



Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Centro de Tecnologia e Ciências

Faculdade de Engenharia

Philippe de Oliveira Vital

Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras de PVA com elevada capacidade de deformação frente ao ataque de sulfato de sódio e de magnésio

Rio de Janeiro

2023

Philippe de Oliveira Vital

Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras de PVA com elevada capacidade de deformação frente ao ataque de sulfato de sódio e de magnésio



Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Estruturas.

Orientadora: Prof.^a Dra. Margareth da Silva Magalhães

Rio de Janeiro

2023

CATALOGAÇÃO NA FONTE
UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/B

V836 Vital, Philipe de Oliveira.
Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras de PVA com elevada capacidade de deformação frente ao ataque de sulfato de sódio e de magnésio / Philipe de Oliveira Vital. – 2023. 241 f.

Orientadora: Margareth da Silva Magalhães.
Dissertação (Mestrado) – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Engenharia.

1. Engenharia civil - Teses. 2. Cimento - Teses. 3. Resistência de materiais - Teses. 4. Deformações e tensões - Teses. 5. Sal - Teses. I. Magalhães, Margareth da Silva. II. Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Engenharia. III. Título.

CDU 666.943:620.17

Bibliotecária: Júlia Vieira – CRB7/6022

Autorizo para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação.



Assinatura

Rio de Janeiro, 28/08/2023

Data

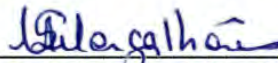
Philippe de Oliveira Vital

Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras de PVA com elevada capacidade de deformação frente ao ataque de sulfato de sódio e de magnésio

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Estrutura.

Aprovado em: 28 de agosto de 2023.

Banca Examinadora:

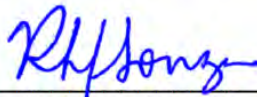


Prof. Dra. Margareth da Silva Magalhães (Orientadora)
Faculdade de Engenharia – UERJ



Documento assinado digitalmente
SAULO ROCHA FERREIRA
Data: 29/08/2023 14:25:04 -0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Prof. Dr. Saulo Rocha Ferreira
Universidade Federal de Lavras – UFLA



Prof. Dra. Regina Helena Ferreira de Souza
Faculdade de Engenharia – UERJ

Rio de Janeiro

2023

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus pelas oportunidades, saúde e tranquilidade para lidar com os momentos difíceis.

Aos meus pais, irmãos e sobrinhos pelos acolhimentos e afetos.

A Bruna, companheira e esposa, pela compreensão e carinho e apoio incondicional por todo esse tempo. Por ser o motivo para eu continuar e ir mais longe, você é essencial.

A minha orientadora, Margareth Magalhães, que desde o começo acreditou em mim e no tema da dissertação. Pela paciência em cada ensinamento. Por ter estado sempre disponível para resolver qualquer dúvida, desde a graduação, disciplinas do mestrado e no laboratório. Pela seriedade e comprometimento para com a instituição.

Aos professores do programa de pós graduação de Engenharia Civil da UERJ, pela boa vontade, desejo de atender da melhor maneira possível a alguma solicitação.

Aos amigos que tanto ajudaram durante horas de estudos durante os períodos de disciplinas, Lucas, Ana Célia, Rodrigo e Gerbert.

Aos amigos que fiz no laboratório, Tatiane, André, Paulo e Beatriz, técnicos que estavam sempre dispostos a resolverem qualquer assunto como se fosse para eles próprios, pelas inúmeras e exaustivas horas de ensaios.

Ao INT e CENANO pela colaboração na análise microscópica das amostras.

A FAPERJ, pelo suporte financeiro através da concessão de bolsa de estudo.

RESUMO

VITAL, P. de O. *Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras de PVA frente ao ataque de sulfato de sódio e de magnésio*. 2023. 241 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2023.

A deterioração de estruturas na Engenharia Civil tem gerado preocupações sobre durabilidade, levando a busca por materiais inovadores como alternativas para reparos e reforços. O compósito cimentício com enrijecimento na tração (SHCC) desponta como solução com características mecânicas superiores, alta tenacidade e controle de abertura de fissuras. Porém, sua aplicação em ambientes sulfatados enfrenta lacunas de conhecimento devido à falta de documentação e regulamentações. Este estudo aborda o comportamento do SHCC após envelhecimento de até 1092 dias em sulfato de sódio e sulfato de magnésio, usando amostras em cura em água com hidróxido de cálcio pelo mesmo período, como referência. O estudo abordou 3 variações de misturas, com diferentes teores de cinza volante e água de amassamento. Foram realizados ensaios de compressão axial e flexão em quatro pontos, para avaliar as propriedades mecânicas, e ensaios de absorção, porosidade, massa específica, expansão e MEV para estudo das propriedades físicas. Os resultados mostraram que as misturas de compósito cimentício reforçado com fibras tiveram um bom desempenho em sulfato de sódio, sendo equiparado em muitas propriedades com as amostras de referência. Para o envelhecimento em sulfato de magnésio, todas as misturas finalizaram os ensaios com alterações significativas em absorção de água, porosidade, expansão, resistência à compressão, tensão de primeira fissura e máxima, bem como na capacidade de deflexão dos compósitos, quando comparados com as amostras de referência.

Palavras-chave: Compósito cimentício reforçado com fibras; Durabilidade; Sulfato de magnésio; Sulfato de sódio.

ABSTRACT

VITAL, P. de O. *Durability of cementitious composites reinforced with PVA fibers against sodium and magnesium sulfate attack*. 2023. 241 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2022.

The deterioration of structures in Civil Engineering has generated concerns about durability, leading to the search for innovative materials, as alternatives for repairs and reinforcements. Strain Hardening Cementitious Composites (SHCC) emerges as a solution with improved mechanical characteristics, elevated toughness, and crack control. However, its behavior in sulfate environments has knowledge gaps due to lack of documentation and regulations. This study addresses the behavior of SHCC after aging up to 1092 days in sodium and magnesium sulfate, using samples in water curing with calcium hydroxide for the same period, as reference. This study used 3 variations of SHCC mixtures, with different contents of fly ash and water. Axial compression and four-point bending tests were carried out to evaluate the mechanical properties, and absorption, porosity, density, expansion and SEM tests, to study the physical properties. The results showed that the fiber-reinforced cementitious composite mixtures performed well when exposed to sodium sulfate, because presented similar properties with the reference samples. After aging in magnesium sulfate, all mixtures finished the tests with significant changes in water absorption, porosity, expansion, compressive strength, first crack stress and maximum stress and deflection, after bending tests.

Keywords: Fiber-reinforced cementitious composite; Durability. Magnesium sulfate; Sodium sulfate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - a) etringita. b) monossulfato (Greisser, 2002).....	32
Figura 2 - Causas físicas na deterioração do concreto (adaptado de Mehta e Monteiro, 2014, p.131).	35
Figura 3 - Causas químicas na deterioração do concreto (MEHTA E MONTEIRO, 2014, p.163 - Adaptado).....	35
Figura 4 - Deformação ocasionada pelo ataque do sulfato (CEB, 1992, p. 21)	37
Figura 5 - Perda de resistência à compressão do concreto para um ano de armazenamento em função da concentração da solução e do tipo de cimento (Hewlett, 2004, p. 311).....	42
Figura 6 - Esquema de zonas afetadas pelo ataque de sulfato (adaptado de Kurdowski, 2014).....	43
Figura 7 - Representação da formação da etringita tardia (Mehta e Monteiro, 2014, p.163)	48
Figura 8 - Enfoque holístico para expansão e fissuração por formação de etringita tardia (Mehta e Monteiro, 2014, p. 164)	49
Figura 9 - Média da taxa de deterioração em função do teor de C ₃ A dos cimentos classificados pela ASTM C150-20 (Kurdowski, 2014, p. 451, adaptado) .	54
Figura 10 - Representação esquemática do efeito da nucleação na partícula de cimento onde a barreira energética é dada pela letra "e" (Polisseni, 2018, p. 37)	59
Figura 11 - Representação esquemática do comportamento de um concreto sem reforço e de dois compósitos reforçados com fibras sob cargas de tração: a) corpos de prova sob tração b) gráfico tensão axial versus deformação ao longo da base de medida do concreto, FRC e SHCC (Mehta e Monteiro, 2014 – adaptado)	63
Figura 12 - Classificação dos compósitos baseado em sua resposta tensão-deformação (adaptado de Naaman & Reinhardt, 2006)	65
Figura 13 - Exemplo do comportamento de um SHCC durante o ensaio de flexão. .	67
Figura 14 - Relação entre a resistência a compressão e a capacidade de deformação de diferentes classes de ECC (Zhu, 2022 - Adaptado)	68
Figura 15 - Esquema de caracterização das fibras (Naaman, 2007 – adaptado).....	71

Figura 16 - Delaminação das fibras durante o slip-hardening (Li et al., 2002)	73
Figura 17 - Efeito do revestimento em óleo na delaminação da fibra, a) extremidade rompida de fibra sem revestimento; b) extremidade de fibra com revestimento (LI <i>et al.</i> 2002).....	74
Figura 18 - Dinâmica de contribuição das fibras para inibição do prolongamento de fissura e interconectividade de poros (Liang <i>et al.</i> , 2022 - Adaptado)	76
Figura 19 – Planejamento dos ensaios realizados para o estudo das propriedades físicas, mecânicas e durabilidade a cargas químicas dos compósitos.	80
Figura 20 - Frasco de Le Chatelier com graduações de 0,05 cm ³	82
Figura 21 - Peneira de 75 µm e pesagem da amostra utilizada no ensaio.....	84
Figura 22 - Frasco aferido com capacidade de 500 cm ³	86
Figura 23 - Curva granulométrica da areia utilizada no preparo dos corpos de prova.	88
Figura 24 - gráfico do ensaio de ponto de saturação do superplastificante.	89
Figura 25 - Fibras de PVA utilizadas na confecção das amostras. Comprimento de 12 mm e espessura de 3,9 mm.	89
Figura 26 - Imagem da argamassadeira planetária solotest	91
Figura 27 – A) Posicionamento do tronco cônico com massa em seu interior; B) Medição do espalhamento do compósito com auxílio de régua metálica.	92
Figura 28 - Ensaio de Massa específica	93
Figura 29 - Tiras de papel para verificação do pH das soluções utilizadas.....	94
Figura 30 – Esquema de molde para confecção de barras prismáticas com medidas em milímetros (NBR 13583, 2014)	97
Figura 31 - Molde metálico de baixa rugosidade utilizados para confecção das amostras prismáticas.....	97
Figura 32 – Esq.: aparato de comparação com a barra padrão (relógio zerado no detalhe superior); Dir.: amostra no aparato para medição de expansão (com valor medido no relógio no detalhe inferior).....	98
Figura 33 - Microscópio eletrônico quanta FEG 450 do CENANO-INT	99
Figura 34 – Preparo das amostras utilizadas no ensaio MEV a partir da extração de placas de flexão rompidas.....	100
Figura 35 - Tinta de prata aplicada.....	101
Figura 36 - Amostras após o preparo.....	101
Figura 37 - Alocação das amostras na câmara de ensaio	101

Figura 38 - Sistema internacional de ensaios Instron.....	103
Figura 39 - Setup de compressão com o deflectômetro de dupla base	103
Figura 40 - Representação do gráfico tensão <i>versus</i> deformação com marcação da tensão em 30% da tensão máxima.	104
Figura 41 - Prensa hidráulica para ensaio de resistência à compressão com relógio comparador para controle da aplicação de deslocamento do pistão.....	105
Figura 42 - Desenho esquemático do diagrama utilizado na determinação do índice de tenacidade na compressão (LIMA, 2004, adaptado).	106
Figura 43 - Dimensões da placa utilizada como corpos de prova no ensaio de flexão (valores em cm).....	107
Figura 44 - Configuração do ensaio de flexão.....	107
Figura 45 – Curva tensão vs deflexão de amostra após ensaio de flexão com a área cinza que diz respeito ao valor de tenacidade.....	108
Figura 46 – Influência da idade nas propriedades físicas das misturas. A) Absorção de água; B) Porosidade Total; C) Massa específica real; D) Massa específica seca.....	111
Figura 47 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na absorção de água das misturas M1, M2 e M3.	112
Figura 48 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na porosidade das misturas M1, M2 e M3.	113
Figura 49 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na massa específica real das misturas M1, M2 e M3.	114
Figura 50 - Comparativo do efeito da hidratação na massa específica seca ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.	114
Figura 51 - Gráficos dos ensaios de compressão para diferentes idades. a) 28 dias; b) 91 dias; c) 714 dias; d)791 dias; e) 1120 dias.....	116
Figura 52 - Gráficos das propriedades ao longo do tempo: a) Resistência à compressão, b) Módulo de elasticidade, c) Índice de tenacidade na compressão até 0,5% de deformação; d) Deformação na tensão máxima.	118
Figura 53 - Comparativa da resistência à compressão de M1, M2 e M3 em diferentes idades.....	119
Figura 54 – Comparativo do módulo de elasticidade de M1, M2 e M3 em diferentes idades.....	119

Figura 55 - Análise comparativa da deformação na tensão máxima das misturas M1, M2 e M3 em diferentes idades.	120
Figura 56 - Comparativo do efeito do tempo no índice de tenacidade até deformação de 0,5% das misturas M1, M2 e M3.	121
Figura 57 – Curvas típicas tensão versus deflexão obtidas nos ensaios de flexão para cada mistura em cada tempo de cura. A) 28 dias; B) 119 dias; C) 714 dias; D) 791 dias; e E) 1120 dias.....	122
Figura 58 – Curvas da A) Tensão na primeira fissura; B) Deflexão na primeira fissura; C) Tensão máxima; D) Deflexão máxima e E) Energia de deformação ao longo do tempo.	123
Figura 59 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na tensão de primeira fissura dos compósitos nas misturas M1, M2 e M3.	125
Figura 60 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na deflexão de primeira fissura das misturas M1, M2 e M3.....	126
Figura 61 - Efeito d do teor de cinza volante e água na tensão máxima ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.	126
Figura 62 - Efeito do teor de cinza volante e água na deflexão máxima ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.	127
Figura 63 - Efeito do teor de cinza volante e água na energia de deformação ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.....	128
Figura 64 – Esquema de tempos de ensaios utilizados	129
Figura 65 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M1 após a imersão em soluções de hidróxido de cálcio (à esquerda) e sulfato de sódio (à direita), para os respectivos tempos.....	131
Figura 66 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M2 após a imersão em soluções de hidróxido de cálcio (à esquerda) e sulfato de sódio (à direita), para os respectivos tempos.....	132
Figura 67 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M3 após a imersão em soluções de hidróxido de cálcio (à esquerda) e sulfato de sódio (à direita), para os respectivos tempos.....	133
Figura 68 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M4 após a imersão em soluções de sulfato de sódio aos 161 dias (A) e 239 dias (b).	134
Figura 69 - Curva absorção de água vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	138

Figura 70 - Curva porosidade total vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.....	139
Figura 71 - Curva massa específica real vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	140
Figura 72 - Curva massa específica seca vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	141
Figura 73 - Imagens das morfologias das amostras obtidas através do detector ETD de amostras curadas em água com hidróxido de cálcio (à esquerda) e envelhecidas em sulfato de sódio (à direita).	143
Figura 74 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de compressão para cada mistura em cada tempo de envelhecimento em sulfato de sódio. a) 0 dia; b) 91 dias; c) 686 dias; d) 763 dias; e e) 1092 dias.	146
Figura 75 - Curva resistência à compressão vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	150
Figura 76 - Curva módulo de elasticidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	150
Figura 77 - Curva deformação de pico vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	152
Figura 78 - Curva índice de tenacidade para deformação de 1,0% vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	153
Figura 79 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de flexão para cada mistura em cada tempo de exposição ao sulfato de sódio. A) 0 dia; B) 91 dias; C) 686 dias; D) 763 dias; e E)1092.	154
Figura 80 - Curva tensão primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	158
Figura 81 - Curva deflexão primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	159
Figura 82 – Curva tensão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.....	160
Figura 83 – Curva deflexão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	162
Figura 84 – Curva tenacidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.....	163

Figura 85 – Imagens com os corpos de prova da mistura M4 rompidos após ensaios de flexão. A) curados em água com hidróxido de cálcio por 28 dias; B) visualização de fissura com instrumento óptico portátil, dentro do círculo vermelho.....	165
Figura 86 - Imagens com o aspecto das amostras da mistura M1 após a imersão em respectivas soluções para os respectivos tempos, à esquerda, amostras hidratadas em hidróxido de cálcio e à esquerda, amostras imersas em sulfato de magnésio.	166
Figura 87 - Imagens com o aspecto das amostras da mistura M2 após a imersão em respectivas soluções para os respectivos tempos, à esquerda, amostras hidratadas em hidróxido de cálcio e à esquerda, amostras imersas em sulfato de magnésio.	168
Figura 88 - Imagens com o aspecto das amostras da mistura M3 após a imersão em respectivas soluções para os respectivos tempos, à esquerda, amostras hidratadas em hidróxido de cálcio e à esquerda, amostras imersas em sulfato de magnésio.	169
Figura 89 – Imagens das amostras da mistura M4 após deterioração pelo sulfato de magnésio para A) e B) 161 dias, C) e D) 239 dias após a imersão na solução.	170
Figura 90 – Amostras cilíndricas da mistura M4 após 1120 dias em hidratação com hidróxido de cálcio e 1092 dias de imersão em sulfato de magnésio.	171
Figura 91 - Curva absorção de água vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	176
Figura 92 - Curva porosidade total vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	177
Figura 93 - Curva massa específica real vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	178
Figura 94 - Curva massa específica seca vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.	179
Figura 95 - Impossibilidade de leitura de expansão da amostra deteriorada.	181
Figura 96 - Imagens das morfologias das amostras obtidas através do detector ETD de amostras curadas em água com hidróxido de cálcio (à esquerda) e envelhecidas em sulfato de magnésio (à direita).....	182

Figura 97 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de compressão para cada mistura em cada tempo de deterioração em sulfato de magnésio. A) 0 dia; B) 91 dias; C) 686 dias; D) 763 dias; e E) 1092 dias.....	184
Figura 98 – (a) Curva resistência à compressão vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a resistência à compressão do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.....	188
Figura 99 - (a) Curva módulo de elasticidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre o módulo de elasticidade do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.	189
Figura 100 - (a) Curva deformação de pico vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a deformação de pico do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.	190
Figura 101 - (a) Curva índice de tenacidade em 0,5% vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a resistência à compressão do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.	191
Figura 102 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de flexão para cada mistura em cada tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio. A) 0 dia; B) 91 dias; C) 686 dias; D) 763 dias; e E)1092 dias.	192
Figura 103 - (a) Curva tensão na primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a tensão na primeira fissura do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.....	195
Figura 104 - (a) Curva deflexão na primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a deflexão na primeira fissura do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.....	197
Figura 105 - (a) Curva tensão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a tensão máxima do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.	198

Figura 106 - (a) Curva deflexão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a deflexão máxima do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.	199
Figura 107 - (a) Curva tenacidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a tenacidade do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.	200
Figura 108 – Amostras da mistura M1 aos 28 dias de idade e após ensaio de flexão.	219
Figura 109 - Amostras M1 aos 119 dias de idade e após ensaio de flexão.	219
Figura 110 – Amostras M1 aos 714 dias de idade e após ensaio de flexão.	220
Figura 111 – Amostras M1 aos 791 dias de idade e após ensaio de flexão.	220
Figura 112 – Amostras de M1 aos 1120 dias de idade e após ensaio de flexão. ...	221
Figura 113 - Amostras de M2 aos 28 dias de cura e após ensaio de flexão.	221
Figura 114 - Amostras M2 com 119 dias de idade e após ensaio de flexão.	222
Figura 115 - Amostras M2 com 714 dias de idade e após ensaio de flexão.	222
Figura 116 - Amostras M2 com 791 dias de idade e após ensaio de flexão.	223
Figura 117 - Amostras M2 com 1120 dias de idade e após ensaio de flexão.	223
Figura 118 - Amostras da mistura M3 aos 28 dias de cura e após ensaio de flexão.	224
Figura 119 - Amostras M3 com 119 dias de idade e após ensaio de flexão.	224
Figura 120 - Amostras M3 com 714 dias de idade e após ensaio de flexão.	225
Figura 121 - Amostras M3 com 791 dias de idade e após ensaio de flexão.	225
Figura 122 - Amostras M3 com 1120 dias de idade e após ensaio de flexão.	226
Figura 123 – Amostras M1 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de sódio. .	227
Figura 124 – Amostras M1 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.	227
Figura 125 – Amostras M1 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.	228
Figura 126 – Amostras M1 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.	228
Figura 127 – Amostras M2 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de sódio. .	229
Figura 128 – Amostras M2 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	229
Figura 129 – Amostras M2 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	230

Figura 130 – Amostras M2 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	230
Figura 131 – Amostras M3 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	231
Figura 132 – Amostras M3 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	231
Figura 133 – Amostras M3 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	232
Figura 134 – Amostras M3 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de sódio	232
Figura 135 – Amostras M1 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	233
Figura 136 – Amostras M1 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	233
Figura 137 – Amostras M1 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	234
Figura 138 – Amostras M1 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	234
Figura 139 – Amostras M2 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	235
Figura 140 – Amostras M2 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	235
Figura 141 – Amostras M2 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	236
Figura 142 – Amostras M2 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	236
Figura 143 – Amostras M3 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	237
Figura 144 – Amostras M3 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	237
Figura 145 – Amostras M3 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	238
Figura 146 – Amostras M3 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio	238
Figura 147 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra de referência.	239

Figura 148 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de sódio	239
Figura 149 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de magnésio	239
Figura 150 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra de referência.	240
Figura 151 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de sódio	240
Figura 152 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de magnésio	240
Figura 153 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra de referência.	241
Figura 154 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de sódio.	241
Figura 155 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de magnésio.	241

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características dos principais tipos de selenitosos (SILVA FILHO, 1994, p. 64)	38
Tabela 2 - Proporções e teores de materiais por mistura.....	81
Tabela 3 - Principais componentes químicos no cimento e na cinza volante (CEZAR et al., 2019)	82
Tabela 4 – Resultados obtidas na caracterização física da areia.....	87
Tabela 5 - Propriedades físicas e mecânicas da fibra de PVA (Kuraray, 2022)	89
Tabela 6 - Quantitativos de materiais em kg/m ³	90
Tabela 7 - Valores de consistência pelo ensaio de espalhamento.....	109
Tabela 8 - Valores médio e de desvio padrão da densidade de massa aparente ...	110
Tabela 9 - Médias das propriedades físicas das misturas M1, M2, M3 e M4, no tempo de cura.....	112
Tabela 10 - Análise de variância dos valores médios das propriedades físicas do estado endurecido das misturas M1 e M2 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.	115
Tabela 11 - Análise de variância dos valores médios das propriedades físicas do estado endurecido das misturas M2 e M3 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.	115
Tabela 12 - Valores médios e desvios padrão do ensaio de compressão das misturas em diferentes idades.....	117
Tabela 13 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de resistência axial das misturas M1 e M2 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.....	121
Tabela 14 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de resistência axial das misturas M2 e M3 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.....	121
Tabela 15 - Valores médios e desvios padrão do ensaio de flexão das misturas ao longo do tempo.....	124
Tabela 16 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de flexão das misturas M1 e M2 curadas em água com hidróxido de cálcio.	128

Tabela 17 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de flexão das misturas M2 e M3 curadas em água com hidróxido de cálcio.	128
Tabela 18 - Valores médios e desvios padrão da absorção das amostras submetidas ao sulfato de sódio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	135
Tabela 19 - Valores médios e desvios padrão da porosidade total das amostras submetidas ao sulfato de sódio e curadas em hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	136
Tabela 20 - Valores médios e desvios padrão da massa específica real das amostras submetidas ao sulfato de sódio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	136
Tabela 21 - Valores médios e desvios padrão da massa específica seca das amostras submetidas ao sulfato de sódio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.....	137
Tabela 22 - Valores de expansão para as amostras imersas em sulfato de sódio, juntamente com os valores das amostras hidratadas em hidróxido de cálcio.	142
Tabela 23 – Distribuição de elementos químicos presentes nas regiões analisadas de amostras de Hidróxido de Cálcio, Sulfato de Sódio das misturas M1, M2 e M3.	144
Tabela 24 - Tabela com valores médios e desvios padrão da resistência à compressão obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.	147
Tabela 25 - Tabela com valores médios e desvios padrão do módulo de elasticidade obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.....	147
Tabela 26 - Tabela com valores médios e desvios padrão da deformação na tensão máxima obtidas em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.	148
Tabela 27 - Tabela com valores médios e desvios padrão da tenacidade obtidos nos ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.	148
Tabela 28 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	155

Tabela 29 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	156
Tabela 30 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	156
Tabela 31 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	157
Tabela 32 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tenacidade do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	157
Tabela 33 – Valores médios e desvios padrão do número de fissuras visíveis das amostras rompidas da mistura M1 após o ensaio de flexão.	164
Tabela 34 - Valores médios e desvios padrão da absorção das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	172
Tabela 35 - Valores médios e desvios padrão de porosidade total das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	173
Tabela 36 - Valores médios e desvios padrão da massa específica real das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	174
Tabela 37 – Valores médios e desvios padrão da massa específica aparente das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.	175
Tabela 38 - Valores de expansão para as amostras imersas em sulfato de magnésio, juntamente com os valores das amostras hidratadas em hidróxido de cálcio.	180
Tabela 39 – Distribuição de elementos químicos presentes nas regiões analisadas de amostras de Hidróxido de Cálcio, Sulfato de magnésio das misturas M1, M2 e M3.	183
Tabela 40 - Tabela com valores médios e desvios padrão da resistência à compressão obtidos em ensaios de compressão das amostras	

submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.....	185
Tabela 41 - Tabela com valores médios e desvios padrão do módulo de elasticidade obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	186
Tabela 42 - Tabela com valores médios e desvios padrão da deformação atingida quando a carga máxima obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.....	186
Tabela 43 - Tabela com valores médios e desvios padrão do índice de tenacidade na compressão até 0,5% de deformação obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	187
Tabela 44 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	193
Tabela 45 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.	193
Tabela 46 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.....	194
Tabela 47 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.....	194
Tabela 48 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tenacidade do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.....	195
Tabela 49 – Valores médios e desvios padrão do número de fissuras visíveis das amostras rompidas da mistura M1 após o ensaio de flexão.....	201

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A/C	Relação água/cimento
ACI	Instituto americano de concreto (do inglês: American Concrete Institute)
ANBT	Associação brasileira de normas técnicas
ASTM	Sociedade americana para ensaios e materiais (do inglês: American Society for Testing and Materials)
C ₂ S	Silicato dicálcico
C ₃ A	Aluminato tricálcico
C ₃ S	Silicato tricálcico
C ₄ AF	Ferroaluminato tetracálcico
Ca	Elemento químico cálcio
Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
CEB	Comité euro-international du béton
CO ₂	Dióxido de carbono
CP II E	Cimento Portland composto com escória granulada de alto forno
CP II F	Cimento Portland composto com material carbonático
CP II Z	Cimento Portland composto com material pozolânico
CSH	Silicato de cálcio hidratado
ECC	Compósitos cimentícios otimizados ou de engenharia (do inglês: Engineered cement composite)
HPFRCC	Compósito cimentício de alto desempenho reforçado com fibras (do inglês: high performance fiber reinforced cement composite)
Mg	Elemento químico magnésio
MgSO ₄	Sulfato de magnésio
Na ₂ SO ₄	Sulfato de sódio
O	Elemento químico oxigênio
pH	Potencial de hidrogênio
PVA	Acetato de polivinila (do inglês: poly vinyl acetate)
S	Elemento químico enxofre

SHCC Compósito cimentício com enrijecimento na tração (do inglês:
Strain hardening cement composite)

UERJ Universidade do Estado do Rio de Janeiro

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	26
Motivação	27
Objetivo	27
Estrutura da Dissertação	28
1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	29
1.1 Cimento Portland	29
1.1.1 Hidratação do cimento Portland	29
1.1.1.1 Silicatos de cálcio hidratados e a portlandita	29
1.1.1.2 Aluminato tricálcico e ferroaluminato de tetracálcico	31
1.2 Efeitos do sulfato na durabilidade de materiais cimentícios	33
1.2.1 Aspectos gerais de durabilidade de materiais cimentícios	33
1.1.1 Ambientes sulfatados	36
1.1.2 Durabilidade frente ao sulfato	38
1.1.2.1 Ataque por sulfato de sódio	45
1.1.2.2 Ataque por sulfato de magnésio	46
1.1.2.3 Ataque por sulfato interno – Formação de etringita tardia	48
1.1.2.4 Formação de taumasita	50
1.1.3 Influência da porosidade e permeabilidade	51
1.1.4 Formas de mitigação do efeito do sulfato na durabilidade de materiais cimentícios	52
1.1.4.1 O teor de C3A e o consumo de cimento.....	53
1.1.4.2 Uso de adições minerais	55
1.1.4.2.1 Efeitos físicos do uso da adição mineral.....	58
1.1.4.2.2 Efeito químico do uso da adição mineral	60
1.1.5 Recomendações técnicas.....	60
1.2 Compósitos cimentícios reforçados com fibras com elevada capacidade de deformação	63
1.2.1 Matriz do compósito.....	69
1.2.2 Fibras.....	70
1.2.3 Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras	74
2 PROGRAMA EXPERIMENTAL	79

2.1	Misturas e caracterização dos materiais	80
2.1.1	Cimento e cinza volante	81
2.1.2	Areia	85
2.1.3	Superplastificante	88
2.1.4	Fibras.....	89
2.2	Procedimento experimental	90
2.2.1	Moldagem.....	90
2.2.2	Propriedades no estado fresco	92
2.2.2.1	Consistência	92
2.2.2.2	Densidade da mistura fresca	92
2.2.3	Envelhecimento dos corpos de prova sob ataque químico.....	93
2.3	Ensaaios experimentais	95
2.3.1	Propriedades físicas	95
2.3.1.1	Porosidade, absorção de água e massa específica	95
2.3.1.2	Expansão.....	96
2.3.1.3	Microscopia eletrônica por varredura.....	98
2.3.2	Propriedades mecânicas	102
2.3.2.1	Compressão axial	102
2.3.2.2	Flexão em quatro pontos	106
3	Propriedades físicas e mecânicas dos compósitos	109
3.1	Propriedades físicas no estado fresco	109
3.2	Propriedades físicas no estado endurecido	110
3.3	Propriedades mecânicas	115
3.3.1	Compressão axial	115
3.3.2	Flexão.....	122
4	DURABILIDADE DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS EM AMBIENTES COM SULFATO	129
4.1	Durabilidade frente ao sulfato de sódio	130
4.1.1	Aspecto visual	130
4.1.1.1	Mistura M1	130
4.1.1.2	Mistura M2.....	130
4.1.1.3	Mistura M3.....	130
4.1.1.4	Mistura M4.....	134
4.1.2	Propriedades físicas	134

4.1.2.1	Influência do teor de água e cinza volante nas misturas	137
4.1.3	Ensaio de expansão	141
4.1.4	Ensaio de microscopia eletrônica de varredura	142
4.1.5	Propriedades mecânicas	145
4.1.5.1	Compressão axial	145
4.1.5.1.1	Influência do teor de água e cinza volante nas misturas	149
4.1.5.2	Flexão	153
4.1.5.2.1	Influência do teor de água e cinza volante nas misturas	158
4.1.5.2.2	Patamar de fissuração das placas após o ensaio de flexão	163
4.2	Durabilidade frente ao Sulfato de Magnésio	165
4.2.1	Aspecto visual	165
4.2.1.1	Mistura M1	165
4.2.1.2	Mistura M2	167
4.2.1.3	Mistura M3	167
4.2.1.4	Mistura M4	170
4.2.2	Propriedades físicas	171
4.2.2.1	Influência do teor de água e cinza volante nas misturas	175
4.2.3	Ensaio de expansão	180
4.2.4	Microscopia eletrônica de varredura	181
4.2.5	Propriedades mecânicas	183
4.2.5.1	Compressão axial	183
4.2.5.1.1	Influência do teor de água e cinza volante nas misturas	187
4.2.5.2	Flexão	191
4.2.5.2.1	Influência do teor de água e cinza volante na mistura	195
4.2.5.2.2	Patamar de fissuração das placas após o ensaio de flexão	200
5	CONCLUSÕES	203
	REFERÊNCIAS	206
	ANEXO A. IMAGENS DAS AMOSTRAS CURADAS EM ÁGUA COM HIDRÓXIDO DE CÁLCIO APÓS ENSAIOS DE FLEXÃO	219
	Anexo A.1. MISTURA M1	219
	Anexo A.2. MISTURA M2	221
	Anexo A.3. MISTURA M3	224
	ANEXO B. IMAGENS DAS AMOSTRAS ENVELHECIDAS EM SULFATO DE SÓDIO FISSURADAS PÓS ENSAIO DE FLEXÃO	227

Anexo B.1.	Mistura M1.....	227
Anexo B.2.	Mistura M2.....	229
Anexo B.3.	Mistura M3.....	231
ANEXO C.	IMAGENS DAS AMOSTRAS ENVELHECIDAS EM SULFATO DE MAGNÉSIO APÓS ENSAIOS DE FLEXÃO	233
Anexo C.1.	Mistura M1.....	233
Anexo C.2.	Mistura M2.....	235
Anexo C.3.	Mistura M3.....	237
ANEXO D.	ENSAIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	239
Anexo D.1.	Mistura M1.....	239
Anexo D.2.	Mistura M2.....	240
Anexo D.3.	Mistura M3.....	241

INTRODUÇÃO

A deterioração de estruturas usuais tem sido um desafio recorrente em Engenharia Civil, levando a preocupações crescentes sobre a durabilidade e a longevidade das construções. Diante dessa problemática, materiais inovadores têm surgido como alternativas promissoras, inclusive em usos como reparos e reforços estruturais. Nesse contexto, o compósito cimentício com enrijecimento na tração (SHCC, sigla em inglês para *strain hardening cementitious composite*) tem emergido como uma solução notável, oferecendo características mecânicas superiores, alta tenacidade e excelente capacidade de controle de fissuração (HUSSEIN *et al.*, 2018). No entanto, à medida que sua adoção cresce, surge a necessidade de compreender como o SHCC se comporta em ambientes corrosivos, particularmente em ambientes sulfatados conhecidos por colocar à prova a durabilidade das estruturas de concreto convencionais.

Apesar das vantagens promissoras que o SHCC apresenta, sua aplicação em contextos agressivos, como ambientes sulfatados, permanece pouco explorada. A insuficiência de documentação, regulamentos e normas nacionais específicas para o uso do SHCC, bem como em ambientes agressivos, contribui para uma lacuna significativa no conhecimento sobre seu desempenho nessas condições. Isso levanta questões fundamentais sobre qual o comportamento do SHCC quando submetido a ambientes sulfatados, e sobre quais os desafios e potenciais riscos estão associados ao uso do SHCC nesses cenários.

Ambientes agressivos aos materiais cimentícios, inclusive quando em contato com compostos que contenham sulfato, têm a tendência de alterar o comportamento do material quando em solicitação, tornando-o menos durável. Alterações na microestrutura do material, como modificações na permeabilidade (QUAN *et al.*, 2021), efeitos de expansão, micro fissuração (LI, 2019) e variação no comportamento da aderência fibra/matriz (LIU *et al.*, 2017), são alguns exemplos dos fatores que podem prejudicar a durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras.

Estas são questões que o presente trabalho busca responder, utilizando três diferentes formulações do SHCC, com diferentes teores de cinza volante e água e uma argamassa, com o intuito de verificação da influência dos seus componentes quanto ao ataque de sulfato de sódio e magnésio. Nesse sentido são realizados

ensaios físicos de absorção, porosidade, massa específica e expansão, bem como ensaios mecânicos de compressão axial e flexão em quatro pontos, para analisar os efeitos de envelhecimento em sulfato de sódio e magnésio. As propriedades das misturas após o envelhecimento são confrontadas com as propriedades quando o material passa pelo mesmo tempo em cura em água com hidróxido de cálcio.

Motivação

Atualmente, a deterioração de estruturas usuais de base cimentícia é cada vez mais recorrente e abre brecha para o campo das inovações de materiais que poderiam ser utilizados com melhor desempenho. Sabendo que o SHCC é uma alternativa nova com alta possibilidades de uso, um assunto ainda pouco abordado é sua durabilidade em ambientes sulfatados, e se as propriedades que o definem permaneceriam como projetadas mesmo após o longo envelhecimento em sulfato.

Como a variação da composição do material SHCC tem um importante papel na definição de suas propriedades, características, durabilidade e desempenhos físicos e mecânicos, é justificada a confecção de três misturas para o presente estudo.

O estudo dessas alternativas não apenas contribui para a viabilidade de estruturas de longa duração, mas também responde a um requisito ambiental, promovendo soluções de reparo eficazes com um menor impacto no meio ambiente.

Objetivo

O presente estudo tem como principal objetivo analisar as propriedades físicas e mecânicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras, submetidos a processos de envelhecimento em sulfato de magnésio e sulfato de sódio. Com essa finalidade, foram elaboradas três formulações distintas de compósitos, variando os teores de cinza volante e água, além de uma mistura de argamassa. Adicionalmente, como base de comparação, os mesmos quatro tipos de misturas foram submetidos a

cura em água com hidróxido de cálcio pelo mesmo período. Essa abordagem serve como referência para amostras que não foram influenciadas pelo sulfato externo, permitindo uma análise mais precisa das mudanças ocorridas devido ao envelhecimento acelerado em sulfatos.

Estrutura da Dissertação

A presente dissertação é composta de 5 capítulos, seguidos de maneira a facilitar o entendimento acerca do tema.

O primeiro capítulo aborda, através de pesquisas de referências bibliográficas, os conceitos teóricos relevantes para a compreensão dos métodos, ensaios e resultados apresentados nos capítulos seguintes, como as características de hidratação do cimento Portland, a deterioração pelo sulfato de sódio e sulfato de magnésio, o comportamento de um compósito cimentício e a função de cada uma das fases que o compõem.

O segundo capítulo trata do método experimental, descrevendo suas etapas, normas e procedimentos.

O terceiro capítulo traz a análise dos resultados obtidos nos ensaios experimentais das propriedades físicas e mecânicas dos compósitos para as amostras de referência, quando em processo de cura em água com hidróxido de cálcio.

O quarto capítulo aborda a durabilidade do compósito cimentício em ambientes sulfatados, através do efeito do envelhecimento em sulfato de sódio e sulfato de magnésio.

O quinto capítulo trata da análise microscópica das amostras através de MEV (microscopia eletrônica de varredura) das amostras de compósito cimentício envelhecidas em sulfato de sódio e sulfato de magnésio e curadas em água com hidróxido de cálcio.

1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 Cimento Portland

1.1.1 Hidratação do cimento Portland

Para entender o mecanismo de deterioração de materiais cimentícios pelo ataque de sulfatos é necessário antes entender como se dá o processo de formação dos principais compostos do clínquer e da hidratação do cimento Portland, principalmente aqueles participantes do processo de deterioração pelo sulfato, e ter em mente, como citado por Quennoz (2011), que a hidratação do cimento não é somente a soma das reações de seus constituintes, mas sim o resultado de múltiplas interações entre suas fases.

