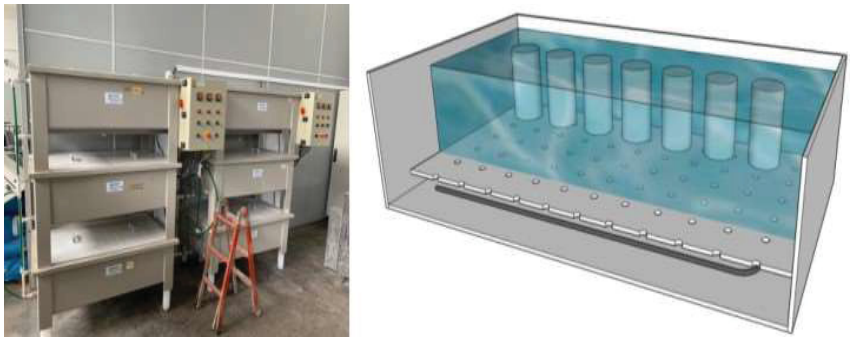
FONTE: A autora (2020)

Figura 3.5 – FLUXOGRAMA DE TEMPERATURA DURANTE A CURA TÉRMICA



FONTE: Adaptado de Hasparyk, Schovanz, Kuperman (2020).

Figura 3.6 – TANQUES DE ENVELHECIMENTO



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

3.2.3 Caracterização mecânica e físico-química das pastas de cimento

A caracterização mecânica das pastas foi realizada por meio do ensaio de compressão axial, conforme metodologia descrita na norma NBR 7681-4 (ABNT, 2013d), para acompanhamento do processo de hidratação e interferência da formação de etringita tardia nas amostras. Além disso, antes da ruptura e com os corpos de prova ainda saturados (com superfície seca), foi realizada leitura de velocidade de propagação de onda ultrassônica (método direto) em cada corpo de prova, conforme norma NBR 8802 (ABNT, 2019d), com a utilização do equipamento Pundit PL200 (Fabricante Proceq). Em todas as idades, os corpos de prova foram avaliados

comparando os resultados dos que foram submetidos à cura convencional aos que foram submetidos à cura térmica.

Após os ensaios de resistência à compressão, nas determinadas idades, foram retirados fragmentos dos corpos de prova para as análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). As observações foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura, tipo FEG (Field Emission Gun) com monocristal de tungstênio e camada de zircônio, modelo MIRA3 LM, marca Tescan, com uso dos detectores de elétrons secundários (SE) e de elétrons retroespalhados (BSE) associados (marca Tescan), além do uso da microssonda de espectroscopia de energia dispersiva de Raios X (Oxford Instruments), para as microanálises (análise qualitativa e semi-quantitativa dos elementos químicos presentes) das fases. Os parâmetros adotados no equipamento foram: tensão de aceleração do feixe de elétrons de 20 kV, intensidade do feixe de 15,00, distância de trabalho (work distance-WD) de 15 mm e modo de resolução para a varredura.

Esta etapa foi sempre acompanhada previamente por inspeções visuais dos corpos de prova para a verificação de possíveis sintomas relacionados à DEF, como fissuras ou material branco neoformado na superfície externa ou na porção interna, pós ruptura.

3.3 ESTUDOS EM ARGAMASSA

Esta seção apresenta a metodologia desenvolvida para os estudos em argamassa, com adição e sem adição de nanosílica, para as condições de cura convencional e térmica, contemplando a metodologia de cura e envelhecimento, bem como os ensaios de caracterização realizados em cada idade de controle.

3.3.1 Dosagens das argamassas

A dosagem da argamassa foi realizada conforme metodologia descrita na norma NBR 16541 (ABNT, 2016b). Os traços adotados seguiram a proporção 1:3,38 (cimento: agregado total), são descritos na Tabela 3.2 e foram baseados naqueles elaborados para os concretos desenvolvidos por Bronholo (2020) e pertencentes ao projeto no qual este estudo está inserido. Como indicado no item 3.2.1, houve a

mesma adição de álcalis ao cimento, através da adição de hidróxido de sódio, chegando a 1,25%.

Tabela 3.2 – TRAÇO DAS ARGAMASSAS

Materiais	**Teor traço 1 (referência)**	**Teor traço 2 (com nanoadição)**
Traço	1:3,38	1:3,38
Água/cimento	0,46	0,46
Redutor de viscosidade (%)	0	0,40
Polifuncional (%)	0,60	0,30
Nanosílica (%)	0	3,33[2]

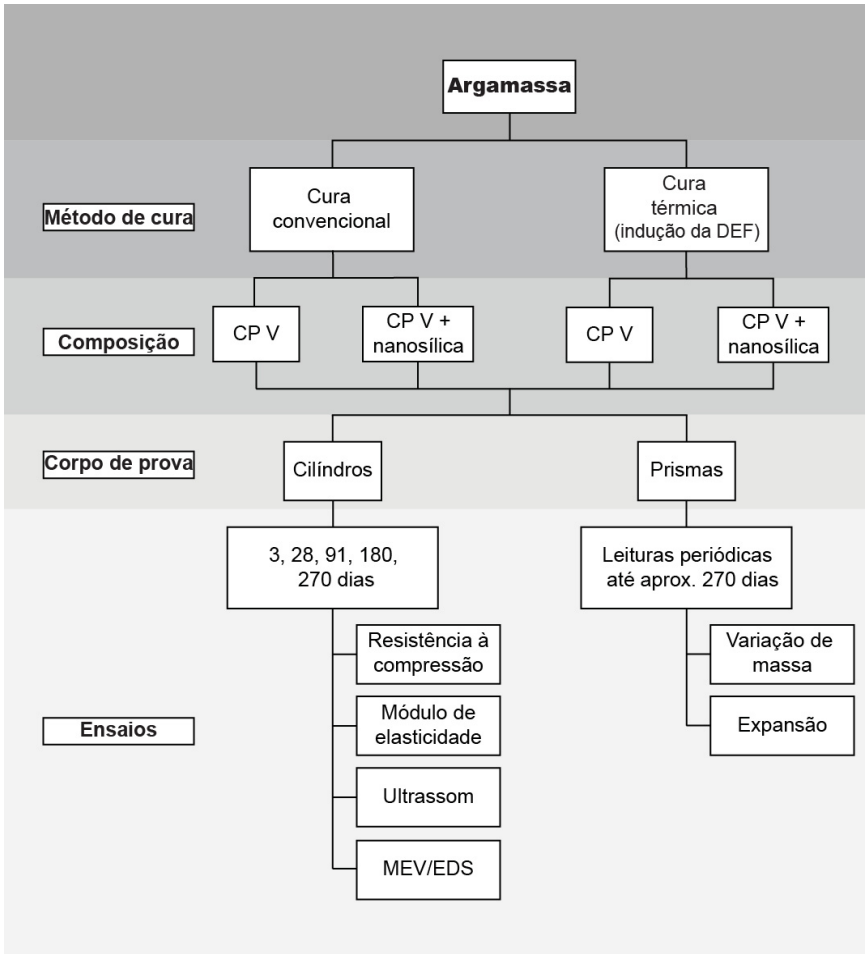
FONTE: A autora (2020)

Foram produzidos corpos de prova cilíndricos, de (5x10) cm, para a avaliação das propriedades mecânicas, físicas e químicas; e prismáticos, de (2,5x2,5x28,5) cm, para acompanhamento da expansão, em método adaptado daquele desenvolvido na norma NBR 15577-4 (ABNT, 2018c), para ensaio de RAA.

A quantidade total de corpos de prova cilíndricos foi 112, sendo 28 com indução de DEF e sem nanoadições, 28 com indução da DEF e com nano-adições, 28 sem indução de DEF e sem nano-adições e 28 sem indução de DEF e com nanoadições. Estes corpos de prova foram produzidos para ensaio nas idades de 3, 28, 91, 180 e 270, sendo moldados 4 unidades por idade. Em relação aos prismas de argamassa, foram moldados 4 prismas por condição (com ou sem indução da DEF e com ou sem nano-adição), totalizando 16 unidades. Na Figura 3.7 é apresentado um fluxograma ilustrando os traços utilizados para dosagem.

[2] O teor total da nanosílica coloidal utilizada foi de 3,33% para que se obtivesse um teor de sólidos adicionado à mistura de 1% em relação à massa de cimento. A água presente no composto foi descontada da água presente na adição coloidal adicionada à mistura.

Figura 3.7 – FLUXOGRAMA DAS DOSAGENS DE ARGAMASSA



FONTE: A autora (2020)

Para facilitar as posteriores referências, a nomenclatura adotada para cada condição de estudo em argamassa está apresentada no Quadro 3.5.

Quadro 3.5 - NOMENCLATURA PARA AS VARIAÇÕES DAS ARGAMASSAS

Nomenclatura	Traço/Condição de cura
ACC	Argamassa CPV e cura convencional
ACCNS	Argamassa CPV + nanosílica e cura convencional
ACT	Argamassa CPV e cura térmica
ACTNS	Argamassa CPV + nanosílica e cura térmica

FONTE: A autora (2020)

3.3.2 Metodologias de cura e envelhecimento das argamassas

As metodologias de cura e envelhecimento dos corpos de prova de argamassa foram as mesmas aplicadas nos corpos de prova de pasta (item 3.2.2), sendo aplicada a cura convencional, conforme NBR 7215 (ABNT, 2019c), para os traços de referência, e a cura térmica para indução da DEF, conforme ciclo exposto na Figura 3.5.

3.3.3 Caracterização mecânica e físico-química das argamassas

A caracterização mecânica das argamassas foi realizada por meio do ensaio de compressão axial, conforme metodologia descrita na norma NBR 7215 (ABNT, 2019c) e pela determinação de módulo de elasticidade estático, conforme norma NBR 8522 (ABNT, 2013c). O registro das deformações foi feito utilizando um extensômetro elétrico tipo LVDT, com bases de medida de 50 mm.

Para cada idade de análise dos corpos de prova cilíndricos, houve ruptura de 1 corpo de prova exclusivamente para avaliação de resistência à compressão e 3 exemplares para a determinação de resistência mecânica à compressão e módulo de elasticidade (Figura 3.8) em conjunto. Após as rupturas, houve a retirada de fragmentos para análises de MEV e DRX, sendo os ensaios realizados com procedimento similar ao desenvolvido para a caracterização dos materiais e das pastas de cimento.

Figura 3.8 - DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE



FONTE: A autora (2020)

Esta etapa foi acompanhada pela inspeção visual dos corpos de prova, da mesma forma que executada para as argamassas (conforme 3.2.3).

Além disso, antes da ruptura e com os CPs ainda saturados, também foi realizada determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica em cada corpo de prova, conforme a norma NBR 8802 (ABNT, 2019d), com o mesmo equipamento empregado para as pastas (Figura 3.9), imediatamente após retirada do ambiente de exposição (em condição saturada).

Figura 3.9 – LEITURA DE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA



FONTE: A autora (2020)

3.3.4 Avaliação da expansibilidade e variação de massa das argamassas

Os prismas desenvolvidos foram acompanhados em metodologia análoga à descrita na norma NBR 15577-4 (ABNT, 2018c), com verificação periódica de expansão, variação de massa, e inspeção visual até a idade de 270 dias (Figura 3.10). Logo após a retirada de cada corpo de prova da imersão, foi feita a verificação da massa e, em seguida, realizada a medida de comprimento para o cálculo da expansão. Na inspeção visual, os prismas foram monitorados de forma a verificar incidências da DEF, como neoformações e fissuras, sendo os corpos de prova fotografados periodicamente.

Figura 3.10 – LEITURA DE EXPANSÃO DA BARRA PRISMÁTICA



FONTE: A autora (2020)

3.4 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

A fim de interpretar os conjuntos de dados dos ensaios realizados nas pastas e argamassas foram realizadas análises estatísticas com os resultados obtidos.

3.4.1 Verificação de outliers

Os resultados foram verificados para avaliar a dispersão nas amostras através da avaliação da amplitude interquartil (IQR) e dos limites superior (L_{sup}) e inferior (L_{inf}) para identificação dos valores outliers (SHIMAKURA, 2012). Esses itens são calculados por:

$$IQR = Q_3 - Q_1$$

$$L_{sup} = \bar{x} + 1{,}5 * IQR$$

$$L_{inf} = \bar{x} - 1{,}5 * IQR$$

Em que:

IQR: amplitude interquartil;

Q_3: quartil 3;

Q_1: quartil 1;

L_{sup}: limite superior;

L_{inf}: limite inferior;

$\bar{x}$: média.

3.4.2 Teste de Shapiro-Wilk

Este teste foi executado para avaliar se as amostras apresentavam distribuição normal, condição fundamental para a aplicação da Análise de Variância (ANOVA) e Teste de Tukey (BIZ *et al.*, 2020). Para tal é calculado o valor de W.

$$W = \frac{b^2}{\sum_{i=1}^{n}(x - \overline{x})^2}$$

Em que:

$$b = \sum_{i=1}^{k} a_{n-i+1}(y_{n-i+1} - y_i)$$

sendo os valores de a_{n-i+1} tabelados.

Os valores W calculados são comparados com os valores W críticos tabelados para o nível de significância (α) considerados (neste caso 0,05), e se W>Wα considera-se que a amostra provém de uma população normal.

3.4.3 ANOVA

A análise de variância (ANOVA) é utilizada para verificar se existe diferença real entre as médias observadas. Neste sentido, ela foi utilizada para testar estatisticamente a igualdade entre as médias de dois traços distintos (em combinações dois a dois) e para verificar se para um mesmo traço, ao longo do tempo, houve variação significativa nos resultados.

Para o cálculo da ANOVA assumem-se duas hipóteses iniciais:

H_0: hipótese nula, as médias populacionais são iguais;

H_1: hipótese alternativa, as médias populacionais são diferentes, ou ao menos uma das médias é diferente das demais.

Para o ANOVA é preciso calcular a Soma de Quadrados Total (SQT), a Soma de Quadrados Dentro do Grupo (SQD) e a Soma de Quadrados Entre Grupos (SQE) (SHIMAKURA, 2005). Estes elementos são calculados da seguinte forma:

$$SQT = \sum (x_i - \bar{x})^2$$

Em que:

x_i: valor analisado.

$\bar{x}$: média global.

$$SQD = \sum_{gp1} (x_i - \bar{x}_{k1})^2 + \sum_{gp2} (x_i - \bar{x}_{k2})^2 + \cdots + \sum_{gpn} (x_i - \bar{x}_{kn})^2$$

Em que:

gp: grupo analisado;

x_i: valor analisado;

$\bar{x}_k$: média do grupo analisado.

$$SQE = n_{k1}(\bar{x}_{k1} - \bar{x})^2 + n_{k2}(\bar{x}_{k2} - \bar{x})^2 + \cdots + (\bar{x}_{kn} - \bar{x})^2$$

Em que:

n_k: número de elementos do grupo analisado;

$\bar{x}$: média global.

A partir destes valores são calculados os valores dos quadrados médios:

$$s_1{}^2 = \frac{SQE}{m-1}$$

$$s_2{}^2 = \frac{SQD}{N-m}$$

Em que:

m: número de grupos;

N: tamanho amostral total.

Finalmente, é calculada a estatística do teste:

$$F = \frac{s_1{}^2}{s_2{}^2}$$

Este valor de F é então comparado com o $F_{crítico}$ tabelado para o valor de significância considerado. Caso o F seja maior que $F_{crítico}$ a hipótese H_1 é válida, ou seja ao menos uma das médias é diferente das demais. Se o F for menor que o que $F_{crítico}$ a hipótese H_o é válida, ou seja, não há diferenças entre as médias populacionais.

Nas análises comparando dois traços foi utilizada a ANOVA com dois fatores e repetição. A verificação em dois fatores foi realizada para identificar se o tipo de traço e a idade do ensaio são fatores influentes na diferença entre médias e a análise com repetição foi realizada por serem 3 ou 4 amostras por idade/traço. Já nas análises de um traço foi realizada a análise de um único fator (idade do ensaio).

3.4.4 Teste de Tukey

Este teste foi executado para as análises em que a ANOVA indicou haver diferença significativa dentre os resultados comparados. Como o teste faz comparações duas a duas ele permite identificar as idades em que houve diferença significativa, para as argamassas ou pastas avaliadas.

O teste é realizado a partir da Diferença Mínima Significativa (DMS), calculada por (DIAS, 2020):

$$DMS = q * \sqrt{\frac{SQD}{n}}$$

Em que:

SQD: Soma de Quadrados Dentro do Grupo;

q: valor tabelado, em função do número de grupos e grau de liberdade do resíduo;

n: número de repetições por amostra.

Em seguida o DMS é comparado com o módulo da diferença das duas médias que estão sendo comparadas. Se o módulo for maior que o DMS a diferença entre as duas médias analisadas é significativa.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção estão apresentados os resultados para a caracterização dos materiais, os estudos em pastas de cimento e os estudos das argamassas.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

A caracterização do cimento, dos agregados, dos aditivos e da nanosílica está apresentada nos itens subsequentes.

4.1.1 Cimento

As propriedades do cimento Portland do tipo V utilizado estão descritas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – PROPRIEDADES DO CIMENTO

Propriedades Mecânicas				**Propriedades Químicas**		
Características		**Valor obtido**	**Exigências da NBR 16697/2018**	**Características**	**Valor obtido**	**Exigências da NBR 16697/2018**
Resistência à compressão (MPa)	1 dia	**27,2**	≥14,00	Al_2O_3 (%)	4,50	-
	3 dias	**32,2**	≥ 24,00	SiO_2 (%)	19,10	-
	7 dias	**40,5**	≥ 34,00	Fe_2O_3 (%)	2,90	-
	28 dias	-	-	CaO (%)	61,30	-
Propriedades Físicas				MgO (%)	2,80	≤ 6,50
Massa Específica (g/cm³)		3,08	-	SO_3 (%)	3,50	≤ 4,50
Expansão a quente (mm)		0	≤ 5,00	Perda ao Fogo (%)	4,03	≤ 4,50
Tempo de Pega	Início (h:min)	03:20	≥ 1:00	CaO Livre (%)	0,79	-
	Fim (h:min)	05:25	≤10:00	Resíduo Insolúvel (%)	0,98	≤ 1,00
Consistência normal (%)		29,9	-	K_2O (%)	0,70	-
Finura Blaine (cm²/g)		4.720	≥3.000	Na_2O (%)	0,20	-
Resíduo peneira #200 (%)		0	≤ 6,00	Na_2Oeq. (%)	0,66	-
Resíduo peneira # 325 (%)		0,3	-	Expansibilidade em autoclave (%)	-	< 0,2 (ASTM, 2018b)

Na2Oeq. = 0,658.K2O+Na2O

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Os teores de sulfatos e aluminatos do cimento são fundamentais para a ocorrência da DEF. No caso do cimento utilizado, o teor de SO_3 foi inferior aos 4,50% previstos em norma, entretanto alguns autores indicam que este teor deveria ser idealmente inferior a 2,6% (LCPC, 2007), para evitar a disponibilidade de sulfatos na matriz para que a reação ocorra. Além disso a relação SO_3/Al_2O_3 e $(SO_3)^2/Al_2O_3$ também exercem influência na DEF, devendo ser idealmente inferiores à 0,5 e 2,0, respectivamente (HEINZ; LUDWIG, 1987 *apud* BRUNETAUD, 2005; TOSUN; BARADAN, 2010). No cimento utilizado, tais taxas foram de, 0,78 e 2,72, respectivamente, estando acima dos limites recomendados. É importante salientar que apesar da variação nestes limites indicados pela literatura, é recomendada a adoção dos menores valores em favor da segurança das estruturas.

Outro aspecto relativo, a finura do cimento, também está relacionada com a DEF, sendo a expansão maior quanto maior a superfície específica do cimento utilizado, devido à maior velocidade na hidratação, podendo provocar elevação na temperatura (KELHAM, 1996; SALGUES, 2013). De acordo com os estudos realizados por Kelham (1996), cimentos com finura a partir de 4500 cm²/g apresentaram potencial de expansão superior a 4%, quando curados a 90ºC para indução da DEF.

4.1.2 Agregados

Nesse estudo foram empregados, concomitantemente, dois agregados combinados de forma a representar um traço de concreto testado previamente, conforme já informado no item 3.1.2.

