



UNIVERSIDADE  
ESTADUAL DE LONDRINA

---

ADILSON APARECIDO GONÇALVES JUNIOR

**AUTOCICATRIZAÇÃO DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS  
COM ESCÓRIA DE ALTO-FORNO E ATIVADOR ALCALINO**

---

Londrina  
2022

ADILSON APARECIDO GONÇALVES JUNIOR

**AUTOCICATRIZAÇÃO DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS  
COM ESCÓRIA DE ALTO-FORNO E ATIVADOR ALCALINO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Estadual de Londrina como requisito parcial para a obtenção do Título de Doutor em Engenharia Civil.

Orientadora: Prof. Dra. Berenice Martins Toralles

Coorientador: Prof. Dr. Romel Dias Vanderlei

Londrina  
2022

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UEL

G635a Gonçalves Junior, Adilson Aparecido.  
Autocicatrização de materiais cimentícios com escória de alto-forno e ativador alcalino / Adilson Aparecido Gonçalves Junior. - Londrina, 2022.  
228 f. : il.

Orientador: Berenice Martins Toralles.  
Coorientador: Romel Dias Vanderlei.  
Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Tecnologia e Urbanismo, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2022.  
Inclui bibliografia.

1. Materiais cimentícios - Tese. 2. Escória de alto-forno - Tese. 3. Porosimetria - Tese. 4. Autocicatrização - Tese. I. Martins Toralles, Berenice. II. Dias Vanderlei, Romel. III. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Tecnologia e Urbanismo. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. IV. Título.

CDU 62

ADILSON APARECIDO GONÇALVES JUNIOR

**AUTOCICATRIZAÇÃO DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS  
COM ESCÓRIA DE ALTO-FORNO E ATIVADOR ALCALINO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Estadual de Londrina como requisito parcial para a obtenção do Título de Doutor em Engenharia Civil.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Orientador: Professora Dra. Berenice Martins  
Toralles  
Universidade Estadual de Londrina – UEL

---

Professor Dr. Alexandre Urbano  
Universidade Estadual de Londrina – UEL

---

Professor Dr. Carlos Humberto Martins  
Universidade Estadual de Maringá – UEM

---

Professora Dra. Alessandra Lorenzetti de Castro  
Universidade de São Paulo – USP

---

Professora Dra. Karyne Ferreira dos Santos  
Laboratório Nacional de Engenharia Civil – LNEC

Londrina, 01 de junho de 2022.

A Deus e aos demais que amo.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, Senhor da minha vida, que me dá alimento quando me sinto cansado.

Aos meus pais, pelo constante apoio e amor que me incentivavam a perseverar.

À professora Berenice, orientadora como uma “mãe”, e ao professor Romel, sempre muito prestativo.

Aos demais professores que foram pilares desta pesquisa, em especial os professores José Wilson, Eduardo Inocente, Alexandre Urbano e Avacir.

Aos técnicos de laboratório da UEL e UEM, que foram também verdadeiros professores e mestres, de modo muito especial ao Osvaldo do MEV/UEL.

Aos meus amigos, tantos foram eles que estiveram comigo nas viagens à Londrina, nos laboratórios na UEL e UEM, e em especial à minha querida irmã Vitória Lorena, minha principal auxiliar, e à Maria Vitória.

Ao “Chão Comum” (*Yellow Deli*), lugar que sempre ia, tanto nos intervalos como também para estudar, e era recebido por pessoas que me aproximavam de Deus.

Às instituições UEL e UEM, as quais devo agradecimentos por toda a minha formação profissional.

Aos demais que de algum modo contribuíram com esta pesquisa.

"O que sabemos é uma gota, o que ignoramos é um oceano."

(Isaac Newton)

## RESUMO

O concreto é o material da construção civil mais utilizado pelo homem. Diante de desafios referentes à durabilidade, relacionados principalmente à formação de fissuras, há um crescente número de estudos investigando a autocicatrização (fechamento de fissuras), sendo este fenômeno ainda não tão bem compreendido. Assim, o presente trabalho teve por objetivo investigar o potencial de contribuição de uma escória de alto-forno (BFS) ativada com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  no processo de autocicatrização autógena. A pesquisa foi dividida em duas fases ([I] e [II]). A Fase [I] é dedicada ao estudo do fechamento de poros, e serviu de subsídio para tomada de decisão na Fase [II], em que se estudou a autocicatrização. Na Fase [I] foram empregadas 4 misturas: Ref (cimento Portland e areia), S5, S7 e S9, com 50, 75 e 90% de cimento substituído por BFS. Na Fase [II] manteve-se Ref e S9 (selecionada na Fase [I]), e introduziu-se S9\_5 e S9\_10, com 5 e 10% de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . As condições de cura foram intermitente (seco/molhado) e submersa (Fase [II]). Na Fase [I] realizaram-se análises da porosidade (absorção de água; porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM); microtomografia ( $\mu\text{CT}$ ); e técnica de excitação por impulso), de resistência à compressão, de difração de Raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura com microanálise por energia dispersiva (MEV/EDS). Na Fase [II] empregaram-se as técnicas de  $\mu\text{CT}$ , microscopia digital, excitação por impulso, DRX, MEV/EDS e resistência à compressão. As idades de referências foram 28, 112 e 196 dias. Na Fase [I] constatou-se que com o acréscimo de BFS ocorreu o aumento da porosidade total e a redução da dimensão (diâmetro) dos poros. As taxas de redução da porosidade total da matriz cimentícia no tempo aumentaram com o aumento da quantidade de BFS, em decorrência da maior precipitação de  $\text{CaCO}_3$ , constatadas por DRX, e por reações tardias. A resistência mecânica reduziu com o acréscimo de BFS, e houve redução da quantidade de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Na Fase [II] constatou-se que as misturas demonstraram maior potencial de autocicatrização para a condição submersa. Pela microscopia digital, S9 e Ref apresentaram o maior potencial aparente de autocicatrização na superfície, fechando fissuras de até 0,144 e 0,134 mm, respectivamente. A MEV mostrou que Ref teve um fechamento mais efetivo da fissura, com contribuições principalmente do  $\text{CaCO}_3$ , enquanto as misturas com BFS, mesmo S9 na condição submersa, apresentaram planos sobrepostos (em diferentes profundidades) de silicatos, aluminatos e  $\text{CaCO}_3$ . Para a condição submersa, dos 112 aos 196 dias, as misturas com BFS demonstraram maior capacidade de redução do volume da fissura e, em particular S9\_10, que se destacou das demais, efeito motivado pela hidratação tardia da BFS ativada pelo  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Embora a BFS tenha contribuído para perdas de resistência, em termos de estrutura porosa é viável o uso de 90% de BFS. A introdução de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  contribuiu para o aumento de resistência e redução da porosidade, de modo que S9\_10 é um material cimentício que merece atenção quanto ao seu potencial autocicatrizante em condições submersas.

**Palavras-chave:** Materiais cimentícios, escória de alto-forno, porosimetria, refinamento de poros, ativador alcalino, autocicatrização.

## ABSTRACT

Concrete is the civil construction material most used by humankind. In face of challenges as durability, these mainly related to the formation of cracks, there has been an increasing number of studies investigating self-healing (closing of cracks), that phenomenon not being yet completely understood. Thus, the present work had as objective the investigation of the potential contribution of a blast furnace slag (BFS) activated by  $Ca(OH)_2$  in a process of autogenous self-healing. This research was separated in two phases ([I] and [II]). Phase [I] focused on the study of closing pores and used as basis for decision making in Phase [II], which studied the self-healing phenomenon. In Phase [I] 4 mixtures were applied: Ref (Portland cement and sand), S5, S7 and S9, with 50, 75 and 90% of cement replacement by BFS. In Phase [II] were maintained Ref and S9 (selected in Phase [I]) and were incorporated S9\_5 and S9\_10, with 5 and 10% of  $Ca(OH)_2$ . The curing conditions were intermittent (dry/wet) and submersed (Phase [II]). In Phase [I] were performed analysis of porosity (water absorption, mercury intrusion porosimetry (MIP); microtomography ( $\mu$ CT); and impulse excitation technique), resistance to compression, X-rays diffraction (XRD) and scanning electron microscopy with energy dispersive microanalysis (SEM/EDS). In Phase [II] were applied the techniques of  $\mu$ CT, digital microscopy, impulse excitation, XRD, SEM/EDS and resistance to compression. The ages of reference were 28, 112 and 196 days. In Phase [I] was observed that the BFS added caused an increase on the total porosity and decrease on the pores dimension (diameter). The rates of decrease on the total porosity of the cementitious matrix in time increased along with the increase of the BFS amount, in detriment of the higher precipitation of  $CaCO_3$ , observed by XRD and late reactions. The mechanical resistance decreased along the addition of BFS, and there was a decrease on the quantity of  $Ca(OH)_2$ . In Phase [II] was observed that the mixtures demonstrated a higher potential of self-healing for the submersed condition. By digital microscopy, S9 and Ref presented the highest apparent potential of self-healing on the surface, closing cracks of even 0.144 and 0.134 mm, respectively. The SEM demonstrated that Ref had a more effective closing of cracks, with contributions mainly of  $CaCO_3$ , while the mixtures with BFS, even S9 in the submersed condition, presented overlapped layers (at different depths) of silicates, aluminates and  $CaCO_3$ . Considering the submersed conditions at 112 to 196 days, the mixtures with BFS demonstrated higher capacity of decrease on the cracks volume and, particularly S9\_10, which detached itself from the others, effect caused by the late hydration of the BFS activated by the  $Ca(OH)_2$ . Although the BFS contributed to the loss of resistance, considering the porous structure the use of 90% BFS is viable. The insertion of  $Ca(OH)_2$  contributed for the increase of resistance and decrease of porosity, in a manner that S9\_10 is a cementitious material that deserves attention regarding its self-healing potential in submersed conditions.

**Keywords:** Cementitious material, blast furnace slag, porosimetry, refinement of pores, alkaline activator, self-healing.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> – DRX de uma amostra de clínquer pulverizado.....	26
<b>Figura 2</b> – Estrutura cristalina do C3S .....	27
<b>Figura 3</b> – Representação esquemática de uma cadeia de silicatos .....	34
<b>Figura 4</b> – DRX de uma amostra de escória de alto-forno pulverizada.....	35
<b>Figura 5</b> – Pastas de (a) cimento Portland puro (Anh – grão de cimento não hidratado) e de (b) escória de alto-forno (Slag Grain – grão de escória não hidratado).....	37
<b>Figura 6</b> – Representação esquemática - cadeia de silicato (a) com $Al^{+3}$ substituído por $Si^{+4}$ no tetraedro de ponte (b) $Al^{+3}$ substituído por $Si^{+4}$ em um uma não-ponte tetraédrica .....	39
<b>Figura 7</b> – Classificação dos poros nas pastas de cimento.....	45
<b>Figura 8</b> – Ilustração dos aparatos de ensaio na técnica de excitação por impulso .....	49
<b>Figura 9</b> –Amortecimento interno e dissipação de ensaio na técnica de excitação por impulso .....	50
<b>Figura 10</b> –Melhoria da cicatrização autógena por: (A) restrição da largura da fissura, (B) fornecimento de água (C) ou hidratação e cristalização melhorada (contínua) Fonte: Van Tittelboom e De Belie (2013).....	52
<b>Figura 11</b> –(a) Flexão simples com 3 pontos sustentada e (b) peças do equipamento empregado por Yildirim et al. (2015) no estudo de autocicatrização Fonte: Yildirim et al. (2015).....	56
<b>Figura 12</b> –Ilustração esquemática das configurações (A) da tensão de divisão usada para separar diametralmente os corpos de prova e (B) do teste de permeabilidade.....	60
<b>Figura 13</b> –Fluxograma com as etapas do programa experimental .....	64
<b>Figura 14</b> –Escória de alto-forno (a) antes (granular) e (b) após a micronização .....	66
<b>Figura 15</b> –Granulometria da escória de alto-forno antes e após a micronização.....	66
<b>Figura 16</b> – MEV da BFS micronizada com ampliação de (a) 1600 e (b) 6000x .....	67
<b>Figura 17</b> –Difratograma de raios X para (a) CP V-ARI e (b) BFS.....	68
<b>Figura 18</b> (a) Argamassadeira empregada na mistura e (b) teste de consistência.....	70
<b>Figura 19</b> –Fluxograma da Fase [I].....	74
<b>Figura 20</b> – Detalhes ensaio de absorção: (a) fervura e (b) corpo de prova em balança .....	75
<b>Figura 21</b> – Detalhes ensaio de microtomografia: (a) equipamento SKYSCAN 1173 e (b) porta amostra com fragmento de argamassa .....	75
<b>Figura 22</b> –Detalhes PIM: (a) Equipamento, (b) acessórios/porosímetro e (c) amostras .....	76

<b>Figura 23</b> – Composição do equipamento e corpo de prova com (a) captador acústico e (b) e pulsador manual.....	77
<b>Figura 24</b> – Detalhes FRX: (a) Amostra sendo pulverizada, (b) porta amostra e (c) equipamento .....	78
<b>Figura 25</b> – Compressão axial: (a) Prensa (b) cp rompido e (c) aberto .....	79
<b>Figura 26</b> – Detalhes MEV: (a) Amostras metalizadas (b) equipamento e (c) porta amostra	80
<b>Figura 27</b> –Fluxograma da Fase [II] .....	81
<b>Figura 28</b> – Moldes posicionados na caixa de madeira com moldes (a) vazios e (b) preenchidos com argamassa .....	83
<b>Figura 29</b> – Fissuração por compressão diametral: (a) Torno de bancada nº 5 e (b) Corpo de prova fissurado .....	84
<b>Figura 30</b> – (a) Microscópio digital empregado e (b) corpo de prova posicionado para obtenção de imagem da fissura.....	85
<b>Figura 31</b> – Detalhes ensaio de microtomografia: (a) equipamento SKYSCAN 1173 e (b) porta amostra elemento fissurado .....	86
<b>Figura 32</b> – Compressão axial: (a) Prensa e (b) cp rompido.....	88
<b>Figura 33</b> – Corpos de prova 40 mm x 20 mm e amostras (altura de 5,0 mm aproximadamente) extraídas para MEV.....	89
<b>Figura 34</b> – Detalhes MEV: (a) Amostras metalizadas e (b) equipamento com porta amostra .....	90
<b>Figura 35</b> – (a) Absorção e (b) índice de vazios com a idade da mistura .....	92
<b>Figura 36</b> –Taxa de variação entre as idades avaliadas para a (a) absorção e (b) índice de vazios .....	93
<b>Figura 37</b> – Relação % volume poros/volume amostra dos 28 aos 196 dias conforme $\mu$ CT para os traços (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9.....	95
<b>Figura 38</b> – Valores percentuais aos 28 e 196 dias para: (a) poros com diâmetro médio de 0,02 mm; (b) poros com diâmetro de 0,06 a 0,24 mm ( $\Sigma$ (0,06-0,24)); (c) poros com diâmetro médio de 0,28 a 0,31mm ( $\Sigma$ (0,28-0,31)). .....	97
<b>Figura 39</b> –Distribuição relativa dos poros no intervalo de 0,02 a 0,31 .....	100
<b>Figura 40</b> – Diâmetro x volume da intrusão diferencial de mercúrio dos 28 aos 196 dias para os traços: (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9 .....	102
<b>Figura 41</b> – Diâmetro x volume da intrusão diferencial de mercúrio aos (a) 28 e (b) 196 dias .....	103

<b>Figura 42</b> – Intrusão diferencial de mercúrio (diâmetro x volume da intrusão) dos 28 aos 196 dias para as misturas (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9 .....	104
<b>Figura 43</b> – Resultados da intrusão diferencial de mercúrio, considerando intervalos de diâmetros, dos 28 aos 196 dias para as misturas (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9 .....	106
<b>Figura 44</b> – Velocidade do pulso ultrassônico com a idade .....	108
<b>Figura 45</b> – Variação da velocidade do pulso ultrassônico com a idade .....	108
<b>Figura 46</b> – Resistência à compressão com a idade.....	110
<b>Figura 47</b> – Variação da resistência à compressão com a idade da mistura .....	110
<b>Figura 48</b> –Variáveis aplicadas na análise de componentes principais .....	111
<b>Figura 49</b> –Análise de componentes principais – FRX.....	112
<b>Figura 50</b> – Resultados DRX para (a) S5, (b) S7 e (c) S9 .....	113
<b>Figura 51</b> – Resultados DRX para Ref .....	114
<b>Figura 52</b> – MEV de Ref aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias e de S5 aos (d) 28 (e) 112 e (f) 196 dias .....	116
<b>Figura 53</b> – MEV de S7 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias e de S9 aos (d) 28 (e) 112 e (f) 196 dias .....	117
<b>Figura 54</b> –(a) Imagem de MEV de S9 aos 196 dias e microanálises (b) EDS 1 e (c) EDS 2 .....	119
<b>Figura 55</b> – Seguintos de tubos de 40mm: (a) PVC soldável para água fria de 20 mm (17 mm interno) (b) PVC soldável para água fria de 25 mm (21 mm interno) (c) PVC soldável para água quente de 22 mm (18 mm interno) (d) PVC rígido para eletroduto de 16 mm (14 mm interno) e (e) silver tape (16 mm interno) .....	123
<b>Figura 56</b> – Fissuração por compressão diametral com (a) torno de bancada nº 5 e (b) prensa hidráulica .....	124
<b>Figura 57</b> – Corpos de prova no molde de PVC para água fria soldável de 20 mm (17 mm interno) rompidos por compressão diametral pelo torno de bancada N°5 .....	125
<b>Figura 58</b> – Valores médios das dimensões das maiores fissuras fechadas aos 196 dias .....	131
<b>Figura 59</b> – Valores das maiores e menores dimensões de fissuras fechadas aos 196 dias ..	131
<b>Figura 60</b> – Ilustração do significado de esfericidade .....	134
<b>Figura 61</b> – Resultados da análise 3D por $\mu$ CT para cp na condição de exposição A .....	135
<b>Figura 62</b> – Resultados da análise 3D por $\mu$ CT para cp na condição de exposição B.....	136
<b>Figura 63</b> – % Fissura / Poros totais no tempo para as misturas (a) R#16 (b) S9#17 (c) S9_5#17 e (d) S9_10#16 na condição A, e (a) R#17 (b) S9#16 (c) S9_5#16 e (d) S9_10#17 na condição B.....	138

<b>Figura 64</b> – Variações percentuais dos volumes das fissuras no tempo ( $\Delta\%$ Fissura) .....	140
<b>Figura 65</b> – Seção 0445 do cp S9_5#17 aos 196 dias.....	142
<b>Figura 66</b> – Percentual de poros x profundidade para R#16 .....	144
<b>Figura 67</b> – Diferença de percentual de poros x profundidade para R#16.....	144
<b>Figura 68</b> – Percentual de poros x profundidade para S9#17.....	145
<b>Figura 69</b> – Diferença de percentual de poros x profundidade para S9#17 .....	145
<b>Figura 70</b> – Percentual de poros x profundidade para S9_5#17.....	146
<b>Figura 71</b> – Diferença de percentual de poros x profundidade para S9_5#17 .....	146
<b>Figura 72</b> –Percentual de poros x profundidade para S9_10#16.....	147
<b>Figura 73</b> – Diferença de percentual de poros x profundidade para S9_10#16 .....	147
<b>Figura 74</b> – <i>Percentual de poros x profundidade</i> para (a) R#16 (b) S9#17 (c) S9_5#16 (d) S9_10#16 e <i>Diferença de percentual de poros x profundidade</i> para (e) R#16 (f) S9#17 (g) S9_5#16 (h) S9_10#16.....	149
<b>Figura 75</b> – MEV de cp fissurado para a mistura Ref aos 112 dias sob cura <b>intermitente</b> com ampliação de (a) 50x, (b) 400x e (c) 1600x identificando pontos 1 e 3 nos materiais formados na parede da fissura.....	154
<b>Figura 76</b> – MEV de cp fissurado para a mistura Ref aos 112 dias sob cura <b>intermitente</b> com ampliação de 10000x dos pontos (a) 1 (b) 3 da Figura 75 e dos resultados de microanálises com EDS de (c) 1 e (d) e 3 .....	155
<b>Figura 77</b> – MEV de cp fissurado para a mistura Ref aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x.....	156
<b>Figura 78</b> – MEV de cp fissurado para a (a) mistura Ref aos 112 dias sob condição <b>submersa</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno à fissura.....	156
<b>Figura 79</b> – MEV de cp fissurado para a mistura S9 aos 112 dias sob condição de cura <b>intermitente</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x .....	157
<b>Figura 80</b> – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9 aos 112 dias sob condição <b>intermitente</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura.....	157
<b>Figura 81</b> – MEV de cp fissurado para a mistura S9 aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x.....	158
<b>Figura 82</b> – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9 aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura.....	158

<b>Figura 83</b> – MEV de cp fissurado para a mistura S9_5 aos 112 dias sob condição de cura <b>intermitente</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x .....	159
<b>Figura 84</b> – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9_5 aos 112 dias sob condição <b>intermitente</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura .....	159
<b>Figura 85</b> – MEV de cp fissurado para a mistura S9_5 aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x.....	160
<b>Figura 86</b> – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9_5 aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura .....	160
<b>Figura 87</b> – MEV de cp fissurado para a mistura S9_10 aos 112 dias sob condição de cura <b>intermitente</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x .....	161
<b>Figura 88</b> – <b>PONTO 1:</b> MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9_10 aos 112 dias sob condição de cura <b>intermitente</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura.....	161
<b>Figura 89</b> – <b>PONTO 2:</b> MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9_10 aos 112 dias sob condição de cura <b>intermitente</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura.....	162
<b>Figura 90</b> – MEV de cp fissurado para a mistura S9_10 aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de (a) 50x e (b) 400x .....	163
<b>Figura 91</b> – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9_10 aos 112 dias sob condição de cura <b>submersa</b> com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura .....	163
<b>Figura 92</b> – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para Ref nas condições (a) <b>intermitente</b> e (b) <b>submersa</b> .....	164
<b>Figura 93</b> – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para S9 nas condições (a) <b>intermitente</b> e (b) <b>submersa</b> .....	164
<b>Figura 94</b> – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para S9_5 nas condições (a) <b>intermitente</b> e (b) <b>submersa</b> .....	165
<b>Figura 95</b> – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para S9_10 nas condições (a) <b>intermitente</b> e (b) <b>submersa</b> .....	165
<b>Figura 96</b> – Parede de S9_10 com material apresentando grande quantidade de silício recoberto por material com grande quantidade de cálcio.....	166
<b>Figura 97</b> – Resultados DRX para (a) S9_5 (b) S9_10 e (c) S9 para condição <b>intermitente</b>	168

<b>Figura 98</b> – Resultados DRX para Ref condição intermitente .....	169
<b>Figura 99</b> – Velocidade do pulso ultrassônico para as misturas das fases [I] e [II] aos 28 dias .....	170
<b>Figura 100</b> – Resistência à compressão para as misturas das fases [I] e [II] aos 28 dias .....	171
<b>Figura 101</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#02 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	186
<b>Figura 102</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#13 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	187
<b>Figura 103</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#22 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	188
<b>Figura 104</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#23 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	189
<b>Figura 105</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#02 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	190
<b>Figura 106</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#09 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	191
<b>Figura 107</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#11 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	192
<b>Figura 108</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#14 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	193
<b>Figura 109</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#25 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	194
<b>Figura 110</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_5#10 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	195
<b>Figura 111</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_5#13 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	196
<b>Figura 112</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_5#17 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	197
<b>Figura 113</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_5#19 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	198
<b>Figura 114</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_5#27 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	199
<b>Figura 115</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_10#01 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	200

<b>Figura 116</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_10#07 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	201
<b>Figura 117</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_10#09 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	202
<b>Figura 118</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_10#15 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	203
<b>Figura 119</b> – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9_10#19 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	204
<b>Figura 120</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#03 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	205
<b>Figura 121</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#04 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	206
<b>Figura 122</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#06 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	207
<b>Figura 123</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#20 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	208
<b>Figura 124</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#03 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	209
<b>Figura 125</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#04 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	210
<b>Figura 126</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#07 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	211
<b>Figura 127</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#21 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	212
<b>Figura 128</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#24 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias.....	213
<b>Figura 129</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_5#06 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	214
<b>Figura 130</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_5#13 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	215
<b>Figura 131</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_5#18 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	216
<b>Figura 132</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_5_28 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	217

<b>Figura 133</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_5#30 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	218
<b>Figura 134</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_10#02 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	219
<b>Figura 135</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_10#06 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	220
<b>Figura 136</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_10#10 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	221
<b>Figura 137</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_10#26 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	222
<b>Figura 138</b> – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9_10#30 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias .....	223

## LISTA DE QUADROS

<b>Quadro 1</b> – Classificação da porosidade em gel, capilar e vazios de ar .....	44
<b>Quadro 2</b> – Procedimentos de mistura na fase [I] da pesquisa .....	70
<b>Quadro 3</b> –Resumo do Planejamento experimental da Fase [I] da pesquisa .....	73
<b>Quadro 4</b> –Resumo do Planejamento experimental da Fase [II] da pesquisa .....	82
<b>Quadro 5</b> – Agrupamentos para análise por microscopia digital .....	126
<b>Quadro 6</b> – Blocos definidos para análise de fissuras 3D.....	139
<b>Quadro 7</b> – Quadro resumo dos resultados de microscopia eletrônica de varredura .....	152

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Composição química da escória de alto-forno .....	36
<b>Tabela 2</b> –Porosidade por absorção de água.....	46
<b>Tabela 3</b> – Porosidade total por PIM .....	47
<b>Tabela 4</b> - Análise de FRX: BFS e CP V-ARI .....	67
<b>Tabela 5</b> – Argamassas empregadas na Fase [I] da pesquisa .....	69
<b>Tabela 6</b> – Massa específica e consumo de material por m <sup>3</sup> de argamassa.....	71
<b>Tabela 7</b> – Resultados ensaios de absorção para as diferentes idades da mistura .....	91
<b>Tabela 8</b> –Distribuição relativa dos poros no intervalo de 0,02 a 0,31 mm.....	99
<b>Tabela 9</b> –Volumes de mercúrio introduzido em função do diâmetro.....	105
<b>Tabela 10</b> –Velocidade do pulso ultrassônico com a idade da mistura.....	107
<b>Tabela 11</b> – Resultados da análise microscopia digital para condição intermitente.....	127
<b>Tabela 12</b> – Resultados da análise microscopia digital para condição submersa.....	129
<b>Tabela 13</b> – Maiores aberturas de fissuras via microscópio digital.....	133
<b>Tabela 14</b> – Resultados da análise 3D por $\mu$ CT para a condição de exposição A.....	135
<b>Tabela 15</b> – Resultados da análise 3D por $\mu$ CT para a condição de exposição B.....	136
<b>Tabela 16</b> – Volumes de fissuras (mm <sup>3</sup> ) e variações ( $\Delta\%$ ) para os blocos selecionados.....	139
<b>Tabela 17</b> –Velocidade do pulso ultrassônico para S9, S9_5 e S9_10 aos 28 dias .....	169
<b>Tabela 18</b> – Resistência mecânica com a idade da mistura.....	171
<b>Tabela 19</b> - Relação % Volume Poros / Volume Amostra dos 28 aos 196 dias conforme $\mu$ CT .....	184
<b>Tabela 20</b> – Valores percentuais dos 28 aos 196 dias para poros com diâmetro de 0,06 a 0,24 mm ( $\Sigma$ (0,06-0,24)) e poros com diâmetro médio de 0,02 mm .....	185

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Proporção de areia no traço
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Água / (C + BFS)	Proporção de água no traço com relação ao material cimentante
ASTM	American Society for Testing and Materials
Aft	Etringita
BFS	Blast furnace slag (escória de alto forno)
C	Proporção de cimento no traço
CH	Hidróxido de cálcio
CP V-ARI	Cimento Portland de alta resistência inicial
cp	Corpo de prova
cps	Corpos de prova
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
C <sub>3</sub> A	Aluminato tricálcico
C <sub>2</sub> S	Silicato dicálcico
C <sub>3</sub> S	Silicato tricálcico
C <sub>3</sub> F	Tetracálcio aluminoferrite
dm	Ddiâmetro médio do poro
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
FRX	Fluorescência de Raios X
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
NBR	Norma brasileira
pH	Potencial hidrogeniônico
PIM	Porosimetria por Intrusão de Mercúrio
PVC	Policloreto de vinila
Ref	Argamassa básica de referência 1:3 (cimento:areia)
RILEM	Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux, systèmes de construction et ouvrages (Encontro Internacional de Laboratórios e Especialistas em Materiais, Sistemas e Estruturas de Construção)
PC 1	Eixo da componente principal 1 (FRX)

PC 2	Eixo das componentes principal 2 (FRX)
S5	Ref com 50% de substituição em massa de CP V-ARI por BFS
S7	Ref com 75% de substituição em massa de CP V-ARI por BFS
S9_10	S9 com 10% de adição de hidróxido de cálcio com relação a BFS
S9_5	S9 com 5% de adição de hidróxido de cálcio com relação a BFS
S9	Ref com 90% de substituição em massa de CP V-ARI por BFS
$\mu$ CT	Microtomografia computadorizada
$\rho$	Massa específica

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	6
<b>LISTA DE QUADROS</b> .....	14
<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	15
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b> .....	16
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	21
1.1. JUSTIFICATIVA .....	22
1.2. HIPÓTESE .....	23
1.3. OBJETIVOS: GERAL E ESPECÍFICOS .....	23
1.4. DELIMITAÇÃO DA PESQUISA .....	23
1.5. ESTRUTURA DO TRABALHO .....	24
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	25
2.1. AGLOMERANTES: CIMENTO E ESCÓRIA DE ALTO-FORNO .....	25
2.1.1. Cimento Portland .....	25
2.1.1.1. Composição química do cimento Portland .....	25
2.1.1.2. Equações de Bogue: Relações entre óxidos e fases do cimento Portland .....	28
2.1.1.3. Mecanismo de hidratação do cimento Portland .....	29
2.1.1.4. Características do C-S-H do cimento Portland .....	33
2.1.2. Escória de alto-forno .....	34
2.1.2.1. Composição química .....	34
2.1.2.2. Mecanismo de hidratação .....	35
2.1.2.3. Reatividade da escória de alto-forno no tempo .....	38
2.1.2.4. Características do C-S-H da escória de alto-forno .....	38
2.1.2.5. Ativação de escórias de alto-forno .....	39
2.1.2.6. Ativadores alcalinos em materiais cimentícios com BFS .....	40
2.2. POROSIDADE EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS .....	43
2.2.1. Classificação da porosidade .....	43
2.2.2. Avaliação e caracterização da estrutura porosa .....	45
2.3. AUTOCICATRIZAÇÃO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS .....	51
2.3.1. Classificação e caracterização da autocicatrização .....	51
2.3.2. Variáveis influenciadoras na autocicatrização autógena .....	53
2.3.2.1. Idade de fissuração .....	53
2.3.2.2. Condições e tempo de exposição .....	54
2.3.2.3. Tamanho da fissura, nível de dano e estado de tensão .....	55
2.3.3. Avaliação e caracterização da autocicatrização .....	57
2.3.3.1. Procedimentos baseados em análise visual superficial .....	57

2.3.3.2.	Procedimentos baseados em análise interna - $\mu$ CT .....	58
2.3.3.3.	Procedimentos baseados na recuperação de durabilidade.....	59
2.3.3.4.	Procedimentos baseados na recuperação mecânica.....	61
2.3.3.5.	Procedimentos para investigação dos produtos de autocatrização .....	61
<b>3.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>63</b>
3.1.	CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS .....	65
3.1.1.	Cimento Portland CP V-ARI e escória de alto-forno (BFS) .....	65
3.1.2.	Areia normal.....	68
3.1.3.	Ativador químico.....	68
3.1.4.	Argamassas.....	69
3.2.	CONDIÇÕES DE EXPOSIÇÃO.....	71
3.3.	FASE [I]: ESTUDO DA POROSIDADE DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS.....	72
3.2.1.	Absorção de água por imersão.....	74
3.2.2.	Microtomografia ( $\mu$ CT).....	75
3.2.3.	Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).....	76
3.2.4.	Técnica de excitação por impulso.....	77
3.2.5.	Fluorescência de raios x (FRX) .....	77
3.2.6.	Difração de raios X (DRX).....	78
3.2.7.	Compressão axial.....	79
3.2.8.	Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS (MEV/EDS) .....	80
3.4.	FASE [II]: ESTUDO DA CAPACIDADE DE AUTOCATRIZAÇÃO .....	81
3.3.1.	Produção e fissuração por compressão diametral das amostras.....	82
3.3.2.	Microscopia digital: análise superficial da fissura.....	84
3.3.3.	Microtomografia ( $\mu$ CT) .....	85
3.3.4.	Difração de raios X (DRX).....	87
3.3.5.	Técnica de excitação por impulso.....	87
3.3.6.	Compressão axial.....	88
3.3.1.	Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS (MEV/EDS) .....	88
<b>4.</b>	<b>DISCUSSÃO DE RESULTADOS .....</b>	<b>91</b>
4.1.	FASE [I]: RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	91
4.1.1.	Absorção de água por imersão.....	91
4.1.2.	Microtomografia computadorizada ( $\mu$ CT) .....	94
4.1.3.	Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).....	101
4.1.4.	Técnica de excitação por impulso.....	107
4.1.5.	Compressão axial.....	109
4.1.6.	Fluorescência de raios X (FRX) .....	111

4.1.7.	Difração de raios X (DRX).....	112
4.1.8.	MEV E EDS .....	114
4.1.9.	Análise crítica – Fase [I] .....	120
4.2.	FASE [II]: RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	123
4.2.1.	Testes iniciais: fissuração por divisão do corpo de prova na compressão diametral ...	123
4.2.2.	Microscopia digital: análise superficial da fissura.....	126
4.2.3.	Microtomografia ( $\mu$ CT).....	133
4.2.3.1.	$\mu$ CT – Análise 3D .....	133
4.2.3.2.	$\mu$ CT – Análise 2D .....	142
4.2.4.	Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS (MEV/EDS) .....	151
4.2.4.1.	Características dos materiais preenchendo as fissuras.....	151
4.2.4.2.	Disposição dos materiais nas fissuras .....	164
4.2.5.	Difração de raios X (DRX).....	167
4.2.6.	Técnica de excitação por impulso.....	169
4.2.7.	Compressão axial.....	171
4.2.8.	Análise crítica – Fase [II] .....	172
<b>CONCLUSÕES</b> .....		174
<b>REFERÊNCIAS</b> .....		178
<b>ANEXO A – TABELAS DE RESULTADOS</b> .....		184
<b>ANEXO B – IMAGENS DA SUPERFÍCIE DOS CORPOS DE PROVA FISSURADOS</b> .....		186
<b>ANEXO C – TUKEY TEST TO COMPARE MEANS</b> .....		224

## 1. INTRODUÇÃO

No RILEM (2013) 221-SHC: *Self-healing Phenomena in Cement Based Material* teve destaque o debate acerca do fenômeno conhecido por autocicatrização, tema que tem sido discutido com entusiasmo por pesquisadores em tempos recentes. A autocicatrização foi descoberta em 1836 pela *French Academy of Science*, com primeiras publicações a partir de 1920 (RILEM, 2013). Contudo, somente na década de 1990 que surgiram os primeiros estudos propondo a introdução intencional de materiais com propriedades autocicatrizantes ao concreto (TAKAGI, 2013).

A autocicatrização é chamada de autógena quando há uma capacidade intrínseca de cicatrização de fissuras, isto é, provocada por materiais presentes na mistura. Quando promovida por agentes cicatrizantes na mistura, é chamada de autônoma (VAN TITTELBOOM et al., 2011; VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013). Esses mecanismos ainda não são tão bem compreendidos e apresentam pouca aplicação na prática (RILEM, 2013).

Destaque se dá a incorporação da escória de alto-forno (BFS) subproduto da indústria do aço – em matrizes cimentícias como um agente potencializador da autocicatrização autógena, (CHEN et al., 2012; DARQUENNES et al., 2016; HUANG; YE; DAMIDOT, 2014; MOREIRA, 2017; QIU; TAN; YANG, 2016; TAKAGI, 2013; VAN TITTELBOOM et al., 2012a), o que tem contribuído para a autocicatrização autógena, pela precipitação do  $\text{CaCO}_3$  e hidratação tardia (GRUYAERT, 2010; MOREIRA, 2017). Estudos mostram também que ela tem promovido o aumento da capacidade de refinamento de poros capilares em pastas de materiais cimentantes (ALMEIDA; KLEMM, 2018; CHEN et al., 2012; HADJ-SADOK et al., 2011b).

A formação de fissuras tem sido um grande limitador da durabilidade de edificações (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013), o que tem exigido altos custos de manutenção (SINGH; GUPTA, 2020). Os materiais cimentícios com cimento Portland apresentam por si só a capacidade de autocicatrização, sendo esse processo limitado (FERRARA et al., 2018). A potencialização deste fenômeno pode contribuir para a promoção de vida útil das edificações. Em particular, merece destaque a possibilidade do emprego desses materiais em locais que são dificilmente acessíveis - localizados muito altos ou muito profundos - e, portanto, difíceis e caros para reparar (NL AGENCY, 2011).

Diante deste contexto, motivado também pelos próprios benefícios sustentáveis do emprego e destinação adequada de escórias de alto-forno, como a redução de emissão de  $\text{CO}_2$  e do consumo de energia resultante da produção de clínquer (LOTHENBACH; SCRIVENER;

HOOTON, 2011), é que o presente trabalho tem por objetivo investigar o potencial de contribuição de uma escória de alto-forno (BFS) na autocicatrização de compostos cimentícios. Faz parte desta pesquisa a proposta de potencializar a autocicatrização mediante a aplicação de ativador alcalino.

### 1.1. JUSTIFICATIVA

O concreto lidera a posição dos materiais de construção mais utilizados pelo homem, em vista de vantagens promovidas pela fácil moldagem e relativo baixo custo. Mas, no seu emprego há também grandes desafios referentes à durabilidade, relacionados principalmente à formação de fissuras (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013), que representam um caminho direto para a entrada de agentes nocivos (FERRARA et al., 2018). O bloqueio a este processo tem exigido altos custos de manutenção (SINGH; GUPTA, 2020).

Os materiais cimentícios com cimento Portland apresentam por si só a capacidade de autocicatrização (fechar fissuras) após expostos a condições específicas de umidade, pela produção de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) (FERRARA et al., 2018) e pela hidratação tardia, produzindo silicato de cálcio hidratado (C-S-H) (RILEM, 2013; VAN TITTELBOOM et al., 2012b). Contudo, esta capacidade natural de autocicatrização é limitada (FERRARA; KRELANI; MORETTI, 2016). Há técnicas autocicatrizantes em estudo que se apresentam como potencializadoras desse mecanismo (PARK; CHOI, 2018).

Merece destaque o emprego da escória de alto-forno (BFS), sub-produto da indústria do aço, no desenvolvimento de tecnologias autocicatrizantes. Pesquisas já têm mostrado que a introdução desta adição em compostos cimentícios contribui para a autocicatrização autógena, por meio da hidratação tardia e através da precipitação do  $\text{CaCO}_3$  (MOREIRA, 2017; VAN TITTELBOOM et al., 2012b). Em particular, Gruyaert et al. (2015) apontam que materiais cimentícios com BFS em solução com ativadores alcalinos ( $\text{Ca(OH)}_2$  e carbonato de sódio- $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) apresentaram maior potencial de fechamento de fissuras do que aqueles em água pura.

Mesmo diante deste contexto com pesquisas correntes sobre o tema, buscas na literatura mostram que a maior parte das investigações sobre autocicatrização avaliam o fechamento da fissura na superfície, sendo poucos aqueles que abordam internamente este fenômeno. São raras também as investigações que tratam da análise da autocicatrização em elementos sujeitos a cargas sustentadas. Ambas essas observações são apontadas no trabalho de Ferrara et al. (2018b).

Assim, é proposto para a presente pesquisa estudar o potencial de autocicatrização superficial e interna de compostos cimentícios com escória de alto-forno com e sem  $\text{Ca(OH)}_2$  como ativador alcalino. Os resultados produzidos poderão servir de fundamento para o desenvolvimento de tecnologias que promovam benefícios em termos de durabilidade e de sustentabilidade de edificações.

## 1.2. HIPÓTESE

A escória de alto-forno introduzida em compostos cimentícios (cimento Portland + BFS), com  $\text{Ca(OH)}_2$  como ativador alcalino, potencializa a autocicatrização na superfície e internamente de corpos de prova fissurados.

## 1.3. OBJETIVOS: GERAL E ESPECÍFICOS

Avaliar o potencial de autocicatrização de uma escória de alto-forno (BFS) em compostos cimentícios (cimento Portland + BFS), com o emprego de  $\text{Ca(OH)}_2$  como ativador alcalino.

Para alcançar a proposta do presente trabalho, foram propostos os seguintes objetivos específicos:

- quantificar o fechamento de poros dos compostos cimentícios com BFS;
- identificar o percentual de substituição de cimento Portland por BFS mais eficiente para o estudo da autocicatrização;
- investigar os mecanismos atuantes na autocicatrização;
- avaliar o efeito do ativador alcalino  $\text{Ca(OH)}_2$  na autocicatrização.

## 1.4. DELIMITAÇÃO DA PESQUISA

Para alcançar os objetivos propostos neste trabalho, foram definidas duas fases ([I] e [II]) de estudo, sendo que a [I] serviu de subsídio para tomada de decisão na [II]. Na primeira

fase foram estudadas quatro misturas, sendo elas: A Ref – argamassa básica de cimento e areia – na proporção de 1:3, em massa, e S5, S7 e S9, argamassas com 50%, 75% e 90% de substituição em massa de cimento Portland por BFS. A relação água/material cimentício foi fixada em 0,54. Já na Fase [II] foram empregadas as misturas Ref e S9, esta última escolhida conforme critérios aplicados na Fase [I]. No estudo da autocicatrização foi feito uso do ativador alcalino  $\text{Ca(OH)}_2$ , adicionado em 5 e 10% com relação a massa de BFS.

## 1.5. ESTRUTURA DO TRABALHO

O presente trabalho foi estruturado em cinco capítulos principais: 1. Introdução; 2. Revisão bibliográfica; 3. Materiais e métodos; 4. Discussão de resultados; e Conclusões.

No Capítulo 1 foi feita a justificativa da pesquisa e apresentado seus objetivos e hipótese. Na sequência, no Capítulo 2, constam desde conceitos elementares sobre composição química e hidratação do cimento Portland e BFS até a exposição das relações entre a porosidade, autocicatrização e a BFS.

No Capítulo 3 foram caracterizados os materiais empregados e apresentadas as campanhas experimentais das fases [I] e [II] da pesquisa. No Capítulo 4 foram apresentados resultados obtidos nas duas fases. Por fim, no último capítulo constam as conclusões do trabalho.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada a revisão da literatura sobre os assuntos estudados neste trabalho. São abordados inicialmente aspectos básicos, como a composição química e principais características dos mecanismos de hidratação dos aglomerantes empregados. É discorrido sobre a influência da BFS na porosidade e na autocicatrização autógena.

### 2.1. AGLOMERANTES: CIMENTO E ESCÓRIA DE ALTO-FORNO

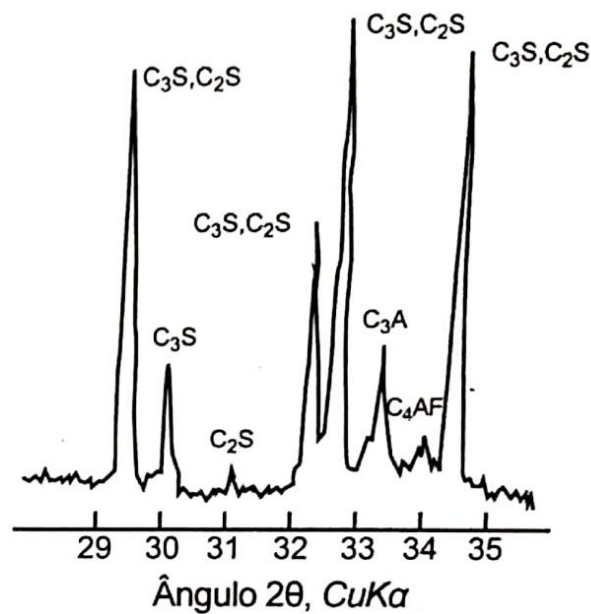
A literatura mostra que há coincidências entre os principais elementos químicos que constituem o cimento Portland e a escória de alto-forno. Ambos os materiais apresentam propriedades cimentantes e reagem na presença da água, formando, inclusive, produtos de hidratação semelhantes e com certas variações de proporções entre elementos químicos. Aspectos dessa natureza são aqui tratados.

#### 2.1.1. Cimento Portland

O cimento Portland se trata de um aglomerante hidráulico constituído essencialmente de cálcio, silício, alumínio, ferro e oxigênio, além de outros elementos. A literatura aponta que esses elementos estão agrupados na forma de componentes químicos ( $C_2S$ ,  $C_3S$ ,  $C_3A$  e  $C_3F$ ) que regem o comportamento dos produtos de hidratação gerados (MEHTA; MONTEIRO, 2014; TAYLOR, 1990b). A seguir, estes aspectos são brevemente abordados.

##### 2.1.1.1. Composição química do cimento Portland

Em termos de óxidos, o clínquer do cimento Portland possui tipicamente uma composição de  $CaO$  (67%),  $SiO_2$  (22%),  $Al_2O_3$  (5%) e  $Fe_2O_3$  (3%). Contudo, o cimento Portland é usualmente expresso na forma de componentes químicos que regem o comportamento de hidratação do cimento, sendo quatro os principais: alita ( $C_3S$ ), belita ( $C_2S$ ), fase aluminato ( $C_3A$ ) e ferrita ( $C_4AF$ ) (TAYLOR, 1990b), em que C, S, A e F corresponde às formas elementares dadas por  $CaO$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$ . A Figura 1 identifica as fases via DRX.



**Figura 1** – DRX de uma amostra de clínquer pulverizado

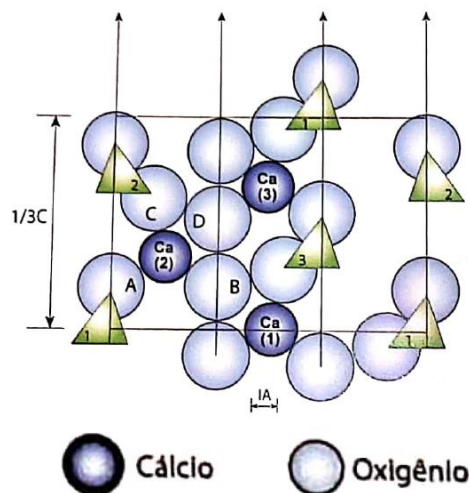
Fonte: Mehta e Monteiro (2014)

Os componentes, ou fases, C<sub>2</sub>S e o C<sub>3</sub>S são compostos por Ca, Si e O, podendo apresentar impurezas (pequenas quantidades de Al, Fe, Mg e outros). Eles representam a maior porção dos constituintes químicos do cimento Portland (NEVILLE, 2011). As características destas e das demais fases são descritas na sequência.

- Fase alita ou silicato tricálcico (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub> ou C<sub>3</sub>S)

O C<sub>3</sub>S é o componente mais importante de todos os clínqueres do cimento Portland comum, dos quais constitui de 50 a 70% (TAYLOR, 1990b), intervalo próximo do indicado por Mehta e Monteiro (2014), que é de 45 a 60%.

Mehta e Monteiro (2014) afirmam que, no empacotamento iônico do C<sub>3</sub>S, a ocorrência de coordenação dos íons oxigênio em torno do cálcio é irregular, concentrando-se em um dos lados (como na Figura 2), promovendo grandes vazios estruturais, o que contribui para a alta energia e reatividade da estrutura. Esta característica torna esta fase a mais importante o desenvolvimento de resistência inicial, em especial até aos 28 dias de idade (TAYLOR, 1990b), sendo a segunda maior responsável pelo calor de hidratação (BAUER, 2008).



**Figura 2** – Estrutura cristalina do  $C_3S$

Fonte: Adaptado de Mehta e Monteiro (2014)

- Fase belita ou silicato dicálcico ( $Ca_2SiO_4$  ou  $C_2S$ )

Constituindo de 15-30% dos clínqueres de cimentos Portland comuns, o  $C_2S$  apresenta estrutura irregular, mas com vazios menores que os da alita, portanto, menos reativa. Esta fase é substancialmente responsável para o aumento adicional de resistência que ocorre em idades posteriores àquela em que o  $C_3S$  é o principal atuante (MEHTA; MONTEIRO, 2014). No decorrer de um ano, as contribuições de ganho de resistências obtidos a partir do alita pura e do belita pura são praticamente os mesmos em condições comparáveis (TAYLOR, 1990b). Com relação ao calor de hidratação, é baixa a contribuição desse componente (BAUER, 2008).

- Fase de aluminato ou aluminato tricálcico ( $Ca_3Al_2O_5$  ou  $C_3A$ )

O  $C_3A$  representa de 6 a 12% da maioria dos clínqueres de cimento Portland. Apresentando estrutura complexa e muitos vazios estruturais, que contribuem para a alta reatividade (MEHTA; MONTEIRO, 2014), é a fase que reage mais rapidamente com a água, podendo produzir efeitos indesejáveis (TAYLOR, 1990b). Este último autor menciona um intervalo de participação nos clínqueres dado por 5-10%. O aluminato tricálcico é usualmente responsável pelo início da pega rápida, de modo que o sulfato de cálcio hidratado natural (gipsita) é usualmente introduzido na moagem do clínquer para atuar como retardador de pega

(BAUER, 2008). A estrutura do  $C_3A$  puro é cúbica, apresentando quantidades significativas de impurezas (magnésio, sódio, potássio e sílica).

- Fase de ferrita ou tetracálcio aluminoferrite ( $Ca_2AlFeO_5$  ou  $C_4AF$ )

O  $C_4AF$  representa de 5 a 15% da massa dos clínqueres de cimento Portland normais (TAYLOR, 1990b), intervalo próximo do indicado por Mehta e Monteiro (2014), que é de 6 a 8%. A taxa na qual esta fase reage com a água é variável, devido a diferenças na composição e outras características, mas em geral é alta inicialmente e intermediária entre as de alita e belita em idades posteriores (TAYLOR, 1990b). Do mesmo modo que o  $C_3A$ , quando puro, o  $C_4AF$  apresenta estrutura complexa, mas com muitos vazios estruturais, que contribuem para a alta reatividade (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Esta fase pouco contribui para a resistência do cimento hidratado (BAUER, 2008).

#### 2.1.1.2. Equações de Bogue: Relações entre óxidos e fases do cimento Portland

As propriedades do cimento estão intimamente ligadas às proporções entre silicatos e aluminatos, sendo o método de Bogue um procedimento para a determinação desta relação a partir dos óxidos do cimento (BAUER, 2008), permitindo, assim, que o cimento seja expresso em termos de  $C_3S$ ,  $C_2S$ ,  $C_3A$  e  $C_4AF$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O processo para a determinação das proporções de silicatos e aluminatos consiste no cálculo da proporção total de cal, deduzindo-se, a princípio, as parcelas necessárias para a formação do sulfato de cálcio e a cal livre, e, por seguinte, a cal necessária para a formação do ferro aluminato de cálcio, de aluminato tetracálcico e do silicato bicálcico (BAUER, 2008).

Alternativamente, Bauer (2008) e Mehta e Monteiro (2014) referenciam um sistema de equações, fundamento no método de Bogue, que permite fazer a determinação de aluminatos e silicatos a partir dos óxidos de um dado cimento. As equações citadas pelos autores se encontram na ASTM C150:2007 (ASTM, 2007a) e são como apresentadas abaixo:

$$\%C_3S = 4,071C - 7,600S - 6,718A - 1,430F - 2,852S' - 5,188CO_2$$

$$\%C_2S = 2,867S - 0,7544 C_3S$$

$$\%C_3A = 2,650A - 1,692F$$

$$\%C_4AF = 3,043F$$

Sendo: C = CaO, S = SiO<sub>2</sub>, A = Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, F = Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e S' = SO<sub>3</sub>.

As equações de Bogue se aplicam aos cimentos Portland com relação Al /Fe maior ou igual a 0,64. Se a relação for menor do que 0,64, se aplica um outro conjunto de equações incluído na ASTM C 150:2007 (ASTM, 2007a) (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O método de Bogue não leva a resultados precisos, oferecendo apenas valores indicativos, haja vista que a composição do clínquer depende de alguns fatores, como, por exemplo, a operação do forno e do subsequente resfriamento (BAUER, 2008). A aplicação das equações considera que as reações químicas da formação dos compostos do clínquer tenham se completado e que a presença de impurezas, como MgO e álcalis, possa ser ignorada (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Mesmo pequenas diferenças em termos de óxidos podem resultar em grandes diferenças nos teores de seus componentes, como nos exemplos abaixo (MEHTA; MONTEIRO, 2014):

- Redução de 1% no Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> promoveu o aumento de 4,3 e 4,0% respectivamente em C<sub>3</sub>A e em C<sub>2</sub>S;
- Redução de 1% no CaO e um aumento de 1% no SiO<sub>2</sub> causou a queda de 11,6% no C<sub>3</sub>S e um aumento da mesma quantidade do C<sub>2</sub>S.

### 2.1.1.3. Mecanismo de hidratação do cimento Portland

A hidratação do cimento pode ser dividida em dois mecanismos. O primeiro é dito hidratação por dissolução-precipitação, se dá no estágio inicial, quando há grande mobilidade iônica, em que os compostos anidros do cimento sofrem dissolução, resultando na precipitação de hidratos. O segundo, chamado de hidratação no estado sólido ou topoquímico do cimento, consiste em reações diretamente na superfície dos compostos de cimento anidro, sem que os compostos entre em solução (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Aqui será dado mais ênfase à hidratação por dissolução-precipitação.

Ainda hoje não se conhece bem as características das reações de endurecimento do cimento, contudo, é aceito que o mecanismo compreende a dissolução na água, precipitações

de cristais e gel com hidrólise e hidratação dos outros componentes do cimento (BAUER, 2008). Enquanto os aluminatos ( $C_3A$  e  $C_4AF$ ) têm alta velocidade de hidratação, sendo determinante no enrijecimento (perda de consistência) e na pega (solidificação) da pasta de cimento, a hidratação dos silicatos ( $C_3S$  e  $C_2S$ ) tem papel dominante no endurecimento (taxa de desenvolvimento de resistência) (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Assim, é convencional usar o termo hidratação para todas as reações (NEVILLE, 2011). É usual discutir separadamente a hidratação do cimento entre aluminatos e silicatos, como é realizado na sequência.

#### a) Hidratação de silicatos

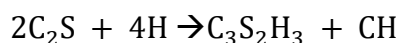
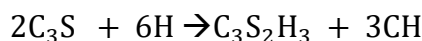
Se enquadram como silicatos o  $C_3S$  e o  $C_2S$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Não há convicções de que  $C_3S$  e  $C_2S$  resultem exatamente nos mesmos compostos hidratados, e, de fato, os estudos apontam variações no silicato de cálcio hidratado ( $C - S - H$ ), principal produto gerado pelos silicatos (NEVILLE, 2011).

Embora os produtos de hidratação do  $C_3S$  e o  $C_2S$  sejam estruturalmente semelhantes, há consideráveis diferenças na relação cálcio/sílica e no teor de água combinado (MEHTA; MONTEIRO, 2014). A relação cálcio/sílica apresenta grandes variações em função do método que é aplicado para aferição, mas admite-se que esta relação seja perto de 2,0 (NEVILLE, 2011).

O  $C - S - H$  possui característica de um gel rígido, denominado gel de tobermorita (mineral da natureza com estrutura semelhante ao  $C - S - H$ ) (NEVILLE, 2011). Isso é próprio da reação apresentada pelos silicatos, em que o  $C_3S$  se hidrolisa, isto é, separa-se em silicato bicálcico  $C_2S$  e hidróxido de cálcio ( $Ca(OH)_2 = CH$ ). Por sua vez, o  $C_2S$  combina-se com duas moléculas de água formando um gel (ou estrutura de natureza cristalina, quando ocorrer em altas temperaturas) (BAUER, 2008).

O CH liberado com a hidrólise do  $C_3S$  precipita como cristal na solução com muito cálcio (BAUER, 2008). Este composto originado (CH) apresenta forma delgada de lâminas hexagonais, com espessura da ordem de dezenas de micrômetros, que depois se fundem em precipitados maciços (NEVILLE, 2011).

Não há composição fixa para o C–S–H, mas, com a hidratação completa, a composição aproximada do material é  $C_3S_2H_3$  (usada para cálculos estequiométricos) (MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE, 2011), bem como abaixo:



Os dois silicatos precisam de quantidades aproximadas de água para hidratar, contudo, o  $C_3S$  produz muito mais CH (NEVILLE, 2011). Analisando a quantidade de CH, espera-se que um cimento com alto teor de  $C_2S$  seja mais durável (em um ambiente de águas ácidas e sulfatadas) que um com alto teor de  $C_3S$ . Com base em cálculos estequiométricos, apresentam (MEHTA; MONTEIRO, 2014):

$C_3S$ : 61% de  $C_3S_2H_3$  e 39% de CH e precisa de 24% de água para hidratar;

$C_2S$ : 82% de  $C_3S_2H_3$  e 18% de CH e precisa de 21% de água para hidratar.

As velocidades de reações do  $C_2S$  e do  $C_3S$  são muito diferentes, sendo que o  $C_3S$  de um modo geral caracteriza o comportamento do cimento (NEVILLE, 2011). Na presença de sulfatos (gipsita), o  $C_3S$  se hidrata mais rápido que o  $C_2S$ , começando a hidratar com 1 hora após o contato da água com o cimento, contribuindo assim para o tempo de pega e a resistência inicial. A velocidade rápida de hidratação do  $C_3S$  moído finamente é fator importante na produção do cimento de alta resistência inicial (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

#### b) Hidratação de aluminatos

Basicamente os aluminatos presentes no cimento são o  $C_3A$  e o  $C_4AF$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014). As quantidades destes são baixas no cimento Portland. Contudo, o seu comportamento e relação com outras produzem efeitos no material cimentício que são de interesse (NEVILLE, 2011).

Via de regra, é indesejável a presença do  $C_3A$  no cimento, pois pouco contribui para a resistência. Além disso, quando o cimento já está endurecido, sob o ataque de sulfatos, este

aluminato pode contribuir para expansão do concreto, formando sulfatoaluminatos. Mas há aspectos positivos também promovidos por aluminatos (NEVILLE, 2011):

- na queima do clínquer, o  $C_3A$  funciona como um fundante, reduzindo a temperatura e facilitando a mistura da sílica e da cal;
- apresenta capacidade de fixação de íons cloreto pelo  $C_3A$ .

A reação de  $C_3A$  com a água é imediata, formando hidratos, tais como  $C_3AH_6$ ,  $C_4AH_{19}$  e  $C_2AH_8$ , com forte liberação de calor (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Esta reação é muito violenta, marcada por um enrijecimento imediato (NEVILLE, 2011), sendo o  $C_3A$  o responsável usualmente pelo início da pega rápida (BAUER, 2008).

São feitos ajustes para controlar a velocidade de reação do  $C_3A$ , sendo o mais comum através de gesso ( $CaSO_3 \cdot 2H_2O$ ) (gipsita), podendo ser inclusos outros sulfatos de cálcio também, como o hemidrato ( $CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$ ) e a anidrita ( $CaSO_3$ ) (NEVILLE, 2011). Introduzido na moagem do clínquer (BAUER, 2008) e com concentração de 5 a 6% no cimento, o sulfato leva à redução da solubilidade do  $C_3A$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

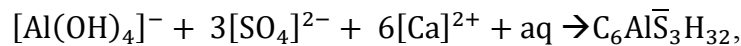
Certas hidroxilas e álcalis também podem desacelerar a reação do  $C_3A$ . Em particular, há evidências que a hidratação do  $C_3A$  é desacelerada pela ação do  $Ca(OH)_2$ , liberado pela hidrólise do  $C_3S$ , uma vez que o  $C_3A$  reage com o  $Ca(OH)_2$  resultando em  $C_4AH_{19}$ , que envolve o  $C_3A$  e inibe a sua reação (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Outra hipótese é a de que o  $Ca(OH)_2$  pode diminuir a concentração de íons de aluminato (NEVILLE, 2011).

O  $C_3A$  e o  $C_4AF$  se hidratam formando cristais de variados conteúdos de água e uma fase amorfa gelatinosa (BAUER, 2013). O ferroaluminato ( $C_4AF$ ) ao reagir com a água gera produtos análogos aos gerados pela hidratação do  $C_3A$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014). A forma estável final do  $C_3A$  é provavelmente o  $C_3AH_6$ , um cristal cúbico, com evidências de que antes ele possa passar pela forma hexagonal  $C_4AH_{12}$  (NEVILLE, 2011). Uma aproximação, e não uma reação estequiométrica conclusiva, para a forma final do  $C_3A$  é:

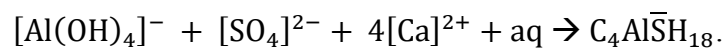


Na reação do  $C_3A$  com a água, dependendo da concentração de aluminato e íons sulfatos, podem formar (MEHTA; MONTEIRO, 2014):

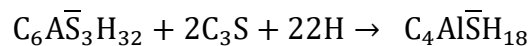
- Etringita (trissulfoaluminato de cálcio hidratado), que cristaliza na forma de pequenas agulhas, como na expressão



- e monossulfoaluminato (monossulfoaluminato de cálcio hidratado), que cristaliza como finas placas hexagonais, dada pela reação



Após o sulfato ser consumido (proveniente da gipsita), a etringita se torna instável e é gradualmente convertida para a fase monossulfato. Esse é o produto final da hidratação do  $\text{C}_3\text{A}$  e  $\text{C}_4\text{AF}$  em cimentos Portland com mais de 5% de  $\text{C}_3\text{A}$  (MEHTA; MONTEIRO, 2014):



#### 2.1.1.4. Características do C-S-H do cimento Portland

O C – S – H é o principal produto de hidratação do cimento Portland (JOHN; CINCOTTO, 1995; TAYLOR, 1990b). Ele constitui-se de produtos internos, que se formam dentro do volume original de grãos de cimento (e de escória, quando existente), e de produtos externos, nos espaços originalmente preenchidos com água (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007).

As partículas do C-S-H apresentam formas diversas, se apresentando como partículas fibrosas (a mais comum), planas e achatadas, além de malha reticulada e grão irregulares, com comprimento de 0,5  $\mu\text{m}$  a 2  $\mu\text{m}$ , e largura de 0,2  $\mu\text{m}$  (NEVILLE, 2011). A morfologia do C – S – H interno tende a ser fibrosa, enquanto os externos apresentam fibras longas e lineares (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Sabe-se que a composição química, morfologia e nanoestrutura do C – S – H são muito variáveis, sendo influenciadas por diversos fatores (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2010). Em particular, há evidências experimentais que fortalecem a confiança nos modelos

baseados em cadeias de “dreierkette” ( $\text{SiO}_4$ ) para a estrutura do C – S – H (SCHNEIDER; CINCOTTO; PANEPUCCI, 2001), como no modelo esquemático da Figura 3.

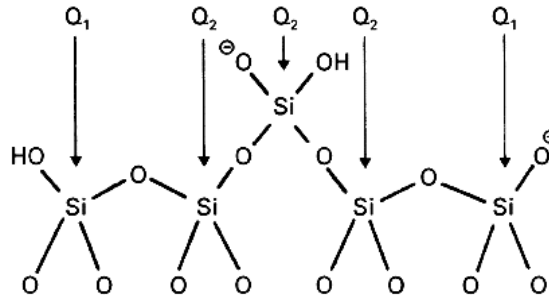


Figura 3 – Representação esquemática de uma cadeia de silicatos

Fonte: Taylor (1997)

Pequenas quantidades de Fe, Mg, Ca, Si e outros íons podem estar presentes no C – S – H (NEVILLE, 2011). O Mg, Fe e Ca migram rapidamente para o meio aquoso, e o Si em menor grau, de onde resulta que o C – S – H interno apresente relação Ca/Si menor que o externo. Este é originado da hidratação do  $\text{C}_3\text{S}$  ao longo dos anos (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

### 2.1.2. Escória de alto-forno

A escória de alto-forno é formada como um líquido, em 1350-1550 °C, na fabricação de ferro gusa (TAYLOR, 1990b). Quando resfriada bruscamente no processo de granulação, com granulometria semelhante à de areias naturais, solidificam-se na forma vítrea e, assim, apresentam propriedades aglutinantes (JOHN; CINCOTTO, 1995). Este coproduto consiste essencialmente em silicatos e aluminossilicatos de cálcio (HEWLETT, 2006). Neste contexto, esta seção trata de apresentar propriedades químicas e reativas básicas que são de interesse para o desenvolvimento do presente trabalho.

#### 2.1.2.1. Composição química

Na Europa Ocidental, para uma gama ampla de países produtores de aço, os principais componentes da escória de alto-forno em termos de óxidos são  $\text{MgO}$  (0-21%),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (5-33%),  $\text{SiO}_2$  (27-42%), e  $\text{CaO}$  (30-50%). Comparando com o cimento Portland, a escória é marcadamente menor em  $\text{CaO}$  e maior em alumínio e magnésio (TAYLOR, 1990b). Esses

valores citados compreendem e/ou são próximos daqueles indicados por outras referências mais recentes, como constam na Tabela 1.

### 2.1.2.2. Mecanismo de hidratação

Estudos indicavam inicialmente que o processo de hidratação das escórias era considerado como o das pozolanas. Contudo, desde um Simpósio de Química do Cimento de 1938, a capacidade da escória em se hidratar na ausência de  $\text{Ca(OH)}_2$  já é aceita. Atualmente, entende-se que o processo de hidratação da escória é semelhante ao do cimento, com dissolução e precipitação (JOHN; CINCOTTO, 1995). Há de se observar, entretanto, que na escória, com a presença de um halo amorfo, como na Figura 4, não é visível a ocorrência das fases que ocorrem no cimento (Figura 1).

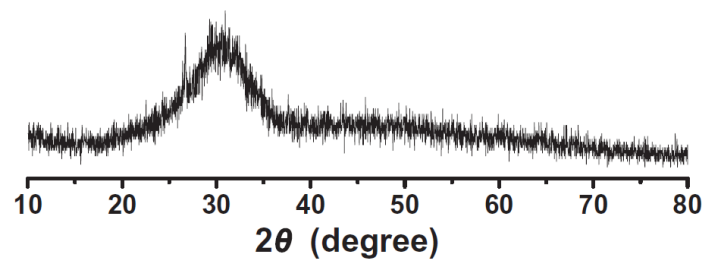


Figura 4 – DRX de uma amostra de escória de alto-forno pulverizada

Fonte: (LI; FARZADNIA; SHI, 2017)

**Tabela 1 – Composição química da escória de alto-forno**

<b>Composição química da escória de alto-forno (%)</b>																
	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>Média</b>	<b>Desvio Padrão</b>	
CaO	39,86	54,1	41,2	45	35,09	40,35	42,64	35,09	42,7	41,24	43,21	39,43	40,85	41,6	4,7	
SiO <sub>2</sub>	34,66	25,7	34,4	27,6	37,55	32,54	33,86	37,55	36,7	36,37	33,08	31,19	33,51	33,4	3,6	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,05	9,7	11,7	12,2	10,55	12,93	8,91	10,55	11,3	9,83	9,5	13,41	14,32	11,4	1,7	
MgO	7,8	3,2	8,81	-	7,92	10,41	7,39	7,92	7	7,41	5,77	9,32	7,43	7,5	1,8	
SO <sub>3</sub>	1,81	2,4	0	3,25	2,95	-	1,62	2,95	0,2	1,62	2,35	4,25	0,61	2,0	1,3	
K <sub>2</sub> O	0,54	0,51	0,31	-	1,07	0,39	0,52	1,07	-	0,41	-	-	-	0,6	0,3	
Na <sub>2</sub> O	0,33	0,46	0,29	-	0,24	0,31	0,28	0,24	-	0,28	-	-	1,22	0,4	0,3	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,25	2,1	1,43	1,27	0,28	0,22	0,69	0,28	-	0,26	0,43	-	0,32	0,7	0,6	
TiO <sub>2</sub>	-	-	0,58	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,6	-	
Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	0,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,3	-	
1	(LI et al., 2015)							8	(ŞAHMARAN et al., 2015)							
2	(MOHAMMED; HAMADA; YAMAJI, 2004)							9	(DARQUENNES et al., 2016)							
3	(TOLEDO FILHO et al., 2005)							10	(MAES; SNOECK; DE BELIE, 2016)							
4	(SISOMPHON; COPUROGLU; KOENDERS, 2012)							11	(OLIVIER et al., 2013)							
5	(SAHMARAN; YILDIRIM; ERDEM, 2013)							12	(QIU; TAN; YANG, 2016)							
6	(HUANG; YE; DAMIDOT, 2014)							13	(HUNG; SU; SU, 2018)							
7	(GRUYAERT et al., 2015)															

Taylor (1990b), John e Cincotto (1995) citam estudos que concluíram que os principais produtos de hidratação da escória são essencialmente similares àqueles dados por cimentos Portland puros, mas com quantidades de CH variáveis e inferiores. Em especial, investigações recentes mostram o C – S – H, aluminato de cálcio hidratado (CAH), CH e a etringita dentre os produtos de hidratação de argamassas com percentuais variados de escória de alto-forno (ALMEIDA; KLEMM, 2018; GRUYAERT, 2010; LI; FARZADNIA; SHI, 2017; PANESAR; FRANCIS, 2014; TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007).

Quando o cimento Portland é misturado com BFS, produtos de hidratação de ambas as reações são formados. Em particular, o CH produzido durante a hidratação do cimento Portland atua como um reagente para a hidratação da escória (GRUYAERT, 2010). Com o tempo, a literatura mostra que a escória de alto-forno tem influenciado de modo significativo nos componentes da pasta hidratada (HADJ-SADOK et al., 2011; TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007). A Figura 5 mostra imagens via MEV de pastas de cimento e escória.

Análises via MEV mostraram que aos 360 dias a argamassa pura de cimento (M0) apresenta estrutura de hidratos (cristais e gel) combinados às agulhas de etringita, enquanto M50 (com 50% da escória de alto-forno) apresenta estrutura de hidratos que parece relativamente mais densa e não são detectadas agulhas de etringita (HADJ-SADOK et al., 2011). É constatado também que as quantidades de CH nas pastas com escória é reduzida com o tempo, indicando que a escória adicional deve estar consumindo o CH (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007).

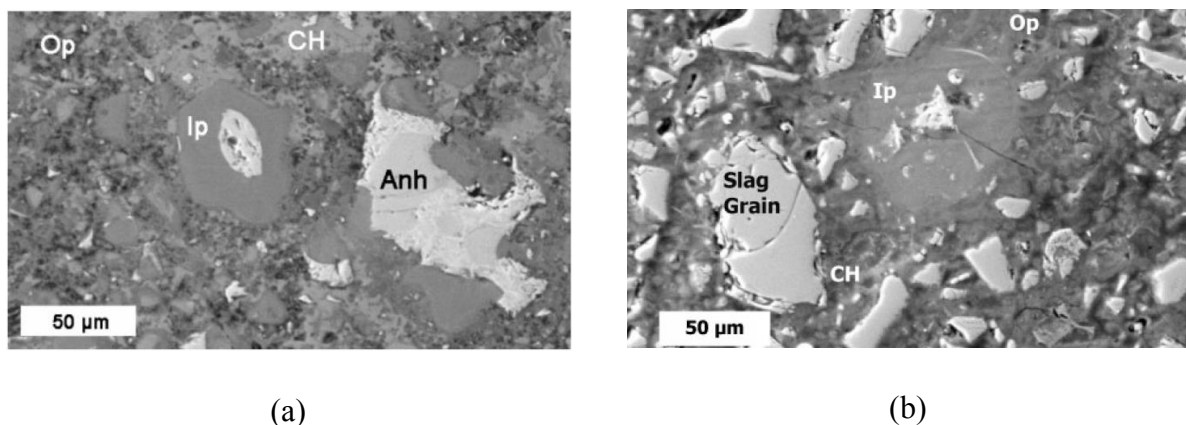


Figura 5 – Pastas de (a) cimento Portland puro (Anh – grão de cimento não hidratado) e de (b) escória de alto-forno (Slag Grain – grão de escória não hidratado)

Fonte: (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007)

Um tema recorrente na literatura é a atuação da carbonatação nos produtos de hidratação formados em argamassas com BFS. Em particular, concretos com 65% de substituição de

escória apresentam maior penetração de carbonatação do que concretos com 50% de escória. (BOUIKNI; SWAMY; BALI, 2009). Contudo, argamassas de escória puras ativadas com álcalis (silicato de sódio e hidróxido de sódio) demonstraram menor formação de  $\text{CaCO}_3$  em comparação com argamassas de cimento (LI; FARZADNIA; SHI, 2017).

### 2.1.2.3. Reatividade da escória de alto-forno no tempo

A literatura mostra que a taxa de hidratação de escória tende a ser menor que a do cimento, como é apresentado por Gruyaert (2010), em que para a proporção de 50% de cada ligante se verificou, aos dois dias de idade, que há 55% da massa total do cimento e 28% da escória já hidratadas. Em outro estudo, com 50% de cimento Portland e 50% de BFS, e proporção de “água/materiais cimentantes” de 0,50, verificou-se 37% da massa de escória reagida após 28 dias de cura e cerca de 70% após 2,5 anos (análise de imagem BSE). Para substituição de 85%, caiu para 39% a quantidade escória reagida após 2,5 anos (GRUYAERT; ROBEYST; DE BELIE, 2010).

Taylor, Richardson e Brydson (2010) também perceberam que, aos 2 anos de idade, em misturas variadas de cimento e BFS, enquanto a hidratação do cimento chega próxima a 100% em todos os casos, o percentual de escória reagida fica abaixo de 77%, de modo que, quanto maior a quantidade de BFS em substituição ao cimento Portland, menor o percentual hidratado. Em particular, no referido estudo, foram verificados 36 e 77% de escória reagida para misturas com 90 e 10% de substituição, respectivamente.

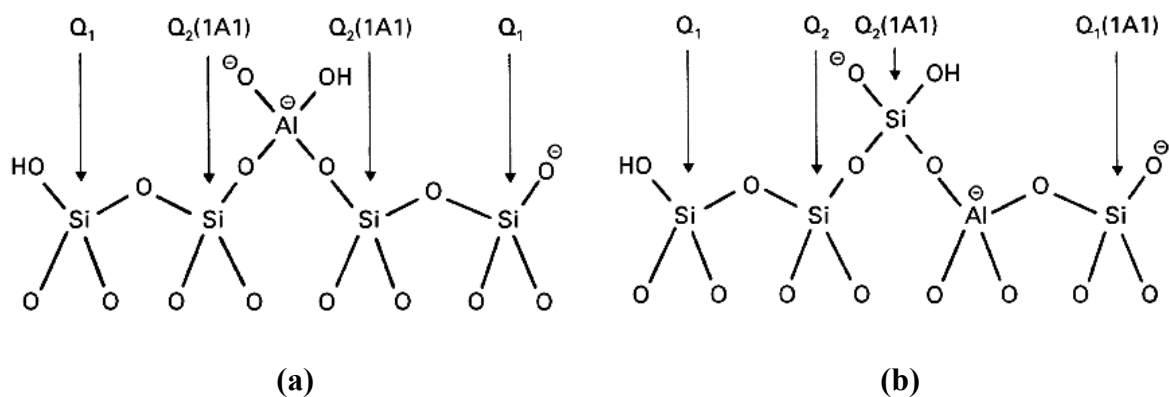
### 2.1.2.4. Características do C-S-H da escória de alto-forno

Assim como no cimento Portland, em que o principal produto de hidratação é o silicato de cálcio hidratado (C – S – H) (JOHN; CINCOTTO, 1995; SCHNEIDER; CINCOTTO; PANEPUCCI, 2001; TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007), o C-S-H também é tratado como o composto fundamental resultante da hidratação da escória de alto-forno (GRUYAERT, 2010; JOHN; CINCOTTO, 1995; TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007, 2010).

Há evidências experimentais que fortalecem a confiança nos modelos baseados em cadeias de “dreierkette” ( $\text{SiO}_4$ ) para a estrutura do C – S – H de BFS, como se propõe ao cimento Portland (SCHNEIDER; CINCOTTO; PANEPUCCI, 2001). Entretanto, estudos indicam que a razão molar

Ca/Si do C – S – H para a escória de alto-forno é menor que daquele gerado pela hidratação do cimento Portland (GRUYAERT, 2010; JOHN; CINCOTTO, 1995; TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2007, 2010).