1.1.1.1 Silicatos de cálcio hidratados e a portlandita

Segundo Mehta e Monteiro (2014), o silicato tricálcico e o silicato dicálcico são dois silicatos hidráulicos encontrados no clínquer do cimento Portland. Conhecidos como alita e belita, respectivamente as formas impuras do C_3S e C_2S , uma vez que ambos possuem, invariavelmente, pequenas quantidades de íons de magnésio, ferro, potássio, sódio e enxofre.

O mecanismo de hidratação do silicato é complexo. No entanto, para temperatura ambiente, a sua hidratação forma fases amorfas de silicato de cálcio hidratado, chamado CSH, e hidróxido de cálcio, chamado de portlandita (HEWLETT, 2004; KURDOWSKI, 2014).

Segundo Mehta e Monteiro (2014), a hidratação do C_3S e do C_2S no cimento Portland produz uma família de silicato de cálcio hidratado que são estruturalmente similares, variando amplamente o índice cálcio/sílica e o teor de água quimicamente

combinada. São caracterizados por serem materiais pouco cristalinos e sólidos porosos que exibem características de um gel rígido. Segundo Hewlett (2004), o termo fase CSH é usado para denotar um produto de fórmula geral $XCaO \cdot SiO_2 \cdot YH_2O$.

De acordo com Neville (2016), existem diversas fôrmas de silicato de cálcio hidratado: partículas fibrosas, partículas lamelares, malhas reticulares, grãos irregulares, todas bastante difíceis de definir. A estrutura dos silicatos de cálcio hidratado é muito desordenada para ser determinada pelas técnicas existente. No entanto, ainda segundo o autor, a forma predominante é a de uma partícula fibrosa, sólida ou oca, algumas vezes lamelares, algumas vezes com ramificações nas extremidades.

As fórmulas nas equações (1) e (2) sintetizam o mecanismo de reação de hidratação tanto do C_3S quanto do C_2S . Ambas as equações têm os valores aproximados em massa expressos na parte inferior das equações.



Tanto Neville (2016) quanto Mehta e Monteiro (2014) concluem que ambos os silicatos requerem aproximadamente a mesma quantidade de água para a hidratação, mas o C_3S produz mais do que o dobro da quantidade de portlandita, $Ca(OH)_2$, que o formado na hidratação do C_2S . Com isso, Mehta e Monteiro (2014) ressaltam que um cimento com alto teor de C_3S teria uma resistência última inferior a um cimento com alto teor de C_2S .

Segundo Mehta e Monteiro (2014), se a durabilidade da pasta de cimento endurecida quanto à ambientes sulfatados é reduzida devido a presença de hidróxido de cálcio, cujo processo será abordado mais adiante neste trabalho, pode ser esperado, então, que um cimento contendo uma alta proporção de C_2S seja mais durável em ambientes sulfatados comparado ao cimento contendo alto teor de C_3S . Os cristais de hidróxido de cálcio integram cerca de 20 a 25% do volume do material sólido da pasta de cimento hidratado, de acordo com Mehta e Monteiro (2014). Os autores citam que se trata de um composto com estequiometria bem definida.

Comparado ao CSH, a sua contribuição potencial para a resistência é limitada como resultado de sua considerada baixa área superficial.

Sendo um dos produtos gerados na hidratação do clínquer na pasta de cimento, a portlandita fica sujeita a qualquer parâmetro que afete a hidratação. Um exemplo é o estudo sobre o efeito da razão água/cimento (a/c) na microestrutura e composição dos produtos de hidratação da pasta de cimento Portland (SLAMECKA, 2002 apud HERNANDEZ, 2018). O estudo mostra que com uma razão a/c de 0,25 os cristais de portlandita aparecem em dimensões nanométricas e dispersos no gel C-S-H, enquanto o tamanho dos cristais aumenta quando há uma razão a/c de 0,4, apresentando características laminares.

Não são somente os compostos formados pela hidratação dos silicatos de cálcio que tem influência no desempenho do material cimentício frente ao ataque por sulfato, os produtos derivados dos aluminatos também têm um papel fundamental na durabilidade do material em ambientes sulfatados.

1.1.1.2 Aluminato tricálcico e ferroaluminato de tetracálcico

Apesar da presença do C_3A representar somente 10% na composição do cimento, sua reatividade pode influenciar a reologia e o tempo de pega do material. Neville (2016) ressalta que o C_3A é útil na fabricação do cimento, já que funciona como fundente, contribuindo para a redução da temperatura de queima do clínquer e consequente economia de energia na produção do cimento Portland, embora o autor afirme ainda que a presença do C_3A no cimento é indesejável e que contribui pouco ou nada para a resistência do cimento. O C_3A assume um importante papel no caso de deterioração por sulfato, já que os compostos gerados na sua hidratação, bem como os subprodutos de sua reação com a gipsita, são os principais compostos que sofrem modificações e geram deterioração no material.

A pega instantânea do cimento tem como causa principal a hidratação do C_3A contido no clínquer puro, a partir do momento que o cimento entra em contato com a água. Para que esse fenômeno não corra, segundo Neville (2016) e a NBR 16697 (2018), é adicionado o sulfato de cálcio di-hidratado ou gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$),

hemidratado ou bassanita ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$), ou anidrita (CaSO_4) na fase final de produção do cimento.

Assim, as quantidades de C_3A encontradas na matriz de cimento Portland hidratada depende também da quantidade de gipsita incluída na produção do cimento. Hewlett (2004) ressalta que a quantidade de produtos hidratados de C_3A presentes na fase inicial de hidratação é maior para o caso de ausência de sulfato de cálcio, do que para o caso da presença de sulfato de cálcio, aspecto associado principalmente ao consumo de C_3A pela gipsita, tendo a etringita, ou sal de Candlot, Figura 1a, como principal produto de hidratação da reação da equação (3). Ainda de acordo com Hewlett (2004), após toda a quantidade de sulfato de cálcio ter sido consumida, a parcela de C_3A que não reagiu com os íons de sulfato da gipsita reagirá com a etringita, formando o monossulfoaluminato de cálcio hidratado, ou monossulfato, como mostrado na equação (4), e ilustrado na Figura 1b.

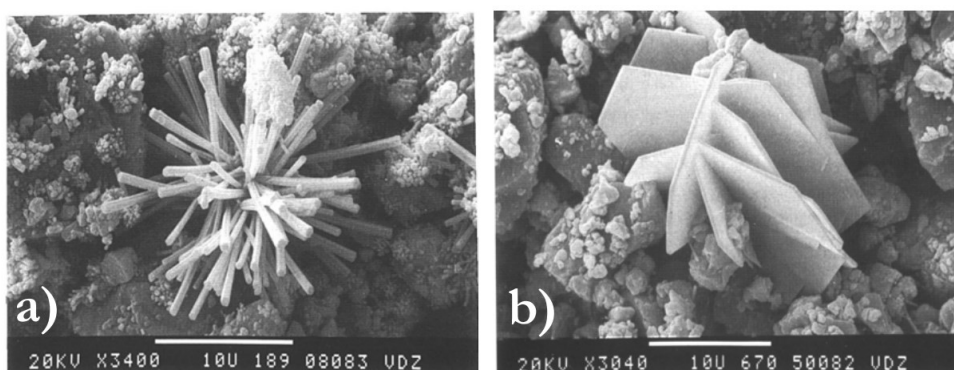
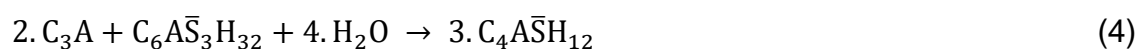


Figura 1 - a) etringita. b) monossulfato (Greisser, 2002)

No entanto, não é todo C_3A que se torna etringita com a hidratação do cimento. De acordo com Griesser (2002), somente uma parte do C_3A , aproximadamente 5 a 16%, dependendo da sua reatividade, é convertida em etringita durante a primeira hora da hidratação do cimento. Para uma conversão total do C_3A em etringita um cimento com 10% de C_3A requereria cerca de 9% de sulfato, SO_3 , porém essa quantidade não pode ser adicionada ao clínquer, sendo limitada a até 4,5% (NBR 16697, 2018). De acordo com Andrade Neto *et al.* (2021), a quantidade necessária de

sulfato de cálcio deve ser suficiente para retardar a hidratação do C_3A até o momento em que a maior parte da hidratação do C_3S tenha ocorrido. Caso contrário, a hidratação do C_3S é prejudicada, reduzindo o desempenho mecânico em idades iniciais.

Mesmo com a formação de etringita e monossulfoaluminato, originados pelo consumo de parte do C_3A , ainda é possível encontrar subprodutos da hidratação do aluminato de cálcio. Na ausência de sulfato de cálcio, ou uma vez que toda a sua parcela foi consumida, o C_3A reage com a água de amassamento, e de sua hidratação são formados os seguintes cristais hexagonais que formam a pasta endurecida: C_4AH_{19} , C_4AH_{13} , e C_2AH_8 . Porém esses cristais são compostos metaestáveis que acabam originando a forma cúbica estável C_3AH_6 (HEWLETT, 2004; QUENNOZ, 2011; ANDRADE NETO *et al.*, 2021).

Mehta e Monteiro (2014) citam que os produtos decorrentes da hidratação do ferroaluminato de tetracálcico na presença de sulfato são parecidos àqueles formados pela hidratação do C_3A , porém podendo variar de acordo com a concentração de sulfato e produzir $C_6A(F)\bar{S}H_{32}$ ou $C_4A(F)\bar{S}H_{18}$.

Assim, seja pela hidratação do C_3A ou por sua reação com a gipsita, são formados compostos de aluminatos de cálcio que compõem a matriz de cimento endurecido e têm papel fundamental no impacto da deterioração causada pelo ataque de sais de sulfato, como sulfato de sódio ou magnésio.

1.2 Efeitos do sulfato na durabilidade de materiais cimentícios

1.2.1 Aspectos gerais de durabilidade de materiais cimentícios

De acordo com o ACI 201 (2008), a durabilidade de materiais cimentícios é definida como a sua capacidade de resistir à ação de intempéries, ataque químico, abrasão, ou qualquer outro processo de deterioração. Um concreto durável preservará sua forma, qualidade e capacidade de uso de acordo com o projeto quando exposto ao ambiente de uso para o qual foi projetado.

Segundo Souza e Ripper (1998) é absolutamente necessário entender o surgimento e o desenvolvimento da deterioração no concreto, buscando esclarecer as causas, antes das medidas de correção necessárias, não só para proceder a melhor forma de reparo, mas também para se garantir que após o reparo a estrutura não volte a se deteriorar. O autor cita que o estudo das causas da deterioração é complexo, e o agrupamento por similaridade pode ser discutível. No entanto, apresentam uma abordagem que as divide em causas intrínsecas e extrínsecas. Sobre as intrínsecas, é citada as falhas humanas durante a construção e as causas naturais. Fazendo parte, assim, daquelas inerentes às próprias estruturas. Como causas extrínsecas, os autores pontuam os fatores que atacam a estrutura de fora para dentro, como: as falhas humanas durante o projeto e a utilização, bem como as ações mecânicas, químicas, físicas e biológicas.

Em geral, as causas físicas e químicas da degradação estão tão interligadas e mutualmente se reforçando, que é quase impossível de separar as causas dos seus efeitos. Com isso, Mehta e Monteiro (2014) alertam sobre a precaução que se deve ter na classificação dos processos de deterioração do concreto em nítidas e separadas categorias, usando-as de forma somente com o propósito de explicá-los individualmente. Assim, eles estabeleceram dois grupos de causas para deterioração, sendo as causas físicas ou químicas. A deterioração por reações físicas pode ser dividida em outros dois grandes grupos, como no esquema da Figura 2:

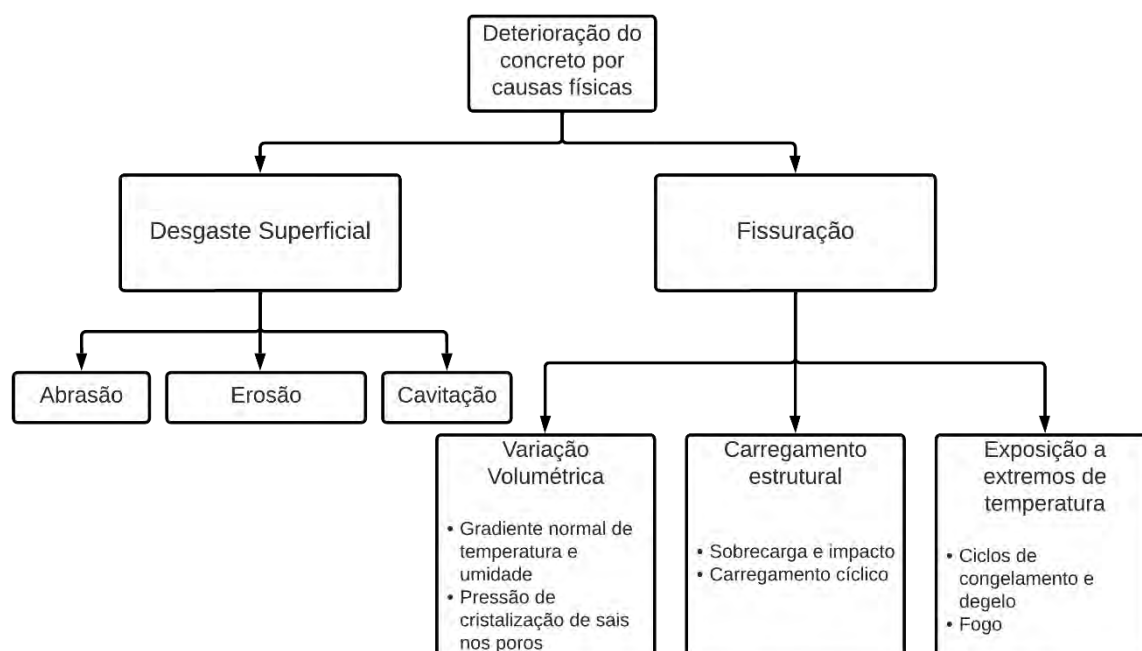


Figura 2 - Causas físicas na deterioração do concreto (adaptado de Mehta e Monteiro, 2014, p.131).

As causas químicas da deterioração são divididas em três principais categorias, como no esquema da Figura 3:

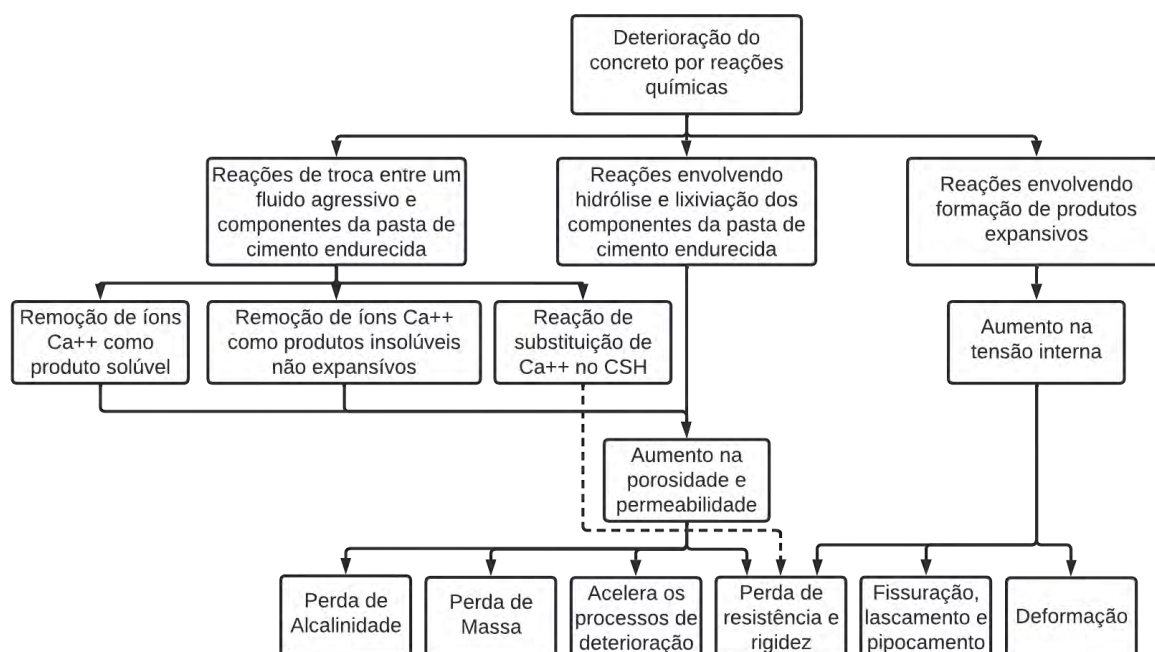


Figura 3 - Causas químicas na deterioração do concreto (MEHTA E MONTEIRO, 2014, p.163 - Adaptado)

Mehta e Monteiro (2014) exemplificam a dificuldade de separação em categoria, como quando a perda de massa por desgaste superficial e a fissuração aumentam a permeabilidade do concreto, o que permite maior taxa de ataque químico. É possível observar também que os efeitos nocivos dos fenômenos químicos são também físicos, como a lixiviação dos componentes da pasta de cimento endurecida aumentará a porosidade do concreto, tornando-o mais vulnerável a erosão. E como será tratado mais adiante, o efeito expansivo das reações de sulfato na origem de deteriorações físicas, como lascamento e deformação.

Os autores citam ainda a importância da água para os problemas de durabilidade no concreto. Como os materiais cimentícios são materiais porosos, a água acaba sendo o facilitador, ou até mesmo a causa, de muitos processos de degradação, servindo, por exemplo, como transporte de íons agressivos para processos químicos. O ataque de sulfato é um exemplo do papel desempenhado pela água, como citado por Neville (2016), os sais sólidos não atacam o concreto, mas reagem quando estão presentes na forma de solução. Mehta e Monteiro (2014) ainda ressaltam que a permeabilidade, a concentração e tipo de íons associado ao sulfato presentes na água podem variar a forma de reação com os compostos do concreto, podendo contribuir para o aumento da taxa de deterioração do material cimentício.

1.1.1 Ambientes sulfatados

Os sulfatos (soluções que contém os íons SO_4^{2-}) podem ser encontrados no solo, na água do mar, em águas subterrâneas, naturais ou poluídas, efluentes industriais e inclusive no interior do próprio concreto, causando um efeito expansivo quando reage com os componentes da hidratação da pasta de cimento, como no exemplo da Figura 4. Há diversos tipos de sulfatos e seu correspondente grau de agressividade vai depender da sua base, ou o cátion a ele associado, e sua concentração no local onde o material cimentício é exposto.

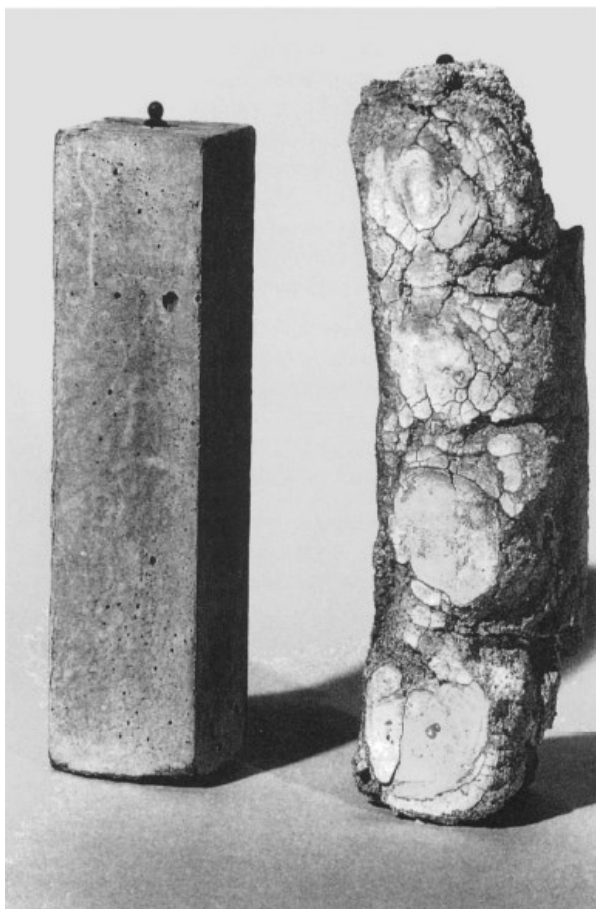


Figura 4 - Deformação ocasionada pelo ataque do sulfato (CEB, 1992, p. 21)

Silva Filho (1994) reuniu dados publicados por outros pesquisadores, descrito na Tabela 1, onde aborda a origem dos tipos de sais selenitosos, ou sulfatos, mais conhecidos, bem como informações sobre a solubilidade do sal e do seu efeito danoso sobre o concreto.

Os diferentes cátions associados ao sulfato podem desenvolver diferentes formas de degradação do material cimentício, no entanto é possível encontrar um mecanismo de deterioração característico ao íon de sulfato.

Tabela 1 - Características dos principais tipos de selenitosos (SILVA FILHO, 1994, p. 64)

Tipo	Cátion	Cor	Solubilidade	Origem	Agressividade
K₂SO₄	Potássio	branca	baixa	água do mar/ subterrânea	elevada
NH₄SO₄	Amônia	branca	alta	Fábrica de explosivos/ indústrias químicas/ águas do mar	elevada
Na₂SO₄	Sódio	branca	alta	indústrias químicas/ leito de mar/ água do mar	elevada
CaSO₄	Cálcio	branca	baixa	águas subterrâneas/ escória de carbono	elevada
MgSO₄	Magnésio	branca	alta	água do mar/ subterrânea	elevada
CuSO₄	Cobre	branca	alta	conservação de madeiras/ galvanotecnia	elevada
FeSO₄ Fe₂(SO₄)₃	Ferro	verde/ branca	alta	desinfetante/ tinturarias/ tratamento de água	elevada
ZnSO₄	Zinco	branca	baixa	indústrias químicas/ tinturarias	média
KAlSO₄	potássio/ alumínio	branca	baixa	indústrias químicas	média
PbSO₄	Chumbo	branca	muito baixa	indústrias químicas	reduzida
CoSO₄	Cobalto	vermelha	baixa	-	reduzida
NiSO₄	Níquel	Verde	baixa	indústrias químicas	reduzida

1.1.2 Durabilidade frente ao sulfato

Segundo Al-Amoudi (1998), a deterioração atribuída ao ataque por sulfato encontrado no ambiente recebeu atenção muito antes, se comparada às outras formas de deterioração, sendo Vicat, em 1818, o primeiro a relatar o ataque químico em estruturas de concretos, atribuído à presença de sulfatos na água do mar.

De acordo com Lerch *et al* (1929), Candlot parece ter sido o primeiro a estabelecer a formação de um produto de hidratação expansivo formado pela reação de soluções aquosas de aluminato de cálcio e sulfato de cálcio em 1890, sendo estabelecido em sua homenagem uma outra denominação para a etringita, o sal de

Candlot. E Michaelis, em 1892, segundo Al-Amoudi (1998), atribuiu o rompimento por expansão do concreto atacado por sulfato à reação entre C_3A do cimento Portland e os íons de sulfato.

Dez anos depois, de acordo com Kurdowski (2014), Michaelis propôs a substituição do alumínio por ferro, começando assim a produção de material resistente a sulfato, o cimento contendo ferro. Simultaneamente adições pozolânicas começaram a ser usadas com o objetivo de melhorar a resistência ao sulfato. Bied, em 1926, inventou a tecnologia e desenvolveu a produção de cimento de aluminato de cálcio, uma outra forma de prevenir a rápida deterioração do concreto que acontecia na França, causada pelo ataque de sulfato proveniente de águas subterrâneas.

A degradação do material cimentício pelo sulfato acontece principalmente pela formação de gipsita e etringita (a etringita possui densidade baixa, de $1,73 \text{ g/cm}^3$, comparada com a média de $2,50 \text{ g/cm}^3$ dos produtos de hidratação) nos poros, vasos capilares, ou microfissuras presentes no material endurecido (TORII, 1995; AL-AMOUDI, 1998).

A deterioração gradativa da matriz cimentícia causada pelo ataque por sulfato é, geralmente, caracterizada pela reação de íons de sulfato com os produtos da hidratação do cimento causando expansão, fissuração, lascamento, bem como perda de massa e resistência (TORII, 1995; TAYLOR, 1997; HEWLETT, 2004; LEE, 2005; MEHTA E MONTEIRO, 2014). Trata-se de um conjunto de reações químicas e, Taylor (1997) lembra que as reações de cátions e ânions acontecem de forma separada na solução. A deterioração por sulfato é um processo complexo no qual os fatores físicos e químicos são envolvidos em um único mecanismo que não pode ser diferenciado (KURDOWSKI, 2014; ZHANG *et al.*, 2020).

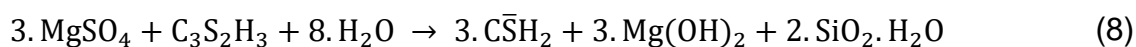
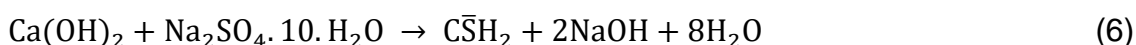
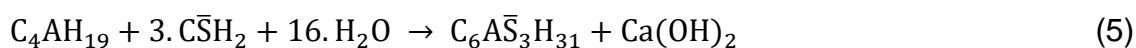
As transformações químicas envolvendo as reações dos sulfatos e suas respectivas bases com os produtos de hidratação do cimento Portland são acompanhadas de transformações físicas cuja presença colabora com o ataque químico aumentando sua taxa de ataque. Com o surgimento de fissuras, há o aumento de permeabilidade, e a água contendo solução de sulfato penetra mais facilmente em seu interior, acelerando, portanto, o processo de deterioração (Kurdowski, 2014; Mehta e Monteiro, 2014; Bankir e Sevim, 2020). Esse processo composto de reações químicas associados com transformações físicas pode causar problemas estruturais

graves, como deslocamento de elementos estruturais e prolongamento de fissuras em dutos.

Al-Amoudi (1998) classifica a deterioração por sulfato em três formas de manifestação.

- Ataque ácido do sulfato, dado pela corrosão da pasta de cimento hidratada, que a transforma progressivamente em um material granular não coesivo e ocasiona a perda de massa e de resistência da pasta de cimento.
- A segunda forma de deterioração é caracterizada pela expansão e fissuração, com a reação de compostos aluminatos com os sulfatos e produção de etringita.
- A terceira forma consiste no que é chamado pelo autor de “casca de cebola”, com uma sucessiva descamação na superfície do material em contato com a solução de sulfato.

Toda solução de sulfato tem ação deletéria no concreto, entretanto o mecanismo de ataque e sua severidade varia de acordo com a base do sulfato. Segundo Hewlett (2004), o sulfato de cálcio (CaSO_4), na sua forma hidratada ($\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2$ ou $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), reage somente com o aluminato de cálcio hidratado para formar sulfoaluminato de cálcio, também chamado de etringita, visto na equação (5); o sulfato de sódio (Na_2SO_4) reage com o hidróxido de cálcio livre na pasta de cimento para formar o sulfato de cálcio hidratado (equação (6)), que por sua vez reage com o aluminato, equação (5); e o sulfato de magnésio (MgSO_4) reage tanto com o hidróxido de cálcio (equação (7)), quanto com o aluminato, além de provocar a decomposição do silicato de cálcio hidratado, ver equação (8).



Apesar de o ataque por sulfato ser um fenômeno complexo, as equações apresentadas acima são uma forma de sumarizar o mecanismo do ataque. As reações dos sulfatos com o hidróxido de cálcio tendem a originar sulfato de cálcio (gipsita) bem

como o composto hidróxido, respectivo ao sulfato que ocasiona a reação, hidróxido de sódio, quando reage com sulfato de sódio (equação (6)), e hidróxido de magnésio, quando reage com o sulfato de magnésio (equação (7)). A gipsita formada na reação de ataque do sulfato reage, por sua vez, com os compostos aluminatos (equação (5)). Com isso, ambos os sulfatos reagem, mesmo que indiretamente, com os compostos hidratados de aluminatos.

Lee (2005) realizou estudos quanto a amostras de concreto armazenadas em sulfato de magnésio e sulfato de sódio e concluiu que as amostras tiveram diferentes graus e formas de deterioração para cada tipo de solução de sulfato a qual a amostra foi submetida, mesmo com o uso de materiais pozolânicos. Com a adição pozolânica, o autor observou mudanças na estrutura da matriz, que a tornou mais resistente ao ataque pelo sulfato de sódio, e mais vulnerável ao ataque de sulfato de magnésio.

Segundo Hewllet (2004), a taxa de perda de resistência das amostras de concreto na solução de 5% foi superior às amostras na solução de 0,5%, em uma magnitude de 2 a 3 vezes maior, como pode ser visto na Figura 5. Com a concentração de 5%, sulfatos de magnésio e sódio têm aproximadamente o mesmo efeito, mas em 0,5%, sulfato de sódio tem a ação menos rápida. Utilizando dois tipos de cimento, um para baixo teor de C_3A e outro para alto teor, foram feitos cubos de concreto com consumo de 320 kg/m^3 de cimento e armazenados por 1 ano em soluções de 0,5 e 5% de sulfato de sódio e magnésio. A partir dos resultados na Figura 5, foi possível observar que a ação relativa dos sulfatos de sódio e magnésio é afetada pela composição do cimento, um cimento com alto teor de C_3A tende a ter uma ação mais severa do que um cimento com baixo teor de C_3A .

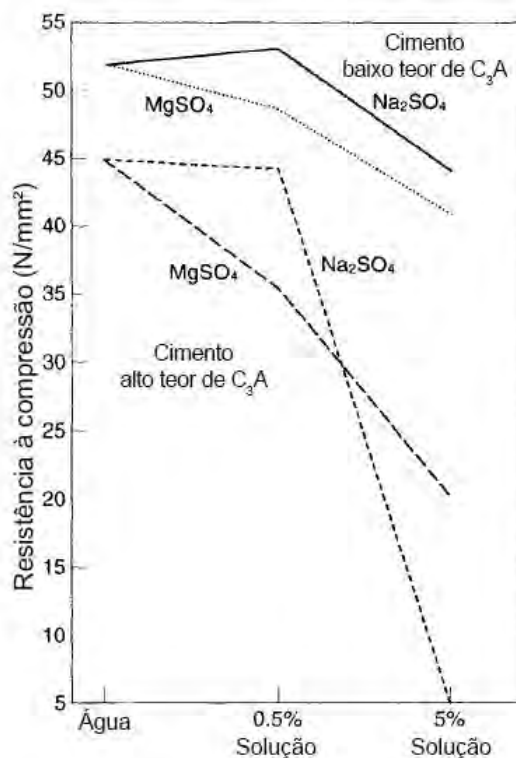


Figura 5 - Perda de resistência à compressão do concreto para um ano de armazenamento em função da concentração da solução e do tipo de cimento (Hewlett, 2004, p. 311)

Ainda quanto ao aspecto de resistência à compressão no ataque do sulfato, Lee (2005) e Kurdowski (2014) concordam em haver um ligeiro aumento de resistência para amostras submetidas ao ataque do íon de sulfato, SO_4^{2-} . Com o preenchimento dos poros da pasta endurecida, à medida que há a formação de produtos da reação dos sulfatos com os compostos do cimento Portland hidratado, acontece uma densificação da matriz cimentícia que colabora com o ganho de resistência em idades recentes de ataque de sulfato. Kurdowski (2014) vê esse ganho de resistência inicial como uma prova do progresso de deterioração.

Através da Figura 6, Gollop e Taylor (1995) descrevem a dinâmica de ataque no sentido do interior da peça de pasta de cimento. A composição das fases nas zonas da pasta atacada por sulfato tem o aspecto da Figura 6, onde a composição de cada zona varia de acordo com a diminuição da concentração de íons sulfato em direção ao interior não deteriorado, no sentido de difusão do sulfato. Há primeiramente a formação de etringita assim que a reação começa nas regiões superficiais, e em seguida, com a diminuição do teor de hidróxido de cálcio, a gipsita é formada e o CSH é descalcificado. O autor relata uma significativa quantidade de gipsita nas camadas externas próxima a superfície, e abaixo desta uma zona enriquecida em etringita,

ocorrendo na forma de partículas misturadas ao CSH ou em canais subparalelos a superfície. Segundo o autor, com a expansão na zona da gipsita, ocorrem fissuras na superfície do material, nas quais houve recristalização de gipsita.

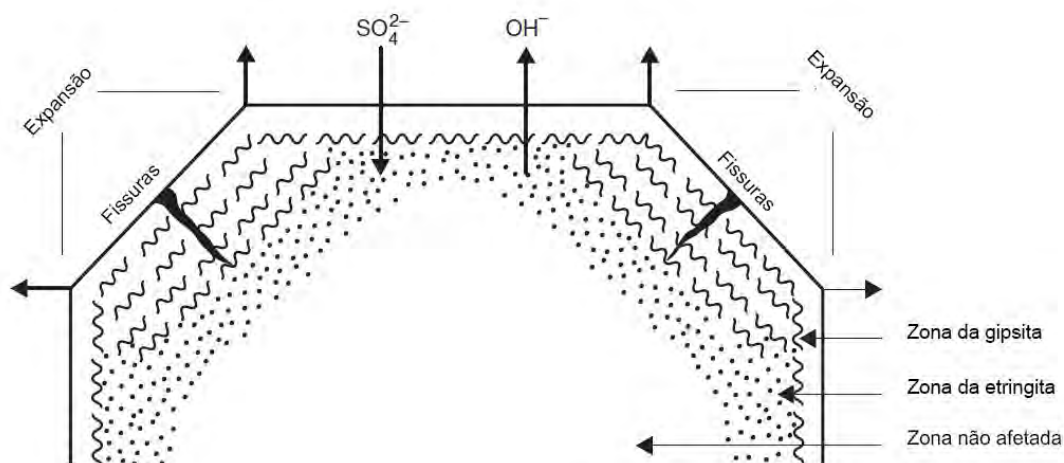


Figura 6 - Esquema de zonas afetadas pelo ataque de sulfato (adaptado de Kurdowski, 2014)

Segundo Kurdowski (2014), a deterioração por sulfato ocasiona mudanças irreversíveis na matriz cimentícia. Como a mudança na composição ou microestrutura, ou até o desaparecimento, de fases que ocorrem naturalmente na pasta. A principal mudança básica observada é a substituição da portlandita pela gipsita, que ocupa um volume maior, e essa transformação de compostos gera tensões e microfissuras. Ainda segundo o autor, a etringita não ocorre em camadas superficiais da pasta pois é suscetível a carbonatação e, como resultado, a formação de taumasita. Etringita geralmente ocorre na forma de grandes cristais nos poros ou como depósitos massivos no entorno do agregado, causando fissuras nessas regiões.

Taylor (1997) discute o papel da etringita na expansão, relatando que o aumento do volume sólido é aproximadamente igual ao aumento dado pela hidratação do C_3S quando é formado o CSH e a portlandita. Diz ainda que a hipótese que mais condiz com a realidade é a de que a expansão ocorre devido às mudanças nas propriedades de inchamento do gel de sílica, com isso o efeito da etringita seria acidental.

A explicação de Taylor (1997) é que a absorção de água pelos compostos pode produzir alta pressão. Uma possibilidade é que o composto de CSH forneça água para a formação de etringita circundante, tornando-se desidratado. Com o fornecimento de

água por uma fonte externa, e a conseqüente reidratação do CSH ocorrerá a expansão.

Segundo Mehta e Monteiro (2014), apesar do consenso na associação da etringita na expansão da pasta sob ataque da solução de sulfato, ainda há, no entanto, falta de confirmações quanto os mecanismos pelos quais a formação de etringita causa expansão. Os autores sugerem duas hipóteses mais aceitas quanto o funcionamento: pressão exercida pelo crescimento de cristal de etringita e a expansão resultante da adsorção de água em meio alcalino por uma etringita pouco cristalina.

É comum que as condições ambientais do local onde a estrutura está inserida interfira no comportamento do mecanismo de ataque, como é o caso do ataque por sulfato, que tem sua agressividade ressaltada quando a estrutura está sujeita à ciclos de molhagem e secagem (MEHTA E MONTEIRO, 2014; KURDOWSKI, 2014; NEVILLE, 2016). Ou ainda, segundo Hewlett (2004), tendo a condição mais severa quando o concreto é exposto de um lado à água com alta pressão e do outro lado a exposição ao ar, promovendo a evaporação e a tendência do aumento do volume de sulfatos percolados pela água através do concreto. O que torna construções como galerias e porões, muros de arrimo e lajes sobre o solo elementos estruturais mais vulneráveis.

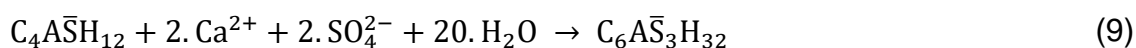
Segundo Kurdowski (2014), o efeito da deterioração da pasta de cimento pela ação da mistura de soluções de sulfato de magnésio com o sulfato de sódio é menor que o efeito causado somente pela ação de cada solução separadamente.

Para Brown (2002) nem todo sulfato que entra na estrutura da pasta de cimento reage internamente. De acordo com a localização e as características da composição da pasta, sua permeabilidade e porosidade, boa parte do sulfato pode migrar para a superfície evaporativa. Classificado como ataque físico do sulfato, um tipo específico de ataque, ocorre com a cristalização de sais de sulfato acumulados nos poros nas regiões próximas às superfícies da pasta. Ocorrendo um dano semelhante ao provocado pelo congelamento.

O ataque físico depende de vários fatores para a magnitude da deterioração, como por exemplo a concentração e composição do sulfato transportado, a permeabilidade do material, bem como sua localização e ciclos de molhagem e secagem. O autor explica que inicialmente é manifestada como eflorescência na superfície do material afetado, e com o contínuo ataque ocorre a erosão da superfície.

1.1.2.1 Ataque por sulfato de sódio

Para Al-Amoudi (1998) o ataque pelo sulfato de sódio consiste na formação de etringita secundária. O autor descreve o ataque através da reação da equação (6) do sulfato de sódio com a portlandita, que é o hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) produzido na hidratação do cimento Portland. Essa reação tem como produtos a gipsita ($\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2$ ou $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e o hidróxido de sódio (NaOH), e este último ocasiona o aumento do pH da pasta de cimento endurecida para 13,5, o que torna tanto o CSH quanto a etringita estáveis. No entanto, a gipsita produzida reagirá com o aluminato de cálcio hidratado, monossulfato e/ou o anidro C_3A , que permaneceu não hidratado, para produzir a etringita secundária – respectivamente as equações (5), (9) e (10). Em concordância com o exposto por Mehta e Monteiro (2014), que concluem que o sulfato de sódio não deteriora o principal produto de hidratação do cimento Portland, o CSH.



No entanto, Gollop e Taylor (1994), contestam essa afirmação que o sulfato de sódio não deteriora o composto CSH. Os autores fizeram ensaios de 6 meses em pastas de cimento expostas ao sulfato de sódio e observaram, através de análise de difração de raio x, que para uma profundidade de 600 μm a partir da superfície das amostras, onde todo o monossulfato foi reagido, o SO_4^{2-} então reage com o Ca^{2+} e água, formando gipsita. Os resultados mostraram que o fornecimento do íon de cálcio acontece parcialmente por qualquer hidróxido de cálcio restante e parcialmente também pela descalcificação do C-S-H.