Os detalhes da composição mineralógica e petrográfica das areias são apresentados no Anexo 1. Os agregados foram caracterizados como potencialmente inócuos, segundo a sua composição (LACTEC, 2018; FURNAS 2019).

Os resultados de expansão e curva granulométrica de ambas as areias são apresentados no Anexo 1 e as suas características principais são apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – CARACTERÍSTICAS PRINCIPAIS DOS AGREGADOS

	Absorção média (%)	Massa específica média (g/m³)	Teor de pulverulentos médio (%)	Teor de argila em torrões e materiais friáveis da amostra
Areia AN	1,20	2,60	0,70	0,04
Areia AB	0,6	2,64	0,70	-

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

4.1.3 Aditivos

As características do aditivo redutor de viscosidade foram fornecidas pelo fabricante, e estão apresentadas na Tabela 4.3, enquanto as características do aditivo polifuncional são apresentadas na Tabela 4.4.

Tabela 4.3 – CARACTERÍSTICAS DO ADITIVO REDUTOR DE VISCOSIDADE

Característica avaliada	**Resultado**
pH	4,50 – 6,50
Massa específica (g/cm^3)	1,060 – 1,115

FONTE: Fabricante (2017)

Tabela 4.4 – CARACTERÍSTICAS DO ADITIVO POLIFUNCIONAL

Característica avaliada	**Resultado**
pH	7-9
Densidade (g/cm^3)	1,121 – 1,161
Teor de sólidos (%)	34,0 – 37,6

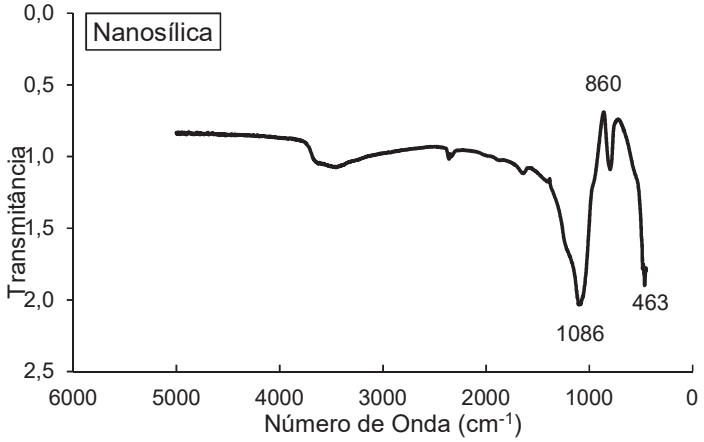
FONTE: Fabricante (2019)

4.1.4 Nanosílica

O espectro obtido a partir da análise de FTIR da nanosílica é apresentado na Figura 4.1. Foram visualizadas bandas em torno de 1100 cm^{-1}, 750 cm^{-1} e 450 cm^{-1}, típicas da sílica, que foram atribuídas às vibrações de onda relativas à superfície de grupos silanol ligados a moléculas de água (SiO–H–H_2O). As vibrações por volta de 1100 cm^{-1} foram atribuídas ao alongamento assimétrico da ligação Si-O, e por volta de 750 cm^{-1} estão relacionadas com o alongamento simétrico dessa mesma ligação. Já a banda em torno de 450 cm^{-1} é atribuída às vibrações de flexão da ligação O-Si-

O (SÁEZ DEL BOSQUE *et al*.,2014; JAFARI *et al.,* 2014). Esses resultados indicaram que o componente principal do colóide era de fato a nanosílica.

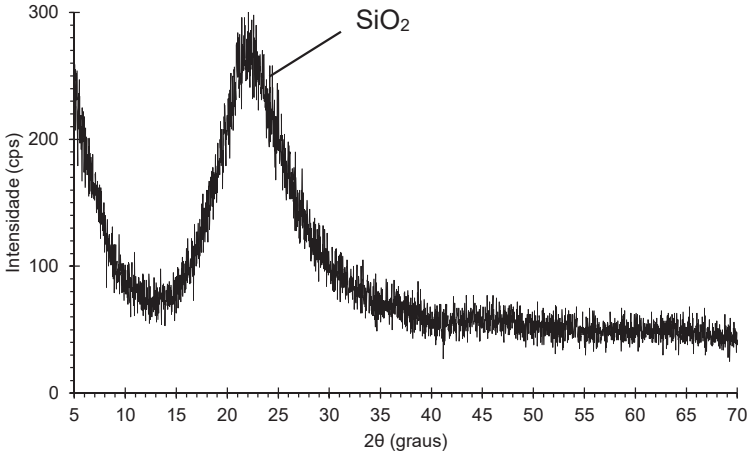
Figura 4.1 - ESPECTRO FTIR DA NANOSÍLICA INDICANDO BANDAS CARACTERÍSTICAS DA SÍLICA



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

A análise por DRX da nanosílica indicou baixo grau de cristalinidade, da ordem de 62% obtido pela análise do software DIFFRAC.EVA, e o seu difratograma é apresentado na Figura 4.2. Observa-se a ausência de picos cristalinos na amostra, e apenas um halo amorfo em 2θ de 22º relacionado à sílica, indicando ser um material com potencial pozolânico, por não ser cristalino.

Figura 4.2 - ESPECTRO DRX DA NANOSÍLICA



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

4.2 ESTUDOS EM PASTAS DE CIMENTO

Nesta seção serão apresentados os resultados dos estudos realizados para a caracterização mecânica e físico-química das pastas de cimento, realizada ao longo do estudo.

4.2.1 Caracterização mecânica das pastas de cimento

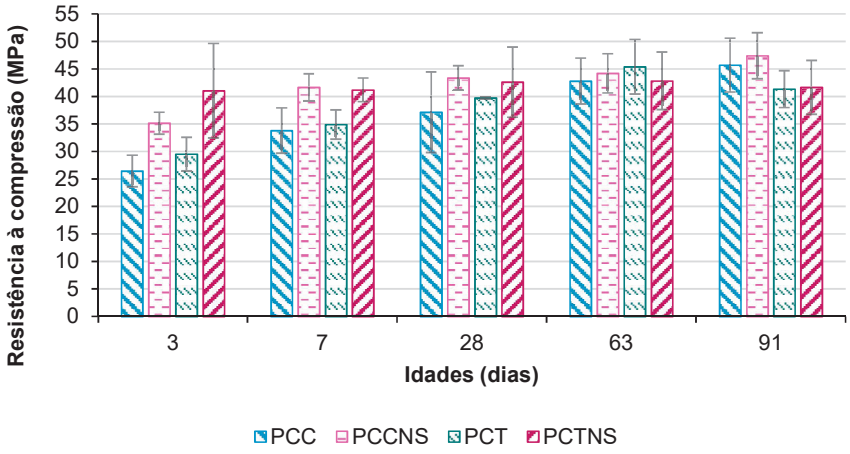
Os resultados de resistência à compressão das pastas de cimento estão apresentados na Figura 4.3. Foi possível observar uma tendência de crescimento das resistências ao longo do tempo para todos os traços e idades. Esse incremento foi maior para o PCC, com 73% em média, e menor para o PCTNS, com apenas 2% em média, no comparativo entre 3 e 91 dias. A mesma tendência regular de crescimento até os 91 dias foi observada em nos trabalhos desenvolvidos por Melo (2010) e Aqel; Panesar (2018). É possível ver uma tendência de redução da resistência aos 91 dias nos traços curados termicamente. Essa queda foi de 3% para o traço PCTNS e 10% para o traço PCT, em média. Isso é um indicativo do início de um processo de degradação da matriz que se mostrou menos proeminente para o traço com nanoadição.

Apesar das tendências observadas, a análise de variância não indicou diferenças significativas ao serem comparados os diferentes traços, em cada idade. A tabela completa com os resultados da ANOVA para os resultados de pasta é apresentada no Apêndice A. Foi possível observar ainda que os desvios padrão foram da ordem de 4 MPa, em média, sendo maior para os traços PCTNS e PCC, chegando a 8,58 MPa na idade 3 dias, para o traço PCTNS. O teste de Tukey demonstrou diferença significativa entre o comparativo de 3 e 63 dias e 3 e 91 dias para os traços PCC, PCT e PCCNS. Ao comparar as idades de 3 e 28 dias, apenas os traços PCT e PCCNS apresentaram diferença significativa. No comparativo entre 3 e 63 dias o traço PCC apresentou acréscimo de 62% na resistência à compressão, enquanto o PCT apresentou 54% e o PCCNS 26%. Comparando-se um período maior, de 3 a 91 dias, o traço PCC apresentou aumento de 73% na enquanto o PCCNS apenas de 35%. Apesar do traço PCT apresentar redução de 4 MPa, em média, na resistência mecânica entre 63 e 91 dias este decréscimo não se mostrou significativo no teste de

Tukey. Todas as comparações desse teste são também apresentadas no Apêndice A.

É importante ressaltar que, embora estatisticamente os resultados não tenham apresentado variação significativa que indicassem a DEF, a tendência observada sugere uma probabilidade de ocorrência deste processo de degradação em idades mais avançadas. Para a confirmação dessa hipótese, os ensaios microestruturais apresentados mais adiante foram fundamentais.

Figura 4.3 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL DAS PASTAS DE CIMENTO



FONTE: A autora (2020)

Os resultados de velocidade de propagação de onda ultrassônica estão apresentados na Figura 4.4. É possível observar que os resultados dos corpos de prova submetidos à cura térmica foram, em média, 5,5% inferiores àqueles submetidos ao processo de cura convencional. Este resultado foi similar ao observado por Melo (2010), que obteve uma redução de aproximadamente 8% para seus corpos de prova curados termicamente, que justificou essa redução pelo fato da cura térmica resultar em uma estrutura menos densa, por falta de umidade durante o processo.

Essa diferença entre os dois tipos de cura, apesar de apontar que há diferenças na matriz, não indica piora na qualidade da matriz, que seria considerada como boa ou ótima (RINCON *et. al*, 1998), conforme apresentado na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - CORRELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA E QUALIDADE DA MATRIZ

Velocidade de propagação da onda ultrassônica (m/s)	**Qualidade da matriz**
V > 4500	Excelente
3500 < V < 4500	Ótima
3000 < V < 3500	Boa
2000 < V < 3000	Regular
V < 2000	Ruim

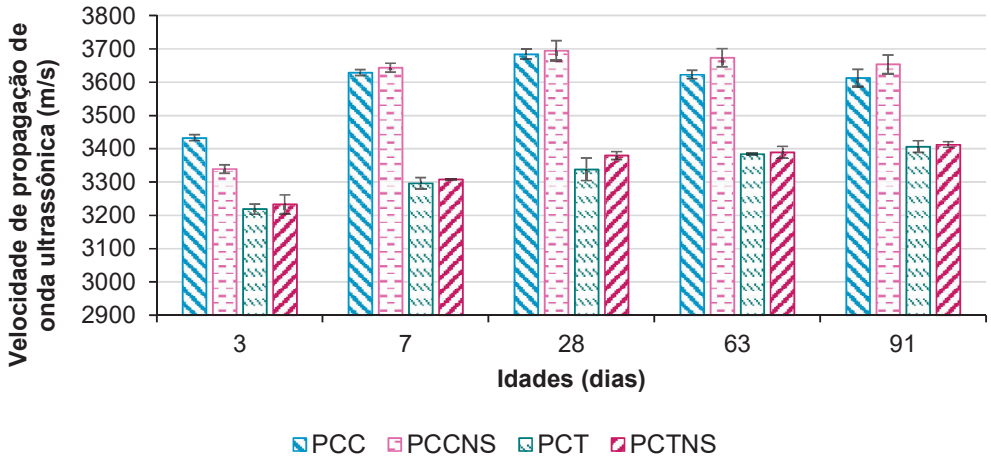
FONTE: Rincon *et. al* (1998)

Segundo a ANOVA, no presente trabalho, a única comparação entre traços que não apresentou diferença significativa foi entre os traços PCT e PCTNS. Essa ausência de variação indicou que até os 91 dias a nanosílica não se apresentou eficiente a ponto de mostrar um comportamento significativamente distinto em relação à amostra de referência, em cura térmica. Esse resultado pode estar atrelado à atividade pozolânica mais lenta da nanoadição, que se intensificaria em idades mais avançadas (HOPPE FILHO; CINCOTTO, 2008).

A ANOVA indicou também diferenças da velocidade de propagação de onda ultrassônica ao longo do tempo para um mesmo traço, e o teste de Tukey reforçou as diferenças na maioria das idades. Os comportamentos observados se devem à densificação das matrizes cimentícias ao longo do tempo e acompanha o crescimento das resistências à compressão. Entretanto, ao longo do tempo, ainda não foram observadas tendências que pudessem indicar alterações em decorrência da DEF, como a diminuição significativa da velocidade de propagação ultrassônica decorrente da deterioração da matriz (COSTA; 2004).

Foi efetuada uma tentativa de correlação entre os resultados de velocidade de propagação de onda ultrassônica e resistência à compressão axial, entretanto como o R^2 foi inferior a 0,7 esses resultados não são apresentados.

Figura 4.4 - VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA DAS PASTAS



FONTE: A autora (2020)

4.2.2 Inspeção visual

Por meio da inspeção visual aos corpos de prova de pasta, dos 3 aos 91 dias, não foi possível identificar superficialmente danos visíveis, como fissuras ou neoformações, como pode ser observado na Figura 4.5. Não houve alterações vísiveis a olho nu, seja pelo surgimento de fissuras ou de neoformações, durante todo o período analisado. Esse resultado foi similar ao obtido por Melo (2010) que também não observou modificações visíveis a olho nu nas matrizes ao longo do tempo, apesar de visualizar manifestações microestruturais da DEF, constatadas por MEV/EDS.

Figura 4.5 - PCT: (A) 3 DIAS E (B) 91 DIAS



(A) (B)

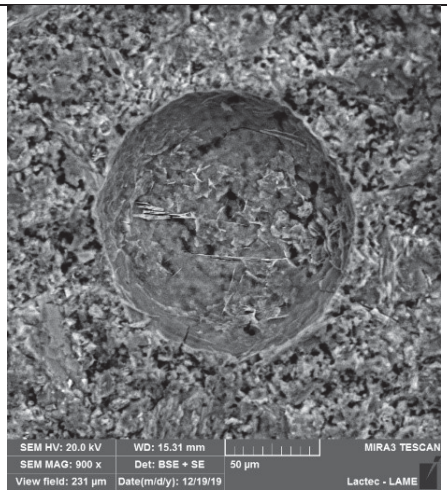
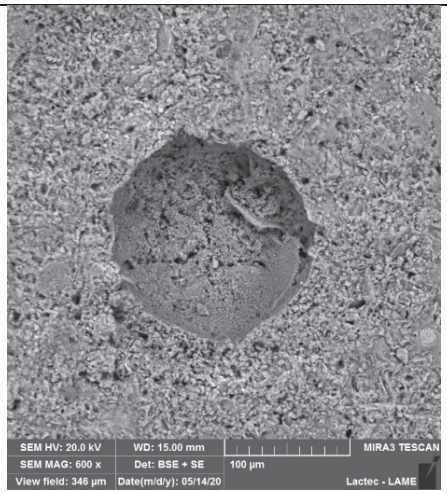
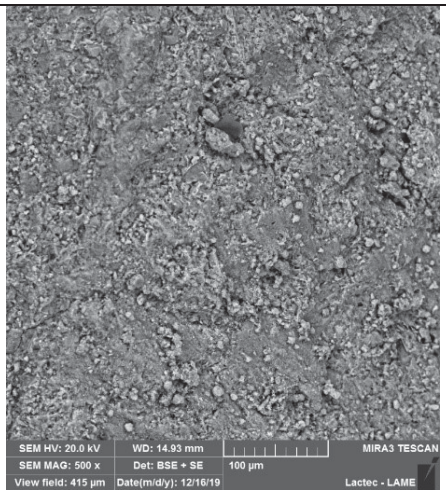
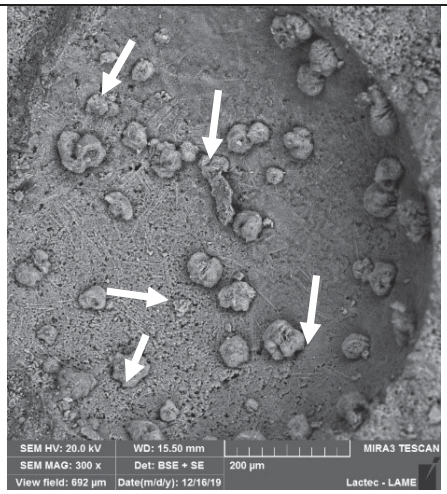
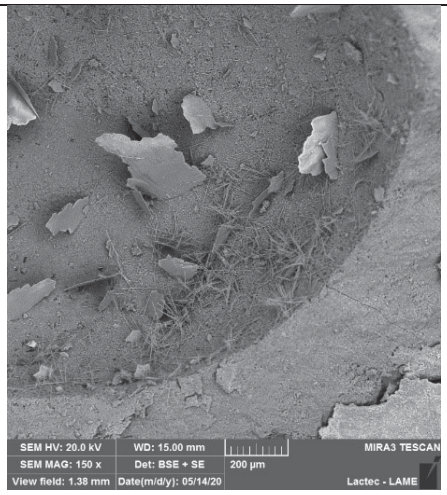
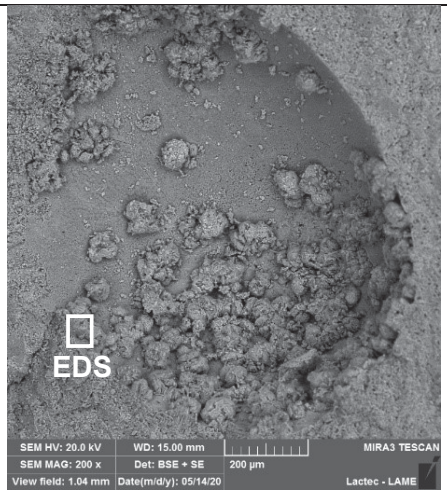
FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

4.2.3 Caracterização físico-química das pastas de cimento

No Quadro 4.1 são apresentadas algumas imagens de MEV para os traços PCC e PCT, ou seja, cura convencional e térmica, ambos sem nanosílica. Aos 7 dias foi possível visualizar poros íntegros, com presença de portlandita e etringita primária, para as duas condições. Entretanto, aos 28 dias, para o traço PCT, já foi possível observar pontos de etringita na superfície do poro, característica que se evidenciou aos 91 dias. Esse resultado corrobora a hipótese de que a queda na resistência mecânica, apresentada em 4.2.1, decorre do início do processo de formação de etringita tardia na matriz.

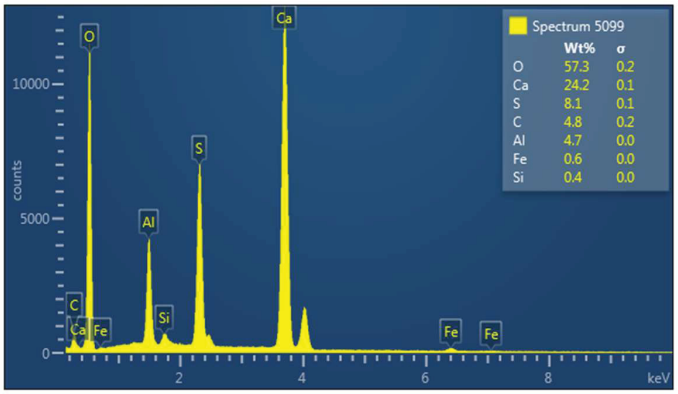
Na Figura 4.6 está apresentado o EDS de um ponto apontado como etringita no poro. No espectro, foi possível visualizar os picos de cálcio, enxofre e alumínio, característicos da etringita. Resultados similares foram obtidos por Melo (2010) e por Schovanz (2019) que visualizaram, por meio do MEV, formações de etringita tardia a partir dos 140 dias (em pastas) e 28 dias (em concretos), respectivamente.