Nas cadeias de dreierkette, quanto maior a quantidade de escória na mistura da pasta, maior é o percentual de substituição de  $\text{Si}^{+4}$  por  $\text{Al}^{+3}$ . Em particular, enquanto 33% é ocupado por  $\text{Al}^{+3}$  e não por  $\text{Si}^{+4}$  para pastas de cimento, esse valor é de 59% para pastas com 90% de escória (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2010). Na Figura 6 consta uma representação esquemática de uma cadeia de silicato.



**Figura 6** – Representação esquemática - cadeia de silicato (a) com  $\text{Al}^{+3}$  substituído por  $\text{Si}^{+4}$  no tetraedro de ponte (b)  $\text{Al}^{+3}$  substituído por  $\text{Si}^{+4}$  em um uma não-ponte tetraédrica

**Fonte:** (JOHN; CINCOTTO, 1995)

Estudos indicam relações de Ca/Si entre 1,55-1,79 para o C – S – H em torno de grãos de clínquer puro, e no intervalo 0,9-1,3 para pastas contendo 70% de escória em substituição ao cimento Portland. De fato, para misturas variando de 10% a 90% de escória, as relações Ca/Si e Ca/(Si + Al) no produto externo do C – S – H diminuem com o aumento do teor de escória, e a relação Al/Si aumenta. Dos 14 meses para os 20 anos, enquanto em pastas puras de cimento a relação Ca/Si aumentou no produto externo e ficou constante no produto interno, ambos os valores reduziram neste período nas pastas contendo escória (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2010).

#### 2.1.2.5. Ativação de escórias de alto-forno

A ativação da escória de alto-forno pode ser mecânica (moagem da escória para obtenção de superfícies específica elevada), térmica (elevação da temperatura da solução água

e escória) e química. As duas primeiras formas apresentam limitações quanto as possibilidades de aplicação (JOHN; CINCOTTO, 1995). Em particular, nesta pesquisa, já se aplica a ativação mecânica, como bem é explicado na seção materiais sobre a micronização da escória granular com a obtenção de um material fino.

Estudos anteriores apresentaram escórias reativas com superfície específica (finura blaine) de 3850 cm<sup>2</sup>/g (DE SCHUTTER; TAERWE, 1995), 4170 cm<sup>2</sup>/g (TOLEDO FILHO et al., 2005), 3970 cm<sup>2</sup>/g (GRUYAERT et al., 2015) 4250 cm<sup>2</sup>/g (YILDIRIM et al., 2015) e 3940 cm<sup>2</sup>/g (MAES; SNOECK; DE BELIE, 2016), enquanto para o cimento Portland constataram-se valores de 4500 cm<sup>2</sup>/g (DE SCHUTTER; TAERWE, 1995), 3250 cm<sup>2</sup>/g (YILDIRIM et al., 2015) e 3530 cm<sup>2</sup>/g (MAES; SNOECK; DE BELIE, 2016). Em particular, Reschke (2003) realizou a micronização de uma escória de fundição, obtendo 2280 cm<sup>2</sup>/g (finura blaine) para o diâmetro médio de 26,4 µm, enquanto o cimento Portland empregado era 3650 cm<sup>2</sup>/g com partícula média de 16,6 µm.

No caso da ativação química, a de maior interesse prático, o processo se dá pela combinação de dois fatores: aceleração da velocidade de dissolução, em função do aumento do pH, e aumento da concentração de íons na solução já no início do processo de dissolução. Dentre os ativadores, estão a cal hidratada (Ca(OH)<sub>2</sub>), os sulfatos e hidratados com a gipsita, hemidatro e a anidrita, hidróxidos (KOH e NaOH), os silicatos de sódio e potássio, o cimento Portland e misturas destes (JOHN; CINCOTTO, 1995).

No estudo de porosidade (Fase [I] na seção 3.3) da presente pesquisa, o ativador químico empregado é apenas o cimento Portland. Motivado pelos resultados desta fase do estudo, entendeu-se como importante realizar uma busca na literatura que correlaciona ativadores químicos alcalinos com a porosidade em argamassas com BFS. Somadas as informações da Fase [I] e aquelas já existentes na literatura, se extrai a hipótese de que o ativador alcalino pode favorecer o efeito de autocicatrização para o composto cimentício por meio das reações tardias, com menor participação da carbonatação, quando comparado a uma mistura sem ativador alcalino.

A próxima seção trata das influências de ativadores químicos alcalinos em materiais cimentícios com escória de alto-forno.

#### **2.1.2.6.       Ativadores alcalinos em materiais cimentícios com BFS**

A porosidade de argamassas de escória de alto-forno com ativadores alcalinos é assemelhada a de argamassas de cimento Portland (YE et al., 2017). Contudo, há diferenças pontuais, vinculadas principalmente aos produtos de hidratação gerados e em decorrência do

processo de atuação da carbonatação na matriz cimentícia. Buscas na literatura mostraram que esses fatores influenciam nas propriedades originadas nas argamassas, como a porosidade, a resistência mecânica, a resistência à penetração de íons cloretos e a autocatrização (fechamento de fissuras).

Park, Ann e Cho (2015), estudando argamassas com escória ativadas com três ativadores alcalinos (KOH, NaOH e  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), verificaram que o gel C – S – H foi produzido principalmente em conjunto com o CAH (aluminato de cálcio hidratado), a uma baixa relação Ca/Si, enquanto a portlandita e o gel C – S – H foram os principais componentes em argamassas de cimento Portland (argamassas de controle). Os autores constataram via PIM que para a amostra de controle o volume total de poros foi de 0,102 mL/g, e, para aquelas com escória e ativadores, os valores estiveram entre 0,121 a 0,137 mL/g, volumes maiores esses atribuídos a um aumento acentuado nos poros do gel ( $<0,01 \mu\text{m}$ ).

Pelo teste de permeabilidade a íons cloreto, conforme norma ASTM C 1202 (ASTM, 2012), Park, Ann e Cho (2015) notaram um valor total reduzido da carga passante para os corpos de prova com escória e ativador, o que confirmou a estrutura de poros modificada, englobando um nível inferior de poros capilares e superior de poros gel (faixa não aberta ao transporte iônico). Em particular, eles verificaram que a argamassa ativada com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  apresentou a menor quantidade de carga total passante no teste, isto é, 3600 coulombs (C), diante de 4738 (NaOH), 6477 (KOH) e 8175 C (cimento Portland). A maior resistência ao transporte iônico foi atribuída à precipitação de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  na matriz cimentícia, o que pode levar a uma hidratação posterior (tardia ou latente), como sugeriram os autores.

Ye et al. (2017), investigando argamassas de escória de alto-forno ativadas com álcalis sob carbonatação, verificaram que estas, antes da carbonatação, podem exibir uma porosidade comparável à de argamassas de cimento Portland, mas uma estrutura de poros significativamente mais refinada, com um número considerável de poros na faixa de 10-100 nm de diâmetro. Após a carbonatação, os autores constataram uma redução maior da porosidade das argamassas com cimento Portland, relacionada principalmente à transformação expansiva de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  para  $\text{CaCO}_3$ . Enquanto isso, para as argamassas com álcalis, a pesquisa apontou para uma cristalização impedida de  $\text{CaCO}_3$ , evento atribuído à formação de C – S – H com Ca/Si mais baixo à medida que se aumentava a quantidade de silicato de sódio, fato que pode ter interrompido a precipitação do  $\text{CaCO}_3$ .

Shi et al. (2018), investigando a durabilidade de argamassas de escória ativadas por álcalis (NaOH e silicato de sódio), perceberam que a resistência à carbonatação das argamassas cresceu com o aumento da dosagem de álcalis e do módulo de silicato, efeito atribuído em especial à maior alcalinidade. Estes autores apontaram também que, após 56 dias de

carbonatação, tanto a porosidade total quanto o tamanho médio dos poros aumentaram para as argamassas de escória ativada com silicato de sódio, implicando na redução da resistência à compressão. Ao contrário, a carbonatação das argamassas de escória ativadas com NaOH tenderam a diminuir a porosidade total e o tamanho médio dos poros, resultando no aumento da resistência à compressão. A perda de resistência à compressão das argamassas de escória ativadas com solução de silicato de sódio foi explicada pela descalcificação da fase silico-aluminato de cálcio hidratado (CASH), enquanto a carbonatação da katoite ( $C_3AH_6$ ) contribuiu para o aumento da resistência à compressão das argamassas de escória ativada com NaOH.

Em argamassas de escória ativada por álcalis (AAS) – hidróxido de sódio (NaOH) e solução de silicato de sódio (8,3%  $Na_2O$ , 26,5%  $SiO_2$  e 65,2%  $H_2O$ ) – sob processo de carbonatação, Li, Farzadnia e Shi (2017) apontaram que a descalcificação do C – S – H foi a principal reação na carbonatação de AAS, resultando em C – S – H com baixo teor de Ca/Si. Os autores apontaram que o  $CaCO_3$  foi formado em maior quantidade, com pequenas partículas brancas redondas, em amostras de cimento Portland, preenchendo os poros e densificando a matriz, enquanto nas amostras de argamassas AAS, a descalcificação do gel C – S – H, menor para aquelas ativadas com NaOH e maior para aquelas com silicato de sódio, resultou em aumento da porosidade dispersa na matriz. A maior resistência das amostras de cimento Portland e a diminuição da resistência das argamassas AAS foram explicadas pelo efeito da carbonatação na estrutura de poros gel das amostras.

Gruyaert et al. (2015) mostraram que os ativadores alcalinos estimulam as reações mais do que a água em materiais cimentícios com BFS. Os autores concluíram também que vigas de concreto fissuradas, com cimento Portland e BFS (50 e 85% de substituição), demonstram autocicatrização autógena de fissuras abertas à flexão. Em particular, dentre diversas combinações de ativadores (NaOH,  $Ca(OH)_2$ ,  $Na_2CO_3$ , KOH), a solução de  $Ca(OH)_2$  e  $Na_2CO_3$  (92,5 g  $Ca(OH)_2$  + 132,5 g  $Na_2CO_3$  para 1 litro de água) pareceu ser o ativador mais adequado para estimular o fechamento de fissuras. Embora bons resultados tenham sido obtidos para esta combinação, a investigação foi limitada a fissuras de até 0,125 mm. Os autores explicaram que o fechamento da fissura se baseia, no fato de que de que no momento do aparecimento da fissura, o contato do ativador com as partículas não hidratadas de BFS, novos produtos de hidratação são formados, os quais preenchem a fissura e resultam em seu reparo.

## 2.2. POROSIDADE EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

Esta seção aborda o efeito já conhecido da escória de alto-forno na porosidade. Inicialmente, são feitas definições gerais sobre o assunto em materiais cimentícios com cimento Portland. Na sequência, é tratado de forma direta a influência da escória na estrutura do poro e de técnicas para avaliar esta característica.

### 2.2.1. Classificação da porosidade

De acordo com o modo que se originam, a porosidade pode ser dividida em gel, capilar e vazios de ar, com limites apresentados no

Quadro 1, e, que por St John, Poole e Sims (1998), Gruyaert (2010), Mehta e Monteiro (2014) são simplifiadamente como descritas abaixo:

- Porosidade em gel: corresponde ao espaço interlamelar (intercamada) na estrutura do C – S – H. São os menores vazios tratados no material cimentício;
- Porosidade capilar: refere-se à porosidade formada durante a hidratação, originalmente constituídos de água (GALLUCCI et al., 2007), uma vez que o volume dos materiais que reagem é menor do que o produto formado, possuindo formato irregular;
- Porosidade de ar aprisionado/incorporado (vazios de ar): trata-se dos vazios originados em virtude do ar aprisionado durante o processo mistura, ou intencionalmente incorporado por aditivos. Possuem formato aproximadamente esférico.

A porosidade pode ser definida como aberta ou fechada, denominada por "porosidade aberta" aquela em os poros que estão conectados entre si e a superfície (MENÉNDEZ et al., 2021), e "porosidade fechada" no caso de poros isolados (AUDENAERT, 2006). Com relação a dimensão, há classificações que sugerem a divisão em micro, meso e macroporos (ALDEA et al., 2000; MEHTA; MONTEIRO, 2014). As características dos poros definem e/ou limitam as técnicas de investigação.

Aldea et al. (2000) propõem como mesoporos os que estão contidos no intervalo entre 0,0025 e 0,05  $\mu\text{m}$ , sendo aqueles abaixo do valor mínimo chamados de microporos, e, acima do máximo, de macroporos. De forma mais simples, Mehta e Monteiro (2014) estabelecem o

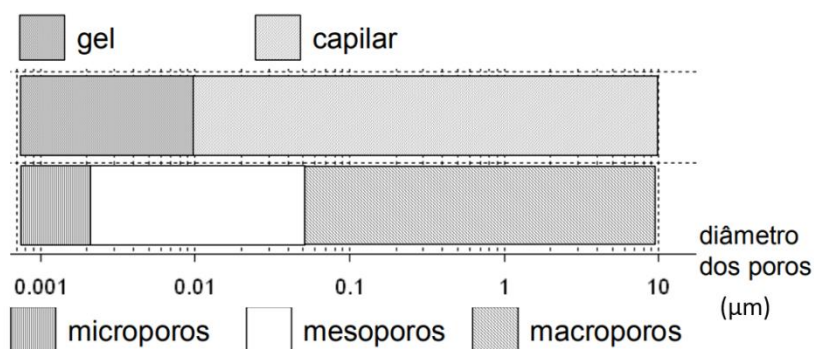
limite de 0,05  $\mu\text{m}$ , sendo que, abaixo dessa dimensão, são caracterizados o microporos, e, acima, o macroporos. Esses autores também observam que a resistência mecânica e a permeabilidade são influenciadas por macroporos, enquanto os microporos exercem efeito principalmente sobre a fluência e retração.

Poros	Fonte	Limites				Subclassificação
		Inf (mm)	Sup (mm)	Inf ( $\mu\text{m}$ )	Sup ( $\mu\text{m}$ )	
Gel	BRANDT (2009)	0.0000005	0.00001	0.0005	0.01	
	ESPINOSA e FRANKE (2006)	-	0.000025	-	0.025	Micro: $d < 1\text{nm}$ ; Meso: $1\text{nm} < d < 25\text{nm}$
	ST JOHN(1998)*	-	0.00001	-	0.01	Micro "intercamada": $d < 0,5\text{nm}$ ; Micro: $0,5\text{nm} < d < 2,5\text{nm}$ ; Pequenos gel capilares: $2,5\text{nm} < d < 10\text{nm}$
Capilar	BRANDT (2009)	0.00001	0.01	0.01	10	
	ESPINOSA e FRANKE (2006)	0.000025	0.001	0.025	1	Micro: $25\text{nm} < d < 50\text{nm}$ ; Meso: $50\text{nm} < d < 1000\text{nm}$ ( $1\mu\text{m}$ )
	ST JOHN(1998)*	0.00001	0.01	0.01	10	Médio: $10\text{nm} < d < 50\text{nm}$ ; Grande: $50\text{nm} < d < 10000\text{nm}$
Vazios de ar	BRANDT (2009)	0.01	1.25	10	1250	Ar aprisionado: $10\mu\text{m} < d$ ; Ar incorporado: $10\mu\text{m} < d < 1,25\text{mm}$
	ESPINOSA e FRANKE (2006)	-	-	-	-	-
	ST JOHN(1998)*	0.005	2	5	2000	Ar aprisionado: $5\mu\text{m} < d < 1000\mu\text{m}$ ; Ar incorporado: $10\mu\text{m} < d$

**Quadro 1**– Classificação da porosidade em gel, capilar e vazios de ar

Rodrigues (2004), após revisão na literatura de classificações correntes, propõe uma distribuição de poros como na Figura 7 que corrobora para os valores apresentados no

Quadro 1. Ele não entra no mérito da classificação de vazios de ar, contudo, o valor que caracteriza a transição entre poros gel e capilares é de 0,01  $\mu\text{m}$ , que concorda com Brandt (2009), St John, Poole e Sims (1998).



**Figura 7** – Classificação dos poros nas pastas de cimento

Fonte: Rodrigues (2004)

Assim, para discussões no presente trabalho, adota-se também 0,01  $\mu\text{m}$  como um ponto de referência de transição entre poros gel e capilares (Figura 7). Para vazios de ar, consideram-se aqueles acima de 10  $\mu\text{m}$  (0,01 mm).

### 2.2.2. Avaliação e caracterização da estrutura porosa

Dentre as técnicas para avaliar e caracterizar a estrutura porosa em materiais cimentícios, pode-se citar o empregado da microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM), adsorção de nitrogênio e absorção de água e microtomografia. Algumas permitem investigar a porosidade total e outras também forneceram informações sobre a porosidade aberta e/ou fechada e distribuição de tamanho de poro (GRUYAERT, 2010).

Nesta seção são abordadas a absorção de água, PIM e microtomografia. É apresentada também a técnica de excitação por impulso, empregada neste trabalho como uma medida indireta da porosidade.

#### 2.2.4.1. Absorção de água

O ensaio de absorção de água é um procedimento relativamente simples realizado por meio da imersão de corpo de prova em água, com ou sem fervura, conforme consta na NBR 9778:2009 (ABNT, 2009), que possibilita a obtenção do índice de vazios da amostra por meio

do percentual de absorção de água. Diferentemente da  $\mu$ CT e da PIM, técnicas descritas nas seções seguintes, a absorção de água não fornece a distribuição de poros (SCHWANTES-CEZARIO et al., 2020).

Assim como a PIM (seção 2.2.4.2), a absorção de água abrange poros permeáveis, isto é, poros abertos, não representando, desse modo, a porosidade absoluta do material. Contudo, a absorção de água é sensível a poros menores do que os analisados pela PIM (TAYLOR, 1990) e  $\mu$ CT, técnicas limitadas a poros até a ordem de 0,06  $\mu$ m e 28  $\mu$ m, respectivamente (SCHWANTES-CEZARIO et al., 2020).

Hadj-Sadok et al. (2011) estudando argamassas em que o cimento foi parcialmente substituído em massa por 0% (M0), 30% (M30) e 50% (M50) de BFS, chegaram a porosidades, via ensaio de absorção, aos 28, 90 e 360 dias, como apresentados na Tabela 2.

**Tabela 2**–Porosidade por absorção de água

Argamassa	Absorção de água (% em volume)		
	28 dias	90 dias	360 dias
<b>M0</b>	16,47	15,99	15,72
<b>M30</b>	17,61	17,10	16,76
<b>M50</b>	18,98	18,31	17,90

Fonte: Hadj-Sadok et al. (2011)

Pelos dados da Tabela 2, Hadj-Sadok et al. (2011) constataram que a porosidade total das argamassas de escória é superior à de argamassa de cimento, principalmente a substituição de 50%. Além disso, eles apontam que uma pequena variação da absorção é observada entre 90 e 360 dias.

#### 2.2.4.2. Porosimetria por intrusão de mercúrio

Esse método se baseia no fato de que um líquido que não umedece um sólido poroso só entra em seus poros sob pressão. Se os poros são considerados cilíndricos, a pressão ( $p$ ) necessária para forçar o líquido a entrar neles é dada pela equação de Washburn (TAYLOR, 1990)

$$p = -4 \gamma \cos \theta / d$$

Equação 1

onde  $\gamma$  é a tensão superficial do líquido,  $\theta$  é o ângulo de contato e  $d$  é o diâmetro do poro.

A porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) é uma técnica que permite avaliar a distribuição de tamanho de poros e a porosidade, para diâmetros que variam de 360 a 0,003 mm (YE et al., 2017). Na PIM, o “diâmetro limite” é definido como aquele abaixo do qual muito pouco mercúrio penetra na amostra. Ele se situa a partir de onde começa a inclinação mais acentuada de uma curva de intrusão, sendo o tempo mais demorado para a intrusão, sugerindo que o fluxo percolativo ocorre nas amostras neste diâmetro aparente (PANESAR; FRANCIS, 2014).

A água no sólido afeta o emprego da PIM, de modo que a amostra deve primeiro ser seca para teores de umidade abaixo do seu estado natural. Para este fim, é usual a dessorção em temperaturas normais ou em temperaturas elevadas. A estrutura porosa das pastas de cimento resultante dos testes de intrusão de mercúrio é composta pelos poros capilares e parte da porosidade de gel (TAYLOR, 1990).

Há diferenças entre os valores de porosidade total obtidos de testes de absorção de água e de intrusão de mercúrio. São decorrentes, em especial, pelo fato de o mercúrio só alcançar uma fração relativamente pequena da porosidade do gel e, além disso, por existirem grandes poros, de até 15  $\mu\text{m}$ , que possuem uma entrada muito estreita só penetrados pela água (TAYLOR, 1990). A PIM se mostra limitada a poros da ordem 0,06  $\mu\text{m}$  (SCHWANTES-CEZARIO et al., 2020).

Quando aumenta o volume dos poros do gel e diminui a porosidade capilar, a PIM é incapaz de mostrar, em toda sua extensão, as modificações nas porosidades capilar e de gel. Além disso, as pastas cimentícias podem sofrer danos ao receber a pressão de mercúrio, no caso de poros maiores com entradas estreitas, a pressão a ser intrudida pode deformar parcialmente o poro e, conseqüentemente, o volume real de poros pode ser adulterado (TAYLOR, 1990).

Hadj-Sadok et al. (2011) observaram que a porosidade total das argamassas de escória (com 30 – M30 e 50% – M50 no total de material cimentante) é superior à da argamassa com cimento Portland aos 28, 90 e 360 dias, como mostram os dados da Tabela 3.

**Tabela 3– Porosidade total por PIM**

Argamassa	Porosimetria total - PIM (% em volume)		
	28 dias	90 dias	360 dias
<b>M0</b>	11,20	10,90	10,40
<b>M30</b>	12,50	11,50	10,50
<b>M50</b>	14,15	13,45	11,60

Fonte: Hadj-Sadok et al. (2011)

Os autores da pesquisa que produziram os resultados constantes na Tabela 5 concluíram que a porosidade diminui com o tempo para todas as argamassas. No entanto, mencionam eles que a diminuição é mais importante entre 90 e 360 dias para as argamassas de escória (M30 e M50) em comparação com a argamassa M0. Citam também que variações semelhantes foram observadas na literatura, por Cheng et al. (2005), e devem-se principalmente à redução do teor de clínquer e à hidratação latente da escória, que requer ativação por  $\text{Ca(OH)}_2$  resultante da hidratação do clínquer.

Ainda, Hadj-Sadok et al. (2011) dizem que após 90 dias, a distribuição do tamanho de poros das argamassas de escória (M30 e M50) é essencialmente relacionada a pequenos poros (especialmente na fração que 50 nm) levando a uma densificação da microestrutura. Este efeito é basicamente induzido por uma boa hidratação da escória e demonstrou-se mais significativo após um longo período de cura úmida (360 dias).

#### 2.2.4.3. Microtomografia

A tomografia computadorizada (microtomografia ou  $\mu\text{CT}$ ) é uma combinação de imagens de raios X obtidas de diferentes ângulos para criar imagens 2D transversais ou composições 3D (FERRARA et al., 2018). A técnica é baseada na medição de raios X atenuados passando em um objeto por vários caminhos, que, por meio de modelos matemáticos, resulta na distribuição do coeficiente de atenuação para posições identificadas por pixels individuais, definidos em escala cinza, de preto ao branco, possibilitando segmentar a imagem em partes sólidas e vazias utilizando lâminas (PROKOP et al., 2009), com resultados eficientes (alta resolução) para objetos de pequena escala (FERRARA et al., 2018; RANACHOWSKI et al., 2014).

Por esta técnica é possível determinar a porosidade total (porosidades aberta e fechada) e a distribuição do tamanho dos poros (PROKOP et al., 2009; SCHWANTES-CEZARIO et al., 2020). A porosidade aberta considera poros interligados por capilares, enquanto a porosidade fechada considera poros isolados. A microtomografia tem sido aplicada para o estudo de vazios (poros) (CNUDDÉ et al., 2011; RANACHOWSKI et al., 2014) e fissuras internas (SNOECK; DE BELIE, 2015; VAN TITTELBOOM et al., 2016; VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013). No meio sólido, é obtida também a diferenciação de densidade em materiais (FERRARA et al., 2018).

Embora a  $\mu\text{CT}$  apresente potencial para o estudo de poros e vazios, após busca sistemática na literatura, via EndNote nas bases *Scopus*, *Web of Science* e *Compendex*,

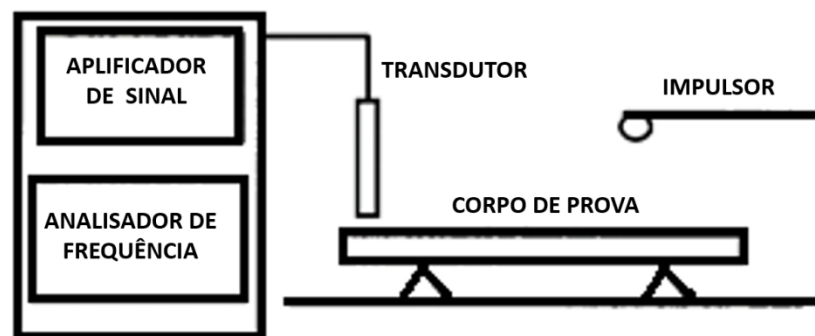
considerando os termos ligados a aplicação desta técnica à análise de porosidade em materiais cimentícios com escória de alto-forno, a busca conduziu a apenas a um trabalho, desenvolvido por Rivera et al. (2016).

No estudo citado acima, Rivera et al. (2016) empregaram hidróxido e silicato de potássio na ativação da BFS, sendo a  $\mu$ CT utilizada de forma mensurável apenas na investigação de vazios de ar (diâmetros médios de poros na ordem de 0,06 a 0,10 mm e máximos de 0,99 a 1,05 mm) e de fissuras devido ao efeito da temperatura. Após 28 dias, os autores verificaram que amostras com BFS, antes de submetidas ao efeito de temperatura, tinham porosidade total de vazios de ar igual a 0,08%, valores inferiores aqueles para as amostras com cimento Portland (1,68%), pozolanas (1,06%) e metacaulim (0,54%) como materiais cimentantes. A investigação não abrangeu de forma mais aprofundada a distribuição de poros.

#### 2.2.4.4. Técnica de excitação por impulso

Esta técnica consiste basicamente em excitar, com um leve impacto mecânico, e produzir frequências naturais de vibração que são captadas por um transdutor (acelerômetro de contato ou microfone sem contato, por exemplo), como na ilustrado na Figura 8. Os sinais são analisados e a frequência ressonante fundamental é isolada e medida pelo analisador de sinal (ASTM 1876, 2007).

Trata-se de um ensaio não destrutivo que permite a detecção de eventuais falhas internas, como poros (abertos e fechados), fissuras (DUARTE et al., 2003), útil na caracterização de danos estruturais (COSSOLIN; PEREIRA, 2010).



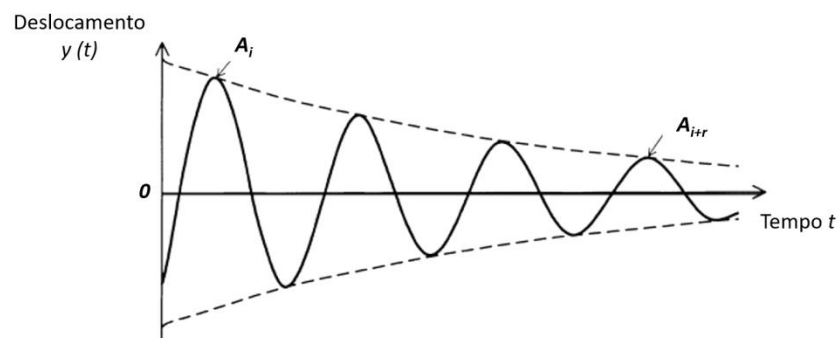
**Figura 8** – Ilustração dos aparatos de ensaio na técnica de excitação por impulso

Fonte: adaptado da (ASTM 1876, 2007)

Através de frequências ressonantes fundamentais apropriadas, dimensões e massa do corpo de prova, é possível calcular algumas propriedades mecânicas, dentre elas o módulo de

Young dinâmico, o módulo de cisalhamento dinâmico e o coeficiente de Poisson (ASTM 1876, 2007). Além das propriedades mecânicas do material, uma das respostas de interesse do ensaio é a velocidade do pulso ultrassônico ao atravessar internamente a amostra exposta (VENQUIARUTO, 2017).

Durante o ensaio, ocorre o amortecimento da onda de som, um fenômeno pelo qual a energia mecânica é dissipada em sistemas dinâmicos. O amortecimento pode ser interno (do material), estrutural (nas juntas e interfaces) e do fluido (através de interações fluido-estrutura). Em particular, o amortecimento interno (Figura 9) resulta da dissipação de energia mecânica dentro do material devido a vários processos microscópicos e macroscópicos, sendo a dissipação de energia associada a defeitos microestruturais, como contornos de grão e impurezas (DE SILVA, 2000).



**Figura 9** –Amortecimento interno e dissipação de ensaio na técnica de excitação por impulso

**Fonte:** Adaptado de De Silva (2000)

Após busca sistemática na literatura, via EndNote nas bases *Scopus*, *Web of Science* e *Compendex*, considerando os termos ligados a aplicação da técnica de excitação por impulso à análise de porosidade em materiais cimentícios com escória de alto-forno, a busca não retornou pesquisas anteriores. Denota-se assim a ausência de dados comparativos e do emprego em trabalhos anteriores desta técnica da forma a que se propõe o presente trabalho.

## 2.3. AUTOCICATRIZAÇÃO EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

Nesta seção são definidos os tipos de autocicatrização (autógena e autônoma), conceitos e generalidades sobre o tema, com atenção especial aqueles ligados aos materiais cimentícios com escória de alto-forno. Abordam-se também variáveis influenciantes na autocicatrização: idade de fissura; condições de exposição e tempo; estado de tensão. Por fim, são tratados mecanismos empregados para a avaliação do fenômeno.

### 2.3.1. Classificação e caracterização da autocicatrização

A autocicatrização refere-se à capacidade de materiais promoverem o fechamento de fissuras de forma independente (NL AGENCY, 2011). Pode-se dividir este fenômeno em autógena e autônoma (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013), sendo:

- autocicatrização autógena: caracterizada pela capacidade de cicatrização intrínseca, ou seja, realizada por componentes do próprio material cimentício, que também podem estar presentes quando o compósito cimentício não for dosado especificamente para a autocicatrização;
- autocicatrização autônoma: se relaciona à capacidade de cicatrização proporcionada pela introdução de componentes ao compósito (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013). Dentre eles, pode se citar o emprego de polímeros ou minerais encapsulados ou bactérias (FERRARA et al., 2018).

Os mecanismos autógenos são geralmente limitados à cicatrização de fissuras de largura de cerca de 100-150  $\mu\text{m}$ . Em contraste, a maioria dos mecanismos autônomos podem fechar fissuras de 300  $\mu\text{m}$ , e, às vezes, até mais de 1 mm (DE BELIE et al., 2018).

O enfoque da presente pesquisa acontece sobre a autocicatrização autógena, a qual será dada mais atenção daqui em diante. A este processo podem ser atribuídos dois mecanismos principais (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013):

- Hidratação de partículas de cimento não hidratadas;

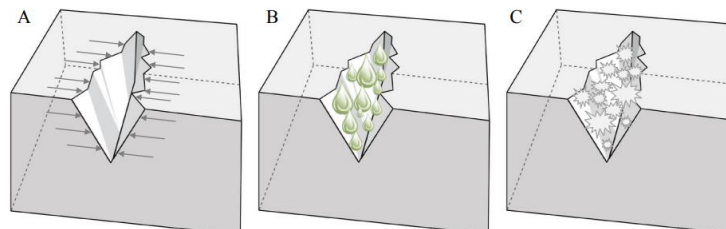
- Dissolução e subsequente carbonatação de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Além desses dois mecanismos, a expansão da matriz e o bloqueio da fissura por detritos presentes na água de entrada ou partículas de concreto soltas resultantes de fissuras também podem caracterizar a autocicatrização autógena (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013).

Para Zhong e Yao (2008), as principais causas de autocicatrização autógena são baseadas em processos químicos, físicos e mecânicos. Eles dizem que, neste caso, a autocicatrização do concreto danificado, basicamente, é um processo de fechamento de fissuras com produtos de hidratação de partículas cimentícias não hidratadas ou não completamente hidratadas.

A contribuição global desses mecanismos continua sendo uma questão de debate. Quando se trata de concreto, o mecanismo aparentemente com a maior capacidade para resultar em cicatrização autógena depende da idade do concreto no momento da fissuração. Em concretos jovens com cimento Portland, devido ao seu teor relativamente elevado de partículas de cimento não hidratadas, a hidratação em curso é o principal mecanismo de autocicatrização. Enquanto em concretos não jovens, a precipitação de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) se torna o principal mecanismo (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013).

De acordo com Van Tittelboom e De Belie (2013), a autocicatrização autógena é mais efetiva quando: as larguras das fissuras são restritas; há fornecimento de água; há melhoras na possibilidade de hidratação ou cristalização contínua. A Figura 10 ilustra cada uma das situações. Os autores apontam que existem opiniões diferentes sobre o mecanismo principal que causa cicatrização autógena, contudo, os pesquisadores concordam que, para cada mecanismo, a presença de água é essencial.



**Figura 10** –Melhoria da cicatrização autógena por: (A) restrição da largura da fissura, (B) fornecimento de água (C) ou hidratação e cristalização melhorada (contínua)

Fonte: Van Tittelboom e De Belie (2013)

Há tentativas para estimular a autocicatrização autógena por meio de adição, como pesquisa em que parte do cimento é substituído por cinzas volantes ou escórias de alto-forno, respectivamente, materiais hidráulicos pozolânicos e latentes. São observadas quantidades elevadas destes aglutinantes que permanecem sem hidratação, mesmo para materiais cimentantes não jovens, potencializando a autocicatrização autógena devido à hidratação em curso. É verificado também na literatura o uso de aditivos expansivos na tentativa de otimizar o processo (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013).

### 2.3.2. Variáveis influenciadoras na autocicatrização autógena

Os materiais constituintes nas misturas, como diferentes cimentos e aditivos minerais, o ambiente de exposição, a quantidade de dano produzida por meio de esforços mecânicos, a idade de fissuração e teor de  $\text{Ca}^{2+}$ , tamanho da fissura (SILVA et al., 2021), temperatura, pH (KRELANI, 2015), dentre outras variáveis, influenciam diretamente na ativação dos mecanismos de autocicatrização. Abaixo serão discutidos de modo especial sobre a idade de fissuração, a condição de exposição, o teor de  $\text{Ca}^{2+}$  e o estado de tensão e de dano.

#### 2.3.2.1. Idade de fissuração

A literatura aponta que de acordo com a idade do material cimentício são identificados os fatores que promovem a fissuração e quais os mecanismos potenciais que podem atuar na autocicatrização. Desse modo, a idade influencia tanto nas características das fissuras como no eventual processo que poderá estar atuando no seu fechamento.

Hoje é sabido que os principais mecanismos atuantes na cicatrização autógena são a hidratação contínua do material cimentante e a precipitação de cristais de carbonato de cálcio (ALDEA et al., 2000; DE BELIE et al., 2018; VAN TITTELBOOM et al., 2016). Há também a contribuição pela deposição de pequenas partículas e pela expansão da pasta cimentícia em contato com a água (ALDEA et al., 2000; DE BELIE et al., 2018).

Desse modo, para concretos jovens, a hidratação de partículas não hidratadas é o efeito mais importante, enquanto para idades avançadas, o principal mecanismo é a precipitação de carbonato de cálcio (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013). Isso faz da autocicatrização autógena pouco eficiente a longo prazo para composto apenas com cimento Portland puro

(SOURADEEP; KUA, 2016; VAN TITTELBOOM et al., 2012a), sendo inclusive os estudos realizados a curto prazo (YILDIRIM et al., 2018).

Diante das limitações impostas pelo tempo na autocicatrização autógena em materiais cimentícios apenas com cimento Portland, há a possibilidade da introdução de materiais como a BFS e de cinzas volantes. Esses dois elementos reagem de forma mais lenta que o clínquer, possibilitando assim a persistência de partículas não hidratadas durante mais tempo (SOURADEEP; KUA, 2016; VAN TITTELBOOM et al., 2012b).

Em função da idade está também o tipo de fator que promove a fissuração (FERRARA et al., 2018). Concretos jovens apresentam fissuras devido ao efeito da retração (YANG; YANG; LI, 2011) e a movimentação térmica (ŞAHMARAN et al., 2015). Já fissuras originadas em idades superiores a idade de projeto, usualmente 28 dias em situação padrão, são induzidas por carga ou deformação da estrutura em condições de serviço (FERRARA et al., 2018).

Assim, para fissuras em idades superiores, a viabilidade de autocicatrização tem sido verificada através de agentes que permanecem em um período de dormência, como, por exemplo, bactérias, misturas cristalinas, polímeros encapsulados. Há também casos em que se utilizam materiais cimentícios complementares, como cinzas volantes e escória, cuja atividade é lenta, e conseqüentemente podem contribuir para a autocicatrização autógena em idades superiores (FERRARA et al., 2018).

#### 2.3.2.2. Condições e tempo de exposição

São diversas as condições ambientais que os materiais cimentícios podem estar submetidos em condições reais. Percebe-se que, nos estudos correntes, é usual buscar reproduzir formas de exposições compatíveis com o meio no qual o material poderia ser empregado. E a literatura tem mostrado que o comportamento, os produtos gerados e a ocorrência ou não da autocicatrização está ligado a condições de exposição que o elemento fissurado se encontra.

Constatam-se várias situações em que o material é exposto, com exposição ao clima local ou ao ar em sala climatizada com temperatura e umidade relativa controladas (SAHMARAN; YILDIRIM; ERDEM, 2013), submersão em água (NISHIWAKI et al., 2012, 2014) (em diferentes temperaturas (FERRARA et al., 2018)), ciclos úmido/seco (YANG et al., 2009), ciclos de congelamento/descongelamento (SAHMARAN; YILDIRIM; ERDEM, 2013) e ciclos de inverno/verão (FERRARA et al., 2018).

Em geral, para a maioria das técnicas de autocicatrização, a água líquida ou um ambiente úmido são necessários para desenvolver o processo de autocicatrização (FERRARA et al.,

2018; VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013). Exceção à esta regra parece ser no caso de polímeros líquidos encapsulados, como é nos estudos indicados por Van Tittelboom et al. (2012a).

Geralmente se emprega água destilada ou de torneira. Mas também se adicionam substâncias agressivas, como na simulação de água do mar (FERRARA et al., 2018). Em situações específicas, há a inclusão de ativadores, como é o caso de um estudo indicado por Gruyaert et al. (2015), em que materiais cimentícios, contendo BFS, submersos em soluções com ativadores alcalinos ( $\text{Ca(OH)}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ ) demonstraram maior potencial para o fechamento de fissuras do que quando submersos em água pura.

Com relação ao tempo de exposição, na literatura há uma grande variação, o que é fortemente dependente da técnica de autocicatrização aplicada (FERRARA et al., 2018). Enquanto cápsulas cheias de cianoacrilato podem cicatrizar fissuras em menos de um minuto (VAN TITTELBOOM; DE BELIE, 2013), na autocicatrização autógena o processo na maioria das vezes ocorre após 35–50 dias (FERRARA et al., 2018) e pode continuar mesmo para períodos maiores que um ano (FERRARA; KRELANI; MORETTI, 2016).

#### 2.3.2.3. Tamanho da fissura, nível de dano e estado de tensão

A maioria dos testes relatados na literatura tem analisado o desempenho de autocicatrização em corpos de prova não submetidos a carregamento sustentado. No entanto, os elementos estruturais em condições de serviço estão sujeitos a cargas permanentes que geram estados de tensão através da fissura. Um esforço de compressão poderá ter um efeito benéfico na cicatrização, pois fechará parcialmente a fissura. Por outro lado, uma tensão de tração terá um efeito adverso na cicatrização (FERRARA et al., 2018).

Em particular, Yildirim et al. (2015) investigando vigas de cimento Portland, com diferentes adições (ora, inclusive, com 33% de BFS em massa como material cimentício), introduziram fissuras via flexão com 4 pontos, e, após, submeteram algumas a carregamento sustentado progressivamente crescente (Figura 11). Avaliando o desempenho de autocicatrização por meio de velocidade do pulso ultrassônico, verificaram uma ligeira diminuição na recuperação da resistência em comparação com aqueles sem carga.



(a)



(b)

**Figura 11** –(a) Flexão simples com 3 pontos sustentada e (b) peças do equipamento empregado por Yildirim et al. (2015) no estudo de autocicatrização

Fonte: Yildirim et al. (2015)

Convém observar que, na ocorrência de carregamento cíclico, a autocicatrização pode ser interrompida ou prejudicada se a fissura estiver instável. O uso de um material de cicatrização muito elástico que adere bem às paredes da fissura e mantém a fissura vedada tem sido alvo de estudo (FERRARA et al., 2018). Outro aspecto a ser avaliado se refere ao grau de fissuração e o dano gerado, que podem interferir ou limitar a capacidade autocicatrizante (SINGH; GUPTA, 2020).

Neste último caso, Singh e Gupta (2020), avaliando argamassas fissuradas e definindo dano como a redução da velocidade de ultrassom após a abertura de fissura, observaram que a autocicatrização se demonstra dependente do grau de dano (fissuração). Eles perceberam que, dentro de certo limite, à medida que o dano aumenta, há resultados mais expressivos da atuação da autocicatrização. Os autores apontam que um dos fatores que leva isso a ocorrer é a maior disponibilidade de água e oxigênio através de fissuras (SINGH; GUPTA, 2020).

Contudo, há um “dano limite” para o comportamento apontado no parágrafo anterior (SINGH; GUPTA, 2020). Em concretos, a taxa de atuação da autocicatrização cresce com o aumento do grau de dano à medida que se aproxima desse “dano limite”; e, quando o grau de dano excede o limite, a taxa de autocicatrização diminui com o aumento do grau de dano. A literatura aponta que o limite de dano para concreto de resistência normal é maior do que para concreto de alta resistência (ZHONG; YAO, 2008).

### 2.3.3. Avaliação e caracterização da autocicatrização

Dentre os procedimentos empregados para avaliar a autocicatrização em uso em pesquisas correntes atuais, é possível agrupar boa parte delas em 3 grupos bem definidos:

1. Procedimentos de análise visual e de mensuração de fissuras: análise superficial (lupa, microscópio, MEV etc.) e análise interna (microtomografia);
2. Procedimentos baseados na recuperação de durabilidade: permeabilidade (à água e ao gás) e penetração de íons cloreto.
3. Procedimentos baseados na recuperação mecânica: testes por meio de ondas de ultrassom e testes mecânicos.

Há na literatura outros procedimentos característicos além dos citados nos grupos acima. Em particular, é usual também a realização de procedimentos complementares para a análise visual (MEV/EDS, lupa etc.) e química (dispersão de raios - DRX, fluorescência de raios X – FRX, Espectroscopia Raman, TG etc.) para caracterização do material (produtos de autocicatrização) gerado nas fissuras.

Na sequência é discorrido de forma breve sobre cada um dos grupos acima. É dada ênfase aos procedimentos que se propõem aplicar na presente pesquisa. Dedicar-se também uma seção sobre os procedimentos para investigação dos produtos de autocicatrização.

#### 2.3.3.1. Procedimentos baseados em análise visual superficial

A evolução das fissuras superficiais é o método mais direto para avaliar a autocicatrização. As avaliações variam desde a olho nu até técnicas de microscopia, incluindo, câmeras fotográficas, microscopia ótica e microscopia eletrônica (FERRARA et al., 2018).

Em particular, a fotografia de superfície e a microscopia ótica podem ser aplicadas a uma amostra sem a necessidade de destruí-las. Portanto, esses dois métodos são os mais adequados para observações repetidas ao longo de todo o período de cicatrização. O registro de imagens com ao menos um desses dois procedimentos está presente em praticamente todos os estudos de autocicatrização verificados na literatura.

São muitos os estudos que mostram que a autocicatrização é capaz de fechar fissuras superficiais (SISOMPHON; COPUROGLU; KOENDERS, 2012). Mas a eficácia deve ser avaliada também com referência à sua capacidade de fechar as fissuras internamente (FERRARA et al., 2018). Em particular, destaca-se a microtomografia computadorizada ( $\mu$ CT), técnica descrita na seção 2.2.4.3, para tal investigação.

### 2.3.3.2. Procedimentos baseados em análise interna - $\mu$ CT

A caracterização da cicatrização apenas a partir da superfície não é suficiente para avaliar ou verificar a extensão da cicatrização em toda a amostra. Esta informação, no entanto, é muito importante para fornecer informações sobre a extensão da cicatrização e sua eficácia, pois a eficiência da cicatrização depende da quantidade e distribuição dos produtos de cicatrização formados (CHINDASIRIPHAN; YOKOTA; PIMPAKAN, 2020).

A  $\mu$ CT apresenta-se como uma técnica não destrutiva que gera imagens tridimensionais combinando uma série de micrografias transversais. Essas micrografias são baseadas na atenuação dos raios X em diferentes posições e dependem do número atômico e da densidade do material (CNUDDÉ; JACOBS, 2004). A quantidade total e a distribuição dos produtos de cicatrização na matriz cimentícia podem assim ser investigadas sem perturbar os produtos de hidratação formados no interior da fissura. Além disso, como a  $\mu$ CT de raios-X não é destrutiva, a estrutura interna da mesma amostra pode ser comparada e analisada antes e depois da cicatrização (CHINDASIRIPHAN; YOKOTA; PIMPAKAN, 2020).

Em um trabalho realizado por Snoeck et al. (2016) de autocicatrização autógena, verificou-se que ocorreu fechamento da fissura na superfície, contudo por  $\mu$ CT, foi constatado que o fechamento se situa somente próximo à extremidade da fissura (0 a 800-1000  $\mu$ m), dada pela formação do carbonato de cálcio.

Um estudo de  $\mu$ CT de biodeposição (DE MUYNCK et al., 2011) e outro de autocicatrização bacteriana forneceram boas quantificações da quantidade (em volume) dos produtos de cicatrização (WANG et al., 2014). Neste último trabalho, os produtos precipitados se concentraram mais na profundidade de 0 a 500  $\mu$ m, mas alcançando até a profundidade próxima de 3000  $\mu$ m. A autocicatrização bacteriana ocorre em maior extensão em relação à

cicatrização autógena, pois seu mecanismo não depende apenas dos reagentes disponíveis na matriz cimentícia, mas é resultado do metabolismo bacteriano (SNOECK et al., 2016a).

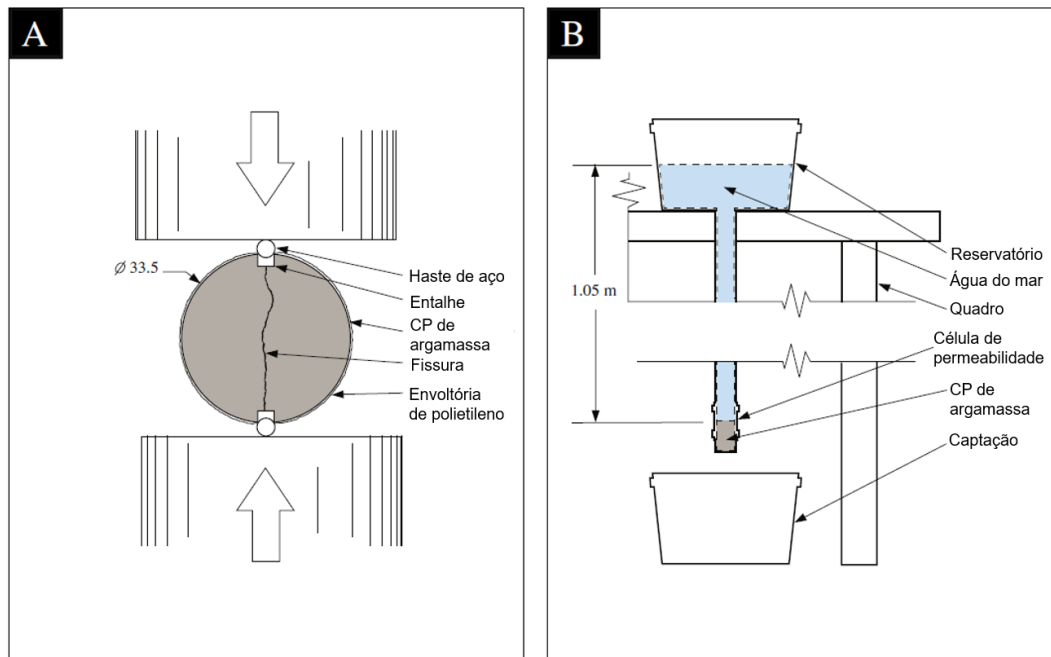
Investigando a recuperação autógena em concretos fissurados por análise 3D via  $\mu$ CT, Fan e Li (2015) verificaram que a extensão e a taxa de cicatrização dependiam fortemente da largura inicial da fissura na superfície de modo que a menor largura favoreceu a autocicatrização rápida e robusta. Além disso, a região fissurada próxima à superfície (de 0 a 50 e 150  $\mu$ m abaixo da superfície) pode ser selada rapidamente com precipitados cristalinos. Em profundidades maiores, o processo de cicatrização demora mais e é mais provável devido à hidratação contínua e reações pozolânicas.

### 2.3.3.3. Procedimentos baseados na recuperação de durabilidade

São verificadas na literatura várias metodologias de teste para avaliar os efeitos da autocicatrização através da recuperação em propriedades relacionadas à durabilidade, incluindo, por exemplo, medições de permeabilidade à água e ao gás, bem como resistência à penetração de íons cloreto.

A permeabilidade de materiais cimentícios está estritamente relacionada às taxas nas quais os líquidos e gases se difundem através dele. Há duas versões do teste em uso para a avaliação da permeabilidade de corpos de prova fissurados, pela avaliação da diminuição da pressão (altura da água) após um determinado período e pela avaliação do fluxo de água passando pelo corpo de prova durante um determinado período (FERRARA et al., 2018).

Em particular, um teste de permeabilidade foi projetado e construído para avaliar a capacidade de autocicatrização autógena de argamassas de cimento de escória de alto-forno (BFS) por Palin, Jonkers e Wiktor (2016). Corpos de prova cilíndricos, envolvidos com polietileno, foram divididos por compressão diametral. As amostras receberam espaçadores de modo que as larguras de fissuras ficaram definidas por 0,2 ou 0,4 mm e, então, foram ensaiadas no teste de permeabilidade à água em diferentes idades (Figura 12). Os autores obtiveram resultados satisfatórios para a autocicatrização. As amostras com fissuras de 0,4 mm tiveram diminuições na permeabilidade de 66% após 28 dias de submersão em água do mar. A precipitação de aragonita e brucita nas fissuras foram as principais causas de cicatrização das fissuras.



**Figura 12** – Ilustração esquemática das configurações (A) da tensão de divisão usada para separar diametralmente os corpos de prova e (B) do teste de permeabilidade

Fonte: Palin, Jonkers e Wiktor (2016)

A penetração de íons cloreto no concreto, incluindo em concretos fissurados, é medida por meio de diferentes técnicas, como a difusão de cloreto por imersão e a migração de cloreto entre células. Embora existam poucos estudos que avaliem concretos fissurados pelo teste rápido de permeabilidade de íon cloreto (*ASTM C1202: Standard test method for electrical indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration* (ASTM, 2012)), este tem sido amplamente empregado para caracterizar a durabilidade do concreto (FERRARA et al., 2018).

A difusão de cloretos fornece uma ideia da interconectividade dos poros finos no concreto, que são muito finos para permitir o fluxo de água (AITCIN, 2008). Desse modo, espera-se que a técnica avalie um universo de fissuras possivelmente mais amplo do que o teste de permeabilidade à água. Ainda assim, há na literatura boas correlações de resultados entre os testes de permeabilidade à água e a difusão de íons cloreto (FERRARA et al., 2018). A eficiência da autocicatrização pelo teste de migração rápida de cloreto foi estudada por Jacobsen, Sellevold (1996), Hadj-Sadok et al. (2011), Wang et al. (2013), Sahmaran, Yildirim e Erdem (2013), Park, Ann e Cho (2015), Darquennes et al. (2016), entre outros.

#### 2.3.3.4. Procedimentos baseados na recuperação mecânica

Enquanto nos métodos baseados na recuperação da durabilidade é obtida uma interpretação direta do processo de cicatrização ocorrido, nos casos de testes mecânicos, obtém-se um indicativo do comportamento "estrutural" da amostra, de modo que as seções transversais fissuradas e autocicatrizadas desempenham um papel dominante. São ensaios normalmente observados: compressão simples, flexão (com 3 e 4 pontos) e compressão diametral (FERRARA et al., 2018).

Para avaliar a autocicatrização pela recuperação das propriedades mecânicas, o mesmo teste realizado na pré-fissuração é repetido após o período de autocicatrização. A comparação entre as propriedades mecânicas no momento da pré-fissuração e após o período de exposição é assumida como um indicador da eficácia da cicatrização. Convém observar que as propriedades mecânicas em materiais cimentícios evoluem com o tempo também sem autocicatrização, evento que deve ser considerado na análise (FERRARA et al., 2018).

Como já abordado na seção 2.2.4.4, destaca-se o empregado de técnicas ultrassônicas, aplicadas ao longo do tempo para detectar defeitos internos, fissuras ou vazios em materiais, como concreto e argamassas. Assim, espera-se que sejam eficazes também na caracterização do processo reverso de fechamento de fissuras e na recuperação de desempenho devido à autocicatrização. Estas técnicas permitem verificar a eficácia das tecnologias de autocicatrização propostas diretamente no local, possibilitando, assim, monitorar continuamente as características do material no tempo (FERRARA et al., 2018).

#### 2.3.3.5. Procedimentos para investigação dos produtos de autocicatrização

Constata-se o emprego de técnicas analíticas instrumentadas com sucesso para caracterizar a natureza de produtos de autocicatrização. Dentre elas, pode-se citar as a seguir:

- DRX, empregada por Kong, Wang e Liu (2018), Li, Farzadnia e Shi (2017), Park, Ann e Cho (2015), Shi et al. (2018), para a avaliação qualitativa de fases cristalinas e quantificação consecutiva via refinamento Rietveld dos produtos de autocicatrização extraídos manualmente;
- FRX, empregada por Li, Farzadnia e Shi (2017), Park, Ann e Cho (2015), para levantamento de elementos químicos dos produtos de autocicatrização extraídos manualmente;
- MEV/EDS, empregada por Li, Farzadnia e Shi (2017), Almeida e Klemm (2018), e Hadj-Sadok et al. (2011), para a avaliação visual microestrutural dos produtos de autocicatrização, extraídos manualmente ou na própria fissura, e, quando combinado com Energia Dispersiva de raios X (EDS), para análise pontual, linear ou de área dos elementos químicos presentes;

Outras técnicas, abaixo mencionadas, ajudam na identificação da natureza química ou mineralógica dos produtos de autocicatrização, e destinam-se a complementar a observação da eficiência de enchimento do volume de fissura por métodos adicionais (FERRARA et al., 2018)

- Termogravimetria, empregada por Kong, Wang e Liu (2018), Li, Farzadnia e Shi (2017), e Shi et al. (2018), para a investigação das fases cristalinas e amorfas dos produtos de autocicatrização extraídos manualmente;
- Espectroscopia Raman, empregada por Homma, Mihashi e Nishiwaki (2009), para identificar a presença de  $CaCO_3$  no produto de autocicatrização no interior da fissura.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

A presente pesquisa teve como objetivo principal investigar o potencial de contribuição de uma escória de alto-forno (BFS) no processo de autocicatrização autógena de materiais cimentícios. As misturas empregadas para este estudo contêm cimento Portland, escória de alto-forno (agente cicatrizante), areia normal, água e ativador químico  $\text{Ca(OH)}_2$  (aplicado na Fase [II] descrita abaixo).

Duas fases são bem definidas para se atingir o objetivo da pesquisa:

[I] ESTUDO DA POROSIDADE DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS:

Investigação do fechamento de poros da matriz cimentícia (cimento Portland + BFS) no tempo;

[II] ESTUDO DA CAPACIDADE DE AUTOCICATRIZAÇÃO:

Investigação do potencial de contribuição de uma escória de alto-forno (BFS) no processo de autocicatrização autógena, superficial e interna, de materiais cimentícios no tempo.

Ambas as fases da pesquisa, como relacionadas na Figura 13, foram antecedidas também por estudos preliminares de caracterização dos materiais empregados e, em especial, do beneficiamento da escória de alto-forno por meio de micronização.

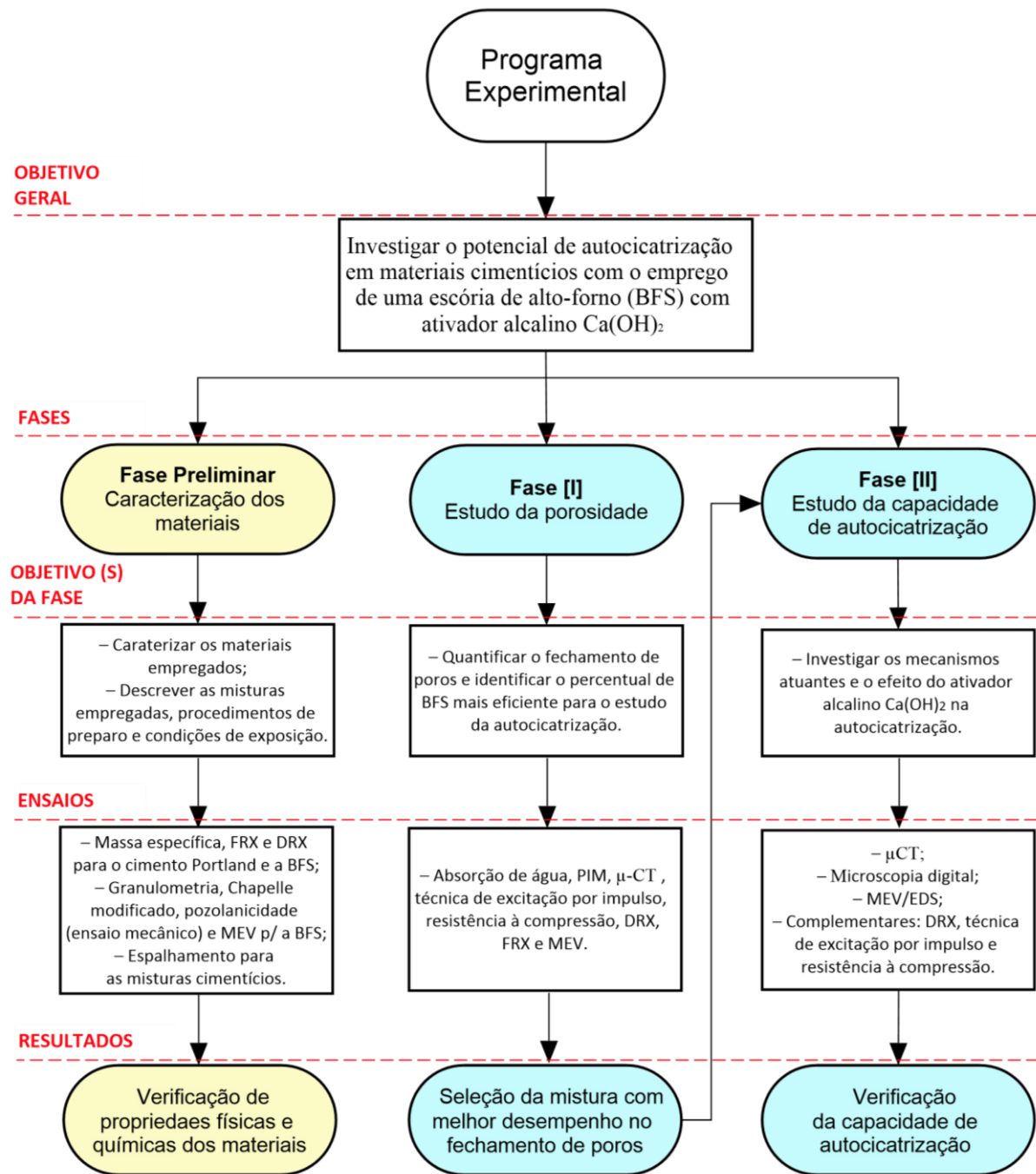


Figura 13 – Fluxograma com as etapas do programa experimental

A Fase [I] serviu de subsídio para tomada de decisão na Fase [II]. Nesta primeira parte se obtiveram resultados importantes relacionados ao percentual de escória de alto-forno que se mostrou viável e mais eficiente para a aplicação no estudo da Fase [II], considerando como principal critério a capacidade de fechamento de poros no tempo após os 28 dias.

Tanto a Fase [I] quanto a Fase [II] foram direcionadas por estudos anteriores obtidos por buscas sistemáticas (via *EndNote* nas bases *Compendex*, *Web Of Science* e *Scopus*) e exploratórias na literatura, procedimentos que se estenderam ao longo de toda a pesquisa.

### 3.1. CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

Nesta seção são apresentados e caracterizados os materiais empregados na presente pesquisa, sendo eles: cimento Portland CP V-ARI, escória de alto-forno (BFS), areia normal, água e ativador alcalino  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . São descritas também as misturas, e procedimentos de misturas, aplicadas nas fases [I] e [II].

Os materiais e condições de exposição aplicados na Fase [II] da pesquisa foram fixados com base nos resultados obtidos na Fase [I] e naqueles existentes na literatura então constatados no referencial teórico utilizado.

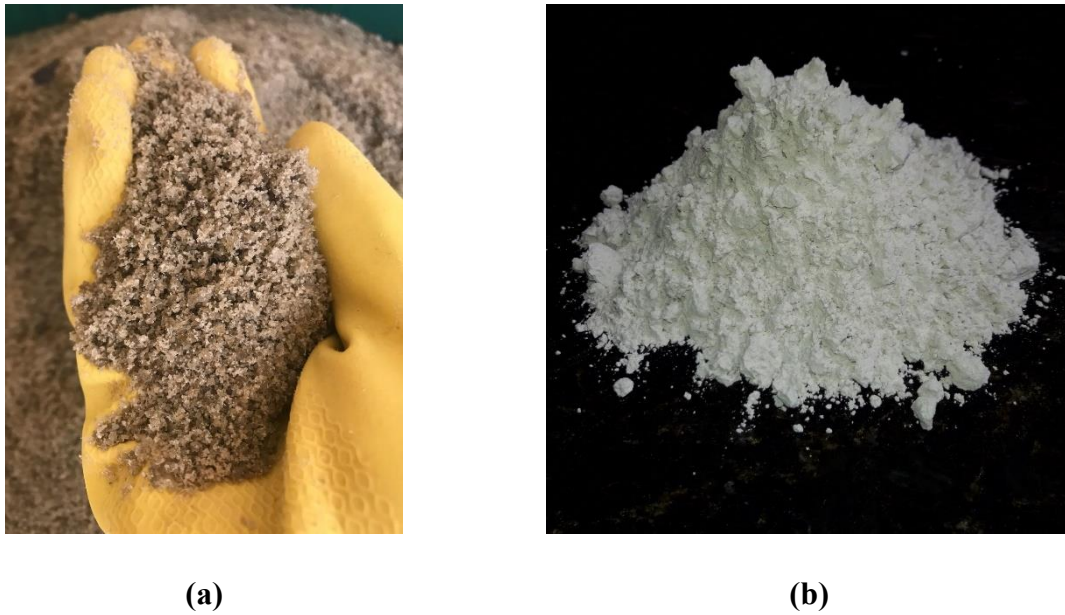
#### 3.1.1. Cimento Portland CP V-ARI e escória de alto-forno (BFS)

Empregou-se o cimento Portland tipo CP V-ARI e BFS fornecida pela ArcelorMittal, ambos caracterizados pelos ensaios de massa específica, conforme NBR 16605:2017 (ABNT, 2017), fluorescência de raios X (FRX) e difração de raios X (DRX).

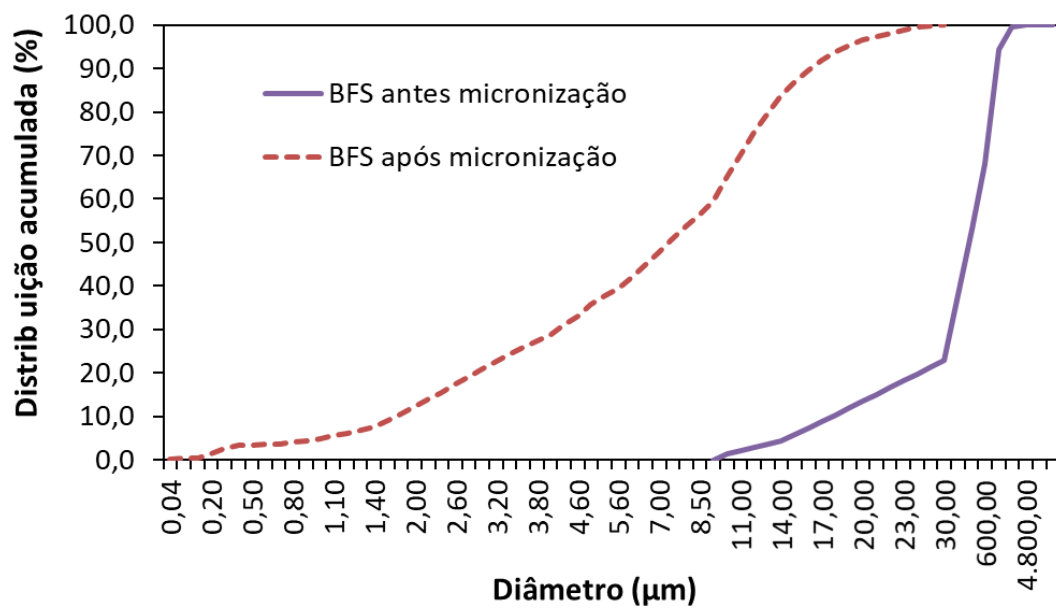
Conforme a NBR 16697 (ABNT, 2018), o CP V-ARI é o cimento que apresenta a maior quantidade de “Clínquer + sulfatos de cálcio” – 90 a 100% da massa – e não possui adições. Estas características motivaram a escolha deste material.

A BFS, originalmente com granulometria grossa, foi micronizada por moinhos de ar comprimido (air jet mills), e resultou num diâmetro médio de 8,23  $\mu\text{m}$ . A Figura 14 ilustra o antes e depois da micronização, bem como as granulometrias são apresentadas na Figura 15.

**Obs.:** Considerando a superfície específica para escórias reativas observadas em trabalhos anteriores na ordem de 3850-4250  $\text{cm}^2/\text{g}$  (DE SCHUTTER; TAERWE, 1995; GRUYAERT et al., 2015; MAES; SNOECK; DE BELIE, 2016; TOLEDO FILHO et al., 2005; YILDIRIM et al., 2015), e relação entre finura blaine e partícula média de 2280  $\text{cm}^2/\text{g}$  (26,4  $\mu\text{m}$ ) e 3650  $\text{cm}^2/\text{g}$  (16,6  $\mu\text{m}$ ) do trabalho de Reschke (2003), foi requerida a micronização da BFS, originalmente com granulometria grossa, para partículas com diâmetro médio imediatamente inferior a 15,0  $\mu\text{m}$ .



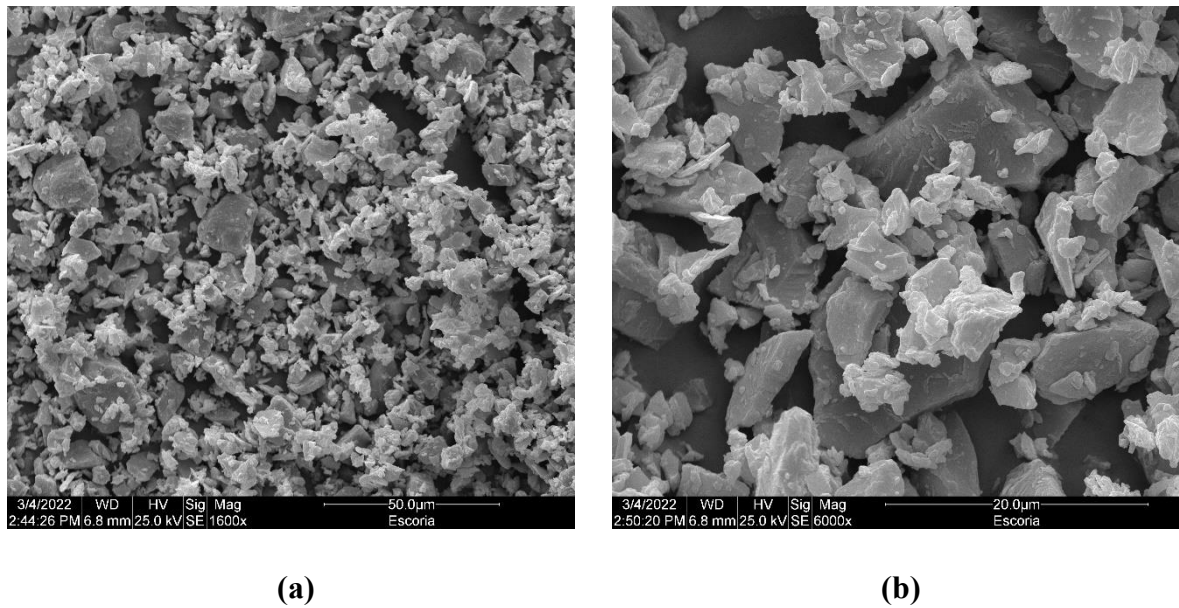
**Figura 14** –Escória de alto-forno (a) antes (granular) e (b) após a micronização



**Figura 15** –Granulometria da escória de alto-forno antes e após a micronização

Nota: Dados antes da micronização produzidos pelo autor do trabalho, e os após são fornecidos pela empresa que micronizou a BFS

Imagens de microscopia eletrônica de varredura mostraram que as partículas da BFS micronizada apresentam formas aproximadamente circulares e também lamelares, como mostra a Figura 16.



**Figura 16** – MEV da BFS micronizada com ampliação de (a) 1600 e (b) 6000x

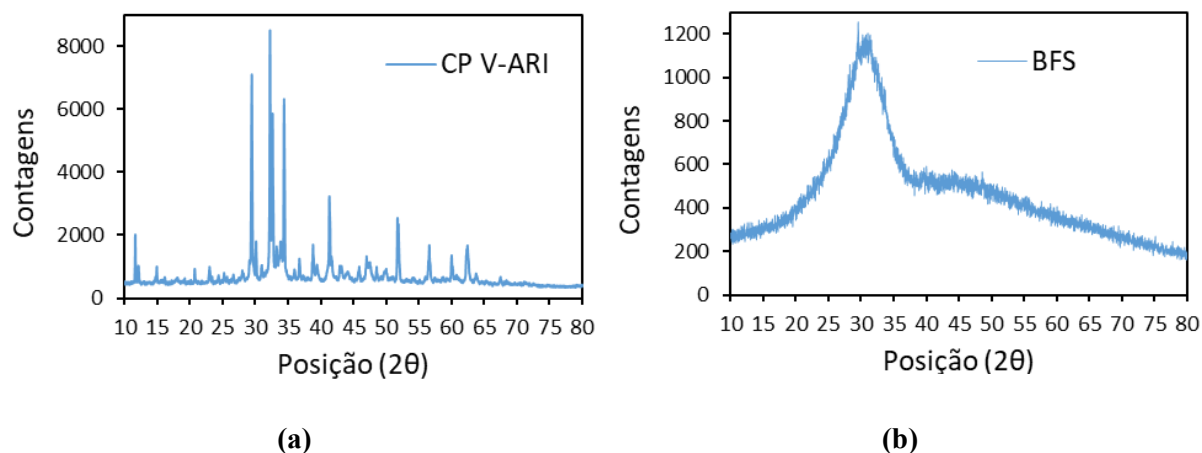
Na Tabela 4 constam a composição elementar da BFS e do cimento CP V-ARI obtidos mediante análise por fluorescência de raios X (FRX). Os valores e os compostos principais são compatíveis com aqueles apresentados na seção 2.1.

**Tabela 4** - Análise de FRX: BFS e CP V-ARI

Óxido	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Outros*
<b>BFS</b>	47,80%	32,80%	9,53%	5,63%	2,30%	0,57%	0,41%	0,97%
<b>Cimento CP V-ARI</b>	69,10%	15,30%	3,56%	2,47%	4,59%	3,30%	1,28%	0,43%

\* BFS: MnO, Na<sub>2</sub>O, SrO, ZrO<sub>2</sub> e Cl; Sr e P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Na Figura 17 constam os difratogramas de raios X (DRX) que, tanto para o cimento Portland quanto para a BFS, são compatíveis com resultados extraídos da literatura e apresentados na seção 2.1. Constatou-se a ocorrência de picos característicos das fases do cimento Portland e de um halo amorfo para a escória, característica vinculada ao resfriamento rápido (MENDES, 1999).



**Figura 17** –Difratograma de raios X para (a) CP V-ARI e (b) BFS

A BFS não apresentou caráter pozolânico – verificado via análise química (NBR 15895:2010), e por análise física (NBR 12653:2015a), demonstrando desempenho mecânico menor que 6 MPa aos 28 dias. As massas específicas, pelo método da NBR 16605 (ABNT, 2017), são 2,997 g/cm<sup>3</sup> e 3,168 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente, para BFS e o CP V-ARI.

### 3.1.2. Areia normal

O agregado miúdo escolhido é a areia normal fornecida pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT), como especificado pela NBR 7214 (ABNT, 2015b). Este agregado é constituído da mistura de quatro frações iguais de areia, apresentando granulometria contínua com dimensões de grãos de 0,15 a 2,0 mm. Há rigoroso controle da quantidade máxima de material orgânico. A escolha desta areia contribui para a reprodução dos procedimentos e para o melhor controle de qualidade na execução das misturas.

### 3.1.3. Ativador químico

O ativador químico foi empregado apenas na Fase [II] da pesquisa, haja vista a observação, na Fase [I], da redução de Ca(OH)<sub>2</sub> nas misturas em decorrência do aumento da escória de alto-forno. Além de compensar a redução de Ca(OH)<sub>2</sub>, teve-se como objetivo contribuir com a ativação da escória de alto-forno.

Com relação à quantidade de CH a adicionar, observou-se que no trabalho desenvolvido por Park; Ann; Cho, (2015), com resultados satisfatórios em termos de hidratação e carbonatação, que foi empregado Ca(OH)<sub>2</sub> (na água de amassamento) com 3,27% da massa de BFS.

Cálculos estequiométricos simples mostram que o percentual de CH com relação à massa de cimento Portland CPV ARI, resultantes da hidratação, é superior a 5%. Assim, arbitrou-se os valores de 5 e 10% de CH com relação à escória de alto-forno para o estudo na Fase [II].

#### 3.1.4. Argamassas

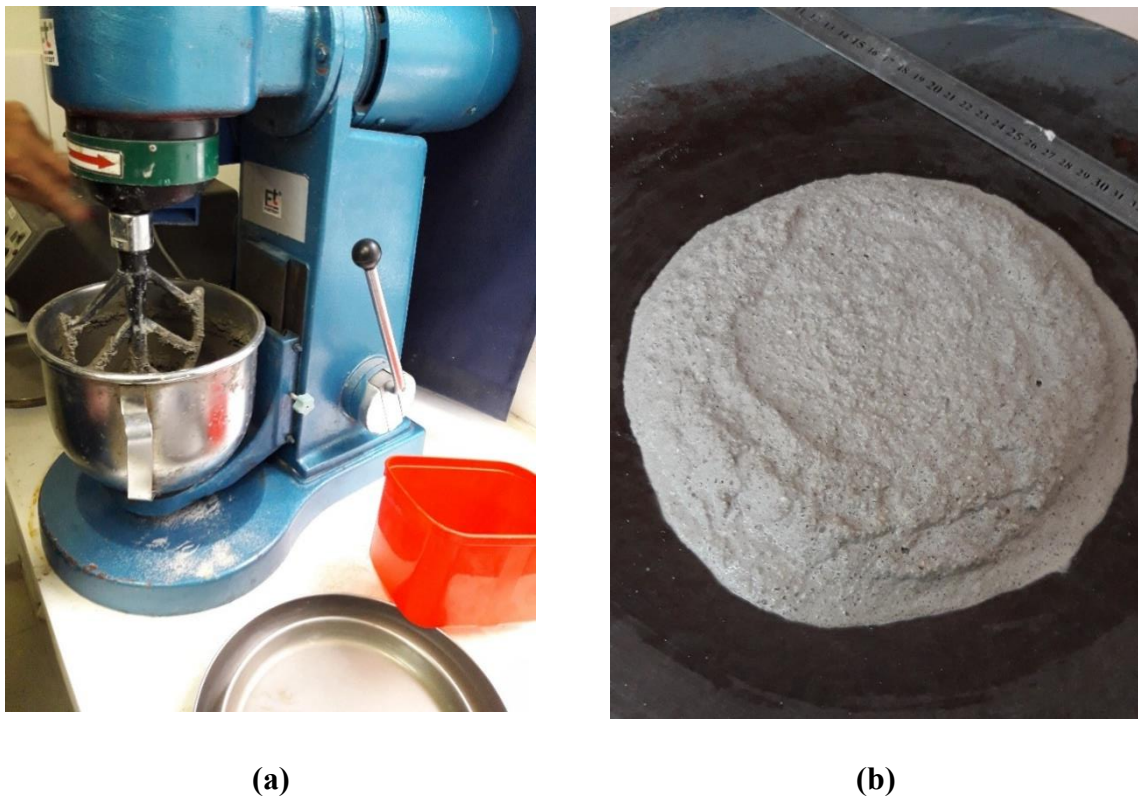
Na Fase [I] foram estudadas quatro misturas, sendo elas: Ref – argamassa básica de cimento e areia – na proporção de 1:3, e S5, S7 e S9, misturas com 50%, 75% e 90% de substituição em massa de cimento Portland por BFS. Na Fase [II] foram empregadas as misturas Ref e S9, selecionada na Fase [I], e duas misturas complementares: S9\_5 e S9\_10, com 5 e 10%, respectivamente, de CH adicionado com relação à massa de BFS. As referidas misturas são mostradas na Tabela 5.