A descalcificação do CSH também é vista em Taylor (1997), que reuniu análises de difração de raio X e de microscópio eletrônico de varredura (MEV) em pastas de cimento Portland, onde a primeira mudança observada com a reação foi a substituição na maioria dos casos do monossulfato ($\text{C}_4\text{A}\bar{\text{S}}\text{H}_{12}$) pela etringita ($\text{C}_6\text{A}\bar{\text{S}}_3\text{H}_{32}$), formada como microcristais intimamente misturadas com o CSH, equação (9). Próximo à superfície, a média do índice Ca/Si do CSH cai, o hidróxido de cálcio é

esgotado e a gipsita é formada, seja como microcristais misturados ao CSH ou em canais subparalelos a superfície. Ocorrendo assim maior incidência de fissuras.

Ainda de acordo com Taylor (1997), através da equação (9) é possível observar também a requisição de Ca^{2+} , SO_4^{2-} e H_2O . O SO_4^{2-} é fornecido pela solução de sulfato de sódio do meio externo, inicialmente os íons de Ca^{2+} são fornecidos pelo hidróxido de cálcio, e após seu esgotamento, pelo CSH, que é parcialmente descalcificado, o que é observado através do índice Ca/Si que é reduzido. Em estágios posteriores de ataque a gipsita é formada, e será necessário um fornecimento de Ca^{2+} . Com isso, as análises de raio X de Taylor (1997) não deram suporte à hipótese que soluções de sulfato de sódio não atacam o CSH.

No estudo publicado por Lee *et al.* (2005) é evidente a maior deterioração causada pelo sulfato de sódio em pastas de cimento sem adição mineral. Os autores encontraram perdas de resistência de 91%, 63% e 38%, para os respectivos fatores água/cimento, 55, 45 e 35 para imersão de 510 dias em soluções de 5% de concentração.

Como a transformação no composto de CSH da pasta de cimento Portland pelo sulfato de sódio é um fenômeno demorado, uma vez que depende do consumo da portlandita presente na pasta, é natural que haja debate sobre o assunto. Vale ressaltar que a ação do sulfato de sódio pode ser considerada como tendo um aspecto indireto, se comparado ao caso do ataque pelo sulfato de magnésio, já que a descalcificação do silicato de cálcio hidratado depende de outros fatores, como não ter o fornecimento de íons de cálcio por outra fonte.

1.1.2.2 Ataque por sulfato de magnésio

Diferentemente dos outros tipos de sulfatos, o sulfato de magnésio age diretamente no composto de silicato de cálcio hidratado da pasta de cimento Portland, como visto na equação (8). O motivo dessa reação não ocorrer com as outras formas de sulfato são dadas pela baixa solubilidade do hidróxido de magnésio, ou brucita ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), e o baixo pH em sua solução.

Como descrito por Al-Amoudi (1998), o hidróxido de magnésio, formado na reação do sulfato de magnésio com a portlandita, equação (7), é insolúvel e tem valor de pH equivalente a 10,5, contra 12,5 da pasta de cimento hidratada. Essa redução do pH desestabiliza tanto a etringita quanto os compostos de CSH. Essa desestabilização resulta em não formação de etringita secundária e a liberação de hidróxido de cálcio dos compostos de CSH com o objetivo de elevar o pH, no entanto, a portlandita liberada reage com o sulfato de magnésio, produzindo mais gipsita e hidróxido de magnésio. Mais portlandita entra na solução com o objetivo de reestabilizar o valor do pH e a reação continua. Com a continuidade da reação, a concentração de gipsita e brucita na matriz da pasta endurecida aumenta enquanto o CSH perde progressivamente a sua capacidade cimentícia.

Porém, há ainda a formação do silicato de magnésio hidratado, que segundo Hewlett (2004) representa o estágio final da deterioração pelo sulfato de magnésio, o que pode somente ocorrer após muito tempo de exposição. De acordo com Al-Amound (1994), a sílica gel, produzida na reação representada pela equação (8), por sua vez reage com o hidróxido de magnésio, como pode ser visto na equação (11), dando forma ao silicato de magnésio hidratado, MSH, um material fibroso e amorfo, que é quando um mineral não possui um arranjo ordenado de átomos que caracteriza os sistemas cristalino de um mineral.



De acordo com Kurdowski (2014), a baixa solubilidade do sulfato de magnésio e da brucita impedem a penetração de mais íons de sulfato de magnésio na pasta de cimento, o que torna o ataque mais lento. No entanto, a deterioração pode ser acelerada para um material poroso, com alto teor água/cimento. A precipitação das fases de magnésio na pasta ocasiona uma queda no teor de íons hidroxila, o que acaba acelerando a descalcificação do CSH.

O ataque pelo sulfato de magnésio é caracterizado pela deterioração da pasta de cimento endurecida através da reação com o silicato de cálcio hidratado e produção de um material com propriedades não ligantes, além da abundante formação de gipsita e brucita.

1.1.2.3 Ataque por sulfato interno – Formação de etringita tardia

Conhecido como DEF, sigla para *delayed ettringite formation*, ou formação de etringita tardia, é visto como uma forma de ataque interno do sulfato. Segundo Mehta e Monteiro (2014), pode ocorrer no uso de agregado com alto teor de gipsita, ou cimento contendo um alto teor de íon sulfato.

É definida por Taylor *et al.* (2001) como a etringita formada em um material cimentício pelo processo que começa após o completo endurecimento do cimento, e não há a participação de sulfato oriundo do meio externo. Tendo a elevação da temperatura, em até aproximadamente 70 °C, como crucial para o desenvolvimento da etringita tardia. Os autores relatam que muitos casos de deterioração foram atribuídos totalmente, ou parcialmente, a esse tipo de formação de etringita. Sendo mais comum de ocorrer em casos de estruturas de concreto pré-moldados ou concreto massa.

De acordo com Taylor (1997), a expansão e fissuração ocorrem geralmente em questão de meses para amostras curadas entre 90-100 °C, e em anos para concretos em campo. A expansão acontece uma vez que a etringita é formada na interface pasta-agregado, causando pressão, ou ainda com a expansão da pasta, acontecendo então a separação do agregado, como representado na Figura 7.

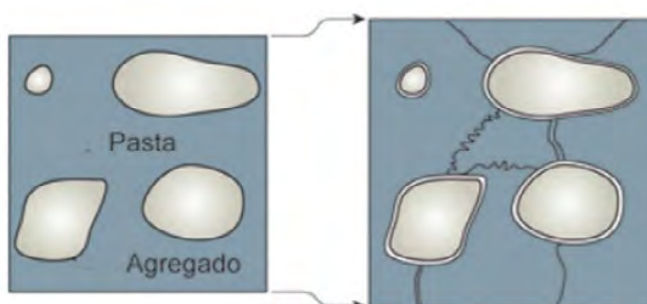


Figura 7 - Representação da formação da etringita tardia (Mehta e Monteiro, 2014, p.163)

Mehta e Monteiro (2014) descrevem que em elementos de concreto curados a vapor, a etringita se decompõem para formar o monossulfato hidratado, uma vez que a etringita não é uma fase estável para temperaturas acima de 65 °C, ela se decompõe e os íons sulfatos liberados pela decomposição da etringita são adsorvidos pelo CSH.

Durante a utilização da estrutura os íons sulfato são dissolvidos e formam etringita em microporos na pasta endurecida, ocasionando expansão e fissuração. Apesar de alguns pesquisadores acreditarem somente no mecanismo supracitado para a ocorrência da etringita tardia, há outra hipótese.

Collepari (1999), observou que o fenômeno não está limitado a peças de concreto submetidas à cura térmica e tampouco a adsorção de íons sulfato pelo CSH. O autor chama de “modelo holístico”, exemplificado pela Figura 8, uma hipótese que se baseia na presença de três elementos essenciais, como o aumento da permeabilidade pelas microfissuras, liberação tardia de íons sulfato e presença de água para migração iônica. Assim, a deposição de etringita ocorre nas microfissuras existentes, que tendem a se propagar com a expansão ou crescimento de cristais de etringita.



Figura 8 - Enfoque holístico para expansão e fissuração por formação de etringita tardia (Mehta e Monteiro, 2014, p. 164)

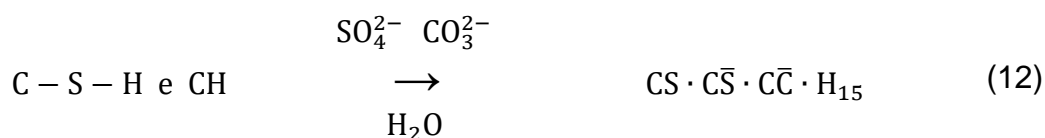
Segundo Collepari (1999), a alta permeabilidade no material pode ser dada por diversos fatores como, retração térmica e por secagem restringida, cura a vapor em altas temperaturas, carregamento excessivo durante o uso, etc. E o mesmo se dá pela liberação de sulfato, desde que a origem seja interna, pode ser oriundo de agregado, clínquer com alto teor de SO_3 ou liberação de íons por parte do CSH. A presença de água, importante para a troca iônica, pode ser inclusive oriunda de ar saturado. O autor ressalta ainda a importância de os três fatores ocorrerem simultaneamente para ser estabelecida como etringita tardia.

1.1.2.4 Formação de taumasita

A deterioração da pasta de cimento Portland devido a formação de taumasita é um caso especial de deterioração por sulfatos. De acordo com Taylor (1997), apesar de haver poucos casos em que o seu desenvolvimento foi identificado como principal causa da deterioração, a sua formação pode ocasionar danos severos à estrutura de concreto. Originada a partir da combinação do ataque de sulfato e a carbonatação, a taumasita tem aspecto similar a etringita, em sua estrutura cristalina e morfológica. Segundo Zhou (2006) por muito tempo a taumasita foi diagnosticada erroneamente como etringita.

As condições propícias para a formação da taumasita, segundo Taylor (1997), são uma umidade relativa constantemente alta, uma temperatura de 5 °C a 10 °C e fornecimento de íons SO_4^{2-} e CO_3^{2-} .

Com a equação (12), Collepardi (2003) exemplifica a degradação do CSH com a formação de taumasita, acompanhada de severa redução de resistência e aderência, transformando o material endurecido em uma massa polposa.



Com o aspecto de um fino branco sem propriedades ligantes, a taumasita, segundo Kurdowski (2014), é danosa para o composto base da matriz cimentícia, o CSH, que se decompõe sendo o fornecedor dos íons silicato para a formação da taumasita. Ainda de acordo com o autor, por causa da baixa temperatura necessária para sua formação, é encontrada em fundações de concreto, e elementos subterrâneos de sistema de esgoto. E o autor sugere a abordagem clássica para prevenir deteriorações desse tipo, como a redução da permeabilidade do concreto, e o uso de adições minerais, bem como a redução do teor de C_3S , ocasionando menor percentual de hidróxido de cálcio produzido na hidratação do cimento e redução do teor de C_3A , para conseqüente redução do teor de aluminatos hidratados. No entanto, segundo Taylor (1997), como o ataque acontece no composto silicato e não no

aluminato da pasta de cimento, o cimento Portland resistente a sulfato não oferece qualquer proteção especial.

1.1.3 Influência da porosidade e permeabilidade

A durabilidade de estruturas de concreto está diretamente relacionada à permeabilidade e ao volume de fluidos, seja na forma de gases, vapores e líquidos, que ingressam através das estruturas de poros do material devido às forças impulsoras. A forma de ingresso pode ser estabelecida como diferença de potencial elétrico, pressão, temperatura, densidade e sucção capilar.

Neville (2016) esclarece que a permeabilidade na verdade é uma referência ao fluxo através de um meio poroso. No entanto, para um material cimentício, o movimento de diversos fluidos através do concreto ocorre não somente pelo escoamento por meio de um sistema de poros, mas também por difusão e por sorção, fazendo com que o interesse seja na verdade pelo fenômeno de penetrabilidade.

Ainda segundo o autor, a porosidade do material é diferente de permeabilidade, enquanto a primeira é uma referência ao volume total de poros no material, expresso em porcentagem, o segundo trata da ocorrência de interconexões entre os poros, o que facilita o caminho do fluxo. Com isso, mesmo para um material com elevada porosidade, se não houver comunicação entre os poros, pode ser tratado com baixa permeabilidade. Mehta e Monteiro (2014) relacionam esse fenômeno com a relação água/cimento (a/c) e o grau de hidratação. Para uma relação a/c alta e uma hidratação baixa, a pasta de cimento apresenta uma porosidade capilar alta, o que permite um fluxo maior. Com o passar do tempo e a evolução da hidratação, os poros tendem a perder sua interconexão, o que pode apresentar uma queda no coeficiente de permeabilidade.

Para Neville (2014), os íons agressivos, como íons de cloreto ou sulfato, tendem a se mover por difusão na água que chega até o sistema de poros da matriz cimentícia, assim, a água que se encontra nos poros saturados se torna o meio no qual a reação com a pasta de cimento hidratada acontece, fazendo a difusão iônica ser um importante mecanismo no ataque por sulfato. Com isso, no geral, recursos

disponíveis para se atenuar o efeito da deterioração por sulfato se concentram principalmente na característica de permeabilidade do material.

1.1.4 Formas de mitigação do efeito do sulfato na durabilidade de materiais cimentícios

A mudança da microestrutura do material cimentício é o principal meio para reduzir o efeito do ataque químico e físico causado em ambientes sulfatados. Assim, é possível alcançar a mitigação do efeito deletério através de duas abordagens principais. Neville (2016) cita que a primeira consiste na diminuição do teor de C_3A no cimento, como são produzidos os cimentos resistentes ao sulfato e a segunda abordagem trata da diminuição do teor de hidróxido de cálcio produzido na hidratação do cimento Portland, através do uso de cimentos compostos ou uso de adições minerais na mistura.

Mehta e Monteiro (2014) citam que as melhores ações para melhorar a proteção contra o ataque por sulfato são adotar uma espessura de cobrimento adequada ao meio ao qual a peça de concreto está inserida, alto consumo de cimento, baixo fator água/cimento, adensamento e cura adequados. Esses são tópicos que influenciam diretamente o aspecto de permeabilidade do material.

Segundo Hewlett (2004), as primeiras iniciativas para melhorar a resistência de materiais de cimento Portland aos sulfatos foram direcionados aos fatores físicos, tais como metodologias de cura, ou secagem ao ar para a formação de uma camada impermeável de carbonatação antes da exposição ao sulfato. Apesar dessas abordagens mostrarem alguma forma de benefício, são medidas limitadas ao uso de pré-moldados. Com as mudanças na composição do cimento que houve ganhos na resistência ao sulfato, como o cimento sugerido por Le Chatelier no século XIX e adotado com o nome de cimento Erz, onde há a substituição do aluminato tricálcico pelo ferroaluminato tetracálcico. Essa substituição é alcançada com a substituição da argila pelo minério de ferro na confecção do cimento.

1.1.4.1 O teor de C_3A e o consumo de cimento

O grau de deterioração do elemento fabricado com cimento Portland sujeito ao ataque de soluções de sulfato vai depender de fatores como: qualidade, teor de C_3A e de C_4AF , e a relação C_3S/C_2S no cimento; tipo de sulfato e sua concentração; tipo de construção, sua espessura e ciclos de molhagem e secagem (AL-AMOUDI, 1998, PRASAD *et al.*, 2006, WANG *et al.*, 2020).

Segundo Kurdowski (2014) são diversos os fatores que modificam a taxa de deterioração da pasta sob ataque de sulfato, e um deles trata do consumo de cimento na pasta. O autor cita que, mesmo um cimento com alto teor de C_3A , porém com alto consumo, a deterioração corre mais lentamente que no caso da pasta com um baixo consumo e baixo teor de C_3A .

O cimento Portland resistente a sulfato é caracterizado pelo baixo teor de C_3A . A norma britânica BS 4027 (1996) estabelece 3,5% como teor máximo de C_3A , com o teor de trióxido de enxofre (SO_3) limitado a 2,5%. Enquanto a norma americana ASTM C150-20 limita o teor de C_3A a 5%, para o caso de cimentos com alta resistência, e 8% para o caso de cimento com moderada resistência, e ainda limita o valor da soma do teor de C_4AF com o dobro do teor de C_3A em até 25%. A norma brasileira NBR 16697 (2018) permite que qualquer tipo de cimento Portland, exceto o cimento Portland branco não estrutural, possa ser considerado resistente a sulfatos, caracterizado pelo sufixo RS, desde que atenda ao requisito de apresentar expansão menor ou igual a 0,03%, aos 56 dias de idade quando ensaiado pelo método estabelecido pela NBR 13583 (2014).

Segundo Hewlett (2004), com cimentos comercializados nos EUA, verificou-se que o aumento no teor do cimento na pasta melhora a resistência ao sulfato, no entanto é necessário um consumo de 415 kg/m³, com teor máximo de C_3A de 8% (referente ao cimento Tipo II, cuja composição pode ser encontrada em ASTM C150-20), para fornecer resistência equivalente ao consumo de 250 kg/m³ de um cimento com teor de 5% de C_3A (referente ao cimento Tipo V da ASTM C150-20). Concluindo que o consumo de cimento tem principal importância na resistência da pasta de cimento, tendo o tipo de cimento como um fator secundário. Para o caso dos tipos de

cimento comercializados no Brasil, os cimentos devem ter seus teores de C_3A fixados em até 8% para possuírem o sufixo RS (resistente aos sulfatos).

Pela Figura 9, Kurdowski (2014) demonstra a média da deterioração de acordo com o teor de C_3A e o teor de cimento. A taxa de deterioração média permanece baixa para as argamassas com alto consumo de cimento, mesmo com altos índices de C_3A na sua composição. Na figura são demarcados os cimentos classificados pela ASTM utilizando linhas verticais de acordo com o teor de C_3A de cada cimento. A compatibilização pelas propriedades com os cimentos produzidos e comercializados no Brasil fica impossibilitada já que Kurdowski (2014) os diferencia pelo teor de C_3A e as normas brasileiras fixam o teor de C_3A em até 8%.

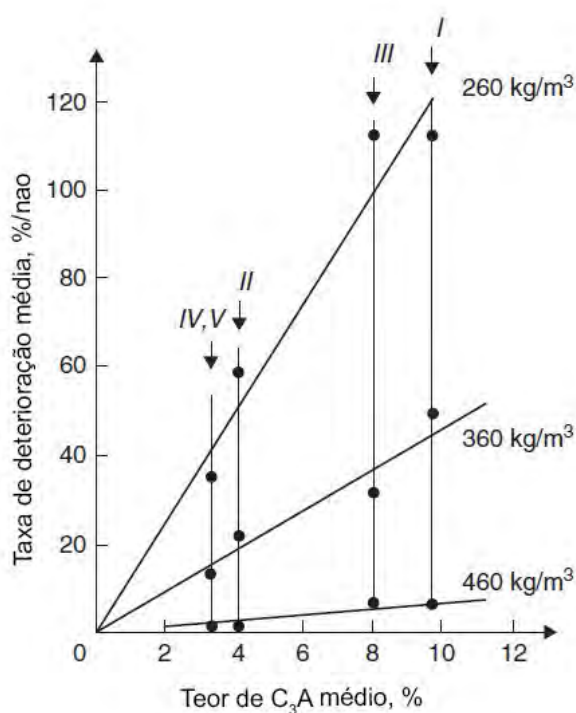


Figura 9 - Média da taxa de deterioração em função do teor de C_3A dos cimentos classificados pela ASTM C150-20 (Kurdowski, 2014, p. 451, adaptado)

No entanto, o uso de cimentos com baixo teor de C_3A deve ser escolhido adequadamente conforme o ambiente de instalação da peça, já que, de acordo com Neville (2016), o uso de cimentos resistentes ao sulfato, com baixo teor de C_3A não é aconselhável se há o risco da presença de íons cloreto no concreto armado. Uma vez que o C_3A é importante para fixar os íons cloreto, com a formação de cloroaluminato de cálcio, fazendo com que os íons cloreto não estejam disponíveis para iniciar a

corrosão do aço. Assim, é importante a ciência quantos outras formas de mitigação à degradação por sulfato, como a inclusão de adições minerais na mistura.

1.1.4.2 Uso de adições minerais

É de grande aceitação o efeito favorável de adições pozolânicas na atuação contra a deterioração por sulfatos. (TORII *et al.*, 1995; AL-AMOUDI, 1998; KURDOWSKI, 2014; MEHTA E MONTEIRO, 2014). Mehta *et al.* (1992), Skalny *et al.* (2002) e Kurdowski (2014) citam que o efeito físico da redução da porosidade e da adsorção capilar, como resultado do uso de cinzas volante, é muito mais importante do que sua atividade pozolânica em si. No entanto, Kurdowski (2014) cita que o benefício das adições pozolânicas no ataque por sulfatos é devido ao consumo da portlandita e aumento do teor de CSH, chamado de efeito químico pozolânico, o que também gera uma contribuição para a densificação da pasta com o preenchimento de poros capilares.

Segundo Velasco (2008) os benefícios associados à utilização de adições minerais são a redução da permeabilidade, ocasionando um impacto na durabilidade do material, desenvolvimento de altas resistências e maior resistência a determinados tipos de sulfatos.

Taylor (1997) lembra que a substituição do cimento por adição mineral pode tanto melhorar quanto reduzir a resistência ao sulfato, dependendo do cátion associado ao ânion sulfato (SO_4^{2-}). Adições minerais são mais comuns em ter um efeito benéfico contra o sulfato de sódio do que contra o sulfato de magnésio. O autor resume que o uso de compostos cimentícios frente a solução de sulfato de magnésio tende a ter um efeito minorado de resistência da amostra, uma vez que há baixo teor de CH, que poderia ter a ação protetora para a fase CSH. No entanto, para amostras atacadas por sulfato de sódio, um baixo teor de CH teria um efeito de majorar a resistência, uma vez que é justamente os compostos mais atacados pelo sulfato em questão.

Torii *et al.* (1995) realizaram ensaios de compressão e expansão para amostras de concreto contendo até 50% de cinza volante em substituição ao cimento Portland, e com consumos de material cimentício de 300 e 400 kg/m³. As amostras foram

submetidas à exposição de sulfato de sódio, em concentração de 10%, por um período de 2 anos. Os autores concluíram que houve melhoria quanto a resistência ao sulfato de sódio para amostras com uso de cinza volante, seja para os ensaios de compressão ou expansão, especialmente para amostras com consumo de material cimentício de 400 kg/m³ e substituição de 50%. Diz ainda que a deterioração das amostras sem substituição teve um aspecto de amolecimento na textura do material e formação de gipsita e etringita. Enquanto para amostras com substituição a formação de composto expansivos foi limitada somente às superfícies das amostras. Os autores responsabilizam os resultados quanto ao aperfeiçoamento da resistência ao sulfato de sódio ao decréscimo do teor de hidróxido de cálcio na mistura, bem como a densificação da pasta, com a descontinuidade da estrutura de poros. Concluindo que não só o uso de cinza volante torna o material mais econômico, como também melhora o desempenho quanto ao ataque químico.

Segundo Al-Amoudi (1998) a reação pozolânica causa impactos benéficos quando o material se encontra sob o ataque de sulfato, como a diminuição de compostos presentes no cimento Portland hidratado que reagiria com os íons de sulfato. O consumo de portlandita e a diminuição do teor de C₃A pelo efeito da diluição são exemplos desse comportamento. Com a diminuição de ambos os compostos na pasta, há a conseqüente diminuição na formação de produtos expansíveis. O autor ainda lembra que a etringita é estável em ambientes com alto valor de pH, que por sua vez são garantidos pela presença da portlandita. Com o consumo de portlandita na pasta com adição pozolana, e a redução do valor de pH na pasta, é criado um ambiente desfavorável para a formação de etringita.

Com a hidratação da cinza volante há a formação de um composto similar ao composto CSH formado na hidratação do cimento Portland. Chamado de CSH secundário por Al-Amoudi (1998), o composto produz uma forma de revestimento nos compostos aluminato e outros compostos reativos. Além ainda, de sua formação resultar na densificação da matriz, com o refinamento dos poros devido a sua formação e deposição nos poros. Esses fatores dificultam, assim, a formação de etringita secundária, bem como pelo impedimento na penetração de íons sulfato na estrutura de poros.

Lee *et al.* (2005) realizaram ensaios de exposição aos sulfatos de sódio e de magnésio, ambos em concentração de 5%, com pastas de cimento com substituição parcial de até 15% de adição mineral, em especial a sílica ativa. Os autores concluíram

que as amostras com sílica ativa apresentaram um desempenho muito melhor quando sujeito à exposição ao sulfato de sódio do que as amostras sem adição. Por outro lado, as amostras com adição apresentaram um grau de deterioração mais elevado do que as amostras que não contêm sílica ativa quando exposta ao sulfato de magnésio.

Os autores explicam esse comportamento pelo fato de amostras que não contêm sílica ativa conter abundante hidróxido de cálcio em sua superfície para reagir com o sulfato de magnésio, formando uma dupla camada de brucita e gipsita. A substituição parcial do cimento Portland pela sílica ativa reduz o teor de hidróxido de cálcio disponível devido a reação pozolânica, facilitando o ataque do sulfato de magnésio no CSH e ocasionando sua deterioração com a perda da propriedade cimentícia. No entanto, as amostras de pastas sem adição ainda sofrem alguma deterioração quando há remoção da camada de brucita e gipsita.

No que diz respeito ao ataque do sulfato de sódio, Lee *et al.* (2005) explicam que a relativa grande quantidade de hidróxido de cálcio e C₃A no cimento sem adição leva a drástica perda de resistência a compressão das amostras, por causa do aumento de formação de etringita e gipsita. As amostras com adição de pozolana mostraram pouca formação de gipsita mesmo em exposição de 510 dias. Consequentemente, as amostras sem adição mostraram maior quantidade na formação de gipsita.

Ghafoori *et al.* (2015) realizaram um estudo para avaliar a influência do nível de substituição de cinzas volantes na expansão baseada em etringita e na formação de gesso dos concretos de cimento Portland. Os autores variaram os valores de consumo de cimento, bem como os teores de substituição de cimento por cinza volante, de 15 até 30% de substituição. Os autores monitoraram a mudança de comprimento, perda de massa e redução da resistência à compressão de misturas sob condições de exposição cíclicas e continuamente imersas em soluções de 5% de sulfato de sódio, com um tempo total de 360 dias.

Os resultados do estudo de Ghafoori *et al.* (2015) revelaram melhorias na resistência do concreto ao ataque do sulfato de sódio ao substituir uma parte do cimento por cinzas volantes. As melhorias, no entanto, não foram tão grandes quanto se esperava, pois dificilmente ultrapassaram 15% em seu melhor desempenho. O nível ideal de substituição de cimento por cinza foi diferente para cada consumo de cimento, tendo uma relação diretamente proporcional entre si, quanto maior o

consumo melhor o desempenho das amostras que tiveram maior substituição. Os desempenhos das misturas sob imersão cíclica e contínua foram semelhantes. A resistência à compressão e expansão dos concretos estudados sob condição de imersão cíclica de sulfato de sódio foi ligeiramente menor do que a das amostras continuamente imersas. Inclusive, o estudo mostrou que a resistência à compressão das amostras sob ambos os tipos de imersão de sulfato de sódio foi ligeiramente maior do que a dos concretos equivalentes curados em água.

O mecanismo pelo qual as adições minerais agem na mistura de material cimentício, contribuindo para a melhoria do desempenho frente a durabilidade, pode ser sumarizado em dois principais aspectos, o efeito físico e o efeito químico.

1.1.4.2.1 Efeitos físicos do uso da adição mineral

Segundo Lawrence *et al.* (2003) há três principais efeitos físicos observados na hidratação do cimento quando adições minerais, como a cinza volante, são usadas. A diluição do cimento, o refinamento dos poros, chamado de efeito filler, e a nucleação heterogênea.

O efeito de diluição é apresentado como um efeito adverso ocasionado pela substituição parcial do cimento pela adição mineral. Segundo Lawrence *et al.* (2003), o teor de cimento na mistura é inversamente proporcional ao índice de substituição do cimento, ocasionando um aumento do fator a/c e menor quantidade de produtos de cimento hidratados, o que implica em uma resistência a compressão inferior ao cimento sem adição.

Segundo Polisseni (2018), o efeito filler é geralmente promovido por adições inertes que podem estar presentes em forma de partículas com granulometrias muito finas, ou até nanométricas, o que contribui, quando em estado fresco, para uma mistura mais trabalhável e compacta. De acordo com Lawrence *et al.* (2003), o efeito filler da adição mineral depende da finura e da quantidade de adição usada, e é diretamente relacionado à modificação da porosidade inicial da estrutura, reduzindo a ligação entre poros.

O efeito filler é mais importante no primeiro dia de hidratação, quando a microestrutura está se desenvolvendo rapidamente. Os produtos da hidratação do

cimento, principalmente o silicato de cálcio hidratado, CSH, formam conexões entre os grãos de cimento que conduzem ao ajuste e desenvolvimento da resistência. Nesta idade precoce, a adição ainda não está reagindo (BERODIER E SCRIVENER, 2014).

O efeito de nucleação heterogênea é um processo físico que leva a ativação química da hidratação do cimento, catalisando o processo através da nucleação pela redução da barreira energética (Figura 10). Lawrence *et al.* (2003) explica que a superfície do cimento recebe as partículas de adição que facilitam a difusão de água ocasionando ganhos na hidratação. Assim, o efeito depende de diversos fatores da adição mineral, como por exemplo: a finura e formato das partículas, a quantidade utilizada, granulometria e área específica. Todos esses fatores colaboram para o aumento da probabilidade de ocorrência de pontos de nucleação (SHVARZMAN *et al.*, 2003, POLISSENI, 2018, PARK E CHOI, 2022).

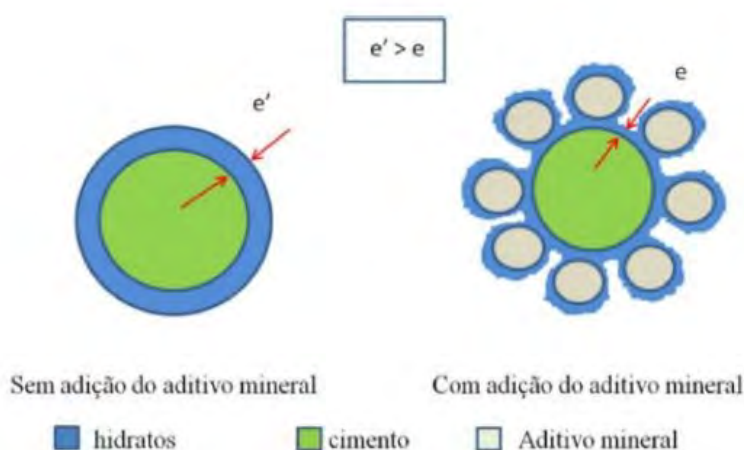


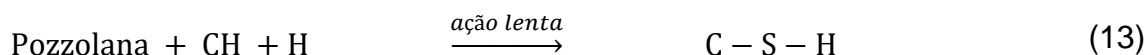
Figura 10 - Representação esquemática do efeito da nucleação na partícula de cimento onde a barreira energética é dada pela letra "e" (Polisseni, 2018, p. 37)

De acordo com Park e Choi (2022) os efeitos físicos se relacionam de forma que a reação de hidratação do clínquer de cimento é acelerada através do efeito filler em idades iniciais. E essa aceleração ocorre porque o efeito filler proporciona locais de nucleação adicionais para os produtos de hidratação na superfície das partículas e espaço para crescimento de hidratos.

1.1.4.2.2 Efeito químico do uso da adição mineral

O efeito químico do uso da adição mineral é a possibilidade da sua reação com os produtos formados na hidratação do cimento, chamada por Neville (2016) de hidráulica latente, isto é, a atividade hidráulica manifestada somente em consequências de reações químicas com outros compostos.

Segundo Mehta e Monteiro (2008), a reação entre a pozolana e o hidróxido de cálcio é chamada de reação pozolana, mostrada na equação (13). A reação consiste no consumo de hidróxido de cálcio, o que significa um importante comportamento na durabilidade da pasta em ambientes ácidos e sulfatados. Diz ainda que a distribuição do tamanho de poros da pasta de cimento mostra que há uma eficiência no preenchimento dos espaços capilares, melhorando a impermeabilidade e a resistência do material. O composto gerado na reação da equação (13), segundo Al-Amoudi (1998), é um composto muito similar ao composto de CSH produzido na hidratação do cimento Portland.



1.1.5 Recomendações técnicas

As recomendações técnicas estabelecidas por normas de comitês nacionais e internacionais, como a ABNT, ACI, BSI, ou CEB, colocam uma diretriz na produção de materiais com base cimentícia e que possibilita o aumento da durabilidade mesmo sendo expostos a ambientes agressivos.

O Instituto Americano de concreto, ACI, em sua norma 318 (2019), trata da exposição do concreto ao sulfato e a classifica em 4 graus de severidade que variam de acordo com a concentração de íons sulfato no solo (SO_4^{2-}). A concentração pode ser dada em ppm, partes por milhão, ou em massa, de íons sulfato. Onde ppm é equivalente a 1 mg do soluto em 1 litro de solução aquosa. Assim, as 4 classificações da norma ACI 318-19 (2019) são dadas por:

Classe S0 - Ataque negligenciável. Quando o teor de sulfato está abaixo de 0,1% no solo, ou abaixo de 150 mg/l (ppm) na água, não havendo restrição ao tipo de cimento e relação água/cimento;

Classe S1 - Ataque moderado. Quando o teor de sulfato é de 0,1 a 0,2% no solo, ou 150 a 1.500 mg/l na água, o cimento Portland do Tipo II, de acordo com a norma ASTM C150 (2020), ou com designação MS (*moderate sulfate resistance*), que é descrita na norma ASTM C595 (2016), deve ser usado, com uma relação água/cimento inferior a 0,5 e f_{ck} mínimo de 4000 psi, ou aproximadamente 27,6 MPa.

Classe S2 - Ataque severo. Quando o teor de sulfato é de 0,2 a 2,0% no solo ou 1.500 a 10.000 mg/l na água, deve ser usado um cimento Portland do Tipo V, de acordo com a norma ASTM C150 (2020), ou cimentos comercializados com o sufixo HS (*high sulfate resistance*), de acordo com a norma ASTM C595 (2016), com uma relação água/cimento máxima de 0,45 e f_{ck} mínimo de aproximadamente 31 MPa.

Classe S3 - Ataque muito severo. Como mostrado na Figura 4, é quando o teor de sulfato está acima de 2% no solo, ou acima de 10.000 mg/l na água, deve ser usado o cimento ASTM Tipo V, de acordo com a norma ASTM C150 (2020), ou cimentos comercializados com o sufixo HS (alta resistência a sulfatos), de acordo com a norma ASTM C595 (2016), com a adição de um material pozolânico, relação água/cimento inferior a 0,40 e f_{ck} mínimo de aproximadamente 35 MPa.

Na Europa, o CEB, boletim número 183 (1992), comité euro-international du béton, trata da exposição ao sulfato de peças produzidas com cimento Portland e categoriza o grau de exposição em quatro níveis em função da concentração do íon sulfato:

- 1) Fraco, com a concentração variando de 200 a 600 mg/l;
- 2) Moderado, de 600 a 3000 mg/l;
- 3) Forte, de 3000 a 6000 mg/l;
- 4) Muito forte, com a concentração superior a 6000 mg/l.

Enquanto no Reino Unido, o *British Standards Institution*, com a norma BSI EN 206-1 (2013) classifica em 3 formas de deterioração:

- 1) Ligeiramente agressivo para concentrações de 200 a 600 mg/l;
- 2) Moderadamente agressivo para concentrações de 600 a 3000 mg/l;
- 3) E altamente agressivo para 3000 a 6000 mg/l.

No entanto as concentrações do ACI (2019) e do CEB (1992) são dadas em SO_4 , e do BS EN 206-1 (2013) é em SO_3 . A multiplicação de SO_3 por 1,2 resulta no teor de SO_4 .

Já no Brasil, a NBR 16697 (2018) considera o cimento resistente a sulfato, os cimentos que atendam aos requisitos de resistência a sulfatos, os quais são designados pela sigla original de seu tipo, acrescida de “RS”. O requisito pode ser alcançado, segundo Neville (2016), com o cumprimento de uma das seguintes condições:

- 1) Os cimentos que apresentam teor de $C_3A \leq 8\%$ e teor de adições carbonáticas $\leq 5\%$ da massa do material cimentício total, e/ou;
- 2) Cimentos Portland de alto-forno (CP III) cujo teor de escória granulada de alto-forno esteja entre 60% e 70%, e/ou;
- 3) Cimentos Portland pozolânicos (CP IV) cujo teor de materiais pozolânicos esteja entre 25% e 40%, e/ou;
- 4) Cimentos que tenham antecedentes com base em resultados de ensaios de longa duração ou referências de obras que comprovadamente indiquem resistência a sulfatos.

A norma brasileira NBR 12655 (2022) classifica a condição de exposição em 3 classes de agressividade, diferenciando se o sulfato solúvel (SO_4) está presente em solo, dado em % por massa, ou se o sulfato solúvel (SO_4) está presente na água, dado em partes por milhão, ou mg/l.

- 1) Fraca, de 0,00 até 0,10% em massa, no caso de solo, ou inferior à 150 mg/l, no caso de água. A norma recomenda máxima relação a/c de 0,60 e f_{ck} mínimo de 20 MPa;
- 2) Moderada, de 0,10% até 0,20% em massa, no caso de solo, ou 150 até 1500 mg/l, no caso de água. A norma recomenda máxima relação a/c de 0,50 e f_{ck} mínimo de 35 MPa;
- 3) Severa, acima de 0,20% em massa, no caso de solo, ou acima de 1500 mg/l, no caso de água. A norma recomenda máxima relação a/c de 0,45 e f_{ck} mínimo de 40 MPa.

1.2 Compósitos cimentícios reforçados com fibras com elevada capacidade de deformação

Fibras são adicionadas às matrizes cimentícias para melhorar a resistência à fissuração, tenacidade, resistência ao impacto e outras propriedades de Engenharia. Na prática, a quantidade de fibras adicionadas à matriz cimentícia depende das propriedades da matriz e dos desempenhos desejados. Análise comparativa do desempenho obtido em um ensaio de tração direta de um concreto e dois tipos de compósitos cimentícios reforçados com fibras, mostrado na Figura 11, mostra três diferentes comportamentos tensão vs. deformação.

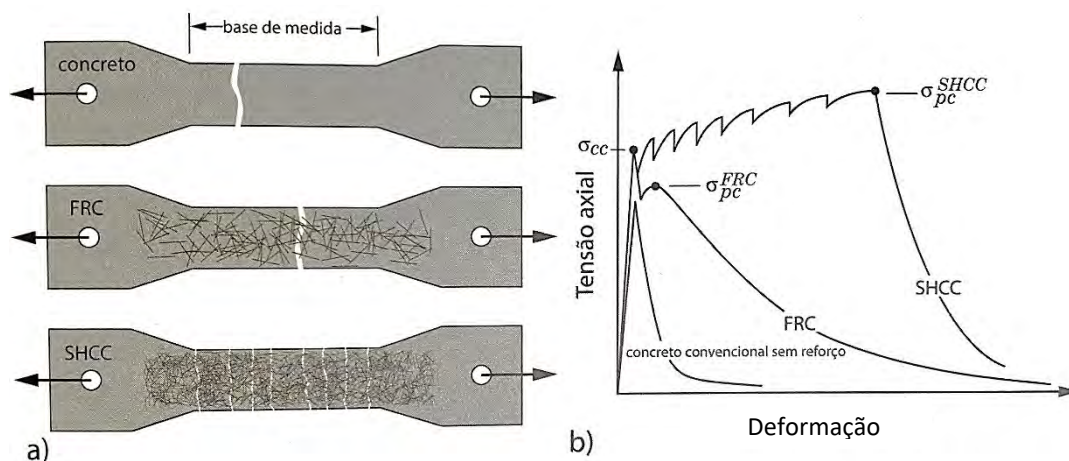


Figura 11 - Representação esquemática do comportamento de um concreto sem reforço e de dois compósitos reforçados com fibras sob cargas de tração: a) corpos de prova sob tração b) gráfico tensão axial versus deformação ao longo da base de medida do concreto, FRC e SHCC (Mehta e Monteiro, 2014 – adaptado)

Tanto o concreto não reforçado, quanto os compósitos reforçados com fibras (FRC e SHCC), tendem a responder quase linearmente até o ponto de tensão de primeira fissura. A adição de fibras pode aumentar ou diminuir o módulo de elasticidade do compósito, dependendo do tipo de fibra adicionada.