Quadro 4.1 - MEV DAS PASTAS SEM NANOSÍLICA DE 7 A 91 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM OS CRISTAIS DE DEF

Idades	PCC	PCT
7 dias		
28 dias		
91 dias		

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Figura 4.6 - EDS PCT 91 DIAS

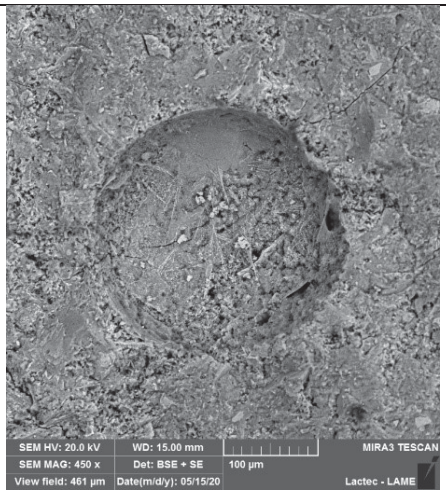
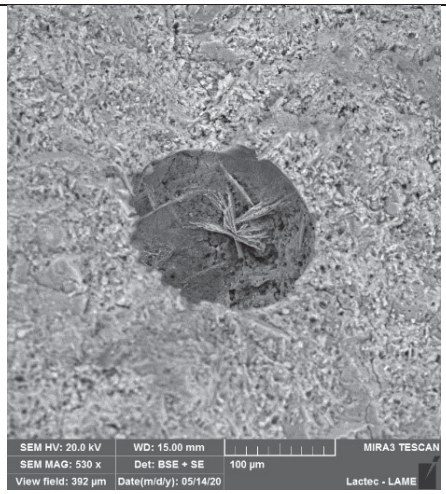
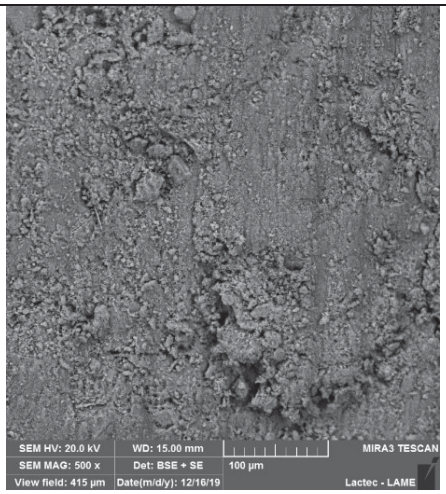
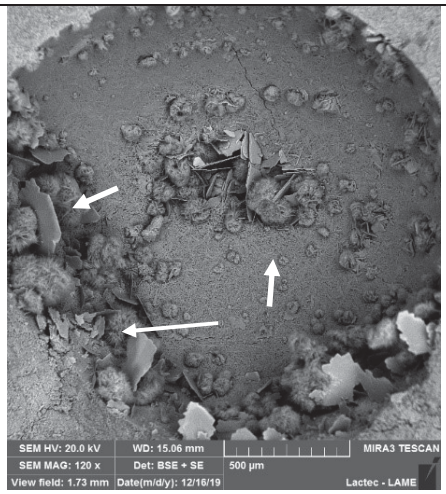
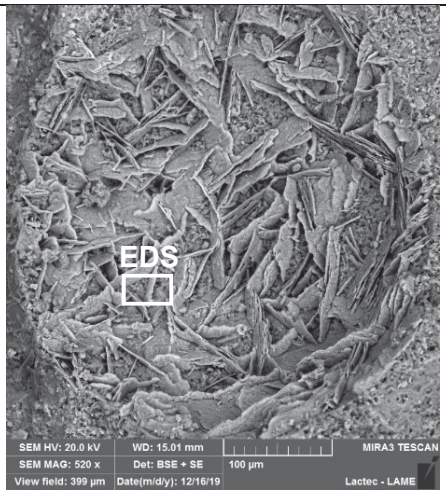
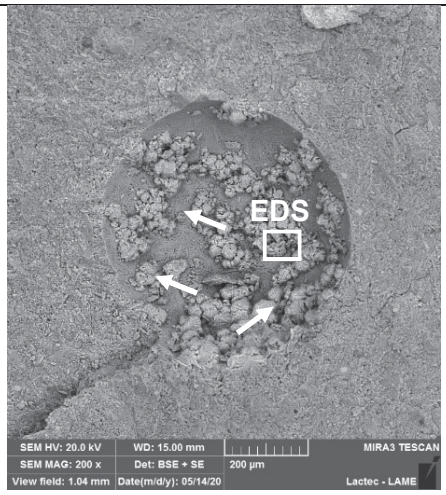


FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

No Quadro 4.2 são apresentadas algumas imagens de MEV para os traços PCCNS e PCTNS, ou seja, cura convencional e térmica, com adição de nanosílica. Até os 7 dias, foram identificados visualmente apenas os produtos normais de hidratação. A partir dos 28 dias, e mais pronunciadamente aos 91 dias, há a presença de alguns pontos sugestivos da etringita secundária nos poros, corroborados pelo EDS (Figura 4.7) que indicou a presença de cálcio, enxofre e alumínio, apesar de não serem picos tão pronunciados em virtude da localização do poro e do detector. Para efeito comparativo, é apresentado na Figura 4.8 o espectro por EDS do traço PCCNS, onde não foram visualizados pontos de DEF e não houve a presença de enxofre, apenas de produtos de hidratação e, nesse caso, da portlandita e o C-S-H.

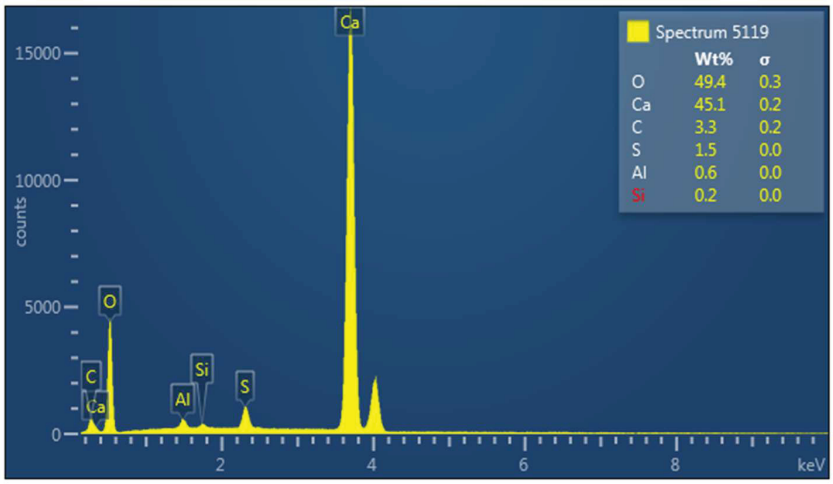
As imagens microestruturais acompanhadas das análises por EDS indicam início de formação de etringita tardia nos corpos de prova curados termicamente independente da adição ou não de nanosílica. Entretanto os poros foram visualizados levemente preenchidos pelas neoformações, justificando não haver alterações sensíveis nas propriedades mecânicas das pastas ou nas características visuais dos corpos de prova.

Quadro 4.2 - MEV DAS PASTAS COM NANOSÍLICA DE 7 A 91 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM OS CRISTAIS DE DEF

Idades	PCCNS	PCTNS
7 dias		
28 dias		
63 e 91 dias	 *63 dias	 *91 dias

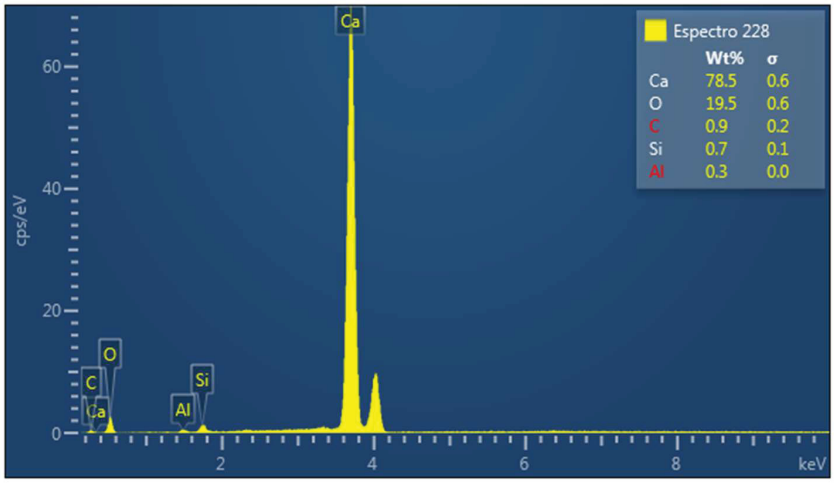
FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Figura 4.7 - EDS DO TRAÇO PCTNS 91 DIAS



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Figura 4.8 - EDS DO TRAÇO PCCNS 63 DIAS



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

4.3 ESTUDOS EM ARGAMASSAS

Nesta seção, serão apresentados os resultados dos estudos envolvendo a caracterização mecânica e físico-química das argamassas, realizados ao longo do tempo.

4.3.1 Caracterização mecânica das argamassas

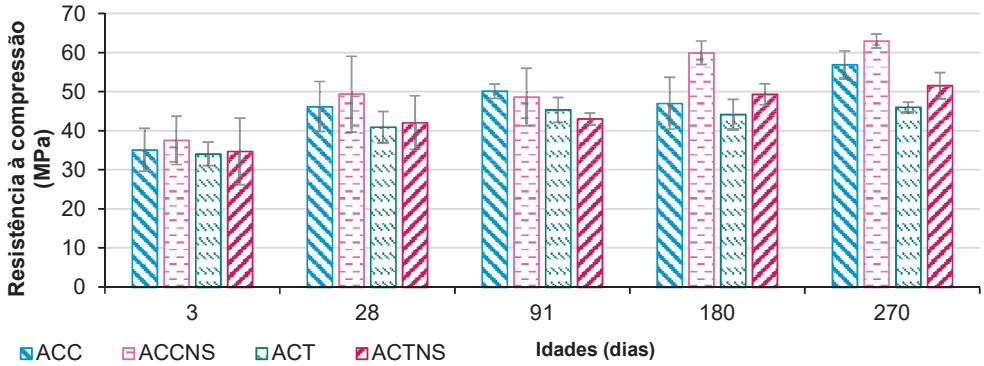
A resistência à compressão axial das argamassas ao longo do tempo está apresentada na Figura 4.9. Os resultados mostraram algumas diferenças ao serem comparadas as idades de 3 e 180 dias e 3 e 270 dias. Para o traço ACC e ACT o incremento de resistência médio entre 3 e 180 dias foi aproximadamente 30%. Entretanto para as idades de 3 e 270 dias, enquanto o traço ACC apresentou aumento de resistência de 62%, o traço ACT teve um incremento de apenas 35%. Já os traços com a nanoadição apresentaram incremento de resistência em torno de 67% para a comparação de 3 a 270 dias, independente da cura térmica.

Os corpos de prova que não foram curados termicamente apresentaram resistências maiores, em média. A diferença média entre o traços ACC e ACT foi de 10% e, entreACCNS e ACTNS, de 14%. Ressalta-se o incremento de resistência do traço ACCNS a partir dos 180 dias, em comparação com as idades anteriores, de 23% no comparativo entre 91 e 180 dias. Isso pode ser resultante da reação pozolânica da nanosílica a longo prazo. Já nos corpos de prova curados termicamente, independente da adição de nanomaterial, houve um crescimento mais estável de resistência, sem picos acentuados. Isso pode indicar que a cura térmica acelerou a reação pozolânica da nanosílica, não ocasionando aumentos abruptos da propriedade nas idades avançadas.

Comparativamente, Schmalz (2018) obteve um incremento de resistência de cerca de 120% comparando as idades 1 e 28 dias de um traço com adição de 1% de nanosílica. Nesse mesmo estudo, Schmalz (2018) avaliou o teor de 10% de nanoadição e obteve incremento de cerca de 200%, comparando-se 1 e 28 dias. A combinação de 10% de sílica ativa com 2,5% de nanoadição foi avaliada por Schmalz *et al.* (2017) e resultou em um incremento de resistência ao longo do tempo de cerca de 160%, no comparativo de 1 e 28 dias (SCHMALZ, 2018).

Apesar dos comportamentos discutidos anteriormente, a análise de variância não indicou haver diferenças significativas entre os traços, apenas diferenças ao longo do tempo em um mesmo traço.

Figura 4.9 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL DAS ARGAMASSAS

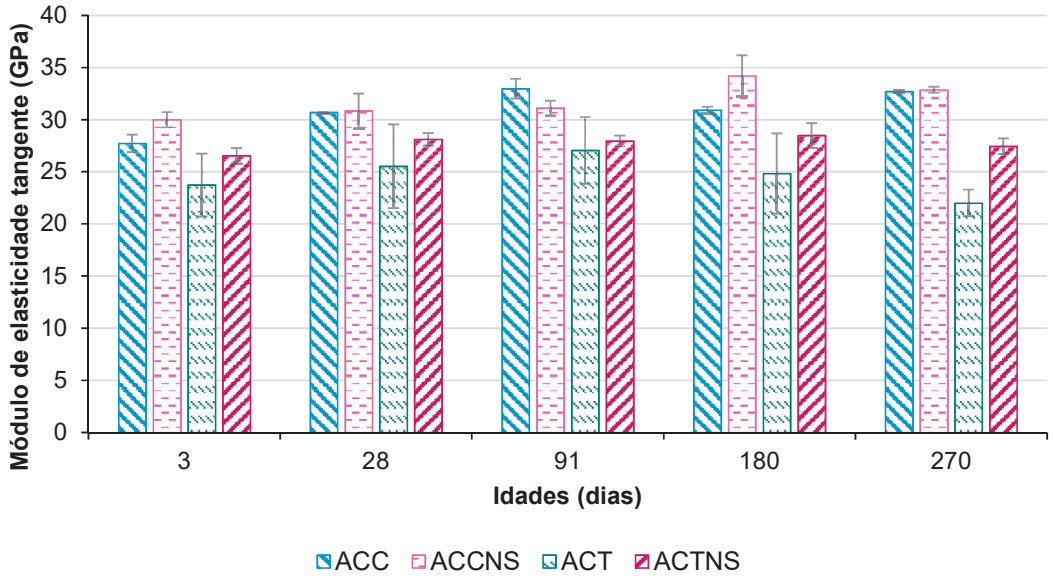


FONTE: A autora (2020)

Em relação ao módulo de elasticidade, apresentado na Figura 4.10, o comportamento se assemelhou ao da resistência à compressão. Porém, não houve tão acentuada variação até os 270 dias, com exceção do traço sem nanoadição, que foi submetido à cura térmica. Para este traço, foi verificada uma redução de cerca de 20% se comparados os resultados aos 91 e 270 dias, podendo sugerir a ocorrência da DEF, pois, segundo Diamond (1996) há redução do módulo de elasticidade da matriz em idades mais avançadas. Uma redução acentuada do módulo de elasticidade por volta dos 90 dias também foi verificada por Nguyen *et al.* (2013), que indicaram estar relacionada com a aceleração da expansão das argamassas analisadas.

Pela ANOVA foi indicado haver diferença significativa entre as idades para os traços ACT e ACCNS. No comparativo entre traços, pela análise de variância verificou-se haver diferenças significativas entre os traços ACTNS-ACT e ACC-ACT e no Teste de Tukey, constatou-se diferença significativa entre praticamente todas as idades nesses traços, com exceção apenas da comparação de 91 dias de ACTNS-ACT.

Figura 4.10 - MÓDULO DE ELASTICIDADE DAS ARGAMASAS



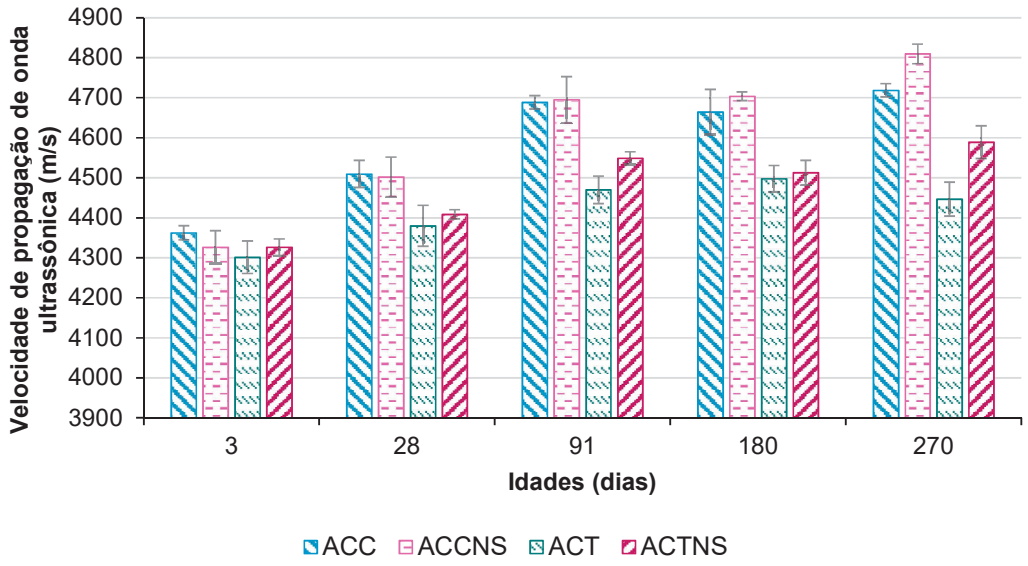
FONTE: A autora (2020)

A velocidade de propagação de ondas ultrassônicas apresentou a mesma tendência observada nos corpos de prova de pastas, em que os que foram submetidos à cura térmica apresentaram valores inferiores aos que foram submetidos à cura convencional. Segundo Neville (1997), quando matrizes cimentícias são submetidas à cura térmica sua microestrutura é formada mais rapidamente, porém apresenta maior porosidade e partículas de cimento não hidratado, podendo resultar em menores valores de propagação de onda ultrassônica, devido à maior quantidade de vazios. Esses resultados foram semelhantes aos obtidos por Melo (2010), que obteve valores cerca de 10% inferiores para seus CPs que passaram por cura térmica.

Observou-se, ainda, uma tendência de crescimento ao longo do tempo para as argamassas em cura convencional; já para aquelas submetidas ao ciclo térmico, a partir de 91 dias isso não ocorreu (Figura 4.11), podendo indicar que o processo de hidratação e densificação da matriz nos corpos de prova submetidos à cura térmica finalizaram antes.

A análise de variância permitiu identificar que houveram diferenças significativas ao longo do tempo para a velocidade de propagação de onda ultrassônica para todos os traços. O comparativo entre traços também indicou haver diferenças significativas para todos os pares analisados, para pelo menos uma idade, conforme apresentado detalhadamente no Apêndice B.

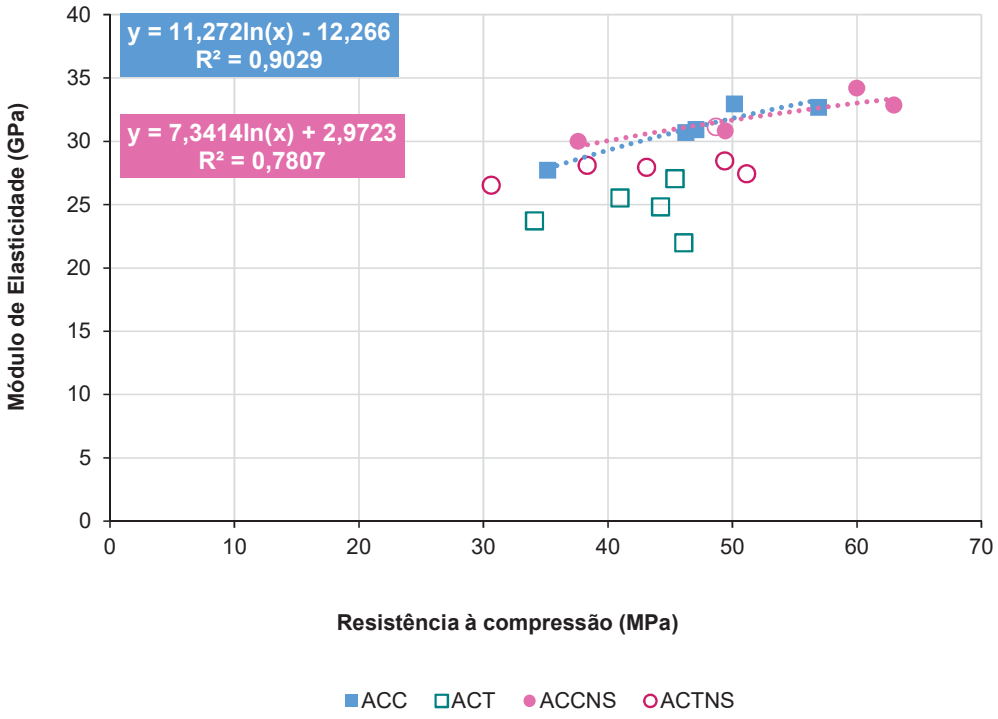
Figura 4.11 - VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA DAS ARGAMASSAS



FONTE: A autora (2020)

A partir de uma análise comparativa entre as propriedades medidas, constatou-se haver correlação entre o módulo de elasticidade e a resistência à compressão apenas para os traços estocados em câmara úmida, conforme está apresentado na Figura 4.12. Nos traços que foram submetidos a cura térmica, não houve correlação devido, provavelmente, às alterações microestruturais em decorrência das reações por DEF, que causam microfisurações, afetando o módulo de elasticidade.