**Tabela 5** – Argamassas empregadas na Fase [I] da pesquisa

	Argamassa	C	BFS	A	Água / (C + BFS)	Espalhamento (cm)	CH
<b>Fase [I]</b>	<b>Ref</b>	1,00	0,00	3	0,54	23,0	-
	<b>S5</b>	0,50	0,50	3	0,54	23,2	-
	<b>S7</b>	0,25	0,75	3	0,54	22,9	-
	<b>S9</b>	0,10	0,90	3	0,54	21,5	-
<b>Fase [II]</b>	<b>Ref</b>	1,00	0,00	3	0,54	23,0	0,000
	<b>S9</b>	0,10	0,90	3	0,54	23,2	0,000
	<b>S9_5</b>	0,10	0,90	3	0,54	21,3	0,045
	<b>S9_10</b>	0,10	0,90	3	0,54	18,6	0,090

C – cimento Portland; BFS – escória de alto-forno; A – areia; CH – hidróxido de cálcio

A relação água/(C + BFS) foi fixada em 0,54. Este valor resultou em um espalhamento (Figura 18) de 230 mm para Ref, conforme procedimentos estabelecidos pela NBR 13276 (ABNT, 2016).



**Figura 18(a)** Argamassadeira empregada na mistura e **(b)** teste de consistência

As argamassas foram preparadas sob temperatura média controlada de  $25 \pm 2$  °C. Os procedimentos de mistura com argamassadeira (Figura 18) foram conforme os propostos pela NBR 7215 (ABNT, 2019a), optando-se, contudo, por um tempo maior na última mistura (1 minuto) para melhor homogeneização das argamassas. Um resumo das etapas de mistura é apresentado no Quadro 2.

Etapa	Ação	Velocidade	Tempo
1	Mistura de cimento e escória de alto-forno (se existente) manualmente	-	-
2	Mistura do(s) material(is) cimentante(s) manualmente com água	-	-
3	Mistura do(s) material(is) cimentante(s) com água na argamassadeira	lenta	1 min
4	Acréscimo da areia, mistura e raspagem da parede com a espátula	-	-
5	Mistura do(s) material(is) com água na argamassadeira	Rápida	1 min
6	Mistura e raspagem da parede com a espátula. Repetiu-se as etapas 5 e 6.	-	-

**Quadro 2** – Procedimentos de mistura na fase [I] da pesquisa

As massas específicas e os consumos de materiais por m<sup>3</sup> das argamassas são como constam na Tabela 6.

**Tabela 6** – Massa específica e consumo de material por m<sup>3</sup> de argamassa

Argamassa	CP V-ARI (kg)	BFS (kg)	Areia (kg)	Água (kg)	Ca(OH) <sub>2</sub>	ρ (kg/m <sup>3</sup> )
REF	494,95	-	1484,86	267,28	-	2247
S5	241,88	241,88	1451,30	261,23	-	2196
S7	121,15	363,46	1453,85	261,69	-	2200
S9	48,75	438,79	1462,65	263,28	-	2213
S9_5	47,96	431,61	1438,69	258,96	21,62	2199
S9_10	47,68	429,12	1430,39	257,47	43,17	2208

Os corpos de prova foram preparados em moldes cilíndricos de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura, como estipulado na NBR 7215 (ABNT, 2019a), não se empregando desmoldante àqueles que foram avaliados à absorção de água. Em particular, na Fase [II], os cps fissurados foram produzidos em moldes de segmentos de 40 mm de tubo PVC soldável para água fria com diâmetro nominal de 20 mm (17 mm interno). Os procedimentos detalhados para produção, adensamento e outros aspectos são apresentados na seção 3.3.1.

Para as misturas das Fase [II], os valores de pH no estado fresco, medidos pelo pHmetro DM-22, empregando soluções tampões de calibração de pH 4 e 7, são 12,73±0,08 (Ref), 12,23±0,07 (S9), 12,45±0,12 (S9\_5) e 12,50±0,02 (S9\_10).

### 3.2. CONDIÇÕES DE EXPOSIÇÃO

Os corpos de prova (cp 50x100 mm) foram mantidos submersos durante 7 dias, e, após, submetidos a ciclos “seco/molhado” com duração, respectivamente, de “7 dias/2 dias”, suspendendo o ciclo uma semana antes dos ensaios. Procedeu-se assim com o objetivo de simular uma condição acelerada de exposição, alternada, à chuva e ao ar.

Na Fase [II], a condição de exposição (seco/molhado) e as idades investigadas foram análogos àquelas aplicadas na Fase [I] da pesquisa (28, 112 e 196 dias), com ajuste, contudo, de que aos 28 dias as amostras foram fissuradas e, então, aos 112 e 196 dias foram analisadas. Adicionalmente, grupos de corpos de prova foram mantidos sempre na condição submersa para as análises de microscopia digital (superfície) e microscopia eletrônica de varredura. No caso da μCT, todos os corpos de prova foram submetidos à cura intermitente (seco/molhado) até os 112 dias, e metade deles passaram à condição submersa desta idade até os 196 dias.

### 3.3. FASE [I]: ESTUDO DA POROSIDADE DE MATERIAIS CIMENTÍCIOS

O estudo da porosidade dos materiais cimentícios foi feito por meio da análise do fechamento de poros, de forma direta, pelos ensaios de absorção por imersão, porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) e microtomografia computadorizada de raios X ( $\mu$ CT). As duas primeiras técnicas permitem aferir apenas poros abertos, enquanto a  $\mu$ CT permite aferir poros abertos e fechados. De forma indireta, empregaram-se também a técnica de excitação por impulso e a resistência à compressão como parâmetros para avaliar a estrutura porosa.

Para compreender os produtos resultantes da hidratação do cimento e da escória de alto-forno ao longo do tempo, foram realizados os ensaios de fluorescência de raios X (FRX) e difração de raios X (DRX). É feita também a caracterização microestrutural das amostras, com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e da dispersão de raios X (EDS). Complementarmente é realizado o estudo da evolução da resistência à compressão em função da idade.

Foram moldados para cada mistura um total de 28 corpos de prova (cp 50x100 mm), sendo que, em 12 deles, destinados a absorção de água por imersão, não se aplicou desmoldante sobre os moldes. Os procedimentos de mistura seguiram o que consta na Seção 3.1.4, sendo a compactação e demais cuidados quanto à moldagem de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019).

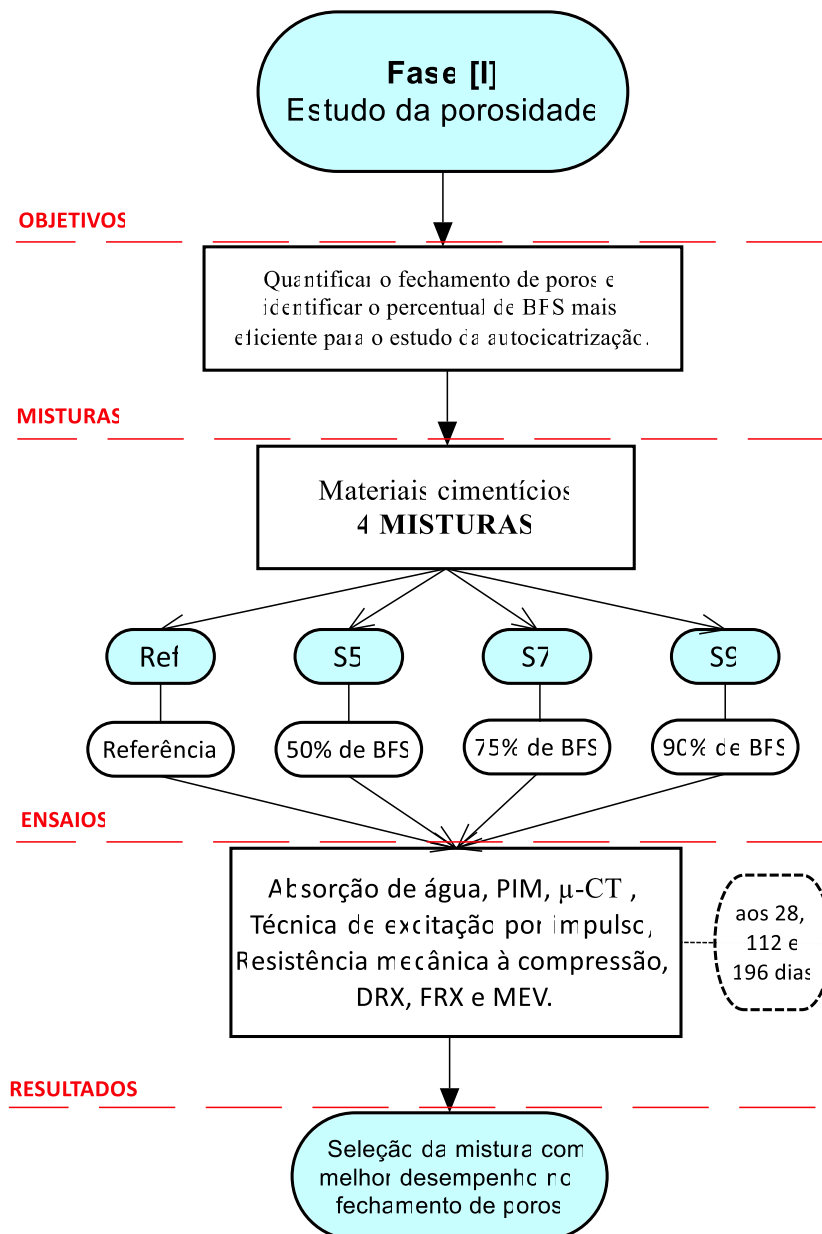
Os corpos de prova (cp 50x100 mm) foram submetidos a ciclos “seco/molhado” com duração, respectivamente, de “7 dias/2 dias”. As análises foram feitas nas idades de 28, 112 e 196 dias. Um resumo do planejamento experimental realizado na Fase [I] é apresentado no Quadro 3.

Na literatura constataram-se análises de poros aos 28 (ALLAHVERDI; MAHINROOSTA, 2013; HADJ-SADOK et al., 2011), 56 (SHI et al., 2018) e 90 (ALMEIDA; KLEMM, 2018; HADJ-SADOK et al., 2011) dias. Optou-se por fixar uma idade inicial comum (28 dias) e duas outras mais avançadas (112 e 196 dias) e igualmente espaçadas da anterior.

Etapa	Ensaio	Características dos cp / amostras	cp ou amostras por idade (dias) de ensaio		
			28 d	112 d	196 d
Estudo do poro	Absorção por imersão	50x100	3	3	3
	Microtomografia	fragmentos extraídos de cp 50x100	1	1	1
	PIM	fragmentos extraídos de cp 50x100	1	1	1
Estudo macro mecânico	Técnica de excitação por impulso*	50x100	4	4	4
	Compressão axial	50x100			
Ensaio complementar	DRX	fragmentos extraídos de cp 50x100 e pulverizado	1	1	1
	FRX	fragmentos extraídos de cp 50x100 e pulverizado	1	1	1
	MEV/EDS	fragmentos extraídos de cp 50x100	1	1	1
<b>* Ensaio para avaliação mecânica, contudo, indiretamente, fornece informações sobre a porosidade.</b>					

**Quadro 3** –Resumo do Planejamento experimental da Fase [I] da pesquisa

O fluxograma na Figura 19 apresenta de forma sintetizada o planejamento experimental proposto.



**Figura 19** –Fluxograma da Fase [I]

Nas seções seguintes é discorrido sobre cada um dos ensaios relacionados no planejamento experimental.

### 3.2.1. Absorção de água por imersão

O ensaio de absorção (Figura 20) foi realizado conforme a NBR 9778 (ABNT, 2009), que permite a obtenção do índice de vazios da amostra. Este experimento permite que seja obtido um indicativo do volume de poros permeáveis (TAYLOR, 1990). Esta análise determina somente os poros abertos, em outras palavras, significa que o ensaio não representará a

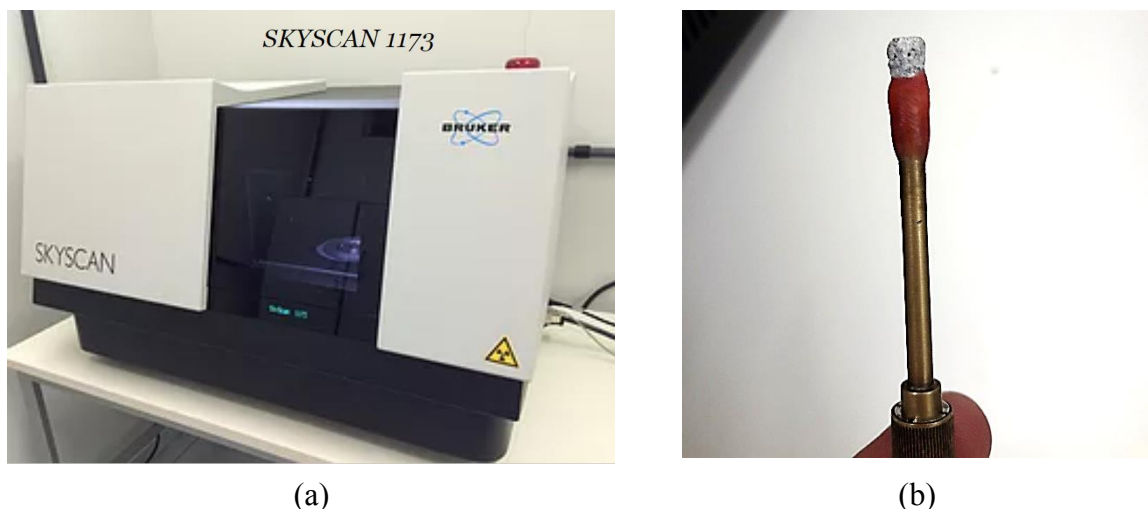
porosidade absoluta do material, já que a água não consegue adentrar poros fechados. Foram analisados 3 corpos de prova 50x100 mm de cada mistura nas idades de 28, 112 e 196 dias.



**Figura 20** – Detalhes ensaio de absorção: (a) fervura e (b) corpo de prova em balança

### 3.2.2. Microtomografia ( $\mu$ CT)

Para esta análise empregaram-se amostras aproximadamente cilíndricas com diâmetro de 5 mm e comprimento de 10 mm, extraídas do terço médio de corpos de prova cilíndricos 50 x 100 mm e analisadas aos 28 e 196 dias. Vale ressaltar que amostras distintas foram analisadas em cada uma das idades. A investigação por microtomografia computadorizada de raios X foi realizada pelo equipamento SkyScan-Bruker, modelo 1173, como mostra a Figura 21.



**Figura 21** – Detalhes ensaio de microtomografia: (a) equipamento SKYSCAN 1173 e (b) porta amostra com fragmento de argamassa

**Fonte:** Figura 18 (a) disponível em <<https://larxgestao.wixsite.com/larx-uel/em-branco-clpou>>

As medidas foram realizadas usando 90 kV de tensão e 88 uA de corrente no tubo de raios X. Foi utilizado um filtro de Al. As projeções foram obtidas com passo angular de  $0.3^\circ$  com uma rotação total de  $180^\circ$ . A resolução das imagens obtidas foi de  $6\ \mu\text{m}$ . Como dois pixels da imagem são necessários para identificar um poro, este ensaio ficou limitado à detecção dos poros de  $12\ \mu\text{m}$  ou maior. As imagens foram reconstruídas pelo software NRecon e as análises quantitativas foram feitas através do software CTan. As imagens 3D foram feitas pelo software CTVox.

### 3.2.3. Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

Para o ensaio de PIM utilizou-se o porosímetro Micromeritics Autopore IV (Figura 22). Foram retirados fragmentos do interior dos corpos de prova, localizados na parte central, no terço médio, então conformados em um formato aproximadamente cilíndrico com comprimento e diâmetro um pouco menor que 1 cm e 0,5 cm (Figura 22). As amostras foram secas em estufa sob temperatura de aproximadamente de  $50 \pm 3\ ^\circ\text{C}$ , durante 48 horas, e, após este período de secagem, colocadas em um dessecador para evitar absorção de umidade, antes de serem levadas para ensaio.



(a)



(b)

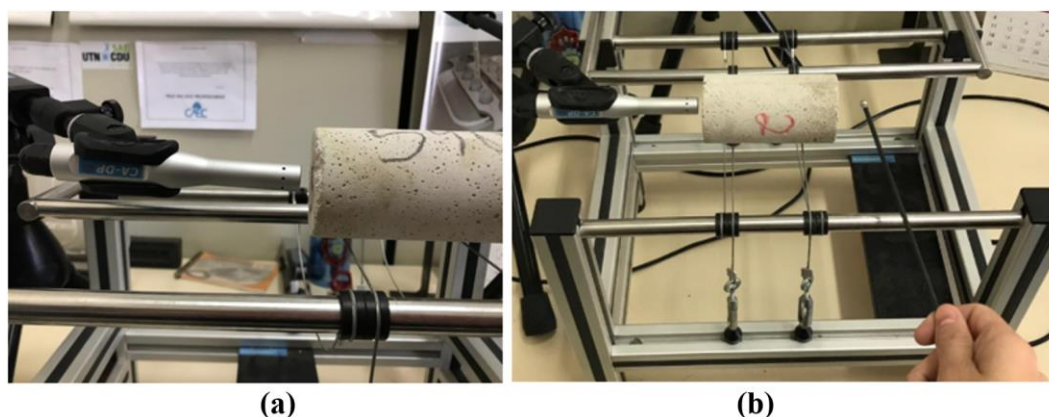


(c)

**Figura 22** –Detalhes PIM: (a) Equipamento, (b) acessórios/porosímetro e (c) amostras

### 3.2.4. Técnica de excitação por impulso

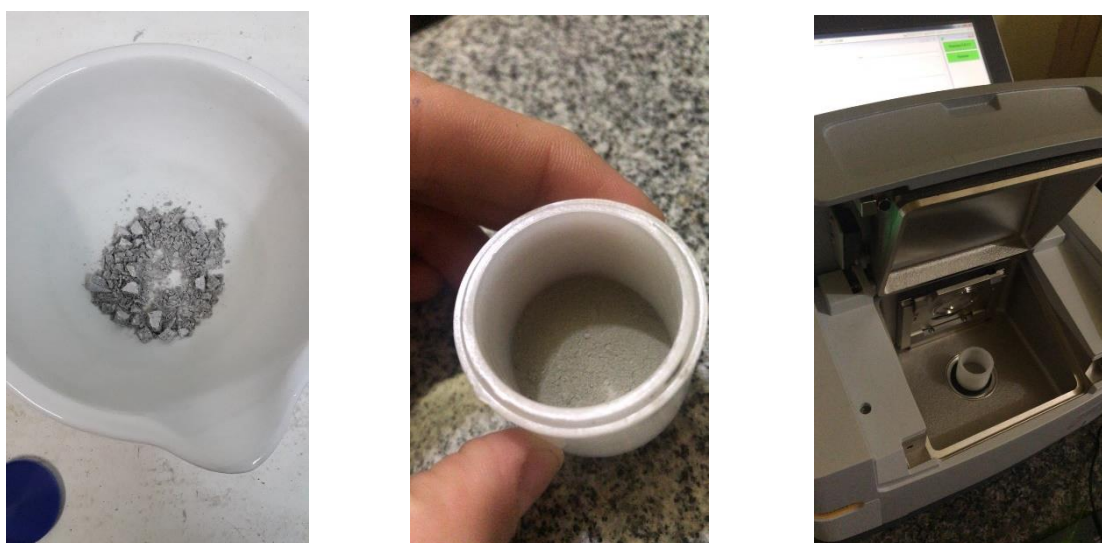
Os procedimentos realizados foram fundamentados na ASTM E1876 (ASTM, 2007b) e na NBR 8802 (ABNT, 2019b). O equipamento utilizado foi o Sonelastic versão 3.0, atendendo à norma E1876 (ASTM, 2007b) e à NBR 8802 (ABNT, 2019b). Empregaram-se quatro corpos de prova de cada mistura, os mesmos utilizados no estudo da resistência mecânica à compressão simples. A Figura 23 ilustra o equipamento empregado que foi calibrado adequadamente com um tempo de aquisição de 1,37s e frequência de detecção no intervalo de [5-20 KHz]. As análises foram feitas na direção longitudinal dos cp e por meio de um pulsador manual. Foram analisados 4 corpos de prova 50x100 de cada mistura nas idades de 28, 112 e 196 dias.



**Figura 23** – Composição do equipamento e corpo de prova com (a) captador acústico e (b) e pulsador manual

### 3.2.5. Fluorescência de raios x (FRX)

A técnica de fluorescência de raios X (FRX) é um método não destrutivo que realiza análises qualitativa e quantitativa dos elementos presentes na amostra (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Os resultados deste ensaio serviram de fundamento para decisões nas análises dos resultados obtidos via DRX, além de ser um indicativo da homogeneidade de amostras coletadas em diferentes idades. Foram extraídos fragmentos do terço médio dos corpos de prova ensaiados à compressão, então moídos e passados na peneira 200 Mesh, com abertura de 0,074 mm. Conformaram-se amostras em pastilhas com diâmetro de 2 cm e espessura próxima de 4 mm. O equipamento utilizado para o ensaio é o ZSX Primus II da marca Rigaku. As análises foram nas idades de 28, 112 e 196 dias.



(a)

(b)

(c)

**Figura 24** – Detalhes FRX: (a) Amostra sendo pulverizada, (b) porta amostra e (c) equipamento

### 3.2.6. Difração de raios X (DRX)

Na Fase [I], a difração de raios X (DRX) foi aplicada ao estudo das fases minerais presentes nas misturas Ref, S5, S7 e S9. O material levado para ensaio foi extraído dos terço médio de cp 50x100 mm e macerado com almofariz e pilão. As medidas foram realizadas aos 28, 112 e 196 dias.

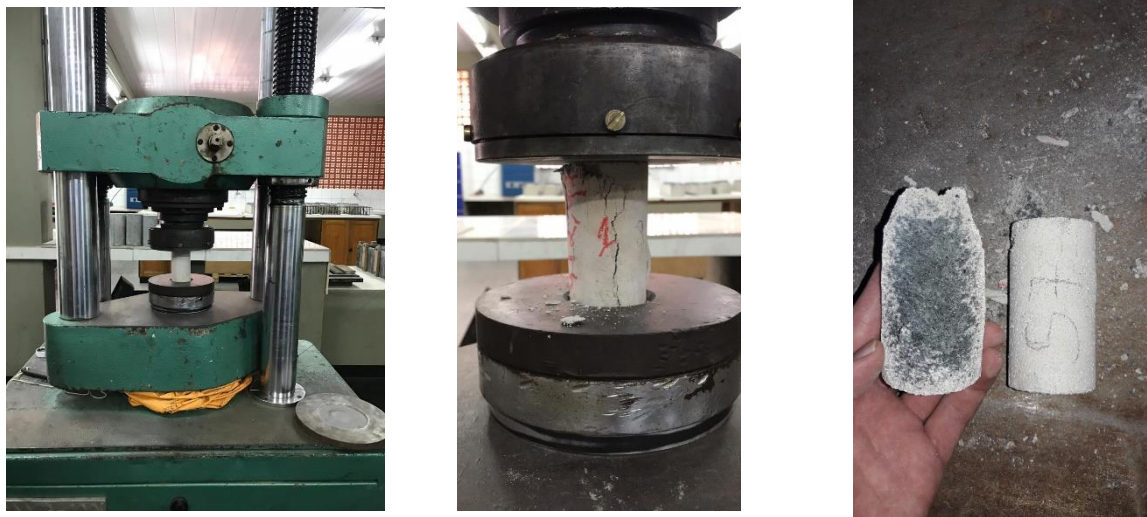
Para este estudo, empregou-se o equipamento PANanalytical - Modelo X'Pert PRO MPD. Os resultados foram então analisados por meio da Ferramenta Computacional X'Pert HighScore. Esta ferramenta permite que sejam identificadas as fases minerais presentes em cada mistura, além de oferecer métodos de quantificação dos componentes presentes, empregando-se o método de Rietveld.

Não se teve por objetivo chegar a valores precisos do percentual de cada fase, em função, inclusive, das limitações da técnica de DRX, haja visto que picos maiores são favorecidos não tão somente pela quantidade em massa de um cristal na amostra, mas também pela orientação de seus planos cristalográficos que favorecem a formação de picos intensos. Contudo, os valores obtidos favorecem uma boa visualização do comportamento das fases com o decorrer o tempo.

Das fases minerais detectadas pelo DRX, definiu-se um conjunto de fases (cristais) que foi aplicado para todas as amostras, dando ênfase, na apresentação de resultados, à investigação de 3 delas: hidróxido de cálcio (CH), carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e etringita (AFt). Os resultados apresentados correspondem aos percentuais que cada cristal representa no total de cristais identificados, retirando-se, dessa contagem, o quartzo ( $\text{SiO}_2$  - areia). Há um grupo chamado de “outros”, composto por cristais diversos (Gismondine,  $\text{CaSO}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}(\text{Si}_{0.75}\text{Al}_{0.25})_4\text{O}_8$  etc.).

### 3.2.7. Compressão axial

O ensaio de compressão axial (Figura 25) foi realizado de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019a), empregando-se uma prensa universal de 100 toneladas. Uma das motivações para realizar este estudo foi avaliar a evolução da resistência à compressão no tempo e evidenciar eventuais correlações com o fechamento de poros e a formação de compostos químicos gerados, conforme estudo via DRX. Cabe aqui observar que os corpos de prova estudados nesta etapa são os mesmos utilizados previamente pela técnica de excitação por impulso (Sonelastic). Foram analisados 4 cp 50x100 mm de cada mistura nas idades de 28, 112 e 196 dias.



(a)

(b)

(c)

**Figura 25** – Compressão axial: (a) Prensa (b) cp rompido e (c) aberto

### 3.2.8. Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS (MEV/EDS)

Para a realização deste ensaio (Figura 26) foram utilizados os fragmentos extraídos do terço médio dos corpos de prova empregados no ensaio de resistência à compressão. As amostras foram metalizadas com ouro por meio de Evaporador Ouro (Sputter Coater) BAL-TEC SCD 050 e observadas pelo equipamento FEI Quanta 250. A produção de imagens foi feita através de elétrons secundários. As análises foram nas idades de 28, 112 e 196 dias.



(a)

(b)

(c)

**Figura 26** – Detalhes MEV: (a) Amostras metalizadas (b) equipamento e (c) porta amostra

### 3.4. FASE [II]: ESTUDO DA CAPACIDADE DE AUTOCICATRIZAÇÃO

Na Fase [II] desta pesquisa foi realizado o estudo da autocicatrização, como no esquema no fluxograma da Figura 27.

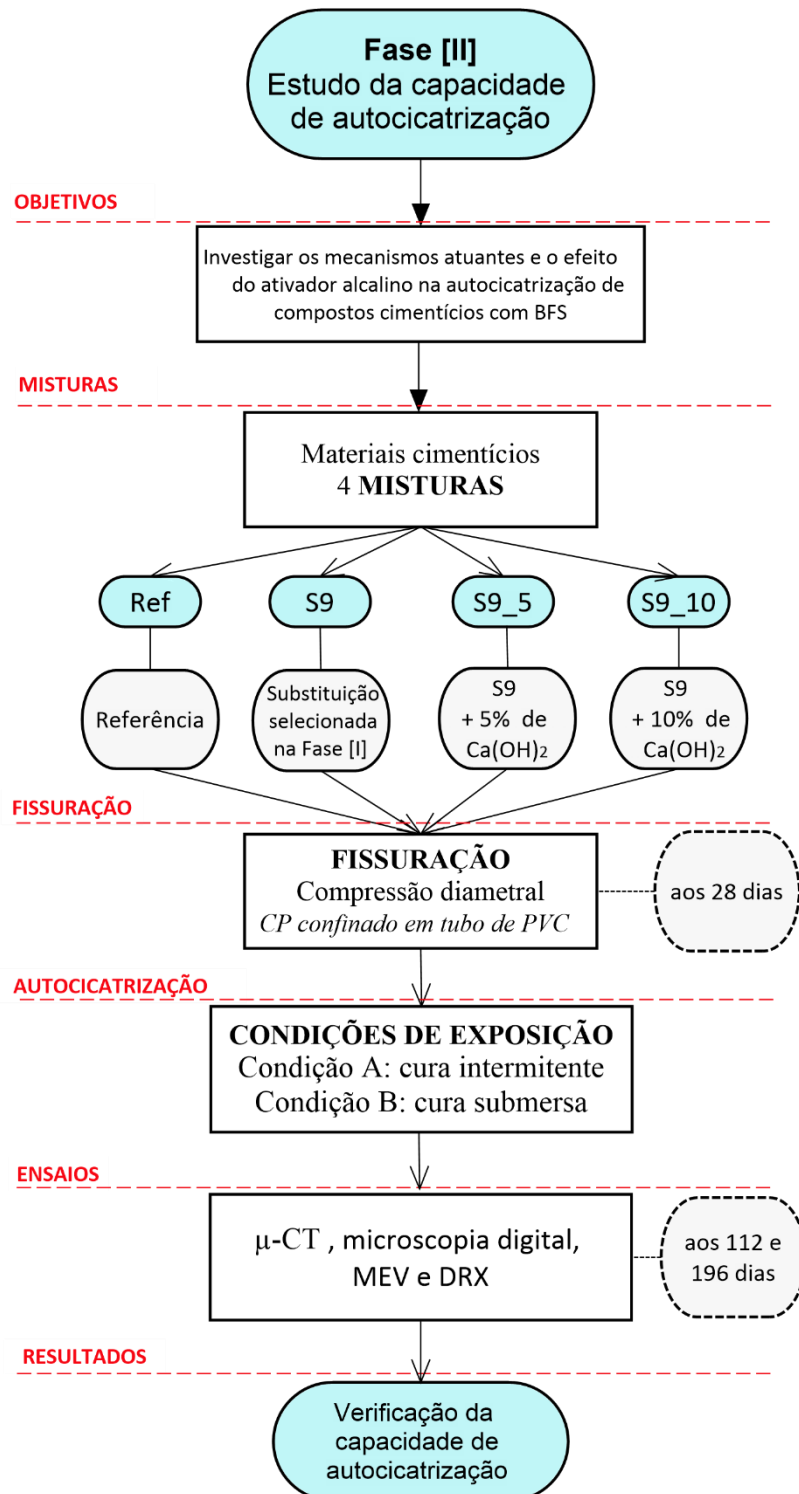


Figura 27 –Fluxograma da Fase [II]

A investigação da autocicatrização interna de corpos de prova cilíndricos 20x40 mm (aproximadamente), fissurados por compressão diametral, foi realizada por meio da microtomografia 3D, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e imagem superficial com microscópio digital. Realizaram-se também ensaios complementares de resistência à compressão e DRX.

No Quadro 4 é apresentado um resumo das investigações realizadas na Fase [II].

Ensaio	Características dos cps / Amostras	cps ensaiados/mistura		
		28 dias	112 dias	196 dias
$\mu$ CT <sup>1</sup>	cp 20x40 mm	2	2	2
Microscopia digital <sup>1</sup>	cp 20x40 mm	10	10	10
MEV <sup>1</sup>	Corte do cp 20x40 mm	-	1	1
Técnica de excitação por impulso <sup>2</sup>	cp 50x100 mm	6	-	-
Resistência à compressão <sup>2</sup>	cp 50x100 mm	6	-	-
DRX <sup>2</sup>	Pó de fragmento extraído do cp 20x40 mm	1	1	1
1 - cp fissurado aos 28 dias				
2 - Ensaio realizado para S9_5 e S9_10				

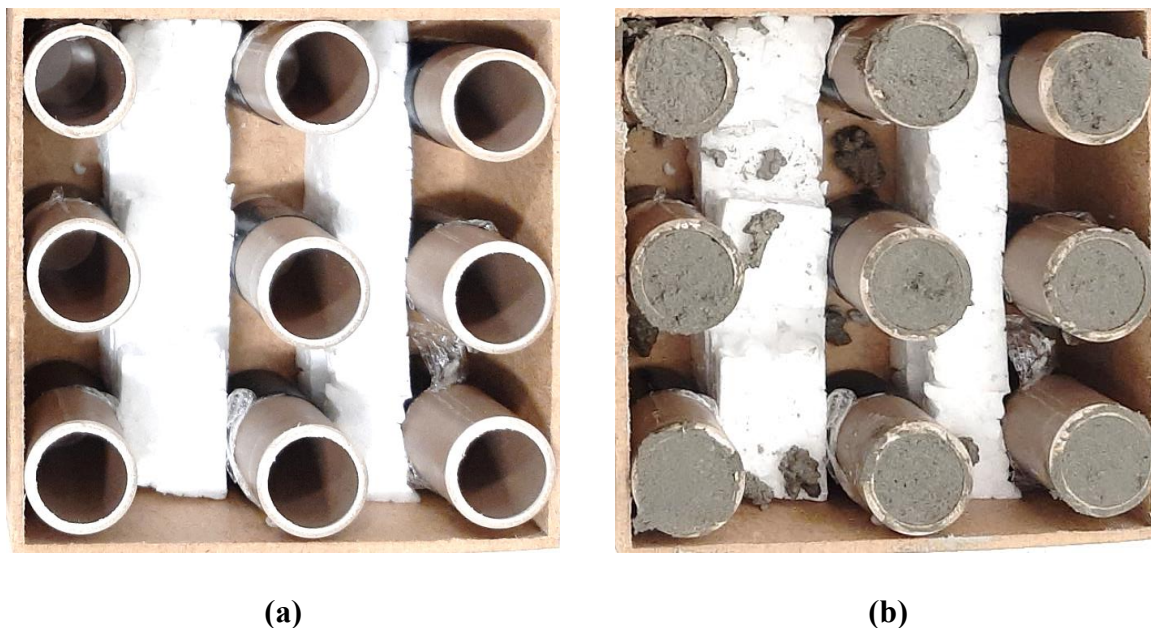
**Quadro 4** –Resumo do Planejamento experimental da Fase [II] da pesquisa

### 3.3.1. Produção e fissuração por compressão diametral das amostras

A produção das argamassas foi como na seção 3.1.4. O procedimento de fissuração (compressão diametral) e os moldes (em PVC) foram inspirados no trabalho de Chindasiriphan, Yokota e Pimpakan (2020).

Após a realização de alguns testes (como constam na seção 4.2.1), foram definidos moldes cilíndricos formados por seguimentos de 40 mm de tubo de PVC soldável de água fria com diâmetro nominal de 20 mm (17 mm interno), juntamente com os demais materiais e equipamento empregados para a produção dos moldes.

Os moldes foram cortados com cortador de tubo de PVC e envolvidos na base com plástico insulfilm fixo com fita isolante. Após, os moldes foram posicionados na vertical em caixas de madeira firmemente fixados com o auxílio de EPS, como na Figura 28.



**Figura 28** – Moldes posicionados na caixa de madeira com moldes (a) vazios e (b) preenchidos com argamassa

A argamassa foi colocada nos moldes com o auxílio de uma pequena espátula. O preenchimento foi feito em duas camadas. Cada camada foi adensada com 10 golpes de uma barra de aço CA50, bitola de 12,5 mm e aproximadamente 300 g (31 cm), seguido de 20 golpes na mesa de determinação do índice de consistência de argamassas.

Os moldes foram mantidos em cura úmida durante 24 horas. Após, foram tiradas a fita isolante e o plástico insulfilm e colocados (sem desmoldar) em cura submersa por mais 6 dias. Então, deu-se início a cura intermitente (seco/molhada), como descrita na seção 3.1.4.

A fissuração por compressão diametral foi testada com torno de bancada nº 5. Durante a fissuração, a carga de separação deformou simultaneamente a camisa de PVC e o corpo de prova. O confinamento lateral na ruptura gerou fissura com abertura de  $0,102 \pm 0,041$  mm.



(a)



(b)

**Figura 29** – Fissuração por compressão diametral: (a) Torno de bancada nº 5 e (b) Corpo de prova fissurado

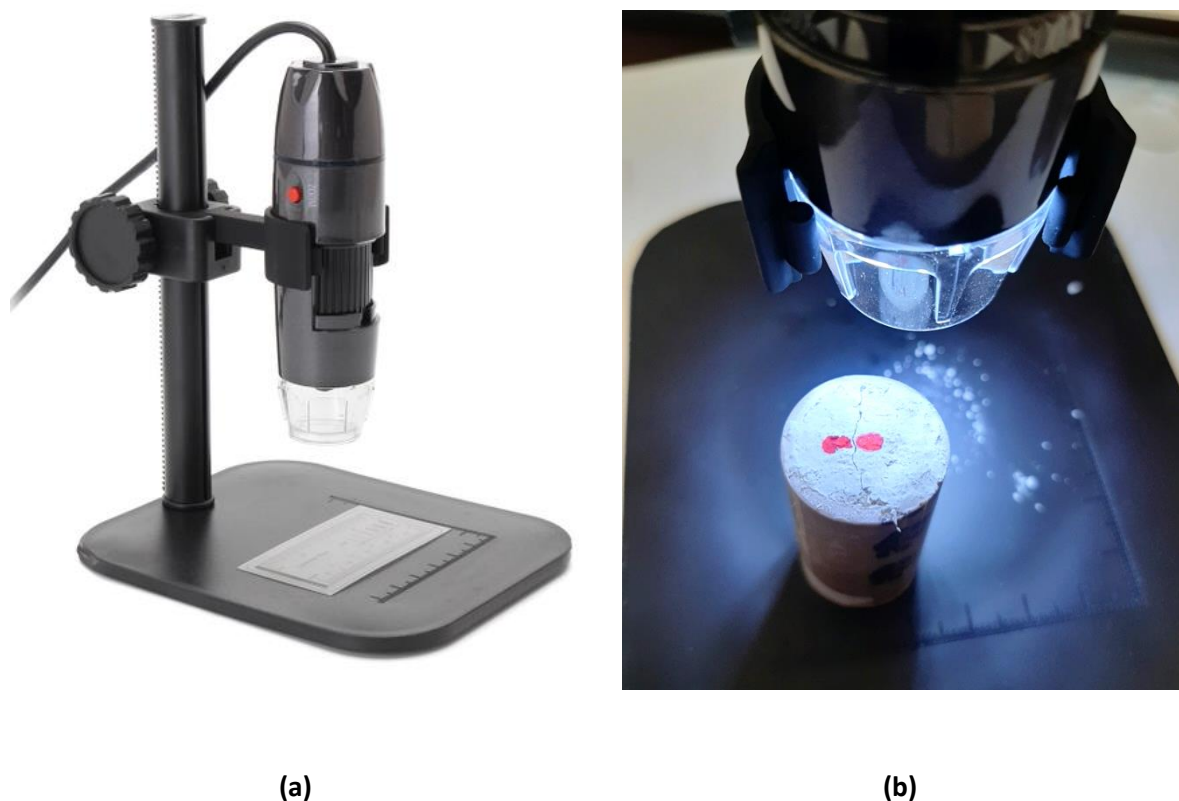
Após a fissuração, as amostras foram separadas em dois grupos de condições de exposição:

Condição A: amostras submetidas à cura intermitente, como consta na seção 3.1.4.;

Condição B: amostras mantidas submersas (a partir dos 112 dias) até uma semana antes das datas de teste.

### 3.3.2. Microscopia digital: análise superficial da fissura

Para esta análise empregou-se um Microscópio Digital 800X 8 LED 2MP. Trata-se de um equipamento de acoplção via USB no computador, que produz imagens na resolução 640x480 e 320x240, com ajuste de foco de 0 ~ 200 mm e ampliação máxima de 800x. As imagens foram geradas com distância de foco de aproximadamente 50 ~100 mm e resolução de 640x480.



**Figura 30** – (a) Microscópio digital empregado e (b) corpo de prova posicionado para obtenção de imagem da fissura

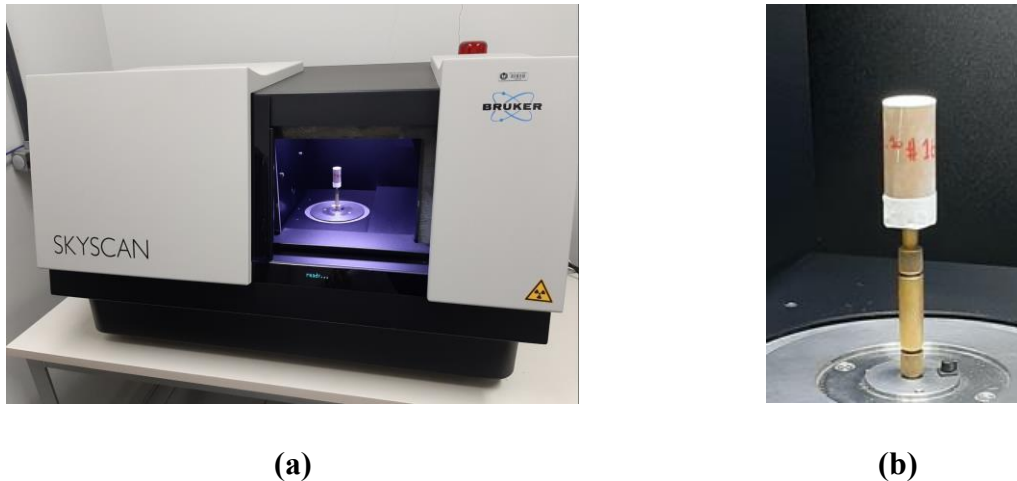
As estimativas de tamanho de fissuras superficiais foram feitas por meio de comparação por escala entre um grafite de 3 mm e a fissura. Para cada mistura foram analisados de 4 a 6 corpos de prova fissurados nas idades de 28 (fissuração), 112 e 196 dias.

Para cada cp foram aferidas a maior e menor abertura da fissura aos 28 dias, o tamanho destas respectivas aos 112 e 196 dias. Indicou-se também o tamanho da maior abertura, mensurado aos 28 dias, que estava fechado completamente aos 112 e 196 dias. As aberturas foram aferidas com auxílio da Ferramenta Computacional *ImageJ*.

### 3.3.3. Microtomografia ( $\mu$ CT)

Para esta investigação empregaram-se amostras aproximadamente cilíndricas fissuradas aos 28 dias, como descritas na seção 3.3.1, analisadas aos 112 e 196 dias após a fissuração (mesmas datas de referência do estudo de poros). A investigação por microtomografia computadorizada de raios X foi realizada pelo equipamento SkyScan-Bruker, modelo 1173, como mostra a Figura 31.

Na a análise aos 112 dias, 2 (duas) amostras de cada mistura estiveram submetidas à condição de exposição A (cura intermitente seco/molhado). A partir dos 112 dias, uma delas foi mantida na condição inicial e outra foi colocada na condição de exposição B (submersa) para a análise aos 196 dias. Em ambos os casos a amostra foi mantida ao ar (seca) nos 7 anteriores a análise.



**Figura 31** – Detalhes ensaio de microtomografia: (a) equipamento SKYSCAN 1173 e (b) porta amostra elemento fissurado

As medidas foram realizadas usando 90 kV de tensão e 88 uA de corrente no tubo de raios X. Foi utilizado um filtro de Al. As projeções foram obtidas com passo angular de  $0.3^\circ$  com uma rotação total de  $180^\circ$ . A resolução das imagens obtidas foi de  $10\ \mu\text{m}$ . Como dois pixels da imagem são necessários para identificar um poro, este ensaio ficou limitado à detecção dos poros/fissuras de  $20\ \mu\text{m}$  ou maior. As imagens foram reconstruídas pelo software NRecon e as análises quantitativas foram feitas através do software CTan. As imagens 3D foram feitas pelo software CTVox.

Apenas dois corpos de prova foram empregados para cada mistura, devido à grande quantidade de tempo de varredura e ao trabalho demorado de processamento de dados por amostra. O maior “poro” era a própria fissura conectada com demais vazios, que foi isolada para análise no tempo. Os produtos de cicatrização podem ser separados da matriz cimentícia subtraindo-se as reconstruções obtidas após os períodos de cicatrização e as reconstruções antes da cicatrização. A precipitação em função da profundidade dentro do núcleo da amostra foi calculada com um tamanho de passo de  $20\ \mu\text{m}$ .

### 3.3.4. Difração de raios X (DRX)

Na Fase [II] a DRX foi aplicada ao estudo das misturas adicionais: S9\_5 e S9\_10. O material levado para ensaio foi extraído do terço médio de cp 20x40 mm e macerado com almofariz e pilão. As medidas foram realizadas aos 28, 112 e 196 dias.

Assim como na Fase [I] da pesquisa, empregou-se o equipamento PANanalytical - Modelo X'Pert PRO MPD. Os resultados foram então analisados por meio da Ferramenta Computacional X'Pert HighScore, identificando as fases minerais por meio do método de Rietveld.

Não se teve por objetivo chegar a valores precisos do percentual de cada fase, em função, inclusive, das limitações da técnica de DRX, haja vista que picos maiores são favorecidos não tão somente pela quantidade em massa de um cristal na amostra, mas também pela orientação de seus planos cristalográficos que favorecem a formação de picos intensos. Contudo, os valores obtidos favorecem uma boa visualização do comportamento das fases com o decorrer o tempo. Em particular, pretendeu-se avaliar o comportamento do hidróxido de cálcio (CH) e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), além da etringita (AFt).

Os resultados apresentados correspondem aos percentuais que cada cristal representa no total de cristais identificados, retirando-se, dessa contagem, o quartzo ( $\text{SiO}_2$  - areia). Há um grupo chamado de “outros”, composto por cristais diversos (Gismondine,  $\text{CaSO}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}(\text{Si}_{0.75}\text{Al}_{0.25})_4\text{O}_8$  etc.).

### 3.3.5. Técnica de excitação por impulso

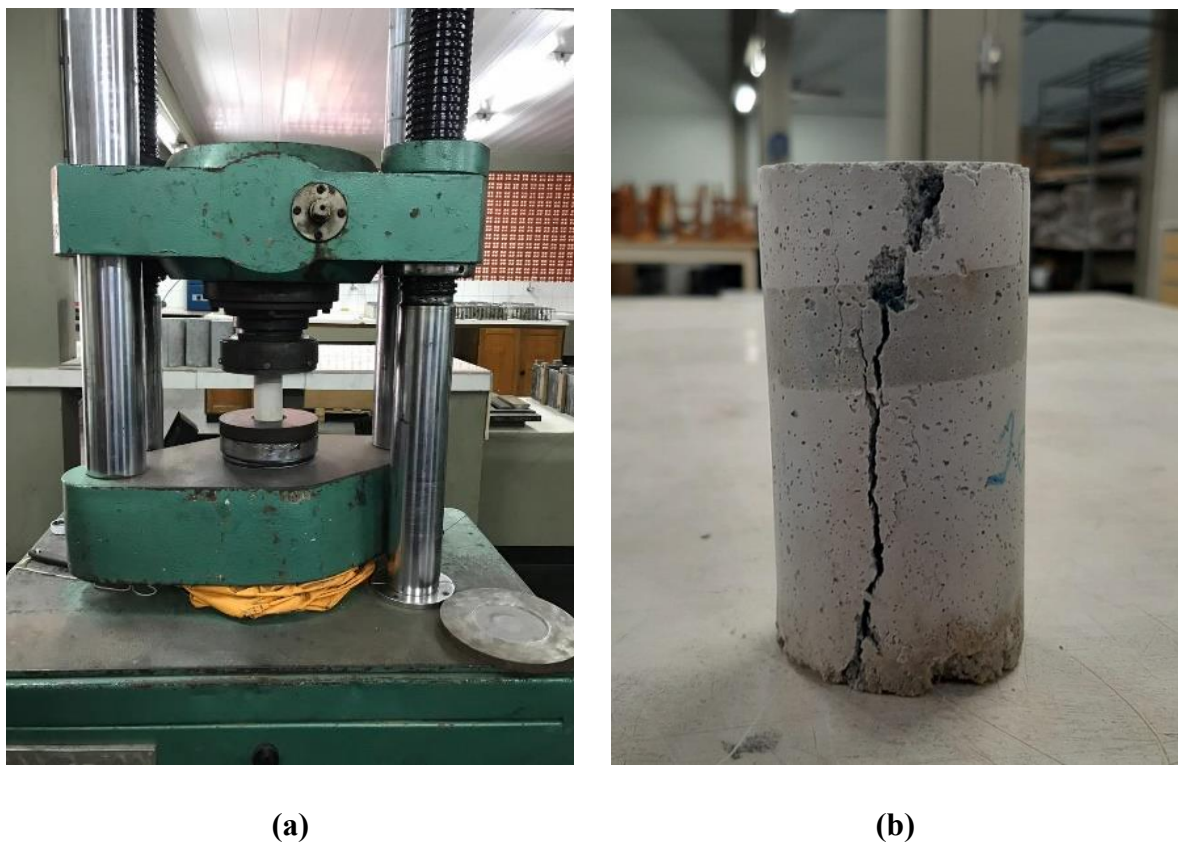
Os procedimentos realizados foram fundamentados na ASTM E1876 (ASTM, 2007b) e na NBR 8802 (ABNT, 2019b). O equipamento utilizado foi o Sonelastic versão 3.0, atendendo à norma E1876 (ASTM, 2007b) e à NBR 8802 (ABNT, 2019b). Teve-se por objetivo comparar os resultados entre as misturas da Fase [II] com os da Fase [I].

A Figura 23 ilustra o equipamento empregado. Os parâmetros de calibração são os mesmos da Fase [I], isto é, com um tempo de aquisição de 1,37s e frequência de detecção no intervalo de [5-20 KHz]. As análises foram feitas na direção longitudinal dos cp e por meio de um pulsador manual. Foram analisados 6 corpos de prova 50x100 de cada mistura aos 28 dias.

### 3.3.6. Compressão axial

O ensaio de compressão axial (Figura 32) foi realizado de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019a), empregando-se uma prensa universal de 100 toneladas. Teve-se por objetivo avaliar a influência da introdução do hidróxido de cálcio (CH) na mistura e comparar a resistência entre as misturas da Fase [II] com as da Fase [I].

Cabe aqui observar que os corpos de prova estudados nesta etapa são os mesmos utilizados previamente pela técnica de excitação por impulso (Sonelastic). Foram analisados 6 corpos de prova 50x100 de cada mistura na idade de 28 dias.



**Figura 32** – Compressão axial: (a) Prensa e (b) cp rompido

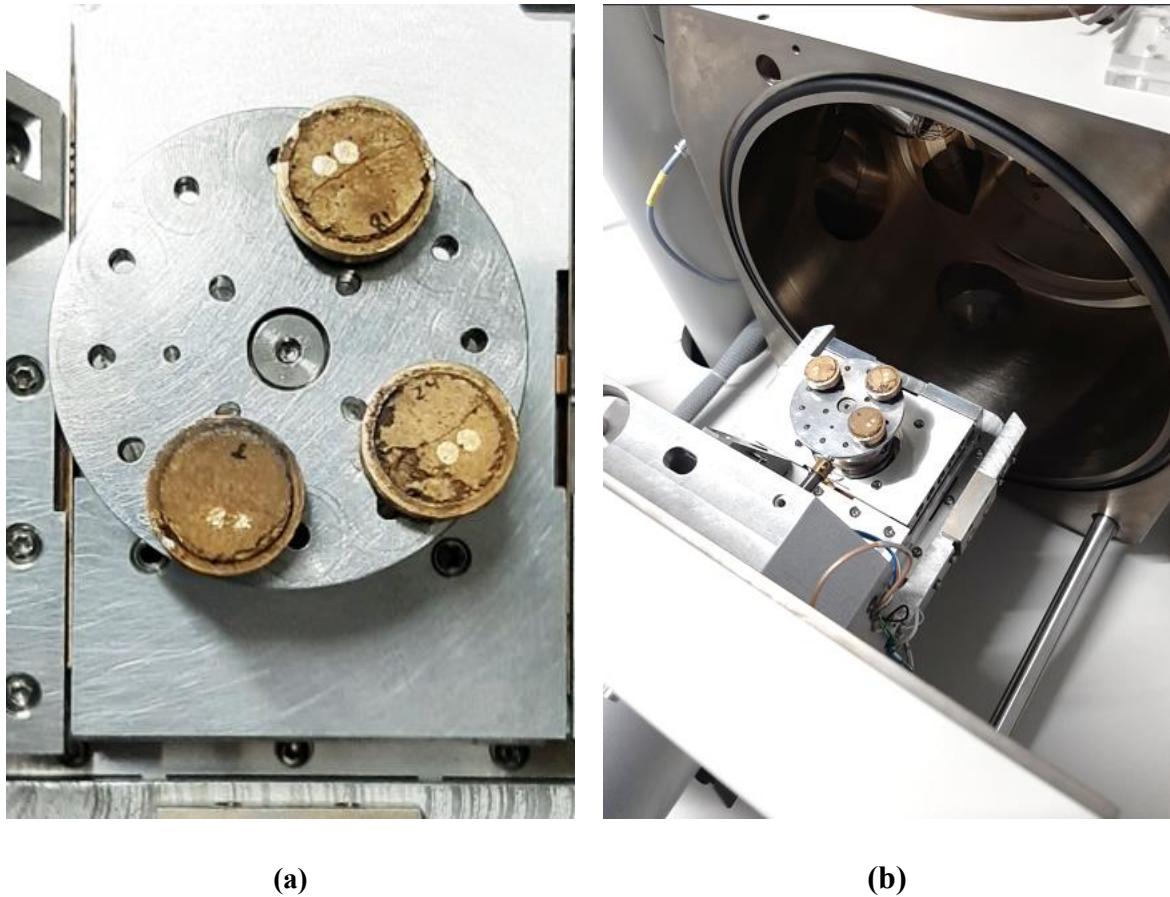
### 3.3.1. Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS (MEV/EDS)

Para a realização desta investigação foram utilizadas amostras em formato aproximadamente cilíndricas, 5,0 mm de altura (Figura 33), extraídas através de corte com serra fita da borda superior fissurada de corpos de prova analisados por microscopia digital. Manteve-se o tubo de PVC confinando a amostra, de modo a evitar a separação.



**Figura 33** – Corpos de prova 40 mm x 20 mm e amostras (altura de 5,0 mm aproximadamente) extraídas para MEV

As amostras foram secas previamente a  $60\pm 4$  °C em estufa durante  $36\pm 4$  h, para que o processo de metalização à vácuo fosse mais eficiente. Foram metalizadas por meio de Evaporador Ouro (Sputter Coater) BAL-TEC SCD 050 e observadas pelo equipamento FEI Quanta 250 (Figura 35). A produção de imagens foi feita através de elétrons secundários. As análises ocorreram nas idades de 112 e 196 dias. Para cada idade, empregaram-se duas amostras de cada mistura, uma na condição submersa e outra em cura intermitente.



**Figura 34** – Detalhes MEV: (a) Amostras metalizadas e (b) equipamento com porta amostra

Para cada uma das amostras investigadas, foram produzidas imagens com ampliação de 400 x a 15.000 x. As menores ampliações buscaram observar da fissura e identificar pontos cicatrizados complementares ou em processo fechamento. As ampliações maiores foram feitas com o intuito de identificar, pela morfologia com auxílio da análise via EDS, o material cicatrizante que ocorreu em cada caso.

## 4. DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Neste capítulo estão apresentados os resultados e discussões das fases I e II.

### 4.1. FASE [I]: RESULTADOS E DISCUSSÕES

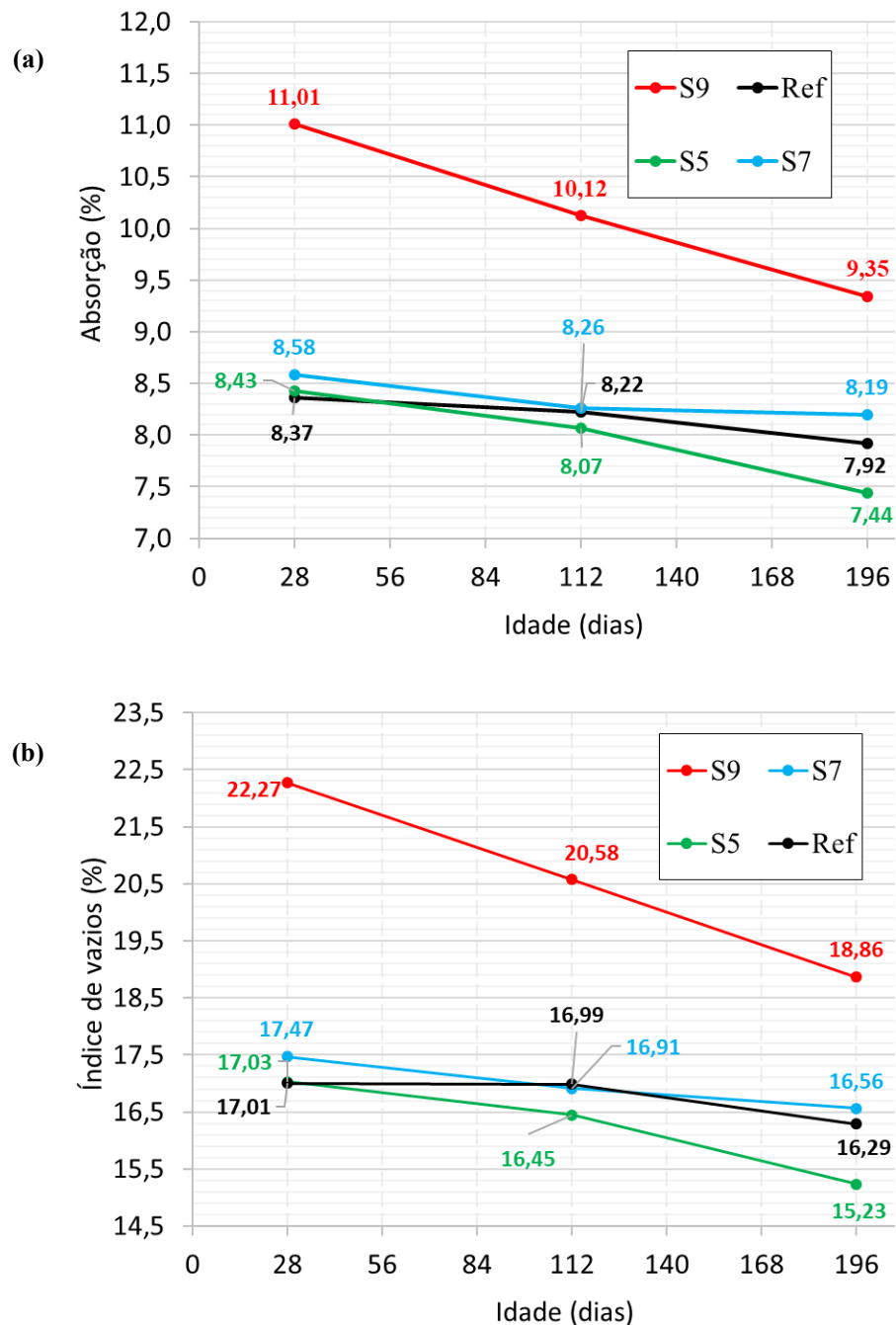
No que segue são apresentados e discutidos os resultados da Fase [I] da pesquisa. Por fim, realizou-se uma análise crítica correlacionando os resultados dos diferentes ensaios. Busca-se também os discutir a luz de resultados anteriores obtidos na literatura. Esta fase da pesquisa contribui para a tomada de decisão de Fase [II] subsequente.

#### 4.1.1. Absorção de água por imersão

Na Figura 35 constam de forma gráfica os resultados da Tabela 7 obtidos pelo ensaio de absorção aos 28, 112 e 196 dias. De imediato, se constata a correlação direta entre os percentuais da absorção de água e do índice de vazios. Verifica-se, para todas as idades, que a maior quantidade de poros abertos (conectáveis) aferidos por esta técnica ocorre para a mistura S9, enquanto S5 e Ref apresentam valores parecidos ao longo do tempo.

**Tabela 7**– Resultados ensaios de absorção para as diferentes idades da mistura

	Idade (dias)	Traço			
		S9	S7	S5	R
Absorção (%)	28	11,01 ± 0,38	8,58 ± 0,52	8,43 ± 0,01	8,37 ± 0,18
	112	10,12 ± 0,30	8,26 ± 0,08	8,07 ± 0,37	8,22 ± 0,06
	196	9,35 ± 0,26	8,19 ± 0,05	7,44 ± 0,14	7,92 ± 0,04
Índice de vazios	28	22,27 ± 0,57	17,47 ± 1,08	17,03 ± 0,09	17,01 ± 0,3
	112	10,12 ± 0,30	8,26 ± 0,08	8,07 ± 0,37	16,99 ± 0,1
	196	20,58 ± 0,49	16,91 ± 0,14	16,45 ± 0,46	16,99 ± 0,1

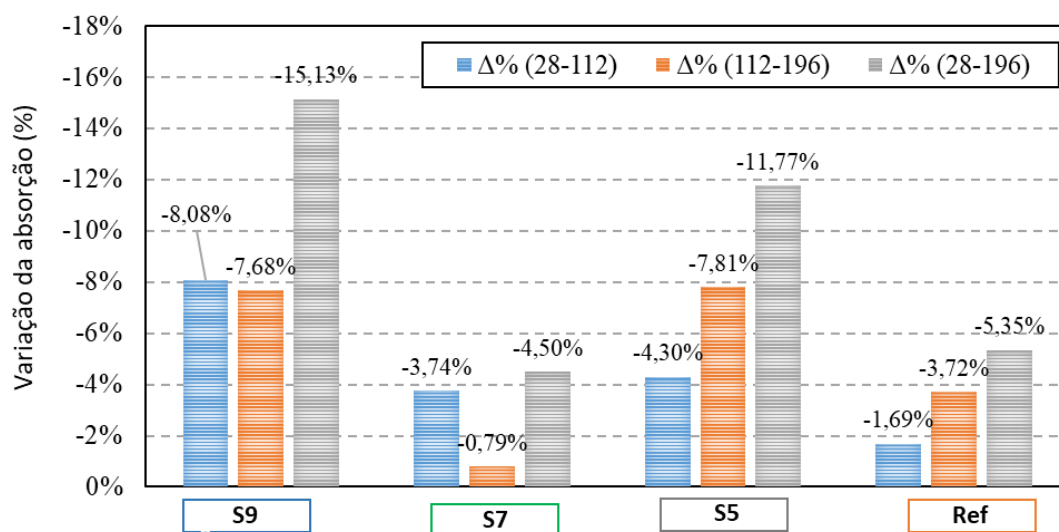


**Figura 35** – (a) Absorção e (b) índice de vazios com a idade da mistura

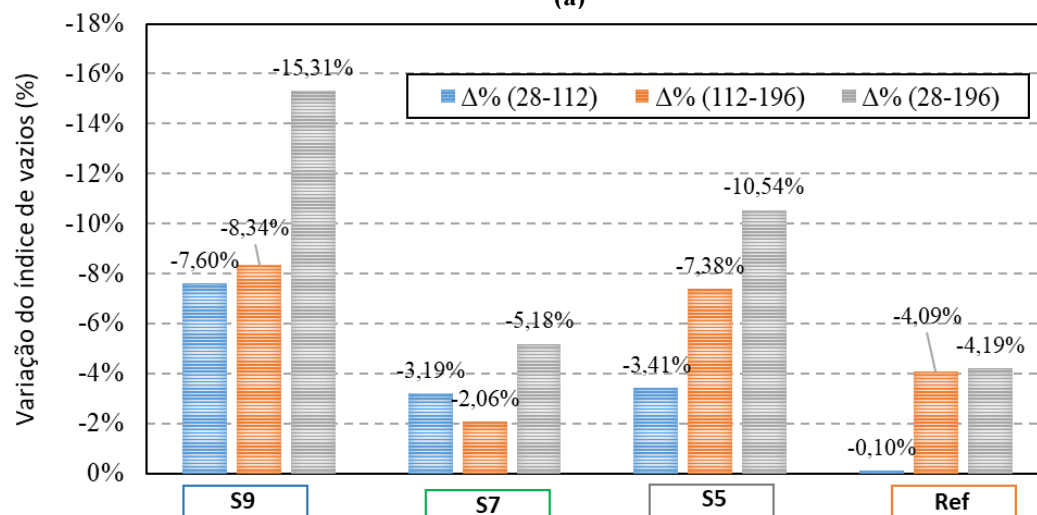
Ressalva se faz para S7. Era razoável supor que esta mistura apresentasse valores intermediários, entre aqueles observados para S9 e S5, o que não aconteceu, como mostra a Figura 35. Surgiu uma hipótese de que até 75% de substituição há pouca influência na porosidade abertura acessível pela água. Outra hipótese é que possam ter ocorridas falhas de execução dos lotes de S7, relacionadas a medidas e/ou mistura de materiais. Há de se observar que os lotes de cada mistura foram produzidos em etapas distintas, separando-se, inclusive, os do ensaio de absorção (sem desmoldante) daqueles empregados para outras análises (como resistência à compressão, PIM, DRX etc.).

As variações mostradas na Figura 36 sugerem que a introdução da escória, além de aumentar a quantidade de poros conectáveis avaliados pelo ensaio de absorção, também potencializa a taxa de fechamento de poros no tempo. Hadj-Sadok et al. (2011) mostraram que a porosidade diminuiu com o tempo para argamassas de 30 e 50% de escória em substituição ao cimento, sendo, inclusive, mais importantes, entre 90 e 360 dias, do que a redução observada em uma mistura apenas com cimento Portland.

Pelo discutido no parágrafo anterior e excluindo-se da análise os resultados obtidos para S7, aparentemente equivocados, é sugestível dizer que o aumento da quantidade de escória na amostra leva ao aumento do potencial de refinamento de poros.



(a)



(b)

**Figura 36** –Taxa de variação entre as idades avaliadas para a (a) absorção e (b) índice de vazios

Em particular, retornando para a Figura 35, se constata que S5 apresentou absorção e índice de vazios maiores que Ref aos 28 dias. Contudo, já aos 112 dias, os valores de S5 passam a ser menores do que aqueles da mistura de referência, se tornando estas diferenças ainda mais importantes aos 196 dias. Por sua vez, S9 na Figura 35 demonstra uma queda contínua e significativa entre as idades de referência, o que é compatível aos resultados mostrados na Figura 36, em que as taxas de variações são as maiores e ficam próximas de 8% para os dois períodos avaliados. Estas proposições contribuem para sustentar a hipótese de que a escória tem aumentado o potencial de refinamento de poros no tempo.

Por fim, é importante observar que aos 196 dias, pelo Teste de Tukey (Anexo C), ficou comprovado que não há diferenças estaticamente significativas de porosidade e de índice de vazios para S5, S7 e Ref.

#### 4.1.2. Microtomografia computadorizada ( $\mu$ CT)

Nesta seção a discussão dos resultados foi dividida em quatro enfoques, sendo: (I) Análise do % do volume de poros com relação ao volume da amostra; (II) Análise da distribuição dos poros no intervalo de 0,02 a 0,31 mm; (III) Análise da distribuição relativa no intervalo de 0,02 a 0,31 mm; (IV) Análise final.

##### **(I) Análise do % do volume de poros com relação ao volume da amostra**

Na Tabela 19 (Anexo A) foi determinada a relação percentual (%) do “Volume do poro/Volume da amostra”, resultados expressos também nos gráficos da Figura 37. Cada linha da Tabela 19 (Anexo A) corresponde a um agrupamento de poros de diâmetro médio correspondente ao valor na coluna “dm”.

Como apresentado na seção “2.2.1 Classificação da porosidade”, os poros da Tabela 19 (Anexo A) se enquadram como “vazios de ar” ( $\geq 0,01$  mm). Em particular, os poros com diâmetros médios (dm) no intervalo de 0,02-0,31 mm representam  $81,8 \pm 20,7$  % dos poros totais identificados pela  $\mu$ CT.

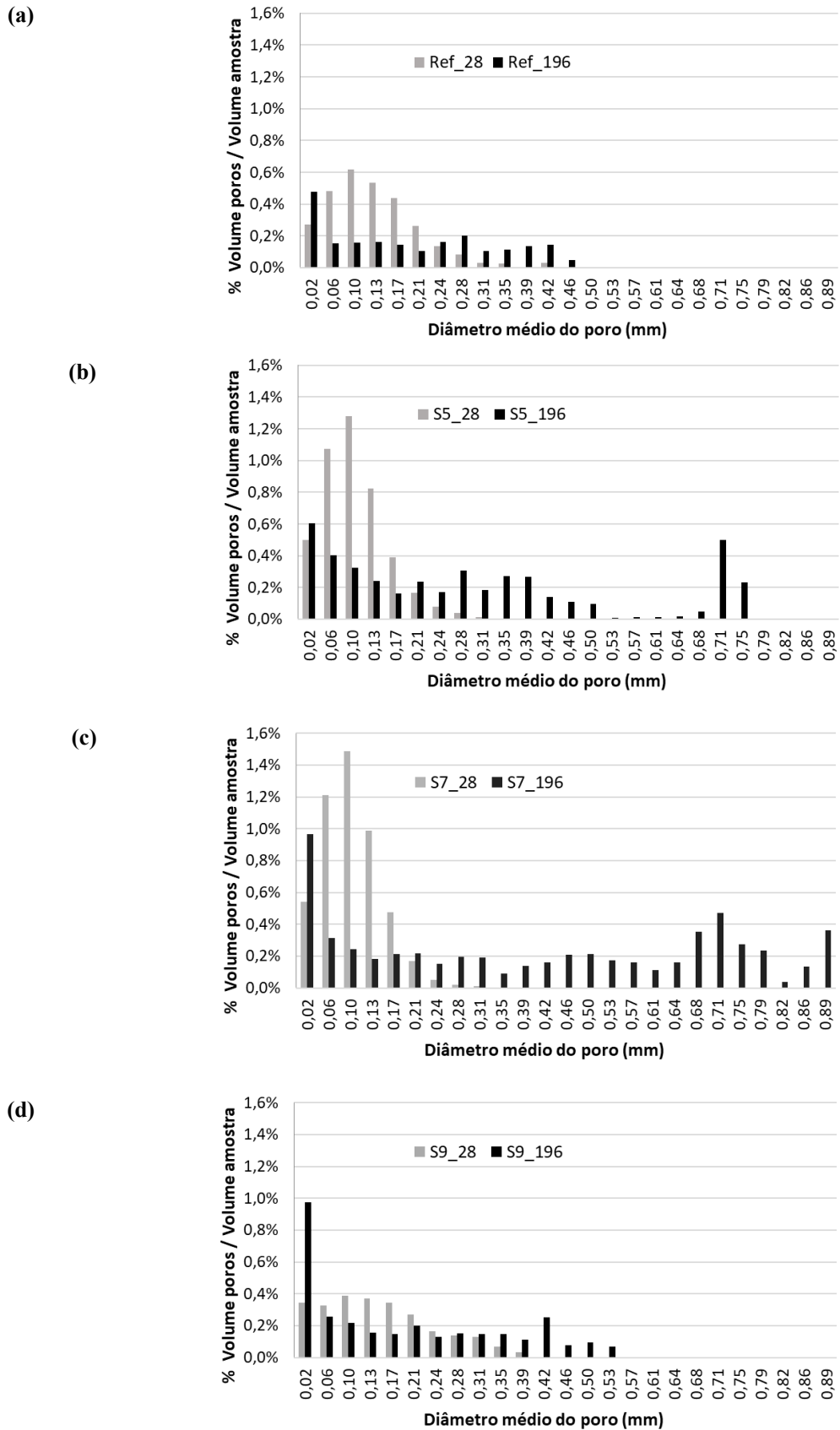


Figura 37 – Relação % volume poros/volume amostra dos 28 aos 196 dias conforme  $\mu$ CT para os traços (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9

Pelos gráficos da Figura 37 e Tabela 19, observando o intervalo de 0,02-0,31 mm, percebe-se que, para todas as amostras, dos 28 aos 196 dias há uma redução significativa dos percentuais dos poros com dimensões intermediárias. Enquanto isso, para aqueles no limite do intervalo, há um aumento da quantidade no período avaliado, sendo mais expressivo o crescimento para os que possuem 0,02 mm.

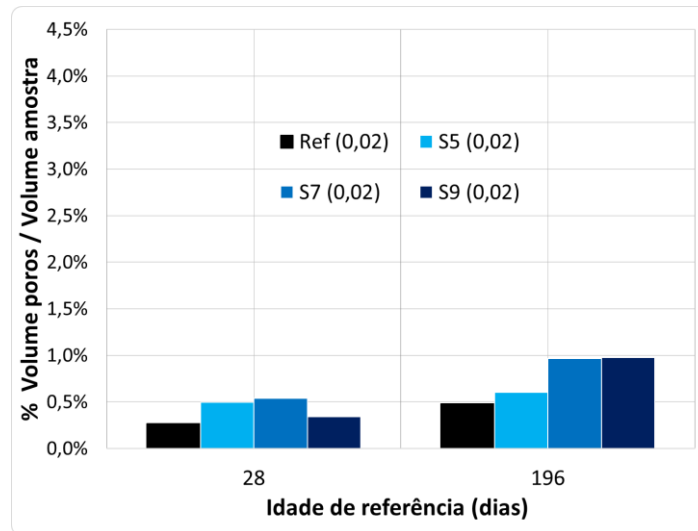
Já para os poros com diâmetros médios maiores que 0,31 mm, não é possível extrair uma leitura comportamental clara dos 28 aos 196 dias. Cumpre enfatizar que os fragmentos analisados aos 28 dias não são os mesmos que dos 196 dias. Além do que, há de se considerar que, possivelmente, eles não foram grandes o suficiente para investigar poros dessa ordem de tamanho. Eventuais fraturas/fissuras nas amostras podem também ter contribuído para os altos percentuais acusados para estes aos 196 dias.

No que segue é feita uma discussão da distribuição dos poros no intervalo de diâmetros médios de 0,02 a 0,31 mm, onde situam-se maior parte daqueles apontados na Figura 37.

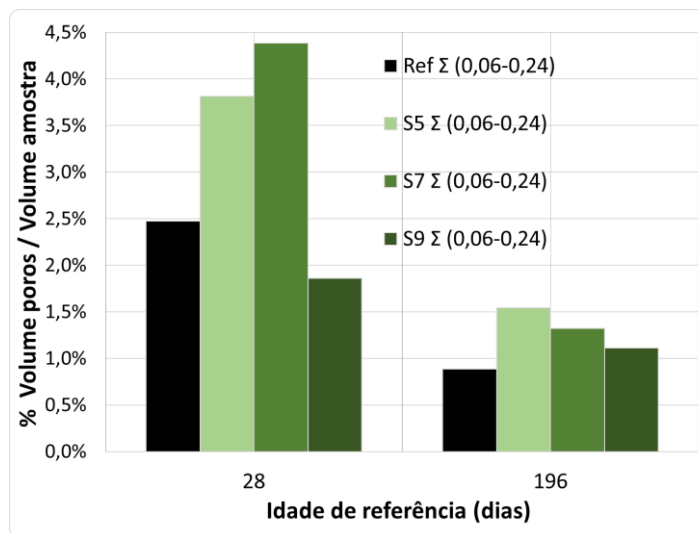
## **(II) Análise da distribuição dos poros no intervalo de 0,02 a 0,31 mm**

Na Tabela 20 (Anexo A) são apresentados os percentuais dos poros de 0,02 mm e da somatória daqueles nos intervalos de 0,06 a 0,24 mm ( $\Sigma$  (0,06-0,24)) e 0,28 a 0,31 mm ( $\Sigma$  (0,06-0,24)). São referenciadas as idades de 28 e 196 dias. Estes dados são também plotados nos gráficos da Figura 38.