Após a primeira fissura, a capacidade de carga do concreto não reforçado diminui rapidamente (Figura 11b). Em contrapartida, o concreto reforçado com fibras (do inglês *fiber reinforced concrete*, FRC) apresenta uma resistência pós-fissuração, σ_{pc} , e tenacidade consideráveis, uma vez que as fibras costuram as fissuras e, então, transferem a carga para outro ponto da matriz. Neste caso, apenas uma fissura é formada, pois a resistência pós-fissuração, σ_{pc} , é menor que a resistência de primeira

fissura, σ_{cc} . A redução gradual da carga com o alongamento do corpo de prova é devida ao arrancamento gradativo das fibras que atravessam as fissuras. Em alguns casos, o arrancamento da fibra pode ser impedido pela ruptura da fibra, o que é o mecanismo de colapso menos desejável devido à sua natureza mais frágil.

Devido ao avanço tecnológico na área de estudos micromecânicos e mecânica da fratura, uma nova classe de compósitos foi desenvolvida, os compósitos com endurecimento na tração (do inglês *strain hardening cementitious composites* – SHCC). O endurecimento é alcançado por meio da formação de múltiplas fissuras, que se portam de forma controlada e que distribuem a deformação por tração ao longo do corpo de prova, o que distingue o comportamento deste material de outros compósitos, como o FRC, ou o FRCC, compósitos cimentícios reforçados com fibras, que concentram toda a deformação na abertura de uma só fissura. Para que este comportamento ocorra, a resistência pós fissuração na tração uniaxial é maior ou igual à resistência de primeira fissura, ou seja, $\sigma_{pc} \geq \sigma_{cc}$ (ver a Figura 11b). As pequenas quedas de carregamento na curva tensão vs. deformação e que surgem no ramo do endurecimento são associadas com a formação de fissuras individuais. Esse processo de formação de múltiplas fissuras continua até que o carregamento no material alcance a resistência de arrancamento das fibras que costuram a fissura crítica. Ao alcançar a resistência pós fissuração, a fratura na área da fissura crítica ocorre.

Naaman (2018) classifica os compósitos cimentícios reforçados com fibras de acordo com o seu desempenho na tração direta em *strain-hardening* e *strain-softening* e de acordo com o comportamento na flexão em *deflection-hardening* e *deflection-softening* (ver Figura 12). Os compósitos com comportamento de *strain-hardening*, são os compósitos com endurecimento na tração direta (SHCC) e os compósitos com comportamento de *strain-softening* apresentam uma redução gradual da carga após a formação da primeira fissura, ou seja, a resistência pós-fissuração, σ_{pc} é menor que a resistência de primeira fissuração, σ_{cc} .

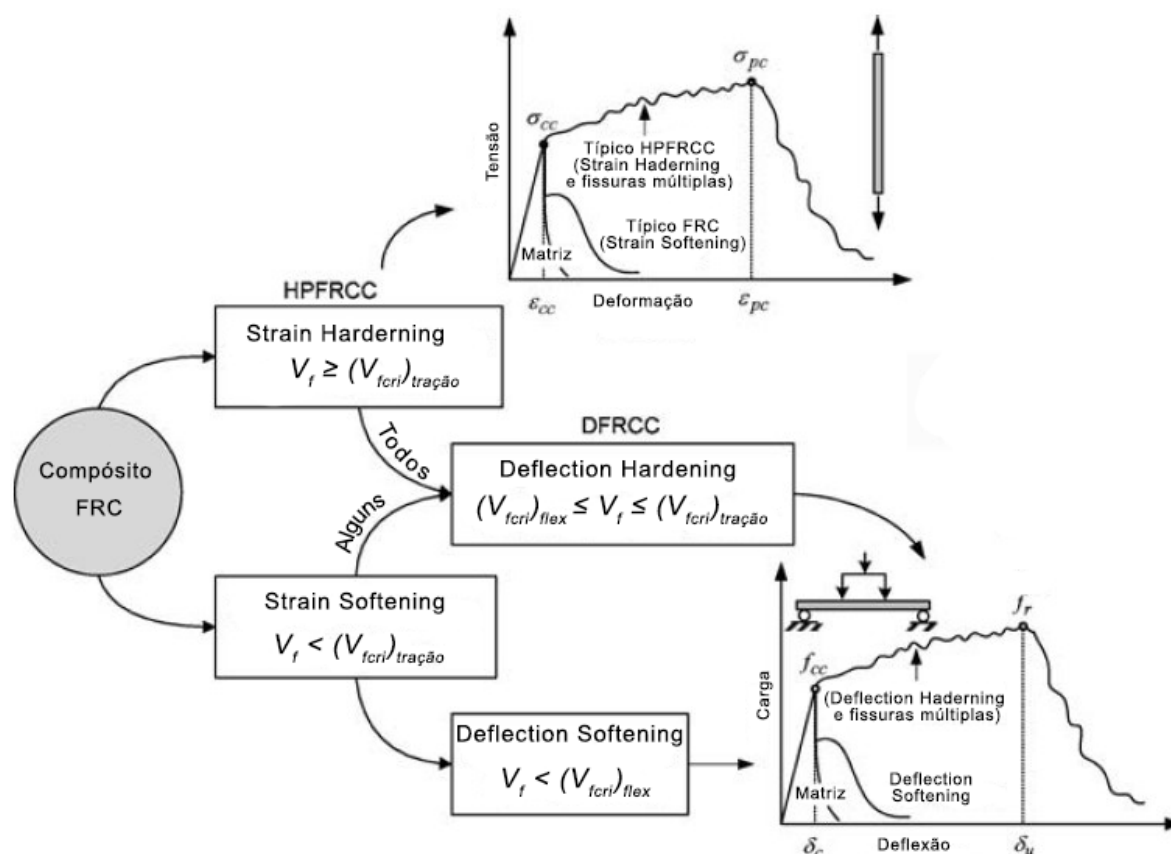


Figura 12 - Classificação dos compósitos baseado em sua resposta tensão-deformação (adaptado de Naaman & Reinhardt, 2006)

De forma semelhante, compósitos com um comportamento de *deflection-softening*, são caracterizados por apresentar uma redução da capacidade de suportar cargas após o surgimento da primeira fissura, quando a amostra está sujeita à flexão. Já os compósitos do tipo *deflection-hardening*, apresentam um comportamento de endurecimento sob cargas de flexão. Esses compósitos também apresentam um patamar de fissuração com múltiplas fissuras. Naaman (2018) ressalta que compósitos *deflection-hardening* não necessariamente são *strain-hardening*, mas todo compósito do tipo *strain-hardening* são *deflection-hardening*. Compósitos com o comportamento de *deflection-hardening* são também conhecidos como compósitos cimentícios dúcteis reforçados com fibras (do inglês *ductile fiber reinforced cement composites*, DFRCC).

Segundo Fischer (2004), os termos referentes ao comportamento na tração e flexão são usados como uma analogia ao mecanismo de deformação encontrada nos materiais metálicos, chamado de endurecimento por deformação (ou *strain hardening*). Enquanto nos materiais metálicos a deformação acontece pelo

deslocamento micromecânico e rearranjo das moléculas, no SHCC, acontece pela formação de microfissuras com abertura controlada pelas fibras.

Na literatura é possível encontrar diferentes tipos de SHCC, os quais são fabricados com diferentes tipos de materiais e possuem distintas propriedades. São exemplos os compósitos cimentícios otimizados ou de engenharia (do inglês *engineered cementitious composites*, ECC) e os compósitos cimentícios de alto desempenho reforçado com fibras (do inglês *High Performance Fiber Reinforced Cementitious Composites*, HPFRCC). No entanto, Naaman (2007) cita que o termo alto desempenho é geralmente utilizado para distinguir materiais com propriedades melhoradas, como resistência, tenacidade, rigidez, durabilidade, resistência ao fogo, estabilidade, trabalhabilidade, controle de qualidade etc., e não necessariamente maior ductilidade ou tenacidade. Assim, ele sugere o termo “*strain hardening*” para definir compósitos quando a maior ductilidade for a característica principal do compósito.

De acordo com Li *et al.* (1993) os compósitos cimentícios otimizados (ECC) pertencem a uma classe de compósitos cimentícios com elevado desempenho, os quais são reforçados com fibras curtas e distribuídas randomicamente na matriz. O projeto de desenvolvimento deste material é baseado em conceitos da micromecânica de forma a se obter um comportamento de endurecimento na tração direta após o surgimento da primeira fissura, ao invés do comportamento típico de amolecimento dos compósitos comuns (FRCC). Como resultado os ECCs são caracterizados por uma capacidade de deformação e energia na fratura que podem alcançar a magnitude de oito vezes a de um material cimentício convencional que não possui fibras.

A microestrutura do ECC é sistematicamente ajustada para interações sinérgicas entre os componentes microestruturais e o desempenho macroscópico. Em outras palavras, as características da interface fibra/matriz são intencionalmente projetadas para que ocorra arrancamento das fibras ao invés de ruptura, quando o composto é carregado. (LI, 2019). A Figura 13, do ensaio de flexão em 4 pontos de uma placa de compósito cimentício reforçado com fibras, exemplifica o comportamento do material quando solicitado à flexão.

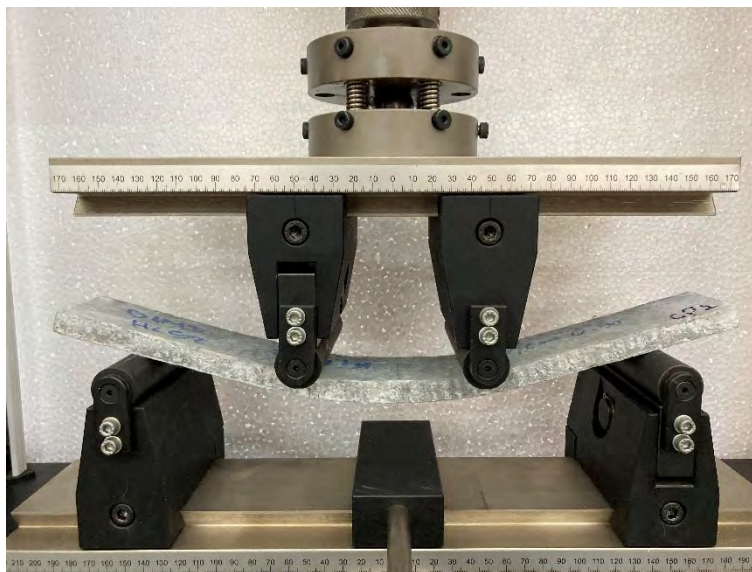


Figura 13 - Exemplo do comportamento de um SHCC durante o ensaio de flexão.

Compósitos SHCC são eficazes em aplicações de reparo ou em novas estruturas que estejam inseridas onde a ductilidade do material é um fator importante para a segurança da estrutura, como carregamentos cíclicos, fadiga ou carregamentos de impacto, ou ainda em estruturas que estejam alocadas em ambientes com graus severos de agressividade.

Diferentes versões do ECC podem ser encontradas na literatura e, com o objetivo de aumentar a diversificação de aplicações estruturais do ECC, foram estudadas técnicas de se aumentar a resistência à compressão do material sem que o mesmo perca sua ductilidade característica.

A Figura 14 ilustra as faixas de resistência à compressão e capacidade de deformação na tração de diferentes versões do ECC, juntamente com um concreto de ultra alto-desempenho (UHPC). De acordo com o gráfico, quanto maior a resistência a compressão, menor a capacidade de deformação.

Segundo Zhu et al. (2022), o ECC é considerado de baixa resistência, quando o mesmo apresenta resistência à compressão entre 10 e 30 MPa, e de resistência normal (do inglês, *normal-strength ECC*, NS-ECC) quando a resistência varia entre 40 e 80 MPa.

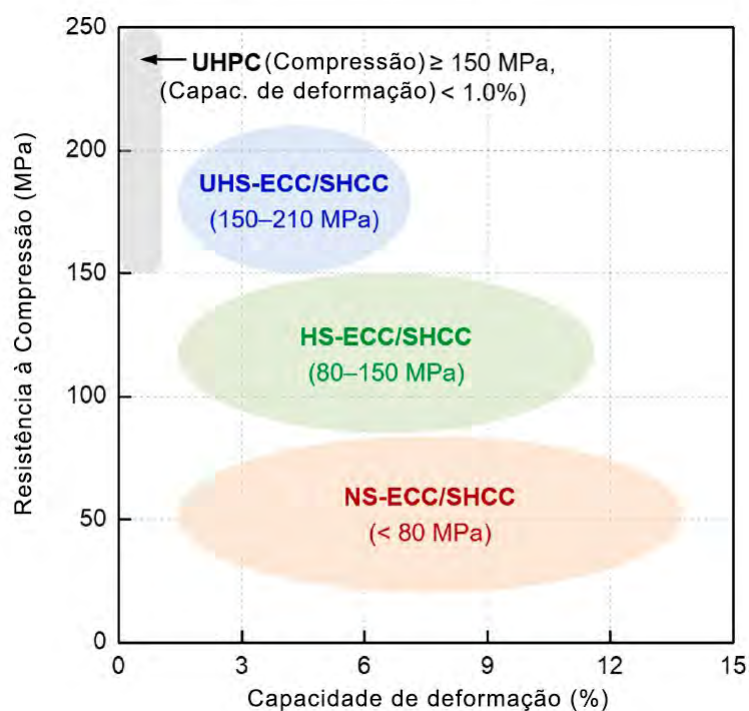


Figura 14 - Relação entre a resistência a compressão e a capacidade de deformação de diferentes classes de ECC (Zhu, 2022 - Adaptado)

Kamal *et al.* (2008) estudaram o HS-ECC, ou ECC de alta resistência, com uma resistência à compressão de 96 MPa e uma capacidade de deformação na tração de 3,3% aos 14 dias. Posteriormente Ranade (2014) desenvolveu o UHS-ECC, ou ECC de altíssima resistência. Foi relatado com uma resistência à compressão de 205 MPa e uma capacidade de deformação na tração de 4,6%. Em Yu *et al.* (2018), a capacidade de deformação na tração do HS/UHS-ECC foi melhorada para 8% com a formação de múltiplas fissuras. Huang *et al.* (2022) propuseram uma abordagem de projeto híbrido de reforço da matriz para UHS-ECC e desenvolveram com sucesso um UHS-ECC com uma resistência à compressão de 211 MPa, uma capacidade de deformação na tração de 6,3%, e uma abertura média de fissura de 68 μ m, registrando a maior resistência à compressão e o melhor desempenho do ECC. Considerando as definições utilizadas de concreto de alta resistência, Zhu *et al.* (2022) sugere que quando o ECC está numa faixa de resistência à compressão de 80 à 150 MPa, seja considerado HS-ECC e quando maior que 150 MPa seja UHS-ECC.

1.2.1 Matriz do compósito

As propriedades características encontradas no compósito SHCC, como alta resistência à flexão e o comportamento dúctil, podem ser conseguidas através do controle da reologia do compósito e da tenacidade da matriz cimentícia, que deve ser suficientemente baixa para permitir a múltipla fissuração antes da ruptura ou arrancamento das fibras.

Compósitos do tipo SHCC, em geral, não são fabricados com agregados graúdos, pois eles tendem a afetar negativamente o comportamento dúctil do material. Agregados são materiais granulados adicionados ao concreto para aumentar o volume da massa sem afetar a resistência. Eles são baratos e contribuem para a redução do custo do concreto, além de aumentar a resistência ao desgaste devido a intempéries e reduzir a retração do concreto. No entanto, a adição de agregados graúdos em compósitos cimentícios reforçados com fibras pode levar a uma dispersão não uniforme das fibras, aumentando a aglomeração e interação entre as fibras (WU *et al*, 2019).

A adição de agregados graúdos em matrizes cimentícias também pode afetar a tenacidade ao fraturamento do compósito e alterar a superfície de fratura. A dosagem de compósitos SHCC é baseada em princípios micro mecânicos, que limita a tenacidade ao fraturamento da matriz para promover a propagação estável de fissuras (WU *et al*, 2019). As primeiras gerações de compósitos SHCC não utilizavam agregados, apenas cimento e adições minerais na matriz, o que resultou em um compósito com baixo módulo de elasticidade e alto calor de hidratação, comprometendo a sustentabilidade do material. Assim, a produção de misturas SHCC foi limitada ao uso de um agregado fino, como areia de microsilica, para evitar problemas de dispersão das fibras na mistura fresca e tenacidade da matriz (MAGALHÃES, 2010).

As adições minerais mais comumente utilizadas na matriz de SHCC são sílica ativa, escória granulada de alto forno, cinza volante e cinza da casca de arroz. A sílica ativa é usada para se obter uma matriz cimentícia mais resistente e compacta, enquanto proporciona uma melhor aderência fibra-matriz, enquanto a escória é usada para aumentar o desempenho na tração e melhorar a trabalhabilidade do compósito. A cinza volante e a cinza de casca de arroz são adicionadas para ajustar as

propriedades mecânicas e a sustentabilidade do material. O uso destes materiais tem sido eficaz no desenvolvimento de HS-ECC de cerca de 120 MPa e capacidade de deformação em tração de cerca de 8% (ZHU *et al.*, 2022).

A cinza volante é a adição mais frequentemente utilizada na fabricação do SHCC. Ela tem sido colocada na mistura em substituição parcial ao cimento como forma de obter um material com desempenho tecnológico diferenciado, economicamente viável e sustentável: como o aprimoramento da durabilidade e das propriedades físico-químicas do material. O uso de cinza volante na mistura de SHCC pode melhorar a trabalhabilidade e o desempenho do compósito sob tração direta, mantendo sua capacidade de deformação ao longo do tempo.

Li e Wang (2007) citam que a aderência química entre a fibra de PVA e a matriz cimentícia é governada pela concentração de cátion metálico na interface fibra/matriz, em particular Al^{3+} e Ca^{2+} , que são responsáveis pela formação de uma forte ligação na fina interface do grão de cimento e o polímero da fibra. Segundo os autores, a cinza volante age diluindo a concentração de Al^{3+} e Ca^{2+} na matriz o que reduz a possibilidade de desenvolvimento de uma aderência química forte. E qualquer redução na aderência química das fibras permite que mais fibras participem na fase de escorregamento durante o carregamento, conseqüentemente ocasionando um ganho no potencial de se obter o comportamento de *strain hardening*.

1.2.2 Fibras

De acordo com Naaman (2007), as fibras utilizadas em matrizes cimentícias podem ser classificadas de diferentes maneiras, conforme Figura 15. A primeira é de acordo com o material da fibra: natural orgânica (sisal, juta, bambu, crina de cavalo, etc.); mineral (como amianto, lã de rocha, etc.); e artificial (como aço, vidro, carbono, polímeros ou sintéticos, etc.). A segunda é de acordo com suas propriedades físicas/químicas: densidade, rugosidade superficial, estabilidade química, não reatividade com a matriz de cimento, resistência ao fogo ou inflamabilidade. A terceira é de acordo com suas propriedades mecânicas tais como resistência à tração, módulo de elasticidade, ductilidade, alongamento máximo, propriedades de adesão

superficial, etc. A quarta é de acordo com as propriedades geométricas da fibra: comprimento, diâmetro ou perímetro, forma da seção transversal e perfil longitudinal.

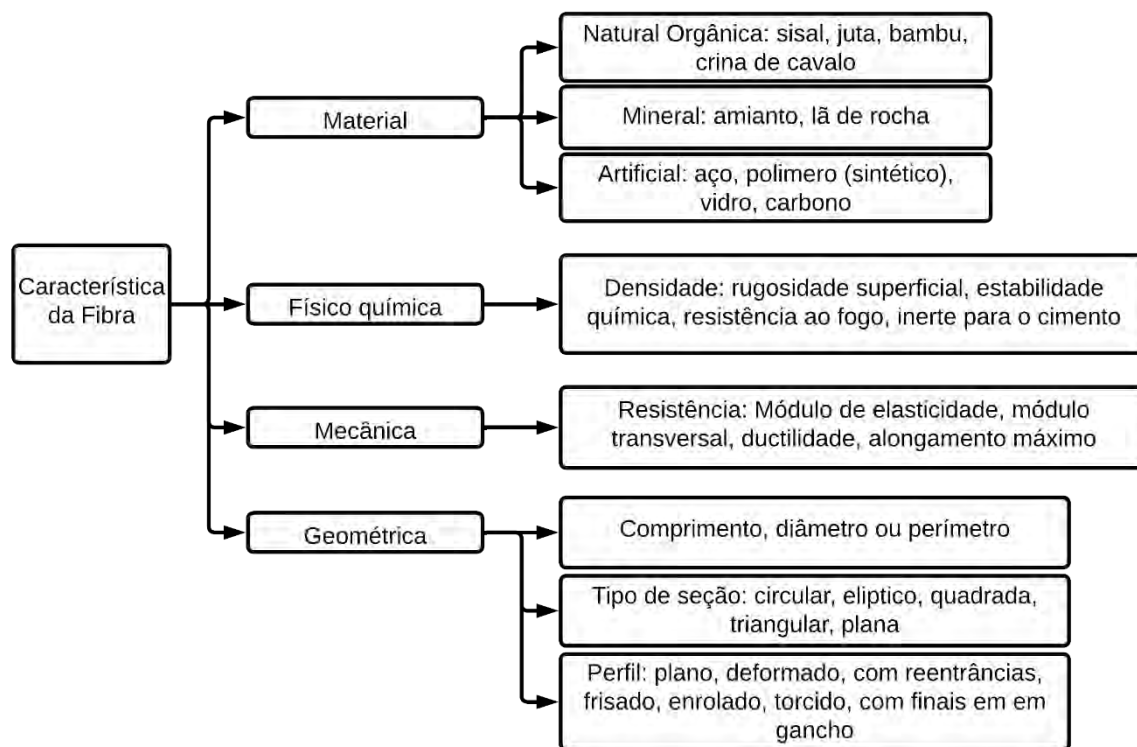


Figura 15 - Esquema de caracterização das fibras (Naaman, 2007 – adaptado).

De acordo com Gupta *et al.* (2019), a inclusão de fibras é uma forma de aliviar o problema de fragilidade no concreto de alta resistência. A aplicação de compósitos cimentícios reforçados com fibra para melhorar o desempenho de elementos estruturais tem sido o tema de muitos pesquisadores desde os anos 60, embora a primeira patente tenha sido em 1874. Com base no tipo e características da fibra, elas podem aumentar a ductilidade do material sob cargas de tração e flexão, a resistência à tração e a flexão, resistência à fadiga, resistência ao impacto, resistência à ruptura e ao cisalhamento do concreto e até mesmo a aderência aço-concreto. A deformação por retração e a deformação total do concreto também são reduzidas. Tais materiais encontram aplicações em pisos industriais, estradas de concreto de tráfego pesado, estruturas militares, estruturas sísmicas. O uso de fibras de aço em concreto projetado, concreto pré-fabricado, lajes de concreto, pisos de concreto começou já na década de 1960.

De acordo com Yin *et al.* (2015), as fibras de aço podem melhorar muito as propriedades mecânicas do concreto devido à sua capacidade de absorver energia e controlar as fissuras. Porém, suas propriedades de condutividade elétricas e térmicas podem as tornar inapropriadas para algumas aplicações e a corrosão das fibras metálicas pode ser prejudicial e levar à rápida deterioração das estruturas de concreto, a depender do local de utilização, como visto no trabalho de Hussein *et al.* (2018), por exemplo, que a corrosão das fibras de aço utilizadas gerou pontos de infiltração de sulfato. A fibra de vidro por sua vez, possui um excelente efeito de reforço, mas pouca resistência aos álcalis. Fibras naturais são baratas e facilmente disponíveis, mas têm baixa durabilidade.

As fibras mais utilizadas em compósitos do tipo de SHCC são as de PVA (DE KOKER, 2004; LI E WANG, 2007; LEPECH E LI, 2009; LIU *et al.*, 2017), de polipropileno, PP (AARTHI E ARUNACHALAM, 2018; LIANG *et al.*, 2022), de polietileno, PE (LI E WANG, 2007; KAMAL *et al.*, 2008), de aço (HUSSEIN *et al.*, 2018), ou de zylon, PBO (BENNETT, 2008; CUROSU *et al.*, 2017).

O principal papel das fibras no compósito é a transferência de tensão quando o material se encontra fissurado e sob solicitação de carregamento, agindo como ponte de transferência de tensão ao longo da matriz, o que de acordo com Liu *et al.* (2017), possibilita um maior controle na abertura de fissuras, o que contribui para um retardamento do início da deterioração e da sua evolução, levando assim ao prolongamento da vida útil.

As fibras de PVA são compostas por grupos de hidroxila em sua cadeia molecular, o que as torna naturalmente hidrofílicas, com a tendência a absorver água. Assim, as fibras de PVA desenvolvem naturalmente uma forte aderência química com a matriz de cimento, o que ocasiona ruptura das fibras e limita a capacidade de deformação do compósito (REDON *et al.*, 2001, LI *et al.*, 2002).

No momento que a fibra perde sua aderência química com a matriz circunjacente, em função do aumento da solicitação do carregamento e criação de fissuras, começa então a fase de escorregamento. Essa fase é marcada pela aderência por atrito, que é controlada por uma tensão cisalhante, que ocorre na interface de escorregamento da fibra. Em geral, a tensão cisalhante pode ser atribuída a abrasão na superfície das fibras, desgaste, fragmentação do revestimento na superfície descolada, etc. Os resíduos de fibra, geralmente observados na forma de fibrilas, se acumulam na interface descolada à medida que o escorregamento

aumenta e cria um efeito de atolamento que torna o deslizamento da fibra mais difícil e, conseqüentemente, aumenta a tensão cisalhante. Esse fenômeno, mostrado na Figura 16, é explicado por Lin e Li (1997), e nomeado como *slip-hardening* (ou endurecimento por escorregamento).

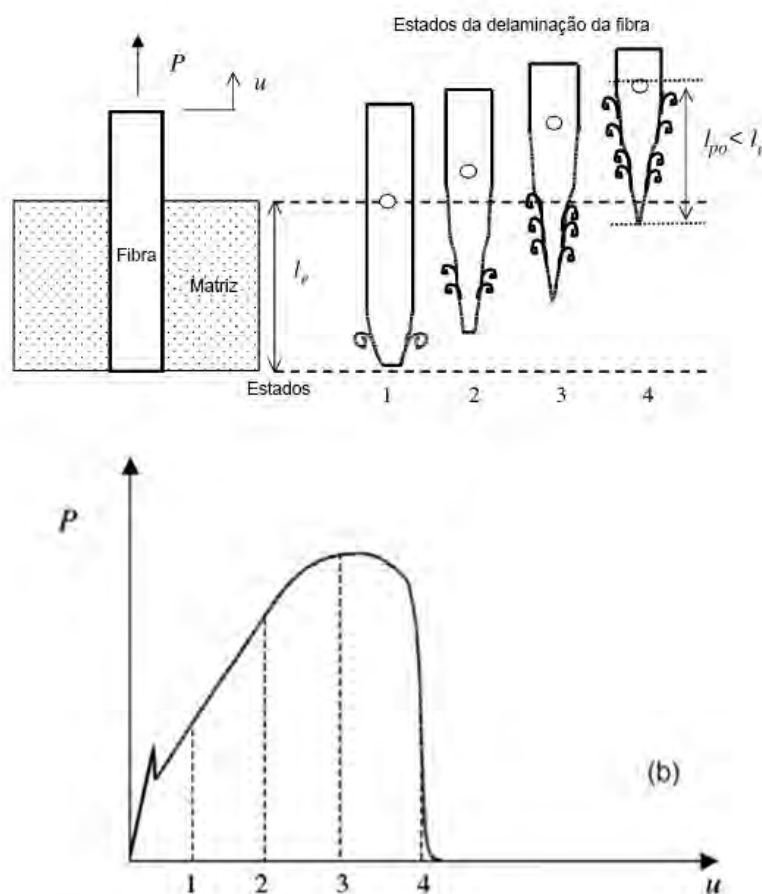


Figura 16 - Delaminação das fibras durante o slip-hardening (Li et al., 2002)

Uma solução bastante recorrente para reduzir a aderência química, e impedir a ruptura prematura das fibras, e segundo Li *et al.* (2002), as tornar hidrofóbicas, é o revestimento da fibra com óleo. Os autores realizaram estudos experimentais para analisar o teor de impregnação de óleo na fibra que melhor representasse o comportamento desejado, como redução da aderência química e por atrito. Os autores observaram que o aumento no teor de óleo na superfície das fibras representa uma diminuição dessas aderências. Com isso, em geral, fibras de PVA utilizadas na fabricação do ECC possuem um tratamento superficial com 1,2% de revestimento em óleo, o que representa, segundo Li *et al.* (2002), uma pequena camada de 100 nm de

espessura, como visto na Figura 17. Assim, a aplicação do revestimento aumenta o deslizamento das fibras na matriz cimentícia, reduzindo o rompimento prematuro das fibras, o que contribui para o aumento da energia transportada na interface fibra/matriz, aumentando também, conseqüentemente, o potencial de ductilidade do compósito. Li *et al.* (2002) salientam que esta é uma abordagem que visa a diminuição da aderência das fibras. Outra abordagem para evitar o rompimento prematuro das fibras é o uso de cinza volante, como já citado anteriormente (LI E WANG, 2007).

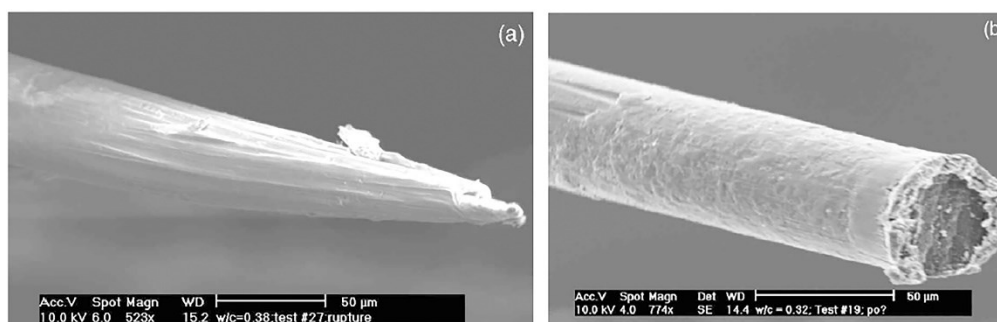


Figura 17 - Efeito do revestimento em óleo na delaminação da fibra, a) extremidade rompida de fibra sem revestimento; b) extremidade de fibra com revestimento (LI *et al.* 2002)

1.2.3 Durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibras

A durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibra depende da finalidade para o qual a peça foi fabricada, o meio o qual está inserida, bem como as solicitações geradas durante seu uso. A dinâmica de deterioração do compósito causada por agentes químicos externos não difere muito dos materiais usuais produzidos com cimento Portland, como argamassas e concretos, já que compartilham do mesmo fator comum para produção de suas matrizes. Segundo Aarthi e Arunachalam (2018), seja para concreto, argamassa, ou compósito, a resistência a qualquer agente externo depende da quantidade de poros e sua conectividade.

Resultados de experimentos indicam que SHCC exhibe excelente durabilidade a ações químicas. O comportamento de *strain hardening* e múltiplas micro-fissuras (em geral com abertura inferior a 80 μm) fornecem a baixa permeabilidade a água e a cloretos, os quais retardam o processo de corrosão do aço em estruturas de

concreto armado (LEPECH E LI, 2009; VAN ZIJL, 2011). A alta capacidade de deformação e a resistência a fratura deste material em relação ao concreto o torna apto a reduzir o dano induzido pela corrosão. As mesmas propriedades o conduzem para um desempenho superior com relação a outras propriedades, tais como, fissuração e danos devido a ciclos de gelo – degelo e ciclos de molhagem e secagem (LI *et al.* 2003).

De acordo com Lepech e Li (2009), que realizaram estudos experimentais comparativos de permeabilidade entre ECC e argamassa reforçada com malha de aço, ambos fissurados e não fissurados, puderam observar que o coeficiente de permeabilidade de ambos os materiais aumentou com o nível de fissuração. No entanto, o ECC fissurado apresentou permeabilidade similar ao da argamassa reforçada não fissurada, apresentando coeficiente na ordem de grandeza de seis vezes menor que a da argamassa fissurada.

Para Li (2019) a durabilidade do ECC deriva intrinsecamente das microfissuras que se formam mesmo quando atinge uma deformação de mais de 100 vezes a capacidade de deformação de um concreto convencional, sem fibras. Como resultado, as propriedades de transporte e difusão, tais como permeabilidade e difusão de íons, seja de cloro ou sulfato, podem ser significativamente reduzidas em comparação a um concreto tensionado, mesmo com uso de armaduras.

Segundo Liang *et al.* (2022), a incorporação de fibras no concreto, ou argamassa, pode ser visto como um método para melhorar a resistência a deterioração.

Liang *et al.* (2022) realizaram ensaios de ciclos de molhagem e secagem com sulfato de sódio em amostras de concreto reforçado com fibras de polipropileno. Tendo o foco na hibridização de fibras, os autores produziram amostras de referência, sem fibras, somente com fibras finas, somente com fibras grossas, e outras amostras com fibras híbridas com variação no percentual utilizado de cada tipo de fibra. Os autores observaram que as fibras no interior da matriz inibiram o desenvolvimento de fissuras, reduzindo significativamente a conectividade dos poros internos do material, o que ocasionou a diminuição da permeabilidade. Assim, o coeficiente de difusão do sulfato e a resistência à corrosão do material foram significativamente melhorados, como pode ser observado na Figura 18. Esse fenômeno foi observado para todas as amostras que continham qualquer tipo de fibras, e ocorrendo com maior nitidez nas amostras com fibras híbridas.

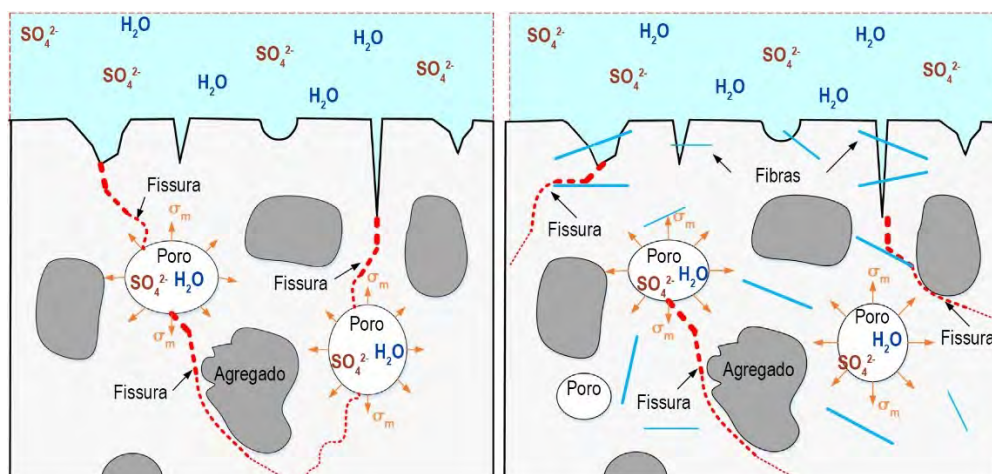


Figura 18 - Dinâmica de contribuição das fibras para inibição do prolongamento de fissura e interconectividade de poros (Liang *et al.*, 2022 - Adaptado)

Hussein *et al.* (2018) realizaram ensaios de compressão e flexão em amostras compostas de concreto convencional reparadas com uma camada de UHPFRC, chamadas pelo autor de CCS, ou sistema de concreto composto (do inglês *composite concrete system*). As amostras CCS foram expostas a ciclos contínuos de imersão em solução de 10% de sulfato de sódio, por 5 dias, seguido de secagem por 2 dias. A duração dos ciclos foram de 90 e 180 dias. Os autores observaram a capacidade das fibras em mitigar o efeito negativo do ataque severo de sulfato nos ensaios de flexão, principalmente no estado pós-fissuração, provavelmente devido à capacidade das fibras em transferir a carga solicitada através de todas as partes contaminadas e não contaminadas da amostra. Através de ensaio MEV-EDS do material, os autores observaram nas camadas de concreto convencional do CCS uma alta quantidade de gipsita combinada com etringita, e também foi observada uma pequena quantidade de CSH e monossulfoaluminato. Os autores não detectaram a presença de portlandita na camada de concreto do CCS, o que induz uma completa reação do hidróxido de cálcio com o sulfato de sódio. Já na camada UHPFRC, as principais fases observadas em todas as amostras foram o CSH, a portlandita e o monossulfoaluminato, denotando uma baixa deterioração das camadas de UHPFRC. No que diz respeito a resistência a compressão do CCS, os autores observaram que o uso do UHPFRC aumentou significativamente a resistência no ambiente agressivo de sulfato. No entanto, esse ganho de resistência só foi possível de ser observado em poucas idades de exposição, para longas exposições, todas as amostras CCS apresentaram a mesma vulnerabilidade ao ataque de sulfato, sem um impacto claro do uso de fibra.

Aarthi e Arunachalam (2018) realizaram ensaios de durabilidade em compósitos reforçados com fibras de polipropileno com a utilização de resíduos de granito finamente moídos. As amostras foram expostas à ambientes agressivos em tanques separados de ácido sulfúrico e sulfato de sódio. Os autores observaram que as amostras com fibras tiveram um atraso no início na deterioração do material, e explicam que essa ocorrência é dada pelo fato do uso de fibras reduzir a permeabilidade, o que ocasiona uma diminuição das movimentações internas, como retração e expansão do material nas idades iniciais, quando comparado com o material sem fibra. Para o caso de sulfato de sódio as amostras com maior percentual de granito moído tiveram menor índice de perda de resistência à compressão do que as amostras de referência, podendo ser justificado pela redução do teor de C_3A e de $Ca(OH)$ dado pela substituição do cimento pelo granito moído.

Liu *et al.* (2017) realizaram ensaios com ECC e argamassa imersos em soluções de sulfato de sódio e sulfato de sódio com cloreto de sódio. Os autores verificaram que o ECC permaneceu integro mesmo após 420 dias de exposição às soluções, enquanto as amostras de argamassa mostraram significativa deterioração para mesmas condições de exposição. No entanto, os autores observaram um aumento na resistência à compressão e na resistência à tração e uma redução na capacidade de deformação.