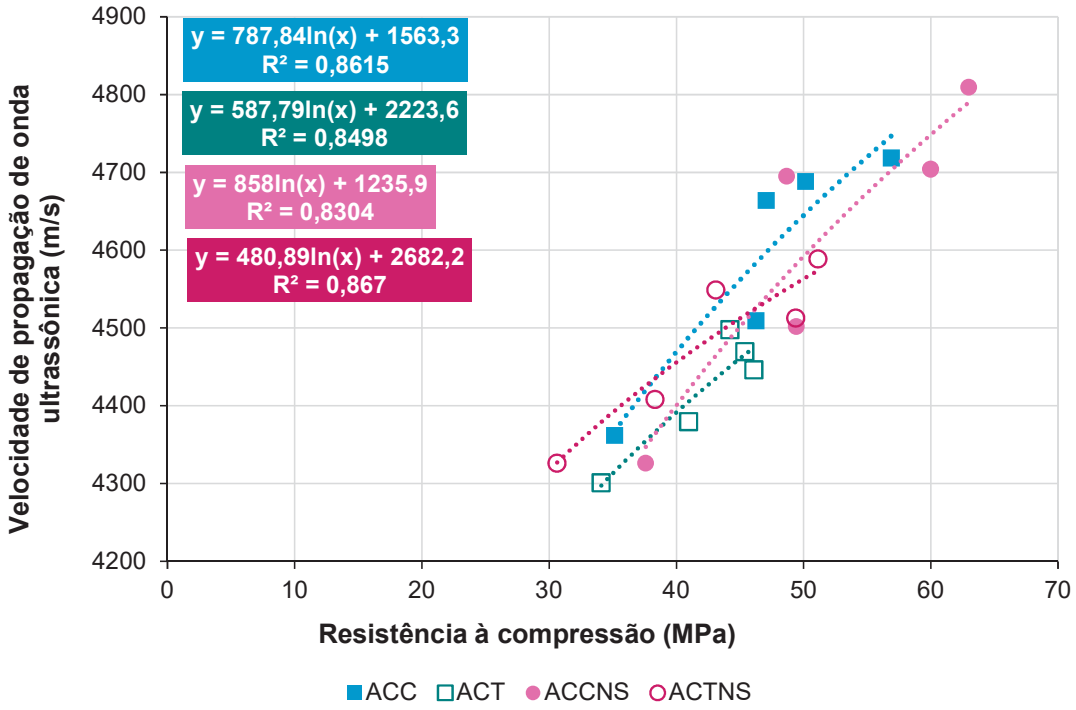
Figura 4.12 - CORRELAÇÃO ENTRE MÓDULO DE ELASTICIDADE E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO



FONTE: A autora (2020)

A correlação entre a velocidade de propagação de onda ultrassônica e o módulo de elasticidade é de longa data conhecida (TRTNIK *et al.*, 2009) porém, no presente estudo não foram observadas boas correlações entre esses dois parâmetros. Já em relação à correlação entre resistência à compressão de matrizes cimentícias e velocidade de propagação de onda ultrassônica foram observados bons resultados no presente estudo , assim como em diversos trabalhos relatados na literatura (DEL RÍO *et al.*, 2004; TRTNIK *et al.*, 2009; GIHAD *et al.*, 2015; CARVALHO *et al.*, 2017). A relação entre essas duas propriedades se mostrou sensível e alguns pesquisadores sugerem, inclusive, modelos de estimativa da resistência mecânica a partir de resultados obtidos no ensaio de ultrassom (HAMID *et al.*, 2010). No caso do presente estudo, índices elevados de correlação foram obtidos a partir da comparação entre esses dois fatores, como pode ser observado na Figura 4.13. Entretanto não foi possível observar variações significativas nas correlações comparando-se os diferentes traços, de forma que não foi possível inferir alterações nessa correlação em virtude da DEF.

Figura 4.13 - CORRELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO ULTRASSÔNICA E RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

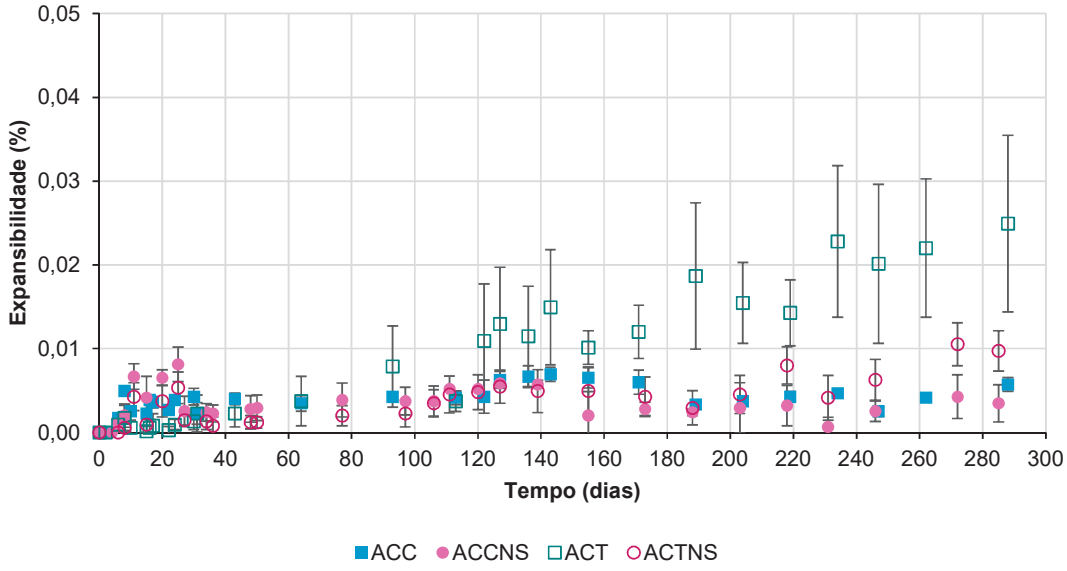


FONTE: A autora (2020)

4.3.2 Estudo da expansibilidade

As barras prismáticas de argamassa foram observadas até aproximadamente 270 dias, como pode ser visualizado na Figura 4.14. Foi possível constatar que o traço ACT (cura térmica, sem nanoadição) apresentou uma tendência de maior expansão (cerca de 4 vezes maior), em comparação com às demais, chegando a 0,026% aos 288 dias. As imagens de MEV indicam que essa expansão é devida ao início de um processo de degradação envolvendo a formação de DEF. Além disso, o grande desvio padrão no traço ACT, observado a partir da idade de 91 dias, pode também ser decorrente da DEF, pois esse processo causa alterações heterogêneas na matriz.

Figura 4.14 - EXPANSIBILIDADE DAS ARGAMASSAS



FONTE: A autora (2020)

Nos estudos de Schovanz (2019), a expansão média atingida foi de 1%, aos 252 dias, porém em concretos curados termicamente. Essa grande diferença pode estar atrelada às diferenças no processo de cura térmica bem como nas características dos cimentos e tipo de compósito. No estudo de Schovanz (2019) a cura se deu sob imersão e com a taxa de resfriamento diferente (10ºC/h), e houve variação na composição química do cimento. Em contrapartida, Melo (2010) obteve em situação “ataque” expansões em concreto próximas a 0,01% aos 270 dias com um cimento do tipo CP IV (contendo cinza volante). Expansões menores, de 0,006%, também foram observadas até os 91 dias no estudo de Schmalz (2018) ao analisar argamassas submetidas à cura térmica, com ataque interno de sulfatos (adição de sulfato na mistura, além da cura térmica) e cimento CP V. Nesta condição, os resultados de expansão para as argamassas sem nanosílica e com 10% de nanoadição foram similares. Entretanto, no mesmo estudo, Schmalz (2018) observou expansões de 0,02%, que resultaram na fissuração completa dos corpos de prova aos 42 dias para o traço de referência curado termicamente (sem adição de sulfato e nanosílica).

Ainda sobre a análise de expansões em argamassas, Zhang et al. (2002) investigaram a influência da composição do clínquer e da temperatura nas expansões de prismas. Esses autores variaram os teores de sulfato (0,07% a 2,5%), de álcalis

(0,22% a 1,15%) e de C_3A (0,4% a 15%), além da temperatura de cura (55ºC e 85ºC). De todas as variações testadas, nenhum prisma curado a 55ºC apresentou expansão, e o maior percentual foi de cerca de 1,7% aos 750 dias, para o cimento com 3,89% de SO_3, 1,15% de álcalis e 14,78% de C_3A (ZHANG *et al*., 2002). Neste estudo não foram visualizadas expansões antes dos 250 dias (ZHANG *et al*., 2002).

A análise estatística indicou haver variação significativa ao longo do tempo para todos os traços, com exceção do ACCNS. Na comparação entre traços, a ANOVA indicou diferenças significativas para o comparativo entre ACTNS-ACT, ACTNS-ACCNS e ACC-ACT. De acordo com o teste de Tukey, a diferença se deu nas idades de 189 dias (apenas para o ACC-ACT) e 288 dias (para os três grupos de comparação). Nota-se ainda que o desvio padrão foi maior para os corpos de prova curados termicamente, sendo em média 0,004% para o traço ACT, 0,002% para o traço ACTNS e 0,001% para os traços ACC e ACCNS. Possivelmente essa diferença se deu em virtude das alterações na matriz causada pela cura térmica (NEVILLE, 1997).

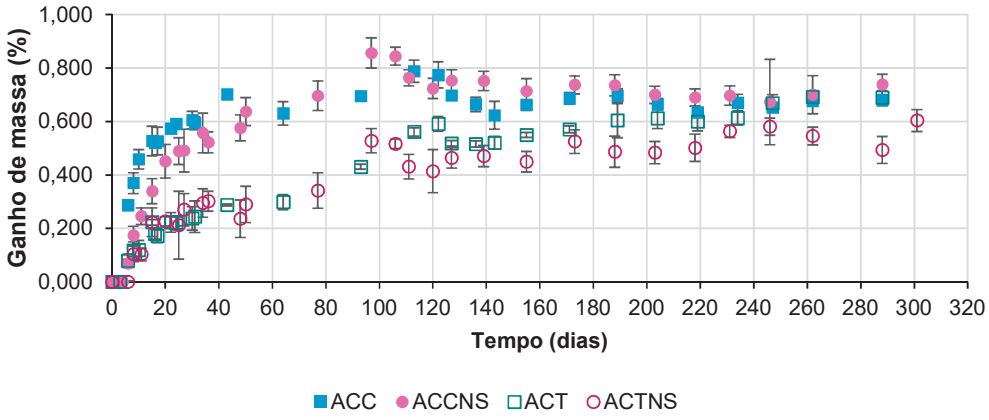
Quanto à variação de massa dos corpos de prova, apresentada na Figura 4.15, foi possível observar que apesar da tendência inicial de variação maior para os traços ACC e ACCNS, após os 120 dias todos os traços seguiram variações similares. Comparativamente, Melo (2010) obteve variações mais expressivas, da ordem de 1,1% aos 270 dias, para o concreto sob situação de ataque de DEF. A autora ressaltou, porém, que esse ganho de massa não se refletiu em danos ao compósito, uma vez que não houve expansão nem prejuízos no comportamento mecânico dos CPs. Ao contrário, Schovanz (2019) obteve ganhos de massa da ordem de 2,4% aos 252 dias (para concretos) e indicou a possibilidade desse aumento estar relacionado à DEF. Sobre argamassas, Zhang *et al.* (2002) identificaram que o traço responsável pela maior expansão foi o que apresentou maior variação de massa, chegando a cerca de 5% aos 750 dias.

Era esperado, segundo a literatura apontada, que os corpos de prova tivessem apresentado valor mais distinto de variação de massa para o traço ACT, seguindo a tendência da expansibilidade. Entretanto, como demonstrado por Zhang et al. (2002) essas variações tendem a ser mais acentuadas em idades mais avançadas, como de a partir de 500 dias.

A análise ANOVA indicou variação significativa ao longo do tempo para todos os traços. Além disso na comparação entre eles, houve diferença significativa entre

todas as combinações. Os traços mais distintos entre si foram o ACTNS-ACCNS que, de acordo com o Teste de Tukey, apresentaram diferença significativa nas idades 30, 93, 189 e 288 dias. O comparativo entre ACC-ACT também indicou diversas idades com diferença significativa, segundo o Teste de Tukey: 6, 30, 93 e 189 dias (Apêndice B).

Figura 4.15 – VARIAÇÃO DE MASSA DAS ARGAMASSAS

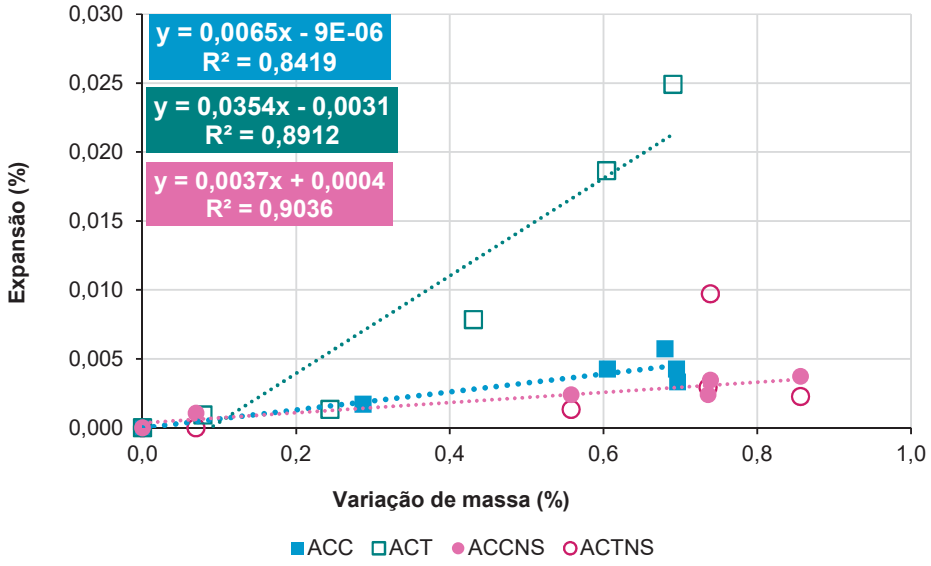


FONTE: A autora (2020)

De forma a entender melhor os comportamentos dos compósitos, os resultados obtidos foram analisados comparativamente. Para o traço ACT, embora a expansão cresça mais do que para os demais traços, a sua variação de massa se apresentou um pouco inferior. A correlação entre a expansibilidade e o ganho de massa médios dos corpos de prova está apresentada na Figura 4.16. Foi possível verificar que a correlação não foi válida apenas para o traço ACTNS e, analisando os gráficos individualmente, observou-se que esse traço, apesar de apresentar a segunda maior expansão média, apresentou o maior ganho de massa. De acordo com Melo (2010), o ganho de massa em corpos de prova curados termicamente seria maior pela perda de água no amassamento e consequente absorção de água após a submersão destes. Essa autora colocou ainda que o ganho de massa poderia estar relacionado com a formação e acomodação de produtos neoformados em processos químicos de degradação, como a DEF, justificando uma forte correlação entre a expansão e ganho de massa, de forma análoga, ao que também foi relatado por Schovanz (2019). Entretanto, como pode haver lixiviação dos produtos formados, é

importante correlacionar a expansão e a variação de massa com outros resultados, como ultrassom e resistência mecânica (MELO, 2010).

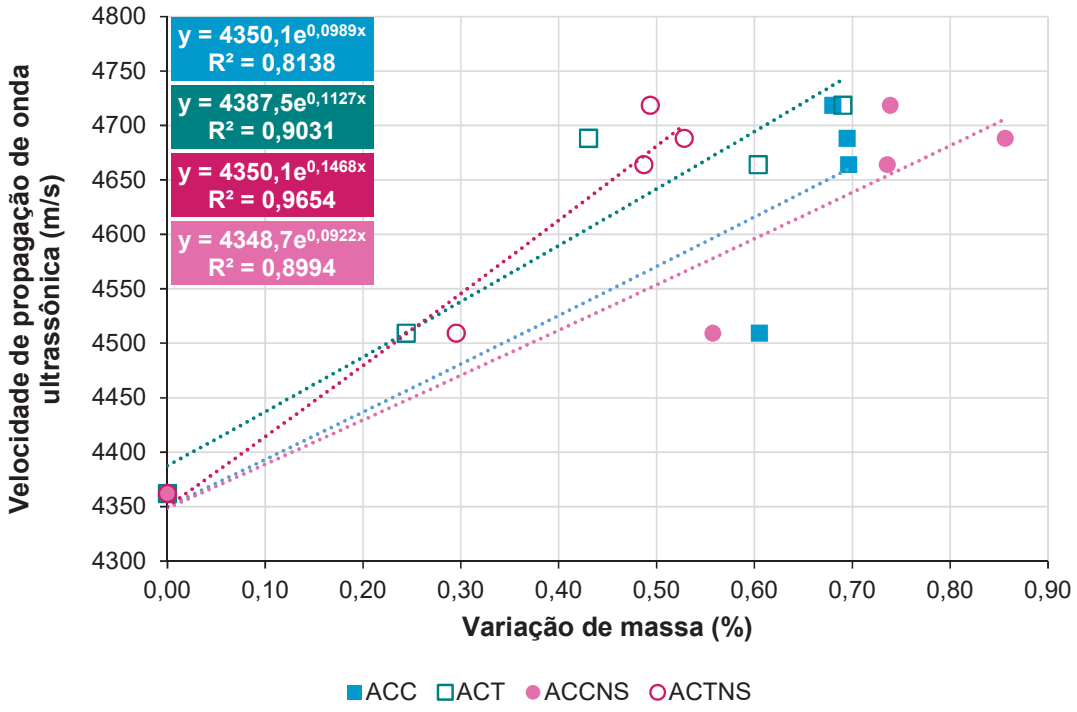
Figura 4.16 - CORRELAÇÃO ENTRE EXPANSÃO E VARIAÇÃO DE MASSA



FONTE: A autora (2020)

A correlação entre a velocidade de propagação de onda ultrassônica e o ganho de massa médios dos corpos de prova está apresentada na Figura 4.17. Foi possível verificar que uma boa correlação para todos os traços, indicando correspondência entre as características na matriz que influenciam nestes ensaios. Neste caso, a densidade da matriz exerceu papel fundamental em ambos os ensaios, pois quanto mais o corpo de prova se densificou, maior foi a velocidade de propagação da onda. Correlação similar foi realizada por Zhang *et al.* (2002) que obtiveram um índice R^2 igual a 0,98 comparando o módulo de elasticidade dinâmico com a expansão.