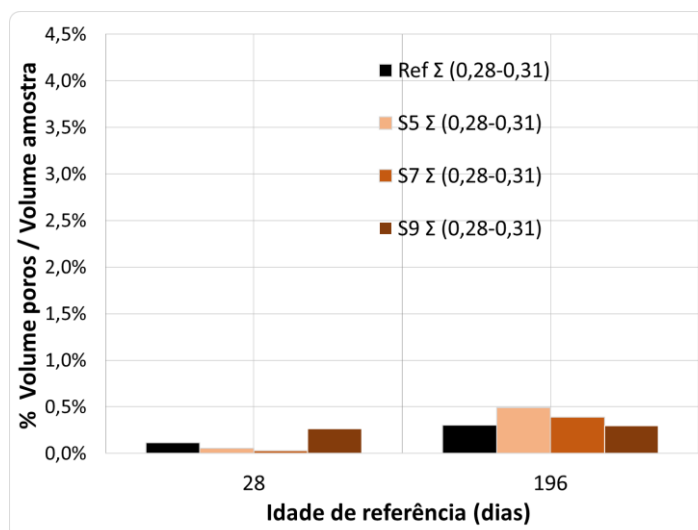
(a)



(b)



(c)



**Figura 38** – Valores percentuais aos 28 e 196 dias para: (a) poros com diâmetro médio de 0,02 mm; (b) poros com diâmetro de 0,06 a 0,24 mm ( $\Sigma$  (0,06-0,24)); (c) poros com diâmetro médio de 0,28 a 0,31mm ( $\Sigma$  (0,28-0,31)).

Com base na Tabela 20 (Anexo A) e nos gráficos da Figura 38, se extraem algumas afirmações válidas para todas as misturas: redução significativa da quantidade de poros dos no intervalo de 0,06-0,24 mm (gráfico “b”); aumento dos poros com diâmetro igual a 0,02 mm (gráfico “a”) e daqueles dimensões médias no intervalo de 0,28-0,31 mm (gráfico “c”).

Destes resultados, levanta-se a hipótese da ocorrência do refinamento da porosidade dos 28 aos 196 dias, com redução dos poros com diâmetros médios entre 0,06-0,24 mm, dando origem a poros menores, como aqueles com dimensão média em torno de 0,02 mm.

Comparando o gráfico “c” com os gráficos “a” e “b” da Figura 38, extrai-se que os poros de 0,28-0,31 mm representaram uma menor parcela daqueles no intervalo de 0,02 a 0,31 mm. Houve um aumento destes dos 28 aos 196 dias.

Contudo, os poros de 0,28-0,31 mm tanto aos 28 quanto aos 196 dias representam uma parcela bem pequena da porosidade, sendo a diferença constatada decorrente do fato de serem amostras distintas analisadas nas duas idades.

Há de se considerar novamente que o emprego de diferentes fragmentos (aos 28 e 196 dias), tamanho reduzido da amostra e a ocorrência de eventuais fraturas/fissuras podem ter prejudicado a investigação desses poros maiores (0,28-0,31 mm).

### **(III) Análise da distribuição relativa.**

Convém observar que, embora as argamassas sejam consideradas misturas homogêneas, a quantidade percentual em volume de grãos de areia em cada amostra extraída para a  $\mu$ CT não é controlável. Este fato influencia na análise pela Relação % (Volume Poros/Volume Amostra), uma vez que no “Volume Amostra” está contida a contribuição dos grãos de areia. Para eliminar a influência do agregado miúdo, foi então determinada a distribuição relativa % dos poros no intervalo de 0,02 a 0,31 mm (Tabela 8 e Figura 39)



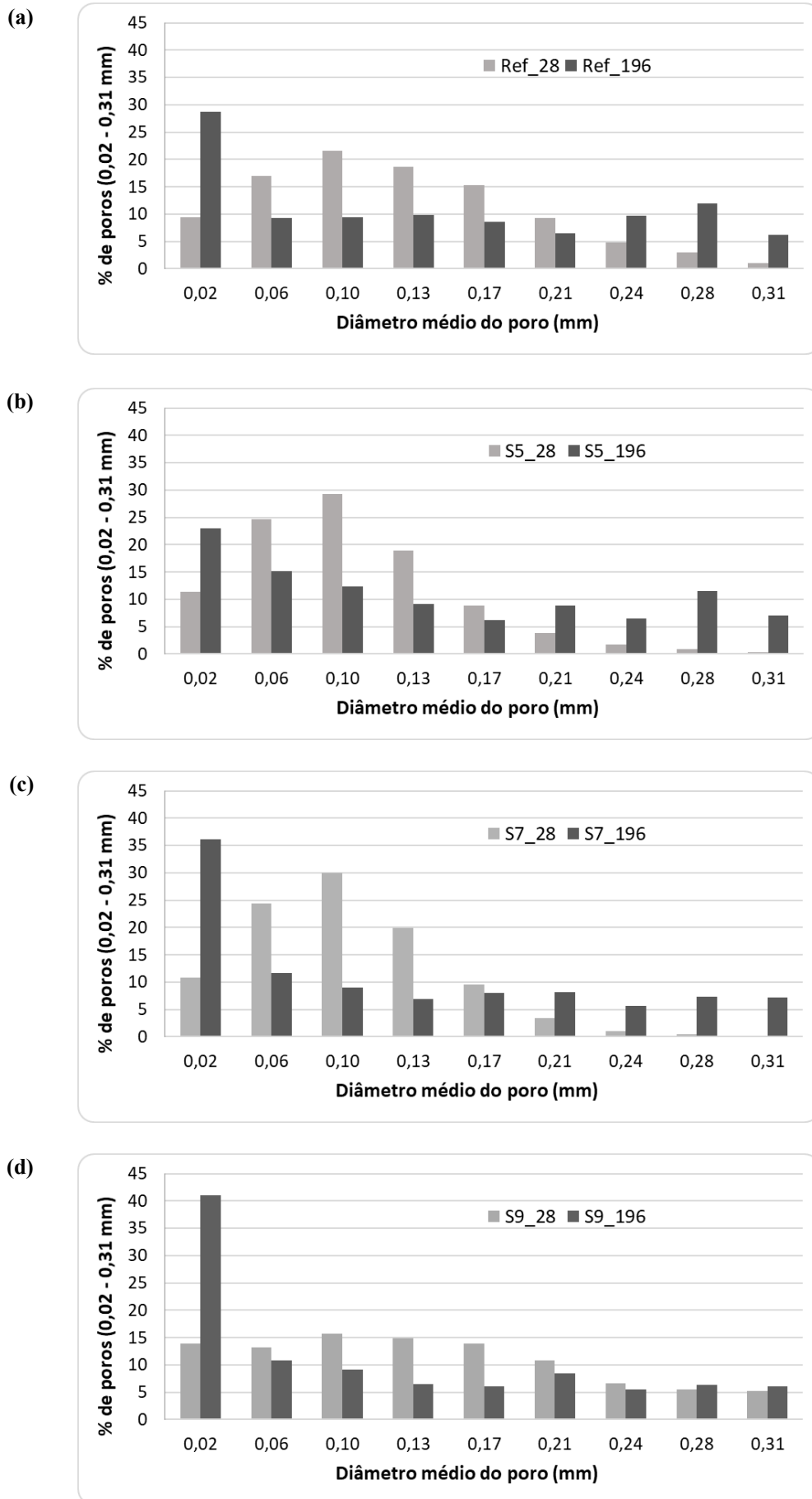


Figura 39–Distribuição relativa dos poros no intervalo de 0,02 a 0,31

Os gráficos da Figura 39 ratificaram a ocorrência de refinamento da porosidade dos 28 aos 196 dias. Isto é, para o período avaliado, fica clara a ocorrência da redução dos poros com diâmetros médios no intervalo de 0,06-0,24 mm com aumento daqueles com diâmetros médios de 0,02 mm.

Constatou-se que aos 28 dias todas as misturas apresentam proporções parecidas (próximas de 10%) para os poros com diâmetro médio de 0,02 mm. Já aos 196 dias, enquanto S7 e S9 atingem valores maiores que 35 e 45%, respectivamente, S5 e Ref não chegam sequer a 30%. Este comportamento sugere que a introdução de escória esteja contribuindo para o aumento do potencial do refinamento de poros maiores que leva ao aumento de poros com diâmetro médio de 0,02 mm.

#### **(IV) Análise final**

Constatou-se que os poros avaliados pela  $\mu$ CT se tratam em grande medida de vazios de ar. O emprego de fragmentos diferentes aos 28 e aos 196 dias, embora da mesma mistura, o tamanho do fragmento analisado dificultou a investigação, em especial para os poros maiores ( $\geq 0,28$ mm).

Contudo, ficou claro que a introdução da BFS influenciou na distribuição da porosidade e no processo de refinamento de vazios. De modo particular, se evidencia que a escória contribuiu para o aumento da quantidade de poros com diâmetro médio de 0,02 mm, resultante do refinamento dos poros maiores no intervalo de 0,06-0,24 mm, principalmente.

Por se tratar de fechamento de poros de ar, acredita-se que estes estejam sendo preenchidos pela carbonatação de fases existentes e por fases resultantes de hidratação tardia, como o C-S-H externo.

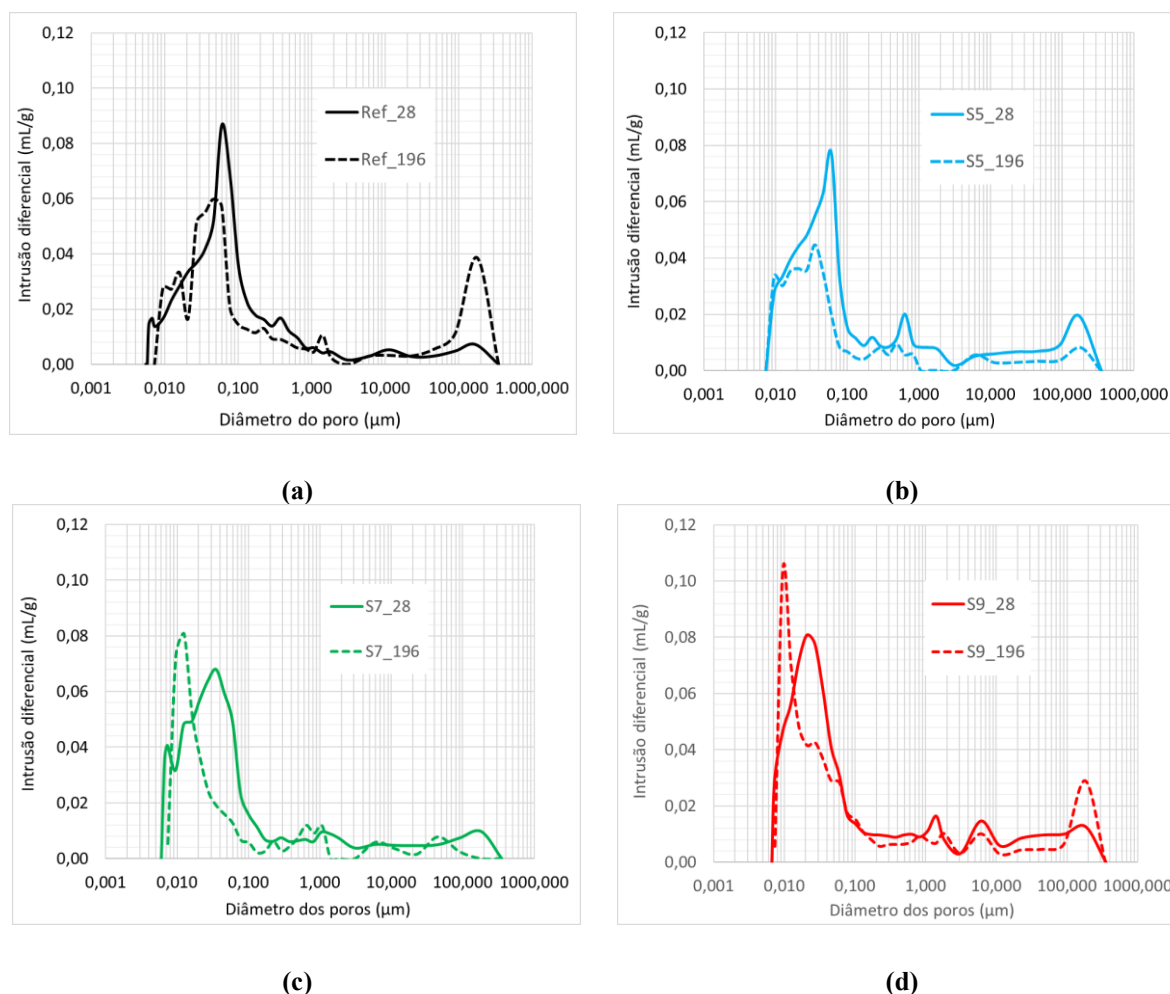
Cabe observar que o grupo de poros com diâmetro médio de 0,02 mm compreende aqueles de 0,00605 a 0,04238 mm (

). Na literatura há indicativos de que poros capilares são vazios menores que 0,01 mm (BRANDT, 2009; ST JOHN; POOLE; SIMS, 1998), de onde segue que estes podem estar representando parte do percentual de poros atribuídos ao diâmetro médio de 0,02 mm.

#### 4.1.3. Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

A curvas da Figura 40 relacionam o volume diferencial de mercúrio intrudido com o diâmetro para as diferentes misturas investigadas. Em todos os gráficos são verificados dois picos característicos (próximos das extremidades). É nítido também, dos 28 aos 196 dias, o

deslocamento deste maior pico para a esquerda, o que sugere a ocorrência de um processo de refinamento da porosidade.



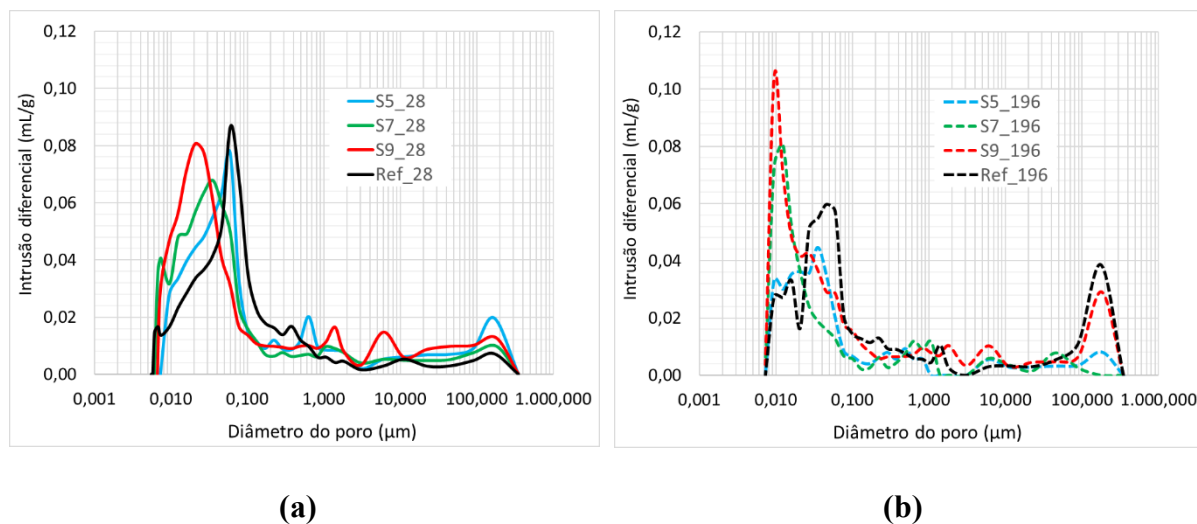
**Figura 40** – Diâmetro x volume da intrusão diferencial de mercúrio dos 28 aos 196 dias para os traços: (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9

Com relação aos picos observados na região à direita dos gráficos da Figura 40, em que estão os poros da ordem de 100 a 300  $\mu\text{m}$ , não é possível extrair uma leitura comportamental característica. Aparentemente, contudo, está ocorrendo também um processo de refinamento destes poros abertos para (b) S5 e (c) S7.

A hipótese do parágrafo anterior não se aplica aos traços (a) Ref e (d) S9 da Figura 40. A divergência aqui apontada pode estar vinculada a problemas da própria técnica de PIM, como é o caso de poros maiores com entrada estreitas, em que o volume real seria adulterado com um volume de poros maiores erroneamente atribuídos à dimensão do vazio da entrada.

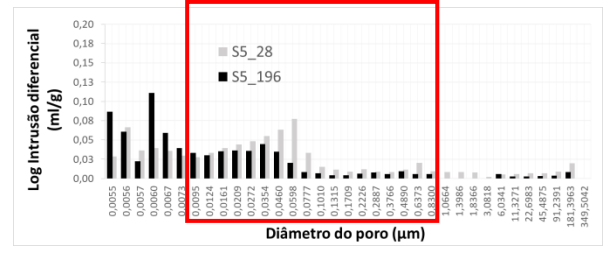
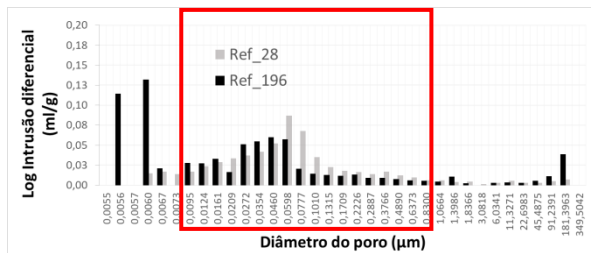
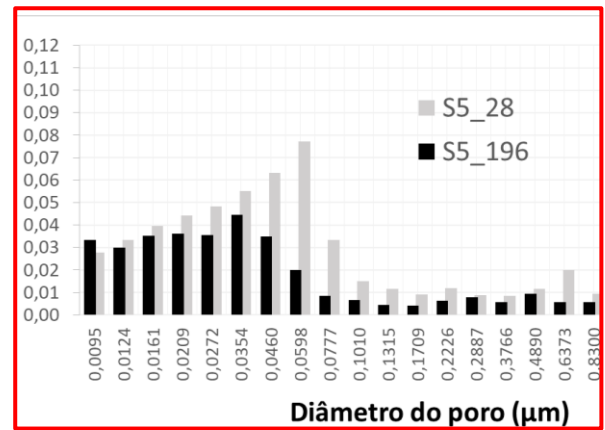
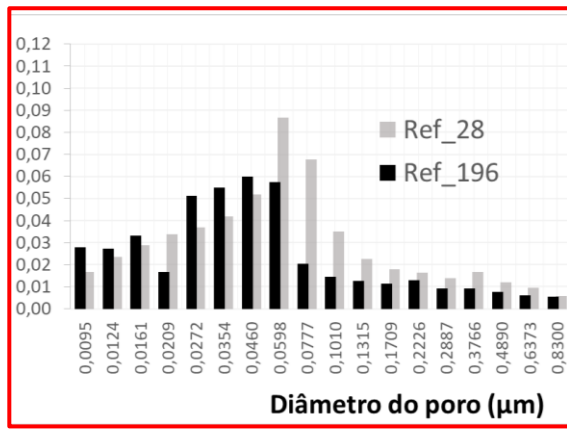
Os gráficos da Figura 40 são reagrupados em gráficos para mesma idade de referência na Figura 41. Nesta nova disposição, observa-se comportamentos parecidos de S5 com S7 e de S9 com Ref aos 28 dias. Do mesmo modo aos 196 dias, enquanto há um distanciamento visual

dos picos de S9 e S7 com relação aos de Ref e S5, constata-se a formação de um “pico alargado” para estes últimos. As ocorrências dessas similaridades, ora entre S7 e S9 e ora entre S5 e Ref, contribuem para mostrar que o aumento da quantidade de BFS tem influenciado na remodelagem da estrutura porosa.



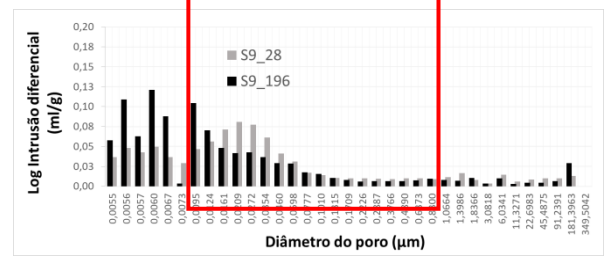
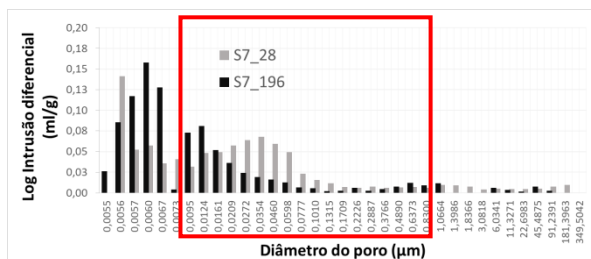
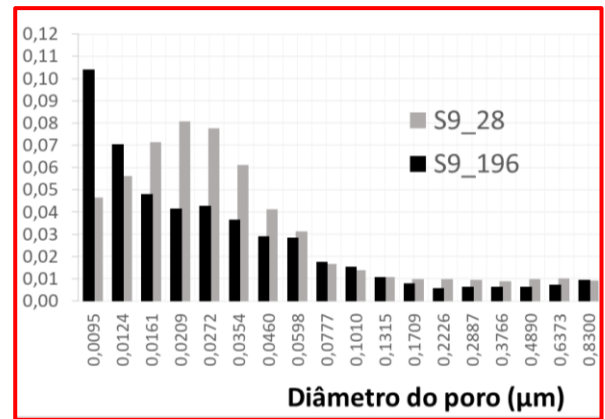
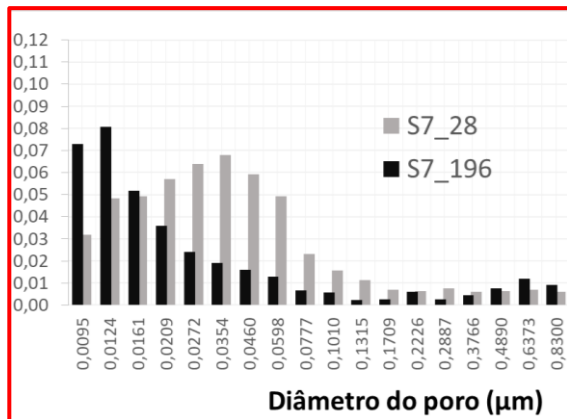
**Figura 41** – Diâmetro x volume da intrusão diferencial de mercúrio aos (a) 28 e (b) 196 dias

Na Figura 42 os mesmos resultados de PIM são plotados em gráficos de colunas, o que permite uma análise pontual em vista da dimensão do poro.



(a)

(b)



(c)

(d)

Figura 42 – Intrusão diferencial de mercúrio (diâmetro x volume da intrusão) dos 28 aos 196 dias para as misturas (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9

No intervalo de porosidade (0,83 - 0,0095  $\mu\text{m}$ ) destacado na Figura 42, nota-se que, dos 28 aos 196 dias, há redução dos volumes de mercúrio intrudido para poros entre 0,0161 e 0,8300  $\mu\text{m}$  para (b) S5, (c) S7 e (d) S9, seguido de um aumento para os poros imediatamente menores. Já para a mistura (a) Ref, o trecho que reduz o volume intrudido fica entre 0,0598 e 0,8300  $\mu\text{m}$ .

Constata-se também que todas as misturas com escória demonstram aumento dos poros na ordem de 0,095  $\mu\text{m}$  dos 28 aos 196 dias. Em especial, para S7 e S9, há também aumento significativo para aqueles com 0,0124  $\mu\text{m}$ . Nos poros com estas dimensões (0,095  $\mu\text{m}$  e 0,0124  $\mu\text{m}$ ), S7 e S9 atingem valores de mercúrio intrudido acima de 0,07 ml/g aos 196 dias, bem maiores que os observados para S5 e Ref.

As constatações anteriores apontam para um provável processo de refinamento atuante, sendo este mais significativo com a introdução e aumento da quantidade de escória na mistura. A Tabela 9 apresenta tais resultados em termos absolutos. Constam também dados nesta tabela que favorecem a compreensão do comportamento dos poros menores (0,005-0,0073  $\mu\text{m}$ ) e maiores (1,0664 -360,00  $\mu\text{m}$ ) que aqueles no trecho destacado na Figura 42.

**Tabela 9**–Volumes de mercúrio introduzido em função do diâmetro

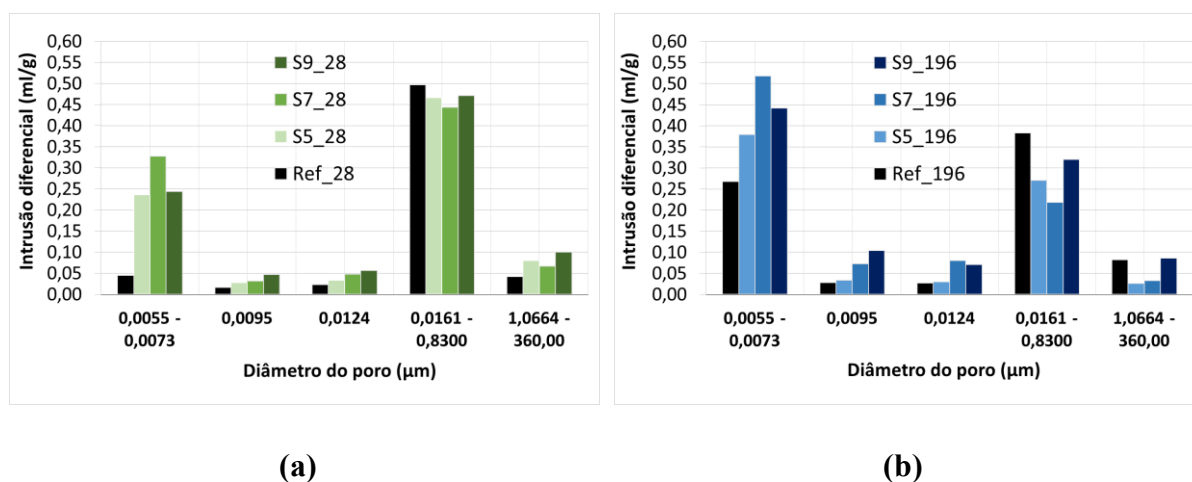
d ( $\mu\text{m}$ )	Traço	Volume intrudido (ml/g)		$\Delta$ Volume (28 a 196)
		28 dias	196 dias	
0,0055 - 0,0073	Ref	0,0449	0,2677	0,2228
	S5	0,2364	0,3795	0,1431
	S7	0,3272	0,5184	0,1911
	S9	0,2433	0,4419	0,1986
0,0095	Ref	0,0168	0,0277	0,0110
	S5	0,0277	0,0334	0,0056
	S7	0,0317	0,0728	0,0411
	S9	0,0464	0,1042	0,0578
0,0124	Ref	0,0234	0,0272	0,0038
	S5	0,0333	0,0300	-0,0033
	S7	0,0482	0,0807	0,0325
	S9	0,0560	0,0705	0,0145
0,0161 - 0,8300	Ref	0,4970	0,3830	-0,1141
	S5	0,4664	0,2704	-0,1960
	S7	0,4435	0,2188	-0,2247
	S9	0,4710	0,3199	-0,1511
1,0664 - 360,00	Ref	0,0421	0,0824	0,0403
	S5	0,0797	0,0261	-0,0535
	S7	0,0669	0,0330	-0,0338
	S9	0,1005	0,0859	-0,0146

Os poros menores (0,005-0,0073  $\mu\text{m}$ ) na Figura 42 não apresentam um comportamento pontual (para cada diâmetro) em comum para as diferentes misturas. Contudo, pela Tabela 9 e Figura 43, se deduz que os volumes destes somados aumentaram significativamente dos 28 aos 196 dias.

Já para os poros maiores (1,0664-360,00  $\mu\text{m}$ ), não é clara a leitura comportamental. Por Espinosa e Franke (2006), a dimensão de 1,00  $\mu\text{m}$  define o limite superior para poros capilares, enquanto St John, Poole e Sims (1998) e Brandt (2009) consideram 10  $\mu\text{m}$ . Assim, acredita-se que o intervalo de poros maiores (1,0664-360,00  $\mu\text{m}$ ) corresponda a vazios de ar.

Além disso, os volumes destes últimos são baixos e, mesmo somados (Figura 43), representam uma pequena parcela dos poros apontados pela PIM. De fato, Hadj-Sadok et al. (2011) observaram que argamassas com 30 e 50% de escória em substituição ao cimento são essencialmente relacionadas a pequenos poros (fração do raio menor que 0,050  $\mu\text{m}$ ) aos 90 dias, efeito mais significativo ainda aos 360 dias.

Ainda pela Tabela 9, para todas as misturas com BFS verifica-se que aos 196 dias o volume total dos poros com dimensão de 0,005-0,0073  $\mu\text{m}$  passa a ser maior do que daqueles de 0,0161-0,8300  $\mu\text{m}$ . Fato esse que não acontece para a mistura de referência. O gráfico na Figura 43 explicita melhor este comportamento.



**Figura 43** – Resultados da intrusão diferencial de mercúrio, considerando intervalos de diâmetros, dos 28 aos 196 dias para as misturas (a) Ref, (b) S5, (c) S7 e (d) S9

A Figura 43 mostra também que os volumes de poros com diâmetros de 0,0124  $\mu\text{m}$ , 0,0095  $\mu\text{m}$  e 0,005-0,0073  $\mu\text{m}$  foram maiores para as misturas com BFS do que aqueles da Ref aos 28 e 196 dias. Como no que foi discutido na revisão bibliográfica da seção “2.2.1 Classificação da porosidade”, apresentam essas vazios dimensões de poros gel. É

intuitivo, assim, afirmar que as misturas com escória têm produzido mais C-S-H ou ainda C-S-H mais poroso.

Já os poros com dimensões de 0,0161-0,83300  $\mu\text{m}$ , que se enquadram como capilares (ver seção 2.2.1), se demonstraram mais presentes na mistura Ref do que naquelas com BFS. Além disso, dos 28 aos 196 dias, a redução (“ $\Delta$  Volume” na Tabela 9) absoluta do volume destes foi menor para a amostra referencial.

Em suma, diante de tudo o que foi exposto, extrai-se que, para a faixa de poros observáveis na PIM, a BFS tem contribuído para o aumento do número de poros gel (menores ou iguais a 0,0124  $\mu\text{m} \sim 0,01 \mu\text{m}$ ) e redução dos poros capilares. Esse fato se constata aos 196 dias, demonstrando que nas misturas com escória há um processo de refinamento atuante no tempo mais significativo à medida que se aumenta a quantidade desta em substituição ao cimento Portland. Levanta-se a hipótese também que a quantidade de C-S-H nas misturas com escória seja maior que nas misturas com cimento Portland.

#### 4.1.4. Técnica de excitação por impulso

A aplicação da técnica de excitação por impulso mostrou que com o passar dos dias todos os traços apresentaram um aumento na velocidade de propagação da onda de som ao percorrer o corpo de prova, como mostram a Tabela 10 e a Figura 44.

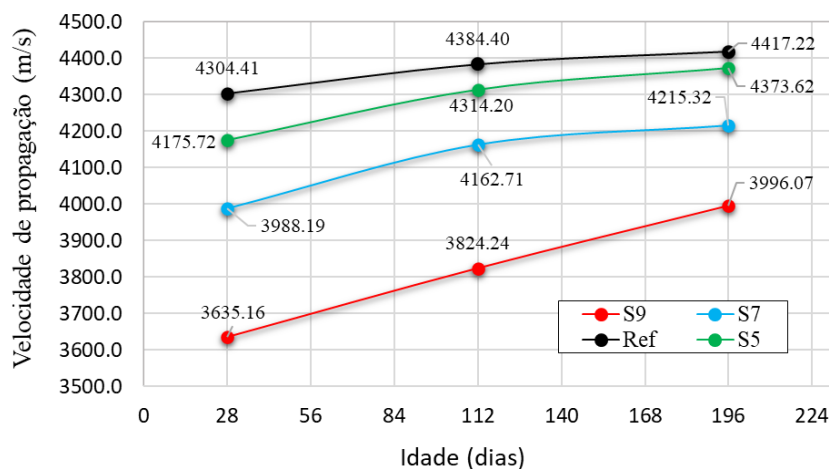
**Tabela 10** –Velocidade do pulso ultrassônico com a idade da mistura

Idade (dias)	Velocidade de propagação (m/s)			
	S9	S7	S5	R
28	3635,16 $\pm$ 127,8	3988,19 $\pm$ 47,21	4175,72 $\pm$ 59,8	4304,41 $\pm$ 37,5
112	3908,59 $\pm$ 99,61	4126,28 $\pm$ 50,99	4344 $\pm$ 20,44	4416,82 $\pm$ 35,12
196	3976,1 $\pm$ 51,43	4216,64 $\pm$ 25,51	4337,44 $\pm$ 46,7	4434,36 $\pm$ 75,2

A medida da velocidade do pulso ultrassônico possibilita, de forma indireta, que seja indicada a maior ou a menor quantidade de poros, uma vez que a onda sonora percorre o meio sólido com maior velocidade do que no ar, efeito dado devido a relação diretamente proporcional entre a velocidade do som e a densidade do meio. Assim, os resultados obtidos sugerem que há a redução de dimensão e/ou da quantidade de poros com o decorrer do tempo para todos os traços.

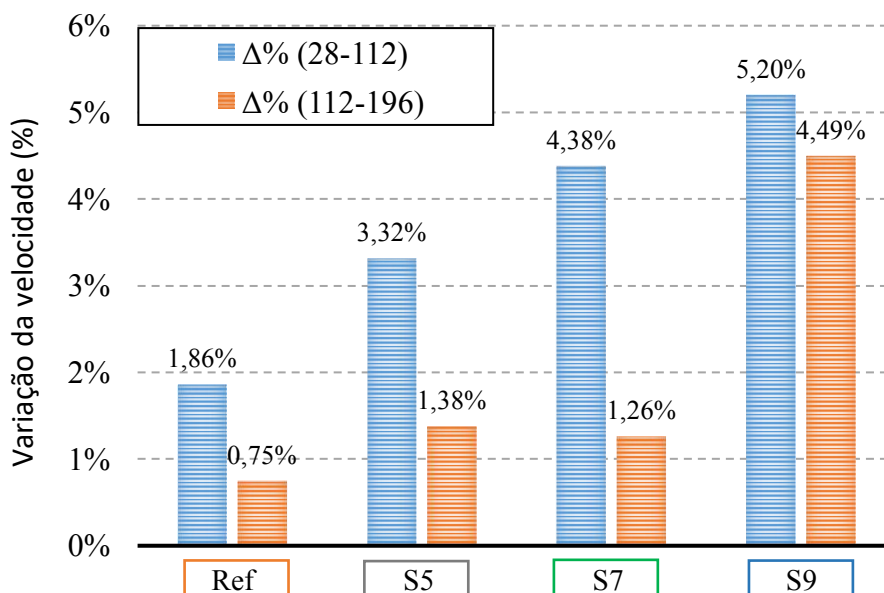
Visualmente pela Figura 44 é perceptível que a curva da mistura S9 apresenta uma inclinação bem maior que as demais. E, de fato, como na Figura 45, comparando as variações

de velocidade para os dois intervalos de tempo, constata-se que S9 demonstra uma taxa de crescimento muito maior que os demais, seguido por S7, S5 e Ref.



**Figura 44** – Velocidade do pulso ultrassônico com a idade

Das constatações aqui colocadas, e considerando-se agora tanto os poros abertos (conectáveis) e os poros fechados (não conectáveis), sugere-se que o efeito de refinamento de poros aumentou à medida que se aumentou a quantidade de escória na mistura.



**Figura 45** – Variação da velocidade do pulso ultrassônico com a idade

Além disso, como mostrado na Figura 45, para S5 e Ref, a taxa de variação da velocidade reduz para menos da 1,5% entre 112 e 196 dias, bem inferiores as observadas no

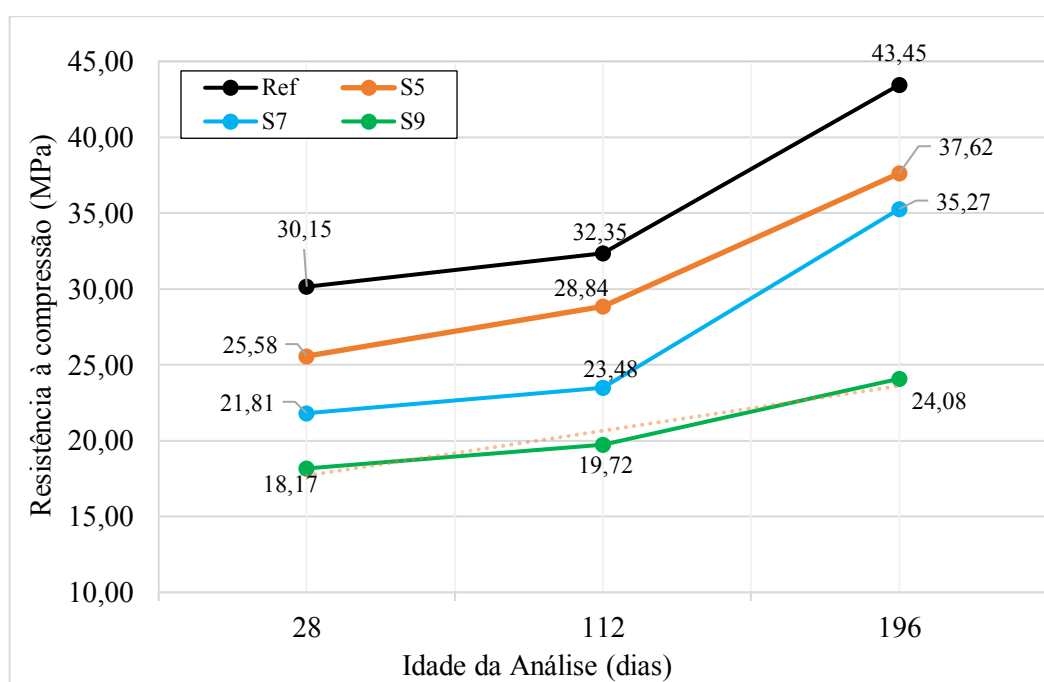
período anterior. Enquanto para S7 e S9, ela se está acima de 2 e de 4%, respectivamente, com redução menos significativa quando comparado com o período anterior.

Destas comparações entre o primeiro (28-112) e o segundo (112-196) período avaliado, sugere-se também que o aumento da quantidade escória pode estar promovendo a melhor manutenção do potencial de fechamento de poros em idades avançadas. Inclusive, para S9, a taxa observada dos 112 aos 196 dias é bem maior que as observadas para as demais misturas dos 28 aos 112 dias.

Por fim, é importante observar que aos 196 dias, pelo Teste de Tukey, ficou comprovado que não há diferenças estaticamente significativas de velocidade de propagação para S5 e Ref.

#### 4.1.5. Compressão axial

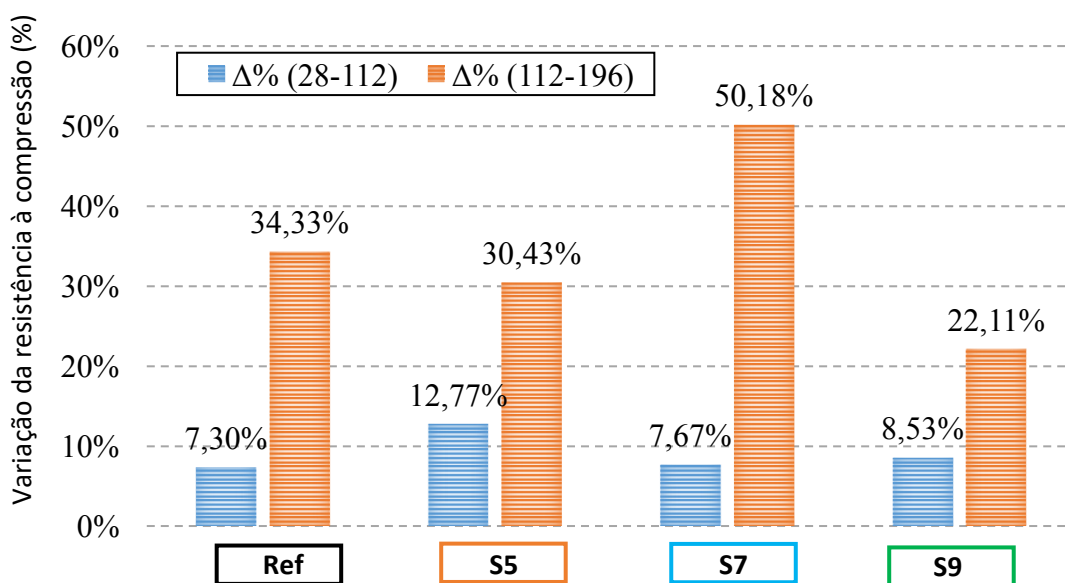
Os resultados obtidos são apresentados no gráfico da Figura 46. Visualmente se constata que as substituições de cimento Portland por BFS promoveram uma redução da capacidade resistente das argamassas. Hadj-Sadok et al. (2011) demonstraram que a resistência à compressão é levemente influenciada pela substituição de 30% do cimento Portland por BFS, mas que, no entanto, a substituição de 50% levou a uma maior redução da resistência, mesmo após 90 dias. Os resultados na presente pesquisa, análogos aos de Hadj-Sadok et al. (2011), sugerem estar ligados à maior porosidade total verificada para as argamassas com escória.



**Figura 46** – Resistência à compressão com a idade

Contudo, como mostra o gráfico de barras da Figura 47, verifica-se que as argamassas com BFS apresentam maiores taxas de crescimento da resistência à compressão. É sabido que a progressiva reação de hidratação resulta na redução da porosidade e conseqüentemente no ganho de resistência em materiais cimentícios (DUAN et al., 2013; MEHTA; MONTEIRO, 2014; TERMKHAJORNKIT et al., 2009). Denota-se desse comportamento que a taxa de ganho de resistência observada está correlacionada à maior taxa de refinamento de poros.

De fato, sabe-se que a taxa de hidratação da escória tende a ser menor que a do cimento (GRUYAERT; ROBEYST; DE BELIE, 2010; TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2010). Assim, se confirma indiretamente, pelos dados de resistência à compressão, que a introdução da escória deve estar contribuindo para o aumento da capacidade de refinamento da estrutura porosa com o tempo, sendo este processo ainda mais expressivo dos 112 para os 196 dias.

**Figura 47** – Variação da resistência à compressão com a idade da mistura

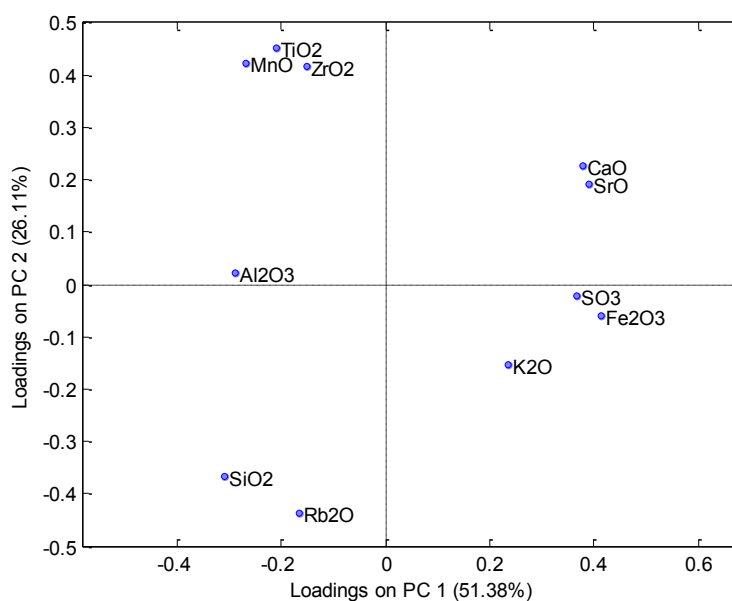
E mais, a literatura diz que para idades avançadas a geração de C – S – H é um dos principais responsáveis pelo ganho de resistência em materiais cimentícios (HEWLETT, 2006; MEHTA; MONTEIRO, 2014; NEVILLE, 2011; TAYLOR, 1990). Este fato sugere que o ganho de resistência observado esteja contando com a contribuição de um importante

desenvolvimento dessa fase ainda aos 196 dias. Em particular, os ganhos são mais significativos para S7 (Figura 47).

Por fim, é importante observar que aos 196 dias, pelo Teste de Tukey, ficou comprovado que não há diferenças estaticamente significativas de resistência à compressão para S5, S7 e Ref.

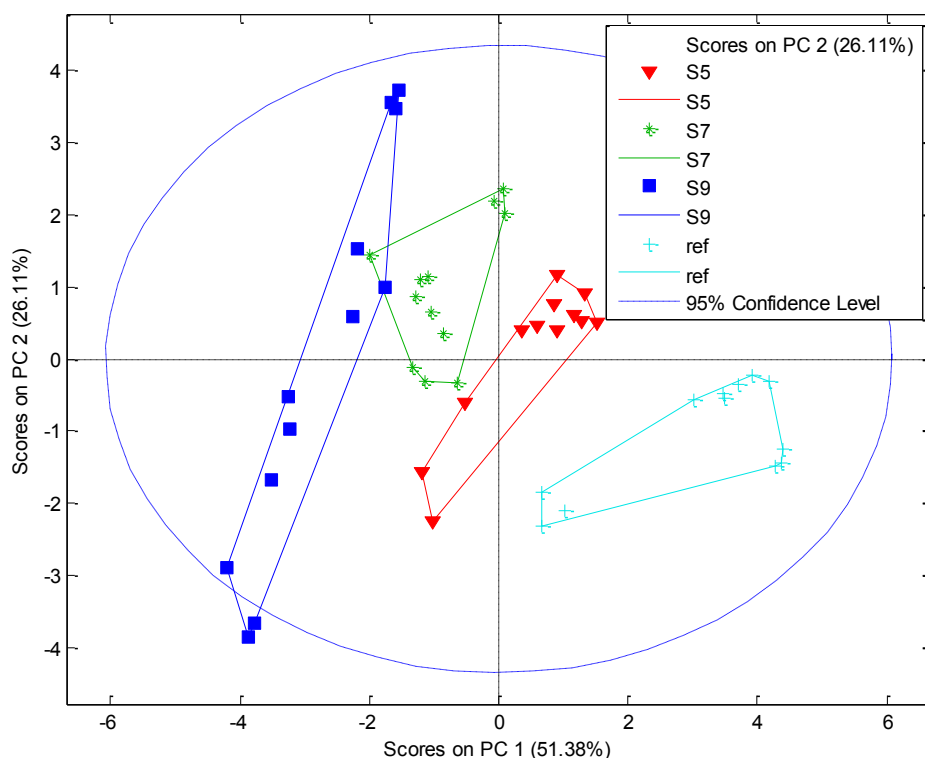
#### 4.1.6. Fluorescência de raios X (FRX)

Para os testes por FRX, foram extraídas amostras em triplicatas de todas as argamassas nas três idades. Aplicou-se então a análise de componentes principais, com variáveis consideradas como na imagem da Figura 48. Nesta figura constam as formas elementares dos componentes químicos observados nas diferentes misturas.



**Figura 48** –Variáveis aplicadas na análise de componentes principais

Já na Figura 49 as misturas são plotadas no gráfico de componentes principais considerando variáveis e a distribuição de formas elementares da Figura 48. Constataram-se agrupamentos bem definidos para todas as argamassas, sugerindo-se coletas homogêneas e consistentes de amostras. Convém recordar que o FRX identifica os elementos químicos de um material, que, via de regra, não se alteram com o tempo.



**Figura 49** –Análise de componentes principais – FRX

Em particular, pela Figura 49, fica evidente que com o aumento do % de escória se reduz a quantidade de Ca (direção positiva de PC1 tem maiores teores de Ca). Esse comportamento já era um tanto esperado, haja vista que a BFS apresenta maiores quantidades de Si e, menores de Ca, em comparação com o cimento. A sequência de maior quantidade de Ca para a menor é: Ref, S5, S7 e S9.

#### 4.1.7. Difração de raios X (DRX)

Os difratogramas indicaram 4 principais fases, sendo elas: quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), hidróxido de cálcio – portlandita – ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ou CH), carbonato de cálcio – calcita – ( $\text{CaCO}_3$ ) e etringita (AFt). Há outras fases diversas, em pequenas quantidades, também identificadas, mas que não foram alvo de estudo. Huang, Ye e Damidot (2014), em materiais cimentícios com altos teores de BFS, também verificaram picos de AFt, portlandita e calcita.

Pelo método de Rietveld foram obtidos os percentuais que cada fase representa nas estruturas cristalinas das argamassas. As investigações se centraram sobre o hidróxido de cálcio (CH), o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e a etringita. Estes representam a maior parte dos cristais (sem considerar o quartzo - areia). Assim, foram definidos os percentuais que cada uma dessas 3 fases representam no total, extraindo-se desta contagem os valores referentes ao  $\text{SiO}_2$ , obtendo-se os resultados nas figuras abaixo (Figura 50 e Figura 51).

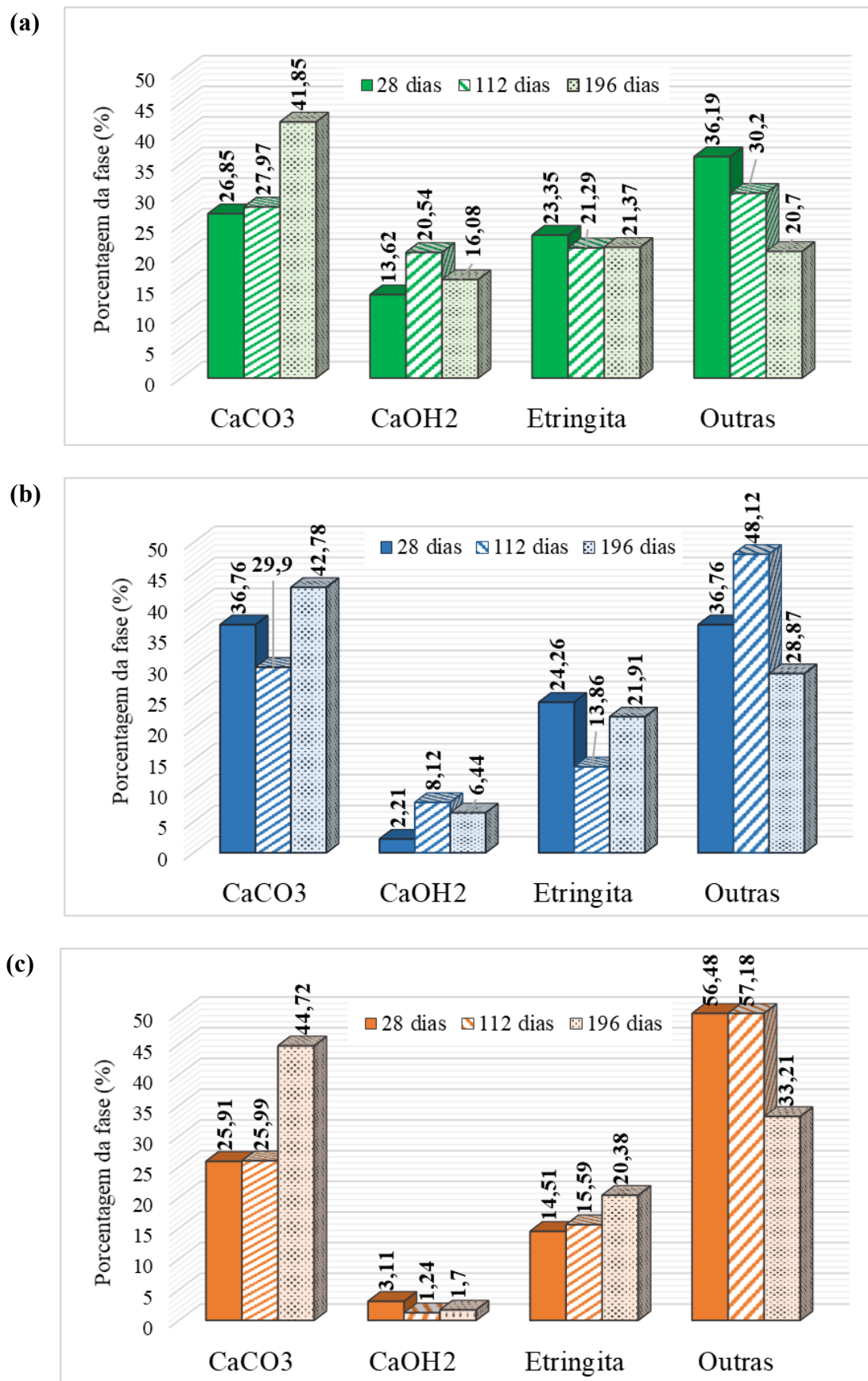
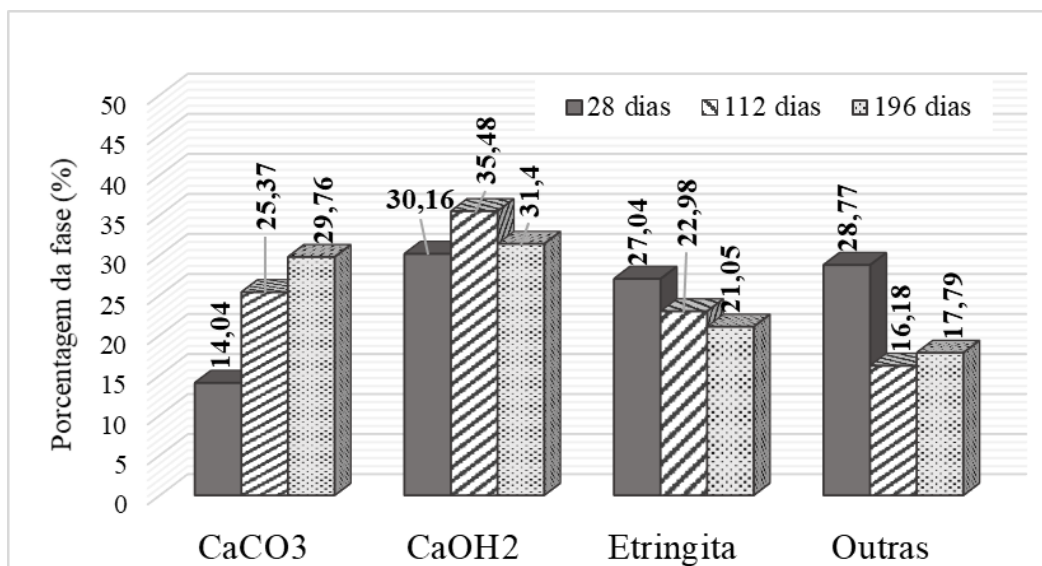


Figura 50 – Resultados DRX para (a) S5, (b) S7 e (c) S9



**Figura 51** – Resultados DRX para Ref

Comparando-se a Figura 50 com Figura 51, constatou-se que, enquanto as amostras com escória apresentam a maior precipitação do CaCO<sub>3</sub>, a amostra de Ref preserva o Ca(OH)<sub>2</sub> como mineral mais representativo. E mais, é evidente que com o aumento da quantidade de escória, há redução da quantidade Ca(OH)<sub>2</sub>. Com a evolução da idade, esse efeito se torna mais significativo.

Levantaram-se algumas hipóteses: uma primeira é de que a redução do cimento Portland levou a redução direta na produção Ca(OH)<sub>2</sub>; outras hipóteses seriam de que a escória possa estar consumindo o Ca(OH)<sub>2</sub> e ou favorecendo o efeito da carbonatação.

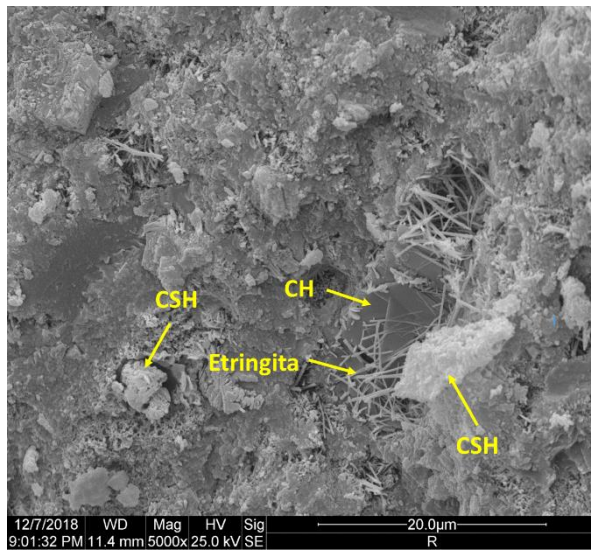
Verificou-se também uma redução da quantidade de etringita com ao aumento da BFS. Esse fato já era esperado, uma vez que a redução do cimento implica na redução do gesso na mistura, composto que contribui para a formação de etringita.

No grupo de “Outras” fases cristalinas, notou-se que com o aumento da quantidade de escória, o percentual desse agrupamento aumenta. Sugere-se destes resultados que a introdução da escória promove uma maior formação de fases distintas daquelas que são usuais (CH, CaCO<sub>3</sub> e etringita) para o cimento Portland.

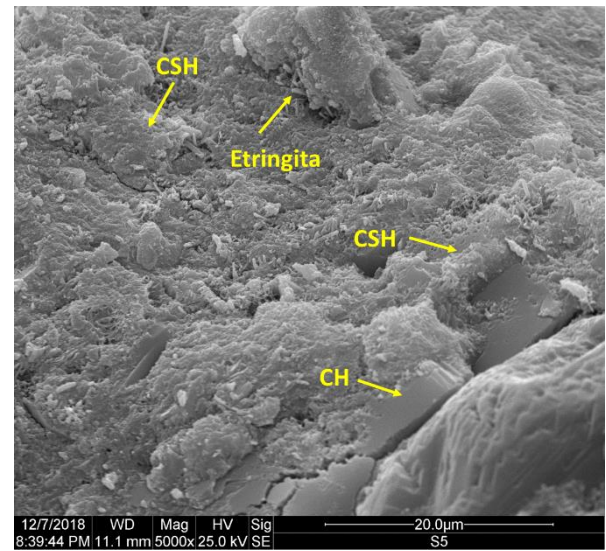
#### 4.1.8. MEV E EDS

No que segue são apresentadas imagens (Figura 52 e Figura 53) das micrografias das misturas Ref, S5, S7 e S9 aos 28, 112 e 196 dias. Estas visualizações via MEV possibilitaram a confirmação e validação visual das fases (Aft, CH e CaCO<sub>3</sub>) apontadas pelas análises via

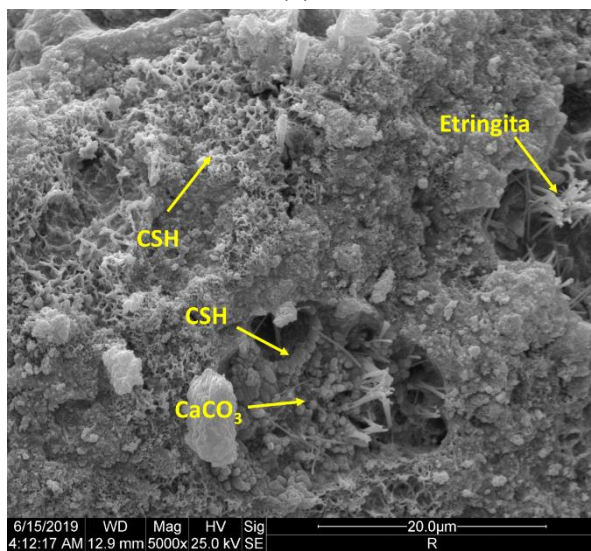
DRX, além do silicato de cálcio hidratado (C – S – H), principal composto do cimento Portland hidratado e da BFS.



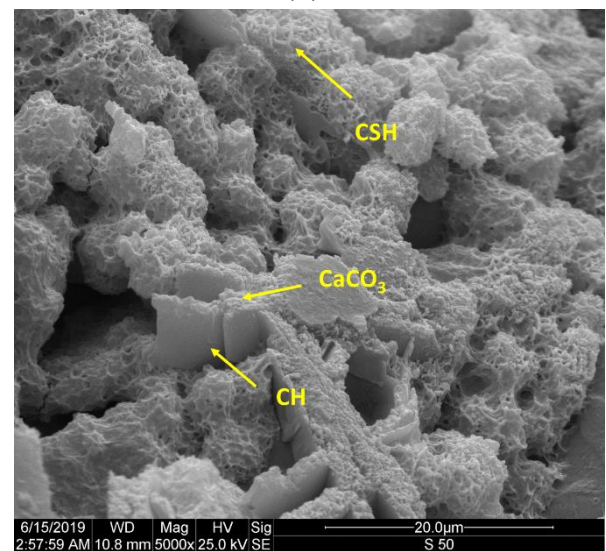
(a)



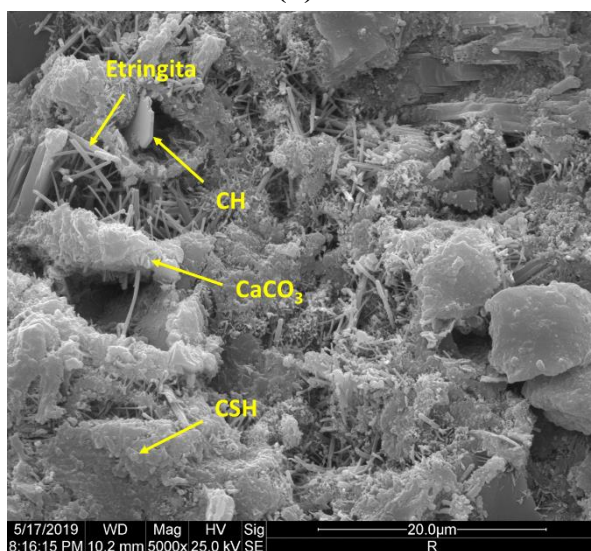
(d)



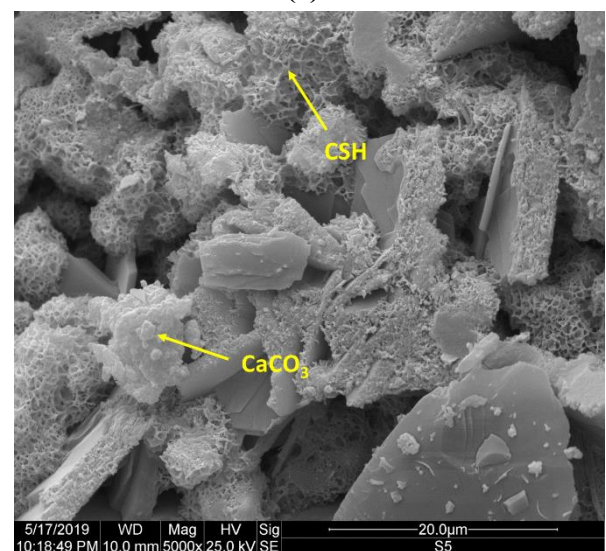
(b)



(e)

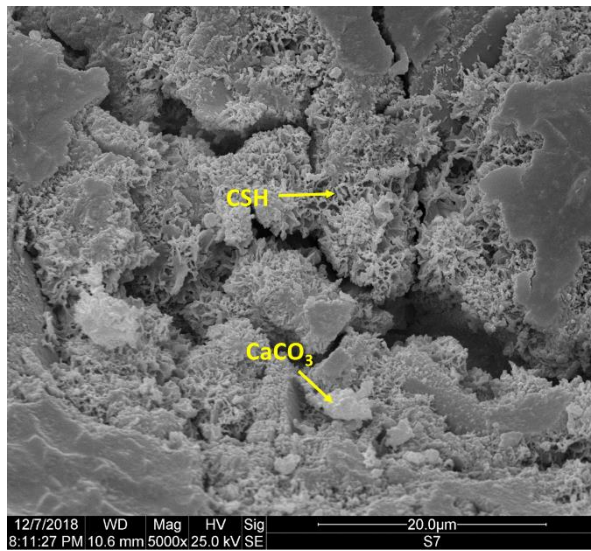


(c)

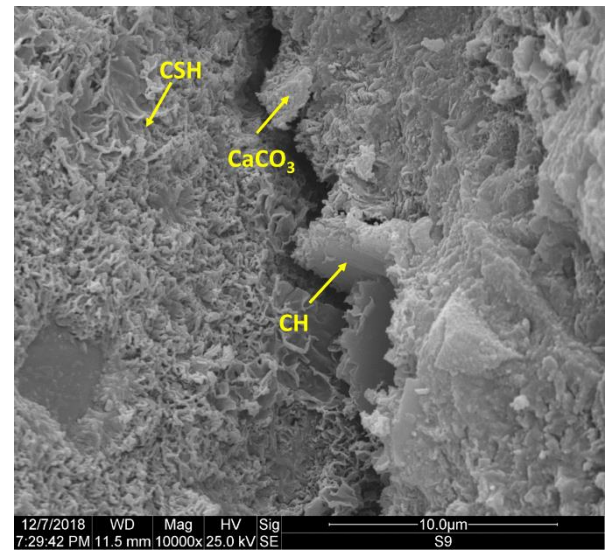


(f)

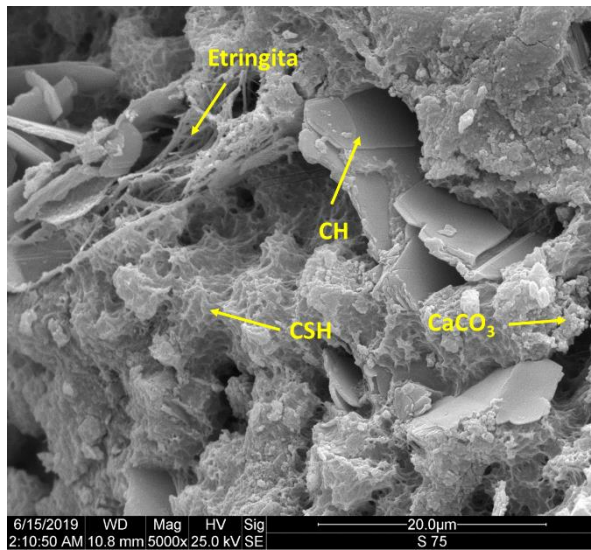
**Figura 52** – MEV de Ref aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias e de S5 aos (d) 28 (e) 112 e (f) 196 dias



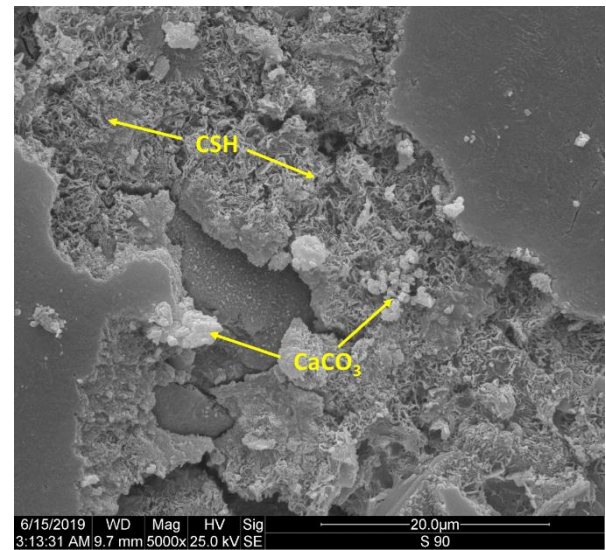
(a)



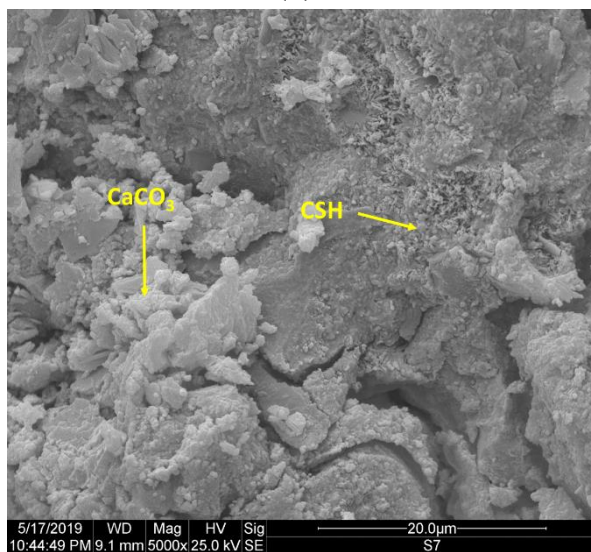
(d)



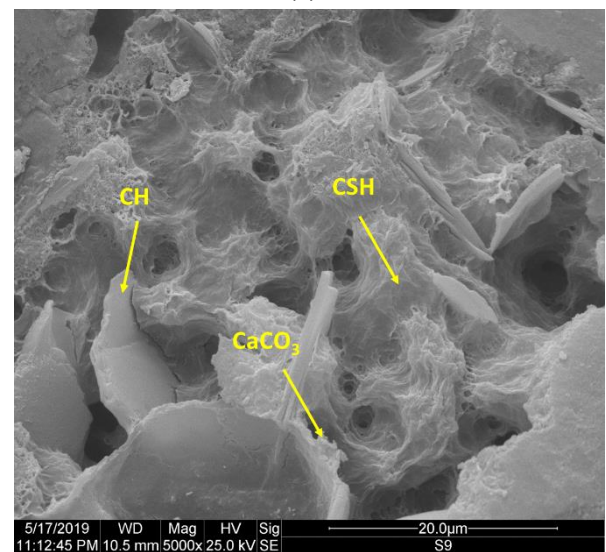
(b)



(e)



(c)

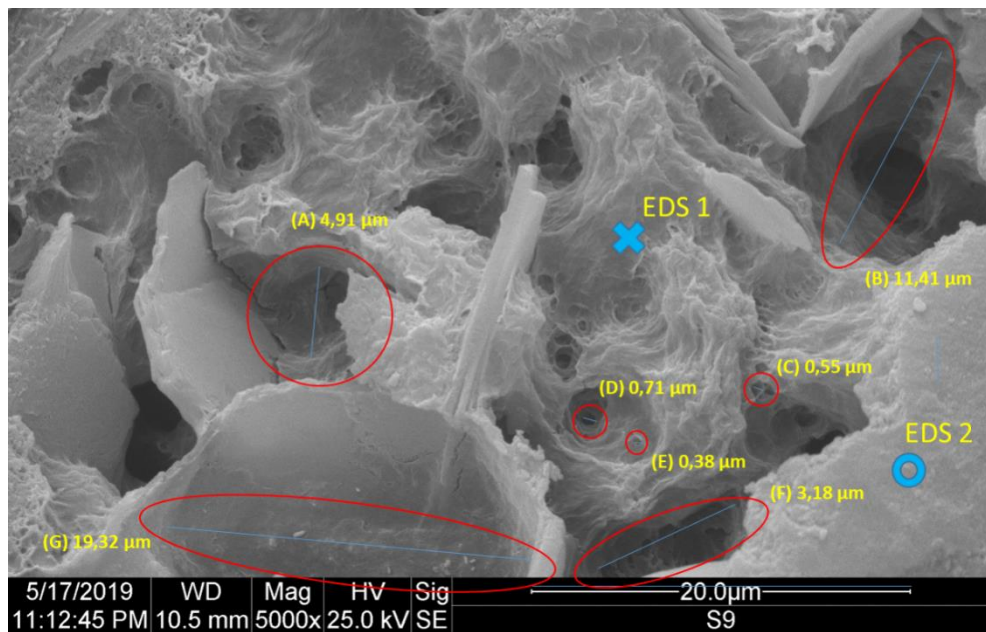


(f)

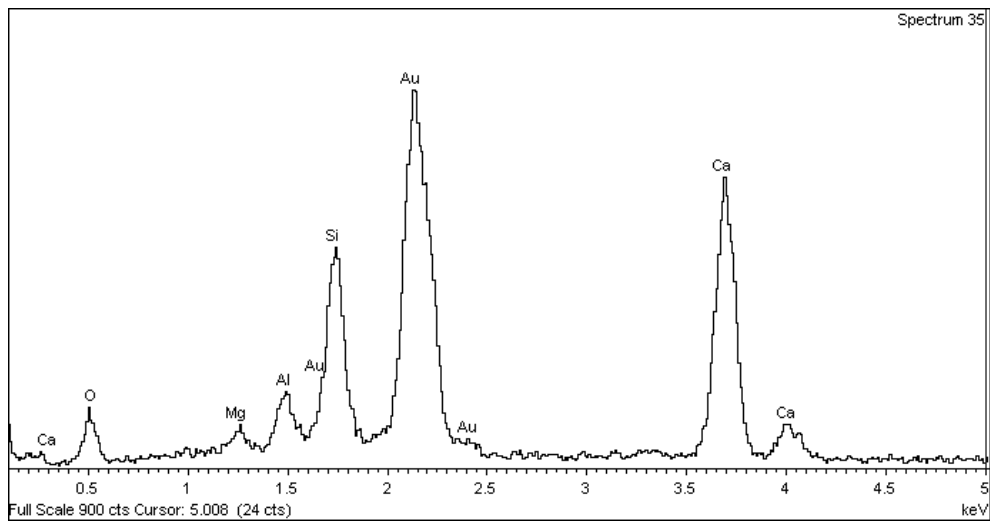
**Figura 53** – MEV de S7 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias e de S9 aos (d) 28 (e) 112 e (f) 196 dias

Embora a etringita (AFt), caracterizada como estruturas delgadas e longas (MEHTA; MONTEIRO, 2014), tenha sido percebida nas misturas também com BFS, como aparece em S5(Figura 52)e em S7(Figura 53), cabe apontar que, no processo de inspeção de cada amostra, esta fase era menos comumente observada à medida que se reduzia a quantidade de cimento Portland. E, de fato, se deduz que seja consequência direta da redução da quantidade de gesso (disponível no cimento Portland) com o aumento da quantidade de BFS empregada na substituição.

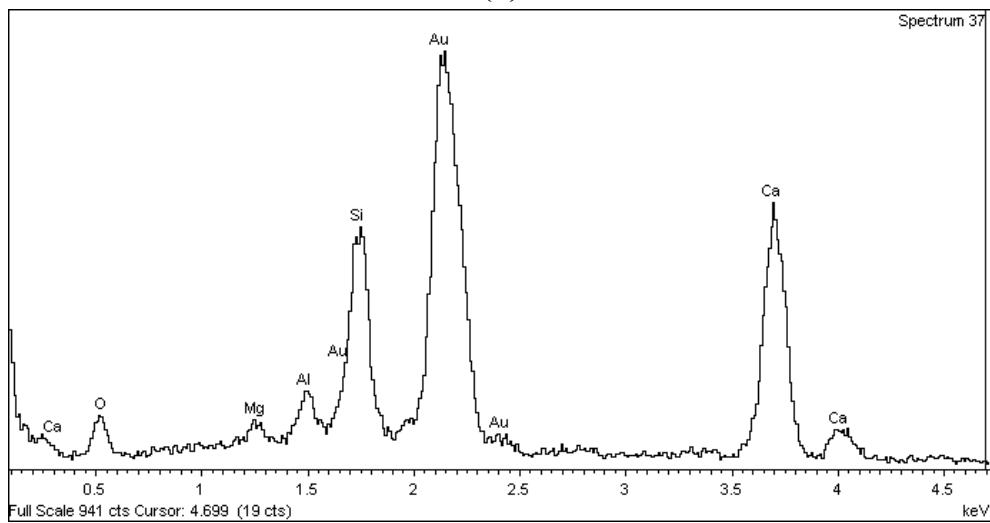
O hidróxido de cálcio se mostrou visualmente pouco presente também à medida que se aumentava a quantidade de escória. As estruturas características apresentadas na Figura 54, nos pontos localizados por “EDS 1” e “EDS 2”, trata-se possivelmente de C – S – H fibroso. Fases com estas características eram visualmente predominantes nas matrizes das amostras S7 e S9 em todas as idades. Em particular, a imagem da Figura 54 é de uma amostra de S9 aos 196 dias.



(a)



(b)



(c)

Figura 54 –(a) Imagem de MEV de S9 aos 196 dias e microanálises (b) EDS 1 e (c) EDS 2

As microanálises constantes em “a” e “b” na Figura 54 apresentam resultados muitos parecidos. Os picos de Si e Ca somados às morfologias observadas, sustentam a hipótese de ambos os pontos se tratarem de C-S-H. Constata-se também a ocorrência de picos de Al, que substitui de forma mais significativa o Si nas cadeias de C-S-H provindas da hidratação de BFS (TAYLOR; RICHARDSON; BRYDSON, 2010). A presença de Mg enquadra-se como impurezas que podem ocorrer no C – S – H (NEVILLE, 1997).

Ainda que de modo grosseiro, com base na escala disponível na Figura 54, foram estimadas as dimensões de alguns vazios. Aqueles de A a F apresentam dimensões típicas de poros capilares (até 10  $\mu\text{m}$  para Brandt (2009) e St John, Poole e Sims (1998)), enquanto F esse trata possivelmente de um vazio de ar. Acredita-se que os poros de A a F, se conectáveis, estejam entre aqueles avaliados pela PIM e o em F pela  $\mu\text{CT}$ .