Mesmo com a redução da capacidade de deformação após a exposição de 200 dias em ambientes agressivos, o ECC reteve o comportamento de *strain hardening* com alta ductilidade, capacidade de deformação acima de 2% e formação de múltiplas fissuras. A alta ductilidade na tração do ECC é resultado da formação de múltiplas fissuras, que foi bem preservado após 200 dias de exposição à água e em soluções agressivas. Entretanto, a abertura média de fissuras reduziu de 55 μm para 49 μm (exposição a água), para 47 μm (exposição ao sulfato de sódio) e para 50 μm (sulfato de sódio com cloreto de sódio) após 200 dias de exposição. A redução da abertura média de fissuras foi associada à alteração das propriedades interfaciais da fibra/matriz e é útil para limitar a difusão de sulfato e íons cloreto no interior das estruturas, retardando a deterioração e aumentando a durabilidade das estruturas hidráulicas.

Liu *et al.* (2017) estudaram também a capacidade de auto cicatrização do ECC em ambientes sulfatados. Assim, os autores pré-fissuraram amostras de ECC e em seguida submergiram as amostras em tanques de água, sulfato de sódio, e sulfato de

sódio com cloreto de sódio. Os autores observaram que com o tempo as fissuras foram seladas e as amostras recuperaram a resistência a tração e ductilidade. Segundo os autores a contínua hidratação do cimento, a reação pozolânica e a reação do sulfato com o hidróxido de cálcio e aluminato de cálcio hidratado, produzindo etringita e gesso, foram determinantes para que as amostras submersas em sulfato de sódio tenham tido um melhor desempenho na autocicatrização das microfissuras do que as amostras imersas somente em água. Foi observado que as amostras fissuradas antes da exposição ao sulfato de sódio e, posteriormente autocicatrizadas, recuperaram totalmente suas propriedades, uma vez que as microfissuras previamente cicatrizadas não foram reabertas durante os novos ensaios, surgindo novas fissuras ao longo das amostras. A cicatrização das fissuras nas amostras expostas ao sulfato de sódio é vista pelos autores como um mecanismo que aumenta a resistência do próprio material contra os efeitos adversos de um ambiente sulfatado, conseqüentemente, aumentando a durabilidade do material.

Quan *et al.* (2021) realizaram um estudo para investigar a resistência à corrosão do ECC com altos teores de cinzas volantes (FA/C de 1,2, 1,8 e 2,4) e baixos teores de bentonita (0 a 6%) quando submetido ao ataque de sulfato e ciclos de molhagem e secagem. O estudo consistiu em 150 ciclos de 24 horas de duração. As amostras foram imersas em soluções de sulfato de sódio e sulfato de magnésio, cada uma com 10% de concentração. O estudo mostrou que a resistência à corrosão do ECC diminuiu com o aumento do teor de cinza volante. O ECC com FA/C de 1,8 e teor de bentonita de 3% apresentou maior resistência à corrosão. As quantidades de cinza afetaram de maneira diferente a resistência do ECC em diferentes soluções. Em solução de sulfato de sódio e água, a resistência do material diminuiu com o aumento da quantidade de cinza. Através de ensaios de tomografia, a maioria das amostras apresentou poros com até 0,01 mm³ de volume, mas com a deterioração, o volume dos poros aumentou para valores superiores a 0,5 mm³. A formação de grandes poros, devido à formação de produtos expansivos, como etringita e gipsita, bem como a cristalização de sais nos poros, foi apontada como a principal causa da deterioração do material.

2 PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental deste trabalho foi elaborado com o objetivo de estudar a durabilidade por ação química de compósitos cimentícios reforçados com fibras de PVA. O tipo de compósito estudado nesta pesquisa é o compósito cimentícios com enrijecimento na tração direta (do inglês strain hardening cementitious composites - SHCC), desenvolvido há mais de três décadas pelo professor Victor Li e seus colaboradores (LI, WU, 1992, LI, LEUNG, 1992).

No estudo foram utilizadas 3 diferentes misturas de compósitos cimentícios e uma mistura de argamassa, como referência. As formulações utilizadas no compósito se distinguem pelos ingredientes da matriz (diferentes teores de cinza volante e água). O teor de fibra utilizado na fabricação dos compósitos foi mantido constante e é igual a 2% em volume.

Foram realizados ensaios para o estudo da durabilidade à ação química dos compósitos e argamassa, utilizando-se dois tipos de soluções: uma solução de sulfato de sódio e outra de sulfato de magnésio. Aos 28 dias de cura, os corpos de prova foram colocados para envelhecer nas duas diferentes soluções de sulfato e, após o envelhecimento, foram realizados ensaios físicos e mecânicos nas misturas para verificação das propriedades residuais. Os resultados foram comparados com misturas de referência (compósitos e argamassas), curada pelo mesmo tempo em solução de hidróxido de cálcio. Os tempos de imersão das amostras nas diferentes soluções foram 13, 98, 109 e 156 semanas (o equivalente a 91, 686, 763 e 1092 dias). O planejamento deste estudo é mostrado na Figura 19.

Além do estudo descrito acima, foi realizada a caracterização física e mecânica das misturas estudadas em diferentes idades, conforme mostra a Figura 19. Os tempos de cura dos corpos de prova foram 4, 17, 102, 113 e 160 semanas (o equivalente a 28, 119, 714, 791 e 1120 dias).

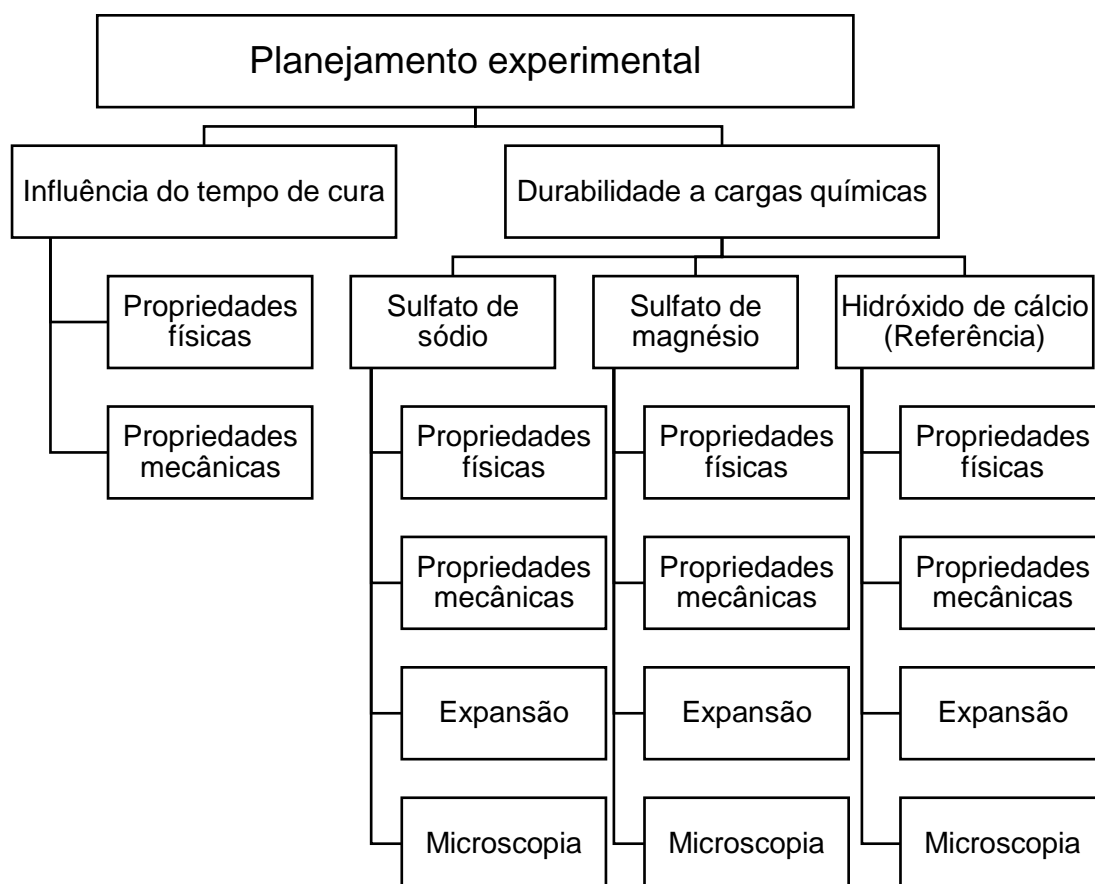


Figura 19 – Planejamento dos ensaios realizados para o estudo das propriedades físicas, mecânicas e durabilidade a cargas químicas dos compósitos.

Os tópicos seguintes descrevem a metodologia empregada no trabalho, onde é apresentado os ensaios de caracterização dos materiais utilizados na pesquisa, bem como os ensaios que são fundamentais para a avaliação da durabilidade dos compósitos. Com exceção da microscopia eletrônica de varredura, que foi realizada no INT, todos os outros procedimentos foram realizados no Laboratório de Engenharia Civil da UERJ.

2.1 Misturas e caracterização dos materiais

Com o objetivo de analisar o desempenho e impacto do uso da cinza volante na durabilidade do compósito cimentício reforçado com fibras de PVA, foi estabelecida a confecção de duas misturas com diferentes teores de cinza volante (misturas M1 e M2). A mistura M1 foi fabricada com o teor de cinza volante/cimento (CV/C) igual a

1,2 e a mistura M2 foi fabricada com o teor CV/C igual a 2,2. Também foram fabricadas duas outras misturas. A terceira mistura (M3) foi elaborada com o objetivo de estudar a influência do teor de água na mistura e a quarta mistura (M4) é uma argamassa de referência, sem cinza volante e fibras.

As misturas estudadas foram fabricadas com os seguintes materiais: cimento Portland (C), cinza volante (CV), areia, fibras de PVA, água e superplastificante (SP).

As misturas M1 e M2 possuem os mesmos teores de areia/(CV + C) e água/(CV + C), variando-se somente o teor de cinza volante. O teor de superplastificante em função da massa de material cimentício (1,5%) foi dosado de forma a proporcionar distribuição homogênea das fibras na matriz. A mistura M3 também tem o mesmo teor de areia/(CV + C) das misturas M1 e M2. O incremento de quase 50% de água nas misturas M3 e M4, em comparação às misturas M1 e M2, é justificada pela iniciativa de analisar uma mistura que não tenha superplastificante, significando uma mistura mais economicamente viável. Além, de analisar a influência do teor de água na durabilidade do compósito. Nas três misturas, M1, M2 e M3, foi utilizado o mesmo teor volumétrico de fibras de PVA (2%). Os teores de materiais utilizados nas misturas são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Proporções e teores de materiais por mistura

Mistura	CV/C	Areia/(CV+C)	Água/(CV+C)	SP/(CV+C)	Fibras (%)
M1	1,20	0,36	0,34	1,50	26,0
M2	2,20	0,36	0,34	1,50	26,0
M3	2,20	0,36	0,50	-	26,0
M4	-	2,50	0,50	-	-

2.1.1 Cimento e cinza volante

O cimento utilizado na preparação das amostras foi o cimento Portland CP II – F com 32 MPa de resistência, produzido pela empresa Lafarge Holcim. A cinza volante utilizada neste trabalho é fornecida comercialmente pela Pozo Fly. A composição química do cimento e da cinza volante foi determinada através da técnica de espectrometria por fluorescência de raios X e os resultados são apresentados na

Tabela 3. A composição química do cimento foi determinada no laboratório de Instrumentação Eletrônica e Técnicas Analíticas do Instituto de Física Aplicada e Termodinâmica da UERJ. A análise foi realizada no equipamento Malvern Panalytical Epsilon 1. A composição química da cinza volante foi determinada por Cezar *et al.* (2019), no equipamento Shimadzu EDX-720.

Tabela 3 - Principais componentes químicos no cimento e na cinza volante (CEZAR *et al.*, 2019)

Material	Componentes (%)						
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	SO ₃	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
Cimento Portland	3,84	13,38	3,03	0,14	74,82	3,82	0,25
Cinza Volante	31,82	55,20	1,35	3,00	1,54	5,66	1,15

Para a determinação da massa específica dos materiais cimentícios foi utilizado o procedimento descrito na norma brasileira NBR 16605 (2017). O procedimento do ensaio é dado pelo preenchimento do frasco volumétrico de Le Chatelier, de volume aproximado de 250 cm³, visto na Figura 20, com um líquido que não reaja quimicamente com o material de ensaio e que tenha massa específica igual ou maior que 0,731 g/cm³, quando em temperatura de 15 °C. No ensaio foi usado o querosene.



Figura 20 - Frasco de Le Chatelier com graduações de 0,05 cm³

Com a utilização de um funil de haste longa, o frasco foi preenchido com querosene até a medida entre as marcas de 0 e 1 cm³. Em seguida, o frasco foi mantido submerso em água em temperatura ambiente por 30 min, para regularização da temperatura e conseguinte leitura inicial, v1. Após esta etapa inicial se deu a introdução de cerca de 60 g do material. Após tampar o frasco e realizar suaves movimentos, o mesmo foi colocado novamente submerso em água por 30 minutos, para regularização da temperatura do conjunto. E por fim foi registrado a leitura final, v2.

A massa específica foi calculada pela equação (14), onde ρ é a massa específica do material ensaiado, expresso em gramas por centímetro cúbico (g/cm³), m é a massa do material ensaiado, em gramas, e V é o volume deslocado pelo material ($v_2 - v_1$), expresso em centímetros cúbicos.

$$\rho = m/V \quad (14)$$

Com isso, foi obtido o valor de 3,08 g/cm³ para a massa específica do cimento Portland e 2,63 g/cm³, para a cinza volante.

A finura expressa pelo seu módulo pode servir como propriedade de influência para diversas características que a pasta de cimento hidratado possa vir a ter, desde o custo de moagem, a trabalhabilidade no estado fresco, duração e calor de hidratação e capacidade de exsudação.

Segundo Neville (2016), além de ser considerável o custo da moagem do clínquer, é necessário saber ainda que um cimento mais fino tende a se deteriorar mais rapidamente quando exposto ao ar. O autor explica ainda que um cimento mais fino precisa de maior quantidade de água, no entanto, a trabalhabilidade é ligeiramente melhor.

O autor esclarece ainda que esse ensaio para verificação da finura em peneira garante que o cimento não contenha uma quantidade excessiva de grãos de grandes dimensões que, devido à sua relativa pequena superfície específica por massa, contribui pouco para o processo de hidratação e o desenvolvimento regular da resistência.

Quanto ao ensaio para determinação do módulo de finura, regularizado pela norma brasileira NBR 11579 (2012), é necessário a utilização da peneira de abertura de malha de 75 μm (n° 200), bem como sua tampa e fundo, como vistos na Figura 21.



Figura 21 - Peneira de 75 μm e pesagem da amostra utilizada no ensaio

O processo de peneiramento foi dividido em três etapas, eliminação de finos, peneiramento intermediário e peneiramento final. Com a colocação da amostra de 50 g sobre a tela da peneira tem início a primeira etapa, evitando qualquer perda de material deve-se aplicar movimentos de vai e vem por no mínimo 3 minutos. A segunda etapa consiste em movimento suáveis de vai e vem por no mínimo 15 minutos, com paradas regulares para limpeza do fundo da peneira com um pincel. Já a terceira etapa consiste em movimentos mais acelerados e maiores inclinações no conjunto por 60 segundo. Após a movimentação foi feito a pesagem da amostra passante e um novo ciclo de movimentos de 60 segundos é retomado, se o material passante for superior a 0,05 g. Com o fim das etapas de peneiramento foi pesado o material retido na peneira, e calculado o índice de finura conforme a equação (15), onde I_f representa o índice de finura, r representa o resíduo na peneira de 75 μm , m é a massa inicial, e F_c é o fator de correção da peneira utilizada no ensaio.

$$I_f = \frac{r \cdot F_c}{m} \times 100 \quad (15)$$

Para o cimento e cinza volante foram realizadas três repetições do ensaio e com o fator de correção da peneira de 75 μm igual a 1,083, foram obtidos os valores de índice de finura iguais a 4,47%, para o cimento Portland, e 1,3% para a cinza volante.

2.1.2 Areia

A norma brasileira NBR NM 52 (2009) define o termo massa específica como a relação entre a massa do agregado seco e o seu volume, excluindo os poros permeáveis, sendo equivalente ao termo “densidade real das partículas na condição seca”, visto na NBR 9935 (2011). Enquanto massa específica aparente é definida como sendo a relação entre a massa do agregado seco e o volume das partículas, incluindo os poros permeáveis, o que é equivalente a expressão “densidade das partículas na condição seca” vista na NBR 9935 (2011).

Normalizado pela norma brasileira NBR NM 52 (2009), o processo se dá pela saturação de cerca de 1 kg de areia em água por 24 horas. Após esse período, a areia deve ser secada com suaves correntes de ar quente. Em seguida, o material deve ser colocado em um molde tronco cônico, sem ser comprimido. Com a remoção do molde o cone deve desmoronar, sinalizando que o agregado atingiu a condição saturado superfície seca. Porém, se o cone desmoronar na primeira remoção do molde, é sinal que a areia passou do estado de saturada superfície seca, necessitando a adição de uma pequena quantidade de água, e deixar a amostra em um recipiente tampado por 30 minutos após a mistura, reiniciando assim o processo de secagem e ensaio.

O próximo passo faz uso do frasco aferido, Figura 22, onde é necessário a colocação de 500 g da amostra no estado saturado superfície seca, e registrar a massa do conjunto, chamada de m_1 . Em seguida encher o frasco de água até a marca de 500 cm^3 e, após movê-lo para eliminação de bolhas, o frasco deve ser mantido em banho por aproximadamente 1 hora. Após o período, completar o frasco com água até a marca de 500 cm^3 e determinar a massa total do conjunto, m_2 . O passo seguinte consiste na remoção do agregado do frasco, colocando-o para secar a 105 $^\circ\text{C}$ com posterior pesagem da massa seca do material, m .



Figura 22 - Frasco aferido com capacidade de 500 cm³

Para a massa específica aparente da areia a norma NBR NM 52 (2009) estabelece a fórmula dada pela equação (16), onde d_1 representa a massa específica aparente do agregado seco, em gramas por centímetro cúbico, m é a massa em gramas da amostra seca em estufa, V é o volume dado em centímetros cúbicos do frasco, V_a é o volume de água adicionada ao frasco, em centímetros cúbicos.

$$d_1 = \frac{m}{V - V_a} \quad (16)$$

O volume V_a é calculado pela fórmula da equação (17), onde ρ_a é a massa específica da água, em gramas por centímetros cúbicos, m_1 é a massa do conjunto frasco e agregado, e m_2 , por sua vez, é a massa total, dada pela soma do frasco, agregado e água.

$$V_a = \frac{m_2 - m_1}{\rho_a} \quad (17)$$

Para a massa específica do agregado saturado superfície seca, dado por d_2 em gramas por centímetro cúbico, é usado a fórmula da equação (18), onde m_s é a massa da amostra na condição satura superfície seca.

$$d_2 = \frac{m_s}{V - V_a} \quad (18)$$

A massa específica do agregado é obtida pela fórmula da equação (19), dado em centímetro cúbico, onde m é a massa da amostra seca em estufa.

$$d_3 = \frac{m}{(V - V_a) - \frac{m_s - m}{\rho_a}} \quad (19)$$

A absorção de água da areia também foi obtida de acordo com o estabelecido na norma NBR NM 52 (2009) e utilizando a equação (20):

$$A = \frac{m_s - m}{m} \quad (20)$$

Já para o cálculo do teor de umidade, realizado de acordo com a NBR 6467 (2006), foi utilizado a equação (21), onde h é o teor de umidade do agregado, em porcentagem, m_i é a massa inicial da capsula com o material, m_f é a massa após a secagem, da capsula com o material, e m_c é a massa da capsula, com todas as massas em gramas.

$$h = \frac{m_i - m_f}{m_f - m_c} \times 100 \quad (21)$$

Os resultados encontrados nos ensaios são sumarizados na Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados obtidas na caracterização física da areia.

Massas específicas		Valores
d1	Massa específica aparente (g/cm ³)	2,25
d2	Massa específica saturada superfície seca (g/cm ³)	2,28
d3	Massa específica (g/cm ³)	2,33
A	Absorção de água (%)	1,44
h	Umidade (%)	0,2

O ensaio de granulometria foi realizado de acordo com a NBR 17054 (2022), com a utilização das peneiras da série normal. Assim, foi encontrado o módulo de finura de 0,64 e diâmetro máximo de 0,3 mm para a areia, cuja curva granulométrica pode ser vista no gráfico da Figura 23.

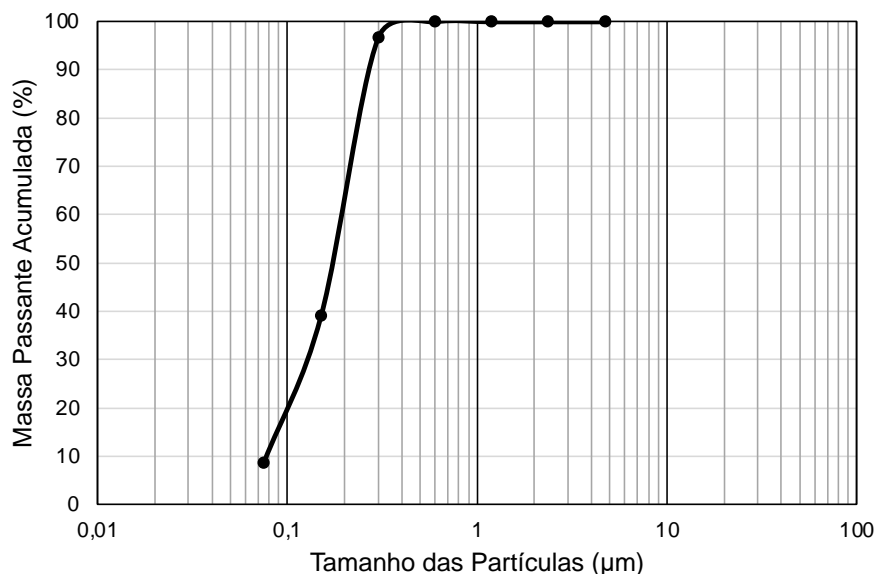


Figura 23 - Curva granulométrica da areia utilizada no preparo dos corpos de prova.

2.1.3 Superplastificante

O superplastificante usado nas misturas foi o Vedacit Pro, produzido pela Vedacit, que tem como base química a resina melamina-formaldeído, possui teor de sólidos de 20,6% e densidade de 1,12 g/cm³. O ponto de saturação do superplastificante foi determinado utilizando-se a norma NBR 7681-2 (2013), que trata da fluidez de uma calda de cimento. O objetivo do ensaio foi verificar o teor de saturação do superplastificante na pasta de cimento e cinza volante e o tempo necessário para ativação do superplastificante.

O ensaio foi realizado utilizando-se uma pasta de cimento com fator água/(C) igual a 0,33. Após a fabricação da pasta foi medido o tempo de escoamento de 1 litro de pasta em um funil. O ensaio foi realizado para os tempos de 5 (T5), 10 (T10) e 15 (T15) minutos após a colocação da água na mistura. O gráfico da Figura 24 mostra as curvas tempo de escoamento versus teor de superplastificante, obtidas nos tempos T5, T10 e T15. Com isso, foi definido o uso de 1,5% de superplastificante.

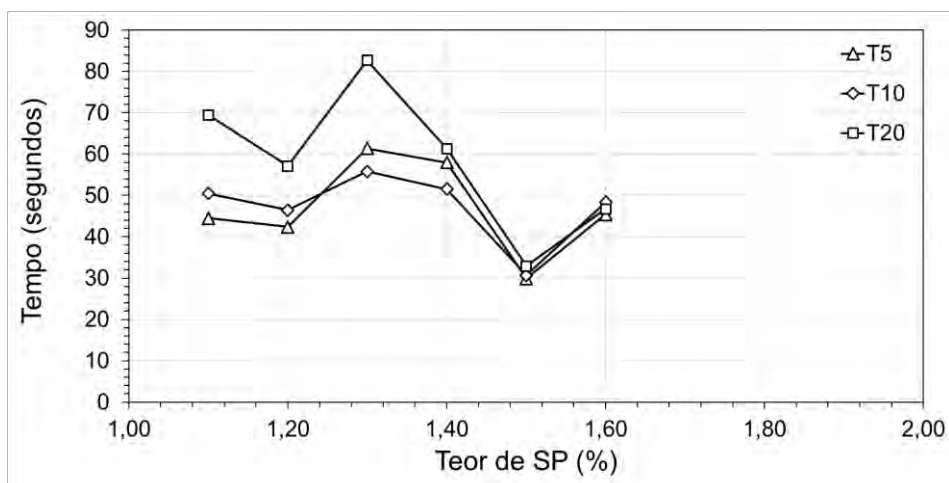


Figura 24 - gráfico do ensaio de ponto de saturação do superplastificante.

2.1.4 Fibras

Os compósitos foram reforçados com fibras de PVA, modelo REC15, Figura 25, produzidas por Kuraray Co, Japão, cuja propriedades, fornecidas no site do fabricante, podem ser vistas na Tabela 5.



Figura 25 - Fibras de PVA utilizadas na confecção das amostras. Comprimento de 12 mm e espessura de 3,9 mm.

Tabela 5 - Propriedades físicas e mecânicas da fibra de PVA (Kuraray, 2022)

Densidade (g/m ³)	Resist. à tração (MPa)	Módulo de Elast. (GPa)	Diâmetro (mm)	Compr. (mm)	Along. (%)
1,31	1560	41	0,040	12	6,5

2.2 Procedimento experimental

O procedimento de preparação dos corpos de prova foi padronizado para todas as misturas. Com a dosagem pré-estabelecida na Tabela 6, os materiais foram separados de acordo com a massa necessária para fabricação de cada mistura em argamassadeira planetária com capacidade de 20 litros.

Tabela 6 - Quantitativos de materiais em kg/m³

Mistura	Ingredientes, kg/m ³					
	Cimento	Cinza Volante	Areia	Água	SP	PVA
M1	533,93	640,72	432,44	394,09	17,62	26,00
M2	363,71	800,16	428,47	390,47	17,46	26,00
M3	306,61	674,55	361,21	486,16	0,00	26,00
M4	526,46	0,00	1332,47	246,91	0,00	0,00

2.2.1 Moldagem

Para a fabricação dos compósitos foram inicialmente misturados os materiais secos, exceto a fibra, em uma argamassadeira com capacidade de 20 L, Figura 26. Após a homogeneização dos materiais secos, foram adicionadas a água e o superplastificante, e novamente misturados, por aproximadamente 5 minutos, com eventuais pausas para revirar o material no fundo e remover resíduos nas bordas da cuba da argamassadeira para a obtenção de uma massa com boa homogeneização. Após esse procedimento de mistura foram manualmente adicionadas as fibras de PVA. A massa ainda foi misturada por mais 3 minutos após o término de colocação das fibras.



Figura 26 - Imagem da argamassadeira planetária solotest

A moldagem foi realizada em moldes metálicos para cada ensaio: moldes cilíndricos, para ensaios de compressão e porosidade; placas, para ensaios de flexão e moldes prismáticos para ensaios de expansão. O adensamento dos corpos de prova cilíndricos foi realizado em três camadas com 25 golpes com soquetes para cada camada de massa, até o completo volume das fôrmas. Para os demais moldes, como não apresentam uma profundidade significativa, o preenchimento da massa foi dado em duas camadas com aplicações de golpes ao longo de cada camada. A finalização se deu com o nivelamento da massa na forma com uma espátula.

As formas preenchidas com a massa foram protegidas contra perda de água durante 24 horas, tempo necessário para um endurecimento que possibilitasse a desmoldagem segura. Tão logo ocorreu a desmoldagem, os corpos de prova foram nomeados, de acordo com a mistura e a data de moldagem. Em seguida, os corpos de prova foram armazenados, completamente submersos, em tanques de água com hidróxido de cálcio, na câmara de cura do Laboratório de Engenharia Civil da UERJ, um meio ambiente com temperatura média $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa de 95%, até a idade dos ensaios ou início de envelhecimento.

2.2.2 Propriedades no estado fresco

2.2.2.1 Consistência

Após a mistura foram obtidos os valores de consistência, de acordo com a NBR 13276 (2016), e massa específica aparente, de acordo com NBR 13278 (2005).

Para a determinação do índice de consistência, foi necessário a limpeza do tampo da mesa e das paredes do molde tronco cônico, Figura 27A. Após a centralização do molde na mesa, se deu o preenchimento do molde com a mistura fresca. Inseriu-se o material no interior do molde com três camadas sucessivas, em alturas aproximadamente iguais, e aplicou-se em cada uma das camadas, respectivamente, 15, 10 e 5 golpes com o soquete para a sua distribuição uniforme. Com a remoção vertical do molde, se deu o acionamento da manivela, de maneira que a mesa subisse e caísse 30 vezes em 30 segundos de maneira uniforme e sucessiva. Imediatamente a última queda da mesa foi necessário medir o espalhamento da argamassa com o auxílio de uma régua metálica, Figura 27B.

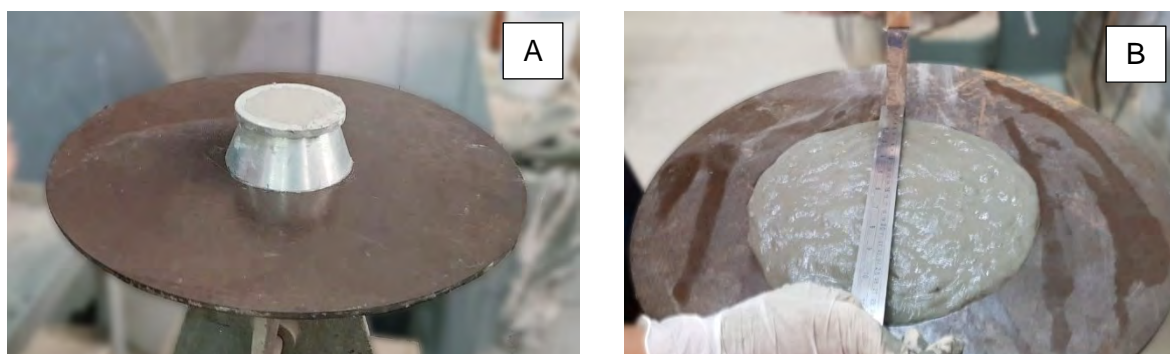


Figura 27 – A) Posicionamento do tronco cônico com massa em seu interior; B) Medição do espalhamento do compósito com auxílio de régua metálica.

2.2.2.2 Densidade da mistura fresca

Para a determinação da densidade da mistura no estado fresco foi necessária a utilização de um recipiente cilíndrico calibrado com capacidade de 400 cm³, altura

de 85 mm e diâmetro de 80 mm. O compósito foi introduzido no recipiente, com o uso de uma colher, em três camadas com alturas aproximadamente iguais. Em cada camada foram aplicados 25 golpes, por fim, nivelada a última camada e determinada a massa em uma balança com precisão de 0,1 g, conforme a Figura 28.

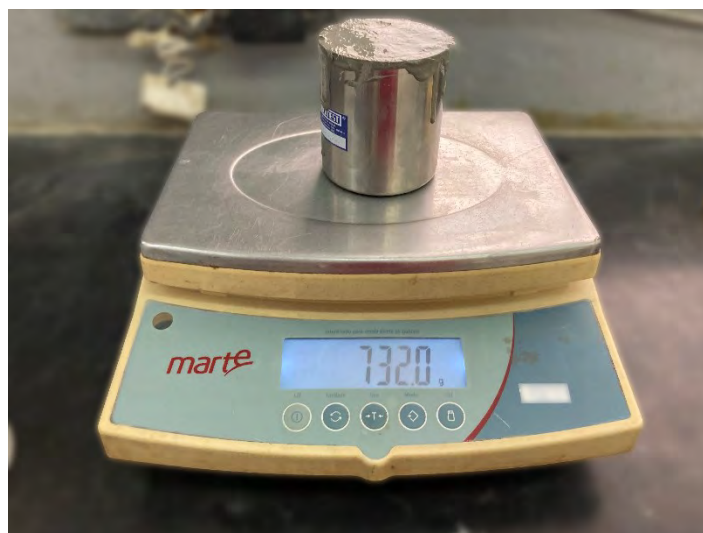


Figura 28 - Ensaio de Massa específica

2.2.3 Envelhecimento dos corpos de prova sob ataque químico

Completado os 28 dias de cura úmida, os corpos de prova utilizados no estudo da durabilidade a ação química foram retirados da câmara úmida e depositados em 3 tipos de caixas. Uma caixa continha uma solução de sulfato de sódio, a segunda caixa com sulfato de magnésio, e como referência, a terceira caixa foi preparada com solução de hidróxido de cálcio.

A preparação das soluções se deu de acordo com a NBR 13583 (2014), que define 50 gramas de Na_2SO_4 para cada 1 L de solução. Para garantir essa proporção, foi separada 900 ml de água, e após a adição de 50 g de Na_2SO_4 foi completado o volume restante com água. De acordo com Haynes (2016), a densidade do sulfato de sódio é $2,7 \text{ g/cm}^3$, enquanto do sulfato de magnésio é $2,66 \text{ g/cm}^3$, foi então utilizado o mesmo valor de $2,7 \text{ g/cm}^3$ para ambos os compostos químicos. Com isso, após adicionar 50 g de sulfato em 900 ml de água, foi necessário acrescentar mais 81,5 ml de água para completar uma solução de 1 litro. Apesar da NBR 13583 (2014) definir

uma solução de 10%, neste trabalho foi utilizada uma solução de 5% de concentração de sulfato para ser compatível com os ensaios de pesquisadores descritos na referência bibliográfica.

Após o preparo das soluções de sulfato de sódio e sulfato de magnésio, foi feita a verificação de seus respectivos valores de pH. Para isso foram utilizadas tiras de papel que são fabricados pela Merck Millipore e conseguem realizar a leitura do pH de uma substância no intervalo de 0-14. As tiras mudam de cor e assumem tonalidades de acordo com o valor de pH do líquido examinado (ver Figura 29). A verificação do pH é uma recomendação da NBR 13583 (2014) como uma forma de confirmar a qualidade das soluções utilizadas. Já a solução de hidróxido de cálcio foi preparada com a mistura do hidróxido em água até ocorrer a saturação da solução sem a necessidade da verificação do valor de pH.

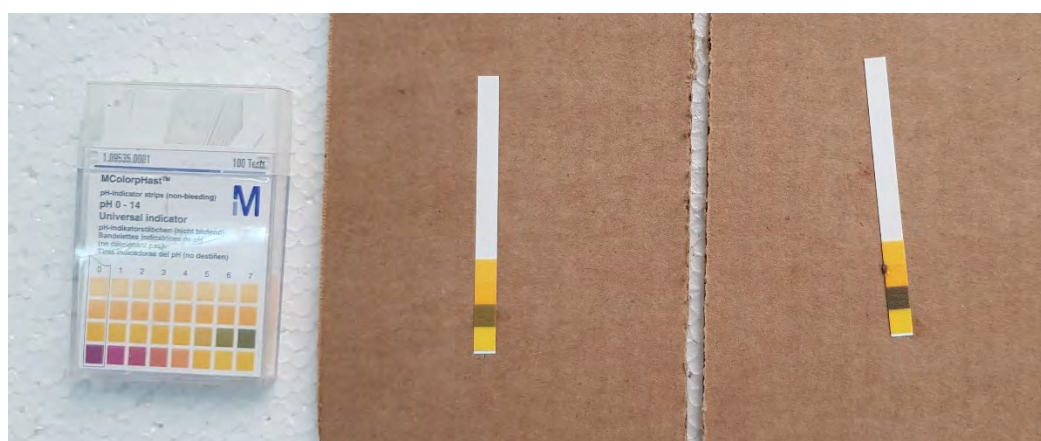


Figura 29 - Tiras de papel para verificação do pH das soluções utilizadas.

Os tempos de imersão das amostras nas diferentes soluções foram 13, 98, 109 e 156 semanas (o equivalente a 91, 686, 763 e 1092 dias). Após o envelhecimento foram realizados ensaios para verificação das propriedades residuais nos corpos de prova. Foram realizados os ensaios físicos de absorção de água, porosidade e massa específica e mecânicos de compressão axial e flexão em quatro pontos. Foram também realizados ensaios de expansão e análise por microscopia eletrônica de varredura.

2.3 Ensaios experimentais

2.3.1 Propriedades físicas

2.3.1.1 Porosidade, absorção de água e massa específica

A porosidade de materiais cimentícios tem impacto direto na resistência do material, bem como no comportamento do mesmo ao lidar com ambientes agressivos. Com isso, aliado a praticidade do ensaio, é natural que essa propriedade seja avaliada ao longo do processo de envelhecimento sob ataque químico.

Descrito pela NBR 9778 (2009), o procedimento consiste no uso de corpos de prova cilíndricos com 5 cm de diâmetro e 10 cm de altura. A primeira etapa é a secagem da amostra para determinação da massa na condição seca. Para isso a amostra deve permanecer em estufa, na temperatura de 105 ± 5 °C, por um período de 72 horas, para então ser registrada a massa na condição seca, m_s .

A segunda etapa consiste na imersão da amostra em água à temperatura de 23 ± 2 °C por 72 horas. Com o auxílio de uma balança hidrostática, determinou-se a massa do corpo de prova na condição imersa em água, m_i . Em seguida, retirou-se o corpo de prova da água, enxugando-o com um pano úmido para registro da sua massa saturada, m_{sat} .

A NBR 9778 (2009) considera absorção, calculada pela fórmula da equação (22), como o incremento de massa de um corpo sólido poroso devido à penetração de água em seus poros permeáveis, em relação a sua massa em estado seco.

$$A = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \times 100 \quad (22)$$

A Porosidade, calculada pela fórmula da equação (23), trata da relação entre o volume de poros permeáveis e o volume total da amostra.

$$I_v = \frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \times 100 \quad (23)$$

A massa específica da amostra seca, calculada pela fórmula da equação (24), é definida pela relação entre a massa do material seco e o volume total da amostra, incluindo os poros permeáveis e impermeáveis. Enquanto a massa específica da amostra saturada, calculado pela fórmula da equação (25), é a relação entre a massa saturada da amostra e o volume total da amostra.

$$\rho_s = \frac{m_s}{m_{sat} - m_i} \quad (24)$$

$$\rho_{sat} = \frac{m_{sat}}{m_{sat} - m_i} \quad (25)$$

A massa específica real, por sua vez, calculada pela fórmula da equação (26), é dada pela relação entre a massa do material seco e o seu volume, excluindo os poros permeáveis.

$$\rho_r = \frac{m_s}{m_s - m_i} \quad (26)$$

2.3.1.2 Expansão

A deterioração causada pela difusão do íon sulfato se dá principalmente pela produção de compostos expansivos devido a reação do íon sulfato com produtos da hidratação do cimento Portland. Assim, foram realizados ensaios para medir a expansão das amostras devido a ação do sulfato.

Os ensaios de expansão foram realizados seguindo o procedimento estabelecido na norma NBR 13583 (2014). Nos ensaios foram utilizados 3 corpos de prova prismáticos com as dimensões de 25 x 25 x 285 mm. A Figura 30 ilustra através dos desenhos de planta e de elevação, as dimensões do molde para confecção das barras prismáticas, enquanto a Figura 31 mostra o molde metálico utilizado nos ensaios.