Figura 4.17 – CORRELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA E VARIAÇÃO DE MASSA



FONTE: A autora (2020)

4.3.3 Inspeção Visual

Por meio da inspeção visual externa aos corpos de prova, não foi possível identificar danos visíveis, como fissuras ou neoformações, como pode ser observado na Figura 4.18. Entretanto, após a ruptura por compressão axial, na parte interna da argamassa foram visualizadas neoformações esbranquiçadas nos corpos de prova curados termicamente (ACT e ACTNS) na idade de 270 dias. Comparando-se os corpos de prova com e sem nanoadição, foi possível notar que no traço ACTNS os pontos esbranquiçados estavam distribuídos de forma menos generalizada na matriz. A idade em que houve visualização das neoformações coincidiu com as reduções de módulo de elasticidade e velocidade de propagação de onda ultrassônica apresentada pelas argamassas. Além disso, nessa idade foi visualizada a presença de cristais de DEF na matriz e poros das argamassas por meio do MEV.

Nesse sentido, Schovanz (2019) também observou diversas neoformações esbranquiçadas por toda a matriz a partir de 84 dias e, aos 196 dias, os corpos de prova de concreto já apresentavam fissurações.

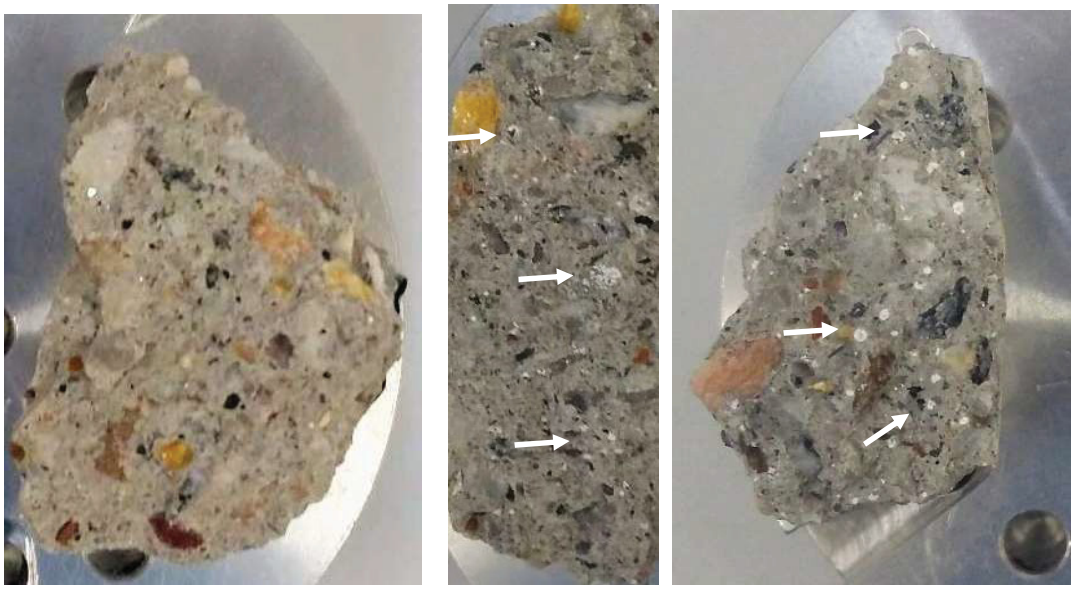
Figura 4.18 – ACT: (A) 91 DIAS E (B) 180 DIAS



(A) (B)

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

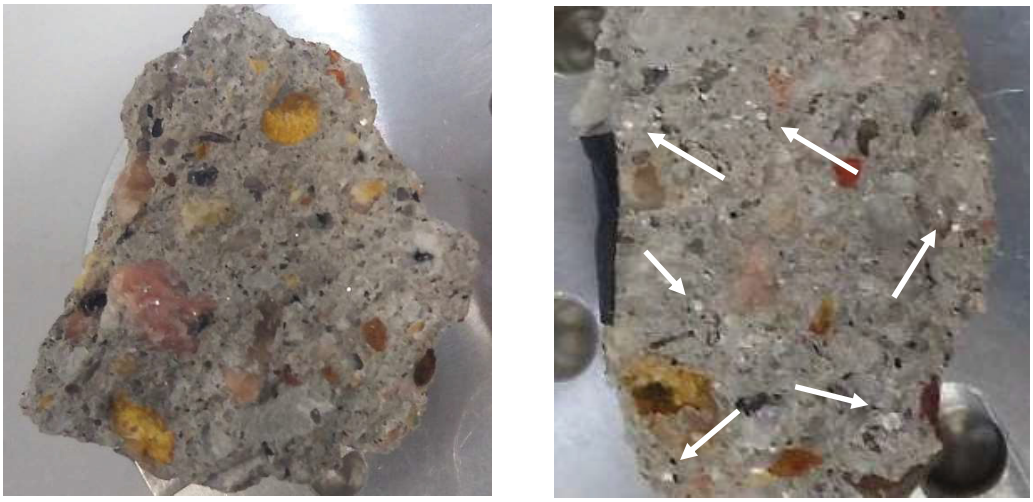
Figura 4.19 - ACT: (A) 28 DIAS, (B) 180 DIAS (C) 270 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM AS NEOFORMAÇÕES NOS POROS



(A) (B) (C)

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Figura 4.20 - ACTNS (A) 28 DIAS E (B) 270 DIAS, EM QUE AS SETAS INDICAM AS NEOFORMAÇÕES NOS POROS



(A) (B)

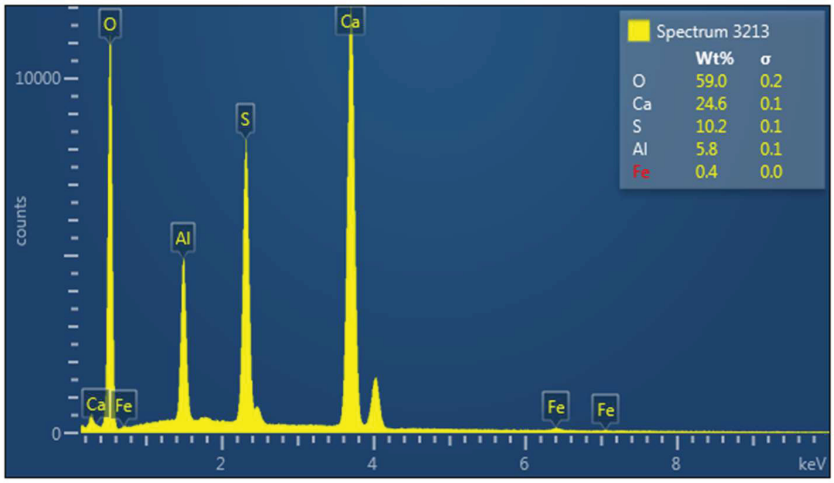
FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

4.3.4 Caracterização físico-química das argamassas

No Quadro 4.3 são apresentadas algumas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura para os traços ACC e ACT, ou seja, cura convencional e térmica, ambos sem nanosílica. Aos 28 dias foi possível observar placas de CH no poro e não houve indícios de etringita tardia na matriz, no traço com cura convencional (ACC). Entretanto, no traço curado termicamente (ACT), já foi possível ver cristais de etringita no poro. Os cristais ficaram mais visíveis aos 91 dias, e essa tendência se acentuou ao longo do tempo, e aos 270 dias, onde foi possível visualizar cristais de etringita comprimidos no poro. O EDS, apresentado na

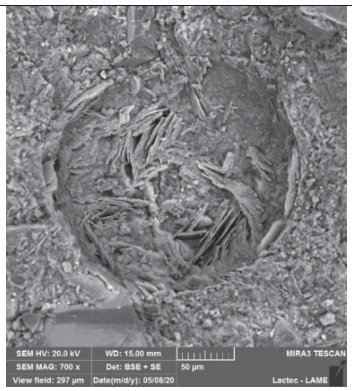
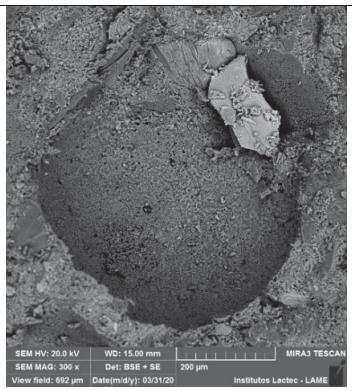
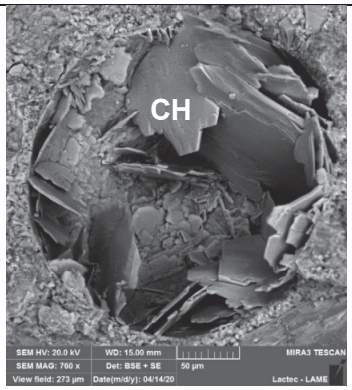
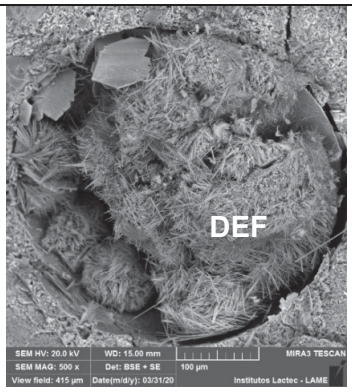
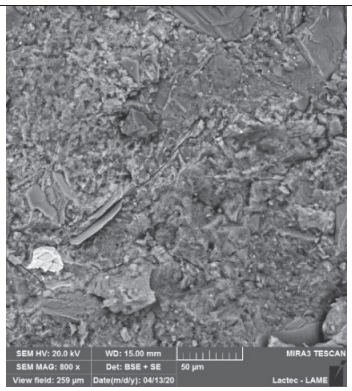
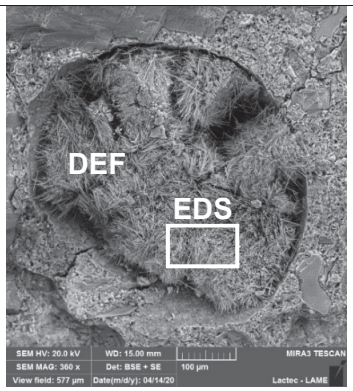
Figura 4.21, indicou picos de cálcio, enxofre e alumínio, corroborando a hipótese de presença de etringita. Em contrapartida, no traço ACC foi possível visualizar apenas placas de CH e cristais de etringita primária até os 270 dias. Resultados semelhantes foram obtidos por Schmalz (2018), que visualizou portlandita e etringita primária nos poros de argamassas com cura convencional e DEF nos poros e interface pasta-agregado de argamassas curadas termicamente. Na pesquisa de Schmalz (2018), a matriz encontrava-se já bastante deteriorada aos 91 dias, enquanto no presente estudo foram observadas apenas algumas neoformações esbranquiçadas a partir de 180 dias, durante as inspeções visuais, intensificando-se aos 270 dias, como indicado pelo MEV, mas ainda sem degradação sensível da matriz, que seria visualizada na inspeção visual e nos resultados de expansão.

Figura 4.21 - EDS TRAÇO ACT AOS 270 DIAS



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Quadro 4.3 - MEV DAS ARGAMASSAS SEM NANOSÍLICA DE 28 A 270 DIAS

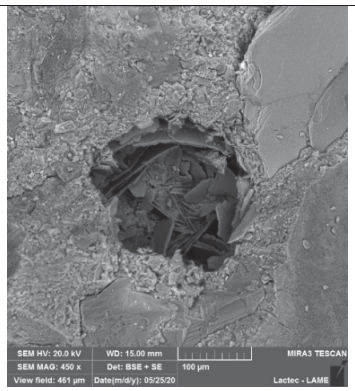
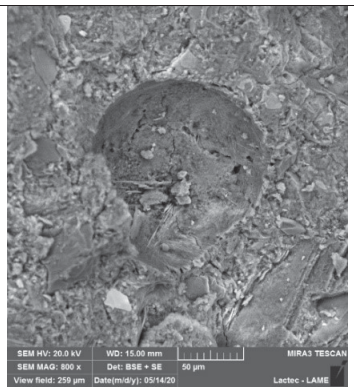
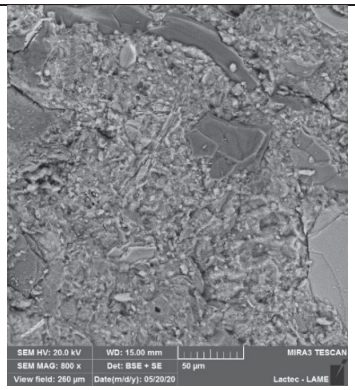
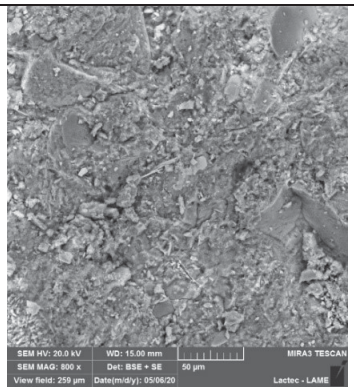
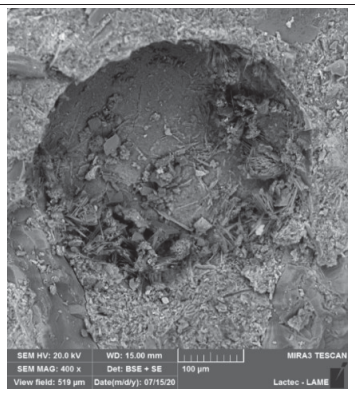
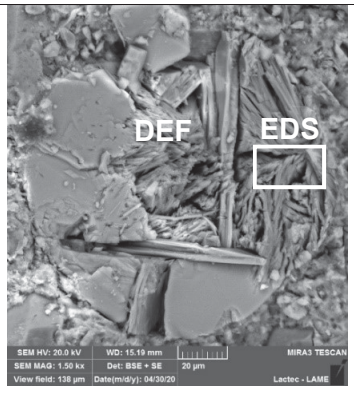
Idades	ACC	ACT
28 dias		
91 dias		
180 dias		
270 dias		

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

As imagens de MEV comparativas entre os traços de argamassas com nanosílica, cura convencional e térmica, são apresentadas no Quadro 4.4. Foi possível visualizar poros íntegros e com formações decorrentes da hidratação do cimento (portlandita, etringita primária) aos 28 dias em ambas as condições de cura. Na condição de cura térmica, foi possível visualizar alguns pontos de DEF na matriz a partir de 91 dias. Essa característica se intensificou ao longo do tempo e, aos 270 dias, foi possível observar poros preenchidos com a etringita comprimida. O EDS apresentado na Figura 4.22 apresentou os picos de cálcio, enxofre e alumínio indicando a presença de etringita no ponto analisado. A imagem de MEV do traço ACCNS aos 270 dias também apresentou etringita no poro, entretanto é possível diferenciá-la como etringita primária pelo seu aspecto acicular, enquanto a DEF apresenta-se em uma estrutura massiva, compacta.

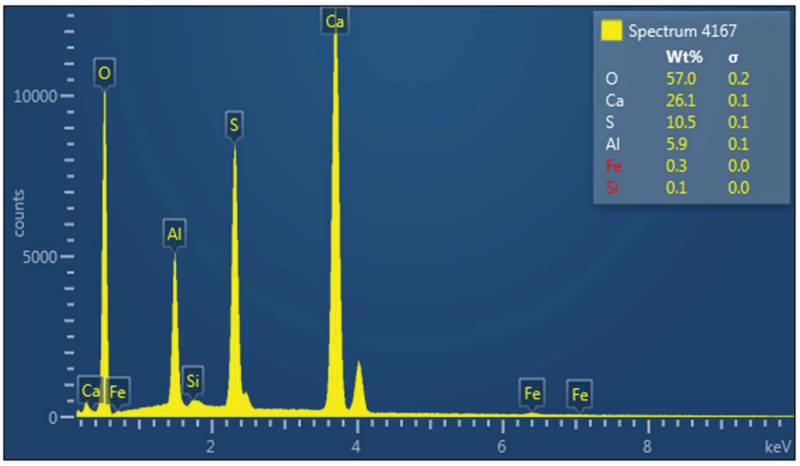
A partir das observações microestruturais dos poros analisados pode-se inferir que a formação de etringita tardia ocorreu de modo mais intenso a partir de 180 dias nos corpos de prova curados termicamente e sem nanosílica. Foi possível ver o poro completamente tomado pela DEF aos 180 dias no traço ACT, enquanto para a mesma idade do traço ACTNS o poro apresentava formações de etringita tardia, porém não estando completamente preenchido. Essa tendência foi corroborada pela maior expansão observada no traço ACT, em comparação aos demais, indicando um avanço maior no processo de degradação. Vale ressaltar, entretanto, que, ainda que haja indícios microestruturais do processo de degradação, não foi possível localizar, na inspeção visual e caracterização físico-mecânica, indícios maiores da DEF, como fissuras e expansão sensível, sendo observadas apenas deposições de neoformações esbranquiçadas nos poros. Entretanto, dependendo do tipo de compósito , a DEF pode ocorrer mais lentamente, gerando expansão em idades mais avançadas, como foi constatado por Zhang *et al.* (2002).

Quadro 4.4 - MEV DAS ARGAMASSAS COM NANOSÍLICA DE 28 A 270 DIAS

Idades	ACCNS	ACTNS
28 dias		
91 dias		
180 dias		
270 dias		

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Figura 4.22 - EDS DO TRAÇO ACTNS AOS 270 DIASS



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Foi possível observar, portanto, nas argamassas uma manifestação mais expressiva da DEF, em comparação com as pastas. Esse comportamento era esperado, e foi o que motivou a evolução do estudo entre pasta e argamassa. O objetivo, neste caso, foi analisar o desenvolvimento da formação de etringita tardia em uma matriz menos complexa (com menos variáveis), no caso da pasta, e em uma mais complexa (com mais variáveis), no caso da argamassa. Além disso, a argamassa apresenta diversas zonas de fragilidade, na interface pasta-agregado, em que há um caminho preferencial para a formação dos cristais de etringita tardia. Adicionalmente, as argamassas foram acompanhadas por mais tempo, o que permitiu monitorar a DEF em idades mais avançadas.

A tendência de expansão mais acentuada no traço de cura térmica sugeria o início de DEF, que foi comprovado pelo MEV/EDS. Entretanto, como foi possível observar na microestrutura, a adição de nanosílica não foi capaz de impedir o surgimento desse processo de degradação.

5 CONCLUSÕES

Nesta seção são apresentadas as principais conclusões obtidas a partir dos resultados do programa experimental desenvolvido, com suporte na literatura analisada, sendo válidas para as condições e materiais estudados.

- A metodologia de cura térmica aplicada foi capaz de induzir a formação da DEF nas pastas e argamassas. Essa indução foi indicada pelos resultados de resistência mecânica (no caso da pasta) e módulo de elasticidade (no caso da argamassa) e corroboradas pelos estudos microestruturais.

Em relação às pastas pôde-se concluir que:

- A inspeção visual das pastas não identificou sintomas relacionados a processos expansivos até os 91 dias de estudo.
- Aos 91 dias foi identificada uma tendência de redução, de cerca de 6%, na resistência mecânica das pastas curadas termicamente, indicando início da degradação da matriz. A DEF foi corroborada nestes casos pela análise microestrutural efetuada por MEV/EDS.
- A adição de nanosílica não causou alterações do ponto de vista mecânico quanto à DEF, porém nos traços com nanoadição não foram observados cristais de DEF na microestrutura, diferentemente dos traços sem adição a partir dos 28 dias

Em relação às argamassas pôde-se concluir que:

- Foi possível visualizar neoformações brancas nos poros a partir de 180 dias e, de forma mais generalizada, a partir de 270 dias. Essa tendência ocorreu de forma mais intensa nos traços sem nanosílica, porém também foi possível visualizar as neoformações nas idades mencionadas nos traços sem nanoadição.
- O traço com a nanosílica, após cura térmica, apresentou menores taxas de expansão ao ser comparado com o traço sem essa adição, indicando algum potencial de mitigação da DEF.
- Em relação à resistência à compressão não foram observadas tendências de redução ao longo do tempo que pudessem indicar a DEF, apesar de ambos os traços curados termicamente terem

apresentado resistências menores, em média, do que os traços submetidos à cura convencional. Essa diferença foi, em média, de 15% e mais proeminente a partir dos 180 dias. Já em câmara úmida, observou-se ainda um crescimento acentuado aos 180 dias no traço ACCNS, provavelmente em decorrência do efeito pozolânico a longo prazo da nanosílica. Essa tendência não foi observada no traço ACTNS, indicando que a cura térmica exerceu influência no desenvolvimento da resistência à compressão.