#### 4.1.9. Análise crítica – Fase [I]

Os ensaios de absorção de água e de PIM apontam reduções significativas na porosidade aberta das argamassas. Eles concordam que, ao longo do tempo, a taxa de redução se demonstrou ainda maior com o aumento da quantidade de escória na substituição. Em particular, a PIM mostrou que o aumento da quantidade de BFS promoveu a redução do tamanho dos poros, efeito potencializado com o tempo.

De modo a complementar os resultados destas duas primeiras técnicas aplicadas para a avaliação da porosidade, se tem os dados obtidos pelos ensaios de microtomografia e de excitação por impulso, sensíveis a poros abertos e fechados. Estas técnicas confirmaram taxas mais importantes de refinamento da matriz para as argamassas com a introdução de BFS, sendo este processo mais expressivo para a maior idade avaliada.

Cabe ressaltar, contudo, que as técnicas citadas nos parágrafos anteriores não avaliaram os mesmos poros. Eles variam em dimensões e características diversas. A PIM investiga poros abertos com diâmetros de 0,003  $\mu\text{m}$  (próximo da fronteira inferior dos poros capilares) a 360  $\mu\text{m}$ . A  $\mu\text{CT}$  trata de poros fechados e abertos no intervalo de 6,05  $\mu\text{m}$  a 890,06  $\mu\text{m}$ , vazios de ar em sua maior parte. A absorção de água e técnica de excitação por impulso, por sua vez, são sensíveis a poros menores que do limite inferior ao intervalo mínimo da PIM e a grandes vazios de ar.

Particularmente, como exposto nas seções anteriores, pela PIM foi mostrado que a introdução da BFS potencializou no tempo o refinamento de poros capilares, enquanto a  $\mu\text{CT}$

apontou para este mesmo efeito sobre os vazios de ar. Os resultados de absorção de água e da técnica de excitação por impulso convergem para a afirmação de que as argamassas com BFS aumentaram o efeito de fechamento de poros da matriz, sejam eles capilares ou vazios de ar. Concordaram inclusive que este processo é mais efetivo para a maior quantidade de substituição (S9) e para a maior idade investigada (196 dias).

As análises via DRX mostraram redução do CH e aumento da precipitação de  $\text{CaCO}_3$  à medida em que era maior a substituição do cimento Portland por esta BFS. É razoável considerar que o  $\text{CaCO}_3$  gerado esteja contribuindo de forma efetiva para o refinamento da porosidade, com é apontado por Li, Farzadnia e Shi (2017). Segundo Chen, Printpartners e Ipskamp (2006), o CH resultante da reação de hidratação do cimento Portland atua como ativador para a BFS. No entanto, Gruyaert (2010) coloca que a BFS não consome tanto CH como um material pozolânico, o que foi confirmado nos ensaios de pozolanicidade desta pesquisa. Sugere-se, portanto, que a redução do CH e o aumento da quantidade de  $\text{CaCO}_3$  estejam correlacionadas com a carbonatação.

As baixas quantidades (próximas de 0%) de CH para S7 e S9 levam a acreditar que o efeito de carbonatação pode estar atuando também na descalcificação do C – S – H. De fato, Gruyaert (2010) aponta que, em concretos com BFS, a quantidade de CH é limitada, e, portanto, é provável que o  $\text{CO}_2$  afete outras fases, como o C – S – H. Embora o efeito do refinamento tenha levado ao aumento da resistência à compressão no tempo, a possibilidade de carbonatação do C-S-H foi provavelmente um fator limitante desse ganho de desempenho mecânico. É sugestível que a carbonatação de C-S-H em S5 seja menor, por ter menor quantidade de escória, o que levou a apresentar os maiores ganhos mecânicos no tempo.

É provável também que a reação tardia, em especial com a formação de C – S – H, esteja contribuindo de forma significativa para o refinamento da estrutura porosa. De fato, o C-S-H é uma fase que tem participação importante nos produtos de hidratação da BFS (BOUIKNI; SWAMY; BALI, 2009; CHEN et al., 2012). Além disso, em um estudo com materiais cimentícios com alto teor de BFS, Huang, Ye e Damidot (2014) puderam verificar, via DRX, que o total fracionário das fases cristalinas existentes no produto de reação é menor que 50%. Ou seja, a fração amorfa, onde está o C-S-H, é maior que a fração cristalina, que indicou altos teores de  $\text{CaCO}_3$  nesta presente pesquisa. Corroborar com esta hipótese o fato de que nas inspeções via MEV eram comuns as visualizações de C-S-H em todas as idades nas misturas com escórias.

Partindo das conclusões acima e tendo em vista pesquisas correntes que apresentam o mecanismo de autocicatrização como sendo um processo caracterizado principalmente pelo fechamento de fissuras devido à hidratação contínua e pela precipitação do  $\text{CaCO}_3$ , há fortes indicativos de que o emprego da BFS em estudo potencializaria a capacidade de fechamento de vazios de fissuras originadas em argamassas ao longo do tempo. Em especial, os resultados de fechamento de poros, com refinamento mais significativo em S9, sugerem que esta mistura seja a com maior potencial para o estudo da Fase [II]. Somam-se a este indicativo a maior produção de  $\text{CaCO}_3$  e a maior disponibilidade de BFS não reagida no tempo que são próprias de S9. Sabendo-se pela literatura que o  $\text{Ca(OH)}_2$  atua para a hidratação latente (CHENG et al., 2005) da BFS e diante do provável evento de carbonatação existente sobre o C-S-H em S9, é que se propõe também a inclusão deste ativador para medir o seu efeito na autocicatrização a ser promovida pela escória.

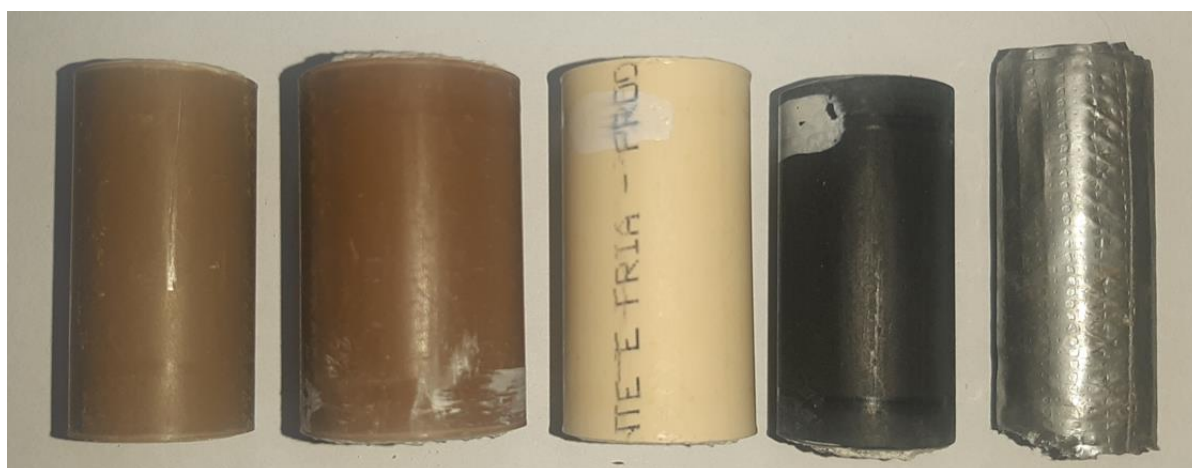
## 4.2. FASE [II]: RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir são apresentados e discutidos os resultados da Fase [II] da pesquisa. Inicialmente são apresentados os resultados de testes preliminares que levaram a definição do procedimento de fissuração dos cps por compressão diametral. Na sequência, realizam-se análises dos resultados obtidos para cada técnica de investigação. Por fim, fez-se uma análise crítica correlacionando os resultados dos diferentes ensaios e àqueles obtidos na Fase [I] do estudo.

### 4.2.1. Testes iniciais: fissuração por divisão do corpo de prova na compressão diametral

A definição do molde a ser empregado se deu por meio de testes de elementos com diferentes dimensões para o confinamento (Figura 55) dos cps de argamassa submetidos à fissuração por compressão diametral aos 28 dias (Figura 56),

Os elementos testados para confinamento foram seguimentos de tubo com 40 mm de: PVC soldável para água fria de 25 mm (21 mm interno) e 20 mm (17 mm interno); PVC soldável para água quente de 22 mm (18 mm interno); PVC rígido eletroduto - 16 mm (14 mm interno); e silver tape. Nesta última opção, a fita envolveu cps desmoldados dos diferentes elementos testados.



(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

**Figura 55** – Seguimentos de tubos de 40mm: (a) PVC soldável para água fria de 20 mm (17 mm interno) (b) PVC soldável para água fria de 25 mm (21 mm interno) (c) PVC soldável para água quente de 22 mm (18 mm interno) (d) PVC rígido para eletroduto de 16 mm (14 mm interno) e (e) silver tape (16 mm interno)

A fissuração por compressão diametral foi testada com torno de bancada nº 5 e com prensa hidráulica (Figura 56). A prensa hidráulica levou ao esmagamento (b na Figura 56) de todos os elementos testados (Figura 55), enquanto o torno de bancada conduziu a um desenho bem definido da fissuração diametral (a na Figura 56).



(a)



(b)

**Figura 56** – Fissuração por compressão diametral com (a) torno de bancada nº 5 e (b) prensa hidráulica

Optou-se pelo uso do torno de bancada. Dentre os elementos testados (Figura 55), foi escolhido o seguimento de tubo em PVC soldável de 20 mm (17 mm interno), que demonstrou superfície de fissuração bem definida, como pode ser visto na Figura 57.



**Figura 57** – Corpos de prova no molde de PVC para água fria soldável de 20 mm (17 mm interno) rompidos por compressão diametral pelo torno de bancada N°5

Os demais elementos testados demonstraram características menos vantajosas, com relação ao PVC para água fria soldável com 20 mm, para a fissuração por compressão diametral, sendo elas:

- maior rigidez (PVC soldável para água fria com 25 mm e PVC soldável para água quente – bordas espessas), dificultando a formação da superfície de fissuração;
- menor dimensão interna (PVC rígido para eletroduto), prejudicando o adensamento da argamassa;
- e maior elasticidade (silver tape), levando a um confinamento inadequado para a compressão diametral.

#### 4.2.2. Microscopia digital: análise superficial da fissura

Para esta análise foram definidos dois agrupamentos de corpos de prova: um para cura intermitente e outro para cura submersa (Quadro 5). Foram produzidas 30 cps para cada mistura, das quais 4 ou 5 de cada foram selecionadas aleatoriamente para a investigação.

Após a fissuração aos 28 dias, os cps foram submetidos às respectivas condições de cura e, então, analisados aos 112 e 196 dias.

A nomenclatura dos cps foi definida pelo formato padrão dado por **X#N\_I**, em que X é o tipo de mistura, N o número do cp e I a idade de análise. Exemplos:

R#16\_28: Mistura de referência (Ref); cp número 16; e resultado aos 28 dias.

S9\_5#04\_112: Mistura S9\_5 (90% de escória e 5% de hidróxido de cálcio); cp número 04; e resultado aos 112 dias.

S9\_5#16: Mistura S9 (90% de escória e 5% de hidróxido de cálcio); cp número 16.

**Quadro 5** – Agrupamentos para análise por microscopia digital

CONDIÇÃO: CURA INTERMITENTE			
Referência	S9	S9_5	S9_10
R#02	S9#02	S9_5#10	S9_10#01
R#13	S9#09	S9_5#13	S9_10#07
R#22	S9#11	S9_5#17	S9_10#09
R#23	S9#14	S9_5#19	S9_10#15
	S9#25	S9_5#27	S9_10#19
CONDIÇÃO: SUBMERSA			
Referência	S9	S9_5	S9_10
R#03	S9#03	S9_5#06	S9_10#02
R#04	S9#04	S9_5#13	S9_10#06
R#06	S9#07	S9_5#18	S9_10#10
R#20	S9#21	S9_5_28	S9_10#26
	S9#24	S9_5#30	S9_10#30

As imagens capturadas são mostradas no **Anexo A** (Figura 101 a Figura 138). Numa análise qualitativa, as imagens capturadas mostraram que o estado de fechamento das fissuras não se alterou de forma significativa dos 112 aos 196 dias.

Os resultados de medidas (fissura aos 28 dias) são mostrados nas tabelas logo na sequência (Tabela 11 e Tabela 12). Constam também a condição com que a fissura se encontrava aos 112 e 196 dias.

Tabela 11 – Resultados da análise microscopia digital para condição intermitente

<b>CONDIÇÃO: CURA INTERMITENTE</b>						
<b>Amostra</b>	<b>Maior abertura fissura (mm)</b>	<b>Maior abertura fissura fechada (mm)</b>	<b>Fechamento da fissura (pontual)</b>		<b>Fechamento da fissura (ao longo)</b>	
			<b>112 dias</b>	<b>196 dias</b>	<b>112 dias</b>	<b>196 dias</b>
R#02	0,056	0,056	Completo	Completo	Parcial	Completamente
R#13	0,059	0,059	Completo	Completo	Parcial	Completamente
R#22	0,128	0,056	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
R#23	0,107	0,034	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
<b>Média</b>	<b>0,088</b>	<b>0,051</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,036</b>	<b>0,012</b>	<b>0,059</b>		<b>0,056</b>	
S9#02	0,057	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9#09	0,056	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9#11	0,073	0,073	Completo	Completo	Parcial	Parcial
S9#14	0,129	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9#25	0,027	0,027	Completo	Completo	Completamente	Completamente
S9#25	0,154	-	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
<b>Média</b>	<b>0,083</b>	<b>0,050</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,049</b>	<b>0,033</b>	<b>0,073</b>		<b>0,027</b>	
S9_5#10	0,051	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_5#13	0,059	0,059	Completo	Completo	Parcial	Parcial
S9_5#13	0,087	-	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial

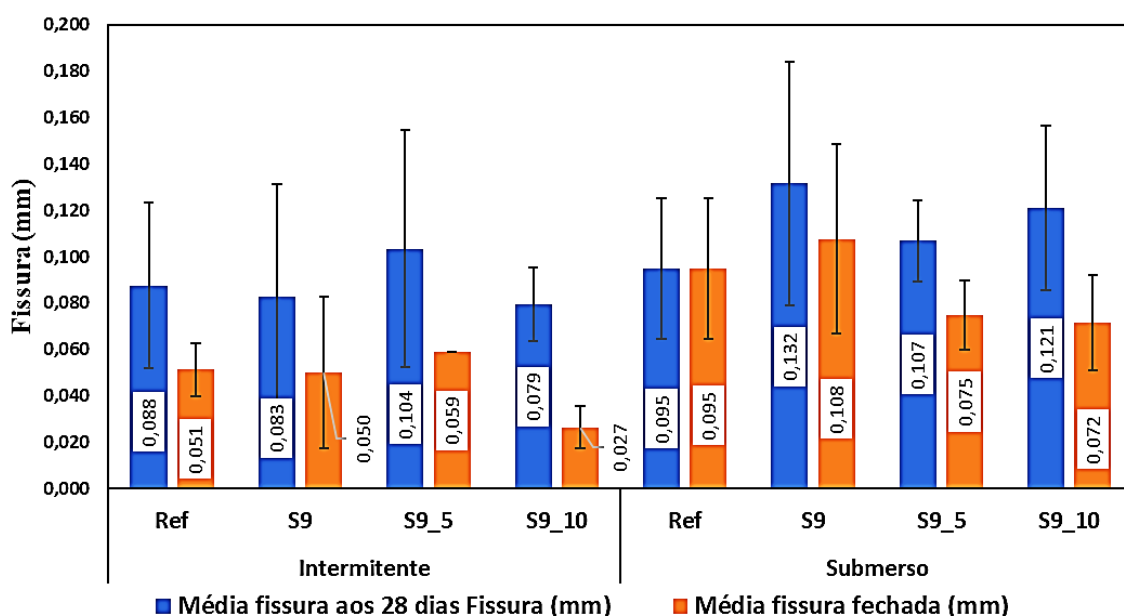
S9_5#17	0,191	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_5#19	0,109	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_5#27	0,124	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
<b>Média</b>	<b>0,104</b>	<b>0,059</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,051</b>	-	<b>0,059</b>		<b>0,059</b>	
S9_10#1	0,027	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_10#7	0,085	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_10#09	0,115	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_10#15	0,079	0,033	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
S9_10#19	0,091	0,020	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
<b>Média</b>	<b>0,079</b>	<b>0,027</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,016</b>	<b>0,009</b>	<b>0,033</b>		<b>0,020</b>	

Tabela 12 – Resultados da análise microscopia digital para condição submersa

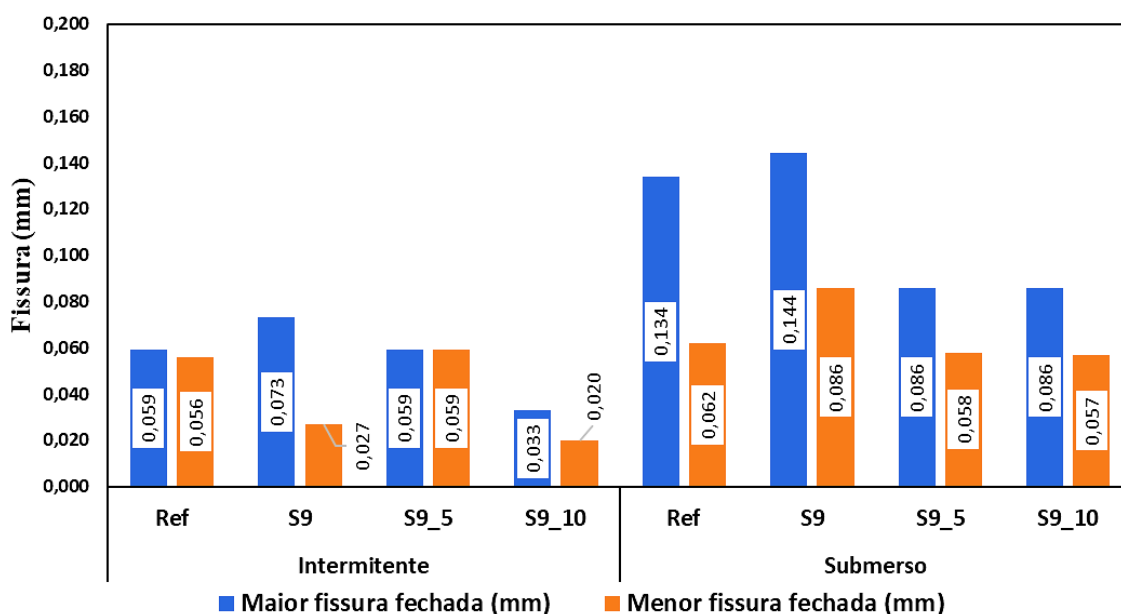
<b>CONDIÇÃO: SUBMERSA</b>						
Amostra	Maior abertura fissura (mm)	Maior abertura fissura fechada (mm)	Fechamento da fissura (pontual)		Fechamento da fissura (ao longo)	
			112 dias	196 dias	112 dias	196 dias
R#03	0,100	0,100	Completo	Completo	Quase completo	Quase completo
R#04	0,084	0,084	Completo	Completo	Quase completo	Quase completo
R#06	0,134	0,134	Completo	Completo	Quase completo	Quase completo
R#20	0,062	0,062	Completo	Completo	Parcial	Parcial
<b>Média</b>	<b>0,095</b>	<b>0,095</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,030</b>	<b>0,030</b>	<b>0,134</b>		<b>0,062</b>	
S9#03	0,093	0,093	Completo	Completo	Quase completo	Quase completo
S9#04	0,086	0,086	Completo	Completo	Quase completo	Quase completo
S9#07	0,144	0,144	Completo	Completo	Quase completo	Quase completo
S9#21	0,119	-	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
S9#24	0,216	-	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
<b>Média</b>	<b>0,132</b>	<b>0,108</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,052</b>	<b>0,041</b>	<b>0,144</b>		<b>0,086</b>	
S9_5#06	0,096	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_5#13	0,086	0,086	Completo	Completo	Completamente	Completamente
S9_5#18	0,126	0,081	Parcial	Parcial / Completo (0,081)	Parcial	Parcial
S9_5_28	0,119	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo

S9_5#30	0,107	0,058	Parcial / Completo (0,058)	Parcial / Completo (0,058)	Parcial	Parcial
<b>Média</b>	<b>0,107</b>	<b>0,075</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,018</b>	<b>0,015</b>	<b>0,086</b>		<b>0,058</b>	
S9_10#02	0,138	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
S9_10#06	0,090	0,086	Parcial / Completo (0,086)	Parcial / Completo (0,086)	Parcial	Parcial
S9_10#10	0,151	0,057	Parcial / Completo (0,057)	Parcial / Completo (0,057)	Parcial	Parcial
S9_10#26	0,125	-	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
S9_10#26	0,156	-	Parcial	Parcial	Parcial	Parcial
S9_10#30	0,067	-	Parcial	Parcial	Pouco significativo	Pouco significativo
<b>Média</b>	<b>0,121</b>	<b>0,072</b>	<b>Maior fissura fechada (mm)</b>		<b>Menor fissura fechada (mm)</b>	
<b>Desvio</b>	<b>0,036</b>	<b>0,021</b>	<b>0,086</b>		<b>0,057</b>	

Os resultados apresentados nas Tabelas 13 e 14 são sintetizados na forma gráfica (Figura 58 e Figura 59). Consideraram-se para estes gráficos a condição visualizada aos 196 dias (que não diferiram tanto dos 112 dias).



**Figura 58** – Valores médios das dimensões das maiores fissuras fechadas aos 196 dias



**Figura 59** – Valores das maiores e menores dimensões de fissuras fechadas aos 196 dias

Os valores médios das maiores dimensões das fissuras variaram de 0,079 a 0,132 mm (Figura 58). Estes valores estão próximos daqueles observados na literatura capazes de fecharem por cicatrização autógena, como citam De Belie et al. (2018). Isto demonstrou que foi satisfatório o procedimento de fissuração adotado para o presente estudo.

Para a condição de cura intermitente, Ref e S9\_5 apresentaram os melhores resultados, com fechamentos médios (de maiores fissuras) de 0,056 e 0,059 mm. Contudo, S9\_5 tratou-se de um caso pontual, sendo que, por análise qualitativa (pelas capturas de imagens), e pelos dados da Tabela 11, foi verificado que Ref demonstrou melhor desempenho, isto é, todos os corpos de prova apresentaram fechamento parcial de fissura, o que não aconteceu para S9\_5.

De modo geral, pela Figura 58, se constatou que para todas as misturas a condição submersa favoreceu o fechamento de fissuras. Enquanto Ref demonstrou melhores resultados para a condição de cura intermitente, S9 foi aquela que melhor se portou para a condição submersa. Para esta mistura, média das dimensões máximas das fissuras aumentou de em 116% da condição intermitente para submersa.

O melhor desempenho de S9 para cura submersa sugere que o fechamento da fissura está contando com a contribuição da hidratação de partículas não hidratadas de BFS. Já para o melhor desempenho de Ref frente as demais misturas, no caso da cura intermitente, leva a crer que a carbonatação do  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , originado da própria reação de hidratação do cimento Portland, seja um evento importante que contribuiu ao efeito de cicatrização neste caso. Estas conclusões foram indicadas também por Ferrara et al. (2018).

Resultados interessantes foram constatados para as maiores fissuras fechadas para a condição submersa. Ref apresentou fechamento de fissuras de até 0,134 mm, enquanto S9, de até 0,144 mm, valores nos limites superiores indicados pela literatura, como dizem De Belie et al. (2018).

De fato, Silva et al. (2021) apontaram que o cimento Portland CP V-ARI apresenta melhor capacidade de autocicatrização autógena dentre outros cimentos comum e compostos, o que corrobora com os resultados constatados para Ref no presente estudo.

No caso de S9, os resultados obtidos favorecem a hipótese de que partículas não hidratadas potencializam o efeito de autocicatrização no tempo. Em trabalhos anteriores, Van Tittelboom e De Belie (2013) apontaram para tais conclusões.

#### 4.2.3. Microtomografia ( $\mu$ CT)

Por meio da microtomografia foram realizadas duas análises distintas:

– Análise 3D

Na análise 3D foi identificado, para cada caso, o poro correspondente à fissura e aferida a variação de volume ao longo do tempo. Estes dados foram também comparados com o comportamento dos poros totais.

– Análise 2D.

Já na análise 2D, ao longo da profundidade do corpo de prova foi investigada a porosidade. O comportamento dos poros totais foi influenciado diretamente pela fissura, dado o volume representativo diante da porosidade total.

Por conta do efeito de borda, em ambas as análises, na execução do ensaio de  $\mu$ CT foram desconsideradas as bordas (em torno de 2 a 4 mm) de topo e de base. Assim, os resultados nesta seção apresentados são referentes ao comportamento interno de cada fissura, não compreendendo assim a superfície. No que segue, essas análises são abordadas de forma mais detalhada.

##### 4.2.3.1. $\mu$ CT – Análise 3D

Para esta análise foram selecionados dois cps de cada mistura e analisados aos 28 (idade de fissuração), 112 e 196 dias. As aberturas superficiais máximas (medidas via microscópio digital) são mostradas na Tabela 13.

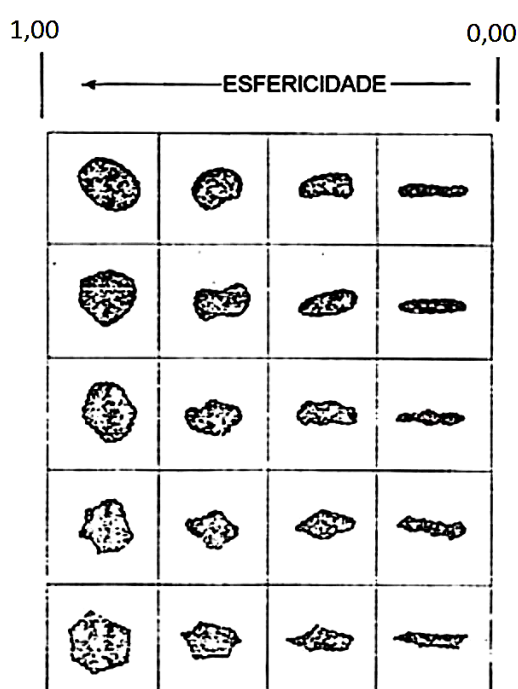
**Tabela 13** – Maiores aberturas de fissuras via microscópio digital

Mistura	Abertura (mm)	Mistura	Abertura (mm)
R#16	0,106	S9_5#16	0,105
R#17	0,153	S9_5#17	0,120
S9#16	0,162	S9_10#16	0,102
S9#17	0,107	S9_10#17	0,149

A média das aberturas máximas para todos os cp foi 0,126 mm, com desvio padrão de 0,025, e coeficiente de variação de 0,20, valor relativamente baixo. A fissuras tenderam a reduzir o tamanho das aberturas na direção do centro à geratriz.

Por meio do software CTan, empregado nas análises quantitativas, determinaram-se algumas propriedades geométricas dos poros (volume, centroide, área superficial, esfericidade etc.).

A esfericidade permitiu realizar a identificação de cada fissura, que se destacou, em cada caso, com esfericidade na ordem de 0,05 e volume superior ao dos demais poros. Cumpre observar que a esfericidade varia de 0 a 1 (esfera perfeita), como na Figura 60.



**Figura 60** – Ilustração do significado de esfericidade

Fonte: Adaptação da imagem disponível em

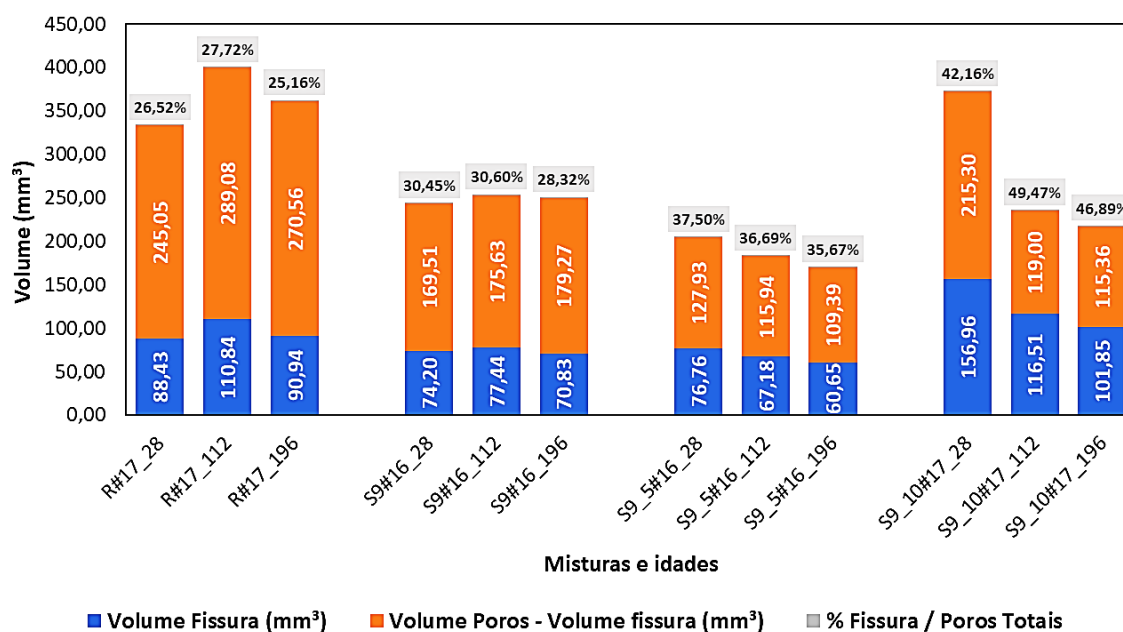
< [https://www.researchgate.net/figure/Figura-3-Modelo-combinado-entre-esfericidade-arredondamento-e-rugosidade-alisamento-para\\_fig10\\_33736663](https://www.researchgate.net/figure/Figura-3-Modelo-combinado-entre-esfericidade-arredondamento-e-rugosidade-alisamento-para_fig10_33736663)>, acesso em 25/07/2022

Como já abordado na Fase [I] da pesquisa, a  $\mu$ CT possibilitou a leitura de poros de ar, os quais apresentam formato aproximadamente esférico (com esfericidade tendendo a 1). Em particular, na Fase [II], a resolução obtida foi de 20  $\mu$ m.

Os resultados para a condição de exposição A estão na Tabela 14 (Figura 61) e, para a B, na Tabela 15 (Figura 62).

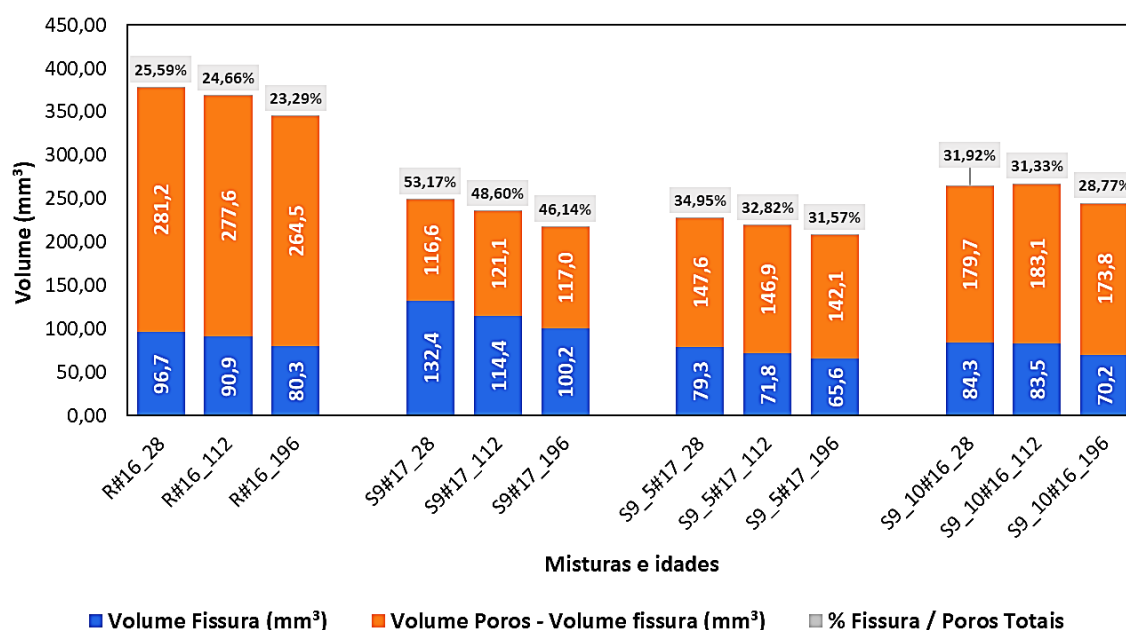
**Tabela 14** – Resultados da análise 3D por  $\mu$ CT para a condição de exposição A

Mistura	Volume Fissura (mm <sup>3</sup> )	Volume Poros - Volume fissura (mm <sup>3</sup> )	Poros totais (mm <sup>3</sup> )	% Fissura / Poros Totais
R#17_28	88,43	245,05	333,47	26,52%
R#17_112	110,84	289,08	399,93	27,72%
R#17_196	90,94	270,56	361,49	25,16%
S9#16_28	74,20	169,51	243,72	30,45%
S9#16_112	77,44	175,63	253,07	30,60%
S9#16_196	70,83	179,27	250,09	28,32%
S9_5#16_28	76,76	127,93	204,69	37,50%
S9_5#16_112	67,18	115,94	183,13	36,69%
S9_5#16_196	60,65	109,39	170,04	35,67%
S9_10#17_28	156,96	215,30	372,26	42,16%
S9_10#17_112	116,51	119,00	235,50	49,47%
S9_10#17_196	101,85	115,36	217,21	46,89%

**Figura 61** – Resultados da análise 3D por  $\mu$ CT para cp na condição de exposição A

**Tabela 15** – Resultados da análise 3D por  $\mu$ CT para a condição de exposição B

Mistura	Volume Fissura (mm <sup>3</sup> )	Volume Poros - Volume fissura (mm <sup>3</sup> )	Poros totais (mm <sup>3</sup> )	% Fissura / Poros Totais
R#16_28	96,71	281,17	377,88	25,59%
R#16_112	90,87	277,64	368,52	24,66%
R#16_196	80,32	264,53	344,85	23,29%
S9#17_28	132,35	116,56	248,91	53,17%
S9#17_112	114,45	121,06	235,50	48,60%
S9#17_196	100,22	116,99	217,21	46,14%
S9_5#17_28	79,30	147,59	226,89	34,95%
S9_5#17_112	71,76	146,86	218,62	32,82%
S9_5#17_196	65,55	142,06	207,62	31,57%
S9_10#16_28	84,25	179,72	263,98	31,92%
S9_10#16_112	83,51	183,05	266,56	31,33%
S9_10#16_196	70,18	173,78	243,96	28,77%

**Figura 62** – Resultados da análise 3D por  $\mu$ CT para cp na condição de exposição B

Dos resultados obtidos, constatou-se em geral uma tendência de redução dos volumes das fissuras e de poros totais no tempo. Nas diferentes idades e para as diferentes amostras, as fissuras representaram de 23,29 a 53,17% dos poros totais aferidos pela  $\mu$ CT, como mostram os gráficos na Figura 62 (Condição A) e Figura 61 (Condição B).

Os gráficos (Figura 62 e Figura 61) corroboram para a visualização das tendências de reduções dos volumes das fissuras e dos poros totais no tempo. Dos 112 aos 196 dias essa

afirmação é validade para todas as medidas. Contudo, dos 28 aos 112 dias, para R#17, S9#16 e S9\_10#16 não foi possível deduzir tal comportamento.

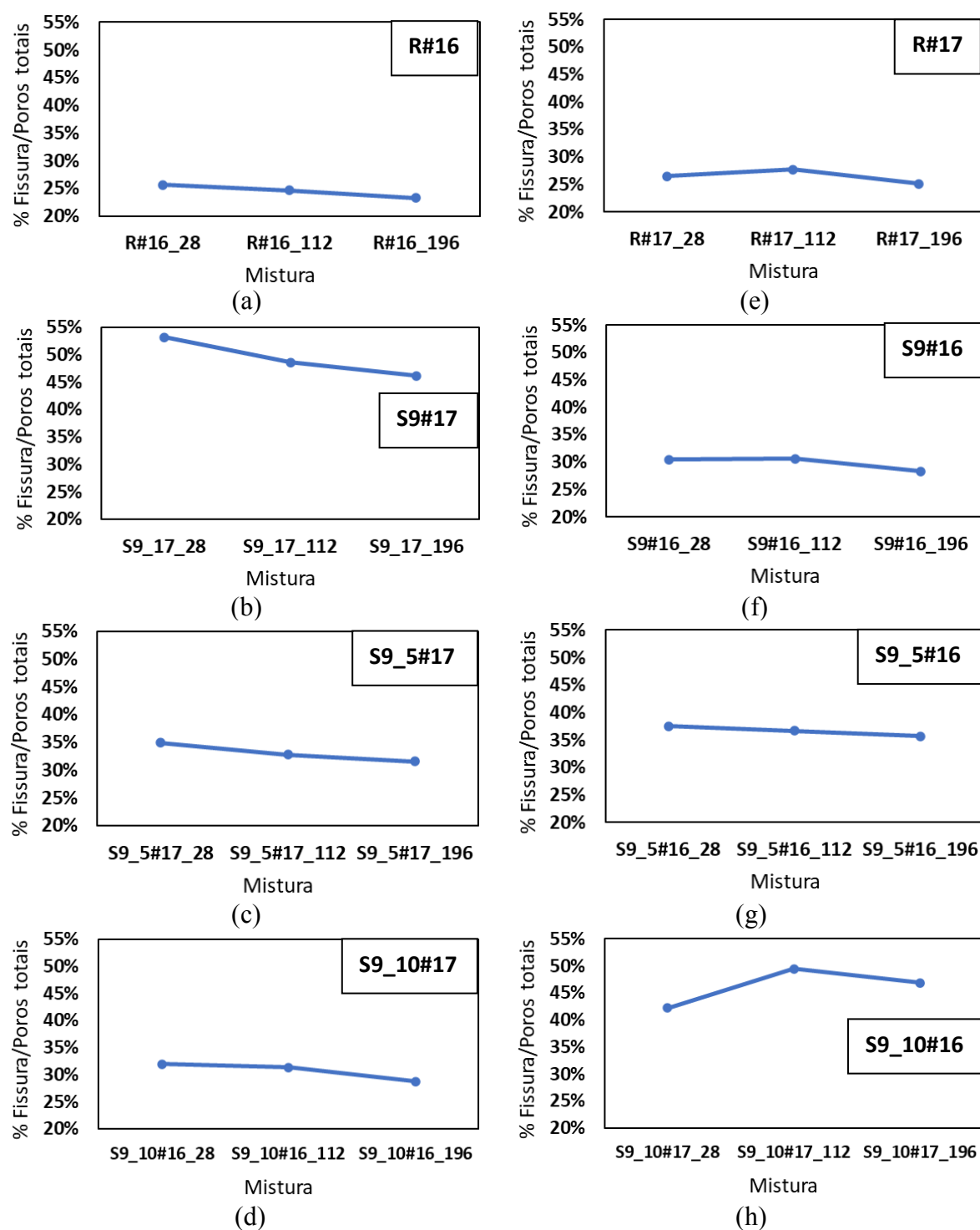
Como se esperavam reduções dos volumes das fissuras e dos poros no período de 28 aos 112 dias, foram levantadas hipóteses de ocorrência de alguns possíveis erros, que:

- podem estar relacionados à presença de água nas amostras aos 28 dias, dada a hidratação ainda em andamento e não ter consumido a água ou mesmo pela ineficiência no processo de secagem, o que prejudicou as medidas de poros e fissuras;
- ou podem ainda estar relacionados a problemas de software na construção das imagens por meio da  $\mu$ CT.

Em termos gráficos, os percentuais de fissuras com relação aos poros totais são apresentados na Figura 63. Fato interessante que foi observado é que com o passar do tempo a participação do volume de cada fissura nos poros totais reduziu. Este resultado sugere que as reduções de volumes das fissuras no tempo são maiores do que as dos demais poros.

De fato, por ser a massa porosa (sem incluir a fissura) constituída de poros de ar, em grande medida fechados, não acessíveis à água, corrobora para explicar o resultado acima, uma vez que a água é um elemento que torna a autocicatrização autógena mais efetiva, como indicado por Van Tittelboom e De Belie (2013).

Esta constatação não se aplica ao cp S9\_10#17 no período dos 28 aos 112 dias. Na seção 4.2.3.2 é discutido como mais detalhe sobre este caso, que está provavelmente vinculado a erros na medida dos poros totais.



**Figura 63** – % Fissura / Poros totais no tempo para as misturas (a) R#16 (b) S9#17 (c) S9\_5#17 e (d) S9\_10#16 na condição A, e (a) R#17 (b) S9#16 (c) S9\_5#16 e (d) S9\_10#17 na condição B

Para uma melhor análise do comportamento das fissuras, definiram-se 3 blocos: bloco  $\alpha$  (4 misturas sob cura intermitente dos 28 aos 112 dias), bloco  $\beta$  (4 misturas sob cura

intermitente dos 112 aos 196 dias) e bloco  $\gamma$  (4 misturas sob cura submersa dos 112 aos 196 dias). O Quadro 6 mostra os blocos definidos e os dados são como constam na Tabela 16.

**Quadro 6** – Blocos definidos para análise de fissuras 3D

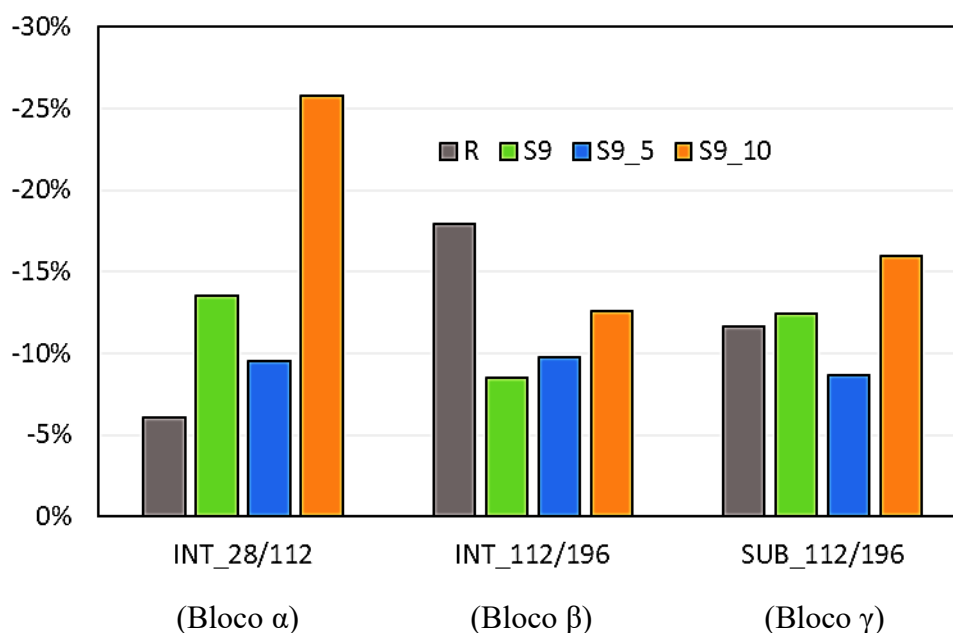
Bloco	Condição	Condição A	Condição B
INT_28/112 $\alpha$	28 aos 112 dias – cura intermitente	S9_10#17	R#16 S9#17 S9_5#17
-	28 aos 112 dias – cura submersa	(não há cp)	(não há cp)
INT_112/196 $\beta$	112 aos 196 dias – cura intermitente	R#17 S9#16 S9_5#16 S9_10#17	(não há cp)
SUB_112/196 $\gamma$	112 aos 196 dias – cura submersa	(não há cp)	R#16 S9#17 S9_5#17 S9_10#16

**Tabela 16** – Volumes de fissuras ( $\text{mm}^3$ ) e variações ( $\Delta\%$ ) para os blocos selecionados

<b>BLOCO: INT_28/112</b>				
CP	Volume fissura ( $\text{m}^3$ )	CP	Volume fissura ( $\text{m}^3$ )	$\Delta\%$ Fissura
R#16_28	96,71	R#16_112	90,87	-6,04%
S9#17_28	132,35	S9#17_112	114,45	-13,53%
S9_5#17_28	79,30	S9_5#17_28	71,76	-9,51%
S9_10#17_28	156,96	S9_10#17_112	116,51	-25,78%
<b>Média</b>	116,33±34,95		98,40±21,23	-13,71±8,61%
<b>BLOCO: INT_112/196</b>				
CP	Volume fissura ( $\text{m}^3$ )	CP	Volume fissura ( $\text{m}^3$ )	$\Delta\%$ Fissura
R#17_112	110,84	R#17_196	90,94	-17,96%
S9#16_112	77,44	S9#16_196	70,83	-8,54%
S9_5#16_112	67,18	S9_5#16_196	60,65	-9,73%
S9_10#17_112	116,51	S9_10#17_196	101,85	-12,58%
<b>Média</b>	92,99±24,35		81,07±18,72	-12,20±4,20%
<b>BLOCO: SUB_112/196</b>				
CP	Volume fissura ( $\text{m}^3$ )	CP	Volume fissura ( $\text{m}^3$ )	$\Delta\%$ Fissura
R#16_112	90,87	R#16_196	80,32	-11,61%
S9#17_112	114,45	S9#17_196	100,22	-12,44%
S9_5#17_112	71,76	S9_5#17_196	65,55	-8,65%
S9_10#16_112	83,51	S9_10#16_196	70,18	-15,96%
<b>Média</b>	90,15±18,01		79,07±15,39	-12,16%±3,01%

Os resultados da Tabela 16 mostraram que os volumes das fissuras se situaram no intervalo de 60,65 a 156,96 mm<sup>3</sup>, enquanto as reduções desses, nos períodos de 84 dias (28 a 112 ou 112 a 196 dias) flutuaram entre 6,04% a 25,78%.

Há de se considerar, como indicado por Silva et al. (2021), que a dimensão (abertura) interfere no evento de autocatrização. Os coeficientes de variações para os volumes de fissuras dos blocos  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\gamma$  foram 0,30, 0,26 e 20, respectivamente, o que é uma variabilidade relativamente pequena. As taxas de variações da Tabela 18 são mostradas na Figura 64.



**Figura 64** – Variações percentuais dos volumes das fissuras no tempo ( $\Delta\%$  Fissura)

Avaliando os resultados dentro de cada bloco, se extraíram as seguintes hipóteses:

- Bloco  $\alpha$ : Dos 28 aos 112 dias, para o ciclo intermitente, as amostras com BFS apresentaram reduções nos volumes das fissuras maiores do que a redução para a amostra de referência (Ref). É provável que a hidratação tardia da BFS seja o principal evento que contribui para estes resultados. Para S9\_5 e S9\_10 há de considerar também que o efeito é somado à carbonatação do  $\text{Ca(OH)}_2$ ;
- Bloco  $\beta$ : Dos 112 aos 196 dias, para o ciclo intermitente, a amostra de referência apresentou a maior taxa de redução do volume da fissura. As misturas S9\_10 e S9\_5 demonstraram taxas maiores que S9. Destes resultados, é razoável considerar que um evento que contribui para a explicação do resultado está na carbonatação do  $\text{Ca(OH)}_2$ , praticamente ausente na mistura S9, como visto na Fase [I] da pesquisa.

- Bloco  $\gamma$ : Dos 112 aos 196 dias, para os corpos de prova submersos, se deduziu que o evento mais provável para contribuir com a autocicatrização interna fosse a hidratação tardia das partículas do material cimentício. Neste contexto, se destacou a mistura S9\_10, com a maior taxa de variação do volume da fissura, seguida por S9. É provável que no meio submerso de S9\_10 houvesse a existência de  $\text{Ca(OH)}_2$ , o que contribuiu para ativar partículas de escória não hidratadas, e que em S9 houvesse grande quantidade de partículas não hidratadas na parede da fissura.

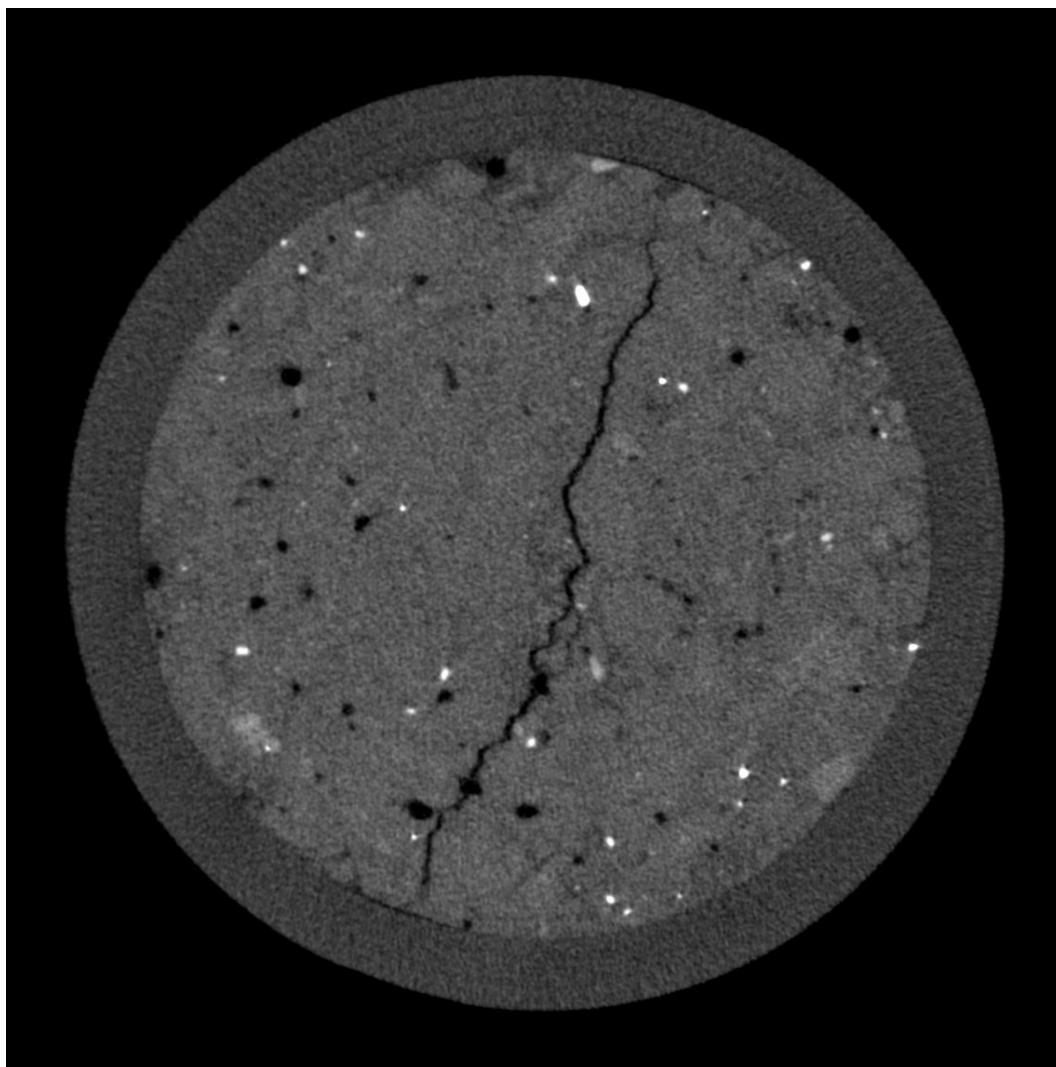
Avaliando os resultados entre os blocos, se extraíram as seguintes hipóteses:

- A mistura S9\_10 apresentou a maior capacidade de autocicatrização interna dentre aquelas com BFS nos 3 blocos analisados. Quando a condição é submersa (Bloco  $\gamma$ ), tal resultado é explicado pela hidratação tardia das partículas de BFS ativadas pelo  $\text{Ca(OH)}_2$ . Quando a condição é intermitente (blocos  $\alpha$  e  $\beta$ ), além da justificativa anterior, somasse o efeito decorrente da carbonatação do  $\text{Ca(OH)}_2$ ;
- A amostra Ref demonstrou uma menor taxa de redução do tamanho da fissura dos 28 aos 112 dias. Se esperava que pelo efeito da carbonatação  $\text{Ca(OH)}_2$  esse resultado fosse mais expressivo, como foi constatado dos 112 aos 196 dias, em que para o ciclo intermitente (blocos  $\beta$ ) a redução foi mais expressiva do que para a condição submersa (Bloco  $\gamma$ );
- Com relação à Ref, as amostras com BFS tenderam a apresentar resultados superiores de reduções dos volumes de fissuras dos 28 aos 112 dias no ciclo intermitente (Bloco  $\alpha$ ) e dos 112 aos 196 dias (Bloco  $\gamma$ ) para a condição submersa. Para o caso do Bloco  $\alpha$ , a maior capacidade de autocicatrização interna possivelmente é explicada pela existência de quantidade significativa de BFS nas paredes das fissuras sendo hidratadas, e à provável carbonatação de  $\text{Ca(OH)}_2$  nos casos de S9\_5 e S9\_10. Já para o Bloco  $\gamma$ , a condição submersa leva a acreditar que a hidratação tardia é o evento que mais contribuiu para os resultados obtidos.

#### 4.2.3.2. $\mu$ CT – Análise 2D

A  $\mu$ CT gera imagens transversais (CNUDDÉ; JACOBS, 2004) ao longo de todo o corpo de prova, que são empregadas na construção de imagens 3D (ver seção 2.3.3.2), que também permitem uma análise direta 2D ao longo do objeto analisado. Para cada cp foram produzidas cerca de 2000 imagens, ao longo da profundidade, com exceção das bordas que foram retiradas.

Na Figura 65 é apresentado um exemplo de imagem gerada referente à seção de nº 0445 do cp S9\_5#17 aos 196 dias. Para cada uma desta imagens foram calculadas as áreas de poros (escuras), o que permitiu analisar a distribuição porosa ao longo da profundidade e, indiretamente, da fissura, além do processo de fechamento/autocicatrização atuando nestes no tempo.

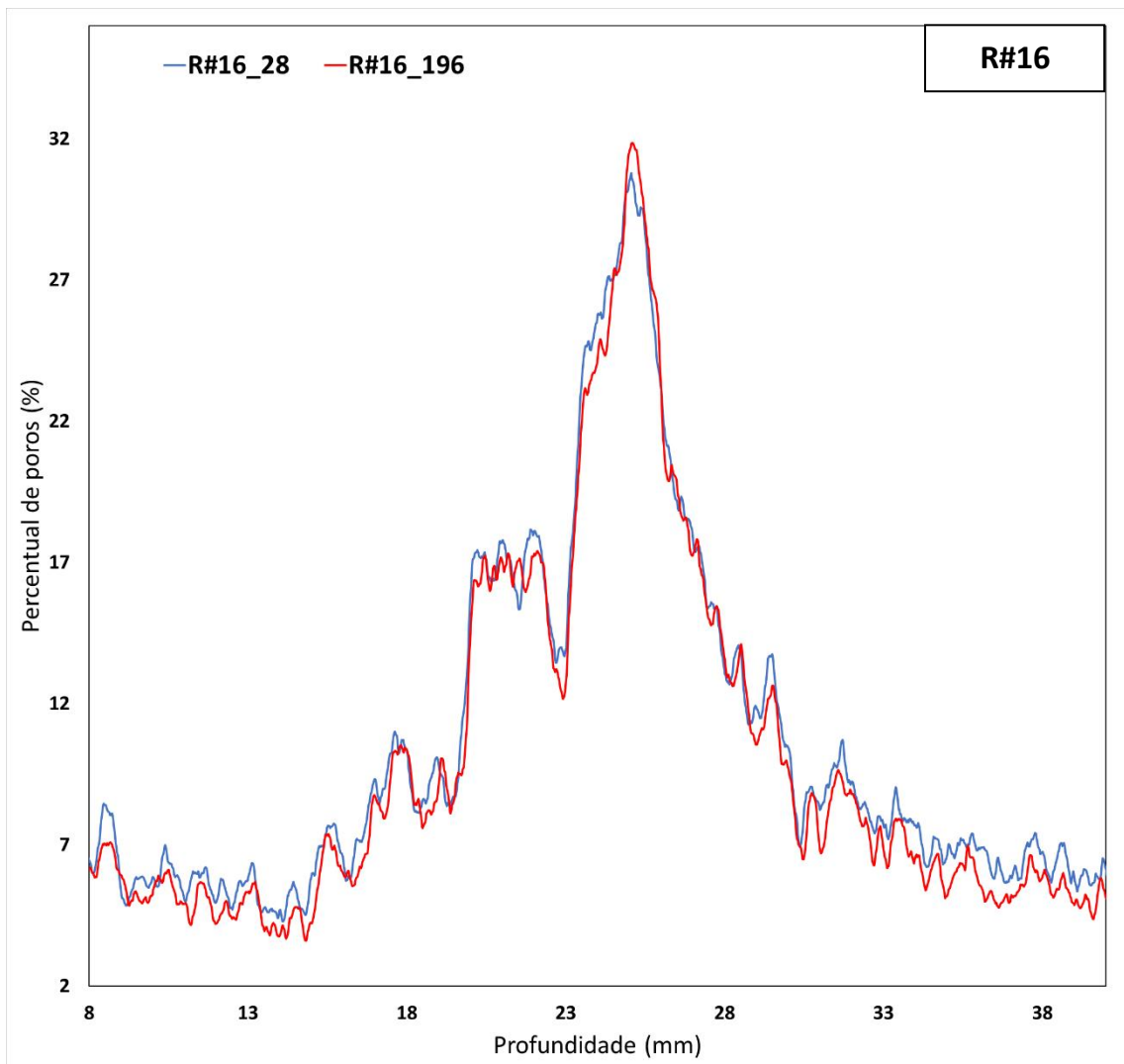


**Figura 65** – Seção 0445 do cp S9\_5#17 aos 196 dias

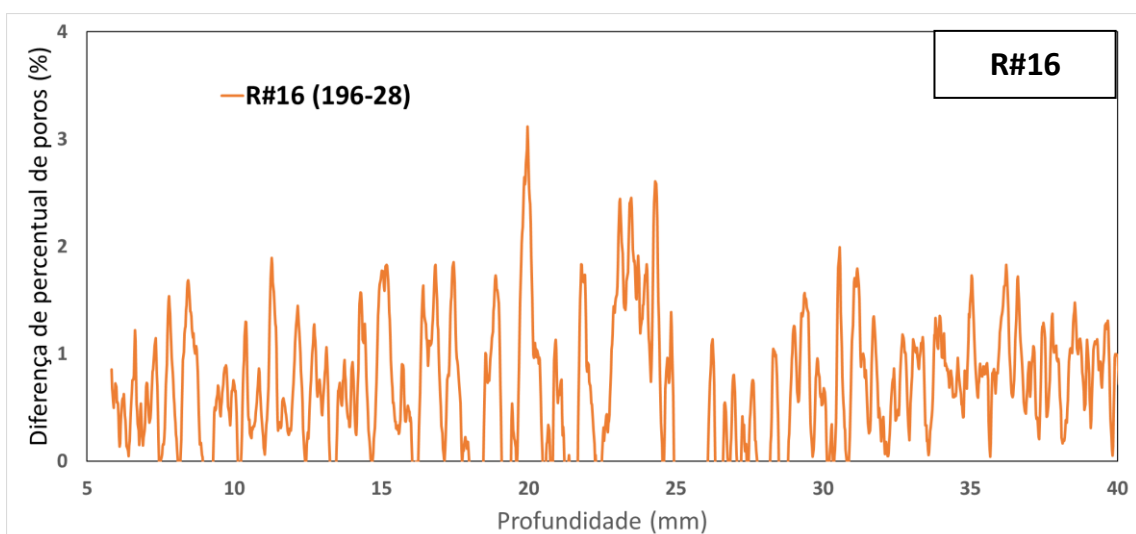
Na análise 2D, assim como na 3D, não foram observados os comportamentos nas bordas dos cps, desconsideradas no processo de construção das imagens. Nesta etapa ocorreram

problemas nas tentativas de isolar cada fissura. Então, foi feita uma investigação considerando toda a rede porosa. Selecionaram-se os cps R#16, S9#17, S9\_5#17 e S9\_10#16, todos submetidos à condição de cura submersa.

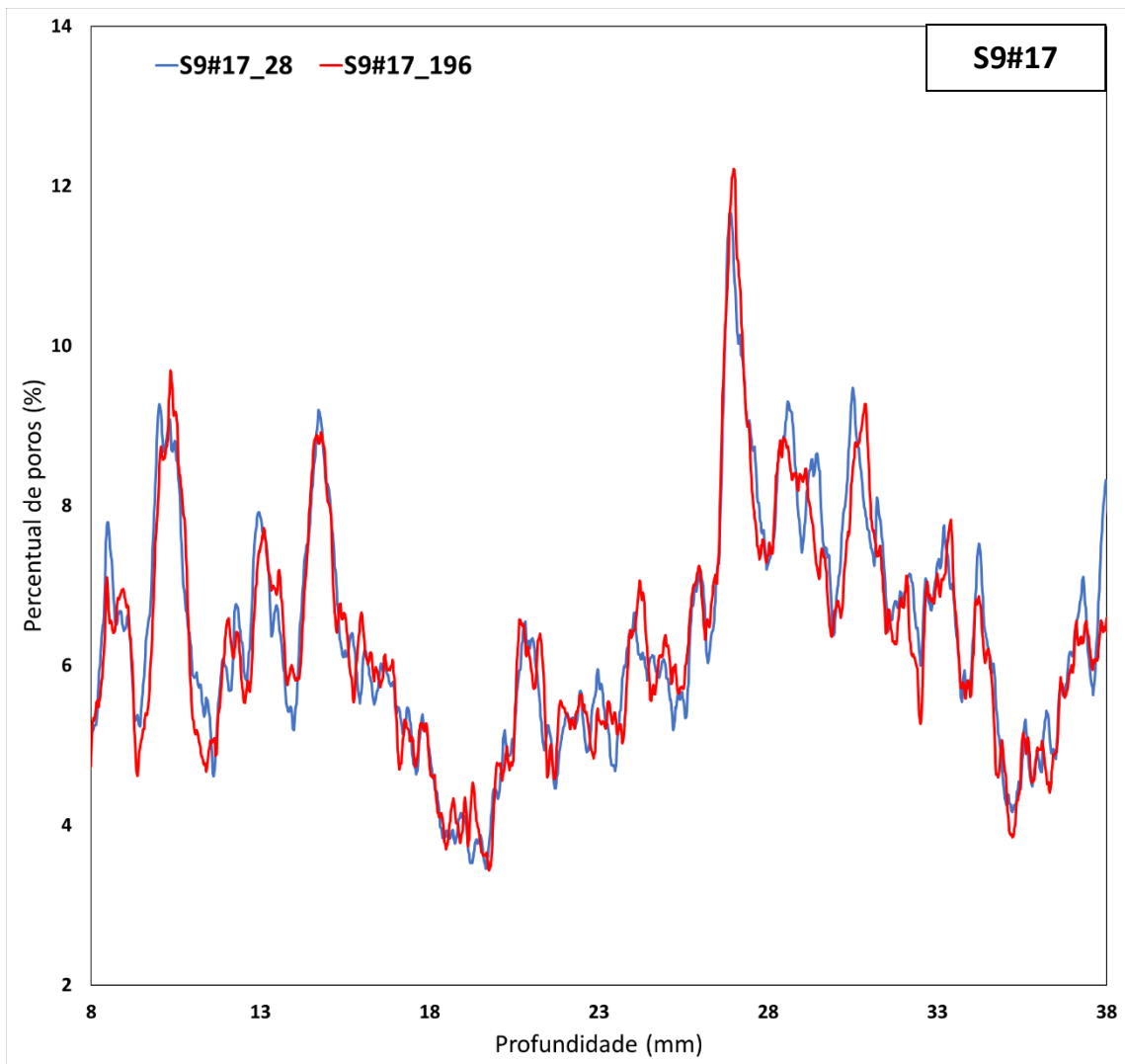
Para cada cp foram plotados dois tipos de gráficos: um que relacionou o percentual de poros ao longo da profundidade (figuras 66, 68, 70 e 72); e outro que mostrou a diferença de percentuais (entre 28 e 196 dias) para um mesmo cp (figuras 67, 69, 71 e 73). Não foi possível aferir precisamente resultados quantitativos, contudo, foram extraídos alguns indicativos do comportamento da rede porosa e da fissura, de forma indireta, ao longo da profundidade.



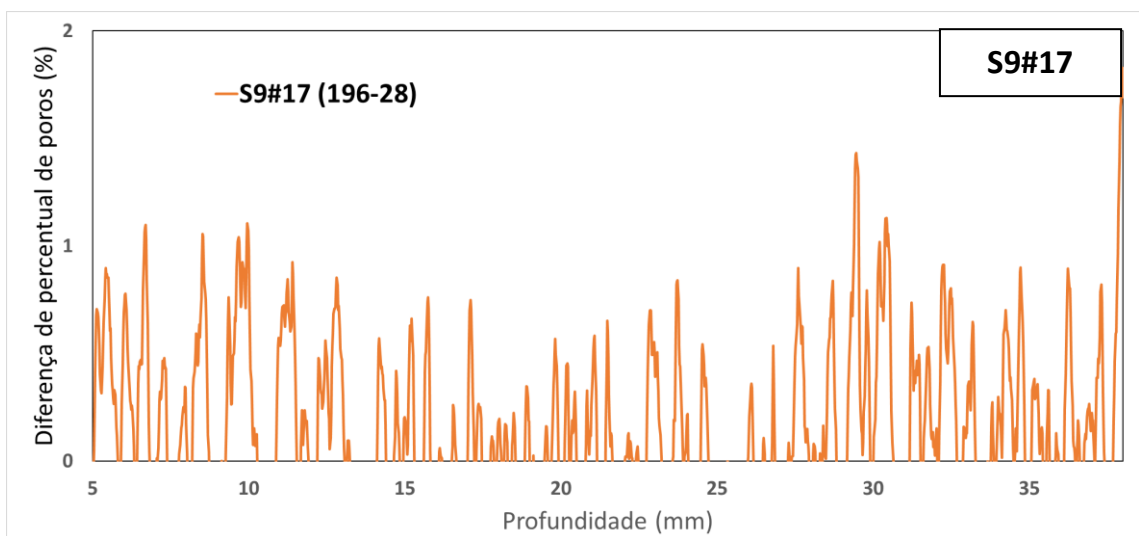
**Figura 66** – Percentual de poros x profundidade para R#16



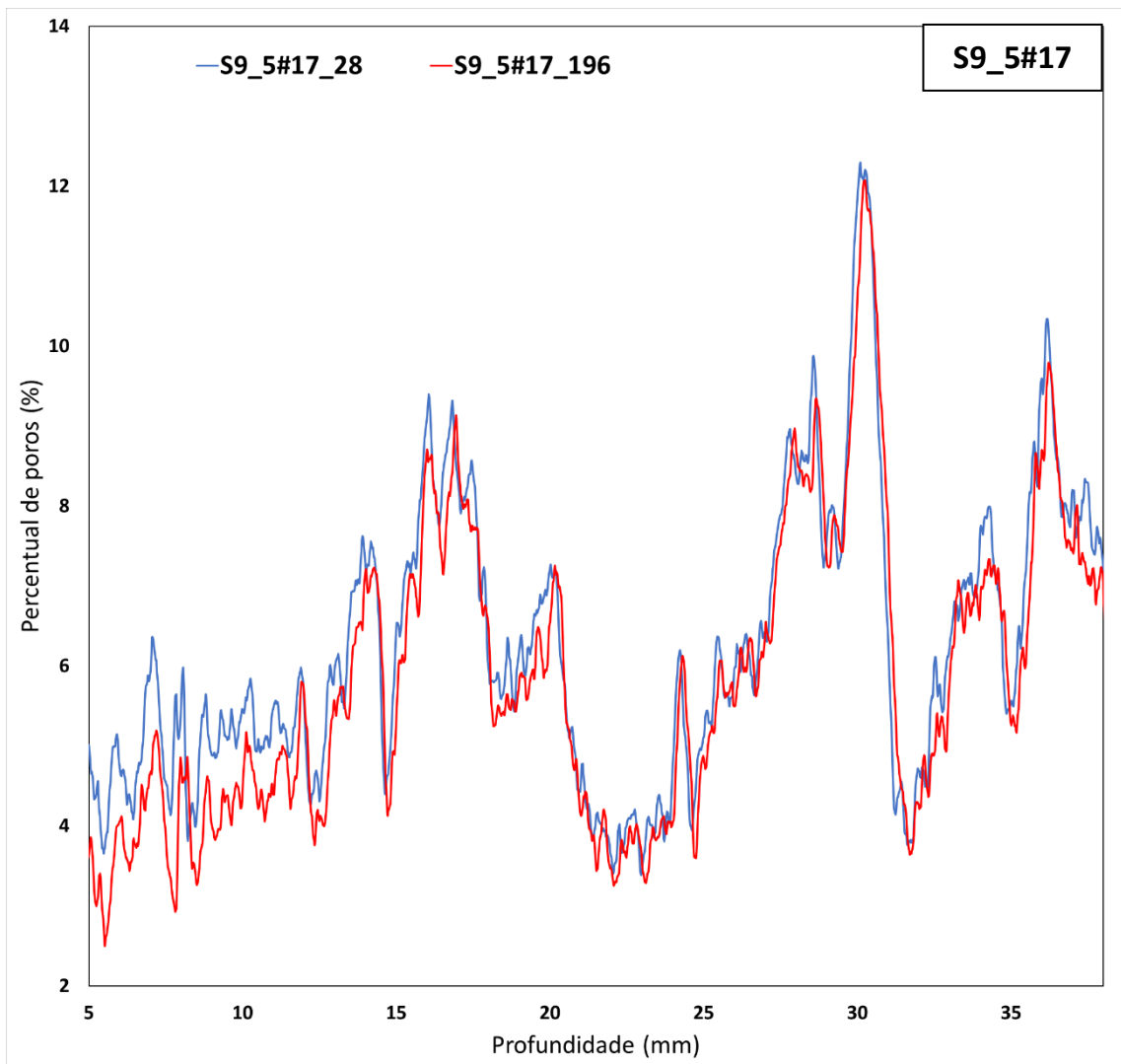
**Figura 67** – Diferença de percentual de poros x profundidade para R#16



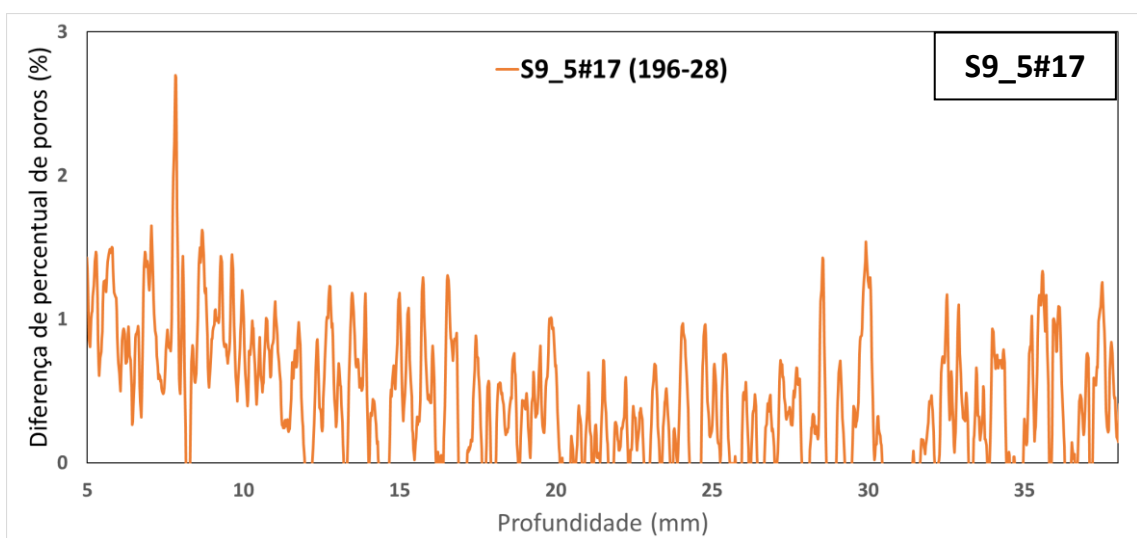
**Figura 68** – Percentual de poros x profundidade para S9#17



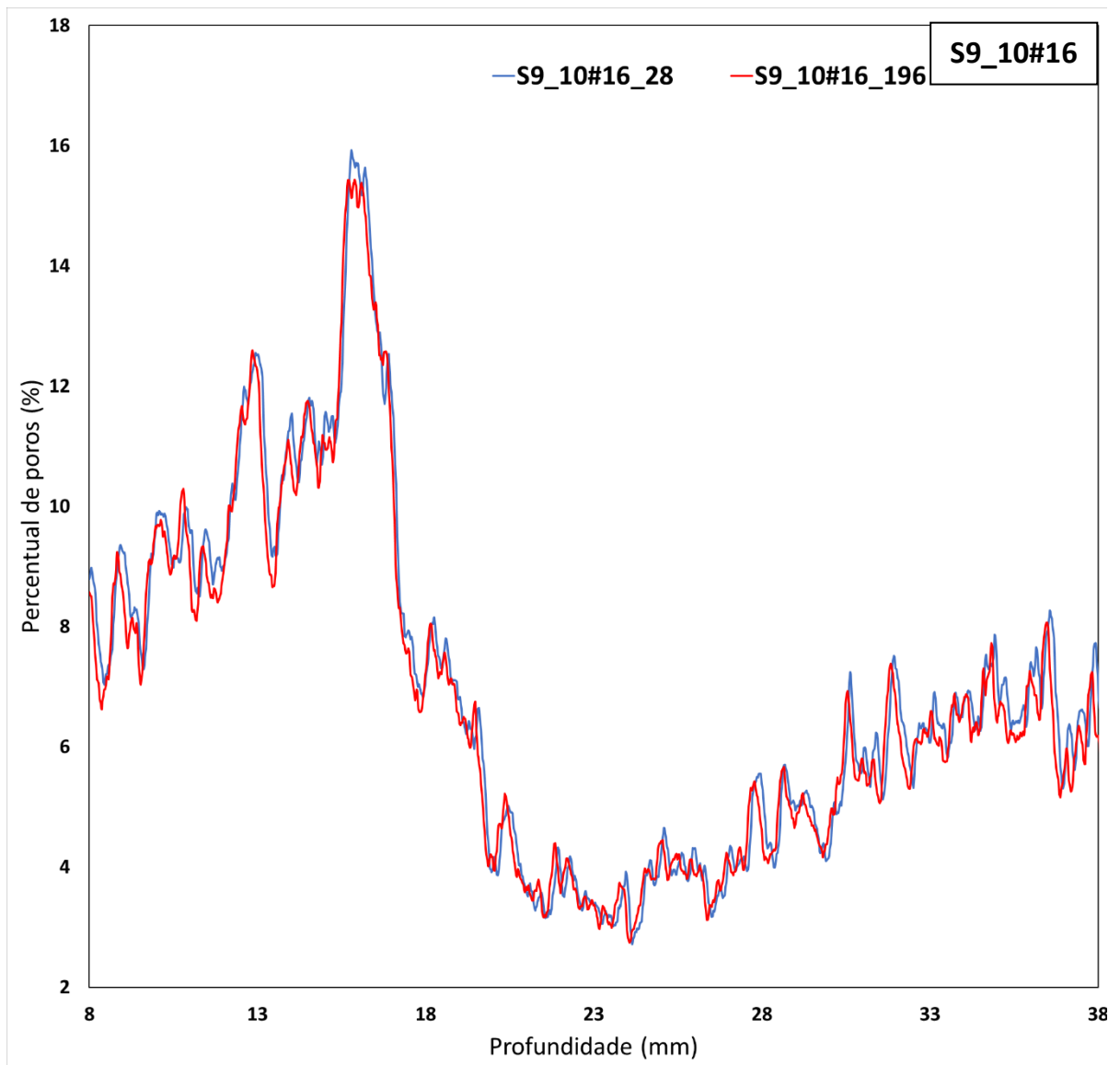
**Figura 69** – Diferença de percentual de poros x profundidade para S9#17



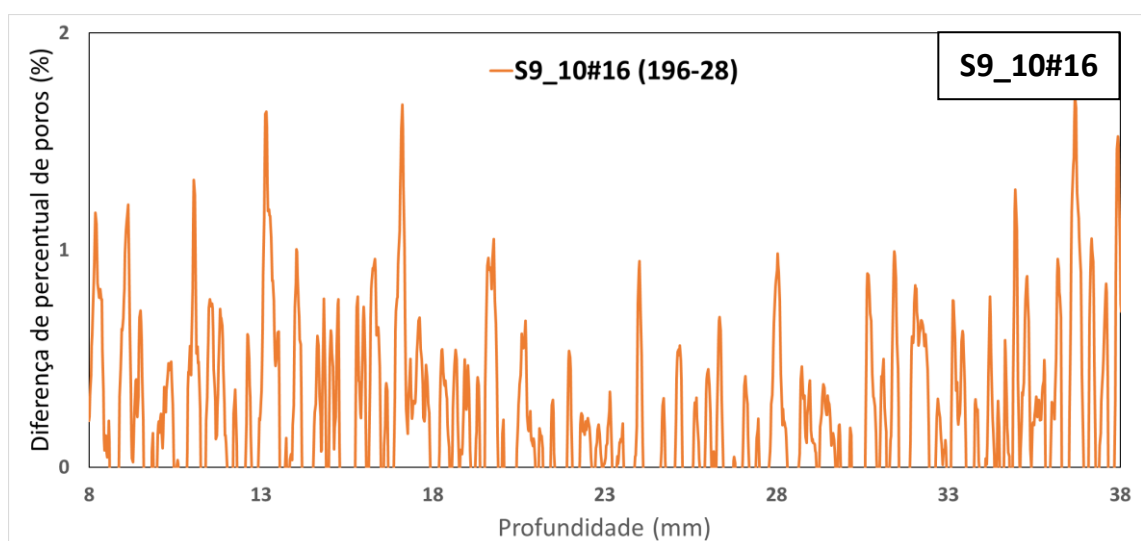
**Figura 70** – Percentual de poros x profundidade para S9\_5#17



**Figura 71** – Diferença de percentual de poros x profundidade para S9\_5#17



**Figura 72** – Percentual de poros x profundidade para S9\_10#16



**Figura 73** – Diferença de percentual de poros x profundidade para S9\_10#16

Para Ref (como para R#16 – Figura 66), constatou-se uma maior concentração de poros no centro dos cps, o que sugere que a dimensão da fissura é também maior na região central. Já para as amostras com BFS, como no caso de S9#17 (Figura 68), S9\_5#17 (Figura 70) e S9\_10#16 (Figura 72) verificou-se que as aberturas das fissuras tenderam a ser maiores próximo às bordas. Os comportamentos de rupturas (fissuração) tão distintos foram entendidos como intrínsecos às características decorrentes da substituição de 90% de CP V-ARI por BFS.