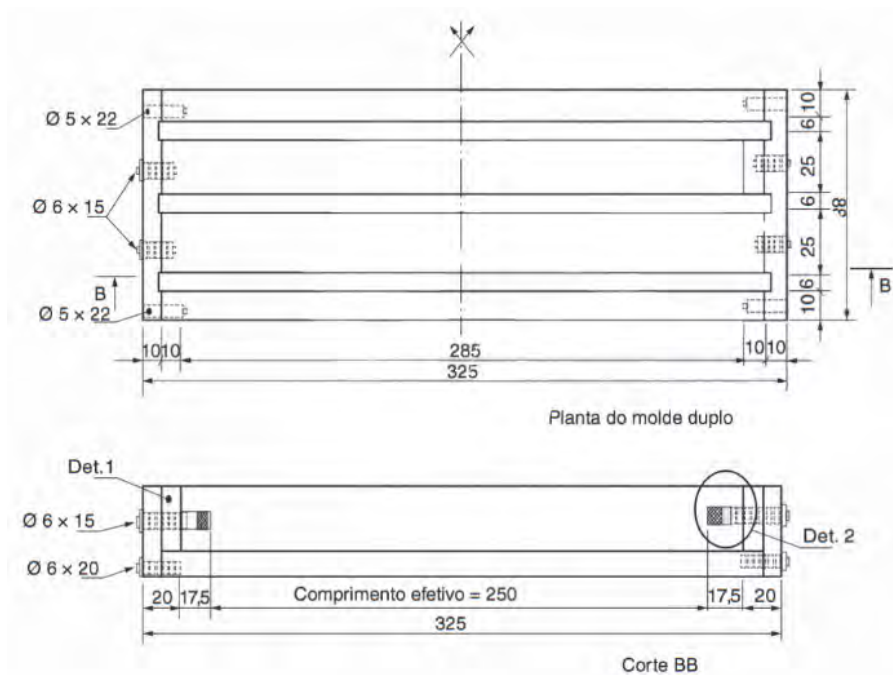


Figura 30 – Esquema de molde para confecção de barras prismáticas com medidas em milímetros (NBR 13583, 2014)



Figura 31 - Molde metálico de baixa rugosidade utilizados para confecção das amostras prismáticas.

A medida da variação de comprimento do corpo de prova foi realizada em um relógio comparador fixado ao aparato de ensaio (ver Figura 32), como estabelecido na norma NBR 13583 (2014).

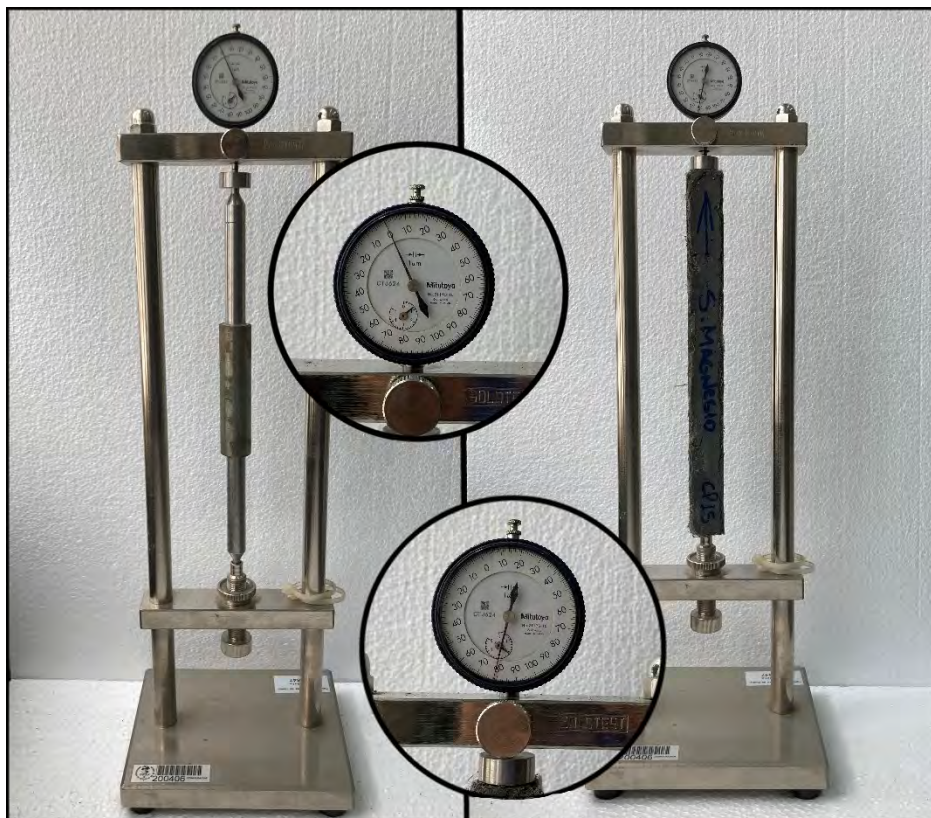


Figura 32 – Esq.: aparato de comparação com a barra padrão (relógio zerado no detalhe superior); Dir.: amostra no aparato para medição de expansão (com valor medido no relógio no detalhe inferior).

2.3.1.3 Microscopia eletrônica por varredura

A análise foi realizada no Centro de Caracterização em Nanotecnologia para Materiais e Catálise (CENANO) do Instituto Nacional de Tecnologia (INT), no equipamento MEV-FEG, Modelo QUANTA FEG 450 (fabricado pela FEI Company), mostrado na Figura 33, que consiste em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) de alta resolução com um sistema de emissão de elétrons do tipo FEG (canhão de emissão em campo – do inglês, Field Emission Gun).



Figura 33 - Microscópio eletrônico quanta FEG 450 do CENANO-INT

O MEV é equipado com diversos tipos de sensores, e os utilizados neste trabalho são:

- Detector de elétrons secundários (ETD – do inglês, *Everhart-Thornley Detector*), cujo sinal proveniente de elétrons secundários fornece informação topográfica do material em alta resolução com acentuada sensação de tridimensionalidade;
- Detector de elétrons retroespalhados (BSED – do inglês, *Backscattered Eletrons Detector*) fornece informações de composição química relativa, via imagem de alto contraste;

O modelo MEV em questão tem três modos de captação de imagem: baixo vácuo, com melhores imagens e sem a necessidade de preparação das amostras; o alto vácuo, que é o modo convencional e que exige a preparação das amostras; e o modo ambiental, para análises de amostras úmidas em seu estado natural. Por problemas técnicos não foi possível a utilização do modo de baixo vácuo, que é um recurso que melhora a imagem com a estabilização de elétrons através da manutenção da pressão pelo vapor d'água. Assim, foi necessária a etapa de preparação das amostras.

As amostras utilizadas no ensaio de microscopia eletrônica de varredura, com cerca de 2cm de tamanho, foram obtidas a partir da extração das laterais das placas utilizadas no ensaio de flexão, como mostrado na Figura 34.

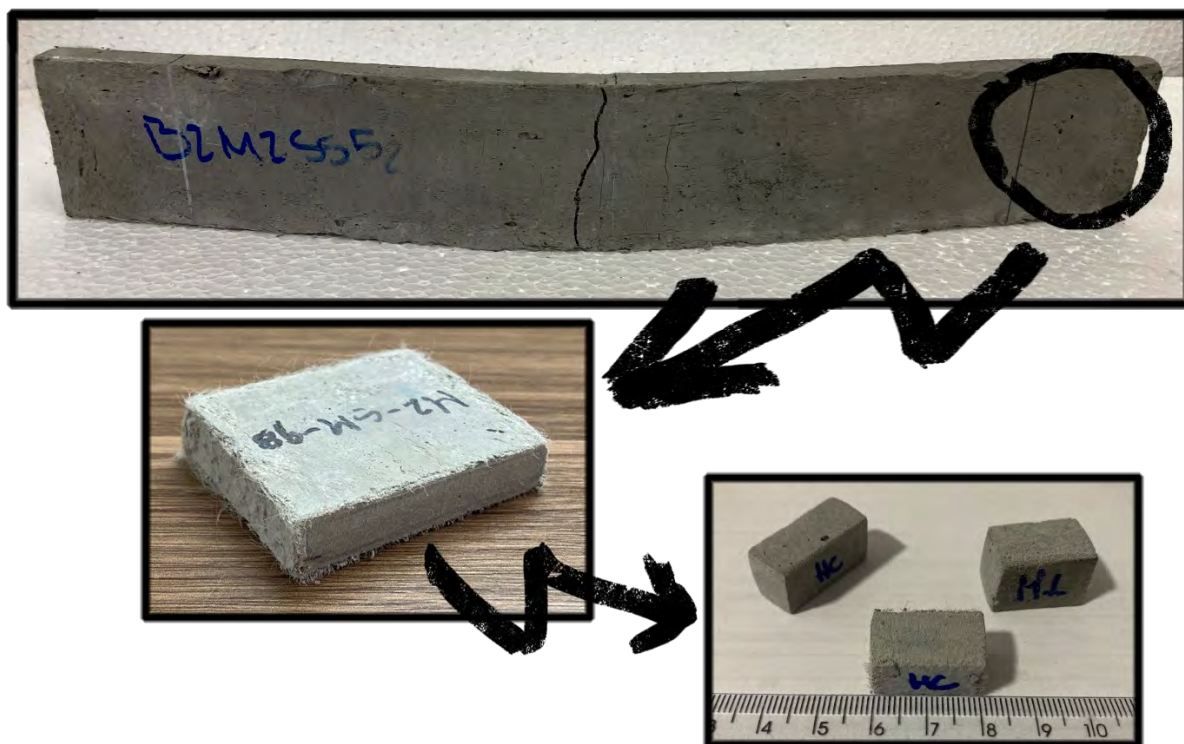


Figura 34 – Preparo das amostras utilizadas no ensaio MEV a partir da extração de placas de flexão rompidas.

Assim, a finalização da preparação das amostras se deu com a aplicação de uma fina camada de tinta prata, Figura 35 e Figura 36, e na sequência foi realizada a secagem da tinta em estufa a 100 °C por pelo menos 2 horas.



Figura 35 - Tinta de prata aplicada.



Figura 36 - Amostras após o preparo.

As amostras foram posicionadas e a câmara de ensaio fechada e despressurizada automaticamente, como visto nas imagens da Figura 37.



Figura 37 - Alocação das amostras na câmara de ensaio

2.3.2 Propriedades mecânicas

2.3.2.1 Compressão axial

A resistência a compressão é vista como uma das mais importantes propriedades do material cimentício para controle tecnológico.

Para o ensaio de compressão foram utilizados pelo menos 3 corpos de prova cilíndricos, com 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura, para cada idade de ensaio e mistura. Antes dos ensaios, as faces dos corpos de prova foram regularizadas com uma pasta de cimento de endurecimento rápido. A regularização se dá para garantir a uniformidade axial da solicitação de compressão sobre o corpo de prova, caso contrário, ocorreria erros na leitura das cargas e deformações, ou ainda a ruptura da amostra sem que se alcance sua magnitude.

Com a utilização de um sistema universal de ensaios da fabricante Instron, Figura 38, modelo eletromecânico série 23 e com 100 kN de capacidade, foi aplicado o carregamento a uma taxa de carregamento de 0,06 mm/min. A obtenção dos dados de deformação foi realizada com o auxílio de extensômetro de dupla base, interligado ao próprio sistema de ensaio Instron, com um cursor limite de 5% de amplitude.

A obtenção dos dados do ensaio, carga e deslocamento axial no tempo de ensaio, foi realizado pelo software Bluehill LE. Trata-se de um programa que permite a operação, manutenção e configuração do sistema de ensaio.



Figura 38 - Sistema internacional de ensaios Instron

Para que seja realizado o ensaio de compressão na unidade de ensaio supracitada é necessário a implementação de componentes adicionais na máquina, como os vistos na Figura 39. Os pratos de suporte e aplicação de carga têm a função de manter o corpo de prova nivelado durante o ensaio.

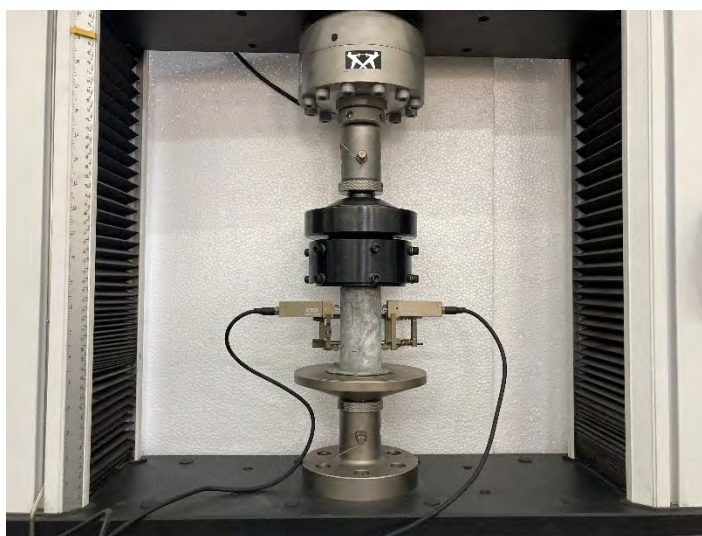


Figura 39 - Setup de compressão com o deflectômetro de dupla base

Para padronização dos ensaios entre as amostras de todas as misturas, os mesmos foram interrompidos quando a carga atuante atingiu carga aproximada de 40% da carga máxima ou 1,0% de deformação.

A partir dos dados obtidos é possível o cálculo da resistência à compressão com a fórmula da equação (27), onde σ é a tensão de compressão, P é a carga aplicada e A_c é a área da seção transversal do corpo de prova.

$$\sigma = \frac{P}{A_c} \quad (27)$$

O módulo de elasticidade tangente foi determinado com a determinação do coeficiente angular de uma reta ajustada à curva tensão vs. deformação (ver Figura 40), cujo ponto inicial foi determinado como a origem e o ponto final o correspondente ao valor de $0.3 \cdot f_c$. Onde $0.3f_c$ é a tensão de compressão correspondente a 30% da tensão máxima, f_c .

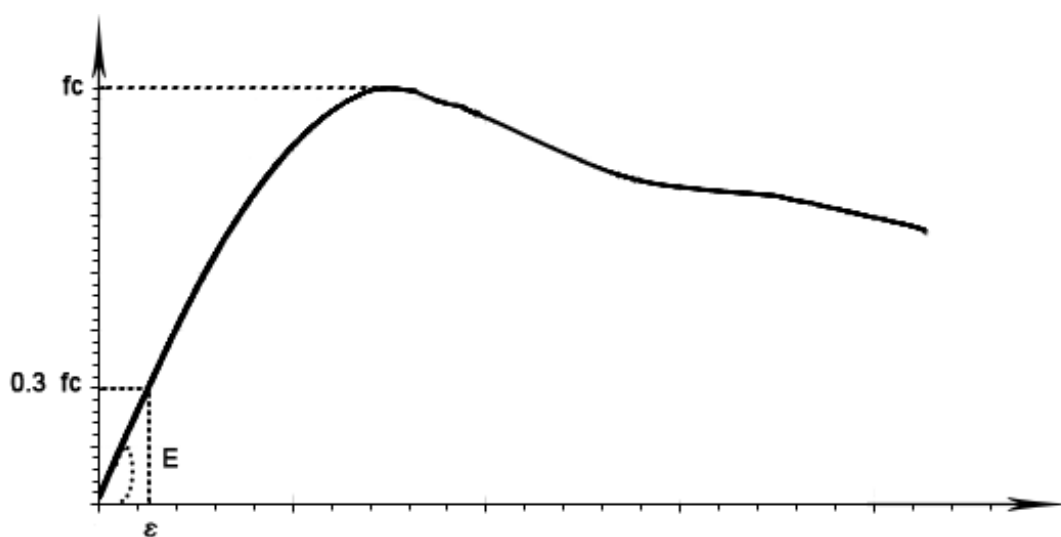


Figura 40 - Representação do gráfico tensão *versus* deformação com marcação da tensão em 30% da tensão máxima.

Alguns corpos de prova superaram a resistência de 100 kN, capacidade da máquina de ensaio. Neste caso, a resistência à compressão foi determinada na prensa eletro-hidráulica da marca Forney, de 1100 kN de capacidade, Figura 41.



Figura 41 - Prensa hidráulica para ensaio de resistência à compressão com relógio comparador para controle da aplicação de deslocamento do pistão.

Segundo Lima (2004), a tenacidade é a propriedade que mede a capacidade do material de absorver energia e é utilizada para caracterizar a sua habilidade para resistir à fratura quando submetido à carregamentos. Em geral, o aumento da tenacidade das misturas é uma das principais vantagens de compósitos reforçados com fibras, e segundo o autor a sua contribuição para a resistência à compressão não é significativa.

Geralmente o índice de tenacidade do material é obtido pela área da curva carga vs. deslocamento no ensaio de flexão. No entanto, Lima (2004) propõem a obtenção do índice de tenacidade também a partir do gráfico tensão *versus* deformação, Figura 42, obtida no ensaio de compressão. O valor é dado pela relação entre a área sob a curva tensão-deformação do compósito no ensaio de compressão (curva OPQC) e a área de uma curva tensão-deformação de um material elasto-plástico com mesmo módulo de elasticidade e mesma tensão máxima (curva OABC). O índice de tenacidade foi calculado para valores de ϵ iguais a $5000 \mu\epsilon$ (0,5%).

Com as curvas obtidas nos ensaios de compressão foi realizado uma integração numérica da área formada pelo gráfico do ensaio para cada amostra, por

meio do Origin Pro 2021, um programa desenvolvido por OriginLab, que permite o cálculo de áreas de forma mais precisa.

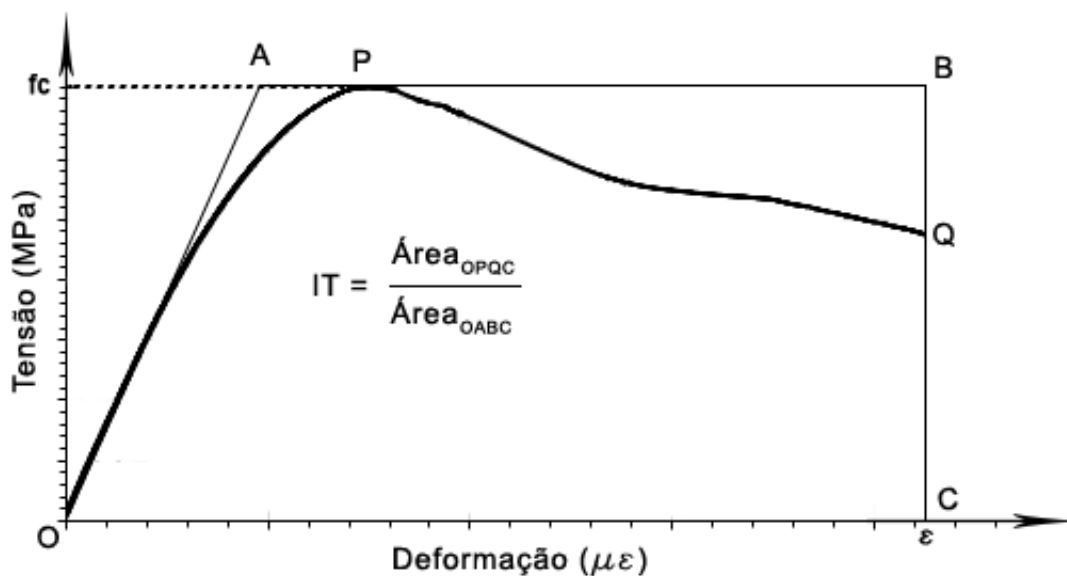


Figura 42 - Desenho esquemático do diagrama utilizado na determinação do índice de tenacidade na compressão (LIMA, 2004, adaptado).

2.3.2.2 Flexão em quatro pontos

Os ensaios de flexão em quatro pontos foram realizados em 4 corpos de prova, conforme a Figura 43, por mistura e tempo de ensaio. Os ensaios foram realizados na máquina de ensaios Instron, modelo eletromecânico série 23 de 100 kN de capacidade com uma velocidade de 0,3 mm/min.

O ensaio de flexão consiste na aplicação de carga em dois pontos superiores distantes 10 cm, com outros 2 pontos inferiores como apoios distantes de 30 cm. Antes dos ensaios as superfícies de aplicação da carga foram lixadas para melhor distribuição da carga, evitando assim solicitações indesejáveis.

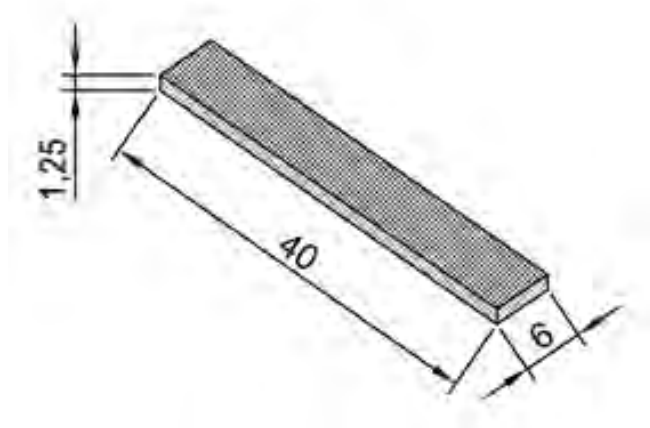


Figura 43 - Dimensões da placa utilizada como corpos de prova no ensaio de flexão (valores em cm)

A obtenção dos dados de deflexão foi realizada com o auxílio de um transdutor de deslocamento, interligado ao próprio sistema de ensaio Instron, com um cursor de 12 mm de amplitude, conforme mostrado na Figura 44.



Figura 44 - Configuração do ensaio de flexão.

Conhecendo os valores de carga aplicada, dimensões da amostra e o vão entre apoios, foi possível calcular a tensão equivalente na flexão, através da equação (28), onde L é a distância entre os apoios, b é a largura da placa, e h é o valor da espessura da placa.

$$\sigma = \frac{PL}{b \cdot h^2} \quad (28)$$

Com os resultados do ensaio de flexão foi possível também a obtenção do índice da tenacidade dos compósitos. Assim como no caso da compressão, o índice de tenacidade na flexão também expressa a capacidade de absorção de energia do material quando em solicitação, sendo uma propriedade particularmente importante para os compósitos, inclusive em ensaios de flexão, já que a energia absorvida pelas fibras na região pós fissuramento é um diferencial do material.

Nos ensaios de flexão é registrado o comportamento da amostra através da curva tensão versus deformação. E a área formada pela curva, até o ponto de deflexão máxima, fornece uma medida da tenacidade do material. Para calcular essa área, usamos software especializado, como o Origin Pro 2021, e realizamos uma integração numérica.

Essa análise é feita para cada amostra ensaiada, e o resultado é mostrado como uma área cinza na Figura 45.

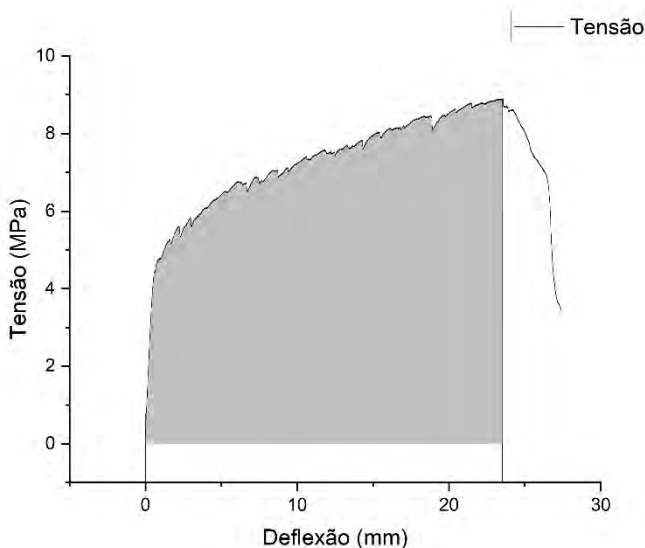


Figura 45 – Curva tensão vs deflexão de amostra após ensaio de flexão com a área cinza que diz respeito ao valor de tenacidade.

3 PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DOS COMPÓSITOS

3.1 Propriedades físicas no estado fresco

Os valores de consistência das misturas frescas podem ser vistos na Tabela 7. No que diz respeito ao teor de cinza utilizado, foi encontrado um valor da mistura M1 com 6,5% superior ao encontrado para o valor de M2. Sabendo que a mistura M1 possui uma relação cinza/cimento de 1.2 e a mistura M2, uma relação de 2.2, a diferença da consistência pode ser dada pelo fato de maiores quantidades de cinza preencherem os vazios da M2, tornando-a menos fluída.

Enquanto isso, para a comparação sobre o teor de água utilizado em cada mistura, é encontrado em M2 um valor que representa uma redução de 7% em relação ao valor da consistência da mistura M3. O valor maior encontrado em M3 pode ser justificado pela diferença de relação água/materiais cimentícios entre as duas misturas, enquanto a mistura M3 tem 0,50 a mistura M2 tem 0,34.

Para a mistura M4 (argamassa) não foi possível a obtenção do valor de espalhamento, uma vez que a mistura não apresentava consistência plástica, impossibilitando a realização do ensaio.

Tabela 7 - Valores de consistência pelo ensaio de espalhamento

Mistura	Média (mm)	DP (mm)
M1	270,70	4,97
M2	254,08	3,83
M3	273,25	9,55
M4	-	-

A determinação da densidade de massa aparente foi realizada nas 4 misturas, obtendo-se os valores indicados na Tabela 8. Para a análise de variância dos resultados apresentados, no que diz respeito ao teor de cinza utilizado, as misturas M1 e M2 não obtiveram diferenças significativas em seus valores médios, porém, quando se analisa o teor de água utilizado, é possível observar uma diferença de 6% no valor de M3 em comparação ao de M2.

Tabela 8 - Valores médio e de desvio padrão da densidade de massa aparente

Mistura	Média (g/cm³)	DP (g/cm³)
M1	1,96	0,02
M2	1,93	0,03
M3	1,82	0,03
M4	1,91	0,04

3.2 Propriedades físicas no estado endurecido

A influência do tempo de cura na porosidade, absorção de água e massa específica real e seca das diferentes misturas pode ser vista na Figura 46. É possível observar que a partir da idade de 714 dias, há uma estabilização nos valores de absorção de água e de porosidade total de todas as misturas, podendo indicar menores influências da hidratação do cimento e da reação pozolânica nas misturas, após essa idade. Em idades iniciais, os valores de M3, seja para absorção de água ou porosidade, são superiores aos valores dos outros compósitos, e permanecem assim ao longo do tempo. Esse efeito é devido ao fato de M3 conter mais água em sua composição. Em relação à mistura M2, que contém um maior teor de cinza volante que a mistura M1, os valores de absorção de água e porosidade são inicialmente maiores e são reduzidos ao longo do tempo, possivelmente como causa da reação pozolânica tardia da cinza volante na mistura M2. Já a absorção de água e porosidade da mistura M4, sem cinza volante e sem fibra, não foram significativamente alterados ao longo do tempo, já que não ocorreu uma reação pozolânica.

A Tabela 9 indica os valores médios, com seus respectivos desvios padrão, entre parênteses, dos ensaios que caracterizam as misturas em diferentes idades. São ilustradas as propriedades físicas de absorção de água, porosidade total, massa específica real e aparente seca. Os valores 28, 119, 714, 791 e 1120 indicam o tempo de cura em dias a partir da fabricação dos corpos de prova.

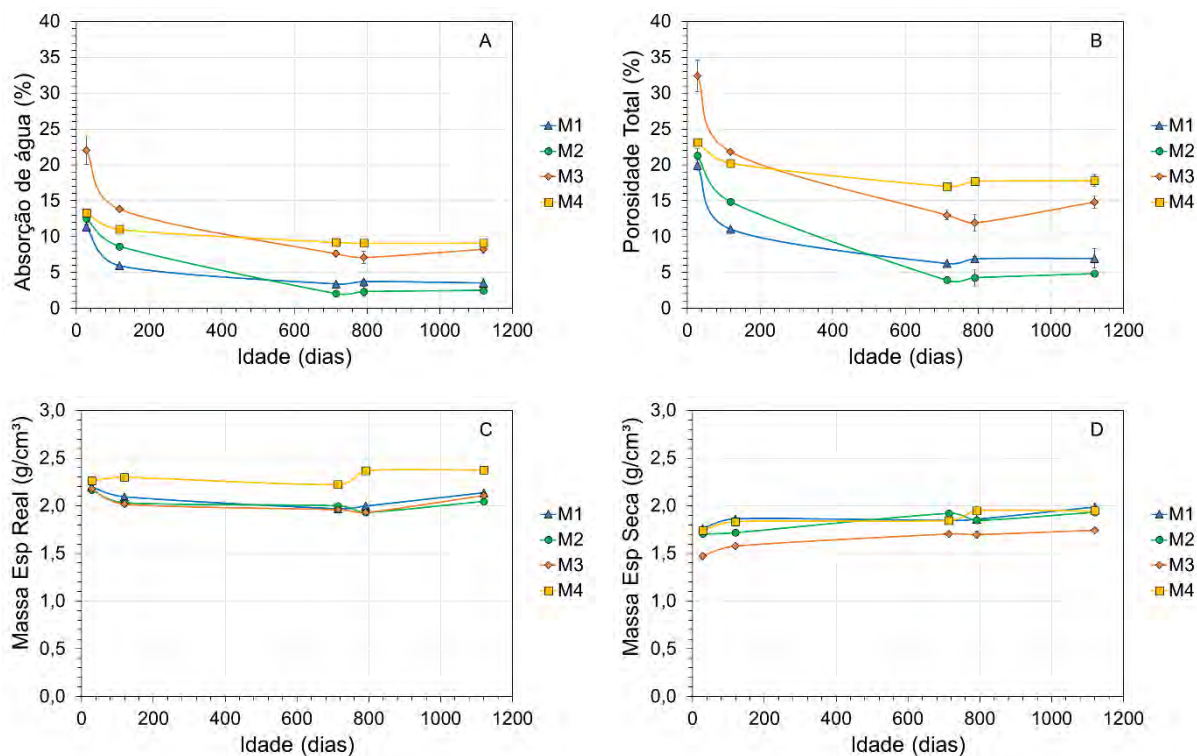


Figura 46 – Influência da idade nas propriedades físicas das misturas. A) Absorção de água; B) Porosidade Total; C) Massa específica real; D) Massa específica seca.

Em relação à massa específica, seja real ou seca, os valores das misturas M1, M2 e M3 tiveram pouca variação ao longo do tempo, mas ainda assim os valores na idade de 1120 dias foram alterados. Apesar da massa específica seca da mistura M1 não apresentar uma diferença significativa entre os períodos de 119, 714 e 791 dias (respectivamente $1,86 \text{ g/cm}^3$, $1,85 \text{ g/cm}^3$ e $1,86 \text{ g/cm}^3$), é possível observar um aumento aproximado de 13% na idade de 1120 dias ($1,99 \text{ g/cm}^3$). É possível também observar um leve aumento de 13,19% no valor médio final da mistura M2, de seu valor inicial, aos 28 dias e a mistura M3 aumentou 18,36% de seu valor inicial.

O gráfico da Figura 47 compara a absorção de água das três diferentes misturas dos compósitos. Em relação ao teor de cinza volante, misturas M1 e M2, é possível notar que o valor médio da absorção de água da mistura M1 aos 1120 dias reduziu aproximadamente 69% de seu valor aos 28 dias, enquanto a absorção de água da mistura M2 reduziu 80% do seu valor aos 28 dias de hidratação. A maior taxa de diminuição da absorção encontrada em M2, quando comparada a M1 pode ser explicada pelo retardo da reação pozolânica na mistura M2, com maior teor de cinza volante.

Tabela 9 - Médias das propriedades físicas das misturas M1, M2, M3 e M4, no tempo de cura.

Absorção de Água (%)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	11,34 (0,33)	12,48 (0,72)	22,04 (2,00)	13,30 (0,22)
119	5,93 (0,19)	8,64 (0,07)	13,84 (0,05)	11,03 (0,21)
714	3,38 (0,19)	2,05 (0,14)	7,63 (0,42)	9,21 (0,17)
791	3,72 (0,17)	2,33 (0,67)	7,11 (0,83)	9,08 (0,15)
1120	3,52 (0,72)	2,49 (0,03)	8,26 (0,58)	9,10 (0,42)

Porosidade (%)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	19,96 (0,69)	21,29 (1,03)	32,43 (2,20)	23,13 (0,32)
119	11,05 (0,26)	14,86 (0,19)	21,84 (0,06)	20,22 (0,27)
714	6,24 (0,31)	3,94 (0,28)	13,00 (0,65)	16,99 (0,40)
791	6,91 (0,29)	4,29 (1,16)	11,93 (1,20)	17,70 (0,30)
1120	6,97 (1,32)	4,85 (0,09)	14,82 (0,91)	17,78 (0,79)

Massa Específica Real (g/cm³)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	2,20 (0,03)	2,17 (0,01)	2,18 (0,02)	2,26 (0,00)
119	2,09 (0,01)	2,03 (0,00)	2,02 (0,00)	2,30 (0,01)
714	1,97 (0,00)	2,00 (0,01)	1,96 (0,01)	2,22 (0,02)
791	2,00 (0,00)	1,93 (0,01)	1,93 (0,02)	2,37 (0,01)
1120	2,14 (0,01)	2,05 (0,01)	2,11 (0,01)	2,38 (0,02)

Massa Específica Seca (g/cm³)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	1,76 (0,01)	1,71 (0,02)	1,47 (0,03)	1,74 (0,00)
119	1,86 (0,02)	1,72 (0,01)	1,58 (0,00)	1,83 (0,01)
714	1,85 (0,01)	1,92 (0,00)	1,70 (0,01)	1,84 (0,01)
791	1,86 (0,01)	1,85 (0,03)	1,70 (0,04)	1,95 (0,01)
1120	1,99 (0,04)	1,93 (0,03)	1,74 (0,02)	1,95 (0,01)

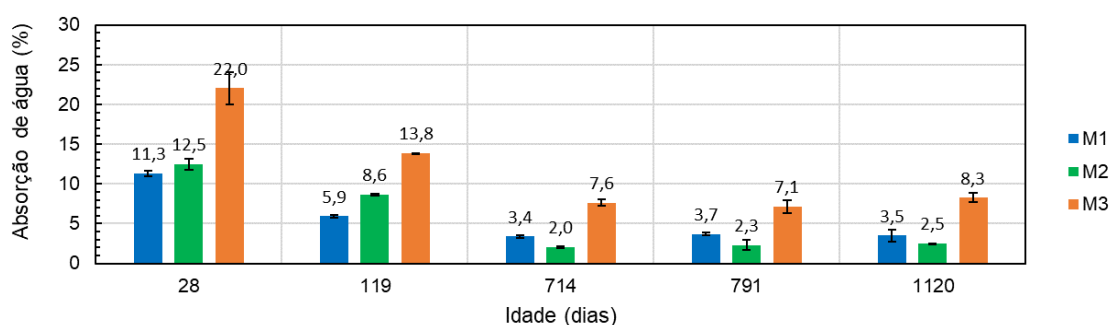


Figura 47 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na absorção de água das misturas M1, M2 e M3.

Já uma análise comparativa sobre a influência do teor de água, misturas M2 e M3, indica que a mistura M2 apresenta aos 1120 dias uma absorção de água de aproximadamente 70% inferior ao encontrado para mistura a M3, na mesma idade. Além disso, a absorção de água da mistura M3 reduziu 63% do seu valor aos 28 dias de cura. Com isso, a mistura M3 possui a maior absorção ao longo dos ensaios entre as misturas estudadas, uma vez que possui maior teor de água e consequente maior conectividade de poros na pasta endurecida.

Com a Figura 48 é possível observar a influência do teor de cinza volante e água na porosidade, e no que diz respeito ao teor de cinza, entre as misturas M1 e M2, ambas iniciam com valores significativamente semelhantes. No entanto, a porosidade de M1 reduz aproximadamente 44% na idade de 119 dias, enquanto a porosidade da mistura M2 reduz aproximadamente 30% de seu aos 28 dias. Para idades de 1120 dias é possível notar que a mistura M2 apresenta uma redução de aproximadamente 77% de seu valor aos 28 dias, já M1 reduziu 65%. Assim, é verificável que o teor de cinza gera uma influência, inversamente proporcional, na porosidade das misturas, em especial a mistura M2, com maior teor, tem uma porosidade menor que a porosidade de M1 para idades avançadas, podendo ser justificado pela atenuação da interconectividade dos poros devido ao efeito pozolânico.

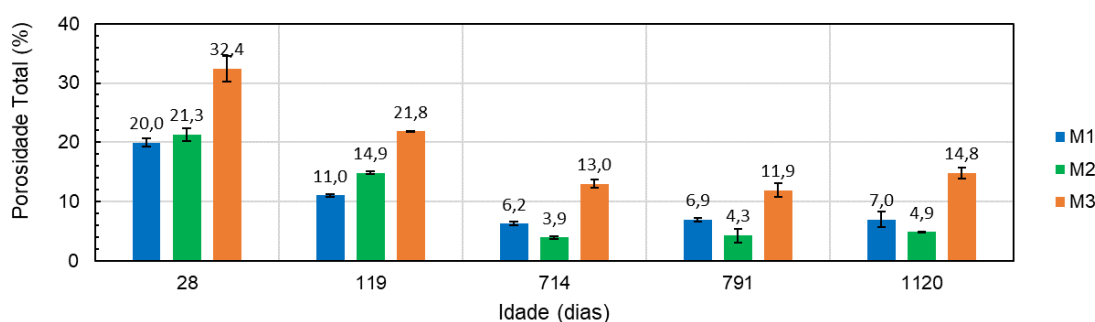


Figura 48 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na porosidade das misturas M1, M2 e M3.

Em relação ao teor de água, a mistura M2 inicia com um valor de porosidade inferior, em aproximadamente 34%, a porosidade de M3, aumentando para, aproximadamente, 67% aos 1120 dias. O valor de M3 reduz aproximadamente 54% na idade de 1120 dias desde a idade de 28 dias.

Na comparação da influência do teor de cinza na massa específica real, Figura 49, é possível observar que as misturas M1 e M2 partem de valores sem diferenças significativas, quando feita a análise de variância. Além do mais, na idade de 1120 dias, é possível observar que a mistura M1 reduziu somente 3% de seu valor aos 28 dias, enquanto a M2 reduziu 6%.

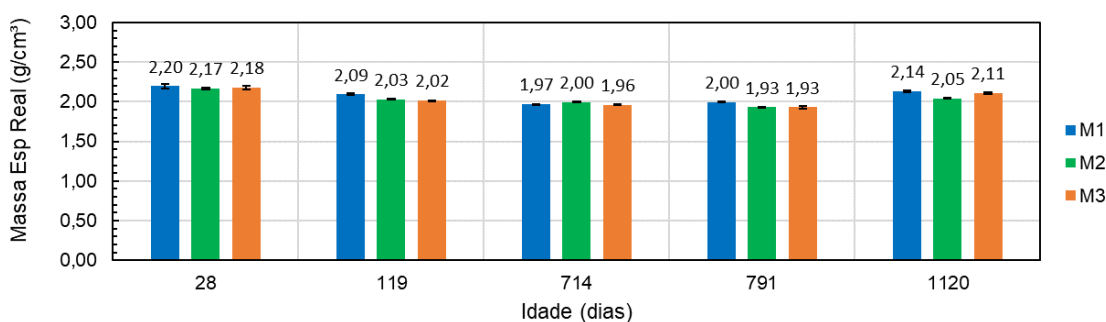


Figura 49 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na massa específica real das misturas M1, M2 e M3.

Para a influência da quantidade de água utilizada nas misturas, não é possível concluir que teve alguma diferença na massa específica real ao longo dos ensaios, uma vez que os valores não tem diferenças significativas nas idades estudadas.