- O módulo de elasticidade foi o parâmetro que mais se mostrou sensível aos efeitos da DEF, com algumas reduções nas idades finais do estudo, e de forma mais pronunciada no traço sem a nanosílica. Nesse traço (ACT) houve redução de cerca de 20% no módulo, no comparativo de 91 a 270 dias. Já para o traço com a nanoadição e curado termicamente (ACTNS) houve redução de apenas 4%, neste mesmo período. Isso seria mais um indicativo do potencial de redução de degradação da matriz causada pela DEF na presença da nanosílica. Nos traços que não foram submetidos à cura térmica o módulo não apresentou redução.
- No que diz respeito à velocidade de propagação de ondas, foi observada uma tendência de queda apenas aos 270 dias, no traço de argamassa submetido à cura térmica e sem adição. Foi observada ainda uma diferença entre os traços curados termicamente e os submetidos à cura convencional, entretanto, essa diferença não pode ser atribuída à uma queda de qualidade da matriz ou à uma influência da DEF, pois foi constante em todas as idades e estava dentro da variação prevista pela própria técnica.
- As avaliações microestruturais propiciaram a identificação de cristais de etringita nas matrizes em idades anteriores às identificadas na inspeção visual. Isso indica que essa técnica é indicada para avaliação da DEF no início do processo. Essa técnica ainda permitiu inferir que, aos 270 dias as matrizes curadas termicamente (com e sem adição) apresentaram DEF de forma similar.

De forma geral este estudo permitiu a aplicação de uma metodologia para indução da DEF em laboratório, permitindo sua análise ao longo do tempo. Essa metodologia se mostrou mais efetiva no estudo das argamassas, possivelmente porque essas foram acompanhadas até idades mais avançadas e devido à maior complexidade da matriz e presença de zonas de transição, favorecendo a DEF.

No que diz respeito ao emprego da nanosílica, observa-se que essa adição apresentou algum potencial para agir no combate da DEF. Esse potencial foi observado em alguns comportamentos mecânicos e microestruturais, conforme detalhado anteriormente. Além disso houve uma perceptível redução visual nas neoformações nos poros das argamassas com a nanoadição.

Apesar das alterações promovidas pelo emprego da nanoadição observadas nas expansões, no módulo de elasticidade e nas características microestruturais das argamassas, os resultados deste estudo indicam que esse nanomaterial, no teor empregado e condições testadas, não foi suficiente para mitigar por completo o fenômeno da DEF.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros, podem ser elencados os itens:

- Avaliação de outros mecanismos para mitigação da DEF, como a variação dos teores de nanosílica ou o teste de outras adições e de diferentes tipos de cimento;
- Avaliar diferentes temperaturas máximas de cura para a indução da DEF, variando a partir de valores abaixo de 60ºC, como referência, e aumentando gradativamente até elevados patamares como 85ºC ou 90ºC para contribuir da identificação de faixas que apresentam maior risco;
- Avaliar diferentes teores na composição química do cimento (álcalis, sulfatos, relação SO_3/Al_2O_3, C_3A) para contribuir com os limites já conhecidos, buscando um maior entendimento químico em contribuição às futuras normativas técnicas;
- Avaliar matrizes cimentícias por períodos maiores de tempo (superiores a 270 dias), para acompanhar o desenvolvimento da DEF de forma mais efetiva;
- Realizar as análises apresentadas neste estudo (comportamento mecânico e caracterização físico-química) para concretos a fim de estabelecer melhores relações com as estruturas reais sujeitas à DEF.

REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS. Sistema Nacional de Informações sobre Segurança de Barragens. Disponível em: <http://arquivos.ana.gov.br/institucional/sof/barragens/relatorio_barragens.csv>. Acesso em: 17/4/2020.

AGGARWAL, P.; SINGH, R. P.; AGGARWAL, Y. Use of nano-silica in cement based materials—A review. **Cogent Engineering**, v. 2, n. 1, 2015. Cogent. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1080/23311916.2015.1078018>.

AQEL, M.; PANESAR, D. K. Delayed ettringite formation in concrete containing limestone filler. **ACI Materials Journal**, v. 115, n. 4, p. 565–574, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 50: gregados para concreto - Determinação de sais, cloretos e sulfatos solúveis**. 1996a.

_____. **NBR NM 50: gregados para concreto - Determinação de sais, cloretos e sulfatos solúveis**. 1996.

_____. **NBR 14656: Cimento Portland e matérias-primas - Análise química por espectrometria de raios X - Método de ensaio**. 2001a.

_____. **NBR NM 51: Agregado graúdo - Ensaio de abrasão "Los Ángeles"**. 2001b.

_____. **NBR 8681: Ações e segurança nas estruturas - Procedimento**. 2003a.

_____. **NBR NM 248: Agregados - Determinação da composição granulométrica**. 2003b.

_____. **NBR NM 46: Agregados - Determinação do material fino que passa através da peneira 75 um, por lavagem**. 2003c.

_____. **NBR NM 45: Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. 2006.

_____. **NBR NM 53: Agregado graúdo - Determinação da massa específica, massa específica aparente e absorção de água**. 2009.

_____. **NBR 7218: Agregados — Determinação do teor de argila em torrões e materiais friáveis**. 2010.

_____. **NBR 15575: Edificações habitacionais — Desempenho Parte 1: Requisitos gerais**. 2013a.

_____. **NBR 7681 - 1: Calda de cimento para injeção Parte 1 - Requisitos**. 2013b.

_____. **NBR 8522: Concreto - Determinação dos módulos estáticos de elasticidade e de deformação à compressão**. 2013c.

_____. **NBR 7681-4: Calda de cimento para injeção Parte 4 - Determinação da resistência à compressão - Método de ensaio**. 2013d.

_____. **NBR 12826: Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação do índice de finura por meio de peneirador aerodinâmico**. 2014a.

_____. **NBR 12653: Materiais pozolânicos - Requisitos**. 2014b.

_____.. **NBR 16372: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine)**. 2015.

_____. **NBR 11582: Cimento Portland - Determinação da expansibilidade Le Chatelier**. 2016.

_____. **NBR 16541: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura para a realização de ensaios**. 2016b.

_____. **NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica**. 2017.

_____. **NBR 16606: Cimento Portland — Determinação da pasta de consistência normal**. 2018a.

_____. **NBR 16607: Cimento Portland — Determinação dos tempos de pega**. 2018b.

_____. **NBR 15577-4: Agregados - Reatividade álcali-agregado Parte 4: Determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado**. 2018c.

_____. **NBR 15577-3: Agregados - Reatividade álcali-agregado Parte 3: Análise petrográfica para verificação da potencialidade reativa de agregados em presença de álcalis do concreto**. 2018d.

_____. **NBR 7809: Agregado graúdo - Determinação do índice de forma pelo método do paquímetro - Método de ensaio**. 2019a.

_____. **NBR 11768-3: Aditivos químicos para concreto de cimento Portland Parte - Ensaios de caracterização**. 2019b.

_____. **NBR 7215 : Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão.** 2019c.

_____. **NBR 8802: Concreto endurecido - Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica**. 2019d.

ASTM INTERNATIONAL. **C88: Standard Test Method for Soundness of Aggregates by Use of Sodium Sulfate or Magnesium Sulfate**. 2018a.

ASTM C151 / C151M-18, **Standard Test Method for Autoclave Expansion of Hydraulic Cement**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018b.

BIZ, G.; URBANO, M. R.; PESCIM, R. R.; et al. **Teste de Shapiro-Wilk**. Disponível em: <http://www.uel.br/projetos/experimental/pages/arquivos/Shapiro.html>. Acesso em: 13/8/2020.

BRAGANÇA, M. O. G. P.; PORTELLA, K. F.; BONATO, M. M.; ALBERTI, E.; MARINO, C. E. Performance of Portland cement concretes with 1% nano-Fe3O4 addition: Electrochemical stability under chloride and sulfate environments. **Construction and Building Materials**, v. 117, n. 2016, p. 152–162, 2016.

BRANCO, F.; PAULO, P.; GARRIDO, M. **Boletim técnico 04 ALCONPAT: Vida útil na construção civil**. 2013.

BRONHOLO, J. L. **Estudo do ataque individual e misto de DEF e RAA e de seus efeitos deletérios nas propriedades físico-químicas e mecânicas de concretos e argamassas de cimento portland pozolânico e de alta resistência**, 2020. Lactec.

BRUNETAUD, X. **Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton**, 2011. École Centrale des Arts et Manufactures - École Centrale de Paris.

CABRERA-MADRID, J. A.; ESCALANTE-GARCÍA, J. I.; CASTRO-BORGES, P. Resistência à compressão de concreto com escória de alto forno. Revisão do estado da arte. **Revista ALCONPAT**, v. 6, n. 1, p. 64–83, 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.21041/ra.>.

CARVALHO, E. D. A.; SENA, C. S.; ROCHA, M. T. DE A.; CARVALHO, C. H. Utilização de Ensaios Não Destrutivos, Ultrassom e Pacômetro, como Métodos de Verificação da Resistência e Qualidade do Concreto em um Edifício em Aracaju – Sergipe. **Revista de Engenharia e Pesquisa Aplicada**, v. 2, n. 3, p. 28–37, 2017.

COLLEPARDI, M. A state-of-the-art review on delayed ettringite attack on concrete. **Cement and Concrete Composites**, v. 25, n. 4-5 SPEC, p. 401–407, 2003.

COSTA, R. M. **Análise de propriedades mecânicas do concreto deteriorado pela ação de sulfato mediante utilização do UPV**, 2004. Universidade Federal de Minas Gerais.

CSIZMADIA, J.; BALÁZS, G.; TAMÁS, F. D. Chloride ion binding capacity of aluminoferrites. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 4, p. 577–588, 2001.

DAL MOLIN, D. C. C. Adições Minerais. In: G. C. Isaia (Org.); **Concreto: ciência e tecnologia**. p.1968, 2011. IBRACON.

DAY, R. L. **The Effect of Secondary Ettringite Formation on the Durability of**

Concrete: A Literature Analysis. Portland Cement Association, 1992.

DAYARATHNE, W. H. R. S.; GALAPPATHTHI, G. S.; PERERA, K. E. S.; NANAYAKKARA, S. M. A. Evaluation of the potential for delayed ettringite formation in concrete. 19th ERU symposium, National Engineering Conference 2013, University of Moratuwa, Sri Lanka. **Anais...** . p.59–66, 2013.

DEBOUCHA, W.; LEKLOU, N.; KHELIDJ, A. Blast Furnace Slag Addition Effects on Delayed Ettringite Formation in Heat-cured Mortars. **KSCE Journal of Civil Engineering**, v. 22, n. 9, p. 3484–3490, 2018.

DIAMOND, S. Delayed ettringite formation - Processes and problems. **Cement and Concrete Composites**, v. 18, n. 3, p. 205–215, 1996.

DIAS, C. T. DOS S. **Comparações múltiplas**. Disponível em: <https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/4434614/mod_resource/content/0/aula6.pdf >. Acesso em: 6/8/2020.

DUPUIS, A.-C. The catalyst in the CCVD of carbon nanotubes—a review. **Progress in Materials Science**, v. 50, n. 8, p. 929–961, 2005. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642505000198>.

ELAHI, N.; KAMALI, M.; BAGHERSAD, M. H. Recent biomedical applications of gold nanoparticles: A review. **Talanta**, v. 184, p. 537–556, 2018. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0039914018302054>.

GIANNINI, E. R.; SANCHEZ, L. F. M.; TUINUKUAFE, A.; FOLLIARD, K. J. Characterization of concrete affected by delayed ettringite formation using the stiffness damage test. **Construction and Building Materials**, v. 162, p. 253–264, 2018. Elsevier Ltd. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.012>.

GIHAD, M.; DO CARMO, P. I. O.; DE OLIVEIRA, M. DE J. D.; ALDO LEONEL, T. Métodos combinados para a avaliação da resistência de concretos. **Revista Materia**, v. 20, n. 1, p. 83, 2015.

GODART, B.; DIVET, L. Lessons learned from structures damaged by delayed ettringite formation and the French prevention strategy. **Forensic Engineering: Informing the Future with Lessons from the Past - Proceedings of the 5th International Conference on Forensic Engineering**, p. 389–400, 2013.

GRZESZCZYK, S.; JUROWSKI, K.; BOSOWSKA, K.; GRZYMEK, M. The role of nanoparticles in decreased washout of underwater concrete. **Construction and Building Materials**, v. 203, p. 670–678, 2019. Elsevier Ltd. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.118>.

HAMID, R.; YUSOF, K. M.; ZAIN, M. F. M. A combined ultrasound method applied to high performance concrete with silica fume. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 1, p. 94–98, 2010. Elsevier Ltd. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.08.012>.

HASPARYK, N. P. **Investigação dos mecanismos da RAA – efeito da cinza de casca de arroz e da sílica ativa**, 1999. Universidade Federal de Goiás.

HASPARYK, N. P.; KUPERMAN, S. C. Deterioração do concreto por reações expansivas. Anais do XXXII Seminário Nacional de Grandes Barragens. **Anais...** . p.21, 2019. Salvador: Comitê Brasileiro de Barragens.

HASPARYK, N. P.; KUPERMAN, S. C.; TORRES, J. R. Estudo de caso envolvendo ataque combinado da RAA e DEF em concreto de fundação de edificação. **Revista Concreto & Construções**, v. 74, n. 1, p. 100–108, 2014.

HASPARYK, N.P.; SCHOVANZ, D.; KUPERMAN, S. Instrução Técnica Furnas nº GSTE004R0 - **Método de Ensaio para a Avaliação do Potencial de Ocorrência da Etringita Tardia (DEF) em Concreto**, Ed. FURNAS, 2020.

HEINZ, D.; LUDWIG, U. Mechanism of secondary ettringite formation in mortars and concretes subjected to heat treatment. **Concrete Durability**, v. 2, p. 2059–2071, 1987.

HEWLETT, P. **Lea's Chemistry of cement and concrete**. 4th Editio ed. Oxford: Elsevier, 1988.

HOPPE FILHO, J. Sistemas cimento, cinza volante e cal hidratada: mecanismo de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto. **Tese de Doutorado**, p. 247, 2008.

HOPPE FILHO, J.; CINCOTTO, M. A. **Sistemas de cimento, cinza volante e cal hidratada: mecamismo de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto**. São Paulo, 2008.

HOPPE, T. **Resistividade elétrica de concretos contendo diferentes teores de cinza de casca de arroz**, 2005. Universidade Federal de Santa Maria.

HORSZCZARUK, E. Properties of cement-based composites modified with magnetite nanoparticles: A review. **Materials**, v. 12, n. 2, 2019.

JAFARI, V.; ALLAHVERDI, A.; VAFAEI, M. Ultrasound-assisted synthesis of colloidal nanosilica from silica fume: Effect of sonication time on the properties of product. **Advanced Powder Technology**, v. 25, n. 5, p. 1571–1577, 2014. The Society of Powder Technology Japan. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apt.2014.05.011>.

KCHAKECH, B. **Etude de l'influence de l'échauffement subi par un béton sur le risque d'expansions associées à la Réaction Sulfatique Interne**, 2015. Univerité Paris-Est.

KELHAM, S. The Effect of Cement Composition and Fineness on Expansion Associated with Delayed Ettringite Formation. **Cement and Concrete Composites**, v. 18, n. 95, p. 171–179, 1996.

LCPC, Laboratoire Central des Ponts et Chausées. Recommandations pour la

prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne. **French recommandation guide**, 2007.

LACTEC; FURNAS: Lacerda, L. A.; Hasparyk, N. P.; Portella, K. F.; Bragança, M. O. G. P.; Kuperman, S. C.; Medeiros, B. L.; Bronholo, J. L. et al. **Avaliação dos mecanismos de reação interdependentes da formação de etringita tardia e da reação álcali-agregado em concretos e argamassas e o efeito de nanomateriais para mitigação**. Relatório Técnico Final (RTF nº 05) de Projeto de P&D ANEEL FURNAS / Parceiro LACTEC: Projeto de P&D 0394-1504/2015, 2020.

LI, Y.; NIE, L.; WANG, B. A numerical simulation of the temperature cracking propagation process when pouring mass concrete. **Automation in Construction**, v. 37, p. 203–210, 2014.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento Portland e hidróxido de cálcio**, 2011. Universidade de São Paulo.

MEHTA, P. K.; HU, F. Observation of a Noncrystalline Phase in Sintered Si3N4-Al2O3-Y2O3. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 61, n. 3–4, p. 179–179, 1978.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Estrutura, propriedades e materiais**. 2. ed. HASPARYK, N. P. (Ed.). São Paulo: IBRACON, 2014.

MELO, S. K. Estudo da formação da etringita tardia em concreto por calor de hidratação do cimento. p. 150, 2010. Disponível em: <https://repositorio.bc.ufg.br/tede/bitstream/tede/4464/5/Dissertação - Sandra Kurotusch de Melo - 2010 - %281%29.pdf>.

MENDES, T. M.; REPETTE, W. L. Effect of nano-silica on Portland cement matrix. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 12, n. 6, p. 1383–1389, 2019.

MIELENZ, R. C.; MARUSIN, S. L.; HIME, W. G.; JUGOVIC, Z. T. Investigation of Prestressed Concrete Raiway Tie Distress. **Concrete International**, v. 17, n. 12, p. 62–68, 1995.

MIRANDA, D. DE C.; BRONHOLO, J. L.; BRAGANÇA, M. D'OREY G. P.; et al. Avaliação do potencial de reatividade álcali-agregado de areias naturais do Estado do Paraná. **Revista Técnico-científica do CREA-PR**, p. 1–15, 2019.

MÖSCHNER, G.; LOTHENBACH, B.; ROSE, J.; et al. Solubility of Fe-ettringite (Ca6[Fe(OH)6]2(SO4)3 · 26H2O). **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 72, n. 1, p. 1–18, 2008.

NAZARI, A.; RIAHI, S. Improvement compressive strength of concrete in different curing media by Al2O3 nanoparticles. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 3, p. 1183–1191, 2011. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509310011445>.

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

NGUYEN, V. H.; LEKLOU, N.; AUBERT, J. E.; MOUNANGA, P. The effect of natural pozzolan on delayed ettringite formation of the heat-cured mortars. **Construction and Building Materials**, v. 48, p. 479–484, 2013. Elsevier Ltd. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.016>.

ORMSBY, C.; LIU, R.; SHAIKH, H. Mitigation of DEF in concrete: Morphology and composition studies. **Magazine of Concrete Research**, v. 63, n. 4, p. 287–296, 2011.

PAUL, S. C.; VAN ROOYEN, A. S.; VAN ZIJL, G. P. A. G.; PETRIK, L. F. Properties of cement-based composites using nanoparticles: A comprehensive review. **Construction and Building Materials**, v. 189, p. 1019–1034, 2018. Elsevier Ltd. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.062>.

PIZZINI, K. Balneário Camboriú tem cinco dos dez prédios mais altos da América do Sul ; saiba o porquê. Disponível em: <https://www.gazetadopovo.com.br/haus/arquitetura/balneario-camboriu-predios-mais-altos-america-sul/>. Acesso em: 26/1/2020.

QUINTÃO, C. M. **Influência da adição do metacaulim nas propriedades do concreto em contato com atmosferas agressivas do tratamento anaeróbio de esgoto**, 2018. Universidade Federal de Minas Gerais.

RAISDORFER, J. W. **Influência da adição ou substituição de adições minerais ao cimento Portland: efeitos na carbonatação, absorção capilar e resistividade de concretos**, 2015. Universidade Federal do Paraná.

DEL RÍO, L. M.; JIMÉNEZ, A.; LÓPEZ, F.; et al. Characterization and hardening of concrete with ultrasonic testing. **Ultrasonics**, v. 42, n. 1–9, p. 527–530, 2004.

ROTHSTEIN, D. Overview of Delayed Ettringite Formation and Alkali-Silica Reaction. **Aspire**, p. 10–11, 2018.

SÁEZ DEL BOSQUE, I. F.; MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S.; BLANCO-VARELA, M. T. FTIR study of the effect of temperature and nanosilica on the nano structure of C-S-H gel formed by hydrating tricalcium silicate. **Construction and Building Materials**, v. 52, p. 314–323, 2014. Elsevier Ltd. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.056>.