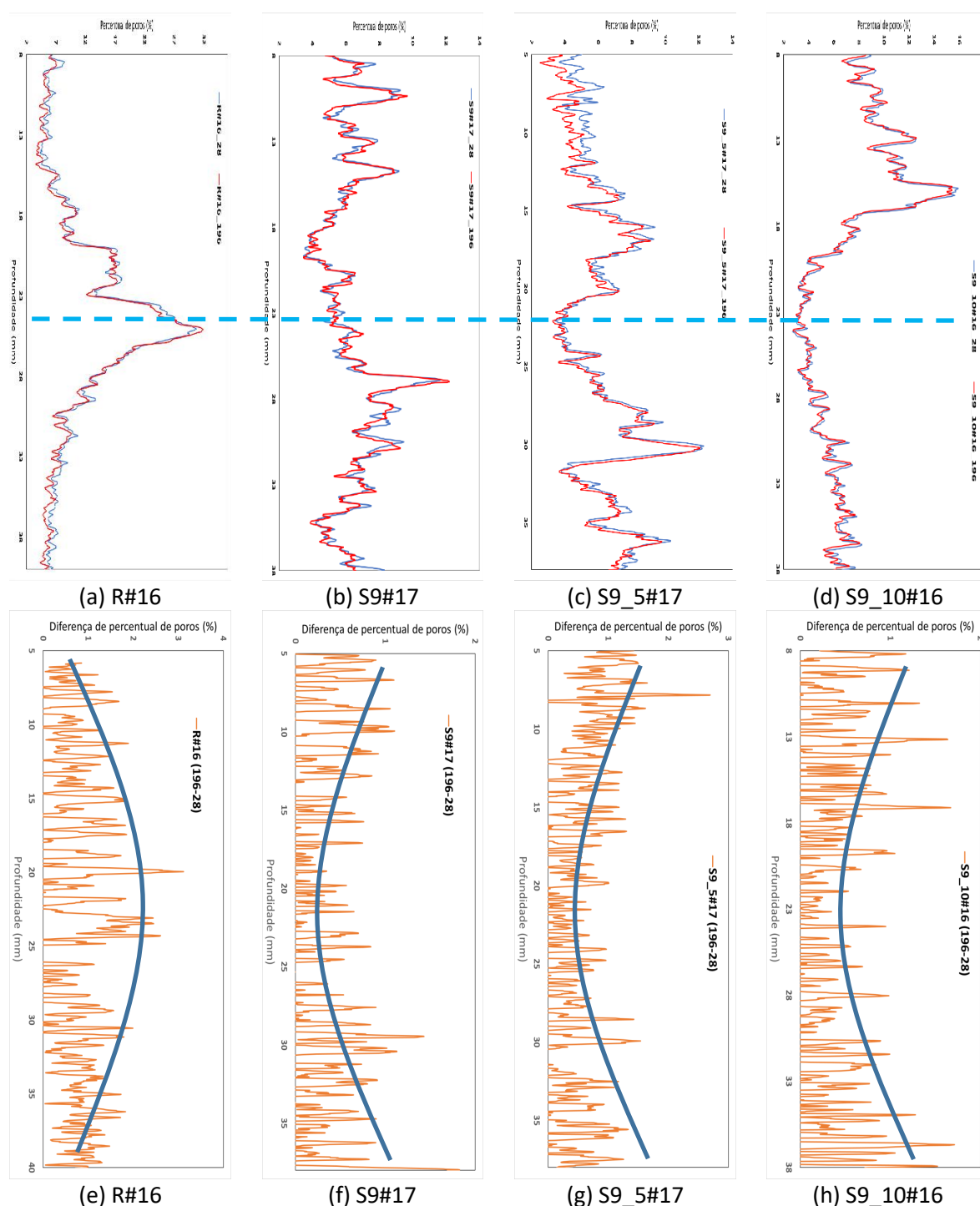
Em geral, comparando as curvas de percentuais de poros dos 28 aos 196 dias, para todos os cps, foi visual a tendência de deslocamento da curva para baixo, o que corroborou com a afirmação de reduções dos percentuais de poros (e fissuras) no período analisado, como feito na seção 4.2.3.1. Comparando as áreas abaixo da curva, as reduções (entre 28 e 196 dias) foram de 906,9, 196,17, 846,6 e 318,1 %·mm para R#16 (Figura 66), S9#17 (Figura 68), S9\_5#17 (Figura 70) e S9\_10#16 (Figura 72).

Contudo, as reduções de poros e, indiretamente, também das fissuras, pela análise 2D, não puderam ser admitidas como resultados precisos, haja vista a possibilidade de erros, como aqueles decorrentes da diferença de inclinação do cp com relação à horizontal em diferentes idades. Isto é, fatias 2D (Figura 65) de um mesmo cp aos 28 dias possivelmente não possuem equivalentes exatas aos 196 dias, com mesmas posições e inclinações com relação ao eixo longitudinal do cp.

Somam-se aos erros a serem considerados na análise 2D: a ocorrência de ruídos, devidos à presença de água nos poros; e a resolução de 20  $\mu\text{m}$ , relativamente grande para aferir mudanças de volumes de poros pequenos.

Ficou entendido que estes erros foram menos impactantes para a análise da fissura isolada (como feito na seção 4.2.3.1), tendo em vista sua grande dimensão (comparada com os demais poros) e por ser um elemento aberto conectado à superfície, o que facilitou a saída de água no processo de secagem.

Na Figura 74 os resultados foram plotados lado a lado, o que possibilitou uma melhor análise comparativa.



**Figura 74** – Percentual de poros  $\times$  profundidade para (a) R#16 (b) S9#17 (c) S9\_5#16 (d) S9\_10#16 e Diferença de percentual de poros  $\times$  profundidade para (e) R#16 (f) S9#17 (g) S9\_5#16 (h) S9\_10#16

Para a análise de cada gráfico da Figura 74, partiu-se da consideração de que a fissura é o elemento que interfere de forma mais significativa no desenho dele. Ou seja, para o percentual de poros e a variação deste no tempo interpretou-se que ambos os resultados são diretamente proporcionais à dimensão da fissura e à variação desta no tempo.

Em especial, para os gráficos de (a) a (d) na Figura 74, quando analisados de forma comparativa, constatou-se que para a mistura Ref a fissura tendeu a apresentar dimensão maior na região central do corpo de prova. Ao contrário, para as amostras com BFS, a região central tendeu a demonstrar as menores dimensões.

Os resultados gráficos da Figura 74 corroboraram para a percepção da autocatrização interna. Os gráficos de (e) a (h) na Figura 74 indicaram a redução do percentual de poros (e da fissura) ao longo de cada cp no tempo. Comportamentos característicos foram identificados:

- para a mistura Ref, as fissuras demonstraram maiores reduções internas próximo ao meio do corpo de prova, como pode ser visto no gráfico (e) na Figura 74;
- por sua vez, as misturas com BFS, pelos gráficos de (f) a (h), demonstraram reduções internas maiores nas regiões próximas das bordas, com reduções menos expressivas no centro dos cp, análogo ao constatado por Snoeck et al. (2016) na autocatrização autógena de materiais cimentícios com adição de partículas de polímero superabsorvente sob cura intermitente.

Contribuiu para explicar as constatações acima o próprio formato da fissura. Isto é, nas regiões onde era maior o tamanho da fissura, maior também tendeu a ser a redução do percentual de poros.

Cabe observar que os resultados da rede porosa aqui na Fase [II], com resolução de 20  $\mu\text{m}$ , não são comparáveis com aqueles da Fase [I], em que a resolução foi de 6  $\mu\text{m}$ , alcançando inclusive poros capilares.

#### 4.2.4. Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS (MEV/EDS)

A microscopia eletrônica de varredura possibilitou a visualização de materiais preenchendo as fissuras e/ou depositados nas paredes delas, reduzindo as dimensões das aberturas. Foi possível também constatar como que se desenvolveu o fechamento da fissura (próxima à borda, mais interno, película fina etc.)

Desse modo, a análise dos resultados de MEV foram separados em duas seções. Uma para análise do tipo de material na fissura, e outro para a análise das disposições do material na fissura.

##### 4.2.4.1. Características dos materiais preenchendo as fissuras

Na sequência são apresentadas imagens (da Figura 75 a Figura 91) da fissura das amostras, de todas as misturas, aos 112 dias, para as condições de cura intermitente e submersa. Juntamente são apresentados os resultados de microanálises dos materiais formados no interior (ou parede) das fissuras.

Pela morfologia dos materiais e pelos resultados de microanálises, foram deduzidos os possíveis compostos que estão se formando nas fissuras. No Quadro 7 consta um resumo dessas deduções.

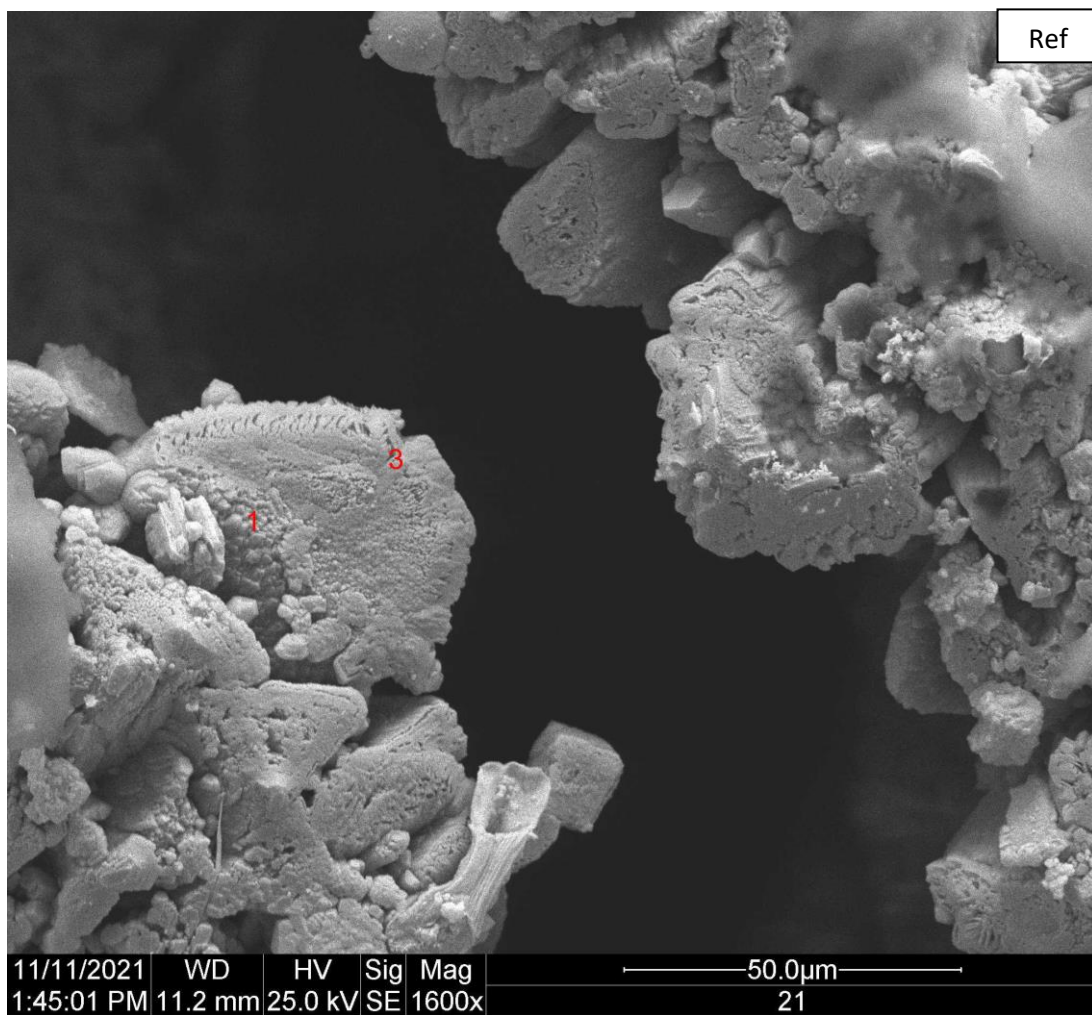
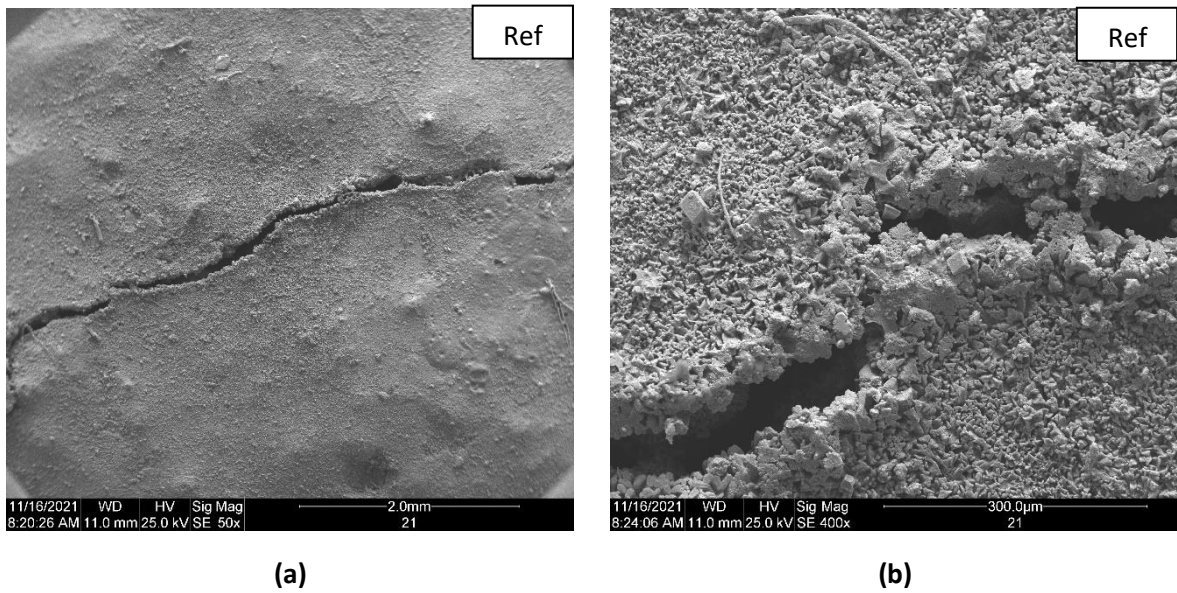
**Quadro 7** – Quadro resumo dos resultados de microscopia eletrônica de varredura

<b>Mistura</b>	<b>Condição de cura</b>	<b>Materiais na fissura</b>	<b>Figuras</b>
Ref	Intermitente	CaCO <sub>3</sub> , Ca(OH) <sub>2</sub> e outros produtos com grandes quantidades de cálcio	Figura 75; Figura 76
Ref	Submersa	CaCO <sub>3</sub> e outros produtos com grandes quantidades de cálcio	Figura 77, Figura 78
S9	Intermitente	C-S-H e outros produtos com Ca, Si e Al	Figura 79, Figura 80
S9	Submersa	C-S-H e outros produtos com Ca, Si e Al	Figura 81, Figura 82
S9_5	Intermitente	C-S-H e outros produtos com Ca, Si e Al	Figura 83, Figura 84
S9_5	Submersa	C-S-H e outros produtos com Ca, Si e Al	Figura 85, Figura 86,
S9_10	Intermitente	C-S-H, CaCO <sub>3</sub> , e outros produtos com Ca, Si e Al	Figura 87, Figura 88, Figura 89
S9_10	Submersa	Materiais com grande quantidade cálcio	Figura 90, Figura 91

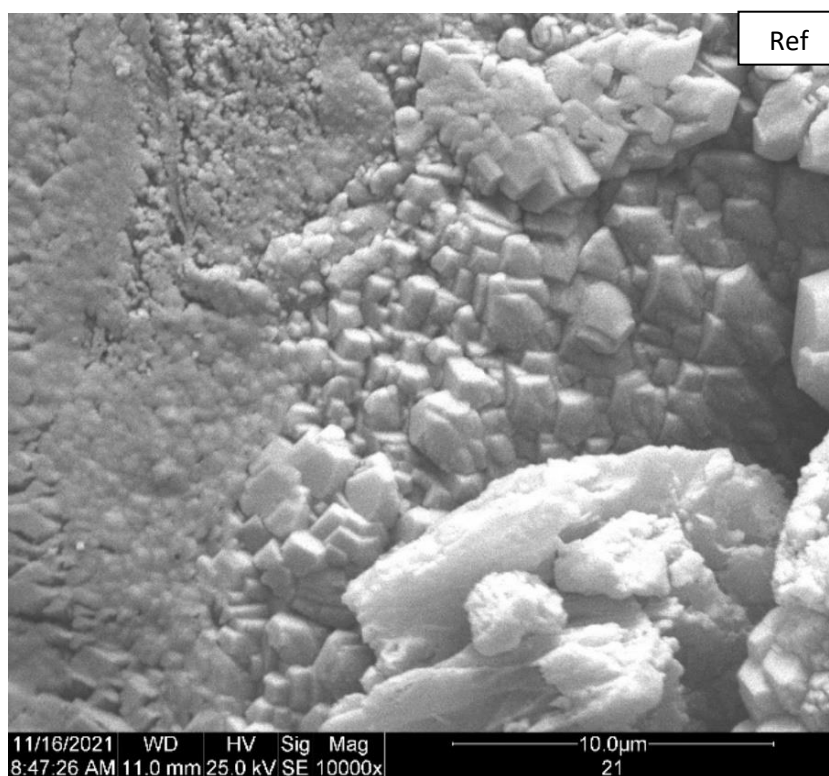
Após análises dos resultados, de modo geral, foram eleitas as seguintes hipóteses:

- Para Ref, nas condições submersa e intermitente, há predominância de preenchimento por materiais com grande quantidade de cálcio, possivelmente sendo eles o CaCO<sub>3</sub> e Ca(OH)<sub>2</sub>, este último em processo de carbonatação;

- Já para S9 e S9\_5, nas condições submersa e intermitente, os materiais nas paredes e/ou fechando as fissuras, se apresentaram com grandes quantidades de Ca, Si e Al, o que sugeriu que se tratava de aluminatos e silicatos, em especial o C-S-H.
- De modo particular, para o S9\_10, na condição intermitente, constataram-se materiais com grandes quantidades de Ca, Si e Al, enquanto na condição submersa, os materiais verificados se apresentaram com grande quantidade de cálcio, mas sem morfologia de  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{Ca(OH)}_2$ .



**Figura 75** – MEV de cp fissurado para a mistura Ref aos 112 dias sob cura **intermitente** com ampliação de (a) 50x, (b) 400x e (c) 1600x identificando pontos 1 e 3 nos materiais formados na parede da fissura

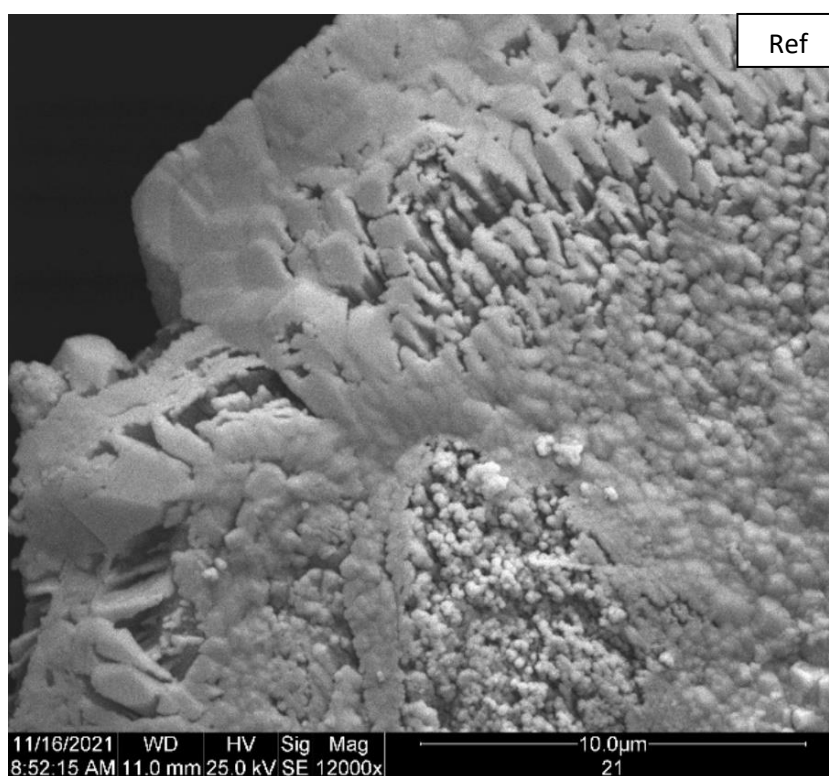


(a)

Element	Weight%
C	3.25 +/- 0.80
O	2.45 +/- 0.68
Al	-0.01 +/- 0.09
Si	0.13 +/- 0.09
S	-0.13 +/- 0.33
Ca	10.37 +/- 0.20
Au	44.86 +/- 0.81
Totals	60.93

Element	Atomic%
C	29.73
O	16.79
Al	-0.03
Si	0.51
S	-0.44
Ca	28.42
Au	25.01
Totals	100.00

(b)



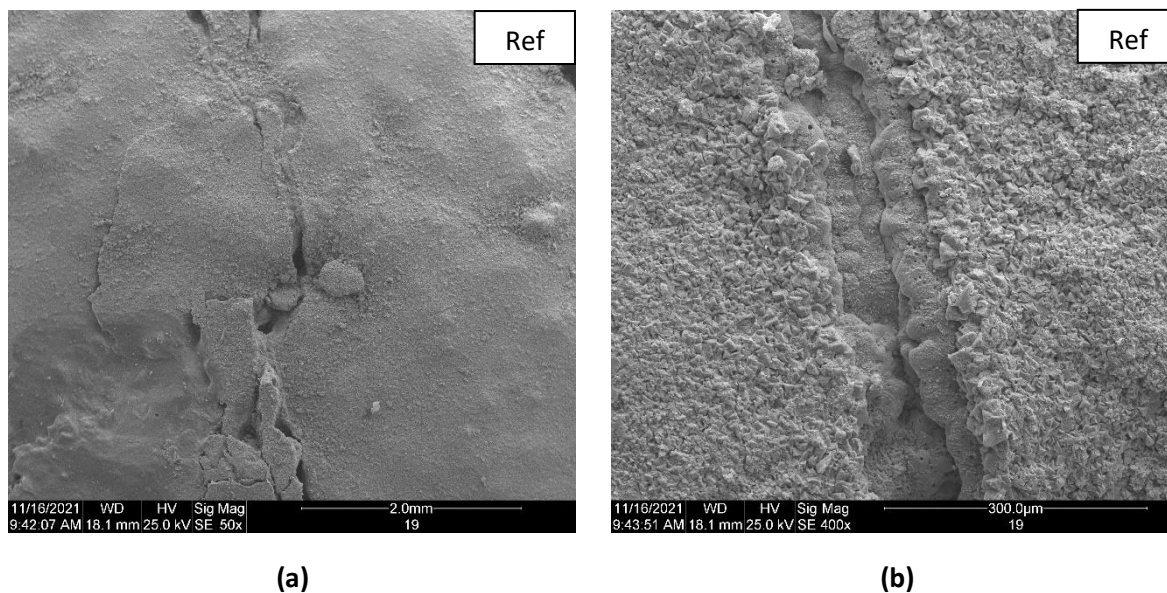
(c)

Element	Weight%
C	2.31 +/- 0.56
O	1.31 +/- 0.43
Al	0.09 +/- 0.06
Si	0.04 +/- 0.07
S	-0.26 +/- 0.25
Ca	7.92 +/- 0.15
Au	39.74 +/- 0.61
Totals	51.15

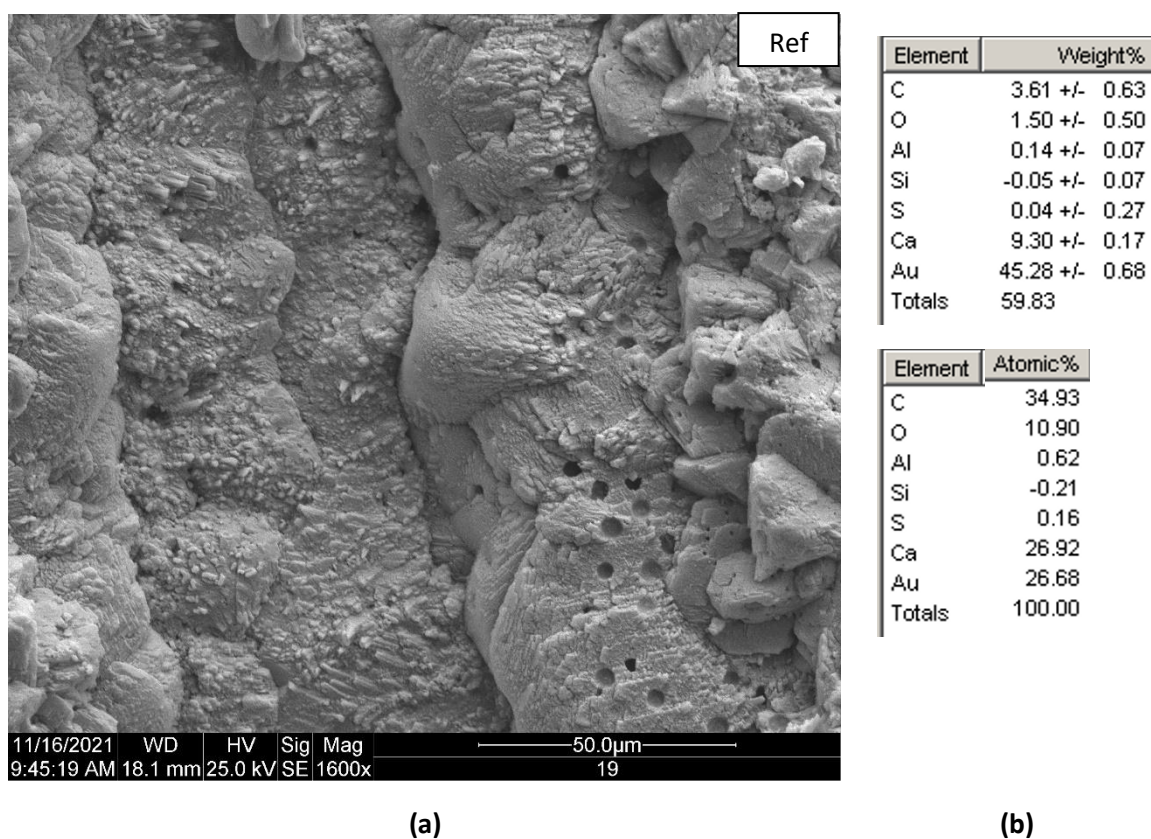
Element	Atomic%
C	28.71
O	12.25
Al	0.48
Si	0.22
S	-1.22
Ca	29.47
Au	30.08
Totals	100.00

(d)

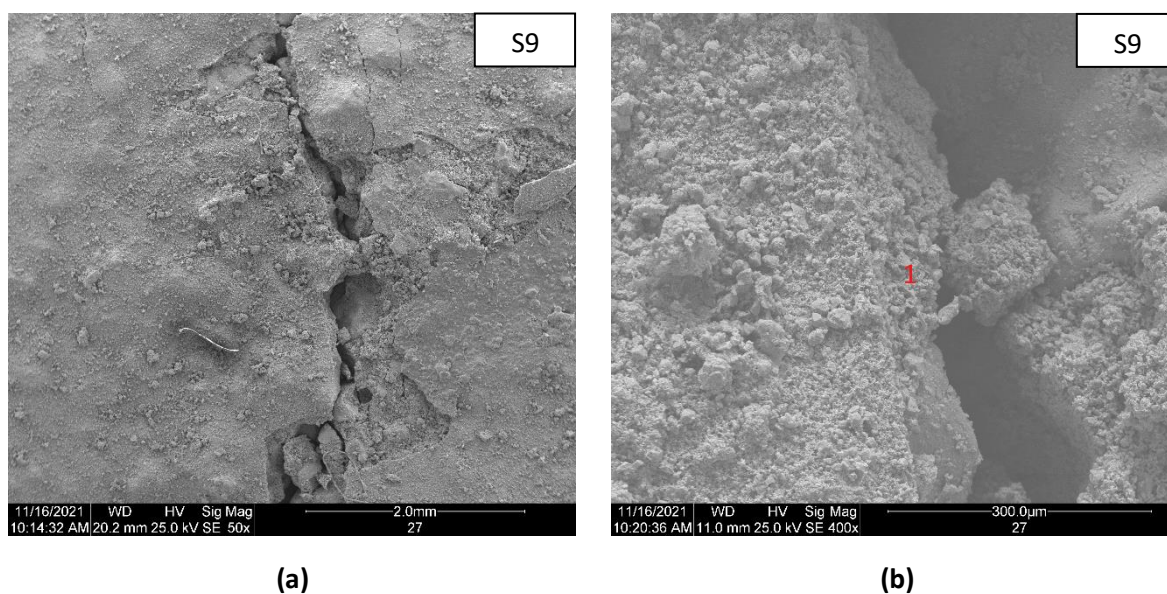
**Figura 76** – MEV de cp fissurado para a mistura Ref aos 112 dias sob cura **intermitente** com ampliação de 10000x dos pontos (a) 1 (b) 3 da Figura 75 e dos resultados de microanálises com EDS de (c) 1 e (d) e 3



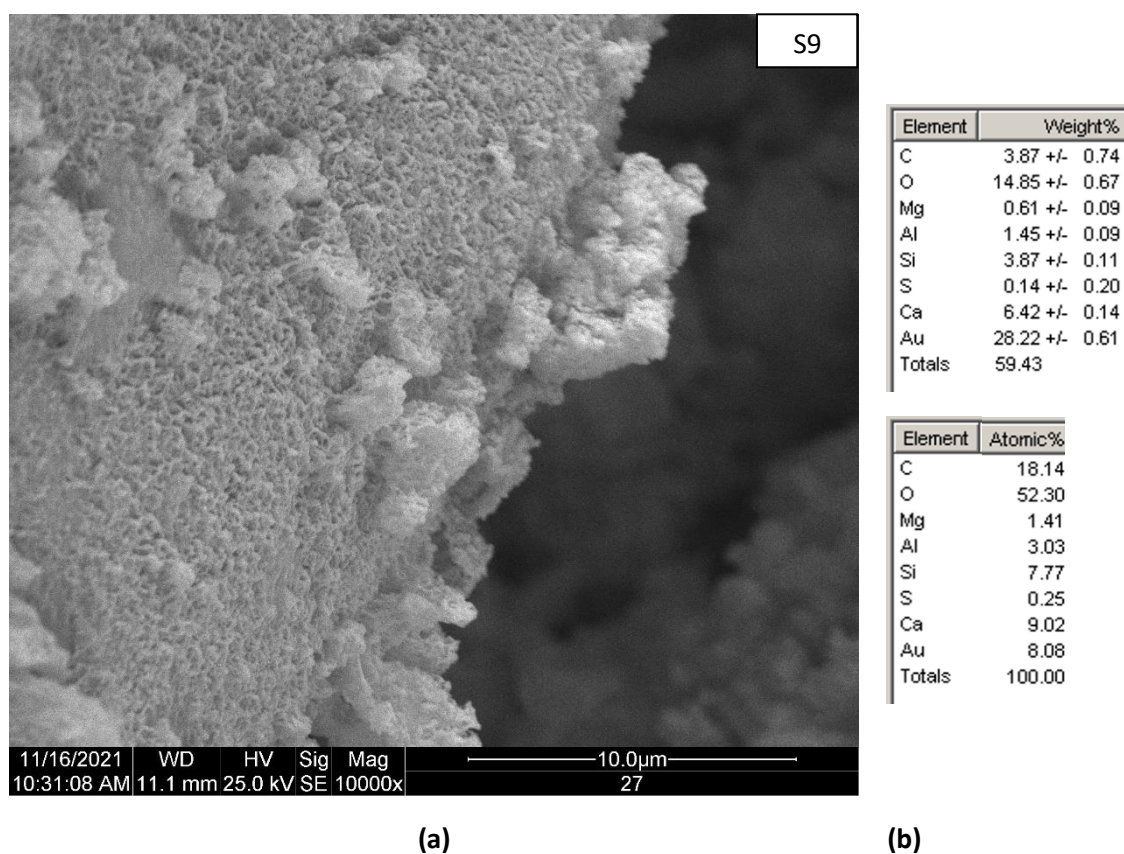
**Figura 77** – MEV de cp fissurado para a mistura Ref aos 112 dias sob condição de cura **submersa** com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



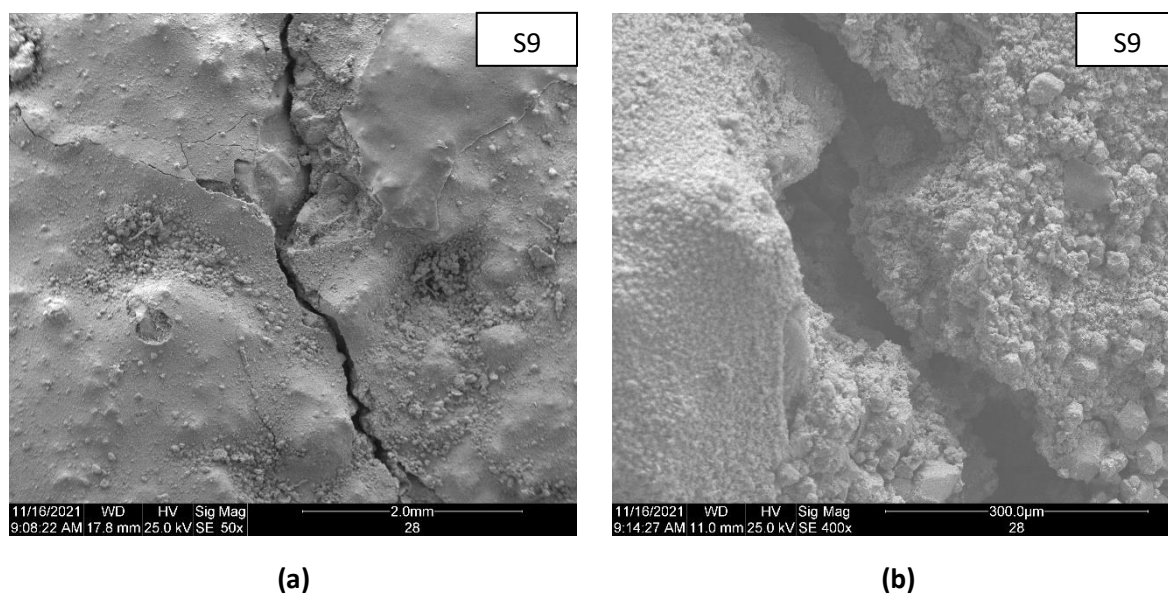
**Figura 78** – MEV de cp fissurado para a (a) mistura Ref aos 112 dias sob condição **submersa** com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno à fissura



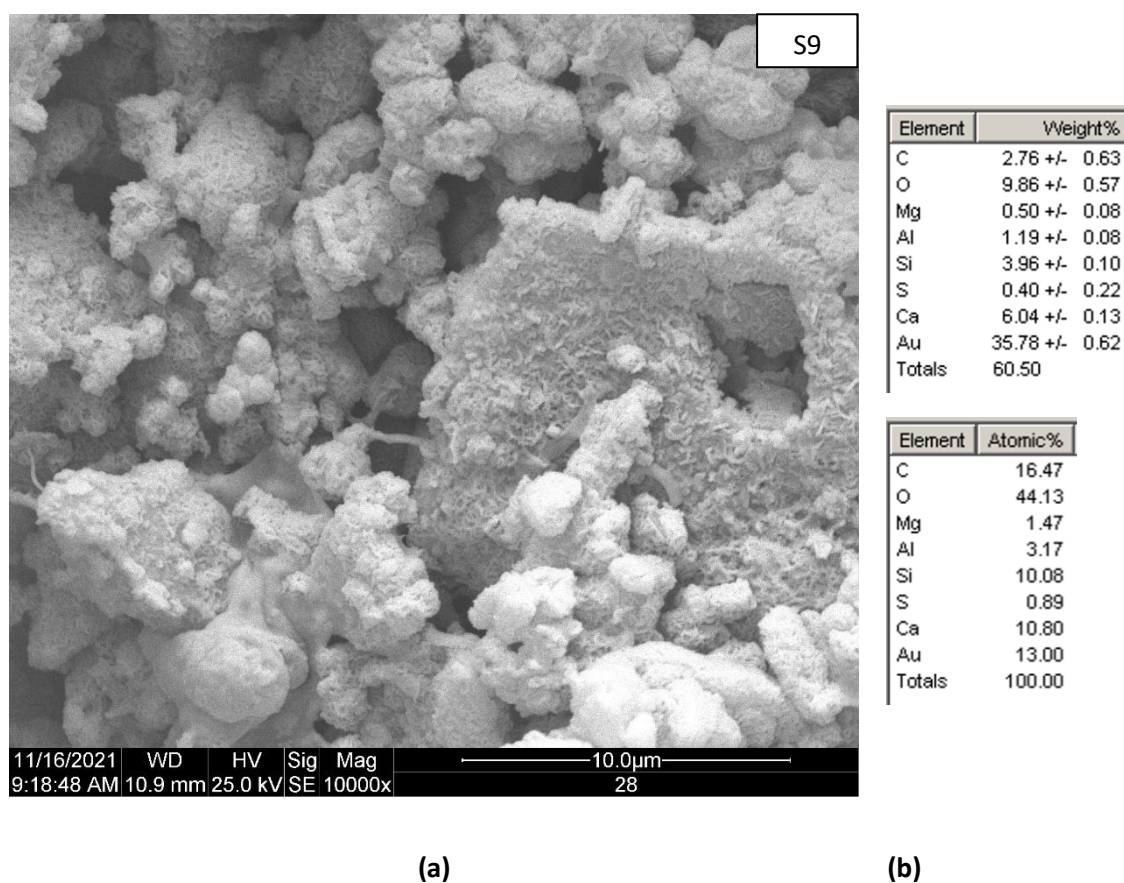
**Figura 79** – MEV de cp fissurado para a mistura S9 aos 112 dias sob condição de cura **intermitente** com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



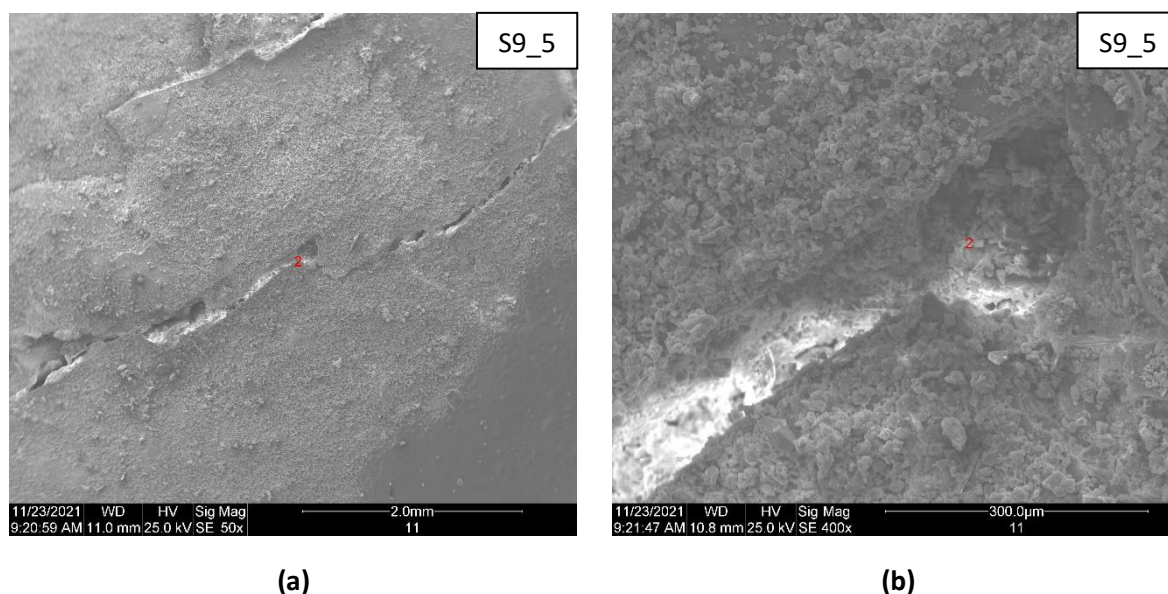
**Figura 80** – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9 aos 112 dias sob condição **intermitente** com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura



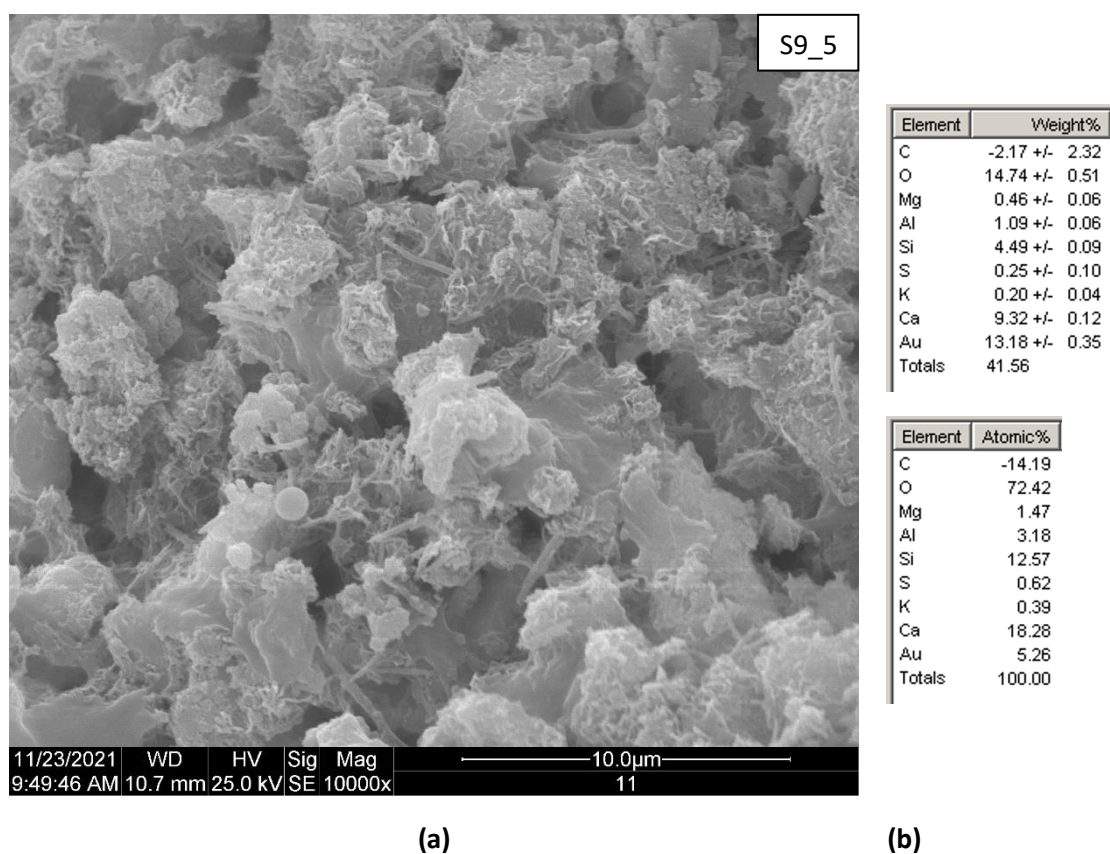
**Figura 81** – MEV de cp fissurado para a mistura S9 aos 112 dias sob condição de cura **submersa** com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



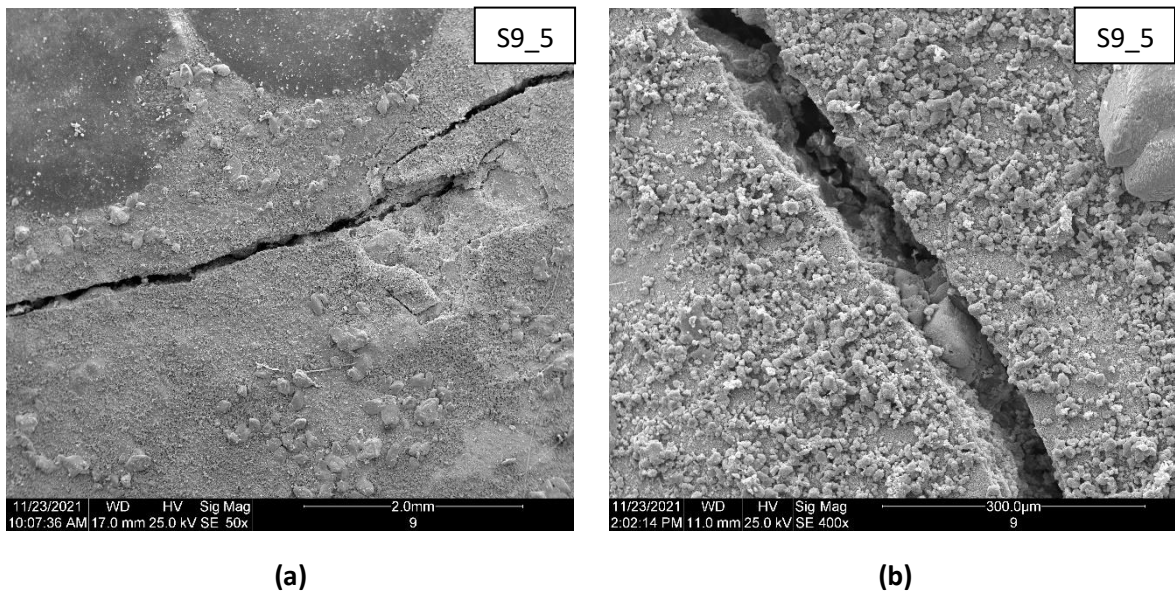
**Figura 82** – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9 aos 112 dias sob condição de cura **submersa** com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura



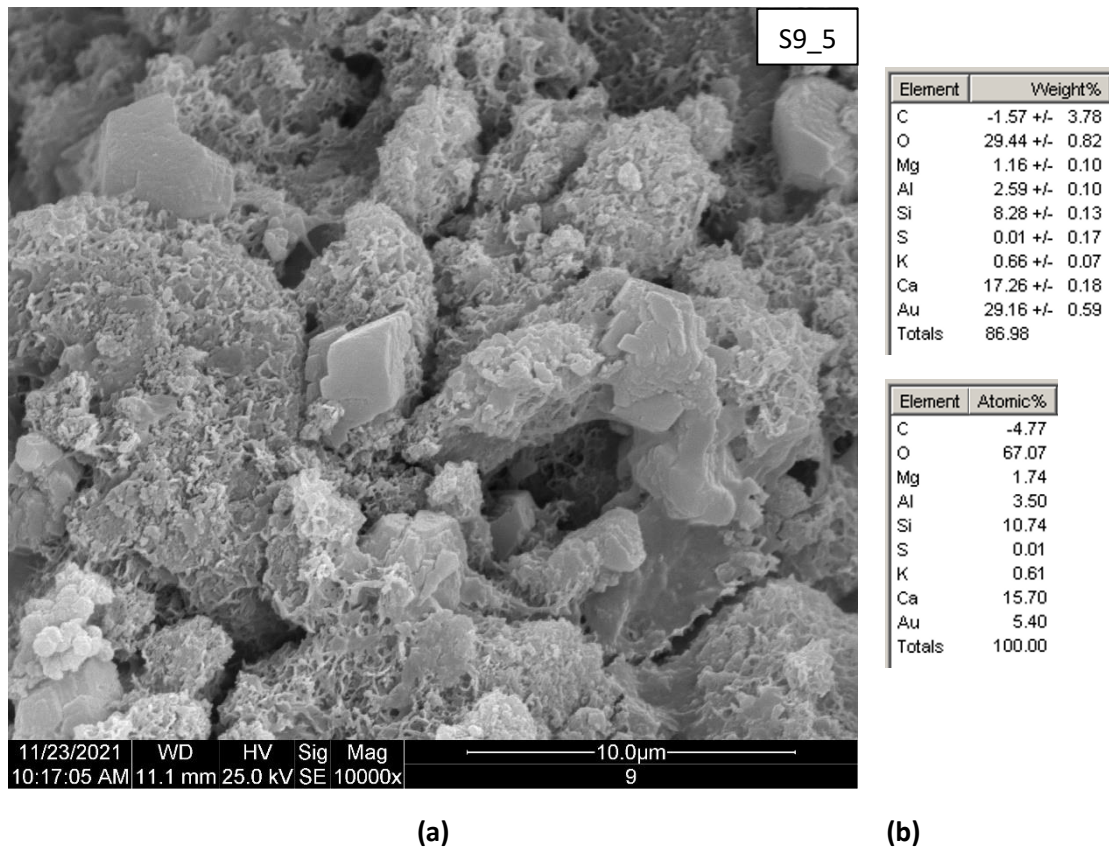
**Figura 83** – MEV de cp fissurado para a mistura S9\_5 aos 112 dias sob condição de cura **intermitente** com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



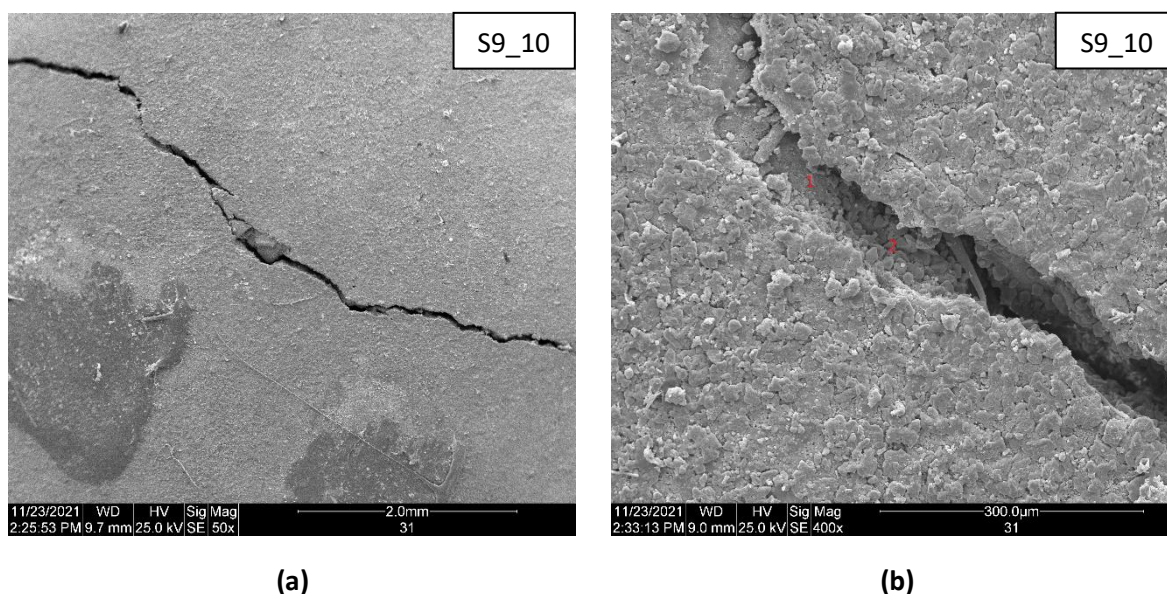
**Figura 84** – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9\_5 aos 112 dias sob condição **intermitente** com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura



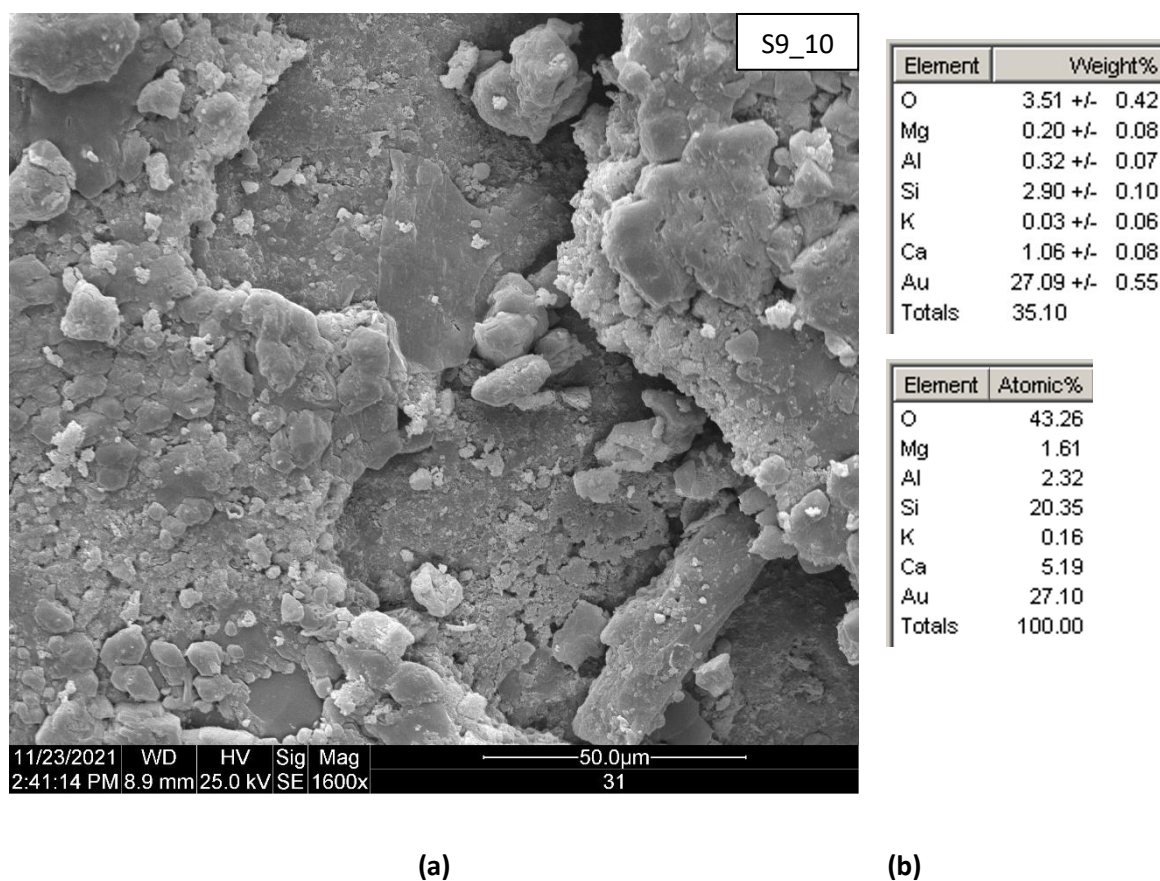
**Figura 85** – MEV de cp fissurado para a mistura S9\_5 aos 112 dias sob condição de cura **submersa** com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



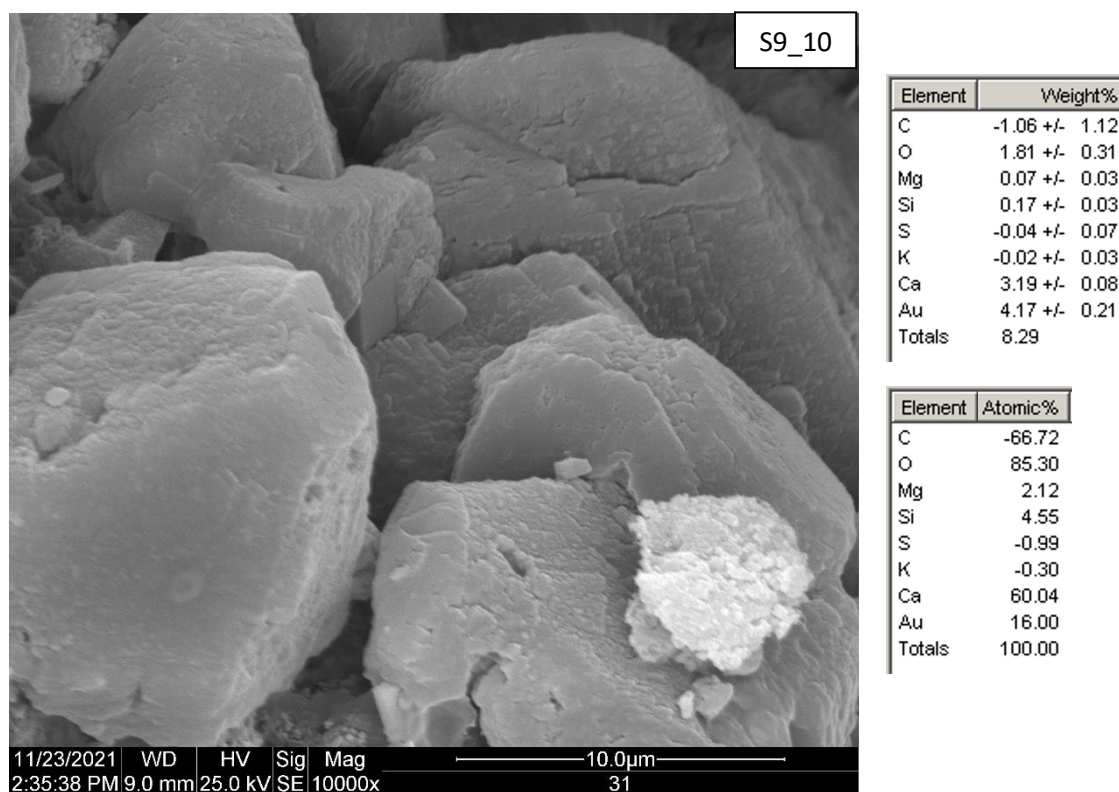
**Figura 86** – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9\_5 aos 112 dias sob condição de cura **submersa** com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura



**Figura 87** – MEV de cp fissurado para a mistura S9\_10 aos 112 dias sob condição de cura **intermitente** com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



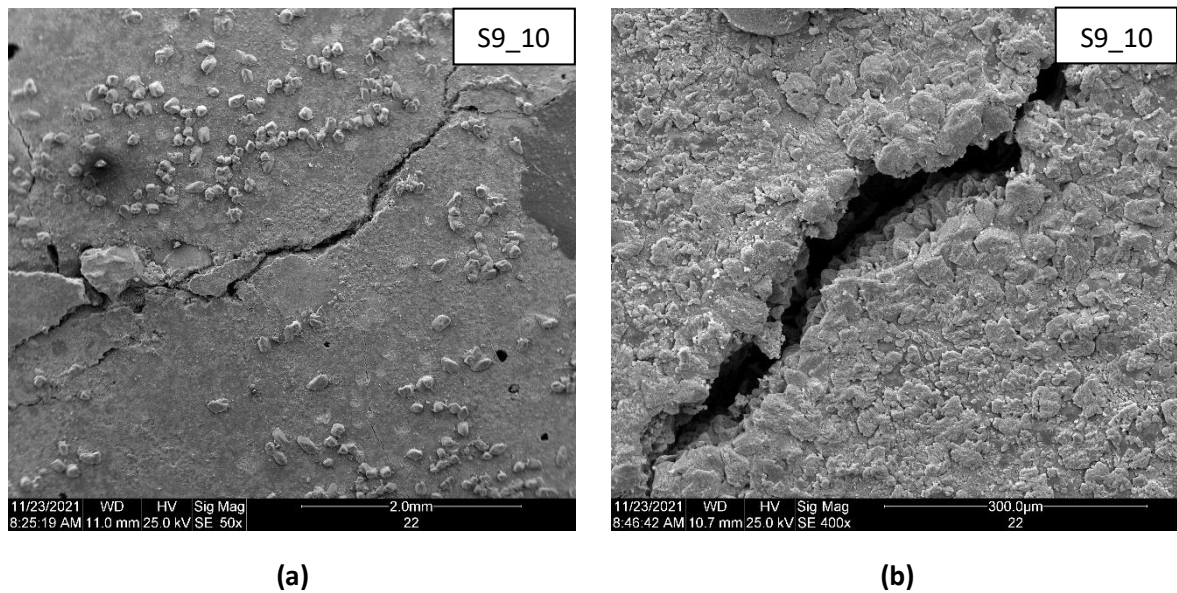
**Figura 88** – **PONTO 1:** MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9\_10 aos 112 dias sob condição de cura intermitente com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura



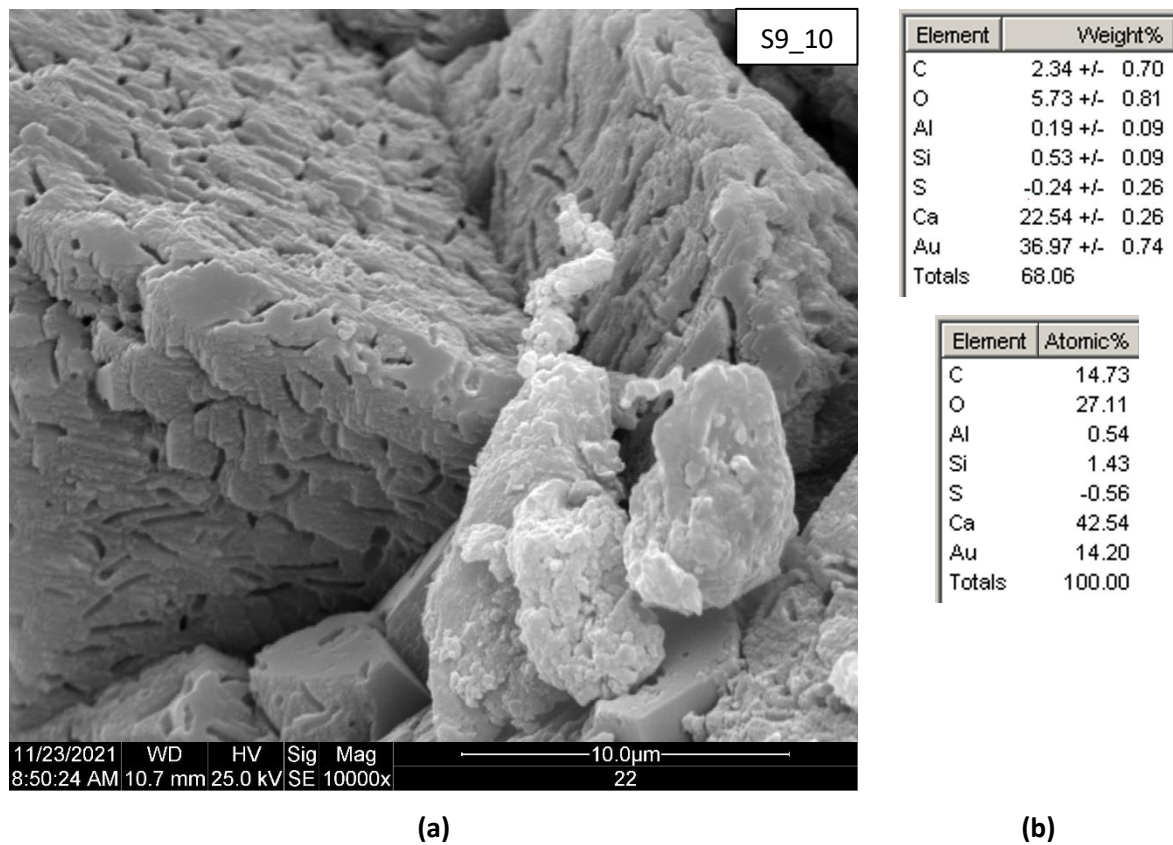
(a)

(b)

**Figura 89 – PONTO 2:** MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9\_10 aos 112 dias sob condição de cura **intermitente** com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura



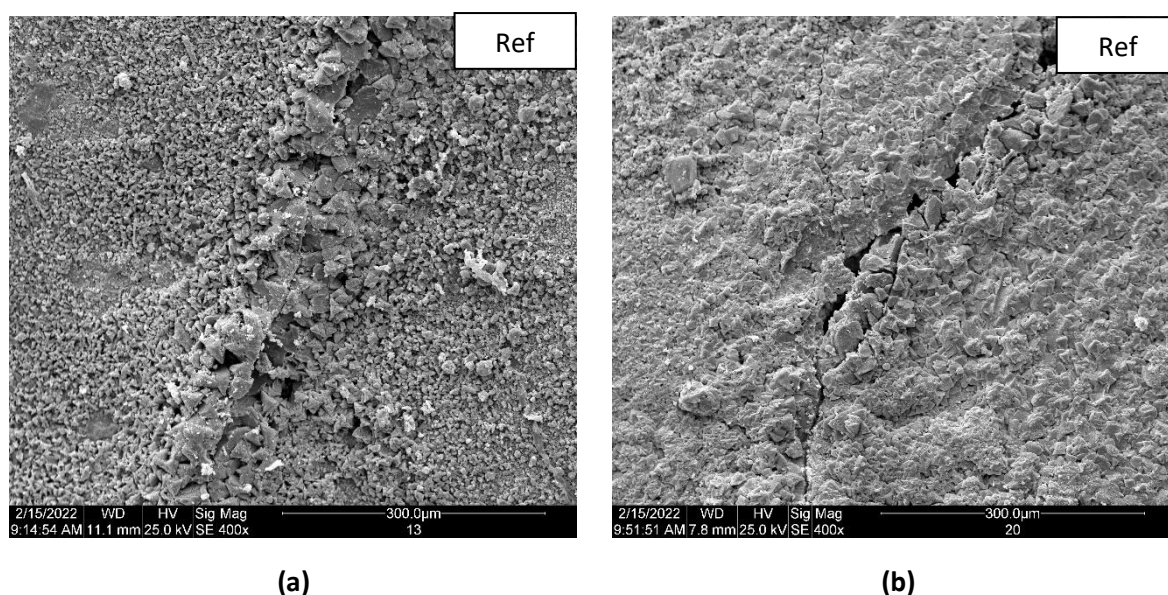
**Figura 90** – MEV de cp fissurado para a mistura S9\_10 aos 112 dias sob condição de cura submersa com ampliação de (a) 50x e (b) 400x



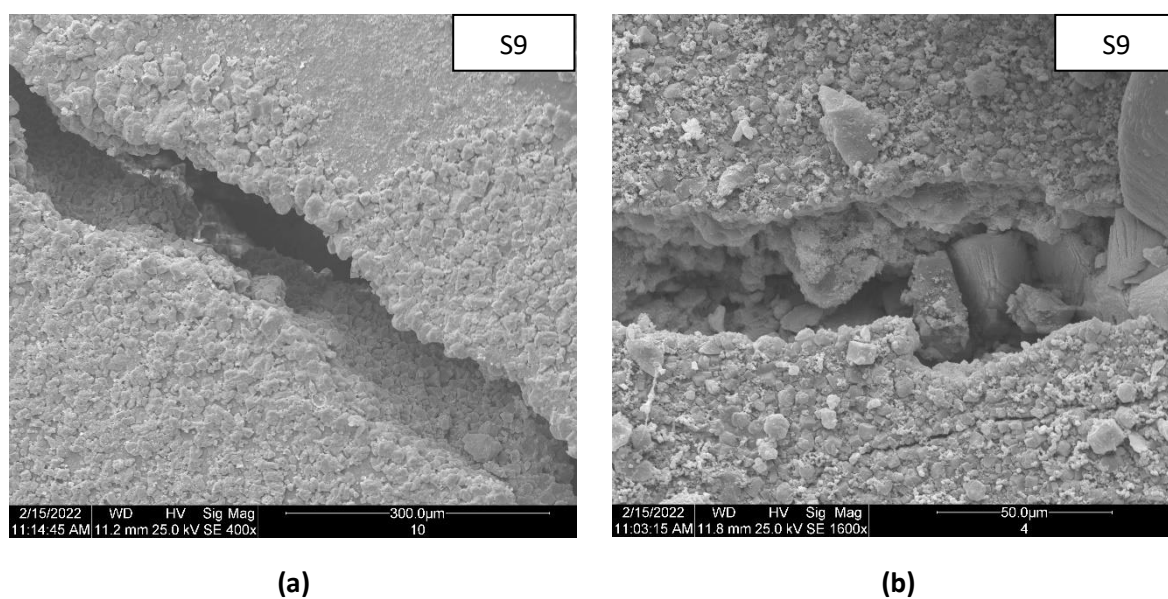
**Figura 91** – MEV de cp fissurado para a (a) mistura S9\_10 aos 112 dias sob condição de cura submersa com ampliação de 10000x e (b) microanálises com EDS do material interno (na parede) à fissura

#### 4.2.4.2. Disposição dos materiais nas fissuras

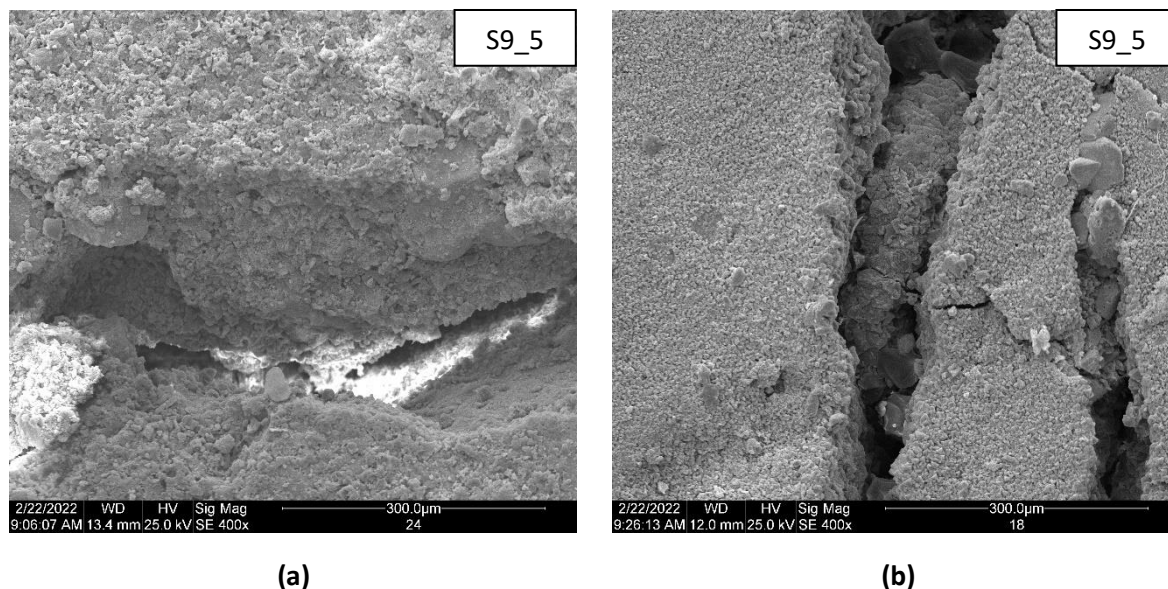
No que segue são apresentadas imagens (Figura 92 a Figura 95) das fissuras, para as diferentes misturas, nas duas condições de cura empregadas, aos 196 dias, preenchidas (ou parcialmente preenchidas) com materiais autocicatrizantes.



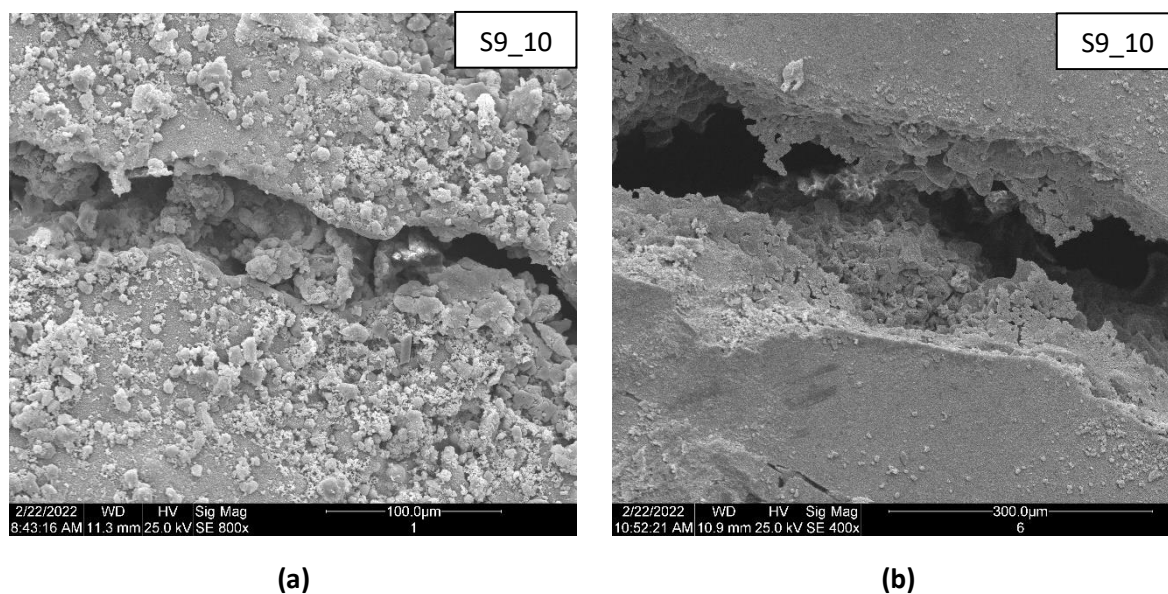
**Figura 92** – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para Ref nas condições (a) intermitente e (b) submersa



**Figura 93** – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para S9 nas condições (a) intermitente e (b) submersa



**Figura 94** – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para S9\_5 nas condições (a) intermitente e (b) submersa

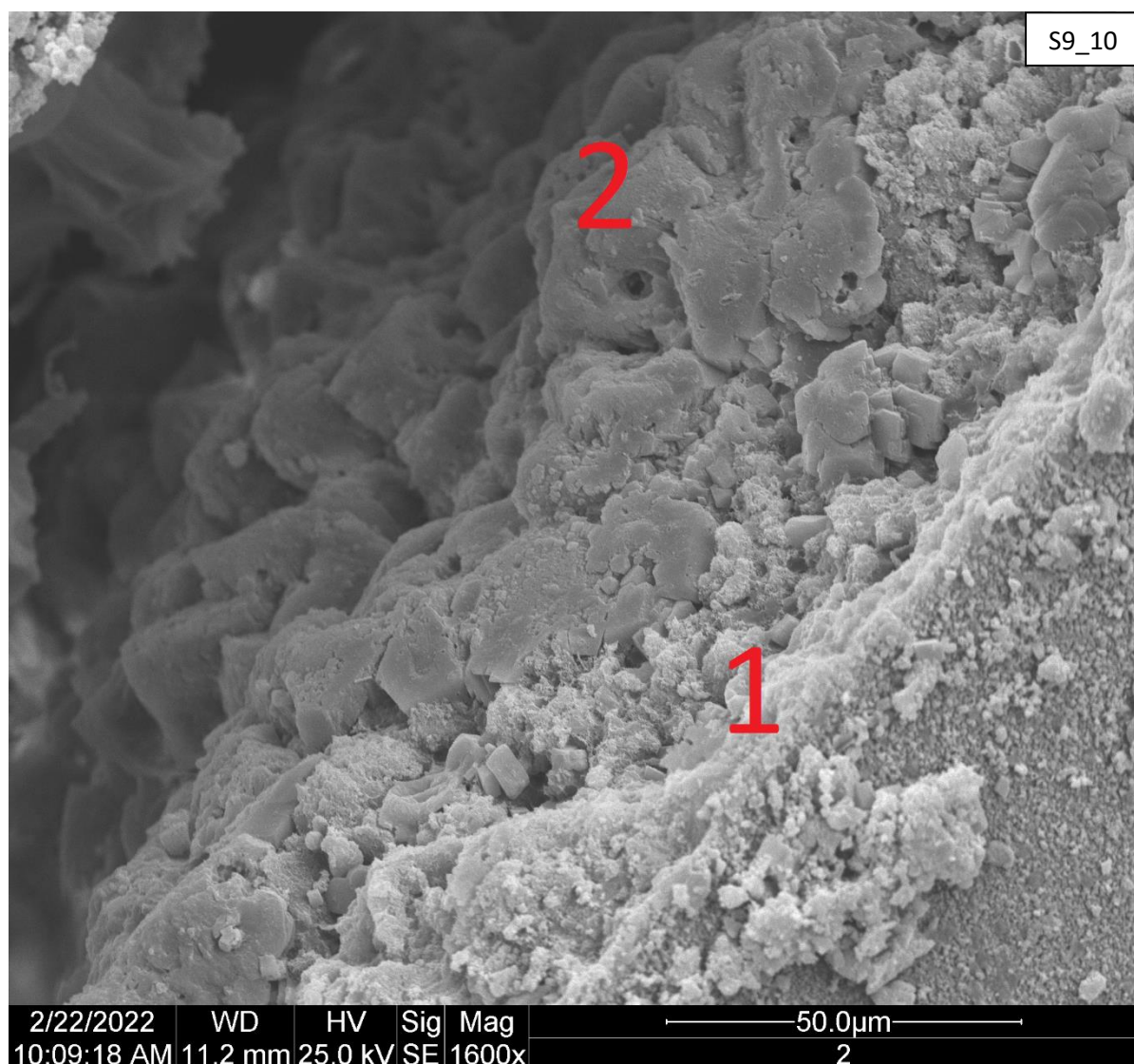


**Figura 95** – Fissuras preenchidas (ou parcialmente preenchidas) aos 196 dias para S9\_10 nas condições (a) intermitente e (b) submersa

Pela Figura 92 percebeu-se que a amostra Ref demonstrou um preenchimento (fechamento da fissura) que chega extrapolar a borda do cp, criando uma saliência, mais nítido para a condição de cura intermitente, provavelmente em decorrência do efeito de carbonatação.