Quanto à massa específica seca, Figura 50, as misturas M1 e M2 não apresentaram diferença significativa, não sendo possível apontar a influência do teor de cinza nesse fator. Quando se trata de ter a quantidade água como variável, a mistura M2 inicia com um valor 16% superior ao de M3, porém, na idade de 1120 dias, essa diferença cai para 11%.

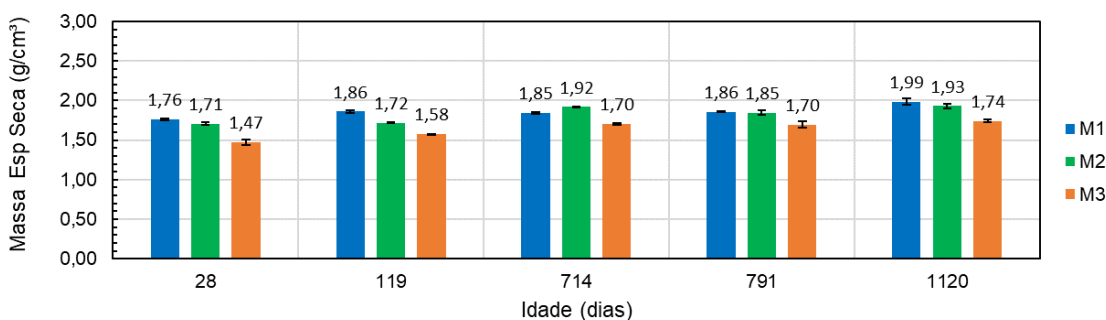


Figura 50 - Comparativo do efeito da hidratação na massa específica seca ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.

Resultados da análise de variância entre as misturas M1 e M2 são sumarizados na Tabela 10, e na Tabela 11 é observada a análise de variância entre as misturas M2 e M3. As tabelas contêm a identificação visual de um visto verde, ✓, quando são

valores significativamente semelhantes e um **X** vermelho quando diferentes estatisticamente diferentes.

Tabela 10 - Análise de variância dos valores médios das propriedades físicas do estado endurecido das misturas M1 e M2 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.

Análise de Variância entre misturas M1 e M2				
Tempo (dias)	Absorção	Índ. de Vazios	Massa Espec. Real	Massa Espec. Seca
28	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓
119	Diferentes X	Diferentes X	Diferentes X	Diferentes X
714	Diferentes X	Diferentes X	Iguais X	Iguais X
791	Iguais ✓	Iguais ✓	Diferentes ✓	Iguais ✓
1120	Iguais ✓	Iguais ✓	Diferentes ✓	Iguais ✓

Tabela 11 - Análise de variância dos valores médios das propriedades físicas do estado endurecido das misturas M2 e M3 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.

Análise de Variância entre misturas M2 e M3				
	Absorção	Índ. de Vazios	Massa Espec. Real	Massa Espec. Seca
28	Diferentes X	Diferentes X	Iguais ✓	Diferentes X
119	Diferentes X	Diferentes X	Iguais ✓	Diferentes X
714	Diferentes X	Diferentes X	Diferentes X	Diferentes X
791	Diferentes X	Diferentes X	Iguais ✓	Iguais ✓
1120	Diferentes X	Diferentes X	Iguais ✓	Diferentes X

3.3 Propriedades mecânicas

3.3.1 Compressão axial

Os gráficos da Figura 51 representam as curvas típicas dos resultados obtidos nos ensaios de compressão para as misturas M1, M2, M3 e M4 e na Tabela 12 são mostrados os valores médios, com seus respectivos desvio padrão, em parênteses, da resistência à compressão, módulo de elasticidade, deformação na tensão de pico

e índice de tenacidade na compressão, em 0,5% e 1% de deformação, em diferentes idades.

Nos gráficos da Figura 51c-e não estão contidas as curvas da mistura M1, porque as amostras tiveram uma resistência superior à capacidade limite do sistema de ensaio Instron. Com isso, foram realizados ensaios de compressão em outra prensa com maior capacidade de carga, e obtidos os valores de resistência à compressão da mistura. Já, os valores de módulo de elasticidade dessas amostras, foram obtidos com o carregamento até o valor máximo suportado pela máquina de ensaios Instron, 100 kN, e em seguida, com o gráfico gerado até essa carga, foi obtido o coeficiente angular da curva até 30% do valor máximo da tensão.

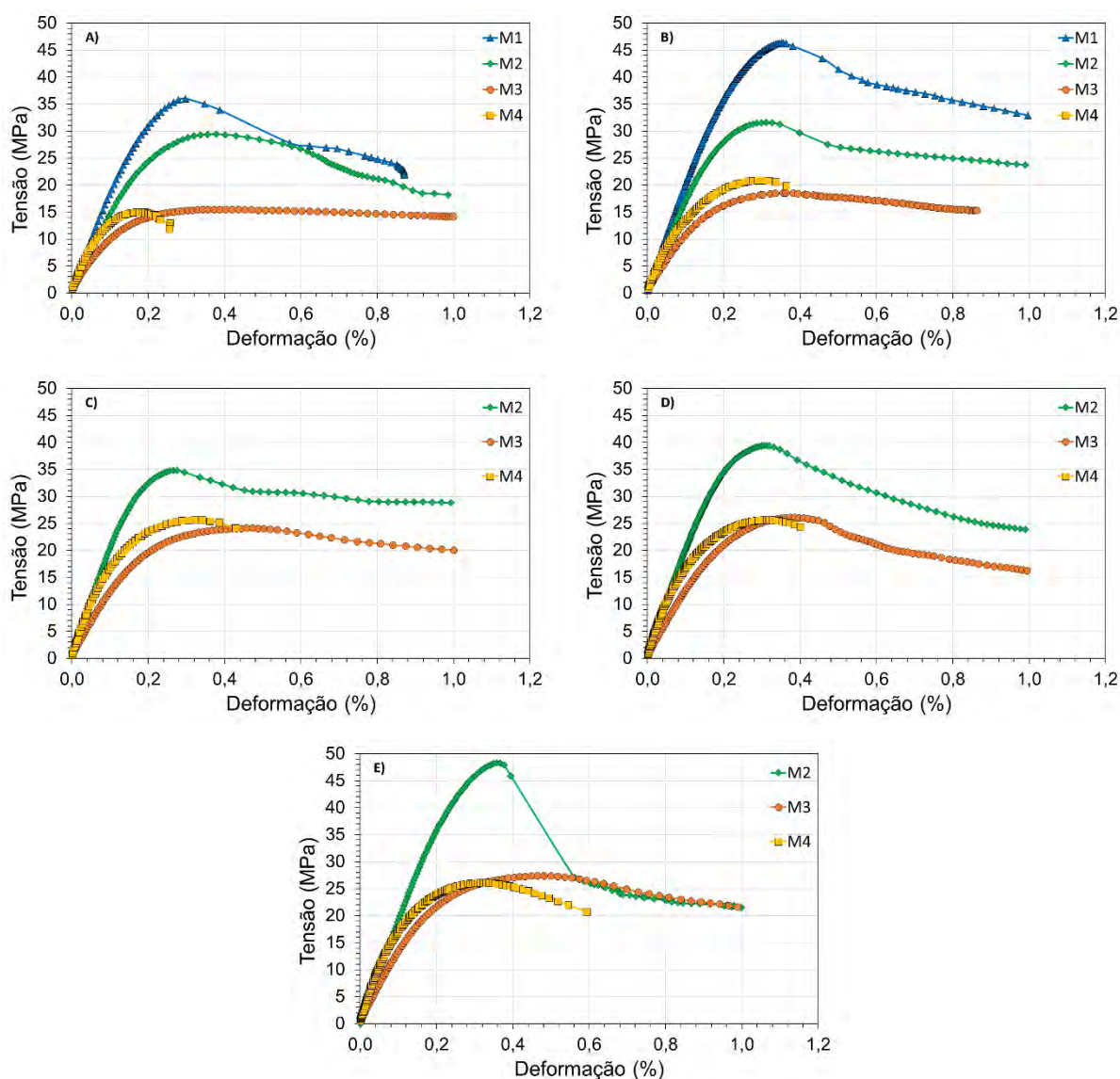


Figura 51 - Gráficos dos ensaios de compressão para diferentes idades. a) 28 dias; b) 91 dias; c) 714 dias; d) 791 dias; e) 1120 dias.

A Tabela 12 representa o desenvolvimento da resistência à compressão, módulo de elasticidade, deformação na tensão máxima e tenacidades na compressão de M1, M2, M3 e M4 ao longo do tempo, obtidos nos ensaios de compressão. Assim foi possível a confecção dos gráficos da Figura 52.

Tabela 12 - Valores médios e desvios padrão do ensaio de compressão das misturas em diferentes idades.

Resistência à compressão (MPa)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	38,07 (0,32)	29,69 (1,52)	16,10 (0,56)	16,17 (0,89)
119	45,59 (3,48)	31,62 (0,82)	18,52 (1,50)	20,34 (0,84)
714	56,45 (5,68)	39,92 (4,47)	25,40 (1,70)	26,00 (0,66)
791	56,94 (1,43)	41,47 (1,36)	25,56 (1,14)	24,29 (1,12)
1120	55,39 (2,24)	44,28 (0,91)	25,85 (1,44)	25,97 (0,68)

Módulo de elasticidade (GPa)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	18,29 (1,12)	15,94 (0,97)	10,39 (0,34)	17,13 (1,88)
119	19,99 (0,42)	17,48 (0,17)	11,37 (0,51)	17,50 (0,80)
714	21,50 (0,80)	19,84 (0,12)	13,69 (0,04)	21,27 (0,12)
791	22,57 (0,11)	20,02 (0,39)	12,52 (0,14)	21,68 (0,23)
1120	22,68 (0,45)	20,03 (0,46)	13,60 (1,50)	21,82 (0,28)

Deformação na tensão máxima (%)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	0,31 (0,03)	0,38 (0,04)	0,43 (0,02)	0,21 (0,08)
119	0,32 (0,03)	0,31 (0,03)	0,38 (0,04)	0,28 (0,03)
714	-	0,28 (0,10)	0,40 (0,01)	0,33 (0,02)
791	-	0,31 (0,02)	0,39 (0,01)	0,29 (0,02)
1120	-	0,32 (0,02)	0,28 (0,14)	0,33 (0,02)

Índice de tenacidade na compressão até 0,5%				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	0,92 (0,03)	0,94 (0,01)	0,94 (0,00)	-
119	0,94 (0,00)	0,93 (0,00)	0,94 (0,01)	-
714	-	0,94 (0,00)	0,94 (0,00)	-
791	-	0,93 (0,00)	0,95 (0,00)	-
1120	-	0,93 (0,01)	0,90 (0,04)	-

Com o passar do tempo, e evolução da reação de hidratação do cimento e cinza volante, é observado um aumento tanto na resistência à compressão, quanto no módulo de elasticidade das diferentes misturas, como pode ser observado, respectivamente, nos gráficos das Figura 52a e da Figura 52b. A mistura M3 apresenta o mais baixo módulo de elasticidade, o que é justificado pela alta porosidade, consequência do maior uso de água na mistura, fazendo com que as amostras se deformem mais durante compressão. E pelo mesmo motivo também é observado que os valores de sua resistência são inferiores aos valores de resistência à compressão de M1 e M2, só sendo comparável a resistência à compressão da mistura M4. No entanto, a mistura M3 tem ganho de 61% ao final de 1120 dias, com base no seu valor aos 28 dias, superior ao desenvolvimento de M1 e M2, respectivamente, 46% e 49%.

Quanto ao desenvolvimento da deformação de pico atingida na tensão máxima, Figura 52c, enquanto a mistura M1 não teve seus valores registrados, por não ter curva tensão *versus* deformação, a mistura M2 reduziu 16% de seu valor de caracterização, aos 28 dias, para a idade de 1120 dias. Já a mistura M3 reduziu 36% na idade de 1120 dias, desde o início do acompanhamento aos 28 dias. Na análise do índice de tenacidade até 0,5%, Figura 52d, as misturas apresentaram desempenho semelhante.

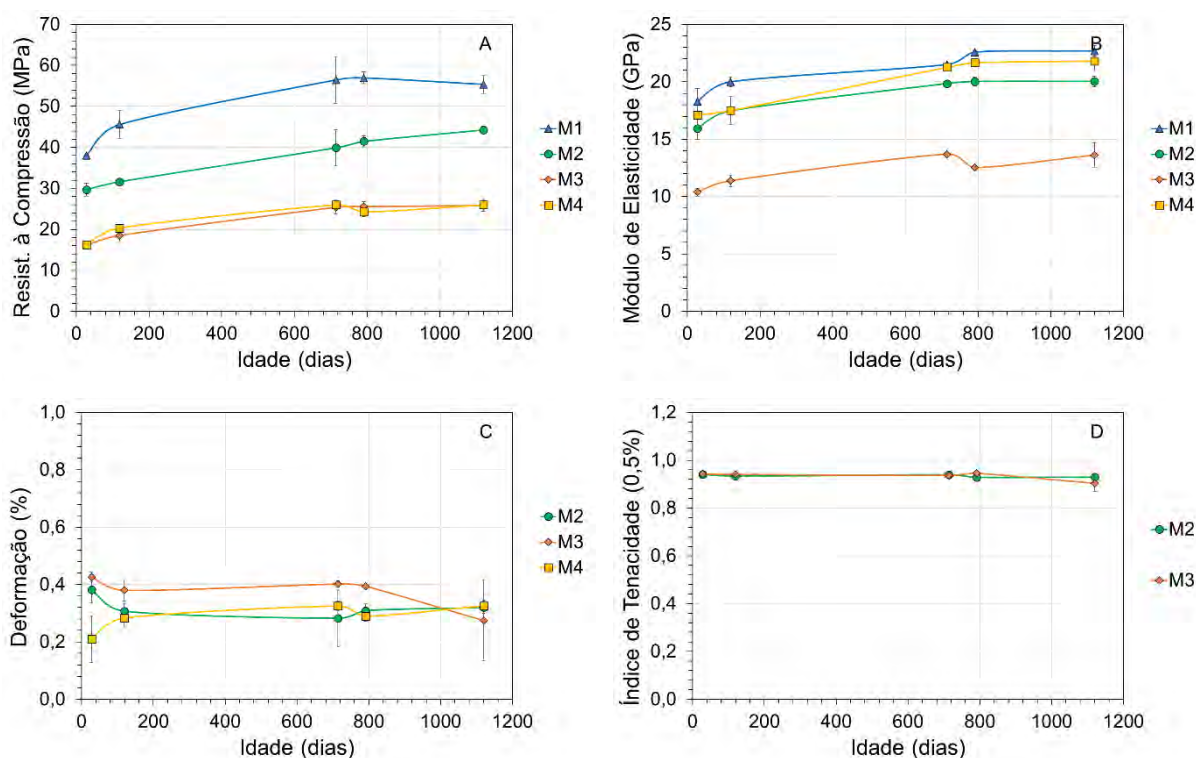


Figura 52 - Gráficos das propriedades ao longo do tempo: a) Resistência à compressão, b) Módulo de elasticidade, c) Índice de tenacidade na compressão até 0,5% de deformação; d) Deformação na tensão máxima.

Na Figura 53, comparando o impacto do teor de cinza na resistência à compressão, enquanto a mistura M1 desenvolve e alcança aos 1120 dias aproximadamente 46% a mais do valor encontrado aos 28 dias, a mistura M2 aumentou 49% de seu valor inicial, para o mesmo período. A M1 inicia com um valor 28% maior que o valor de M2, e essa diferença é maior nas idades intermediárias, passando para 44% aos 119 dias, 41% aos 714 dias, 37% aos 791 dias, e terminando M1 com um valor 25% superior ao de M2.

Para o caso do teor de água, a resistência a compressão de M3 aumenta aproximadamente 60% aos 1120 dias, comparado com a resistência aos 28 dias, enquanto a mistura M2 tem um aumento de 49%. É possível observar ainda que M2 tem um valor aproximado de 69% superior ao de M3 para em todo o tempo de ensaio.

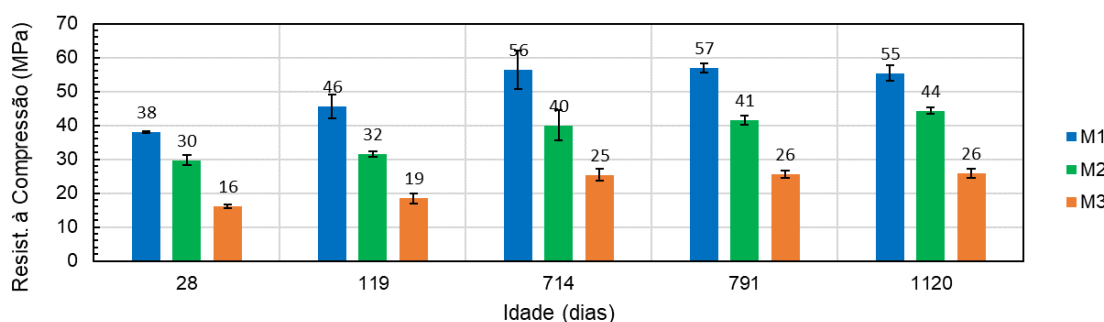


Figura 53 - Comparativa da resistência à compressão de M1, M2 e M3 em diferentes idades.

O impacto do teor de cinza volante (misturas M1 e M2) no desenvolvimento do módulo de elasticidade dos compósitos é apresentado na Figura 54. A mistura M1 apresenta o valor do módulo de elasticidade maior que o da mistura M2 em todas as idades. É possível notar que a diferença entre o módulo de elasticidade das misturas M1 e M2 é a mesma na maior parte do tempo, com valores em torno 13%.

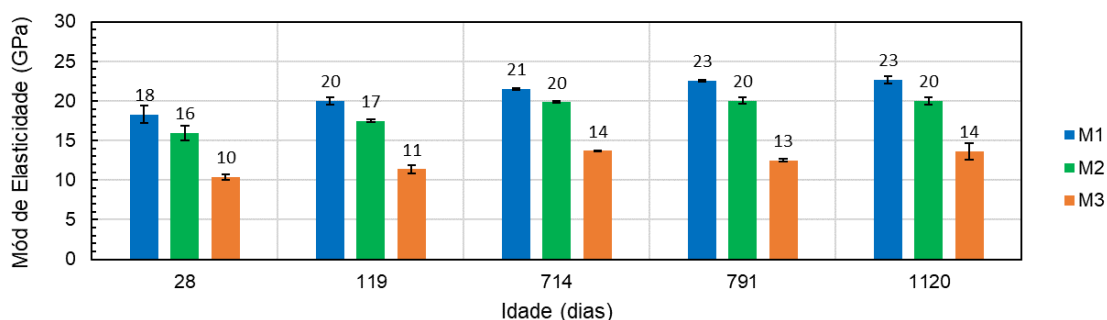


Figura 54 – Comparativo do módulo de elasticidade de M1, M2 e M3 em diferentes idades.

Efeito similar ocorre quando comparado o módulo de elasticidade da mistura M2 com o da mistura M3, com maior teor de água. A mistura M2 apresentou maior módulo de elasticidade que a mistura M3. É notado que a diferença entre os valores do módulo de elasticidade também é aparentemente constante, com uma diferença em torno de 52%.

A Figura 55 apresenta um comparativo da deformação na tensão máxima das misturas M1, M2 e M3. Nas idades de 28 e 119 dias, as misturas M1 e M2 demonstram valores significativamente semelhantes.

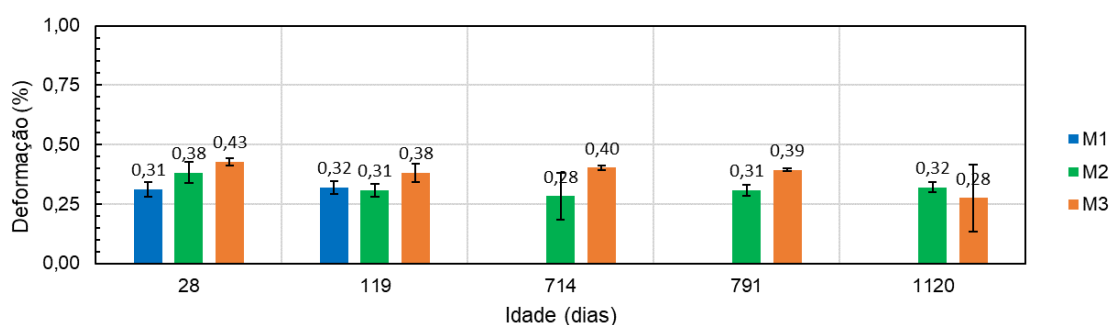


Figura 55 - Análise comparativa da deformação na tensão máxima das misturas M1, M2 e M3 em diferentes idades.

Em relação ao teor de água, podemos observar que a mistura M2 apresentou valores inferiores de deformação na tensão de pico aos encontrados em M3, com uma diferença significativa em 714 dias, onde M2 é 30% menor que M3. No entanto, em relação aos 1120 dias, M2 teve seu valor reduzido em 16% em comparação com M3, o que contraria as expectativas. Devido à maior quantidade de água na mistura, é natural que o compósito M3 apresente um estado endurecido mais poroso em comparação com M2, como confirmado no ensaio de porosidade total. Essa porosidade tende a resultar em valores mais elevados de deformação, pois a deformação está diretamente relacionada à estrutura de poros do material cimentício. Conforme apontado por Chen (2013), a presença de uma maior quantidade de água na mistura resulta em poros maiores no material cimentício endurecido.

A Figura 56 mostra a influência do tempo no índice de tenacidade na compressão, quando a deformação alcança 0,5%. Para a deformação de 0,5% é possível notar valores bem próximos entre as misturas, e essa similaridade é confirmada quando se faz o estudo de variância.

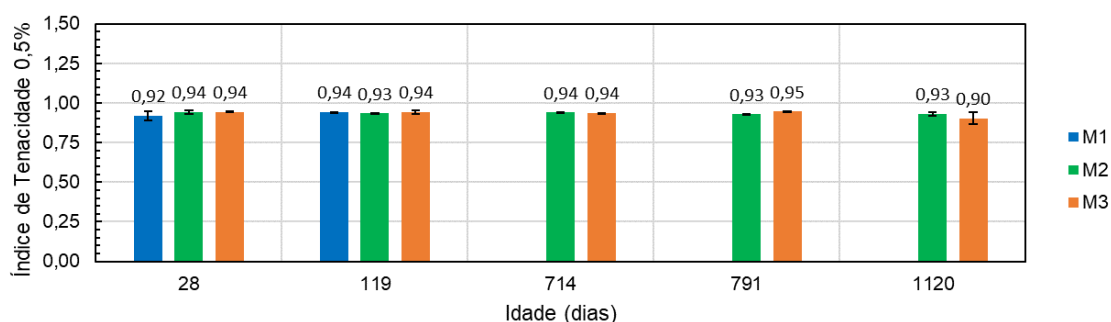


Figura 56 - Comparativo do efeito do tempo no índice de tenacidade até deformação de 0,5% das misturas M1, M2 e M3.

Resultados da análise de variância entre as misturas M1 e M2 são sumarizados na Tabela 13, e na Tabela 14 é observada a análise de variância entre as misturas M2 e M3. As tabelas contêm a identificação visual de um visto verde, ✓, quando são valores significativamente semelhantes e um ✗ vermelho quando diferentes estatisticamente diferentes.

Tabela 13 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de resistência axial das misturas M1 e M2 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.

Análise de Variância entre misturas M1 e M2				
Tempo (dias)	Resistência à Compressão	Módulo de Elasticidade	Deformação de Pico	Índice de Tenacidade
28	Diferentes ✗	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓
119	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Iguais ✓	Iguais ✓
714	Diferentes ✗	Iguais ✓	-	-
791	Diferentes ✗	Diferentes ✗	-	-
1120	Diferentes ✗	Diferentes ✗	-	-

Tabela 14 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de resistência axial das misturas M2 e M3 que foram curadas em água com hidróxido de cálcio.

Análise de Variância entre misturas M2 e M3				
Tempo (dias)	Resistência à Compressão	Módulo de Elasticidade	Deformação de Pico	Índice de Tenacidade
28	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Iguais ✓	Iguais ✓
119	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Iguais ✓
714	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Iguais ✓
791	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Iguais ✓
1120	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Iguais ✓	Iguais ✓

3.3.2 Flexão

Os gráficos da Figura 57 retratam as curvas típicas dos resultados dos ensaios de flexão, para cada mistura e idade de cura. Na Tabela 15 são colocados os valores médios, com os desvios padrão, da tensão e deflexão de primeira fissura, tensão máxima pós fissuração, capacidade de deflexão e tenacidade, os quais foram obtidos através das curvas encontradas nos ensaios. Os valores de tenacidade foram obtidos pela medida da área formada abaixo das curvas tensão x deflexão até o ponto de deflexão máxima pós fissuração.

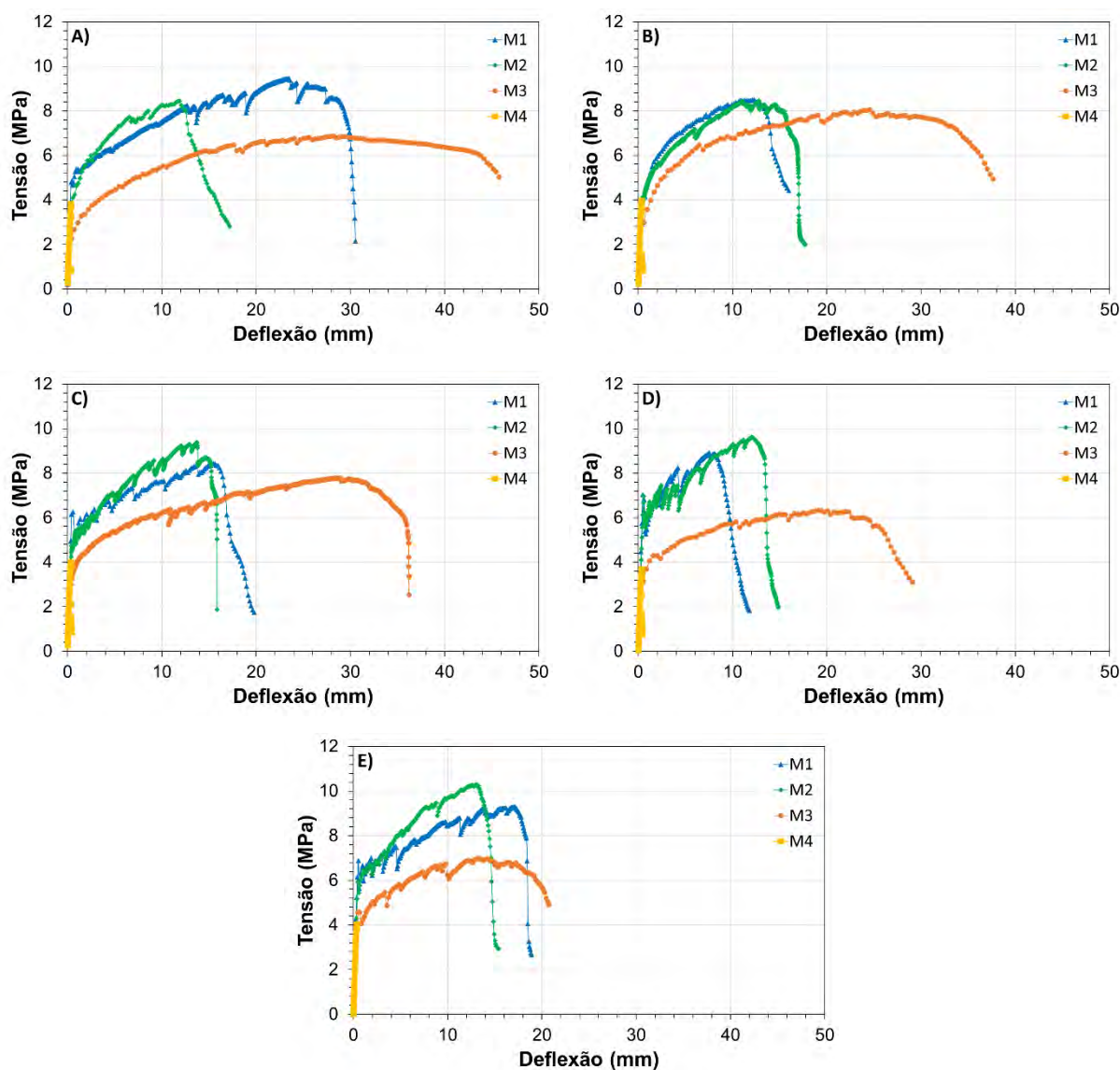


Figura 57 – Curvas típicas tensão versus deflexão obtidas nos ensaios de flexão para cada mistura em cada tempo de cura. A) 28 dias; B) 119 dias; C) 714 dias; D) 791 dias; e E) 1120 dias.

Os gráficos da Figura 58 mostram o desenvolvimento ao longo do tempo da tensão de primeira fissura (Figura 58a), deflexão na primeira fissura (Figura 58b), tensão máxima (Figura 58c), capacidade de deflexão (Figura 58d) e tenacidade (Figura 58e) das misturas estudadas. Cada curva é definida pelos pontos médios dessas propriedades. De uma forma geral, tanto a tensão de primeira fissura, quanto a tensão máxima têm um leve aumento com o aumento do tempo de cura, enquanto a deflexão de primeira fissura, deflexão máxima e tenacidade são reduzidos.

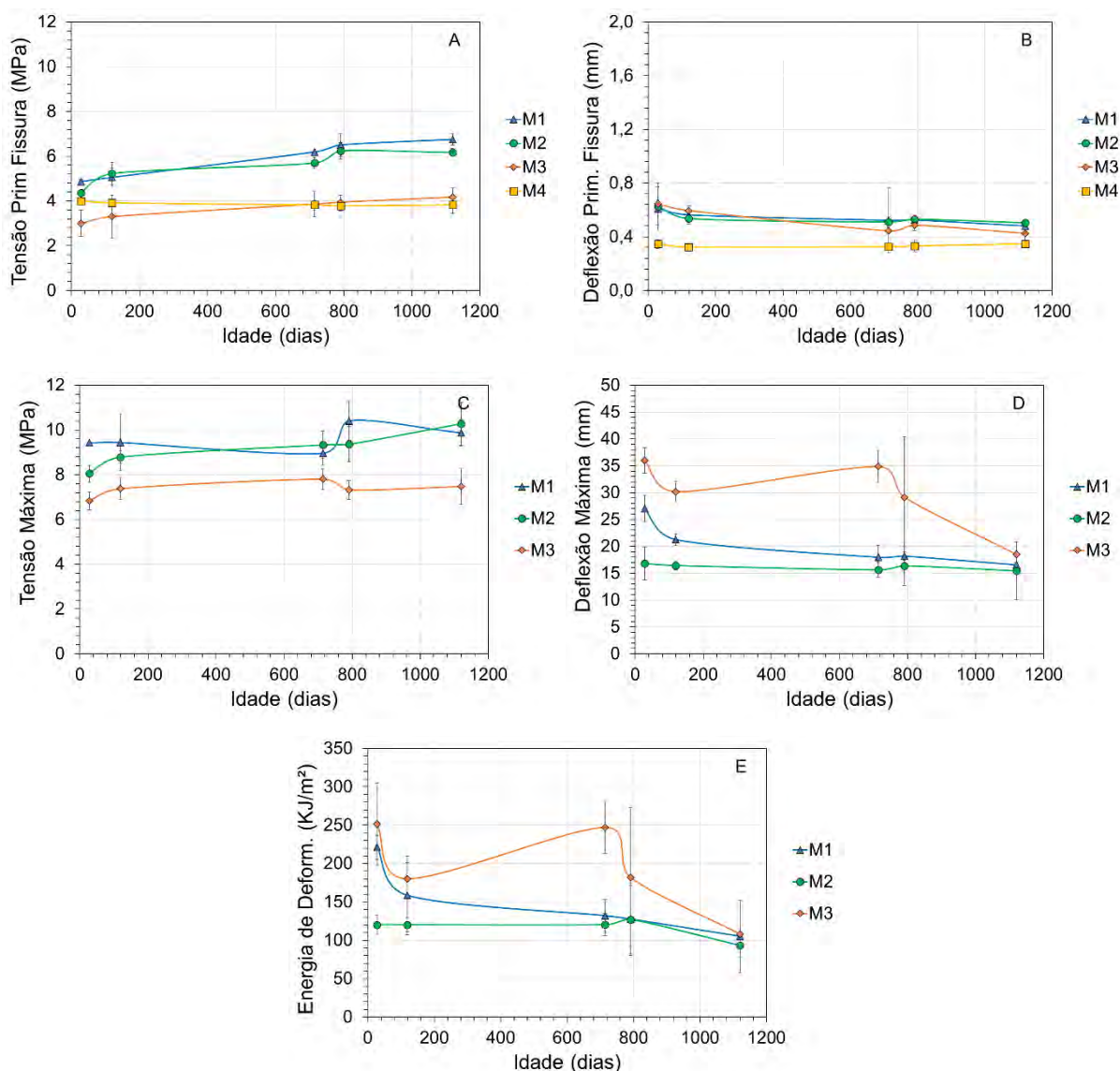


Figura 58 – Curvas da A) Tensão na primeira fissura; B) Deflexão na primeira fissura; C) Tensão máxima; D) Deflexão máxima e E) Energia de deformação ao longo do tempo.

Tabela 15 - Valores médios e desvios padrão do ensaio de flexão das misturas ao longo do tempo.

Tensão primeira fissura (MPa)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	4,87 (0,09)	4,36 (0,10)	3,00 (0,59)	4,01 (0,13)
119	5,06 (0,41)	5,23 (0,49)	3,31 (0,95)	3,93 (0,06)
714	6,19 (0,02)	5,70 (0,25)	3,86 (0,56)	3,83 (0,22)
791	6,50 (0,53)	6,24 (0,36)	3,94 (0,32)	3,79 (0,22)
1120	6,75 (0,27)	6,17 (0,17)	4,17 (0,43)	3,84 (0,38)

Deflexão primeira fissura (mm)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	0,61 (0,16)	0,63 (0,05)	0,65 (0,16)	0,35 (0,03)
119	0,56 (0,07)	0,54 (0,03)	0,60 (0,01)	0,33 (0,01)
714	0,52 (0,24)	0,51 (0,04)	0,45 (0,02)	0,33 (0,01)
791	0,53 (0,03)	0,53 (0,02)	0,49 (0,04)	0,33 (0,04)
1120	0,48 (0,02)	0,50 (0,01)	0,43 (0,05)	0,35 (0,02)

Tensão máxima pós fissuração (MPa)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	9,42 (0,03)	8,06 (0,37)	6,84 (0,41)	-
119	9,44 (1,27)	8,78 (0,28)	7,38 (0,49)	-
714	8,96 (0,53)	9,33 (0,61)	7,80 (0,47)	-
791	10,41 (0,87)	9,36 (0,78)	7,32 (0,43)	-
1120	9,87 (0,58)	10,27 (0,96)	7,48 (0,80)	-

Deflexão máxima (mm)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	27,02 (2,46)	16,78 (3,08)	36,02 (2,36)	-
119	21,27 (1,08)	16,41 (0,76)	30,19 (1,98)	-
714	17,97 (2,26)	15,61 (1,32)	34,87 (2,99)	-
791	18,18 (0,70)	16,34 (3,64)	29,15 (11,17)	-
1120	16,56 (0,45)	15,42 (5,37)	18,51 (0,55)	-

Tenacidade na flexão (KJ/m²)				
Tempo (dias)	M1	M2	M3	M4
28	221,16 (15,41)	119,87 (12,40)	251,39 (53,96)	0,81 (0,07)
119	158,59 (51,36)	120,09 (8,81)	180,04 (21,14)	0,73 (0,05)
714	132,03 (21,15)	120,24 (14,36)	246,89 (33,91)	0,76 (0,05)
791	127,59 (47,60)	126,93(44,24)	181,96 (90,56)	0,76 (0,12)
1120	105,20 (47,05)	93,18 (15,54)	107,85 (2,57)	0,78 (0,09)

A Figura 59 ilustra como a tensão na primeira fissura se comporta ao longo do tempo para os compósitos M1, M2 e M3. Ao fazer uma análise quanto ao teor de cinza, é possível observar que, por mais que M1 seja ligeiramente superior a M2 em todas as idades, o aumento da tensão na primeira fissura da mistura M1, ao longo do tempo, é similar ao da mistura M2. Enquanto M1 teve um ganho de 39% na tensão de primeira fissura, na idade de 1120 dias, M2 teve um ganho de 42%, de acordo com a correlação efetuada por Huo *et al.* (2022), onde ECC/SHCC com maiores resistências à compressão desenvolvem maiores valores de tensão de primeira fissura.

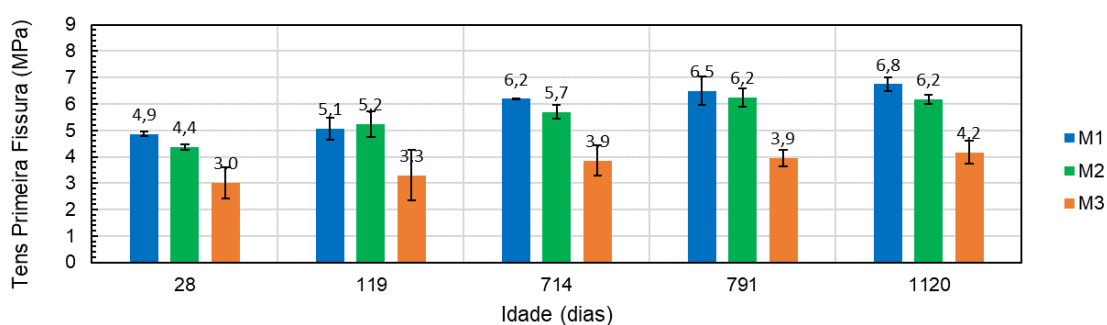


Figura 59 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na tensão de primeira fissura dos compósitos nas misturas M1, M2 e M3.

Já na comparação de M2 com M3, sobre o teor de água na mistura, é possível notar que a mistura M3 teve um ganho menor de resistência de primeira fissura que a mistura M2. Além disso, aos 28 dias, a tensão de primeira fissura da mistura M2 é 45% superior à de M3 e, aos 1192 dias, é 48% superior. Este comportamento de M3 condiz com o esperado para uma mistura com maior do teor de água, uma vez que o teor de água impacta diretamente na resistência do material.

Já para a deflexão na primeira fissura, vista na Figura 60, após a verificação da análise de variância, é observado que a mistura M1 e M2 são significativamente semelhantes entre si em cada tempo de ensaio, bem como as misturas M2 e M3 também são.

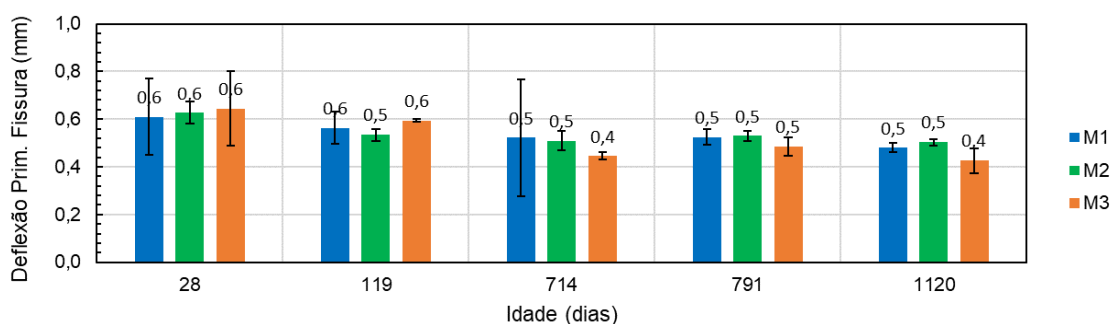


Figura 60 - Comparativo do efeito do teor de cinza volante e água na deflexão de primeira fissura das misturas M1, M2 e M3.