SAHU, S.; THAULOW, N. Delayed ettringite formation in Swedish concrete railroad ties. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 9, p. 1675–1681, 2004.

SAID, A. M.; ZEIDAN, M. S.; BASSUONI, M. T.; TIAN, Y. Properties of concrete incorporating nano-silica. **Construction and Building Materials**, v. 36, p. 838–844, 2012. Elsevier Ltd. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.06.044>.

SALGUES, M. **Modélisation des effets structuraux des réactions sulfatiques internes: applicatuon aux barrages en béton**, 2013. Université de Toulouse 3 Paul Sabatier.

SCHMALZ, R. **Durabilidade de argamassas submetidas ao ataque de sulfatos : efeito da adição da nanosílicaDissertação - Programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil da Universidade Federal de São Carlos**, 2018. Universidade Federal de São Carlos. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/9675?show=full>.

SCHMALZ, R.; FERREIRA, F. G. S.; QUARCIONI, V. A. Argamassas com incorporação de sílica e nanosílica: avaliação de propriedades mecânica e física. Anais do Simpósio Paranaense de Patologia das Construções. **Anais...** . p.289–302, 2017. Curitiba.

SCHOVANZ, D. **Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em concretos com cimento Portland pozolânico e de alta resistência**, 2019. Faculdade Meridional - IMED.

SCHOVANZ, D., TIECHER, F., HASPARYK, N. P.; KUPERMAN, S. C. Influência da formação da etringita tardia (DEF) na microestrutura e propriedades mecânicas do concreto. **Anais do 61º Congresso Brasileiro do Concreto**, Fortaleza, 2019.

AL SHAMAA, M. Etude du risque de développement d'une réaction sulfatique interne et de ses conséquences dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires. , 2012.

SHETTY, M. S. **Concrete Technology - Theory and Pratice**. 2000.

SHIMAKURA, S. **Como funciona a ANOVA.** Disponível em: <http://leg.ufpr.br/~shimakur/CE701/node91.html>. Acesso em: 3/8/2020.

SHIMAKURA, S. **A mediana e a amplitude inter-quartis**. Disponível em: <http://leg.ufpr.br/~shimakur/CE055/node24.html>. Acesso em: 9/8/2020.

SIKORA, P.; HORSZCZARUK, E.; CENDROWSKI, K.; MIJOWSKA, E. The Influence of Nano-Fe3O4 on the Microstructure and Mechanical Properties of Cementitious Composites. **Nanoscale Research Letters**, v. 11, n. 1, p. 3–12, 2016. Nanoscale Research Letters. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1186/s11671-016-1401-1>.

SILVA, A. S.; SOARES, D.; MATOS, L.; et al. Influence of mineral additions in the inhibition of delayed ettringite formation in cement based materials - A microstructural characterization. **Materials Science Forum**, v. 636–637, p. 1272–1279, 2010.

SINGH, N. B. **Properties of cement and concrete in presence of nanomaterials**. Elsevier Inc., 2020.

SOUZA, D. P. DE. Um em cada três brasileiros mora em 48 municípios com mais de 500 mil habitantes. Disponível em: <https://agenciadenoticias.ibge.gov.br/agencia-noticias/2012-agencia-de-noticias/noticias/25280-um-em-cada-tres-brasileiros-mora-em-48-municipios-com-mais-de-500-mil-habitantes>. Acesso em: 2/4/2020.

TAYLOR, H. F. W. Cement chemistry. 2nd ed. **Academic Press**, p. 335, 1997.

TAYLOR, H. F. W.; FAMY, C.; SCRIVENER, K. L. Delayed ettringite formation.

Cement and Concrete Research, v. 31, n. 5, p. 683–693, 2001.

TEPPONEN, P.; ERIKSSON, B. E. Damages in concrete railway sleepers in Finland. **Concrete Research**, p. 199–209, 1987.

THIEBAUT, Y. **Évaluation des structures en béton armé atteintes de réaction sulfatique interne**, 2019. Université Fédérale Toulouse Midi-Pyrénées.

THOMAS, M. Delayed ettringite formation in concrete: recent developments and future in directions. **Materials Science of Concrete**, p. 435–481, 2001.

TORRES, I. F.; ANDRADE, T. Risk analysis of the delayed ettringite formation in pile caps foundation in the metropolitan region of Recife - PE - Brasil. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 9, n. 3, p. 357–394, 2016.

TOSUN, K.; BARADAN, B. Effect of ettringite morphology on DEF-related expansion. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 4, p. 271–280, 2010. Elsevier Ltd. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.01.002>. .

TRTNIK, G.; KAVČIČ, F.; TURK, G. Prediction of concrete strength using ultrasonic pulse velocity and artificial neural networks. **Ultrasonics**, v. 49, n. 1, p. 53–60, 2009.

WALKER, R.; PAVÍA, S. Physical properties and reactivity of pozzolans, and their influence on the properties of lime-pozzolan pastes. **Materials and Structures**, v. 44, n. 6, p. 1139–1150, 2011.

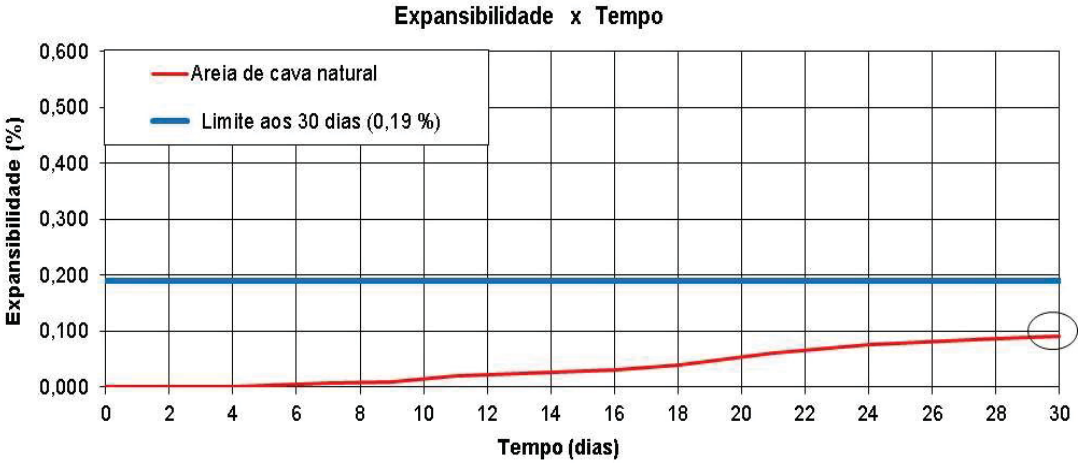
WILLIAMS, M.; ORTEGA, J. M.; SÁNCHEZ, I.; CABEZA, M.; CLIMENT, M. Á. Non-destructive study of the microstructural effects of sodium and magnesium sulphate attack on mortars containing silica fume using impedance spectroscopy. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 7, n. 7, 2017.

ZHANG, Z.; OLEK, J.; DIAMOND, S. Studies on delayed ettringite formation in heat-cured mortars: II. Characteristics of cement that may be susceptible to DEF. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 11, p. 1737–1742, 2002a.

ANEXO 1 – RESULTADOS DOS AGREGADOS

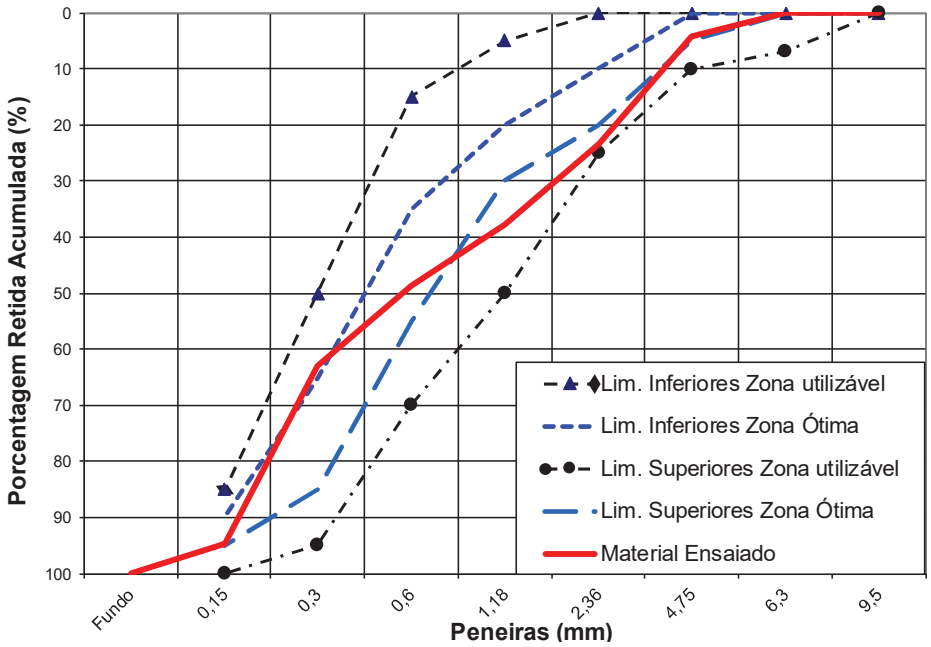
Anexo 1. a – GRÁFICO RELACIONANDO A EXPANSÃO AO LONGO DO TEMPO DA AREIA AN

(NBR 15577, Parte 4, 2018)



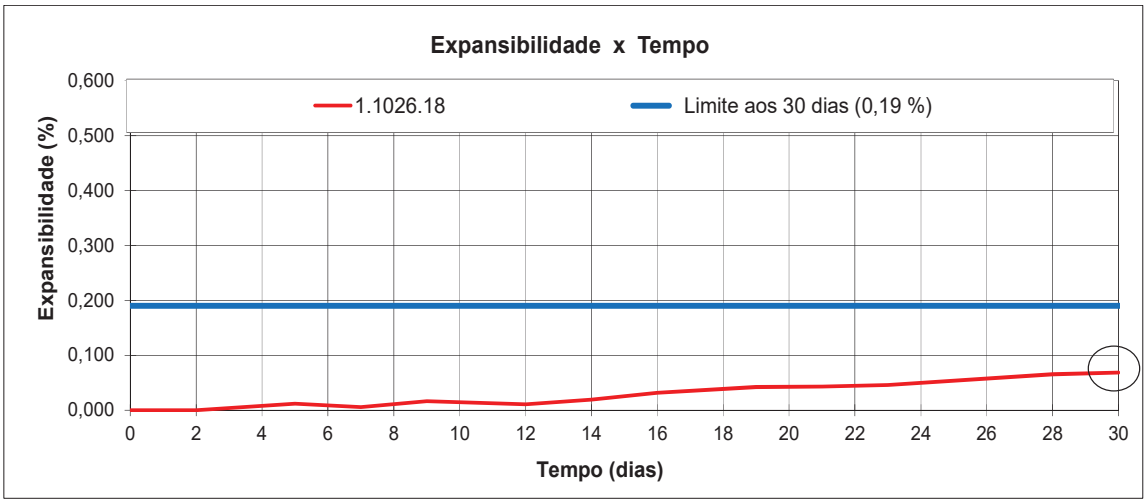
FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Anexo 1. b – CURVA GRANULOMÉTRICA DA AREIA AN



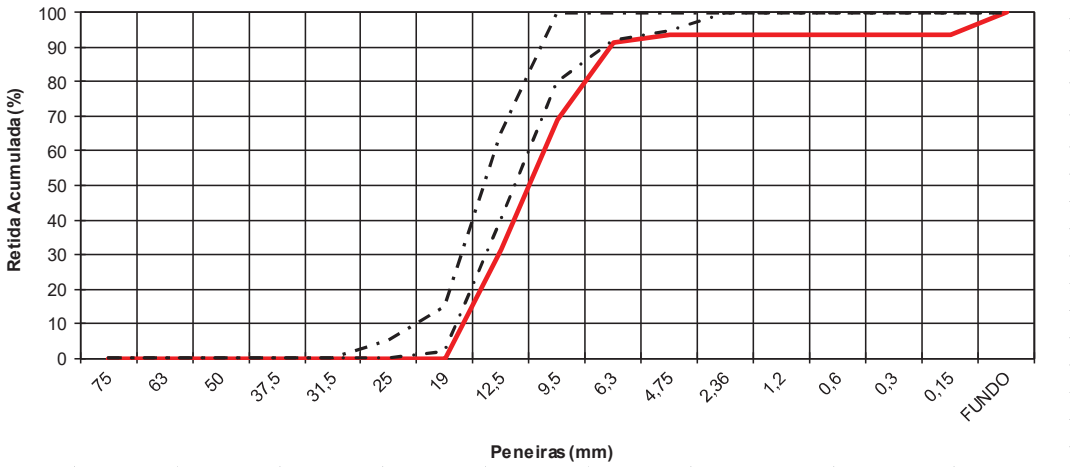
FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Anexo 1. c – GRÁFICO RELACIONANDO A EXPANSÃO AO LONGO DO TEMPO – AREIA AB



FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

Anexo 1. d – CURVA GRANULOMÉTRICA DA AREIA AB



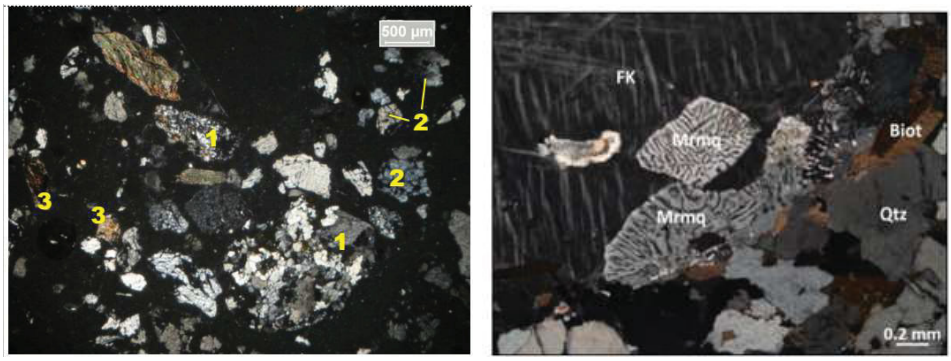
FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

ANEXO 2 – CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E PETROGRÁFICA DOS AGREGADOS

A caracterização mineralógica da areia AN é apresentada no Anexo 2.a, tendo sido realizada por FURNAS (2019) por meio de microscopia ótica de luz transmitida polarizada, onde foi possível visualizar fragmentos de rocha quartzosa (1), grãos de quartzo com extinção ondulante (2) e xisto (3). No exame macroscópico, a amostra apresentou coloração avermelhada e no exame microscópico apresentou composição mineralógica estimada de 65% de quartzo, 15% de rochas quartzosas, 15% de fragmentos de laterita e 5% de fragmentos de xistos (muscovita, feldspatos e quarto). Segundo Furnas (2019), a areia foi provavelmente obtida a partir da britagem de cascalho aluvionar e todos os fragmentos estavam extremamente fraturados. Ainda, a areia é composta principalmente por quartzo em fragmentos isolados, irregulares e com tamanhos variados, com predomínio da fração de areia média e grosseira, com grãos maiores do que 1 cm. O ângulo de extinção ondulante dos grãos de quartzo é baixo (< 20º) e cerca de 5% dos grãos de quartzo possuem cobertura ferruginosa. Ocorrem alguns fragmentos de rocha com quartzo microcristalino (< 10%) e os fragmentos de rocha quartzosa contendo cristais de quartzo com contatos imbricados, saturados e com extinção ondulante, indicando recristalização, que perfazem 15% da amostra. Há presença de fragmentos de laterita, da ordem de 15% e fragmentos de xistos (muscovita, feldspatos e quartzo), da ordem de 5% (Fonte: FURNAS).

A composição mineralógica da areia AB, britada a partir do agregado granítico (AG) é caracterizada por 40% de feldspato alcalino (FK), 35% de quartzo (QTZ), 15% de plagioclásio (PLG) e 10% de biotita (BIOT), conforme Anexo 2.a. O agregado foi caracterizado como inócuo, segundo sua composição (LACTEC, 2018).

Anexo 2.a - FOTOMICROGRAFIA DA (A) AREIA AN (B) E AB



(A) (B)

FONTE: LACTEC, FURNAS (2020)

APÊNDICE A – ANÁLISES ESTATÍSTICAS DOS RESULTADOS DAS PASTAS

Apêndice A. 1 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE COMPRESSÃO

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
PCC	7,1986	0,0054	3,4780	sim
PCT	10,8089	0,0012	3,4780	sim
PCCNS	6,8653	0,0063	3,4780	sim
PCTNS	0,0860	0,9848	3,4780	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 2 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE COMPRESSÃO

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
PCCNS-PCC	1,0683	0,3981	2,8661	não
PCTNS-PCT	2,6437	0,0640	2,8661	não
PCCNS-PCTNS	1,6053	0,2119	2,8661	não
PCC-PCT	0,8347	0,5191	2,8661	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 3 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO PCC

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	26,4133	33,7800	7,3667	não
3-28	26,4133	37,1167	10,7033	não
3-63	26,4133	42,7733	16,3600	sim
3-91	26,4133	45,7033	19,2900	sim
7-28	33,7800	37,1167	3,3367	não
7-63	33,7800	42,7733	8,9933	não
7-91	33,7800	45,7033	11,9233	não
28-63	37,1167	42,7733	5,6567	não
28-91	37,1167	45,7033	8,5867	não
63-91	42,7733	45,7033	2,9300	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 4 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO PCCNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	35,1333	41,6333	6,5000	não
3-28	35,1333	43,3733	8,2400	sim
3-63	35,1333	44,1833	9,0500	sim
3-91	35,1333	47,4000	12,2667	sim
7-28	41,6333	43,3733	1,7400	não
7-63	41,6333	44,1833	2,5500	não
7-91	41,6333	47,4000	5,7667	não
28-63	43,3733	44,1833	0,8100	não
28-91	43,3733	47,4000	4,0267	não
63-91	44,1833	47,4000	3,2167	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 5 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO PCT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	29,5300	34,9067	5,3767	não
3-28	29,5300	39,7133	10,1833	sim
3-63	29,5300	45,4000	15,8700	sim
3-91	29,5300	41,3433	11,8133	sim
7-28	34,9067	39,7133	4,8067	não
7-63	34,9067	45,4000	10,4933	sim
7-91	34,9067	41,3433	6,4367	não
28-63	39,7133	45,4000	5,6867	não
28-91	39,7133	41,3433	1,6300	não
63-91	45,4000	41,3433	4,0567	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 6 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
PCC	112,7475	2,83E-08	3,4780	sim
PCT	42,3862	3,07E-06	3,4780	sim
PCCNS	116,7228	2,39E-08	3,4780	sim
PCTNS	62,1355	5,03E-07	3,4780	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 7 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
PCCNS-PCC	12,4156	3,09E-05	2,8661	sim
PCTNS-PCT	1,0193	0,421225	2,8661	não
PCCNS-PCTNS	30,5368	2,92E-08	2,8661	sim
PCC-PCT	20,9333	6,44E-07	2,8661	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 8 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA

TRAÇO PCC

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	3433,3333	3629,0000	195,6667	sim
3-28	3433,3333	3684,3333	251,0000	sim
3-63	3433,3333	3623,0000	189,6667	sim
3-91	3433,3333	3613,3333	180,0000	sim
7-28	3629,0000	3684,3333	55,3333	não
7-63	3629,0000	3623,0000	6,0000	não
7-91	3629,0000	3613,3333	15,6667	não
28-63	3684,3333	3623,0000	61,3333	sim
28-91	3684,3333	3613,3333	71,0000	sim
63-91	3623,0000	3613,3333	9,6667	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 9 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO PCCNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	3339,3333	3643,6667	304,3333	sim
3-28	3339,3333	3695,0000	355,6667	sim
3-63	3339,3333	3673,6667	334,3333	sim
3-91	3339,3333	3654,0000	314,6667	sim
7-28	3643,6667	3695,0000	51,3333	não
7-63	3643,6667	3673,6667	30,0000	não
7-91	3643,6667	3654,0000	10,3333	não
28-63	3695,0000	3673,6667	21,3333	não
28-91	3695,0000	3654,0000	41,0000	não
63-91	3673,6667	3654,0000	19,6667	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 10 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO PCT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	3219,0000	3296,6667	77,6667	sim
3-28	3219,0000	3338,0000	119,0000	sim
3-63	3219,0000	3384,6667	165,6667	sim
3-91	3219,0000	3406,6667	187,6667	sim
7-28	3296,6667	3338,0000	41,3333	não
7-63	3296,6667	3384,6667	88,0000	sim
7-91	3296,6667	3406,6667	110,0000	sim
28-63	3338,0000	3384,6667	46,6667	não
28-91	3338,0000	3406,6667	68,6667	sim
63-91	3384,6667	3406,6667	22,0000	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 11 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO PCTNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-7	3233,6667	3308,3333	74,6667	sim
3-28	3233,6667	3379,6667	146,0000	sim
3-63	3233,6667	3389,7667	156,1000	sim
3-91	3233,6667	3413,0000	179,3333	sim
7-28	3308,3333	3379,6667	71,3333	sim
7-63	3308,3333	3389,7667	81,4333	sim
7-91	3308,3333	3413,0000	104,6667	sim
28-63	3379,6667	3389,7667	10,1000	não
28-91	3379,6667	3413,0000	33,3333	não
63-91	3389,7667	3413,0000	23,2333	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 12 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS PCCNS - PCC

Idade (dias)	Média PCCNS	Média PCC	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	3339,3333	3433,3333	94,0000	sim
7	3643,6667	3636,3333	7,3333	não
28	3695,0000	3684,3333	10,6667	não
63	3673,6667	3623,0000	50,6667	sim
91	3654,0000	3613,3333	40,6667	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 13 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS PCCNS - PCTNS

Idade (dias)	Média PCCNS	Média PCTNS	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	3339,3333	3233,6667	105,6667	sim
7	3643,6667	3476,0000	167,6667	sim
28	3695,0000	3537,3333	157,6667	sim
63	3673,6667	3389,7667	283,9000	sim
91	3654,0000	3413,0000	241,0000	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice A. 14 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS PCC - PCT

Idade (dias)	Média PCCNS	Média PCTNS	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	3433,3333	3219,0000	214,3333	sim
7	3629,0000	3462,8333	166,1667	sim
28	3684,3333	3511,1667	173,1667	sim
63	3623,0000	3384,6667	238,3333	sim
91	3613,3333	3406,6667	206,6667	sim

FONTE: A autora (2020)

APÊNDICE B – ANÁLISES ESTATÍSTICAS DOS RESULTADOS DAS ARGAMASSAS

Apêndice B. 1 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE COMPRESSÃO

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACC	9,5229	0,0005	3,0556	sim
ACT	7,7323	0,0014	3,0556	sim
ACCNS	10,2832	0,0003	3,0556	sim
ACTNS	6,2376	0,0037	3,0556	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 2 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE COMPRESSÃO

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACCNS-ACC	1,7446	0,1663	2,6896	não
ACTNS-ACT	1,3182	0,2858	2,6896	não
ACCNS-ACTNS	0,3619	0,8337	2,6896	não
ACC-ACT	1,4055	0,2561	2,6896	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 3 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO ACC

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	35,1350	46,2375	11,1025	sim
3-91	35,1350	50,1425	15,0075	sim
3-180	35,1350	47,0475	11,9125	sim
3-270	35,1350	56,8950	21,7600	sim
28-91	46,2375	50,1425	3,9050	não
28-180	46,2375	47,0475	0,8100	não
28-270	46,2375	56,8950	10,6575	sim
91-180	50,1425	47,0475	3,0950	não
91-270	50,1425	56,8950	6,7525	não
180-270	47,0475	56,8950	9,8475	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 4 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO ACCNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	37,5825	49,4100	11,8275	não
3-91	37,5825	48,6650	11,0825	não
3-180	37,5825	59,9700	22,3875	sim
3-270	37,5825	62,9575	25,3750	sim
28-91	49,4100	48,6650	0,7450	não
28-180	49,4100	59,9700	10,5600	não
28-270	49,4100	62,9575	13,5475	não
91-180	48,6650	59,9700	11,3050	não
91-270	48,6650	62,9575	14,2925	não
180-270	59,9700	62,9575	2,9875	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 5 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO ACT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	34,0875	40,9575	6,87	não
3-91	34,0875	45,3575	11,27	sim
3-180	34,0875	44,2025	10,115	sim
3-270	34,0875	46,0733	11,98575	sim
28-91	40,9575	45,3575	4,4	não
28-180	40,9575	44,2025	3,245	não
28-270	40,9575	46,0733	5,11575	não
91-180	45,3575	44,2025	1,155	não
91-270	45,3575	46,0733	0,71575	não
180-270	44,2025	46,0733	1,87075	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 6 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE COMPRESSÃO TRAÇO ACTNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	30,6100	38,3025	7,6925	não
3-91	30,6100	43,0900	12,4800	não
3-180	30,6100	49,3700	18,7600	sim
3-270	30,6100	51,1150	20,5050	sim
28-91	38,3025	43,0900	4,7875	não
28-180	38,3025	49,3700	11,0675	não
28-270	38,3025	51,1150	12,8125	não
91-180	43,0900	49,3700	6,2800	não
91-270	43,0900	51,1150	8,0250	não
180-270	49,3700	51,1150	1,7450	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 7 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACC	87,2354	3,36E-10	3,0556	sim
ACT	14,9202	4,13354E-05	3,0556	sim
ACCNS	90,7276	2,53632E-10	3,0556	sim
ACTNS	67,5889	2,061E-09	3,0556	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 8 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACCNS-ACC	3,5542	0,0173	2,6896	sim
ACTNS-ACT	4,8430	0,0039	2,6896	sim
ACCNS-ACTNS	13,1495	2,66E-06	2,6896	sim
ACC-ACT	9,7746	3,48E-05	2,6896	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 9 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO ACC

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	4362,25	4509,50	147,25	sim
3-91	4362,25	4688,50	326,25	sim
3-180	4362,25	4664,25	302,00	sim
3-270	4362,25	4718,75	356,50	sim
28-91	4509,50	4688,50	179,00	sim
28-180	4509,50	4664,25	154,75	sim
28-270	4509,50	4718,75	209,25	sim
91-180	4688,50	4664,25	24,25	não
91-270	4688,50	4718,75	30,25	não
180-270	4664,25	4718,75	54,50	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 10 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO ACCNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	4326,5000	4502,0000	175,5000	sim
3-91	4326,5000	4695,2500	368,7500	sim
3-180	4326,5000	4704,1750	377,6750	sim
3-270	4326,5000	4809,7500	483,2500	sim
28-91	4502,0000	4695,2500	193,2500	sim
28-180	4502,0000	4704,1750	202,1750	sim
28-270	4502,0000	4809,7500	307,7500	sim
91-180	4695,2500	4704,1750	8,9250	não
91-270	4695,2500	4809,7500	114,5000	sim
180-270	4704,1750	4809,7500	105,5750	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 11 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO ACT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	4301,25	4380,00	78,75	não
3-91	4301,25	4469,75	168,50	sim
3-180	4301,25	4497,75	196,50	sim
3-270	4301,25	4446,25	145,00	sim
28-91	4380,00	4469,75	89,75	sim
28-180	4380,00	4497,75	117,75	sim
28-270	4380,00	4446,25	66,25	não
91-180	4469,75	4497,75	28,00	não
91-270	4469,75	4446,25	23,50	não
180-270	4497,75	4446,25	51,50	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 12 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇO ACTNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	4326,500	4408,500	82,000	sim
3-91	4326,500	4549,000	222,500	sim
3-180	4326,500	4512,975	186,475	sim
3-270	4326,500	4589,000	262,500	sim
28-91	4408,500	4549,000	140,500	sim
28-180	4408,500	4512,975	104,475	sim
28-270	4408,500	4589,000	180,500	sim
91-180	4549,000	4512,975	36,025	não
91-270	4549,000	4589,000	40,000	não
180-270	4512,975	4589,000	76,025	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 13 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS ACCNS - ACC

Idade (dias)	Média ACCNS	Média ACC	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	4326,500	4362,250	35,750	não
28	4502,000	4509,500	7,500	não
91	4695,250	4688,500	6,750	não
180	4704,175	4664,250	39,925	não
270	4809,750	4718,750	91,000	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 14 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS ACTNS - ACT

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	4326,500	4301,250	25,250	não
28	4408,500	4380,000	28,500	não
91	4549,000	4469,750	79,250	sim
180	4512,975	4497,750	15,225	não
270	4589,000	4446,250	142,750	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 15 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS ACTNS - ACCNS

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACCNS	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	4326,500	4326,500	0,000	não
28	4408,500	4502,000	93,500	sim
91	4549,000	4695,250	146,250	sim
180	4512,975	4704,175	191,200	sim
270	4589,000	4809,750	220,750	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 16 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA ULTRASSÔNICA TRAÇOS ACC - ACT

Idade (dias)	Média ACC	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	4362,250	4301,250	61,000	não
28	4509,500	4380,000	129,500	sim
91	4688,500	4469,750	218,750	sim
180	4664,250	4497,750	166,500	sim
270	4718,750	4446,250	272,500	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 17 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACC	1,0327	0,4369	3,4780	não
ACT	14,9984	0,0003	3,4780	sim
ACCNS	5,5335	0,0130	3,4780	sim
ACTNS	2,6630	0,0953	3,4780	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 18 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACCNS-ACC	1,1617	0,3572	2,8661	não
ACTNS-ACT	6,0604	0,0023	2,8661	sim
ACCNS-ACTNS	2,6024	0,0670	2,8661	não
ACC-ACT	18,3673	1,78E-06	2,8661	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 19 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE TRAÇO ACCNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	30,0167	30,8533	0,8367	não
3-91	30,0167	31,1333	1,1167	não
3-180	30,0167	34,2143	4,1977	sim
3-270	30,0167	32,8867	2,8700	não
28-91	30,8533	31,1333	0,2800	não
28-180	30,8533	34,2143	3,3610	sim
28-270	30,8533	32,8867	2,0333	não
91-180	31,1333	34,2143	3,0810	não
91-270	31,1333	32,8867	1,7533	não
180-270	34,2143	32,8867	1,3277	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 20 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE TRAÇO ACT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3-28	23,7367	25,5467	1,8100	não
3-91	23,7367	27,0567	3,3200	sim
3-180	23,7367	24,8481	1,1115	não
3-270	23,7367	22,0133	1,7233	não
28-91	25,5467	27,0567	1,5100	não
28-180	25,5467	24,8481	0,6985	não
28-270	25,5467	22,0133	3,5333	sim
91-180	27,0567	24,8481	2,2085	não
91-270	27,0567	22,0133	5,0433	sim
180-270	24,8481	22,0133	2,8348	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 21 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE

TRAÇOS ACTNS - ACT

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	26,5567	23,7367	2,8200	sim
28	28,1267	25,5467	2,5800	sim
91	27,9733	27,0567	0,9167	não
180	28,4823	24,8481	3,6342	sim
270	27,4600	22,0133	5,4467	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 22 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE MÓDULO DE ELASTICIDADE

TRAÇOS ACC - ACT

Idade (dias)	Média ACC	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
3	27,7367	23,7367	4,0000	sim
28	30,7100	25,5467	5,1633	sim
91	32,9867	27,0567	5,9300	sim
180	30,9420	24,8481	6,0938	sim
270	32,7090	22,0133	10,6957	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 23 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE EXPANSÃO

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACC	34,73659	9,81E-07	3,1059	sim
ACT	9,3369	0,0008	3,1059	sim
ACCNS	3,0089	0,0268	3,1059	não
ACTNS	17,4438	0,0000	3,1059	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 24 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE EXPANSÃO

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACCNS-ACC	1,2055	0,3366	2,6207	não
ACTNS-ACT	3,8407	0,0107	2,6207	sim
ACCNS-ACTNS	11,1112	1,26E-05	2,6207	sim
ACC-ACT	7,1596	0,0003	2,6207	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 25 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACC

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	1,7333E-03	1,7333E-03	sim
6-30	1,7333E-03	4,2667E-03	2,5333E-03	sim
6-93	1,7333E-03	4,2667E-03	2,5333E-03	sim
6-189	1,7333E-03	3,3333E-03	1,6000E-03	não
6-288	1,7333E-03	5,7333E-03	4,0000E-03	sim
30-93	4,2667E-03	4,2667E-03	8,6736E-19	não
30-189	4,2667E-03	3,3333E-03	9,3333E-04	não
30-288	4,2667E-03	5,7333E-03	1,4667E-03	não
93-189	4,2667E-03	3,3333E-03	9,3333E-04	não
93-288	4,2667E-03	5,7333E-03	1,4667E-03	não
189-288	3,3333E-03	5,7333E-03	2,4000E-03	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 26 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	9,3333E-04	9,3333E-04	não
6-30	9,3333E-04	1,3333E-03	4,0000E-04	não
6-93	9,3333E-04	7,8667E-03	6,9333E-03	não
6-189	9,3333E-04	1,8667E-02	1,7733E-02	sim
6-288	9,3333E-04	2,4933E-02	2,4000E-02	sim
30-93	1,3333E-03	7,8667E-03	6,5333E-03	não
30-189	1,3333E-03	1,8667E-02	1,7333E-02	sim
30-288	1,3333E-03	2,4933E-02	2,3600E-02	sim
93-189	7,8667E-03	1,8667E-02	1,0800E-02	não
93-288	7,8667E-03	2,4933E-02	1,7067E-02	sim
189-288	1,8667E-02	2,4933E-02	6,2667E-03	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 27 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACTNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	0	0	não
6-30	0	1,3333E-03	1,3333E-03	sim
6-93	0	2,2667E-03	2,2667E-03	sim
6-189	0	2,9333E-03	2,9333E-03	sim
6-288	0	9,7333E-03	9,7333E-03	sim
30-93	1,3333E-03	2,2667E-03	9,3333E-04	sim
30-189	1,3333E-03	2,9333E-03	1,6000E-03	sim
30-288	1,3333E-03	9,7333E-03	8,4000E-03	sim
93-189	2,2667E-03	2,9333E-03	6,6667E-04	sim
93-288	2,2667E-03	9,7333E-03	7,4667E-03	sim
189-288	2,9333E-03	9,7333E-03	6,8000E-03	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 28 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO
TRAÇOS ACTNS - ACT

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	0	0	0	não
30	9,3333E-04	5,3333E-04	4,0000E-04	não
93	1,7333E-03	4,2667E-03	2,5333E-03	não
189	5,3333E-04	9,3333E-04	4,0000E-04	não
288	1,3333E-04	3,7333E-03	3,6000E-03	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 29 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO
TRAÇOS ACTNS - ACCNS

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	1,0667E-03	5,3333E-04	5,3333E-04	não
30	2,2667E-03	1,2000E-03	1,0667E-03	não
93	3,7333E-03	3,4667E-03	2,6667E-04	não
189	2,4000E-03	4,5333E-03	2,1333E-03	não
288	3,4667E-03	1,3200E-02	9,7333E-03	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 30 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO

TRAÇOS ACC - ACT

Idade (dias)	Média ACC	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	1,0667E-03	5,3333E-04	5,3333E-04	não
30	2,2667E-03	1,2000E-03	1,0667E-03	não
93	3,7333E-03	3,4667E-03	2,6667E-04	não
189	2,4000E-03	4,5333E-03	2,1333E-03	não
288	3,4667E-03	1,3200E-02	9,7333E-03	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 31 – ANOVA UM FATOR ENSAIO DE VARIAÇÃO DE MASSA

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACC	554,6780	9,32E-14	3,1059	sim
ACT	157,6105	1,64E-10	3,1059	sim
ACCNS	203,5415	3,62E-11	3,1059	sim
ACTNS	101,6374	2,14E-09	3,1059	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 32 – ANOVA DOIS FATORES ENSAIO DE VARIAÇÃO DE MASSA

Traço	F	Valor – P	F crítico	Variação significativa?
ACCNS-ACC	25,6690	6,69E-09	2,6207	sim
ACTNS-ACT	6,2755	0,000741	2,6207	sim
ACCNS-ACTNS	24,0769	1,26E-08	2,6207	sim
ACC-ACT	34,6075	3,23E-10	2,6207	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 33 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACC

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	0	0	sim
6-30	0	0,6050	0,3179	sim
6-93	0	0,6946	0,4075	sim
6-189	0	0,6962	0,4091	sim
6-288	0	0,6799	0,3928	sim
30-93	0,6050	0,6946	0,0897	sim
30-189	0,6050	0,6962	0,0912	sim
30-288	0,6050	0,6799	0,0749	sim
93-189	0,6946	0,6962	0,0016	não
93-288	0,6946	0,6799	0,0147	não
189-288	0,6962	0,6799	0,0163	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 34 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACCNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	0	0	não
6-30	0	0,5576	0,4882	sim
6-93	0	0,8561	0,7867	sim
6-189	0	0,7357	0,6663	sim
6-288	0	0,7387	0,6693	sim
30-93	0,5576	0,8561	0,2986	sim
30-189	0,5576	0,7357	0,1782	sim
30-288	0,5576	0,7387	0,1811	sim
93-189	0,8561	0,7357	0,1204	sim
93-288	0,8561	0,7387	0,1174	sim
189-288	0,7357	0,7387	0,0030	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 35 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACT

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	0	0	não
6-30	0	0,2440	0,1653	sim
6-93	0	0,4304	0,3517	sim
6-189	0	0,6038	0,5251	sim
6-288	0	0,6901	0,6113	sim
30-93	0,2440	0,4304	0,1864	sim
30-189	0,2440	0,6038	0,3598	sim
30-288	0,2440	0,6901	0,4461	sim
93-189	0,4304	0,6038	0,1734	sim
93-288	0,4304	0,6901	0,2596	sim
189-288	0,6038	0,6901	0,0862	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 36 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE EXPANSÃO TRAÇO ACTNS

Idades (dias)	Média 1	Média 2	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0-6	0	0	0	não
6-30	0	0,2953	0,2953	sim
6-93	0	0,5281	0,5281	sim
6-189	0	0,4869	0,4869	sim
6-288	0	0,4933	0,4933	sim
30-93	0,2953	0,5281	0,2328	sim
30-189	0,2953	0,4869	0,1916	sim
30-288	0,2953	0,4933	0,1981	sim
93-189	0,5281	0,4869	0,0412	não
93-288	0,5281	0,4933	0,0347	não
189-288	0,4869	0,4933	0,0065	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 37 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE VARIAÇÃO DE MASSA

TRAÇOS ACCNS - ACC

Idade (dias)	Média ACCNS	Média ACC	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	0,2871	0,0694	0,2177	sim
30	0,5935	0,5761	0,0174	não
93	0,6946	0,8561	0,1615	sim
189	0,6962	0,7357	0,0395	não
288	0,6799	0,7387	0,0588	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 38 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE VARIAÇÃO DE MASSA

TRAÇOS ACTNS - ACT

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	0,0787	0,1044	0,0257	não
30	0,2440	0,2903	0,0463	não
93	0,4304	0,5168	0,0863	não
189	0,6038	0,4838	0,1201	sim
288	0,6901	0,6037	0,0864	não

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 39 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE VARIAÇÃO DE MASSA

TRAÇOS ACTNS - ACCNS

Idade (dias)	Média ACTNS	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	0,0694	0,1044	0,0350	não
30	0,5761	0,2903	0,2858	sim
93	0,8561	0,5168	0,3393	sim
189	0,7357	0,4838	0,2520	sim
288	0,7387	0,6037	0,1350	sim

FONTE: A autora (2020)

Apêndice B. 40 – TESTE DE TUKEY ENSAIO DE VARIAÇÃO DE MASSA

TRAÇOS ACC - ACT

Idade (dias)	Média ACC	Média ACT	Diferença em módulo	Diferença significativa?
0	0	0	0	não
6	0,0787	0,2871	0,2084	sim
30	0,2440	0,5935	0,3495	sim
93	0,4304	0,6946	0,2642	sim
189	0,6038	0,6962	0,0924	sim
288	0,6901	0,6799	0,0102	não

FONTE: A autora (2020)