Enquanto isso, para as demais misturas (S9, S9\_5 e S9\_10), percebeu-se um preenchimento que não chega a alcançar a borda da amostra, como aconteceu para a Ref. Aparentemente o material formado na parede se desenvolveu em diferentes profundidades.

Constatou-se também que houve uma tendência de que sobre uma camada inicial formada na parede, deu-se a formação de uma nova camada de outro material, como mostra a Figura 96.



Microanálise 1:

Element	Weight%	Atomic%
C	2.00 +/- 0.57	25.15
O	4.55 +/- 0.56	42.94
Mg	0.28 +/- 0.07	1.76
Al	0.57 +/- 0.07	3.17
Si	1.96 +/- 0.10	10.54
S	0.02 +/- 0.13	0.10
Ca	3.06 +/- 0.12	11.52
Au	6.27 +/- 0.48	4.81
Totals	18.72	100.00

Microanálise 2

Element	Weight%	Atomic%
C	1.09 +/- 0.33	28.09
O	1.50 +/- 0.55	29.11
Mg	-0.06 +/- 0.06	-0.78
Al	0.05 +/- 0.04	0.55
Si	0.04 +/- 0.05	0.48
S	0.00 +/- 0.12	-0.02
Ca	4.58 +/- 0.17	35.39
Au	4.57 +/- 0.44	7.19
Totals	11.78	100.00

Figura 96 – Parede de S9\_10 com material apresentando grande quantidade de silício recoberto por material com grande quantidade de cálcio

A Figura 96 retrata um acontecimento verificado em outras misturas com BFS aos 196 dias. Isto é, no ponto 1 desta figura é identificada uma camada inferior que possivelmente trata-se de C-S-H, ou algum silicato ou aluminato. Esta camada é recoberta por outra com grande quantidade de cálcio. A morfologia sugere que pode ser uma camada de  $\text{CaCO}_3$  em formação.

De fato, aos 112 dias, de modo geral, para as misturas com BFS, constatou-se nas paredes das fissuras a formação de camadas de C-S-H e de outros produtos com grandes quantidades de Ca, Si e Al, com discreta presença de  $\text{CaCO}_3$ , exceto para S9\_10, como foi visto na seção 4.2.4.2. Nas investigações aos 196 dias, como consta na Figura 96, foi usual a visualização aparentemente de uma camada de  $\text{CaCO}_3$  sobre uma camada inferior de silicatos e/ou aluminatos.

#### 4.2.5. Difração de raios X (DRX)

Os difratogramas indicaram 3 fases principais, sendo elas: quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), hidróxido de cálcio – portlandita – ( $\text{Ca(OH)}_2$  ou CH), carbonato de cálcio – calcita – ( $\text{CaCO}_3$ ). A etringita (AFt) se demonstrou em menores proporções, mas foi investigada também, como na Fase [I].

Pelo método de Rietveld determinaram-se os percentuais que cada fase representa nas estruturas cristalinas das argamassas. As investigações se centraram no hidróxido de cálcio (CH) e no carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ). Estes representam a maior parte dos cristais (sem considerar o quartzo - areia).

Assim, foram definidos os percentuais que cada uma dessas fases representa no total, extraíndo-se desta contagem os valores referentes ao  $\text{SiO}_2$ . Os resultados obtidos na Fase [II] constam em (a) e (b) na Figura 97, enquanto em (c) e na Figura 98 são reproduções daqueles obtidos na Fase [I].

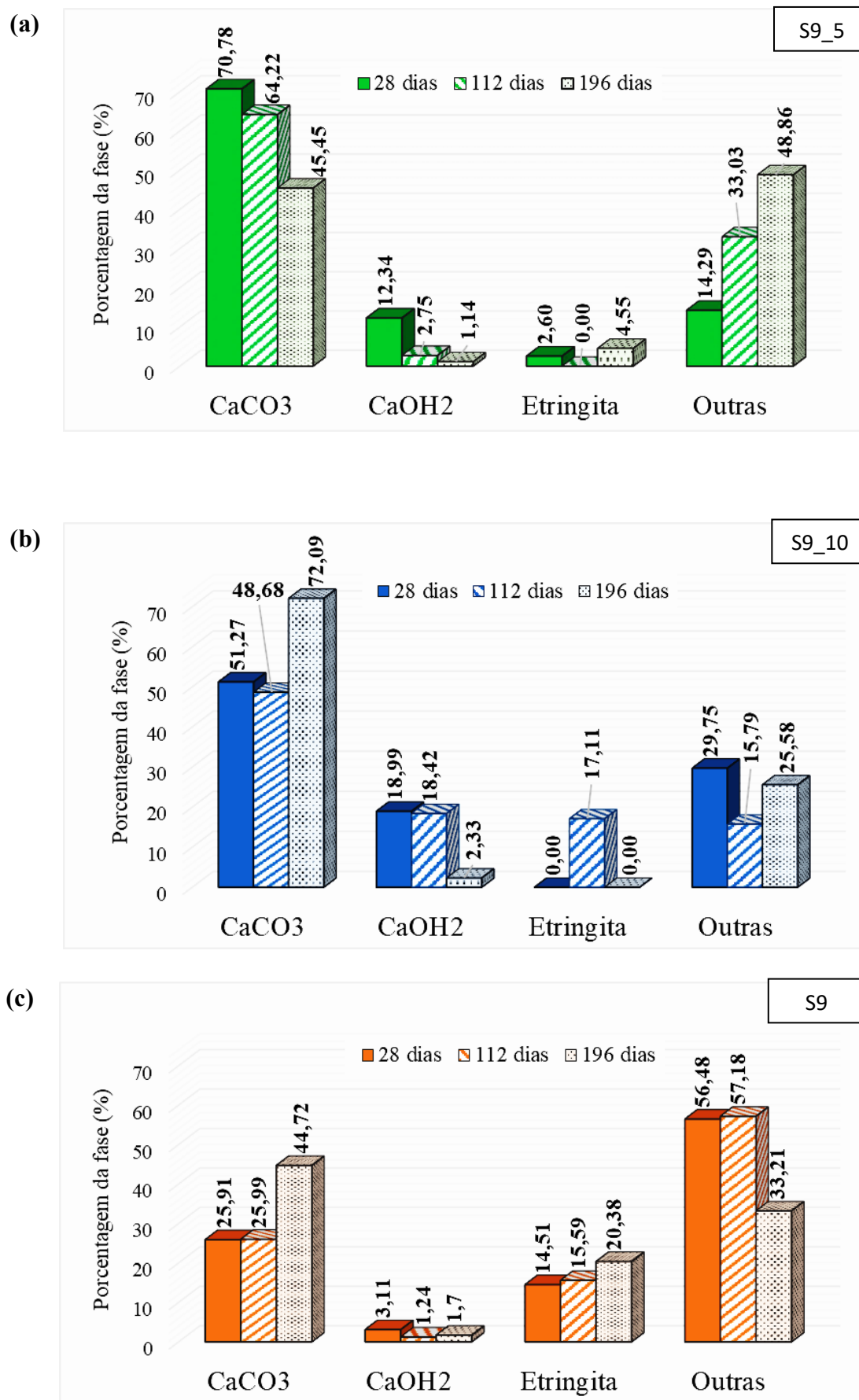
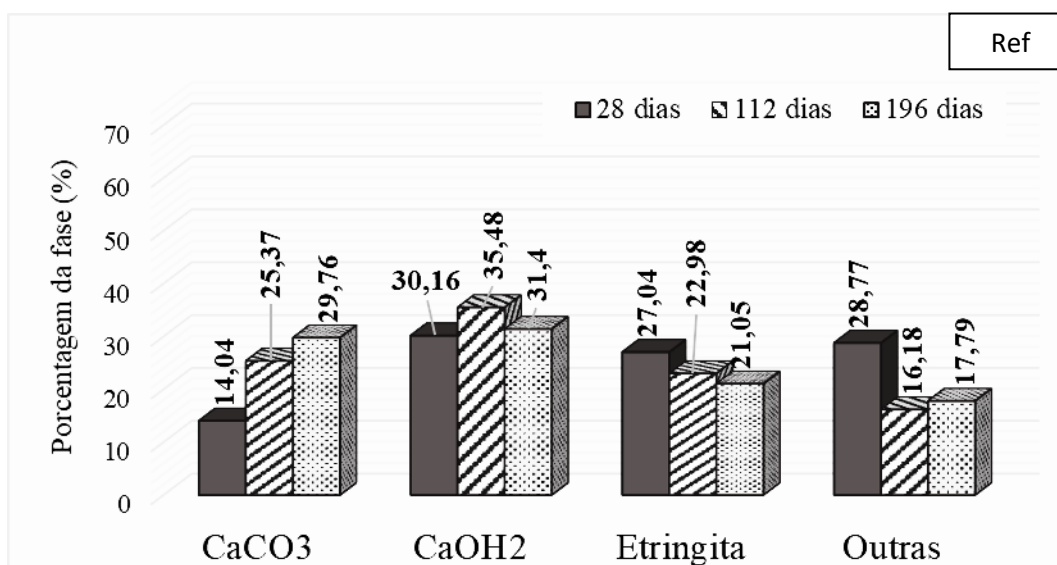


Figura 97 – Resultados DRX para (a) S9\_5 (b) S9\_10 e (c) S9 para condição intermitente



**Figura 98** – Resultados DRX para Ref condição intermitente

Comparando-se os gráficos da Figura 97 entre si, e com aquele da Figura 98, constatou-se que a presença de  $\text{Ca(OH)}_2$  introduzida em S9\_5 e S9\_10, que corresponde a cerca de 40 e 60% dos valores observados para Ref aos 28 dias. Contudo, aos 196 dias as quantidades de  $\text{Ca(OH)}_2$  em S9\_5 e S9\_10 já ficaram bem reduzidas.

#### 4.2.6. Técnica de excitação por impulso

A aplicação da técnica de excitação por impulso resultou nos dados apresentados na Tabela 17, acompanhado do resultado de S9 obtido na Fase [I]. De forma imediata, constatou-se que houve aumentos na velocidade propagação, de 5,71 e 6,27% respectivamente para S9\_5 e S9\_10, com relação a S9, resultante da introdução do ativador  $\text{Ca(OH)}_2$ .

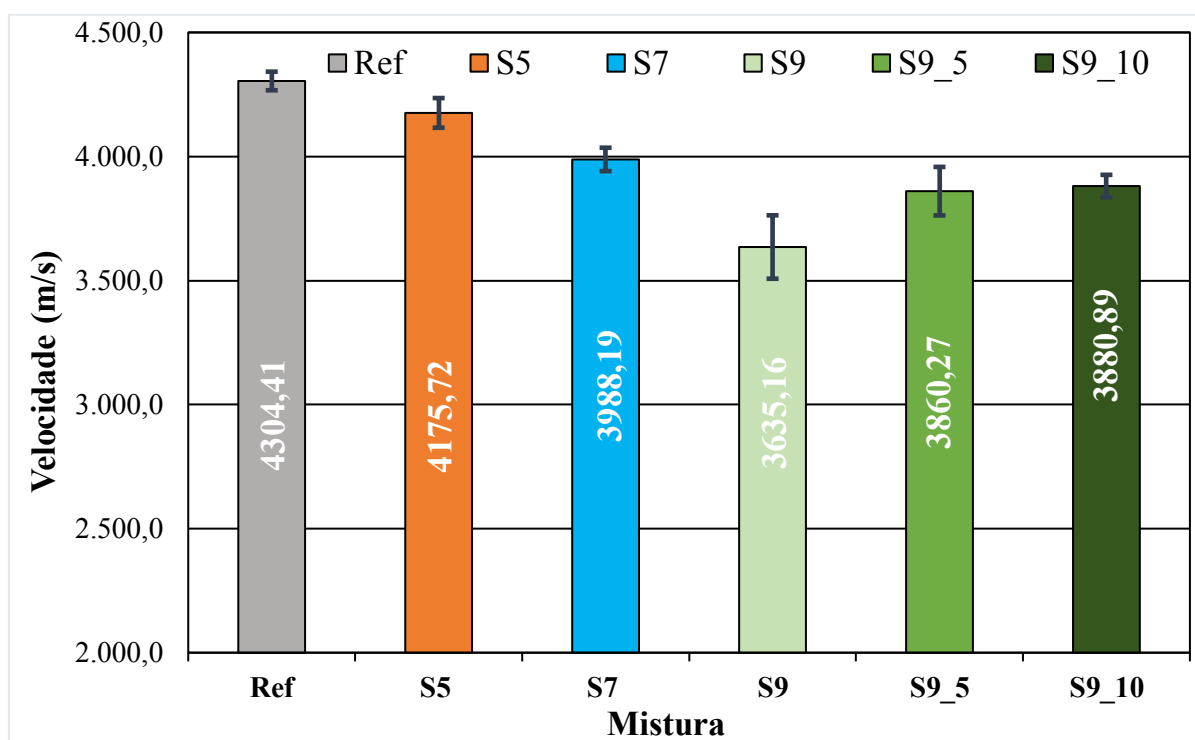
**Tabela 17** – Velocidade do pulso ultrassônico para S9, S9\_5 e S9\_10 aos 28 dias

Idade (dias)	Velocidade de propagação (m/s)		
	S9	S9_5	S9_10
28	3635,16 ± 127,80	3860,27 ± 97,75	3880,89 ± 45,16

Considerando que a medida da velocidade do pulso ultrassônico possibilita, de forma indireta, que seja indicada a maior ou a menor porosidade, se deduz que os resultados obtidos apontaram para uma redução de dimensão e/ou da quantidade de poros para as misturas com  $\text{Ca(OH)}_2$ , resultado compatível com os obtidos por Ye et al. (2017) num estudo com BFS ativada com álcalis.

As reduções de porosidade observadas para S9\_5 e S9\_10 se deram, possivelmente, em função do preenchimento de poros pelo material fino e pela maior quantidade de produtos de hidratação em decorrência da ativação da BFS. Nesta última hipótese, a ativação da BFS deve ter resultado, sobretudo, numa maior formação de C-S-H, bem como é indicado por Park, Ann e Cho (2015), que verificam o aumento de poro gel em BFS com ativadores alcalinos (KOH, NaOH e  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

Na Figura 99 constam os resultados de S9\_5 e S9\_10 plotados juntamente com os das misturas empregadas na Fase [I] da pesquisa.



**Figura 99** – Velocidade do pulso ultrassônico para as misturas das fases [I] e [II] aos 28 dias

A Figura 99 corrobora com as relações já observadas entre S9 e as misturas com adição de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Além disso, pelo gráfico nesta figura, verificou-se que, embora tenham ocorrido aumentos da velocidade de pulso para S9\_5 e S9\_10 com relação à S9, estas ainda se situam abaixo dos valores observados para S7, S5 e Ref.

Em outras palavras, fica o indicativo de que aos 28 dias as misturas com  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ainda demonstraram porosidade maiores que aquelas com menores substituições de cimento Portland por BFS. Pode-se supor também, que nesta idade, os percentuais de BFS não reagida para S9\_5 e S9\_10 eram inferiores àquele existente em S9, mas, superiores com relação à S7 e S5.

## 4.2.7. Compressão axial

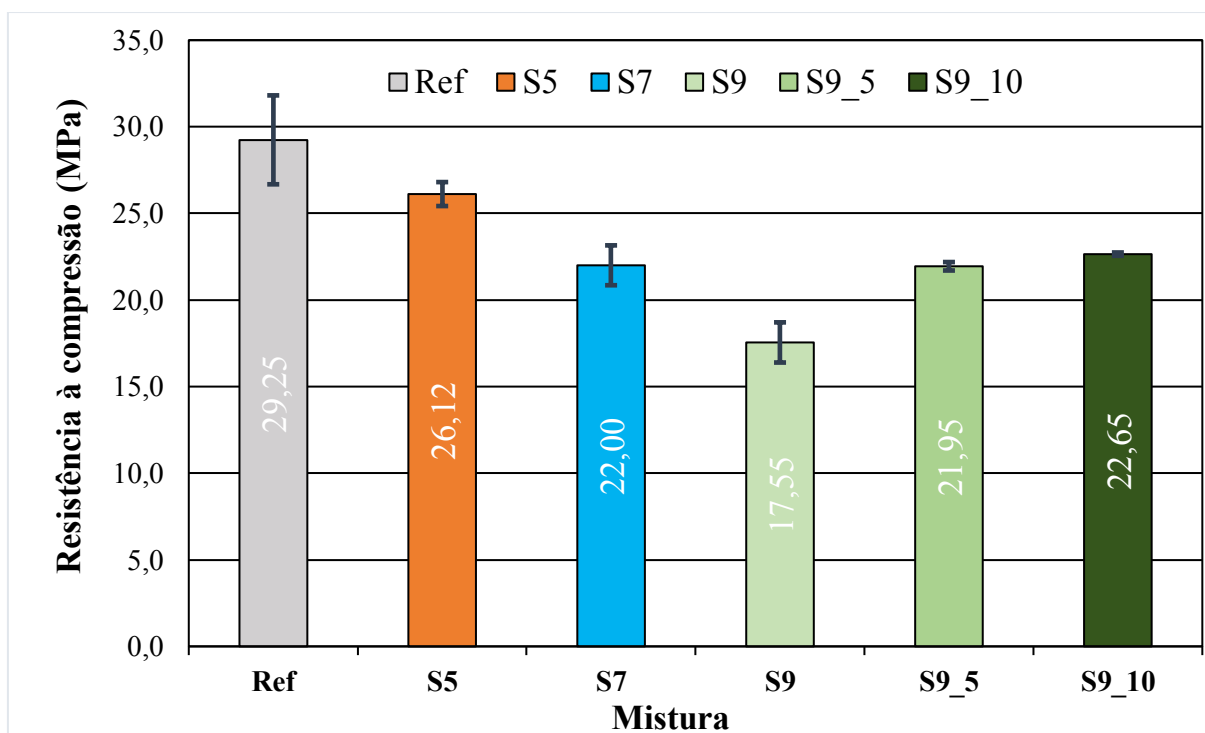
Os resultados de resistência à compressão das misturas da Fase [II], com  $\text{Ca(OH)}_2$ , são mostrados na Tabela 17, juntamente do resultado de S9 obtido na Fase [I]. Constatou-se que houve aumentos na resistência mecânica de 25,05 e 29,09% respectivamente para S9\_5 e S9\_10, com relação à S9.

**Tabela 18** – Resistência mecânica com a idade da mistura

Idade (dias)	Resistência à compressão (MPa)		
	S9	S9_	S9_10
28	17,55 ± 1,16	21,95 ± 0,24	22,65 ± 0,10

Os resultados obtidos apontam que a introdução do  $\text{Ca(OH)}_2$  na mistura S9, dando origem a S9\_5 e S9\_10, contribuíram para o aumento da resistência mecânica. Este resultado já era esperado e foi confirmado, haja vista que com a ativação de BFS há o aumento dos produtos de hidratação que contribuem para o ganho de resistência.

Na Figura 100 constam os resultados de resistência à compressão para todas as misturas empregadas neste trabalho.



**Figura 100** – Resistência à compressão para as misturas das fases [I] e [II] aos 28 dias

O gráfico da Figura 100 mostrou que a introdução de  $\text{Ca(OH)}_2$  em S9 levou a resistência das misturas à ordem da resistência de S7. Este resultado é interessante uma vez que as misturas com 90% de BFS atingiram resistências comparáveis com S7, que possui quantidades de BFS dentro dos limites de composições de cimento Portland, como o CP III (cimento de alto forno), que admite até 75% de BFS, conforme a NBR 16.697 (ABNT, 2018).

#### 4.2.8. Análise crítica – Fase [II]

As técnicas empregadas na análise do potencial de autocicatrização de compósitos cimentícios com BFS ativados com  $\text{Ca(OH)}_2$  permitiram com que fossem obtidos resultados complementares e que, de certo modo, corroboraram entre si em alguns aspectos.

Em síntese, a investigação por imagem com microscópio digital permitiu que fosse analisada a ocorrência de fechamento ou não de fissuras na superfície, além de estimar o tamanho dessas. Enquanto isso, a técnica de  $\mu\text{CT}$  possibilitou que fossem analisados os comportamentos das fissuras na região interna de cada amostra, mensurados volumes e investigado o fechamento de fissuras ao longo do cp. Já a MEV, por sua vez, possibilitou a constatação dos compostos que preencheram a fissura e visualizar qual a disposição desses materiais.

As visualizações da superfície mostraram que todas as misturas possuem maior potencial de autocicatrização para a condição submersa. Os resultados obtidos indicaram que a Ref e S9, com melhores desempenhos entre as misturas, apresentaram o potencial de fechamento de fissuras ligeiramente acima daqueles apontados pela literatura no caso de autocicatrização autógena. Isto é, fecharam fissuras da ordem de 0,130 a 0,140 mm.

A  $\mu\text{CT}$  não evidenciou de forma tão clara qual mistura apresentou melhor desempenho e nem qual condição de cura (intermitente ou submersa) favoreceu a autocicatrização, haja vista a limitação da quantidade dos corpos de prova. Contudo, foi possível levantar algumas hipóteses, dentre elas de que as misturas com BFS, em especial a S9\_10, demonstraram maior potencial de redução de volume (interno) da fissura, no caso da cura submersa, e que no primeiro período (28 a 112 dias) o desempenho dessas misturas foi melhor que Ref para a cura intermitente.

Tantos os resultados verificados via microscopia digital quanto aqueles via  $\mu\text{CT}$ , para as amostras com BFS, foram justificados pela hipótese de maior disponibilidade de material cimentante não hidratado e pelo contato com a água (cura submersa).

Ainda na comparação destas técnicas, cabem algumas observações importantes. Dentre as misturas com BFS, a que demonstrou melhor desempenho, pela microscopia digital, foi a S9, enquanto pela  $\mu$ CT foi a mistura S9\_10. Estes resultados sugeriram que o potencial de autocicatrização de S9 é maior na superfície, enquanto S9\_10 para o fechamento interno de fissuras.

Quando se empregou a MEV para investigar a microestrutura dos materiais depositados na fissura, foi constatado uma tendência de formação de  $\text{CaCO}_3$  na mistura Ref, enquanto para as misturas com BFS verificou-se a formação C-S-H e outros materiais com características de silicatos ou aluminatos. Esses resultados corroboraram com as hipóteses apontadas no fechamento de fissuras para S9, S9\_5 e S9\_10.

A técnica de MEV permitiu ainda que fossem observadas as disposições dos materiais na fissura. Essa análise possibilitou constatar que, para Ref, os materiais formados na fissura vão até a borda do cp. Enquanto isso, para aqueles com BFS, estes ficaram localizados mais internos e dispostos em planos diversos. Desta verificação, surgiu o questionamento de que se os fechamentos superficiais observados para S9, S9\_5 e S9\_10 via microscopia digital foram efetivos em todos os casos.

Os testes de resistência à compressão e de excitação por impulso serviram para confirmar que o  $\text{Ca(OH)}_2$  promoveu a ativação da BFS, em que foram constatados ganho de resistência e redução da porosidade. Os testes de DRX indicaram o aumento de  $\text{Ca(OH)}_2$  nas misturas S9\_5 e S9\_10. Contudo, aos 196 dias as quantidades já estavam bem reduzidas.

A hipótese de potencializar o fenômeno de autocicatrização por meio da ativação com  $\text{Ca(OH)}_2$  não foi confirmada para o fechamento da fissura na superfície. Isto é, S9 demonstrou o melhor desempenho neste quesito e S9\_10 apresentou a formação de materiais com grandes quantidades de cálcio, possivelmente não oriundos da hidratação da BFS.

Já no quesito de fechamento interno da fissura, os resultados conduziram a afirmação de que S9\_10, sobretudo na condição submersa, demonstrou o maior potencial. A hipótese levantada é de que este evento aconteceu pelo fato de que internamente a frente de carbonatação ainda não chegou, fazendo com que a disponibilidade de  $\text{Ca(OH)}_2$  para ativar a BFS fosse maior do que próximo à superfície.

## CONCLUSÕES

O presente trabalho teve por objetivo investigar o potencial de autocicatrização de um material cimentício com escória de alto forno (BFS) ativada com  $\text{Ca(OH)}_2$ . Para tanto, foi feito inicialmente o estudo do fechamento de poros (Fase I) e, por seguinte, o estudo de autocicatrização em elementos fissurados (Fase II).

As misturas empregadas na Fase [I] foram Ref (argamassa básica, de cimento Portland e areia) e outras 3 misturas em que o cimento foi substituído a 50 (S5), 75 (S7) e 90% (S9) em massa. Na Fase [II], manteve-se a Ref, selecionou-se S9 e introduziu-se  $\text{Ca(OH)}_2$  com 5 (S9\_5) e 10% (S9\_10) com relação à massa de BFS.

Na Fase [I] a porosidade foi avaliada usando as técnicas de  $\mu\text{CT}$ , PIM e absorção de água por imersão. Já na Fase [II], a investigação da autocicatrização foi feita por meio das técnicas de  $\mu\text{CT}$  e microscopia digital. De forma complementar, foram feitas análises via velocidade de propagação (técnica de excitação por impulso), DRX, MEV/EDS e resistência à compressão.

As principais conclusões da Fase [I] em tópicos são:

- A incorporação da BFS influenciou a porosidade, distribuição do tamanho dos poros e processo de fechamento dos poros;
- Aos 28 dias, à medida que a quantidade de BFS aumentou, ocorreu também um aumento da porosidade. Entretanto, ao longo do tempo, maiores taxas de redução de porosidade foram observadas nas misturas contendo BFS, levando os resultados para as misturas S5 e S7 a se aproximarem da mistura de referência (Ref) aos 196 dias;
- A maior porosidade observada para a mistura S9, pelo menos 10% maior que as demais misturas aos 28 e 196 dias, foi caracterizada principalmente por poros capilares menores e em maior quantidade;
- De 28 a 196 dias, a BFS melhorou tanto o fechamento de vazios de ar, observado pela  $\mu\text{CT}$ , quanto dos poros capilares, confirmado pela PIM;
- A incorporação de BFS contribuiu para um maior aumento no volume de poros de gel gerados entre 28 e 196 dias, principalmente na mistura S9;
- A resistência à compressão foi prejudicada pela adição de BFS, porém, as misturas S5 e S7 apresentaram as taxas de crescimento mais significativas ao longo do tempo, efeito

resultante do fechamento de poros capilares maiores que  $0,0500 \mu\text{m}$ , conforme verificado pela PIM;

- A mistura S9 demonstrou uma pequena taxa de crescimento de resistência e apenas 60% daquela observada para Ref aos 196 dias, o que pode ser explicado pelo fechamento dos poros capilares em uma região ( $< 0,0500 \mu\text{m}$ ) que tem pouca influência nesta propriedade, além das hipóteses da ocorrência de pequena quantidade de BFS hidratada e da carbonatação atuando no C-S-H nesta idade;
- As análises de comportamento mecânico e porosidade também sugeriram que as fases C-S-H e  $\text{CaCO}_3$  contribuíram para o fechamento dos poros.

Em resumo, da Fase [I] concluiu-se que a adição de BFS levou a uma redução no tamanho dos poros e a uma porosidade estatisticamente igual, em comparação com a mistura de referência (sem BFS), para até 75% de substituição aos 196 dias. A mistura com 90% de substituição de BFS apresentou os menores poros, porém com porosidade estatisticamente maior que as das demais misturas, o que contribuiu para perdas de resistência mais significativas.

No entanto, em termos de estrutura porosa, é viável o uso de 90% de BFS. Espera-se que o uso do S9 aumente a durabilidade, devido à sua matriz porosa mais fina, além de contribuir para a sustentabilidade e levar a uma produção mais limpa, em função da elevada quantidade de BFS incorporada à mistura.

As principais conclusões da Fase [II] em tópicos são:

- S9\_5 e S9\_10 demonstram ganho de resistência e redução da porosidade com relação à S9, igualando, em termos de resistência, à S7;
- O mecanismo de fissuração aplicado (amostras confinadas em tubo de PVC e fissuradas por torno de bancada) se demonstrou eficiente para a investigação da autocicatrização autógena, gerando fissuras da ordem de  $0,100 \text{ mm}$ ;
- Todas as misturas demonstraram maior potencial de fechamento de poros para a condição submersa;
- A técnica de microscopia digital mostrou que: na condição submersa, S9 foi aquela com maior potencial aparente de autocicatrização de fissuras na superfície, fechando

aberturas de até 0,144 mm, enquanto Ref promoveu o fechamento de até 0,134 mm (maior fissura gerada); já na condição intermitente, Ref apresentou-se com maior potencial de autocicatrização, fechando totalmente fissuras com até 0,059 mm. As misturas com BFS tiveram a eficiência de autocicatrização reduzida significativamente nesta condição;

- As imagens de MEV mostraram que a mistura Ref apresentou um fechamento mais efetivo da fissura, com contribuições principalmente do  $\text{CaCO}_3$ , com material formado além das bordas dos cp, enquanto as misturas com BFS, mesmo S9 na condição submersa, apresentaram planos sobrepostos (em diferentes profundidades), de silicatos, aluminatos e  $\text{CaCO}_3$ , que promoveram na realidade um fechamento parcial da fissura, e não total, como foi observado via microscopia digital;
- A  $\mu\text{CT}$  demonstrou-se como uma eficaz técnica para avaliar internamente fissuras, na identificação do formato e redução de volume no tempo, permitindo extrair as seguintes conclusões: para a condição intermitente, Ref foi a mistura com maior capacidade de redução de volume da fissura dos 28 aos 196 dias, com processo de autocicatrização atuando de forma mais significativa na região central do cp, onde a abertura da fissura aos 28 dias também era maior; para a condição submersa, dos 112 aos 196 dias, as misturas com BFS demonstraram maior capacidade na redução do volume da fissura, e em particular S9\_10, que se destacou das demais com maior redução, resultado motivado principalmente pela hidratação tardia da BFS ativada pelo  $\text{Ca(OH)}_2$ .

A síntese da conclusão é que embora o  $\text{Ca(OH)}_2$  tenha promovido a ativação da BFS, promovendo ganho de resistência e redução da porosidade aos 28 dias, não foi constatado um efeito benéfico com relação à mistura S9 no fechamento de fissuras na superfície. Já no que trata de fissuras internas, houve indicativos de que a introdução de  $\text{Ca(OH)}_2$ , principalmente em S9\_10, tornou essa mistura a mais eficaz na autocicatrização autógena para a condição submersa.

Diante do exposto e considerando que S9\_10 apresentou resistência e porosidade equivalentes às de S7 aos 28 dias, mistura que atende aos limites de composição de cimentos no Brasil, conclui-se que a mistura S9\_10 é um material cimentício que merece atenção quanto ao seu potencial autocicatrizante em condições submersas. Entretanto, a mistura S9\_10 carece ainda de mecanismos que aumentem a capacidade de fechamento fissuras, principalmente na superfície. Assim, se sugere para trabalhos futuros o emprego desse material com algum elemento cristalizante que potencialize o processo de autocicatrização. Recomenda-se que o

estudo seja feito também em pastas, de modo que se possa moldar cps menores que os empregados nesta pesquisa e, assim, obter uma melhor resolução na  $\mu$ CT.

## REFERÊNCIAS

- ABNT. **NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos - Imersão.**Rio de Janeiro, 2009.
- ABNT. **NBR 15895: Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio**Rio de Janeiro, 2010.
- ABNT. **NBR 12653: Materiais-Pozolânicos**Rio de Janeiro, 2015a.
- ABNT. **NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento.** Rio de Janeiro: [s.n.].
- ABNT. **NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos- Determinação do índice de consistência**Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: <[www.abnt.org.br](http://www.abnt.org.br)>
- ABNT. **NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação de massa específica**Rio de Janeiro, 2017.
- ABNT. **NBR 16697: Cimento Portland — Requisitos**Rio de Janeiro, 2018. Disponível em: <[www.abnt.org.br](http://www.abnt.org.br)>
- ABNT. **NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão.** Rio de Janeiro, 2019a.
- ABNT. **NBR 8802: Concreto endurecido - Velocidade de propagação**Rio de Janeiro, 2019b.
- AITCIN, P.-C. **Binders for durable and sustainable concrete.** 1. ed. New York: Taylor & Francis, 2008.
- ALDEA, C.-M. et al. **EXTENT OF HEALING OF CRACKED NORMAL STRENGTH CONCRETE/ JOURNAL OF MATERIALS IN CIVIL ENGINEERING.** [s.l: s.n.].
- ALLAHVERDI, A.; MAHINROOSTA, M. Mechanical activation of chemically activated high phosphorous slag content cement. **Powder Technology**, v. 245, p. 182–188, set. 2013.
- ALMEIDA, F. C. R.; KLEMM, A. J. Efficiency of internal curing by superabsorbent polymers (SAP) in PC-GGBS mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 88, p. 41–51, 1 abr. 2018.
- ASTM. **C150: Standard Specification for Portland Cement** Washington, 2007a.
- ASTM. **E1876: Standard Test Method for Dynamic Young’s Modulus, Shear Modulus, and Poisson’s Ratio by Impulse Excitation of Vibration 1**West Conshohocken, 2007b.
- ASTM. **C1202: Electrical Indication of Concrete’s Ability to Resist Chloride**Washington, 2012. Disponível em: <[www.astm.org](http://www.astm.org)>
- AUDENAERT, K. **Transportmechanismen in zelfverdichtend beton in relatie met carbonatatie en chloride penetratie.** Ghent: [s.n.].
- BAUER, L. A. F. **Materiais de construção: novos materiais para construção civil.** 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. v. 1
- BOUIKNI, A.; SWAMY, R. N.; BALI, A. Durability properties of concrete containing 50% and 65% slag. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 8, p. 2836–2845, ago. 2009.
- BRANDT, A. M. **Cement-Based Composites: Materials, Mechanical Properties and Performance.** 2. ed. New York: Taylor & Francis Group, 2009.

CHEN, H. J. et al. Effect of curing environments on strength, porosity and chloride ingress resistance of blast furnace slag cement concretes: A construction site study. **Construction and Building Materials**, v. 35, p. 1063–1070, out. 2012.

CHEN, W.; PRINTPARTNERS IPSKAMP). **Hydration of slag cement : theory, modeling and application**. [s.l.] s.n., 2006.

CHENG, A. et al. Influence of GGBS on durability and corrosion behavior of reinforced concrete. **Materials Chemistry and Physics**, v. 93, n. 2–3, p. 404–411, 15 out. 2005.

CHINDASIRIPHAN, P.; YOKOTA, H.; PIMPAKAN, P. Effect of fly ash and superabsorbent polymer on concrete self-healing ability. **Construction and Building Materials**, v. 233, 10 fev. 2020.

CNUDDE, V. et al. 3D characterization of sandstone by means of X-ray computed tomography. **Geosphere**, v. 7, n. 1, p. 54–61, 2011.

CNUDDE, V.; JACOBS, P. J. S. **Monitoring of weathering and conservation of building materials through non-destructive X-ray computed microtomography**. Environmental Geology. **Anais...ago**. 2004.

COSSOLIN, L. C.; PEREIRA, A. H. A. Algoritmo para determinação do amortecimento de materiais ... por técnica de vibrações naturais por impulso. 2010.

DARQUENNES, A. et al. Self-healing at early-age, a way to improve the chloride resistance of blast-furnace slag cementitious materials. **Construction and Building Materials**, v. 113, p. 1017–1028, 15 jun. 2016.

DE BELIE, N. et al. **A Review of Self-Healing Concrete for Damage Management of Structures****Advanced Materials Interfaces**Wiley-VCH Verlag, , 7 set. 2018.

DE MUYNCK, W. et al. Influence of pore structure on the effectiveness of a biogenic carbonate surface treatment for limestone conservation. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 77, n. 19, p. 6808–6820, out. 2011.

DE SCHUTTER, G.; TAERWE, L. **GENERAL HYDRATION MODEL FOR PORTLAND CEMENT AND BLAST FURNACE SLAG CEMENT****Cement and Concrete Research**. [s.l: s.n.].

DE SILVA, C. W. **Vibration : fundamentals and practice**. [s.l.] CRC Press, 2000.

DUAN, P. et al. Enhancing microstructure and durability of concrete from ground granulated blast furnace slag and metakaolin as cement replacement materials. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 1, p. 52–59, 2013.

DUARTE, L. C. et al. Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersa (EDS) no estudo de gemas: exemplos brasileiros. **Instituto de Geociências: Pesquisas em Geociências**, v. 2, n. 30, p. 03–15, 2003.

ESPINOSA, R. M.; FRANKE, L. Ink-bottle Pore-Method: Prediction of hygroscopic water content in hardened cement paste at variable climatic conditions. **Cement and Concrete Research**, v. 36, n. 10, p. 1954–1968, out. 2006.

FAN, S.; LI, M. X-ray computed microtomography of three-dimensional microcracks and self-healing in engineered cementitious composites. **Smart Materials and Structures**, v. 24, n. 1, 1 jan. 2015.

FERRARA, L. et al. **Experimental characterization of the self-healing capacity of cement based materials and its effects on the material performance: A state of the art report by COST Action SARCOS WG2****Construction and Building Materials**Elsevier Ltd, , 10 abr. 2018.

- FERRARA, L.; KRELANI, V.; MORETTI, F. On the use of crystalline admixtures as promoters of self-healing in cement based construction materials. **Smart Materials and Structures**, v. 25, 2016.
- GALLUCCI, E. et al. 3D experimental investigation of the microstructure of cement pastes using synchrotron X-ray microtomography ( $\mu$ CT). **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 3, p. 360–368, mar. 2007.
- GRUYAERT, E. **Effect of Blast-Furnace Slag as Cement Replacement on Hydration, Microstructure, Strength and Durability of Concrete**. [s.l.: s.n.].
- GRUYAERT, E. et al. Activation of Pozzolanic and Latent-Hydraulic Reactions by Alkalis in Order to Repair Concrete Cracks. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 27, n. 7, p. 04014208, jul. 2015.
- GRUYAERT, E.; ROBEYST, N.; DE BELIE, N. Study of the hydration of Portland cement blended with blast-furnace slag by calorimetry and thermogravimetry. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 102, n. 3, p. 941–951, dez. 2010.
- HADJ-SADOK, A. et al. Microstructure and durability of mortars modified with medium active blast furnace slag. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 2, p. 1018–1025, fev. 2011.
- HEWLETT, P. C. **Lea's Chemistry of Cement and Concrete**. 4<sup>a</sup> ed. Oxford: Elsevier, 2006.
- HOMMA, D.; MIHASHI, H.; NISHIWAKI, T. **Self-Healing Capability of Fibre Reinforced Cementitious Composites** **Journal of Advanced Concrete Technology**. [s.l.: s.n.].
- HUANG, H.; YE, G.; DAMIDOT, D. Effect of blast furnace slag on self-healing of microcracks in cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, v. 60, p. 68–82, 2014.
- HUNG, C. C.; SU, Y. F.; SU, Y. M. Mechanical properties and self-healing evaluation of strain-hardening cementitious composites with high volumes of hybrid pozzolan materials. **Composites Part B: Engineering**, v. 133, p. 15–25, 15 jan. 2018.
- JACOBSEN, S.; SELLEVOLD, E. J. Self healing of high strength concrete after deterioration by freeze/thaw. **Cement and Concrete Research**, v. 26, n. 1, p. 55–62, 1996.
- JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. **Escória de alto-forno como aglomerante**. São Paulo: [s.n.].
- KONG, Y.; WANG, P.; LIU, S. Microwave pre-curing of Portland cement-steel slag powder composite for its hydration properties. **Construction and Building Materials**, v. 189, p. 1093–1104, 20 nov. 2018.
- KRELANI, F. V. **Self-healing capacity of cementitious composites**. Milano: [s.n.].
- LI, N.; FARZADNIA, N.; SHI, C. Microstructural changes in alkali-activated slag mortars induced by accelerated carbonation. **Cement and Concrete Research**, v. 100, p. 214–226, 1 out. 2017.
- LI, Q. L. et al. Effect of superfine blast furnace slag powder on properties of cement-based materials. **Materials Research Innovations**, v. 19, p. S1168–S1171, 1 abr. 2015.
- LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R. D. **Supplementary cementitious materials** **Cement and Concrete Research**, dez. 2011.
- MAES, M.; SNOECK, D.; DE BELIE, N. Chloride penetration in cracked mortar and the influence of autogenous crack healing. **Construction and Building Materials**, v. 115, p. 114–124, 15 jul. 2016.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 2. ed. São Paulo: Ibracon - Instituto Brasileiro de Concreto, 2014.

- MENDES, W. **Análise quantitativa da composição de escórias siderúrgicas pelo método de espectroscopia e difração de raios-X**. Campinas: [s.n.].
- MENÉNDEZ, E. et al. Durability of blended cements made with reactive aggregates. **Materials**, v. 14, n. 11, 1 jun. 2021.
- MOHAMMED, T. U.; HAMADA, H.; YAMAJI, T. Concrete after 30 years of exposure - Part I: Mineralogy, microstructures, and interfaces. **Aci Materials Journal**, v. 101, jan. 2004.
- MOREIRA, T. N. DA C. **Investigação do fenômeno de auto-cicatrização de fissuras em microconcreto de alta performance reforçado com fibras de aço e sisal**. Rio de Janeiro: [s.n.].
- NEVILLE, A. M. **Properties of concrete**. 5. ed. Harlow: The Royal Academy of Engineering, 2011.
- NISHIWAKI, T. et al. Experimental study on self-healing capability of FRCC using different types of synthetic fibers. **Journal of Advanced Concrete Technology**, v. 10, n. 6, p. 195–206, jun. 2012.
- NISHIWAKI, T. et al. Self-healing capability of fiber-reinforced cementitious composites for recovery of watertightness and mechanical properties. **Materials**, v. 7, n. 3, p. 2141–2154, 2014.
- NL AGENCY. **Self healing materials concept and applications Second edition-2011**. 2. ed. The Netherlands: [s.n.]. v. 1
- OLIVIER, K. et al. **Experimental studies of self-healing cementitious materials incorporating mineral admixtures**. ICSHM 2013: Proceedings of the 4th International Conference on Self-Healing Materials, Ghent, Belgium, 16-20 June 2013. **Anais...2013**.
- PALIN, D.; JONKERS, H. M.; WIKTOR, V. Autogenous healing of sea-water exposed mortar: Quantification through a simple and rapid permeability test. **Cement and Concrete Research**, v. 84, p. 1–7, 1 jun. 2016.
- PANESAR, D. K.; FRANCIS, J. Influence of limestone and slag on the pore structure of cement paste based on mercury intrusion porosimetry and water vapour sorption measurements. **Construction and Building Materials**, v. 52, p. 52–58, 15 fev. 2014.
- PARK, B.; CHOI, Y. C. Quantitative evaluation of crack self-healing in cement-based materials by absorption test. **Construction and Building Materials**, v. 184, p. 1–10, 30 set. 2018.
- PARK, J. W.; ANN, K. Y.; CHO, C. G. Resistance of Alkali-Activated Slag Concrete to Chloride-Induced Corrosion. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2015, 2015.
- PROKOP, J. et al. **Porosity measurement method by X-ray computed tomography**. Key Engineering Materials. **Anais...Trans Tech Publications Ltd**, 2009.
- QIU, J.; TAN, H. S.; YANG, E. H. Coupled effects of crack width, slag content, and conditioning alkalinity on autogenous healing of engineered cementitious composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 73, p. 203–212, 1 out. 2016.
- RANACHOWSKI, Z. et al. Application of X-ray microtomography and optical microscopy to determine the microstructure of concrete penetrated by carbon dioxide. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 59, n. 4, p. 1441–1447, 1 dez. 2014.
- RESCHKE, J. S. **Escória granulada de fundição utilizada como substituição ao cimento em concretos: avaliação de propriedades relacionadas com a durabilidade**. Porto Alegre: [s.n.].
- RILEM. **221-SHC: Self-healing phenomena in cement-based materials**. 1. ed. [s.l.] Springer, 2013. v. 1

- RIVERA, O. G. et al. Effect of elevated temperature on alkali-activated geopolymeric binders compared to portland cement-based binders. **Cement and Concrete Research**, v. 90, p. 43–51, 1 dez. 2016.
- RODRIGUES, C. DE S. **Efeito da adição de cinza de casca de arroz no comportamento de compósitos cimentícios reforçados por polpa de bambu**. Rio de Janeiro: [s.n.].
- ŞAHMARAN, M. et al. Repeatability and Pervasiveness of Self-Healing in Engineered Cementitious Composites. **ACI Materials Journal**, v. 112, n. 4, ago. 2015.
- SAHMARAN, M.; YILDIRIM, G.; ERDEM, T. K. Self-healing capability of cementitious composites incorporating different supplementary cementitious materials. **Cement and Concrete Composites**, v. 35, n. 1, p. 89–101, jan. 2013.
- SCHNEIDER, J.; CINCOTTO, M. A.; PANEPUCCI, H. Si and 27 Al high-resolution NMR characterization of calcium silicate hydrate phases in activated blast-furnace slag pastes. 2001.
- SCHWANTES-CEZARIO, N. et al. Mortars with the addition of bacterial spores: Evaluation of porosity using different test methods. **Journal of Building Engineering**, v. 30, 1 jul. 2020.
- SHI, Z. et al. Effect of alkali dosage and silicate modulus on carbonation of alkali-activated slag mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 113, p. 55–64, 1 nov. 2018.
- SILVA, D. M. G. DA et al. Calcium hydroxide influence in autogenous self-healing of cement-based materials in various environmental conditions. **Ambiente Construído**, v. 21, n. 2, p. 209–224, abr. 2021.
- SINGH, H.; GUPTA, R. Cellulose fiber as bacteria-carrier in mortar: Self-healing quantification using UPV. **Journal of Building Engineering**, v. 28, 1 mar. 2020.
- SISOMPHON, K.; COPUROGLU, O.; KOENDERS, E. A. B. Self-healing of surface cracks in mortars with expansive additive and crystalline additive. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, n. 4, p. 566–574, abr. 2012.
- SNOECK, D. et al. X-ray computed microtomography to study autogenous healing of cementitious materials promoted by superabsorbent polymers. **Cement and Concrete Composites**, v. 65, p. 83–93, 1 jan. 2016.
- SNOECK, D.; DE BELIE, N. Repeated Autogenous Healing in Strain-Hardening Cementitious Composites by Using Superabsorbent Polymers. 2015.
- SOURADEEP, G.; KUA, H. W. Encapsulation Technology and Techniques in Self-Healing Concrete. 2016.
- ST JOHN, D. A.; POOLE, A. W.; SIMS, L. **Concrete Petrography - A handbook of investigative techniques**. London: Arnold, 1998.
- TAKAGI, E. M. **Concretos autocicatrizantes com cimentos brasileiros de escória de alto-forno ativados por catalisador cristalino**. São José dos Campos: [s.n.].
- TAYLOR, H. F. W. (HARRY F. W. ). **Cement chemistry**. [s.l.] Academic Press, 1990.
- TAYLOR, R.; RICHARDSON, I. G.; BRYDSON, R. M. D. **Nature of C-S-H in 20 year old neat ordinary Portland cement and 10% Portland cement-90% ground granulated blast furnace slag pastes**. Advances in Applied Ceramics. **Anais...dez**. 2007.
- TAYLOR, R.; RICHARDSON, I. G.; BRYDSON, R. M. D. Composition and microstructure of 20-year-old ordinary Portland cement-ground granulated blast-furnace slag blends containing 0 to 100% slag. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 7, p. 971–983, jul. 2010.

- TERMKHAJORNKIT, P. et al. Self-healing ability of fly ash-cement systems. **Cement and Concrete Composites**, v. 31, n. 3, p. 195–203, mar. 2009.
- TOLEDO FILHO, R. D. et al. **Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres**. *Cement and Concrete Composites*. **Anais...** maio 2005.
- VAN TITTELBOOM, K. et al. Self-healing efficiency of cementitious materials containing tubular capsules filled with healing agent. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n. 4, p. 497–505, abr. 2011.
- VAN TITTELBOOM, K. et al. Acoustic emission analysis for the quantification of autonomous crack healing in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 28, n. 1, p. 333–341, mar. 2012a.
- VAN TITTELBOOM, K. et al. Influence of mix composition on the extent of autogenous crack healing by continued hydration or calcium carbonate formation. **Construction and Building Materials**, v. 37, p. 349–359, dez. 2012b.
- VAN TITTELBOOM, K. et al. Comparison of different approaches for self-healing concrete in a large-scale lab test. **Construction and Building Materials**, v. 107, p. 125–137, 15 mar. 2016.
- VAN TITTELBOOM, K.; DE BELIE, N. Self-healing in cementitious materials-a review. **Materials**, v. 6, n. 6, p. 2182–2217, 2013.
- VENQUIARUTO, S. D. **Influência da microfissuração causada nas primeiras idades na durabilidade de concretos ao longo do tempo (self-healing)**. Porto Alegre: [s.n.].
- WANG, J. et al. X-ray computed tomography proof of bacterial-based self-healing in concrete. **Cement and Concrete Composites**, v. 53, p. 289–304, 2014.
- WANG, X. et al. Experimental study on cementitious composites embedded with organic microcapsules. **Materials**, v. 6, n. 9, p. 4064–4081, 2013.
- YANG, Y. et al. Autogenous healing of engineered cementitious composites under wet-dry cycles. **Cement and Concrete Research**, v. 39, n. 5, p. 382–390, maio 2009.
- YANG, Y.; YANG, E. H.; LI, V. C. Autogenous healing of engineered cementitious composites at early age. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 2, p. 176–183, fev. 2011.
- YE, H. et al. Understanding the drying shrinkage performance of alkali-activated slag mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 76, p. 13–24, 1 fev. 2017.
- YILDIRIM, G. et al. Assessing the self-healing capability of cementitious composites under increasing sustained loading. **Advances in Cement Research**, v. 27, n. 10, p. 581–592, 1 nov. 2015.
- YILDIRIM, G. et al. Self-healing performance of aged cementitious composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 87, p. 172–186, 1 mar. 2018.
- ZHONG, W.; YAO, W. Influence of damage degree on self-healing of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 22, n. 6, p. 1137–1142, jun. 2008.

## ANEXO A – TABELAS DE RESULTADOS

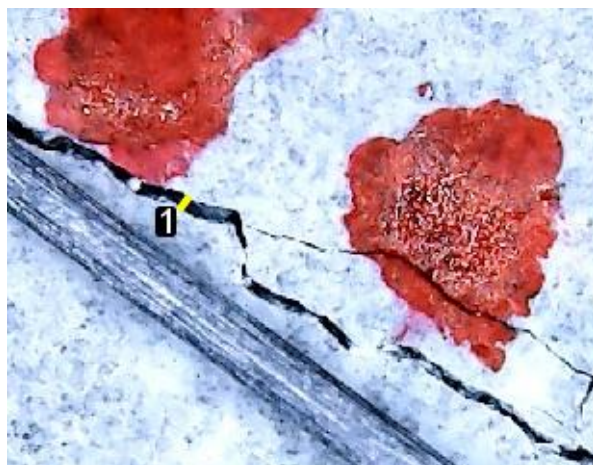
Tabela 19 - Relação % Volume Poros / Volume Amostra dos 28 aos 196 dias conforme  $\mu$ CT

Intervalo (mm)	dm (mm)	Relação % Volume Poros / Volume Amostra							
		Ref_28	Ref_196	S5_28	S5_196	S7_28	S7_196	S9_28	S9_196
<b>0,00605 - &lt;0,04238</b>	<b>0,02</b>	0,270%	0,479%	0,498%	0,605%	0,539%	0,966%	0,343%	0,975%
<b>0,04238 - &lt;0,07871</b>	<b>0,06</b>	0,484%	0,154%	1,075%	0,401%	1,212%	0,314%	0,326%	0,258%
<b>0,07871 - &lt;0,11504</b>	<b>0,10</b>	0,617%	0,157%	1,279%	0,326%	1,488%	0,242%	0,387%	0,218%
<b>0,11504 - &lt;0,15137</b>	<b>0,13</b>	0,535%	0,163%	0,824%	0,243%	0,990%	0,184%	0,368%	0,155%
<b>0,15137 - &lt;0,18770</b>	<b>0,17</b>	0,439%	0,143%	0,390%	0,164%	0,476%	0,214%	0,343%	0,146%
<b>0,18770 - &lt;0,23614</b>	<b>0,21</b>	0,264%	0,108%	0,168%	0,235%	0,170%	0,218%	0,268%	0,201%
<b>0,22403 - &lt;0,26036</b>	<b>0,24</b>	0,137%	0,162%	0,078%	0,173%	0,049%	0,152%	0,165%	0,131%
<b>0,26036 - &lt;0,29669</b>	<b>0,28</b>	0,084%	0,200%	0,038%	0,306%	0,021%	0,195%	0,137%	0,150%
<b>0,29669 - &lt;0,33302</b>	<b>0,31</b>	0,030%	0,103%	0,015%	0,185%	0,010%	0,192%	0,130%	0,146%
<b>0,33302 - &lt;0,36935</b>	<b>0,35</b>	0,027%	0,114%	0,000%	0,273%	0,000%	0,090%	0,067%	0,149%
<b>0,36935 - &lt;0,38146</b>	<b>0,39</b>	0,005%	0,137%	0,000%	0,269%	0,000%	0,138%	0,032%	0,112%
<b>0,40567 - &lt;0,41778</b>	<b>0,42</b>	0,030%	0,143%	0,000%	0,142%	0,000%	0,162%	0,000%	0,253%
<b>0,44200 - &lt;0,45411</b>	<b>0,46</b>	0,000%	0,047%	0,000%	0,110%	0,000%	0,207%	0,000%	0,079%
<b>0,47833 - &lt;0,49044</b>	<b>0,50</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,097%	0,000%	0,214%	0,000%	0,095%
<b>0,51466 - &lt;0,52677</b>	<b>0,53</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,010%	0,000%	0,172%	0,000%	0,067%
<b>0,55099 - &lt;0,56310</b>	<b>0,57</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,013%	0,000%	0,162%	0,000%	0,000%
<b>0,58732 - &lt;0,59943</b>	<b>0,61</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,015%	0,000%	0,111%	0,000%	0,000%
<b>0,62365 - &lt;0,63576</b>	<b>0,64</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,019%	0,000%	0,160%	0,000%	0,000%
<b>0,65998 - &lt;0,67209</b>	<b>0,68</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,050%	0,000%	0,351%	0,000%	0,000%
<b>0,69631 - &lt;0,70842</b>	<b>0,71</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,498%	0,000%	0,472%	0,000%	0,000%
<b>0,73264 - &lt;0,74475</b>	<b>0,75</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,235%	0,000%	0,274%	0,000%	0,000%
<b>0,76897 - &lt;0,78107</b>	<b>0,79</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,236%	0,000%	0,000%
<b>0,80529 - &lt;0,81740</b>	<b>0,82</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,040%	0,000%	0,000%
<b>0,84162 - &lt;0,85373</b>	<b>0,86</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,135%	0,000%	0,000%
<b>0,87795 - &lt;0,89006</b>	<b>0,89</b>	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,000%	0,360%	0,000%	0,000%

**Tabela 20** – Valores percentuais dos 28 aos 196 dias para poros com diâmetro de 0,06 a 0,24 mm ( $\Sigma$  (0,06-0,24)) e poros com diâmetro médio de 0,02 mm

Traço e Poros (mm)	Idade		$\Delta$ (28-196)
	28	196	
Ref (0,02)	0,27%	0,48%	<b>0,21%</b>
Ref $\Sigma$ (0,06-0,24)	2,48%	0,89%	<b>-1,59%</b>
Ref $\Sigma$ (0,28-0,31)	0,11%	0,30%	<b>0,19%</b>
S5 (0,02)	0,50%	0,61%	<b>0,11%</b>
S5 $\Sigma$ (0,06-0,24)	3,81%	1,54%	<b>-2,27%</b>
S5 $\Sigma$ (0,28-0,31)	0,05%	0,49%	<b>0,44%</b>
S7 (0,02)	0,54%	0,97%	<b>0,43%</b>
S7 $\Sigma$ (0,06-0,24)	4,38%	1,32%	<b>-3,06%</b>
S7 $\Sigma$ (0,28-0,31)	0,03%	0,39%	<b>0,36%</b>
S9 (0,02)	0,34%	0,97%	<b>0,63%</b>
S9 $\Sigma$ (0,06-0,24)	1,86%	1,11%	<b>-0,75%</b>
S9 $\Sigma$ (0,28-0,31)	0,27%	0,30%	<b>0,03%</b>

## ANEXO B – IMAGENS DA SUPERFÍCIE DOS CORPOS DE PROVA FISSURADOS



(a)



(b)



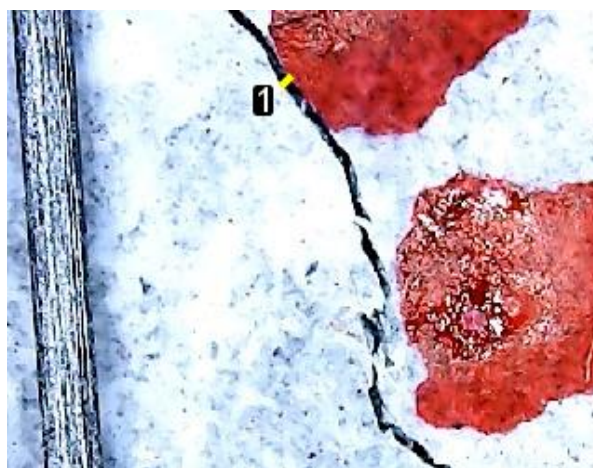
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura fechada (ponto 1) –

Dimensão: 0,056mm

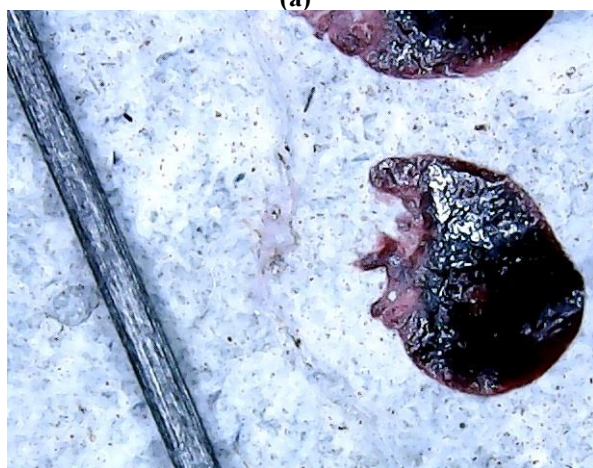
**Figura 101** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#02 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



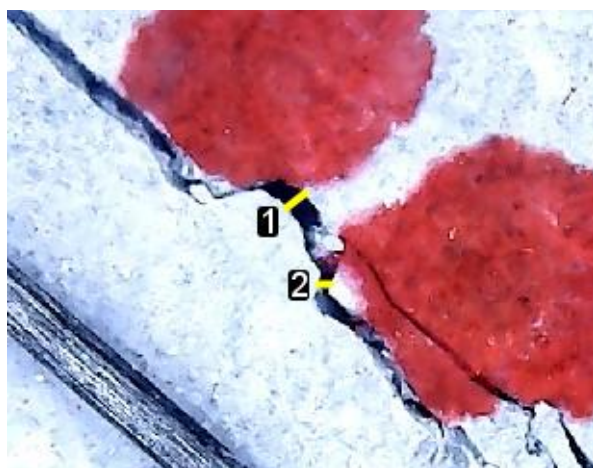
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura fechada (ponto 1)

Dimensão: 0,059mm

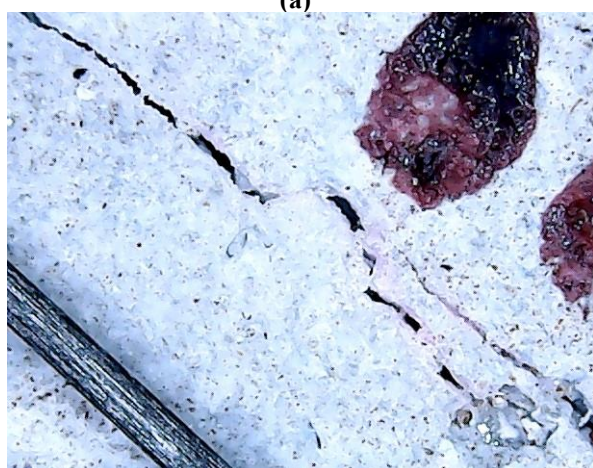
**Figura 102** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#13 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

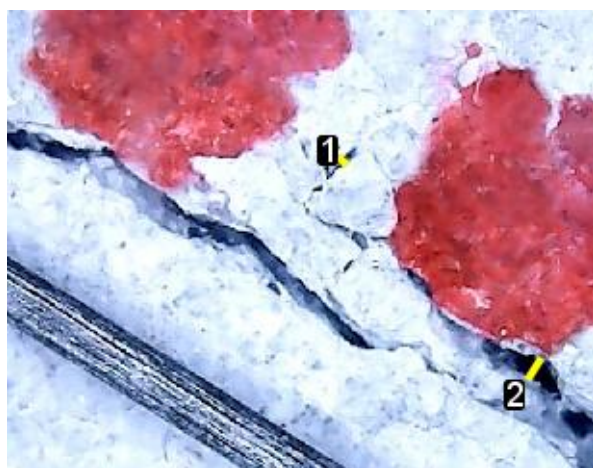
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,128mm

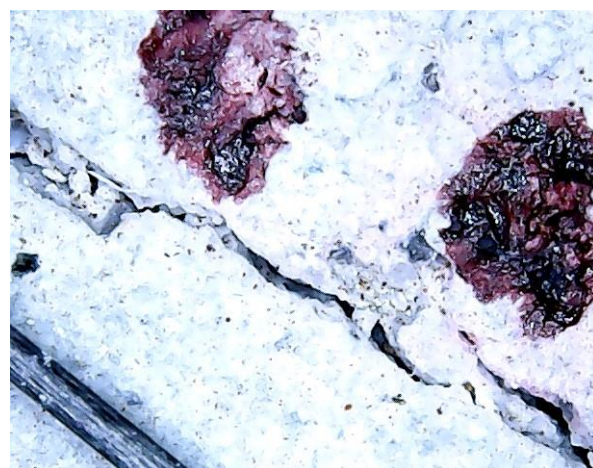
Maior largura da fissura fechada (ponto 2)

Dimensão: 0,056mm

**Figura 103** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#22 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

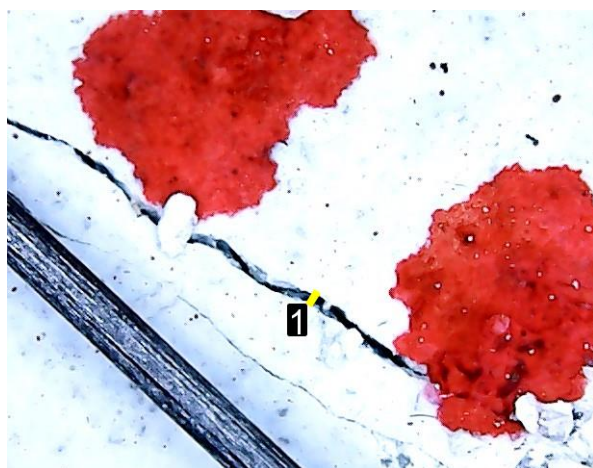
Maior largura da fissura fechada (ponto 1)

Dimensão: 0,034mm

Maior largura da fissura (ponto 2)

Dimensão: 0,107mm

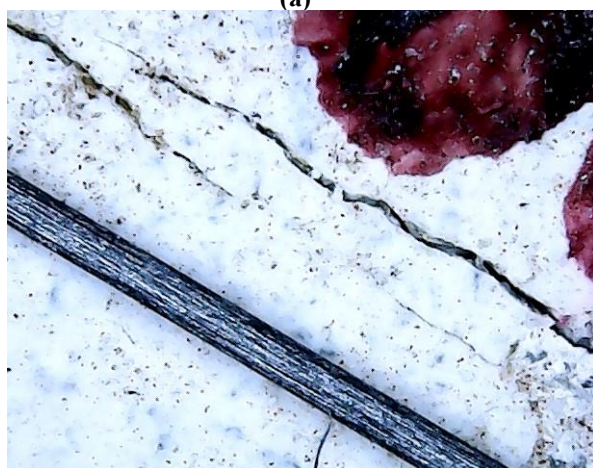
**Figura 104** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp R#23 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



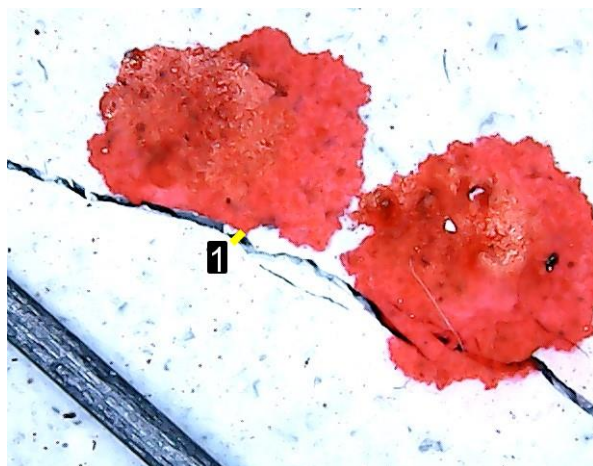
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,057mm

**Figura 105** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#02 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



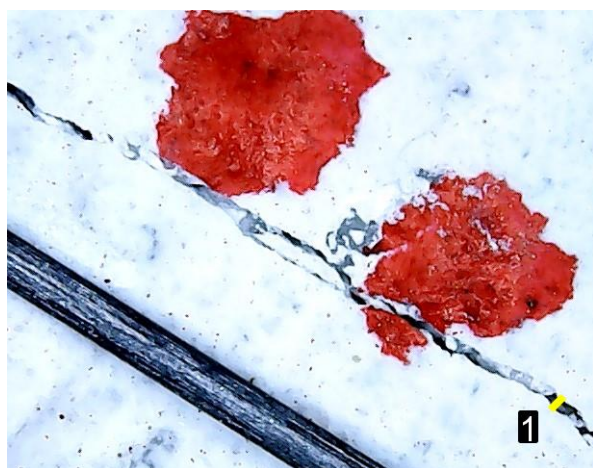
(c)

Aos 28 dias

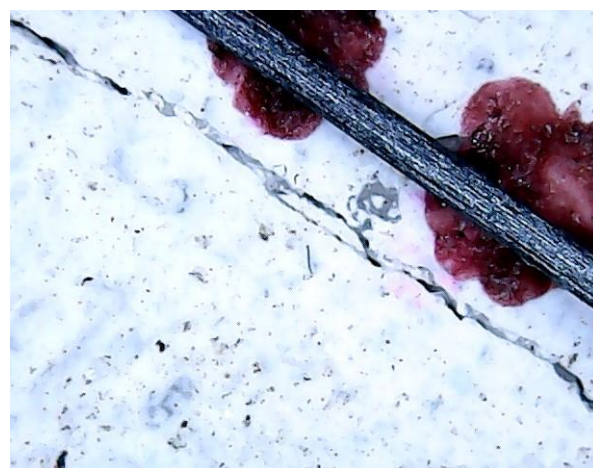
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,056mm

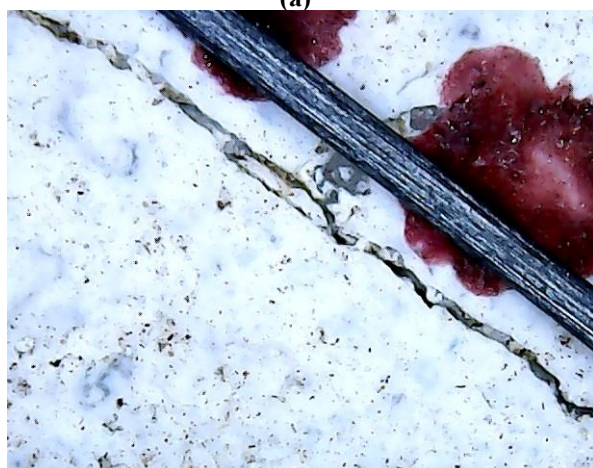
**Figura 106** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#09 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



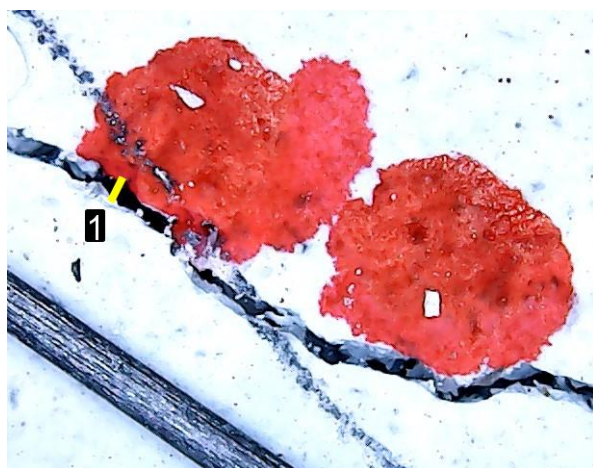
(c)

Aos 28 dias

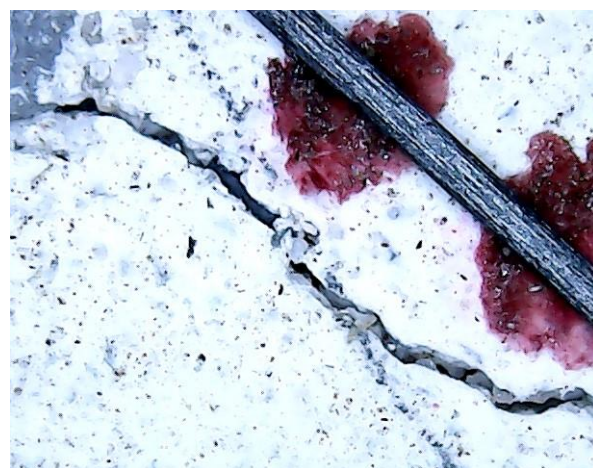
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,073mm

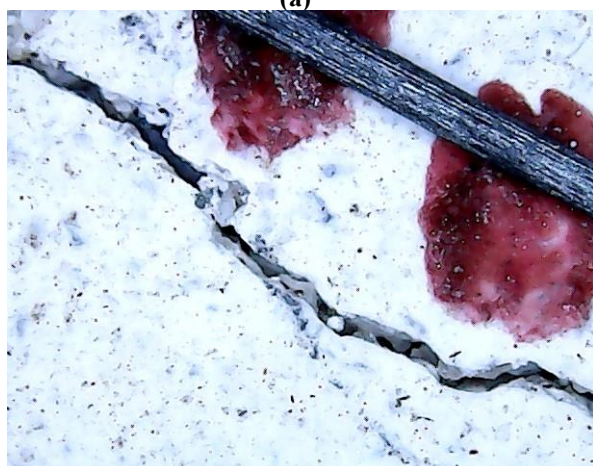
**Figura 107** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#11 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



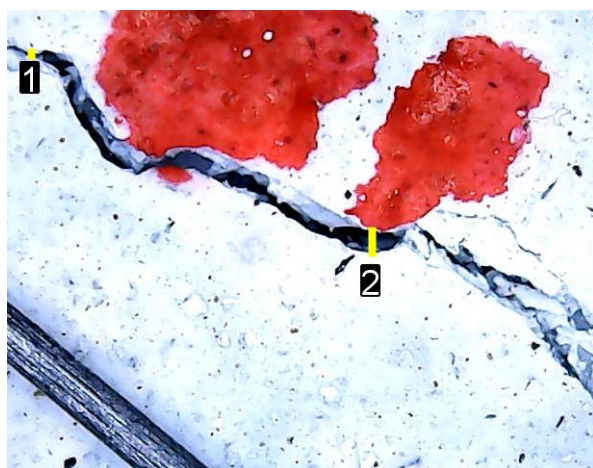
(c)

Aos 28 dias

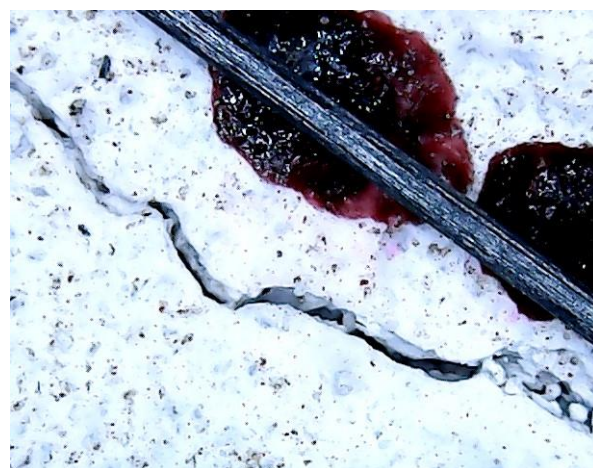
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,129m

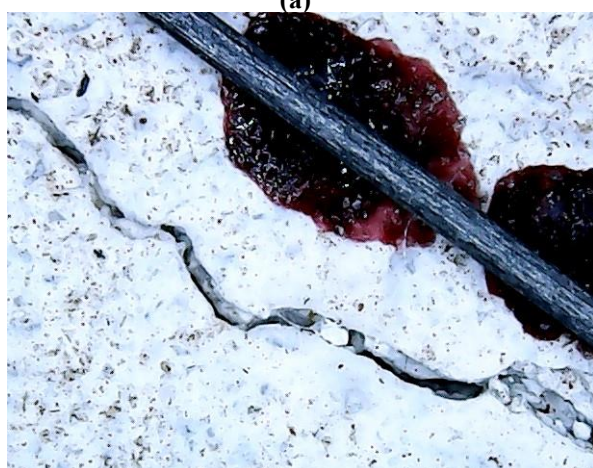
**Figura 108** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#14 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura fechada (ponto 1)

Dimensão: 0,027mm

Maior largura da fissura (ponto 2)

Dimensão: 0,154mm

**Figura 109** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9#25 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



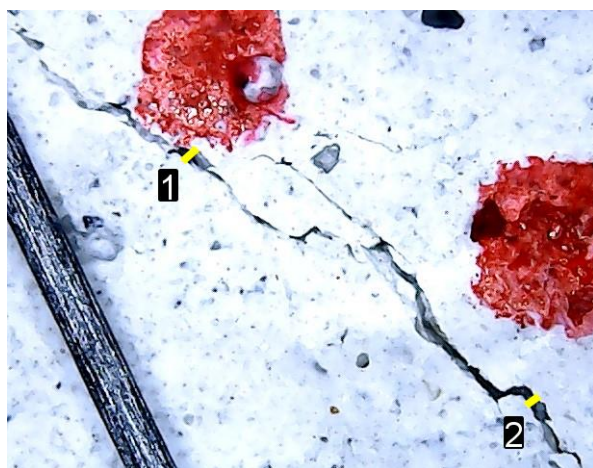
(c)

Aos 28 dias

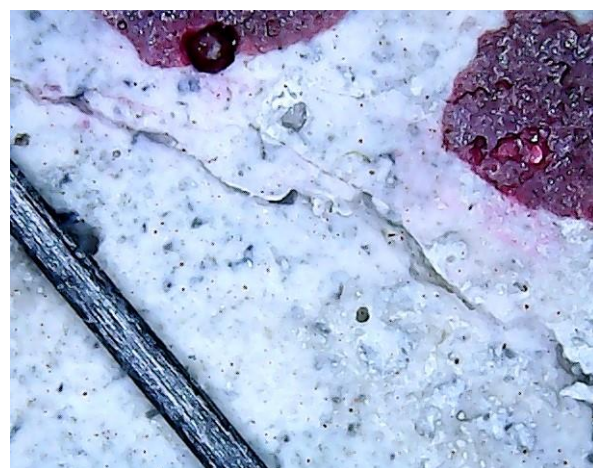
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,051m

**Figura 110** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_5#10 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

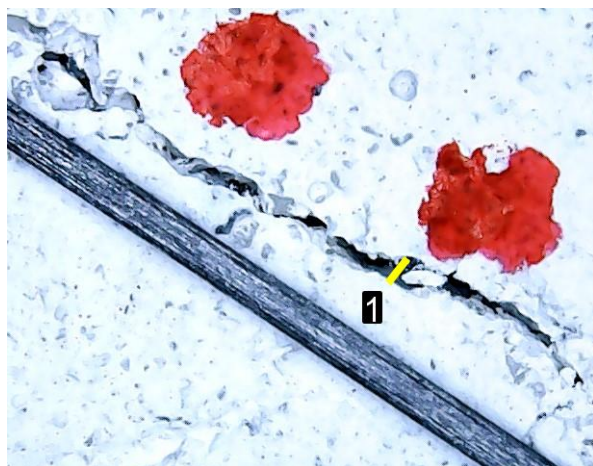
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,087mm

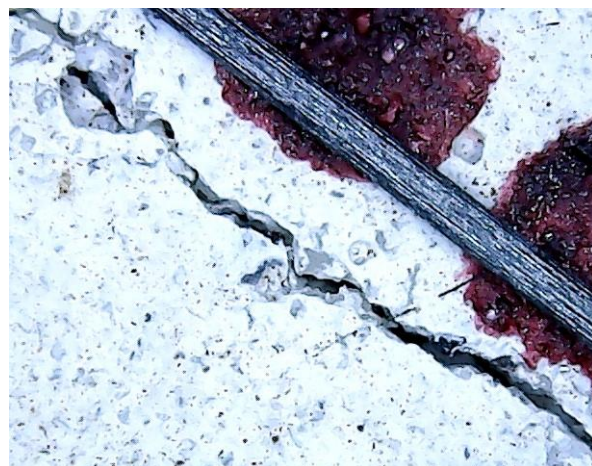
Maior largura da fissura fechada (ponto 2)

Dimensão: 0,059mm

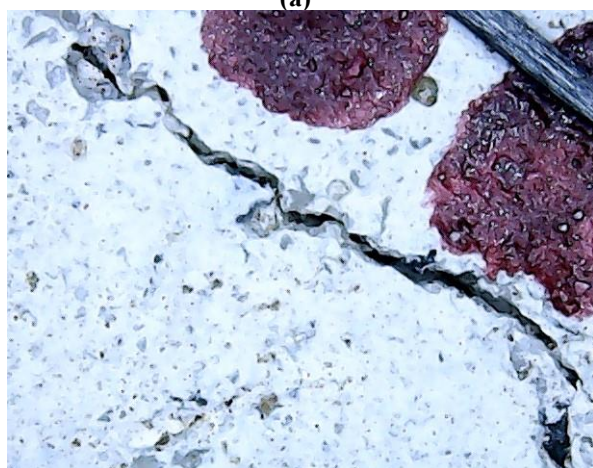
**Figura 111** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_5#13 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



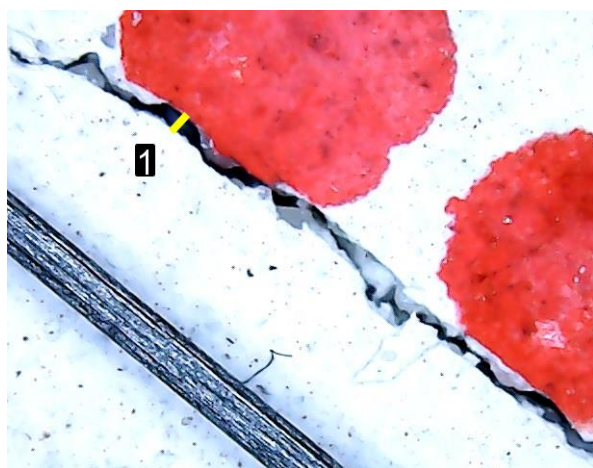
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,191mm

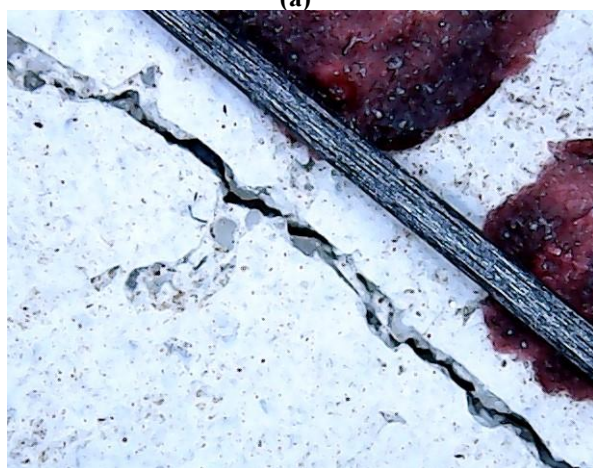
**Figura 112** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_5#17 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



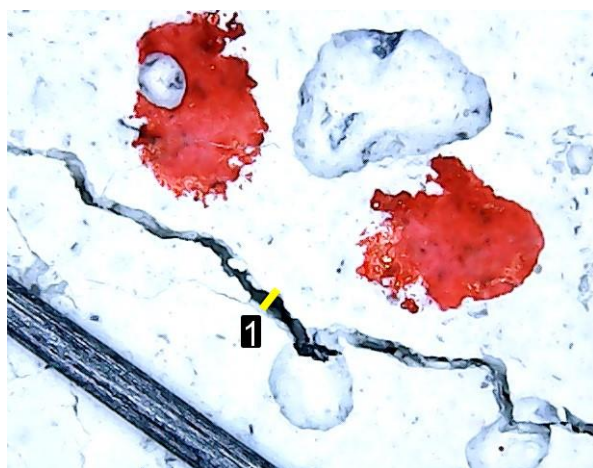
(c)

Aos 28 dias

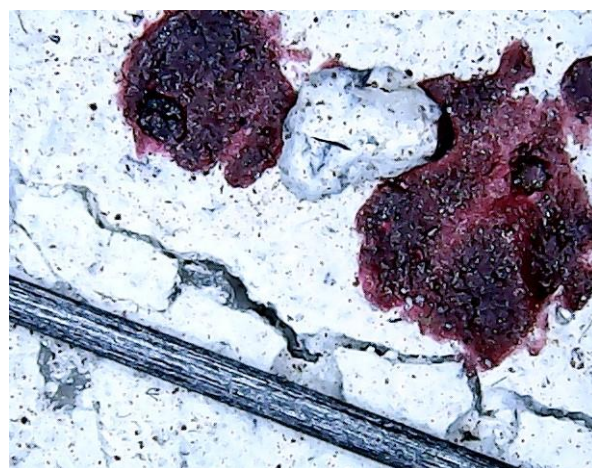
Maior largura da fissura (ponto 2)

Dimensão: 0,109mm

**Figura 113** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_5#19 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



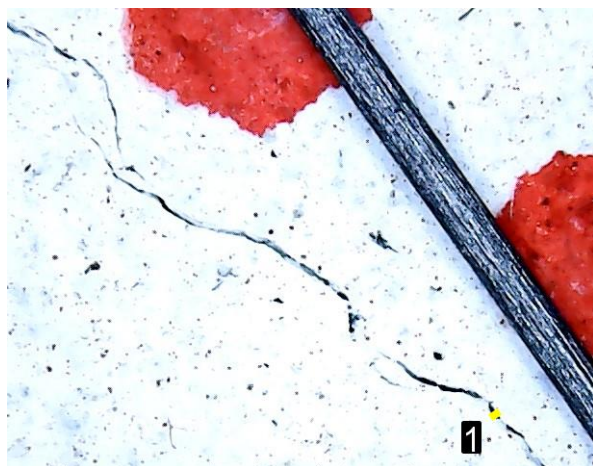
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,124mm

**Figura 114** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_5#27 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



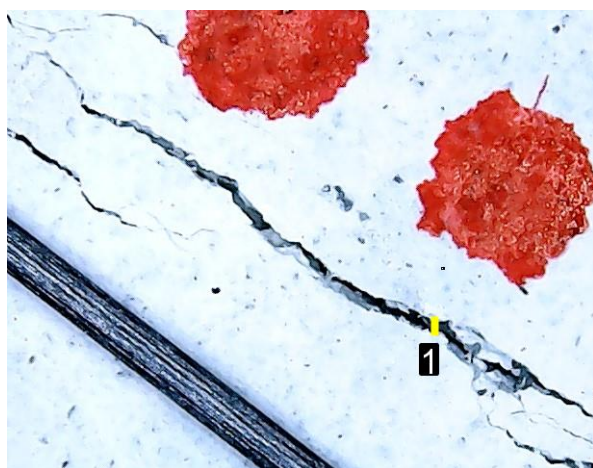
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,027mm

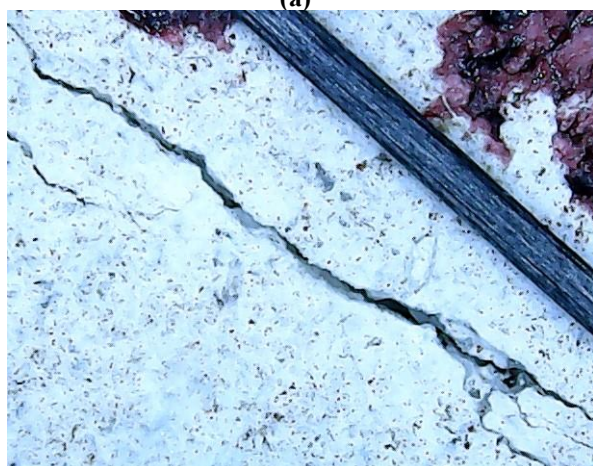
**Figura 115** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_10#01 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



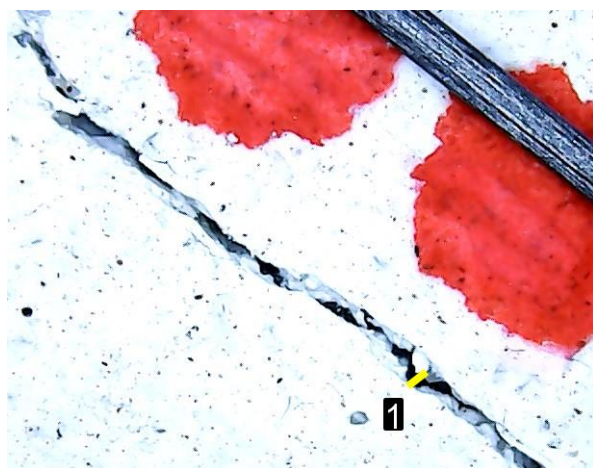
(c)

Aos 28 dias

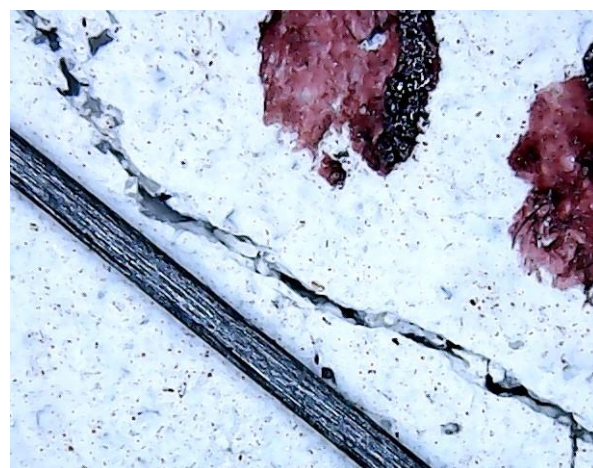
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,085mm

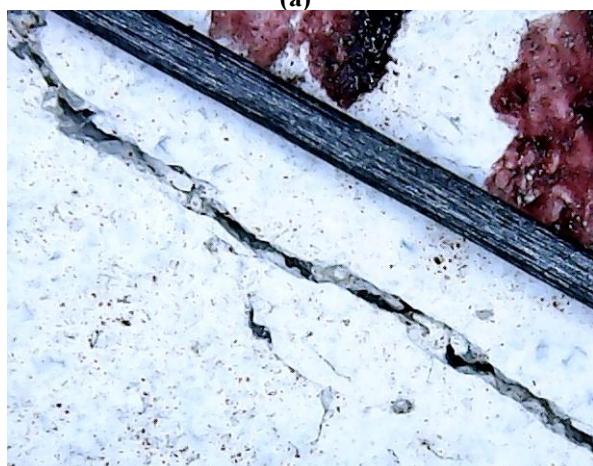
**Figura 116** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_10#07 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



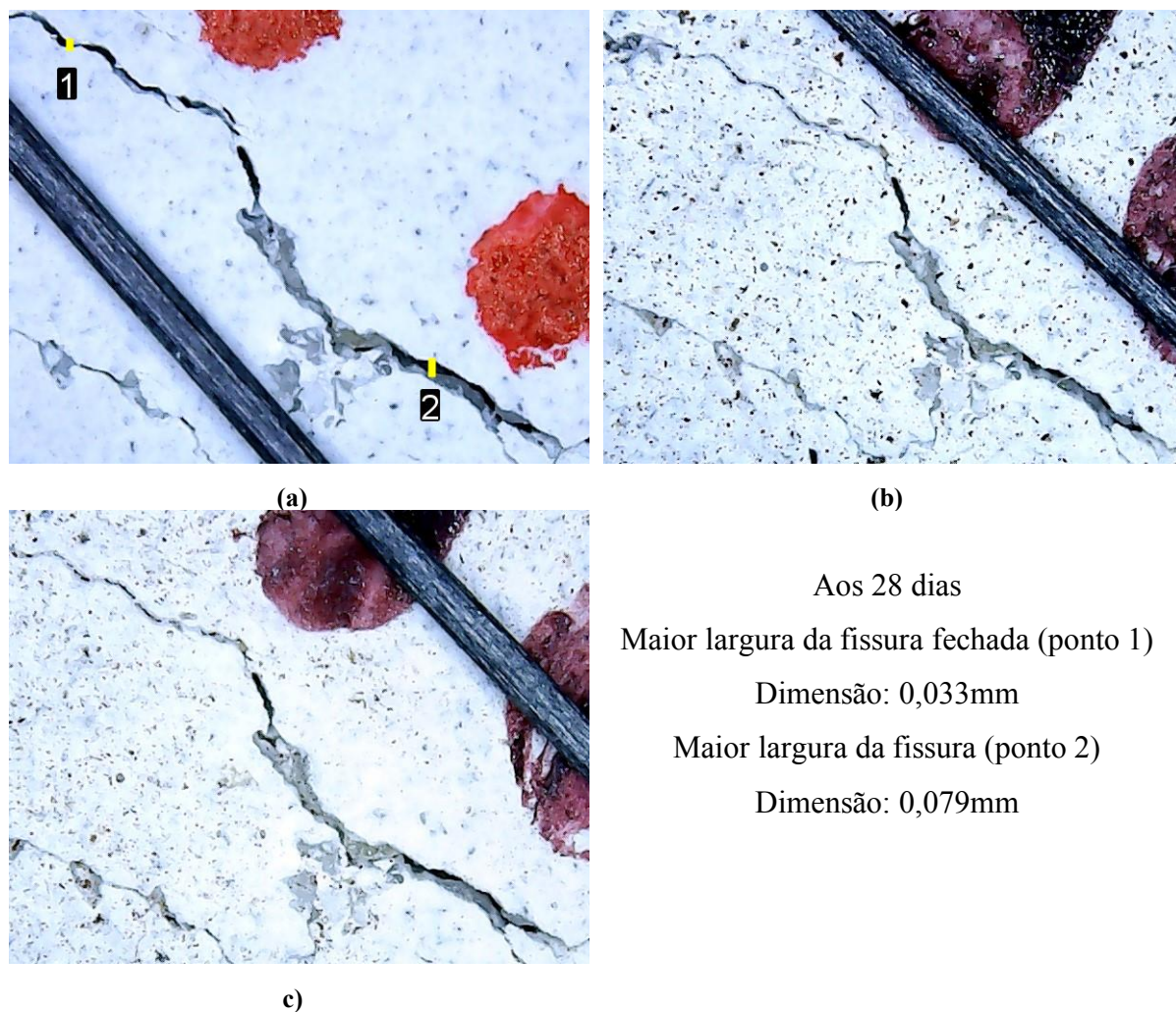
(c)

Aos 28 dias

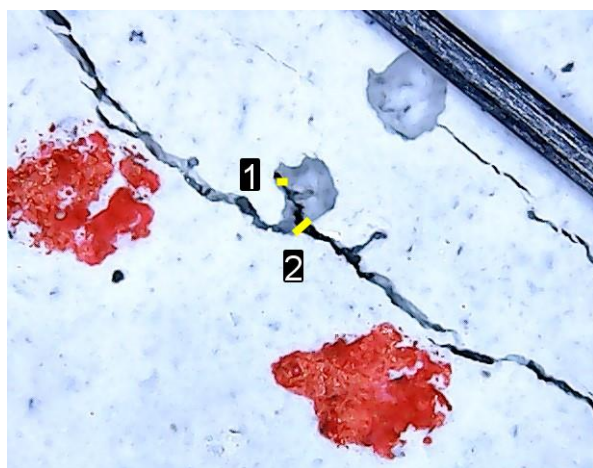
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,115mm

**Figura 117** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_10#09 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



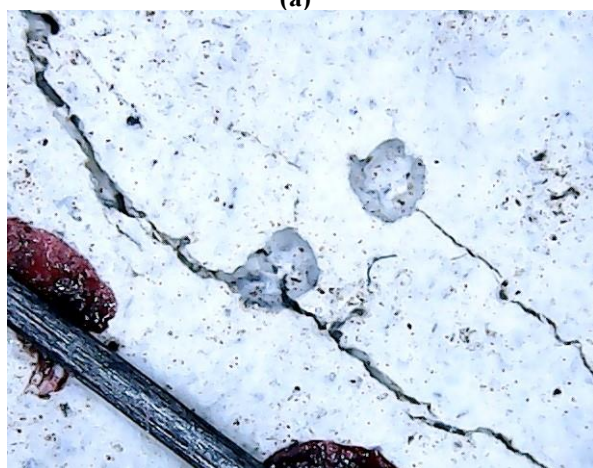
**Figura 118** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_10#15 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



c)

Aos 28 dias

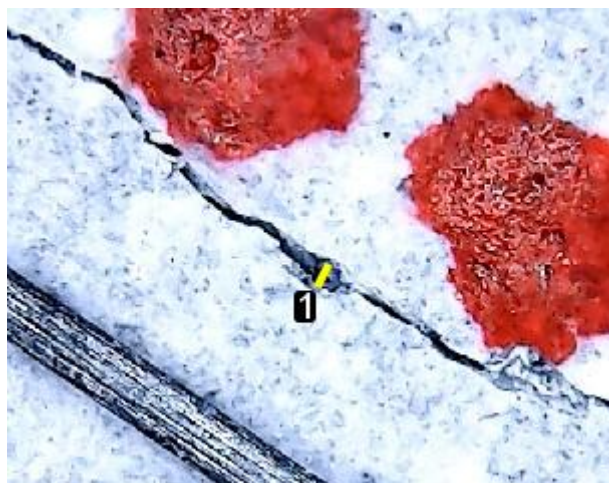
Maior largura da fissura fechada (ponto 1)

Dimensão: 0,020mm

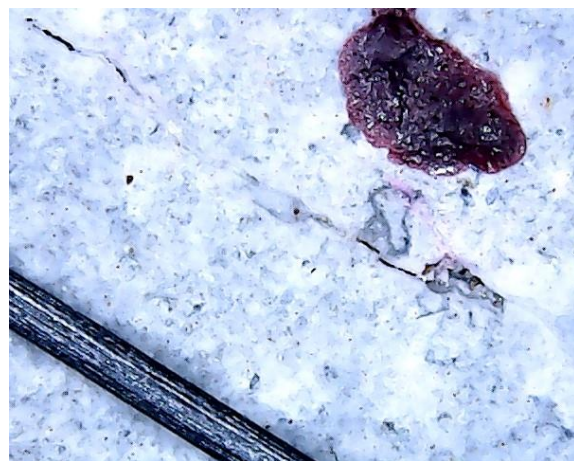
Maior largura da fissura (ponto 2)

Dimensão: 0,091mm

**Figura 119** – Condição de cura intermitente: Imagens da fissura para o cp S9\_10#19 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

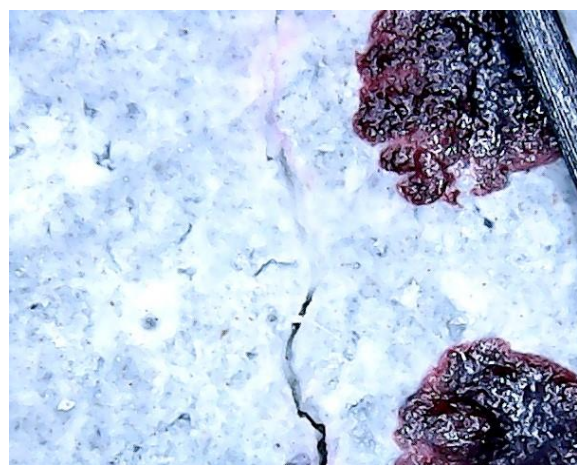
Maior largura da fissura fechada (ponto 1)

Dimensão: 0,100mm

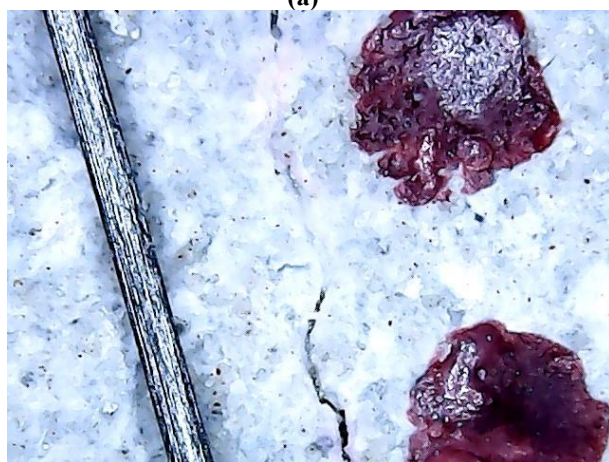
**Figura 120** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#03 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



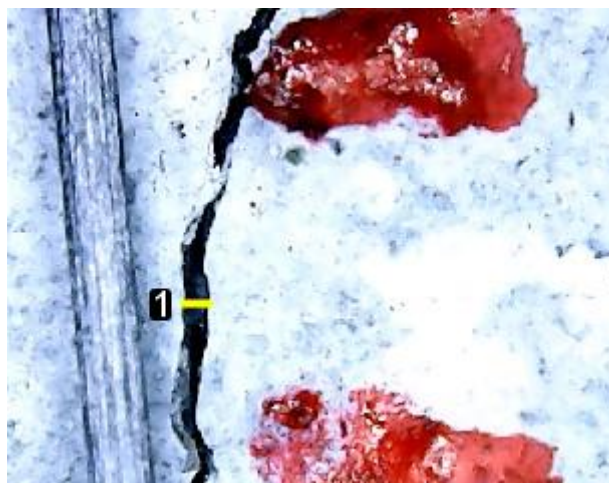
(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1) –

Dimensão: 0,084mm

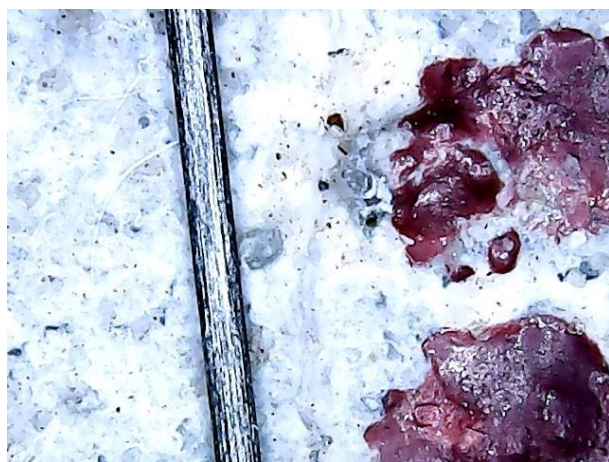
**Figura 121** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#04 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



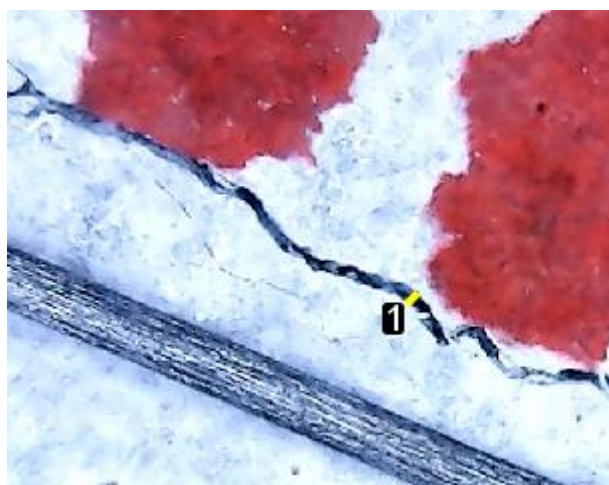
(c)

Aos 28 dias

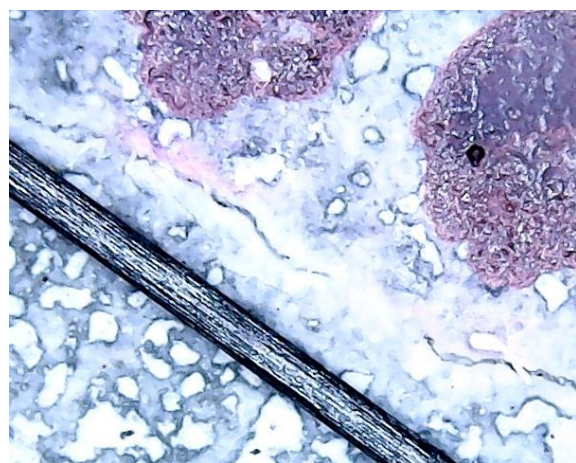
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,134mm

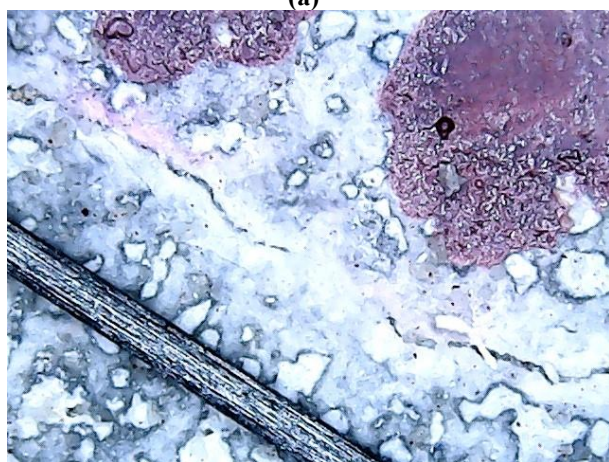
**Figura 122** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#06 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



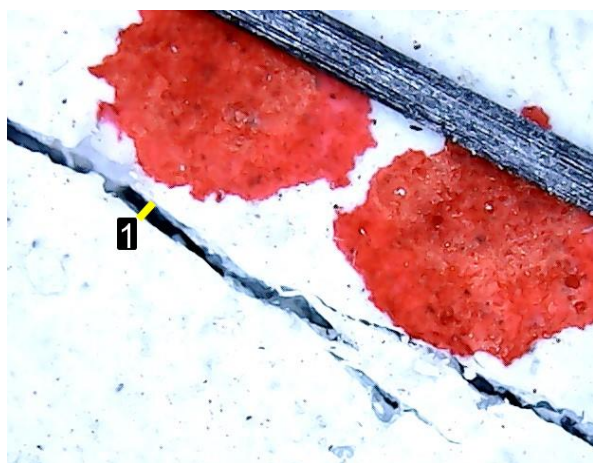
(c)

Aos 28 dias

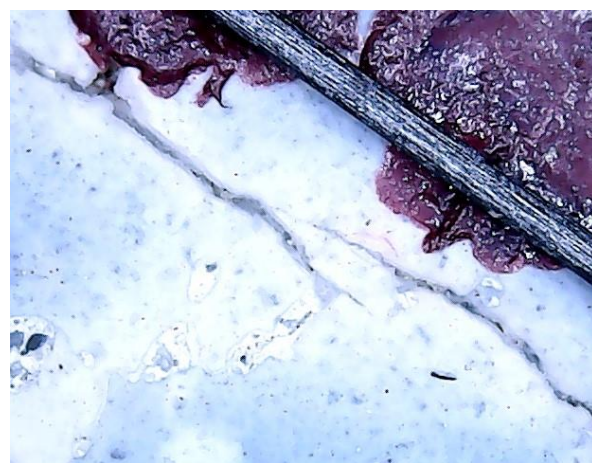
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,062mm

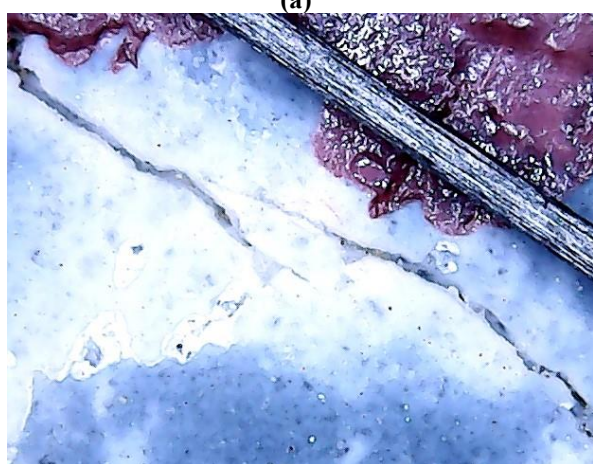
**Figura 123** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp R#20 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,093mm

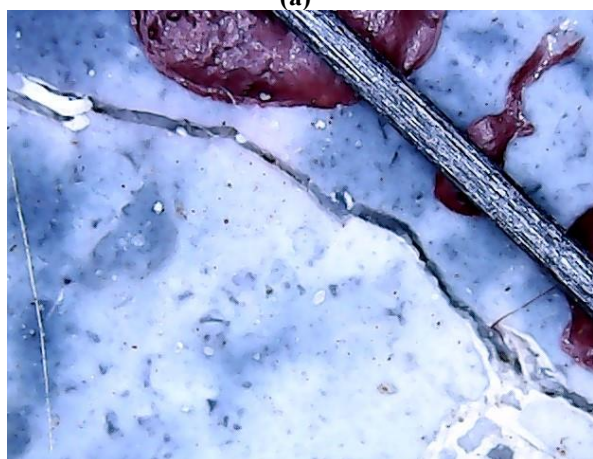
**Figura 124** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#03 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



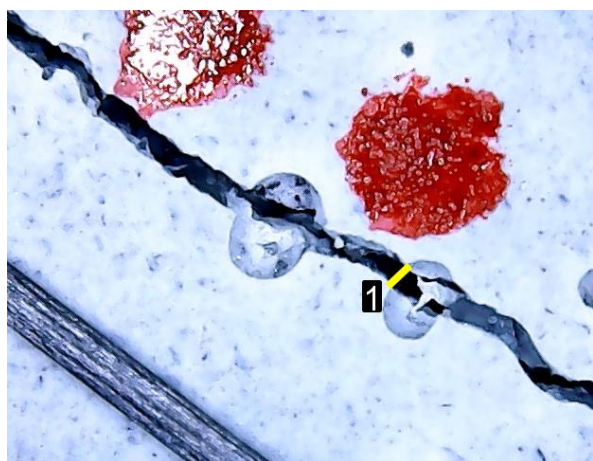
(c)

Aos 28 dias

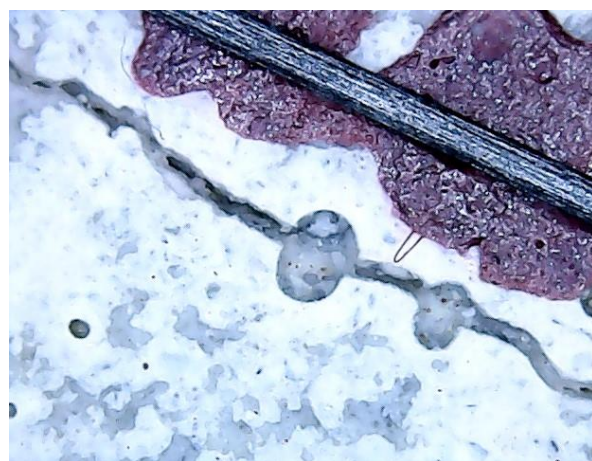
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,086mm

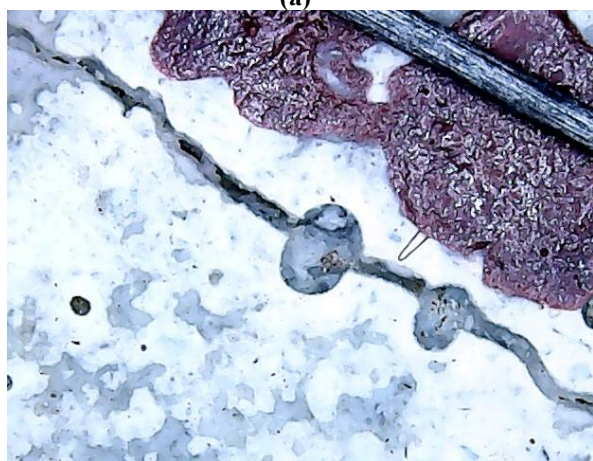
**Figura 125** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#04 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



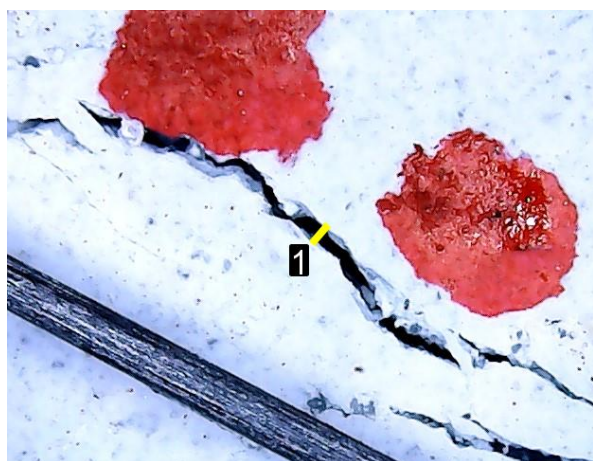
(c)

Aos 28 dias

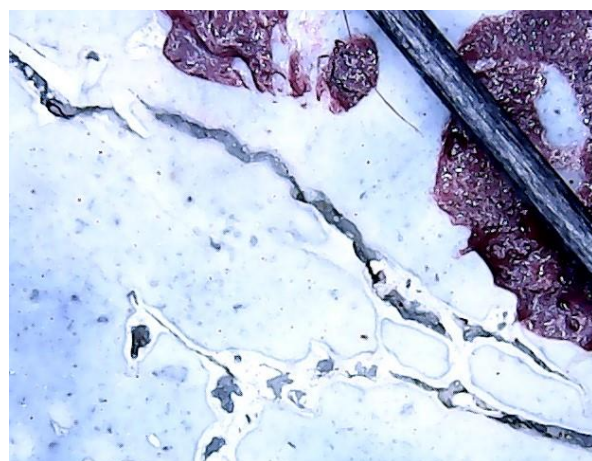
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,144mm

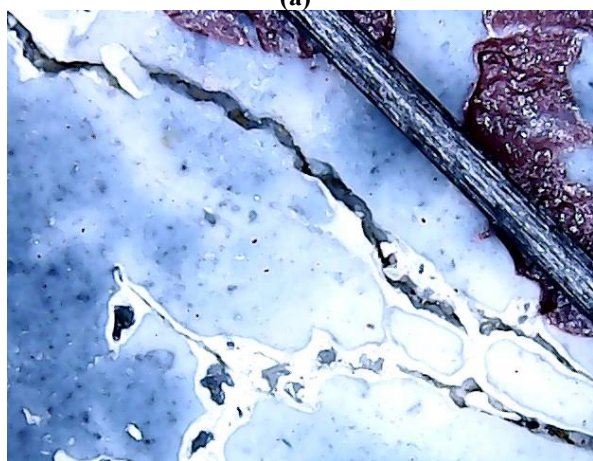
**Figura 126** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#07 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



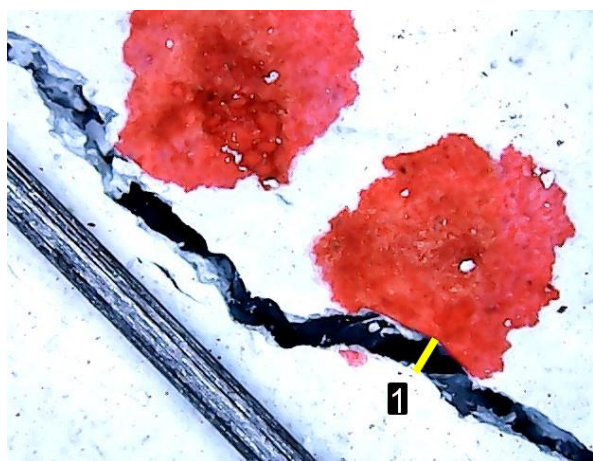
(c)

Aos 28 dias

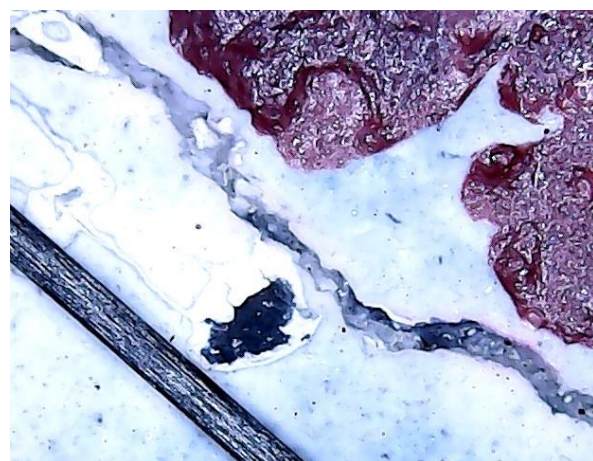
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,119mm

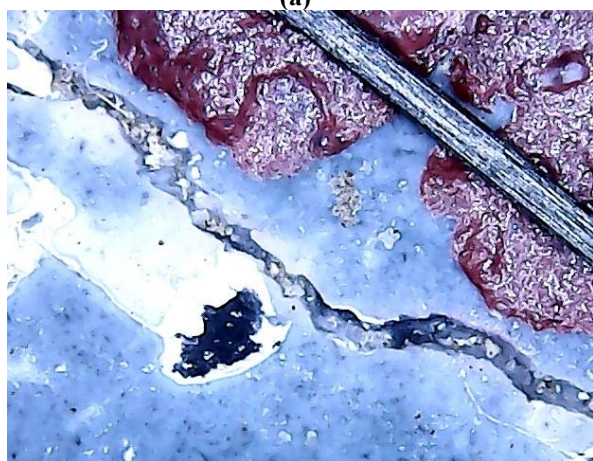
**Figura 127** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#21 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



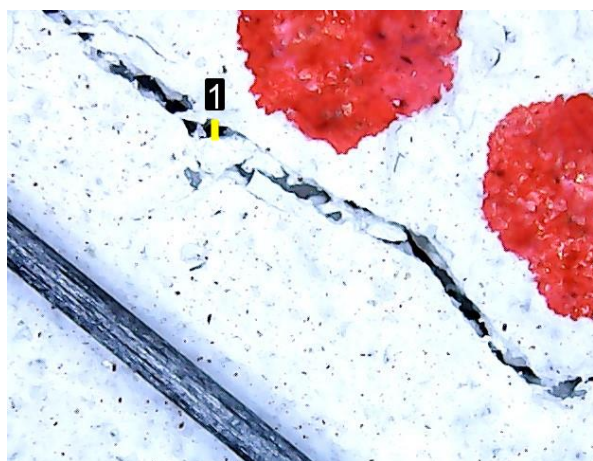
(c)

Aos 28 dias

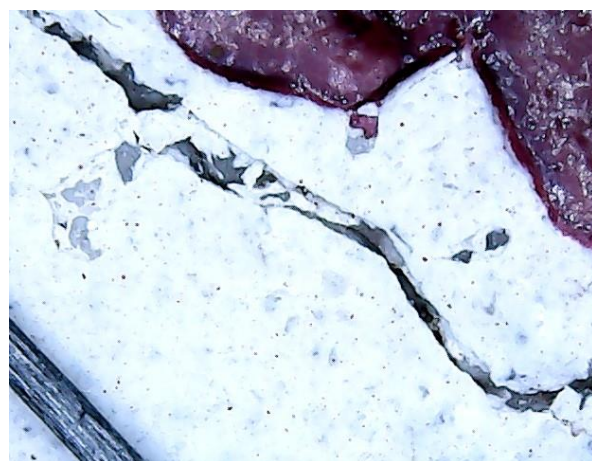
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,216mm

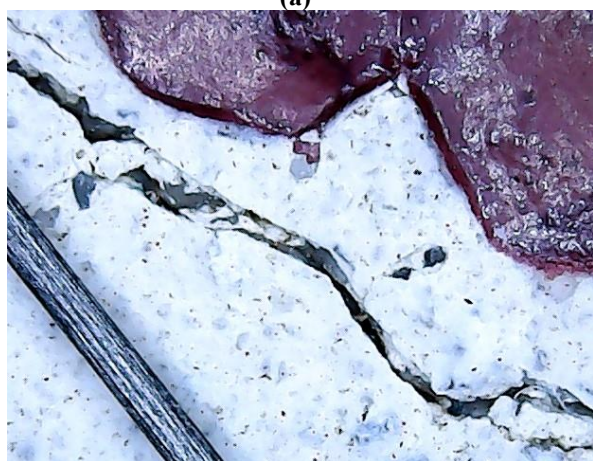
**Figura 128** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9#24 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



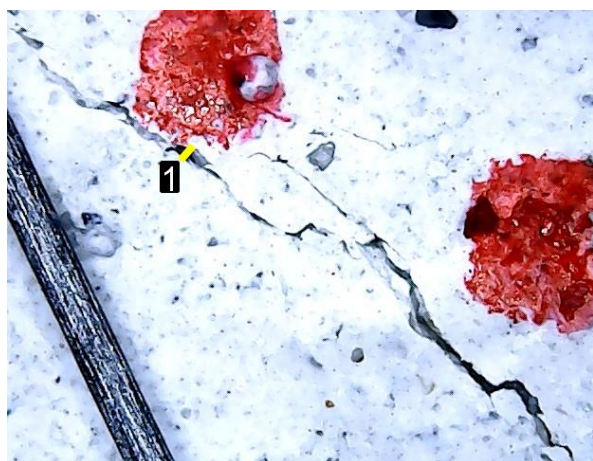
(c)

Aos 28 dias

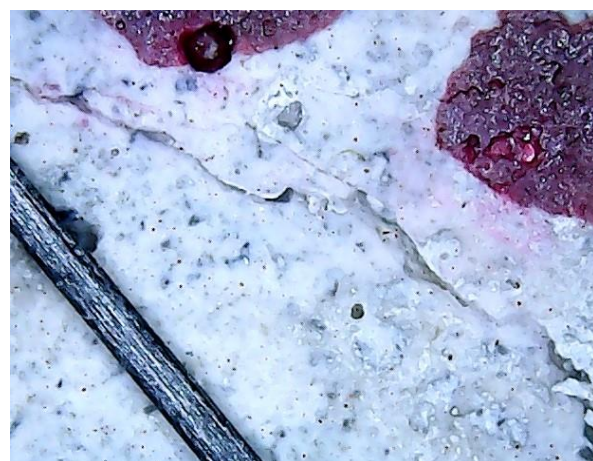
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,096m

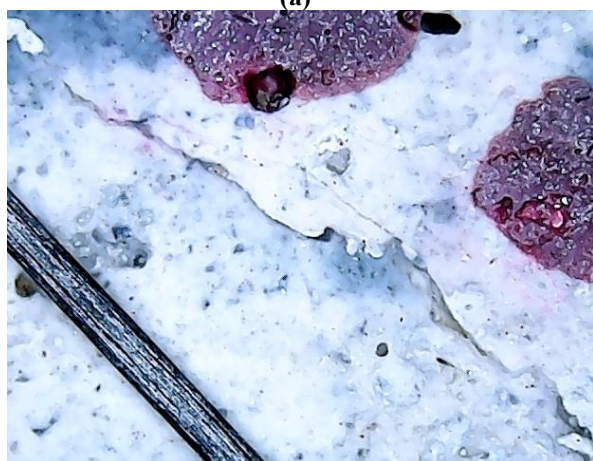
**Figura 129** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_5#06 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

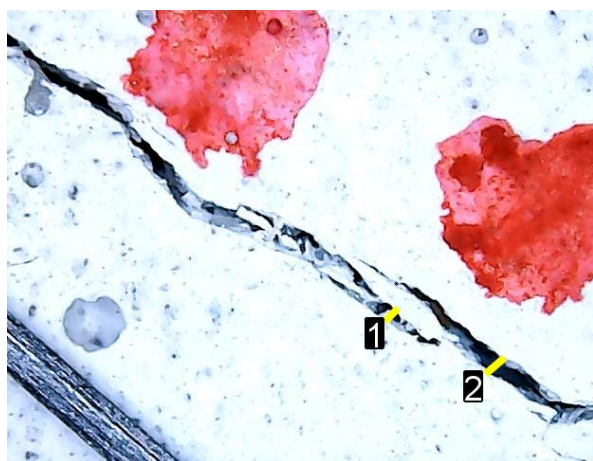
Aos 28 dias

Maior largura da fissura (ponto 1)

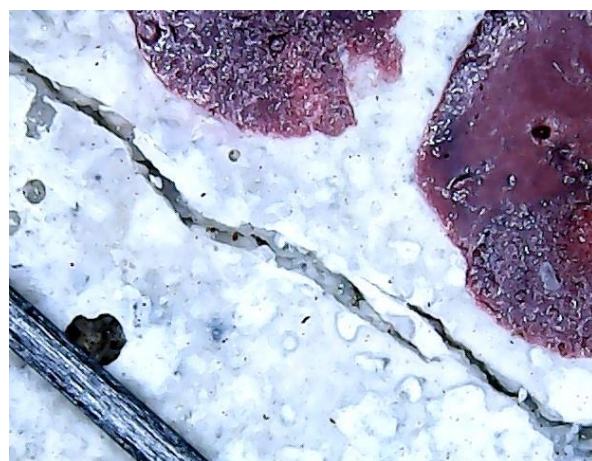
Dimensão: 0,086mm

**Figura 130** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_5#13 aos (a) 28

(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



(c)

Aos 28 dias

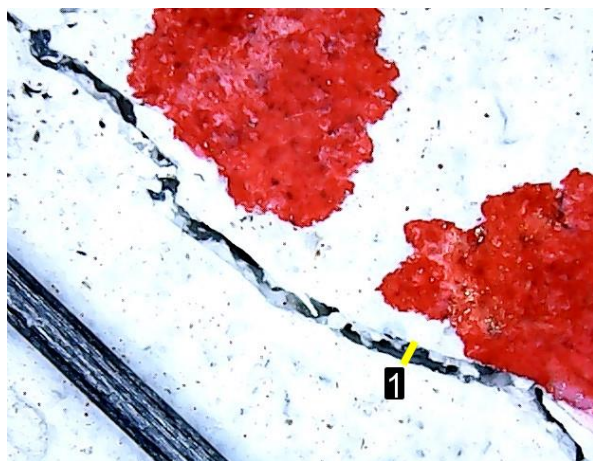
Maior largura da fissura fechada (ponto 1)

Dimensão: 0,081mm

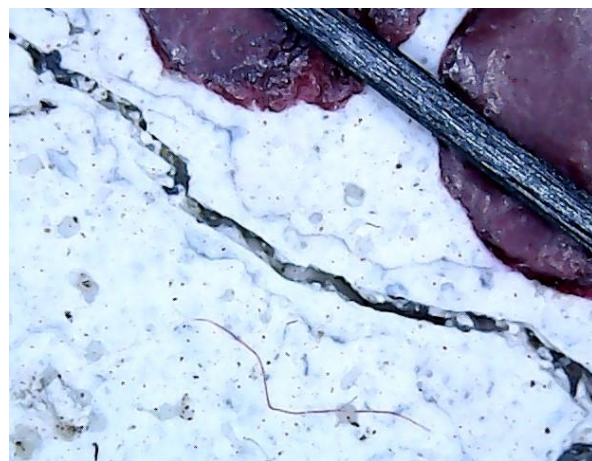
Maior largura da fissura (ponto 2)

Dimensão: 0,126mm

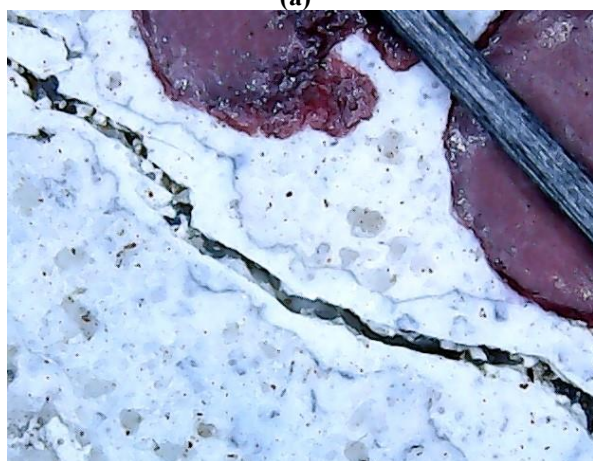
**Figura 131** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_5#18 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



(a)



(b)



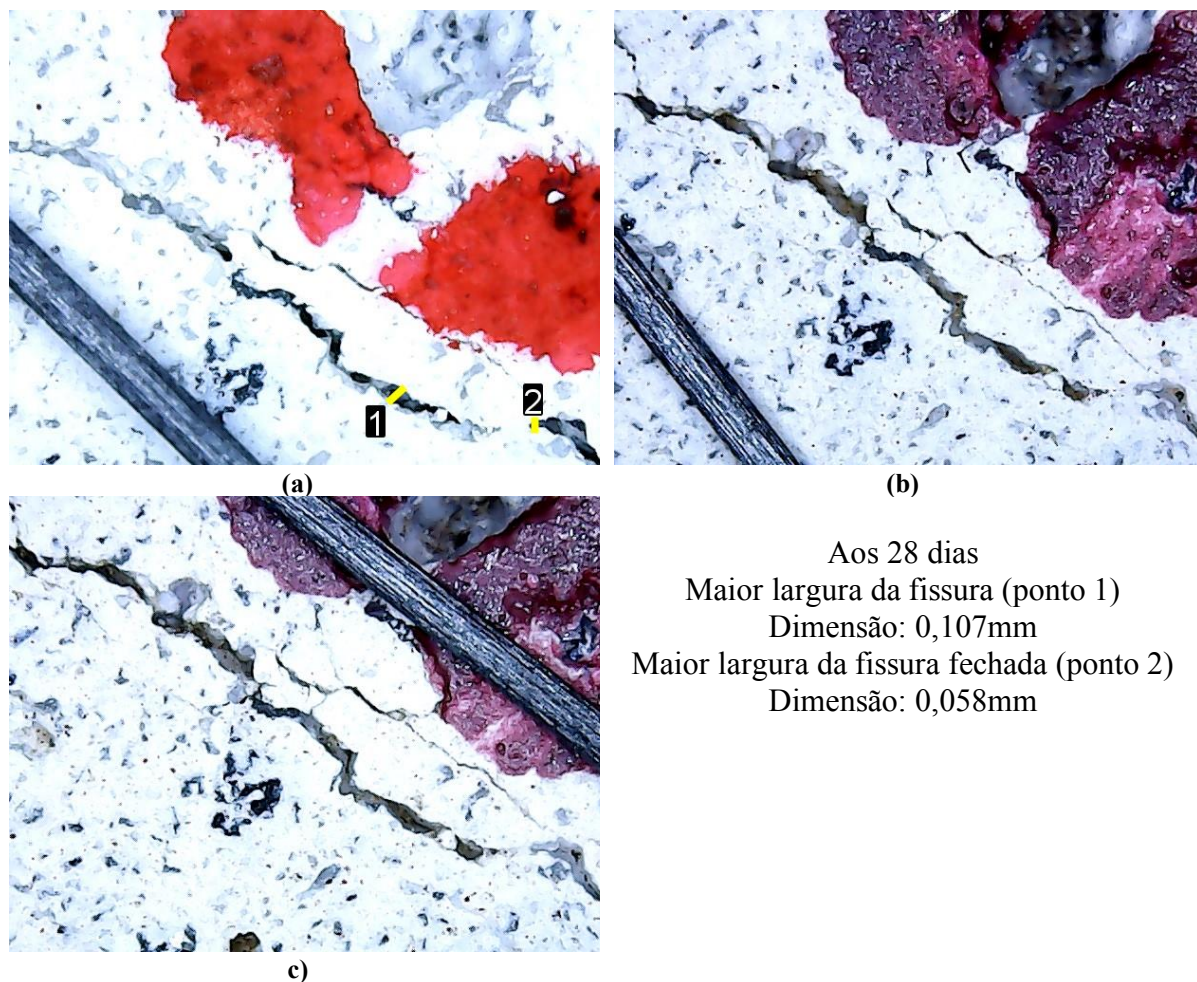
(c)

Aos 28 dias

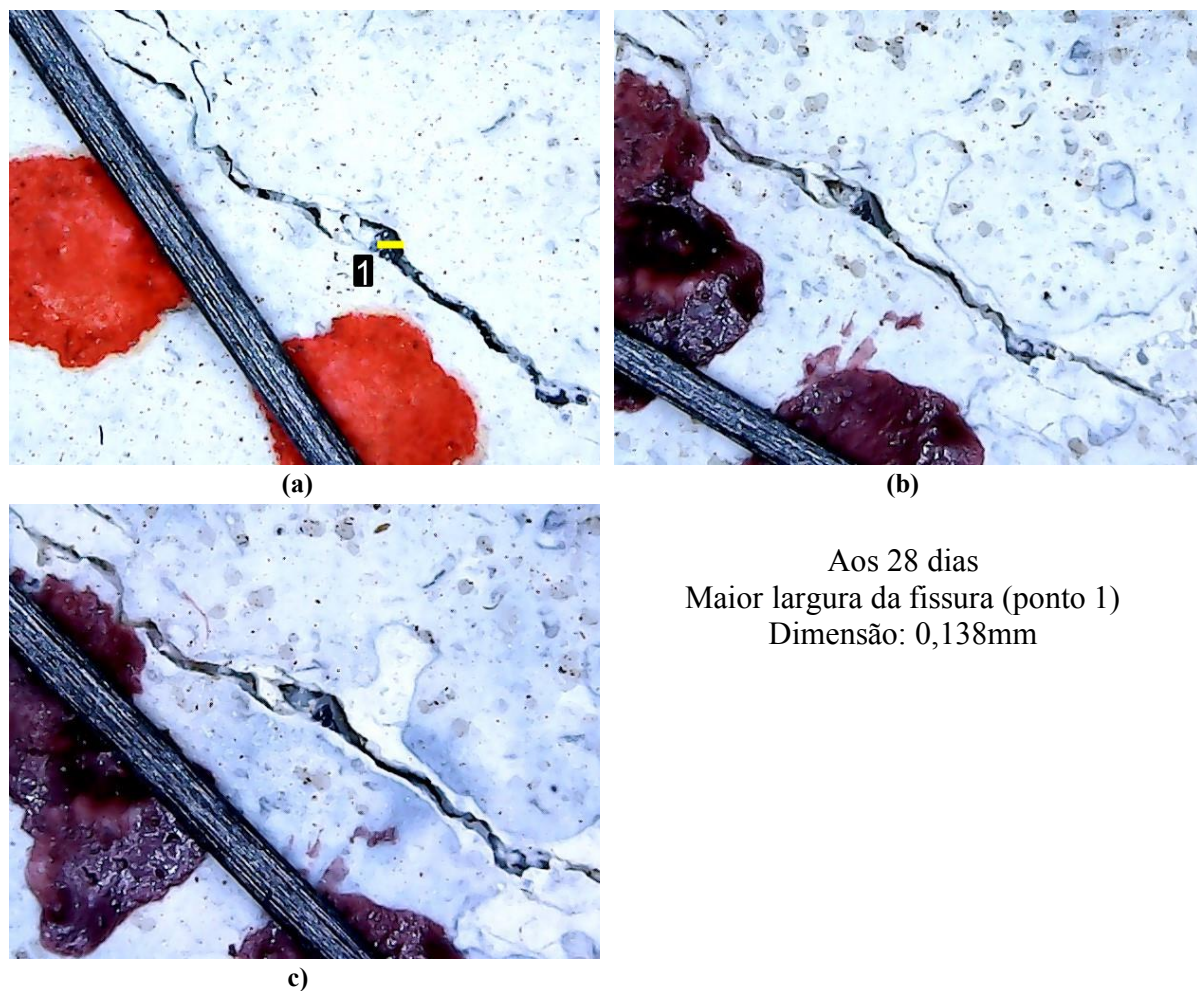
Maior largura da fissura (ponto 1)

Dimensão: 0,119mm

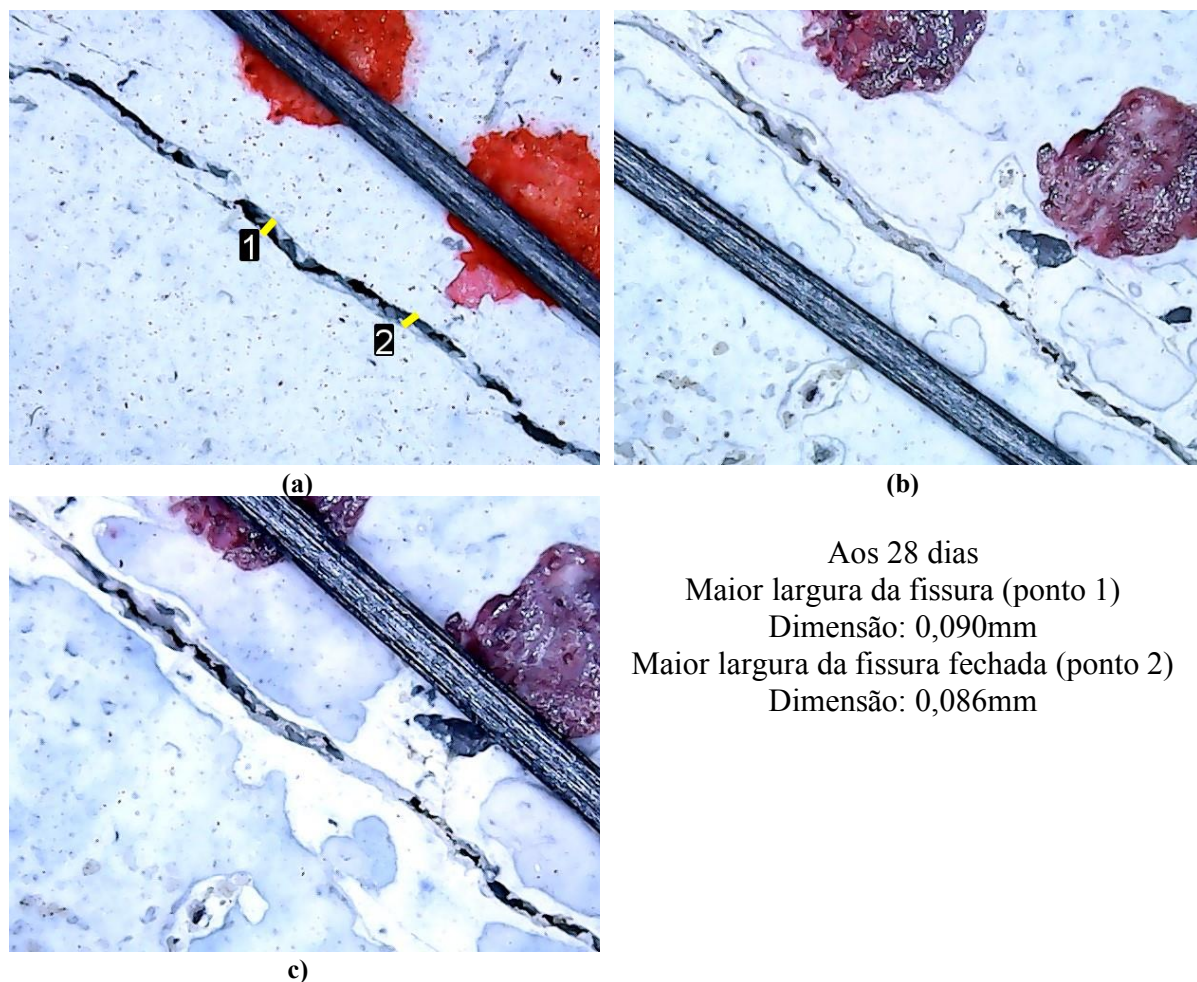
**Figura 132** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_5\_28 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



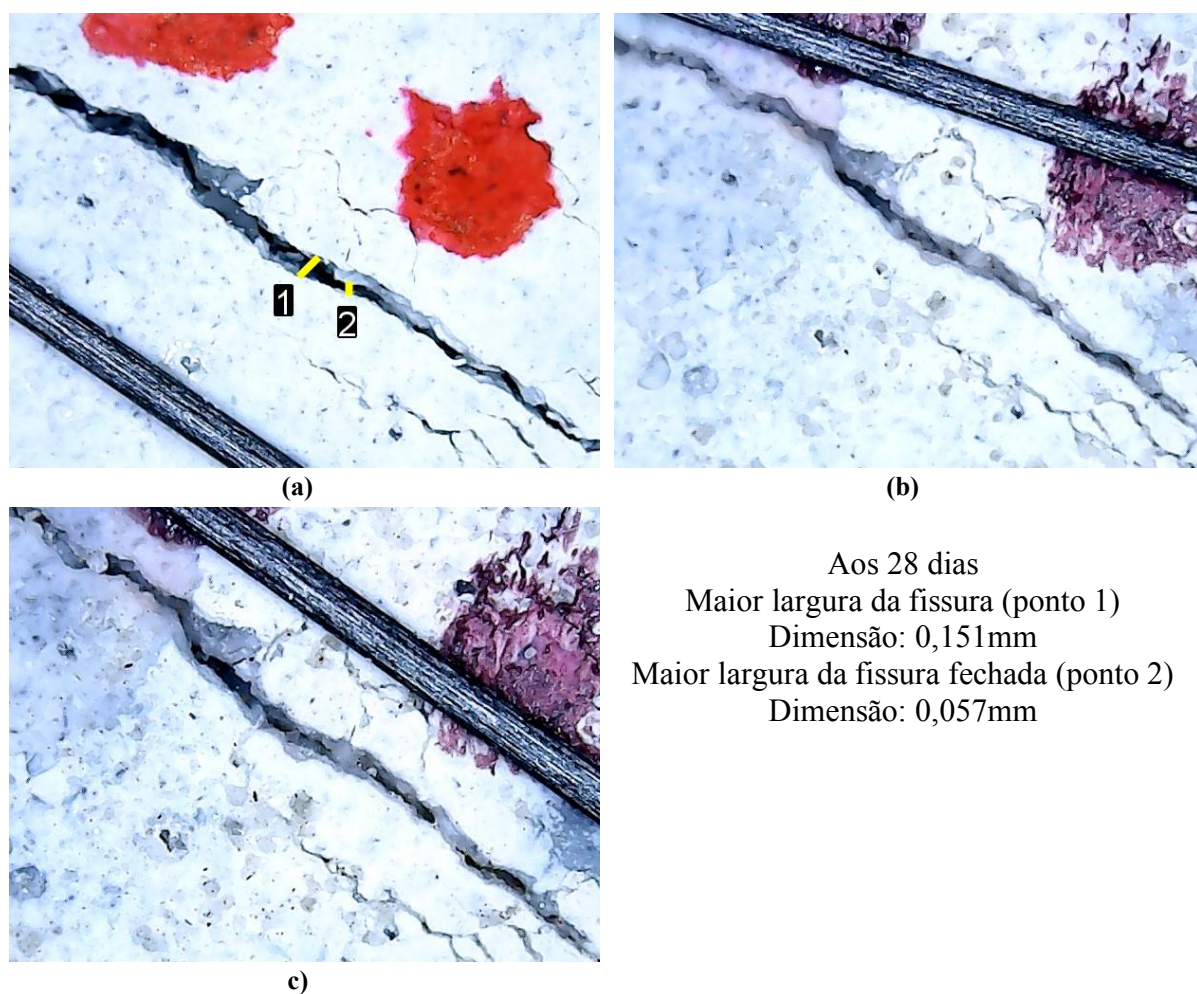
**Figura 133** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_5#30 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



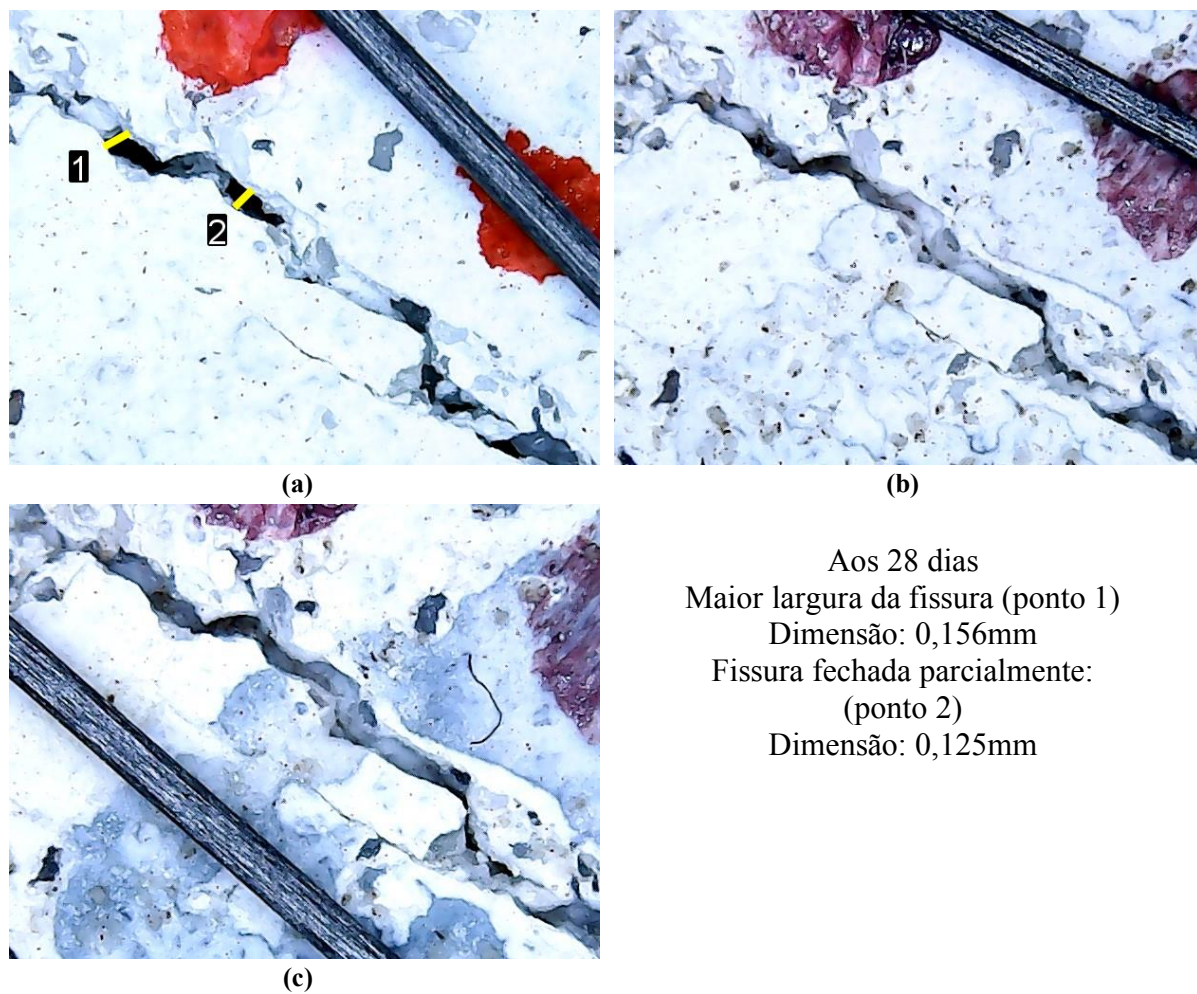
**Figura 134** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_10#02 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



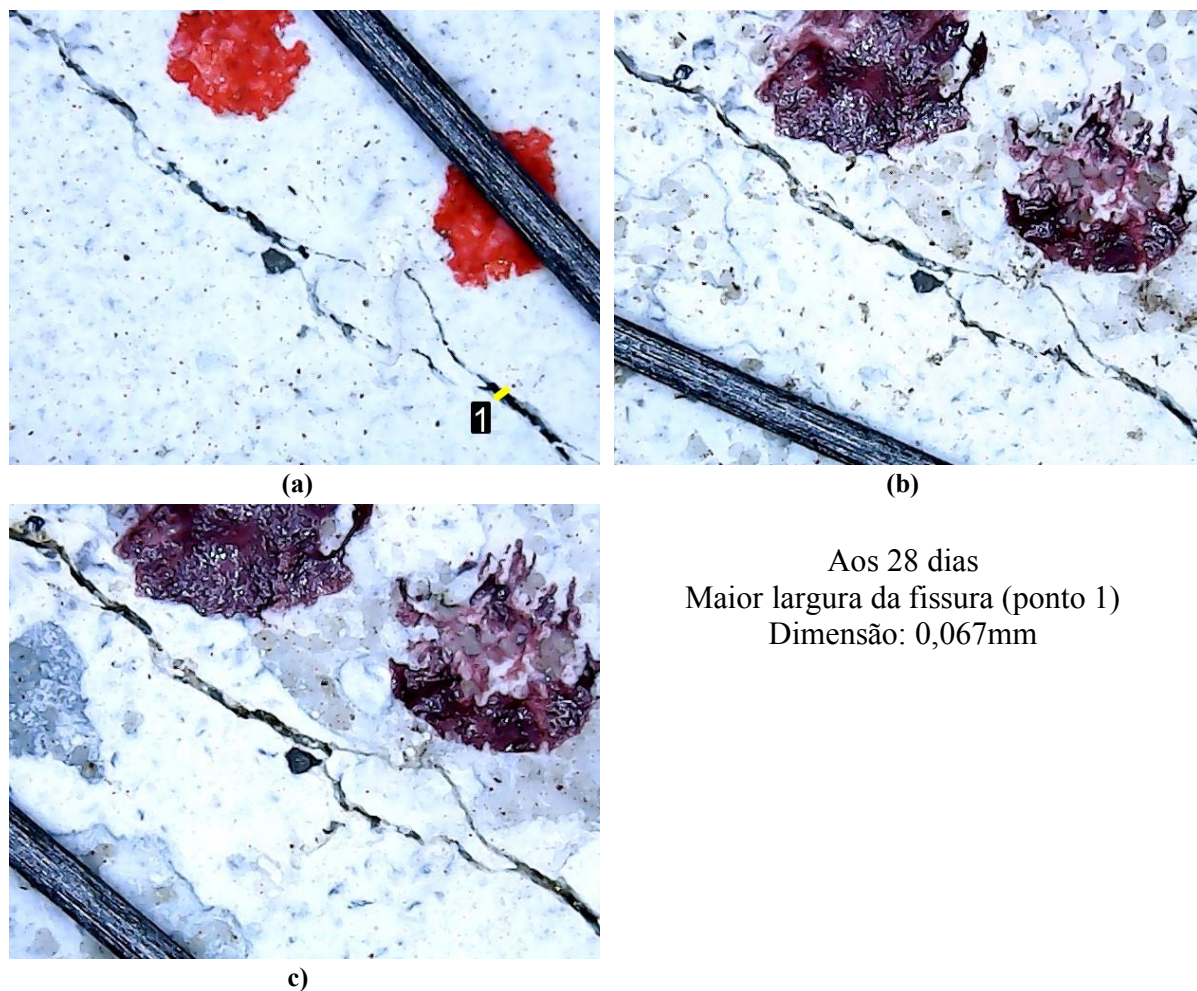
**Figura 135** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_10#06 aos (a) 28 (b) 112 e (c) 196 dias



**Figura 136** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_10#10 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



**Figura 137** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_10#26 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias



**Figura 138** – Condição de cura submersa: Imagens da fissura para o cp S9\_10#30 aos (a) 28  
(b) 112 e (c) 196 dias

## ANEXO C – TUKEY TEST TO COMPARE MEANS

**Índice de Vazios  
(Fase I)**

Confidence level: 0.95

Dependent variable: resp

Variation Coefficient: 2.449364 %

Independent variable: trat

Factors	Means	
S9 028d	22.28	a
S9 112d	20.58	b
S9 196d	18.86	c
S7 028d	17.47	cd
S5 028d	17.03	d
REF 028d	17.01	d
REF 112d	16.99	d
S7 112d	16.91	d
S7 196d	16.56	de
S5 112d	16.45	de
REF 196d	16.29	de
S5 196d	15.23	e

**Absorção  
(Fase I)**

Confidence level: 0.95

Dependent variable: resp

Variation Coefficient: 2.953322

Independent variable: trat

Factors	Means	
S9 028d	11.01	a
S9 112d	10.12333333	b
S9 196d	9.343333333	bc
S7 028d	8.585	cd
S5 028d	8.435	d
REF 028d	8.365	d
S7 112d	8.256666667	de
REF 112d	8.223333333	de
S7 196d	8.196666667	de
S5 112d	8.07	de
REF 196d	7.92	de
S5 196d	7.44	e

**Velocidade de propagação  
(Fase I)**

Confidence level: 0.95

Dependent variable: resp

Variation Coefficient: 1.54859 %

Independent variable: trat

Factors	Means	
Ref 196d	4417.22	a
Ref 112d	4384.4	a
S5 196d	4373.6225	ab
S5 112d	4314.195	abc
Ref 028d	4304.41	abc
S7 196d	4215.3175	bc
S5 028d	4175.7175	c
S7 112d	4162.7125	c
S9 196d	3996.0675	d
S7 028d	3988.1875	d
S9 112d	3824.235	e
S9 028d	3635.16	f

**Resistência à compressão  
(Fase I)**

Confidence level: 0.95

Dependent variable: resp

Variation Coefficient: 10.37792 %

Independent variable: trat

Factors	Means	
Ref 196d	43.44960071	a
S5 196d	37.61923839	ab
S7 196d	35.26634716	abc
Ref 112d	32.34659774	bcd
Ref 028d	30.14675844	bcde
S5 112d	28.84185131	cde
S5 028d	25.5755894	def
S9 196d	24.0795035	def
S7 112d	23.48334122	ef
S7 028d	21.80991409	ef
S9 112d	19.71996299	f
S9 028d	18.16930912	f