Nos gráficos das Figura 61 e Figura 62 são vistos, respectivamente, a influência do teor de cinza volante e água na tensão máxima e deflexão máxima dos compósitos. No que diz respeito à tensão máxima, é visto que a mistura M1 apresenta, aos 28 dias, um valor 14% superior ao encontrado para M2, e essa superioridade não se mantém para as idades seguintes, tornando a propriedade de ambas as misturas estatisticamente semelhantes. Para o caso da deflexão máxima, o valor de M1, aos 28 dias, é 38% superior ao de M2, e, aos 1120 dias de idade, é reduzido para 7% superior ao valor de M2.

Em relação ao efeito do teor de água na tensão máxima, a mistura M2 inicia com valor 15% superior ao encontrado para M3, e essa diferença aumenta lentamente conforme o avanço da idade, até que na idade de 1120 dias, a mistura M2 possui um valor 27% superior ao encontrado para M3. Um movimento inverso é encontrado na propriedade de deflexão máxima, onde os valores de M3 são superiores em todas as idades, no entanto, a diferença reduz ao longo do tempo, iniciando com 53% superior ao M2 e terminando, aos 1120 dias, com valor 17% superior.

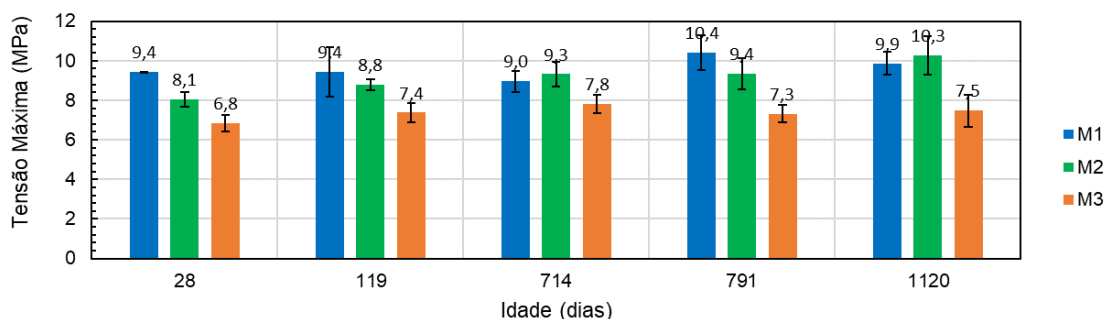


Figura 61 - Efeito do teor de cinza volante e água na tensão máxima ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.

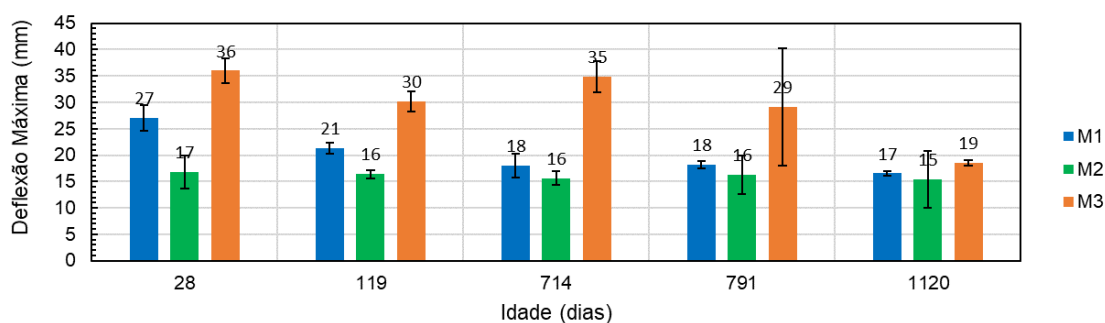


Figura 62 - Efeito do teor de cinza volante e água na deflexão máxima ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.

Através do desempenho da mistura M3 é possível pontuar que o maior uso de água na mistura produz amostras com menor resistência, seja para primeira fissura ou para tensão máxima suportada pelo material. Esse comportamento pode ser explicado pelo maior deslizamento das fibras e uma matriz com maior volume de poros, diminuindo a resistência interfacial entre fibra e matriz. Como observado em M1 e M2, uma matriz com maior densificação aloca maior resistência tanto na primeira fissura, quanto em sua resistência máxima. Assim, o fato da mistura M3 ter capacidade de obter valores mais elevados de deflexão ao longo de todo o período de hidratação, pode ser explicado pela menor densificação da matriz, o que possibilitou, ao invés do rompimento, o escorregamento das fibras e aberturas de novas fissuras, em concordância com o estabelecido em Zhao *et al.* (2022).

A Figura 63 mostra a energia de deformação, ou tenacidade, das misturas M1, M2 e M3. É possível notar certa similaridade entre o gráfico de deflexão máxima e o de tenacidade, já que o valor de tenacidade é impactado diretamente pelo valor de deflexão máxima alcançado pelas amostras durante o ensaio de flexão.

Na perspectiva da influência do teor de cinza volante na propriedade de tenacidade, a mistura M1 tem valores superiores aos de M2 nas idades de 28 dias e 119 dias, 49% e 24%, respectivamente, porém, nas idades seguintes ambas as misturas possuem valores semelhantes, após a verificação através de análise de variância.

Para o caso do teor de água utilizada nas misturas e sua influência na propriedade de tenacidade, os valores de M3 são superiores aos de M2, no entanto, a diferença oscila ao longo do tempo. Por exemplo, aos 28 dias, o valor de M3 é 52% superior ao de M2, e aos 1120 dias de idade, o valor de M3 é 14% superior ao de M2.

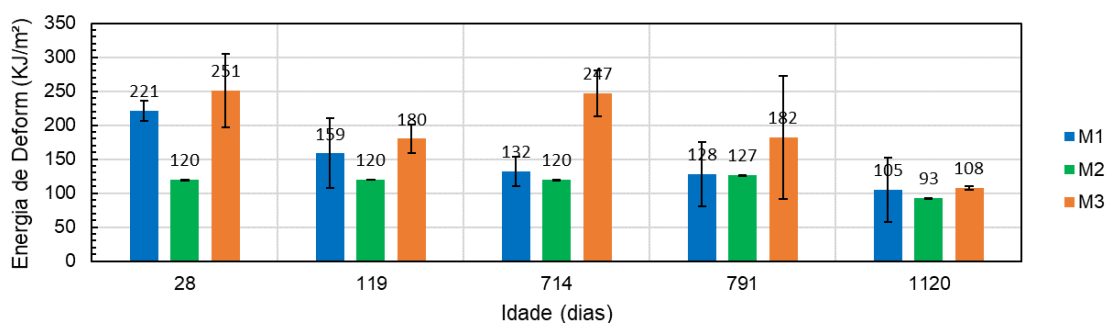


Figura 63 - Efeito do teor de cinza volante e água na energia de deformação ao longo do tempo das misturas M1, M2 e M3.

Resultados da análise de variância entre as misturas M1 e M2 são sumarizados na Tabela 16, e na Tabela 17 é observada a análise de variância entre as misturas M2 e M3. As tabelas contêm a identificação visual de um visto verde, ✓, quando são valores significativamente semelhantes e um ✗ vermelho quando diferentes estatisticamente diferentes.

Tabela 16 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de flexão das misturas M1 e M2 curadas em água com hidróxido de cálcio.

Análise de Variância entre misturas M1 e M2						
Tempo (dias)	Tens. Prim. Fissura	Defl. Prim. Fissura	Tensão Máxima	Deflexão Máxima	Tenacidade	
28	Diferentes ✗	Iguais ✓	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗	
119	Diferentes ✗	Iguais ✓	Iguais ✓	Diferentes ✗	Diferentes ✗	
714	Diferentes ✗	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	
791	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	
1120	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	Iguais ✓	

Tabela 17 - Análise de variância dos valores médios das propriedades do ensaio de flexão das misturas M2 e M3 curadas em água com hidróxido de cálcio.

Análise de Variância entre misturas M2 e M3					
Tempo (dias)	Tens. Prim. Fissura	Defl. Prim. Fissura	Tensão Máxima	Deflexão Máxima	Tenacidade
28	Diferentes ✗	Iguais ✓	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗
119	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗
714	Diferentes ✗	Iguais ✓	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗
791	Diferentes ✗	Iguais ✓	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗
1120	Diferentes ✗	Iguais ✓	Diferentes ✗	Diferentes ✗	Diferentes ✗

4 DURABILIDADE DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS EM AMBIENTES COM SULFATO

A durabilidade das diferentes misturas foi avaliada após o envelhecimento em soluções de sulfato de sódio e de magnésio. As amostras foram colocadas nas soluções aos 28 dias de idade, período pelo qual as mesmas estavam em câmara úmida, e permaneceram em soluções por 91, 686, 763 e 1092 dias (13, 98, 109 e 156 semanas). Após envelhecimento, as amostras foram testadas para determinação das propriedades físicas, mecânicas e de expansão por sulfato. Os resultados das propriedades residuais, após o envelhecimento, foram comparados com as propriedades de misturas com a mesma idade (119, 714, 791 e 1120 dias) e curadas em solução de hidróxidos de cálcio. Na Figura 64 é apresentado um esquema ilustrativo com os tempos utilizados nos ensaios.

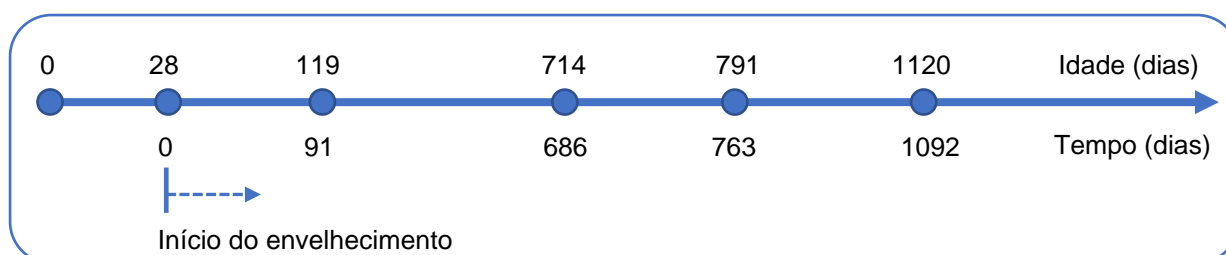


Figura 64 – Esquema de tempos de ensaios utilizados

As propriedades das misturas curadas em hidróxido de cálcio e ensaiadas nas mesmas idades das amostras deterioradas, já foram apresentadas e discutidas no item 3. Elas serão utilizadas aqui somente para comparação e análise da deterioração.

4.1 Durabilidade frente ao sulfato de sódio

4.1.1 Aspecto visual

4.1.1.1 Mistura M1

A Figura 65 mostra os corpos de prova da mistura M1 que foram curadas em hidróxido de cálcio à esquerda, e as amostras que foram submetidas em solução de sulfato de sódio à direita, por diferentes tempos: 91, 686, 763 e 1092 dias. Com exceção do próprio composto de hidróxido de cálcio e do sulfato de sódio que permaneceram nas respectivas amostras mesmo após a lavagem em água corrente, não foi possível observar diferenças visuais nas amostras.

4.1.1.2 Mistura M2

Assim como acontece com M1, pouco se observa de diferença entre as amostras da mistura M2 que ficaram imersas em hidróxido de cálcio e sulfato de sódio, como mostram as imagens da Figura 66.

4.1.1.3 Mistura M3

A mistura M3 segue o que foi observado nas duas misturas anteriores, pouca ou nenhuma diferença visual entre amostras sulfatadas e hidratadas, como mostram as imagens da Figura 67.

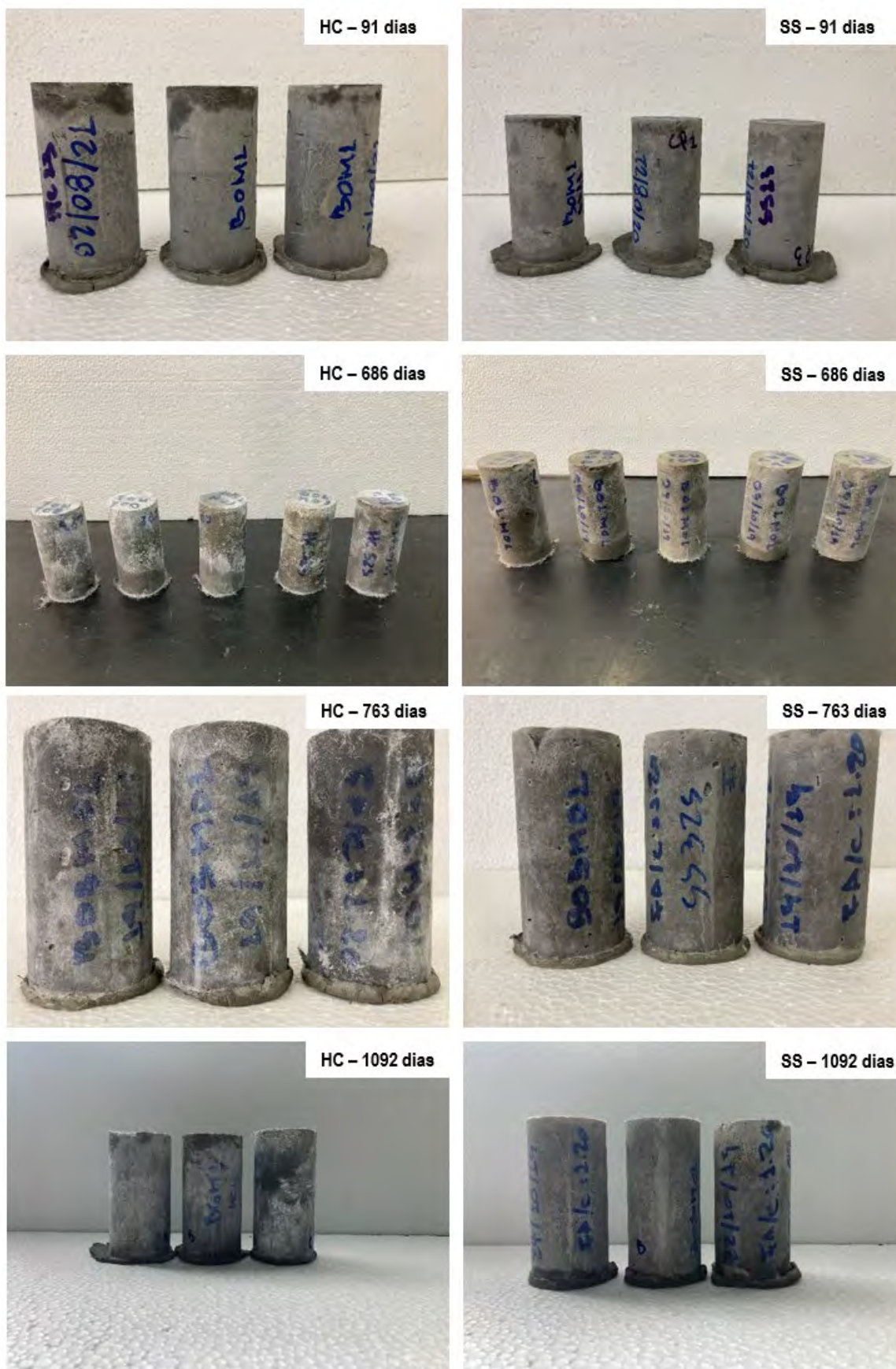


Figura 65 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M1 após a imersão em soluções de hidróxido de cálcio (à esquerda) e sulfato de sódio (à direita), para os respectivos tempos.

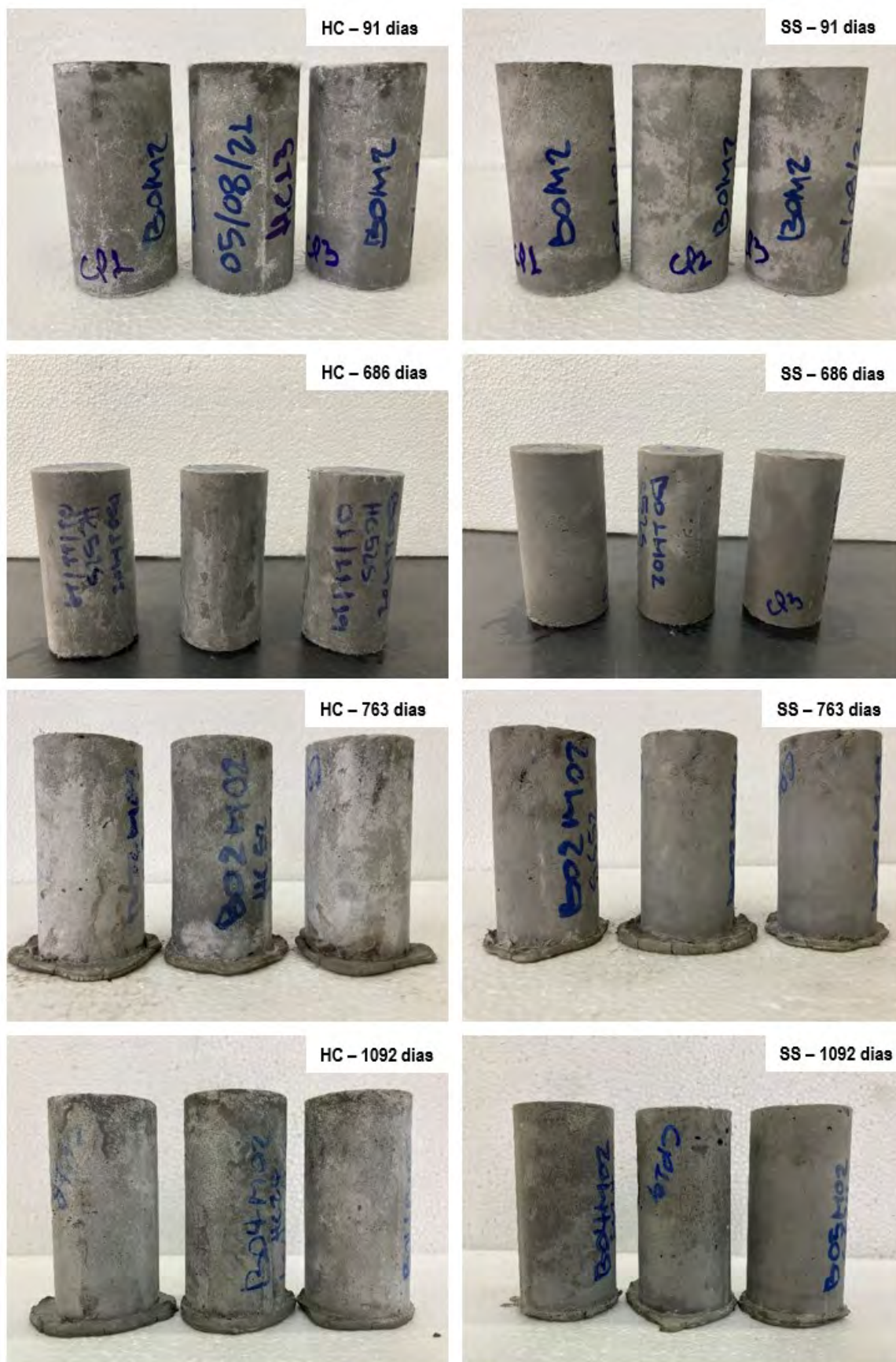


Figura 66 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M2 após a imersão em soluções de hidróxido de cálcio (à esquerda) e sulfato de sódio (à direita), para os respectivos tempos.

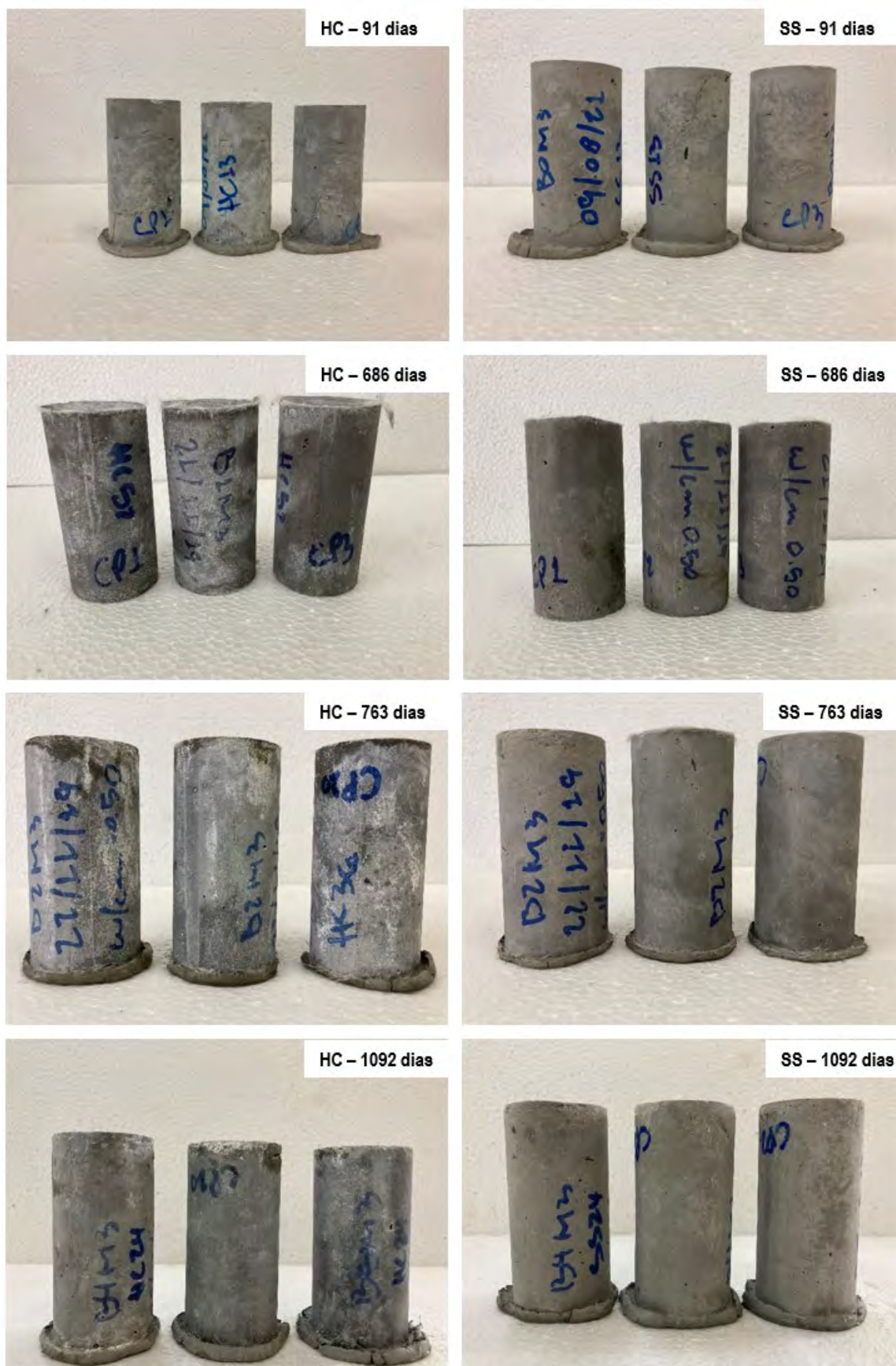


Figura 67 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M3 após a imersão em soluções de hidróxido de cálcio (à esquerda) e sulfato de sódio (à direita), para os respectivos tempos.

4.1.1.4 Mistura M4

Em visitas periódicas ao laboratório para troca e renovação das soluções, foi observado que após 161 dias de imersão das amostras da mistura M4, em solução de sulfato de sódio, as deteriorações das amostras já eram bem nítidas, como vistas na Figura 68A, nas regiões superiores e inferiores de corpos de prova cilíndricos. Em uma outra visita, com 239 dias transcorridos desde a imersão em sulfato de sódio, muitas amostras já tinham se deteriorado para uma massa disforme, como observado na Figura 68B.



Figura 68 – Imagens com o aspecto das amostras da mistura M4 após a imersão em soluções de sulfato de sódio aos 161 dias (A) e 239 dias (b).

4.1.2 Propriedades físicas

Com os valores das Tabela 18 até a Tabela 21 é possível analisar a influência da exposição ao sulfato de sódio nas propriedades físicas de cada mistura. Os valores médios de absorção de água, porosidade e massa específica das misturas, quando expostas ao sulfato de sódio, são confrontados com os valores esperados das mesmas propriedades, quando não estão em ambiente agressivo, como no caso da hidratação em água com hidróxido de cálcio.

Considerando os valores apresentados na Tabela 18, que dizem respeito à absorção de água do material, e com a análise de variância das médias e desvios padrão é possível pontuar que as misturas M1, M2 e M3 não sofreram degradação que influenciasse essa propriedade em específico, pois os valores de absorção de

água das amostras imersas em sulfato de sódio foram significativamente semelhantes aos encontrados para as amostras das mesmas misturas em água, identificados pelo sinal de visto verde, ✓, entre os valores de sulfato de sódio e de hidróxido de cálcio que são significativamente semelhantes. Com a mistura M4 também não foi encontrada diferença entre os valores de absorção de água entre amostras no sulfato de sódio e na água com hidróxido de cálcio, na idade de 91 dias. No entanto, para as idades seguintes não foi possível a verificação, uma vez que o material já tinha sofrido deterioração, como explicado no item 4.1.1.4.

Tabela 18 - Valores médios e desvios padrão da absorção das amostras submetidas ao sulfato de sódio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Absorção de água (%)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	11,34 (0,33)	✓	11,34 (0,33)	12,48 (0,72)	✓	12,48 (0,72)	22,04 (2,00)	✓	22,04 (2,00)	13,30 (0,22)	✓	13,30 (0,22)
91	6,31 (0,03)	✓	5,93 (0,19)	8,54 (1,38)	✓	8,64 (0,07)	15,32 (1,15)	✓	13,84 (0,05)	10,38 (0,03)	✓	11,03 (0,21)
686	3,31 (0,13)	✓	3,38 (0,19)	2,32 (0,08)	✓	2,05 (0,14)	8,64 (0,30)	✓	7,63 (0,42)	-	-	-
763	3,14 (0,26)	✓	3,72 (0,17)	1,98 (0,08)	✓	2,33 (0,67)	8,06 (0,71)	✓	7,11 (0,83)	-	-	-
1092	3,88 (0,72)	✓	3,52 (0,72)	1,89 (0,36)	✓	2,49 (0,03)	9,76 (0,77)	✓	8,26 (0,58)	-	-	-

A Tabela 19 descreve os valores médios da porosidade total das amostras de todas as misturas submetidas ao sulfato de sódio (SS) e curadas em água com hidróxido de cálcio (HC) pelo mesmo período. Bem como o caso da absorção de água, as misturas M1, M2 e M3 não tiveram diferenças significativas quando se confronta os valores das amostras SS com HC, o mesmo acontece para M4 na idade de 91 dias. Porém, para M4 não foi possível a verificação da porosidade do material nas outras idades, pois houve a completa deterioração das amostras, como abordado em 4.1.1.4.

Tabela 19 - Valores médios e desvios padrão da porosidade total das amostras submetidas ao sulfato de sódio e curadas em hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Porosidade Total (%)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	19,96 (0,69)	✓	19,96 (0,69)	21,29 (1,03)	✓	21,29 (1,03)	32,43 (2,20)	✓	32,43 (2,20)	23,13 (0,32)	✓	23,13 (0,32)
91	11,75 (0,12)	✓	11,05 (0,26)	14,61 (2,20)	✓	14,86 (0,19)	24,10 (1,31)	✓	21,84 (0,06)	19,47 (0,08)	✓	20,22 (0,27)
686	6,16 (0,23)	✓	6,24 (0,31)	4,44 (0,15)	✓	3,94 (0,28)	14,54 (0,28)	✓	13,00 (0,65)	-	-	-
763	5,79 (0,49)	✓	6,91 (0,29)	3,42 (0,14)	✓	4,29 (1,16)	13,19 (0,79)	✓	11,93 (1,20)	-	-	-
1092	7,69 (1,31)	✓	6,97 (1,32)	3,99 (1,30)	✓	4,85 (0,09)	16,54 (1,11)	✓	14,82 (0,91)	-	-	-

Para o caso da massa específica real, com os dados apresentados na Tabela 20 e a análise de variância, é observado que ao longo dos ensaios a massa específica real da mistura M1 não sofreu alterações significativas quando expostas ao SS, identificada pelo sinal de visto verde, ✓, na tabela. Já a mistura M2 apresentou uma leve diferença significativa (-7,25%) apenas em 763 dias, quando comparada com as amostras curadas em HC, identificada pelo sinal de X vermelho na tabela. As amostras da mistura M3 em SS tem valores significativamente semelhantes as amostras em HC, até a idade de 763 dias, no entanto em 1092 dias o valor de M3 em SS é ligeiramente inferior (-3,79%) ao valor de HC no mesmo período.

Tabela 20 - Valores médios e desvios padrão da massa específica real das amostras submetidas ao sulfato de sódio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Massa Específica Real (g/cm ³)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	2,20 (0,03)	✓	2,20 (0,03)	2,17 (0,01)	✓	2,17 (0,01)	2,18 (0,02)	✓	2,18 (0,02)	2,26 (0,00)	✓	2,26 (0,00)
91	2,11 (0,01)	✓	2,09 (0,01)	2,02 (0,01)	✓	2,03 (0,00)	2,07 (0,01)	✓	2,02 (0,00)	2,33 (0,02)	✓	2,30 (0,01)
686	1,98 (0,00)	✓	1,97 (0,00)	2,01 (0,00)	✓	2,00 (0,01)	1,97 (0,02)	✓	1,96 (0,01)	-	-	-
763	1,96 (0,02)	✓	2,00 (0,00)	1,79 (0,01)	X	1,93 (0,01)	1,89 (0,02)	✓	1,93 (0,02)	-	-	-
1092	2,15 (0,01)	✓	2,14 (0,01)	2,07 (0,01)	✓	2,05 (0,01)	2,03 (0,01)	X	2,11 (0,01)	-	-	-

A massa específica seca é vista na Tabela 21, e tanto a mistura M1 quanto a mistura M3 mantêm suas propriedades ao longo dos ensaios, não sendo possível observar qualquer diferença significativa quando se faz o estudo da análise de variância. Já para a mistura M2 é possível observar uma diferença entre os valores de SS e HC, nas idades de 763 e 1092 dias. A mistura M2, quando imersa em sulfato de sódio apresenta, aos 763 dias, uma redução de 6,5%, e aos 1092 dias, um ganho de 3,6%, quando comparada as amostras curadas em água com hidróxido de cálcio, apesar de serem valores baixos essa ocorrência pode ser explicada, possivelmente, como resultado da reação de íons de sulfato nos poros.

Tabela 21 - Valores médios e desvios padrão da massa específica seca das amostras submetidas ao sulfato de sódio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Massa Específica Seca (g/cm ³)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS		HC	SS		HC	SS		HC	SS		HC
0	1,76 (0,03)	✓	1,76 (0,03)	1,71 (0,02)	✓	1,71 (0,02)	1,47 (0,03)	✓	1,47 (0,03)	1,75 (0,00)	✓	1,75 (0,00)
91	1,86 (0,01)	✓	1,86 (0,04)	1,71 (0,02)	✓	1,72 (0,01)	1,57 (0,03)	✓	1,58 (0,00)	1,87 (0,06)	✓	1,83 (0,01)
686	1,86 (0,00)	✓	1,85 (0,01)	1,92 (0,00)	✓	1,92 (0,00)	1,68 (0,03)	✓	1,70 (0,01)	-		-
763	1,85 (0,01)	✓	1,86 (0,01)	1,73 (0,00)	✗	1,85 (0,06)	1,64 (0,03)	✓	1,70 (0,04)	-		-
1092	1,98 (0,03)	✓	1,99 (0,04)	2,00 (0,00)	✗	1,93 (0,03)	1,69 (0,02)	✓	1,74 (0,02)	-		-

4.1.2.1 Influência do teor de água e cinza volante nas misturas

A Figura 69 ilustra o comportamento das misturas M1, M2, M3 e M4 quando expostas a uma solução de sulfato de sódio. Ao analisar o efeito do teor de cinza volante na absorção de água dos compósitos M1 e M2, observa-se que, nos tempos 0 e 91 dias de envelhecimento, a mistura M2 apresenta uma absorção de água ligeiramente maior do que a M1, registrando valores de 9% e 26%, respectivamente. No entanto, acontece uma redução gradual ao longo do tempo para ambas as misturas, com uma taxa de redução da absorção de água mais rápida para o

compósito M2, em comparação com o M1, e assim, após 1092 dias, a absorção de água do M2 é 50% inferior à do M1.

Para a influência do teor de água (mistura M2 e M3) na absorção, é possível encontrar um valor de M3 superior ao de M2 em todos os tempos de envelhecimento, sendo 43% superior no tempo 0, passando por 44%, 73%, 75% e terminando em 81%, para as idades de 91, 686, 763 e 1092 dias, respectivamente.

Assim, como visto anteriormente, o envelhecimento das amostras das misturas M1, M2 e M3 em solução de sulfato de sódio, não causou uma deterioração significativa na absorção de água dos compósitos, já que os valores de absorção de água de M1SS com M1HC, M2SS com M2HC e M3SS com M3HC, são significativamente semelhantes. Então, podemos considerar que o maior teor de cinza ou de água nas misturas não teve uma influência significativa no efeito do sulfato de sódio nas misturas.

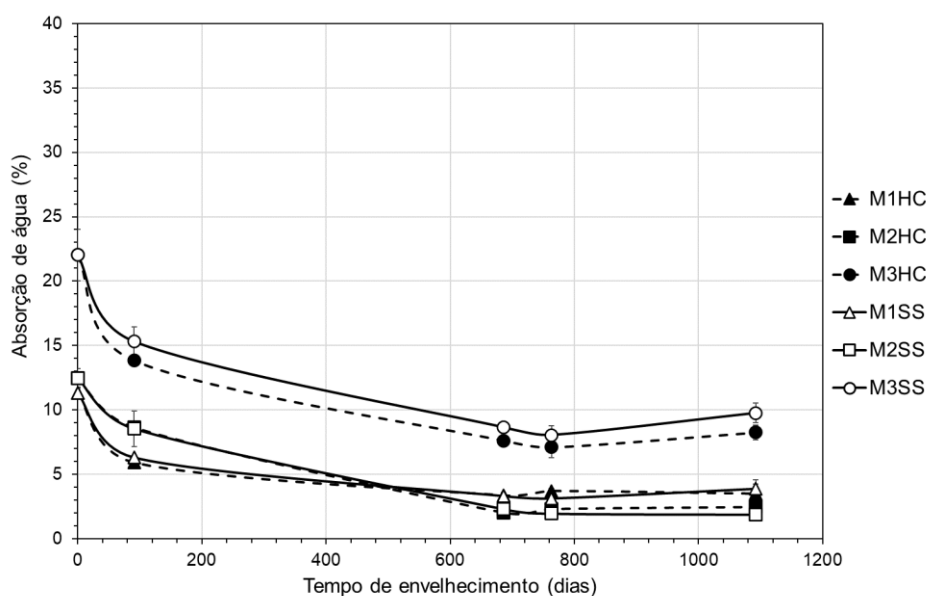


Figura 69 - Curva absorção de água vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

O gráfico da Figura 70 mostra as curvas de porosidade das misturas M1, M2 e M3 imersas em SS e HC, pelo mesmo período.

Como visto anteriormente, as misturas M1, M2 e M3 tem valores de porosidade numericamente semelhantes quando imersas em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, o que também pode ser observado no padrão das curvas SS e HC do gráfico.

A similaridade numérica entre os valores de porosidade das curvas SS e HC pode, então, significar que o comportamento não se alterou do esperado quando submetido à cura em HC, assim, tanto o aumento do teor de cinza volante, como na mistura M2, quanto o aumento do teor de água, visto na mistura M3, não traduziram em um desempenho diferente quando considerada a propriedade de porosidade na imersão em sulfato de sódio.

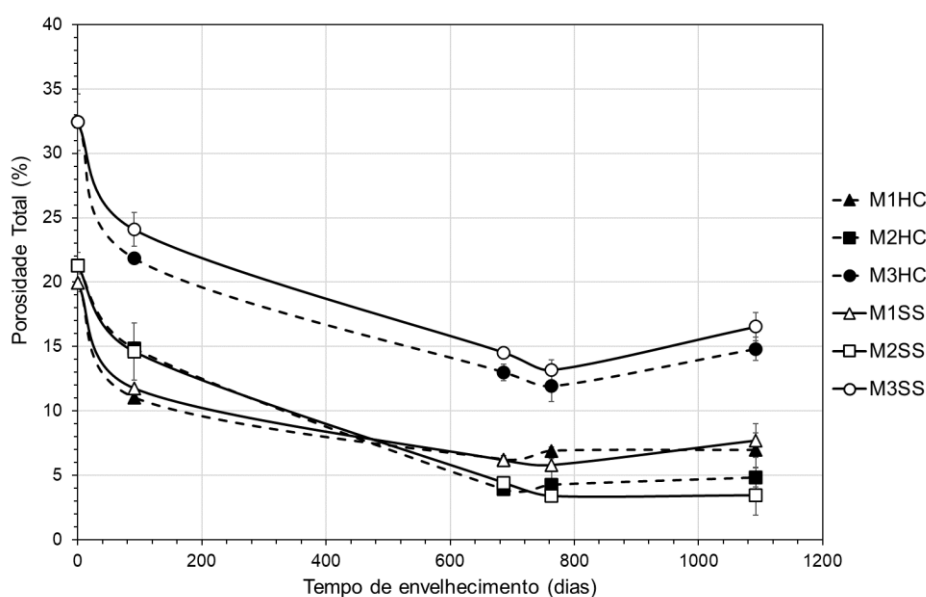


Figura 70 - Curva porosidade total vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

O gráfico representado na Figura 71 ilustra o comportamento da massa específica real das misturas M1, M2 e M3 ao longo do tempo de envelhecimento, quando imerso em SS (linhas contínuas com marcadores vazados) e curado em HC (linhas tracejadas com marcadores cheios). Neste estudo, variamos o teor de cinza volante e comparamos as misturas M1 e M2.

Os resultados indicam que o desempenho de ambas as misturas segue o comportamento das misturas imersas em hidróxido de cálcio (conforme observado em 3.2) e foi confirmado através de análise de variância, como mencionado em 4.1.2. A variação no teor de cinza volante não teve um impacto significativo na propriedade de massa específica real. Mesmo que a mistura M2 tenha apresentado um valor em SS com uma redução de 7,25% em relação à amostra em HC na idade de 763 dias, outros fatores possivelmente influenciaram esse resultado na data do ensaio, ou podendo até significar um efeito pozolânico tardio quando em um meio sulfatado.

Algo semelhante ocorre quando se leva em consideração o teor de água usado no compósito. No geral, as misturas M2 e M3 tiveram valores que reduziram nos tempos de 91, 686 e 763 dias, e voltaram a crescer no tempo de 1092 dias, justamente o que ocorre quando as mesmas misturas estão sob o processo de cura em água com hidróxido de cálcio (visto em 3.2).

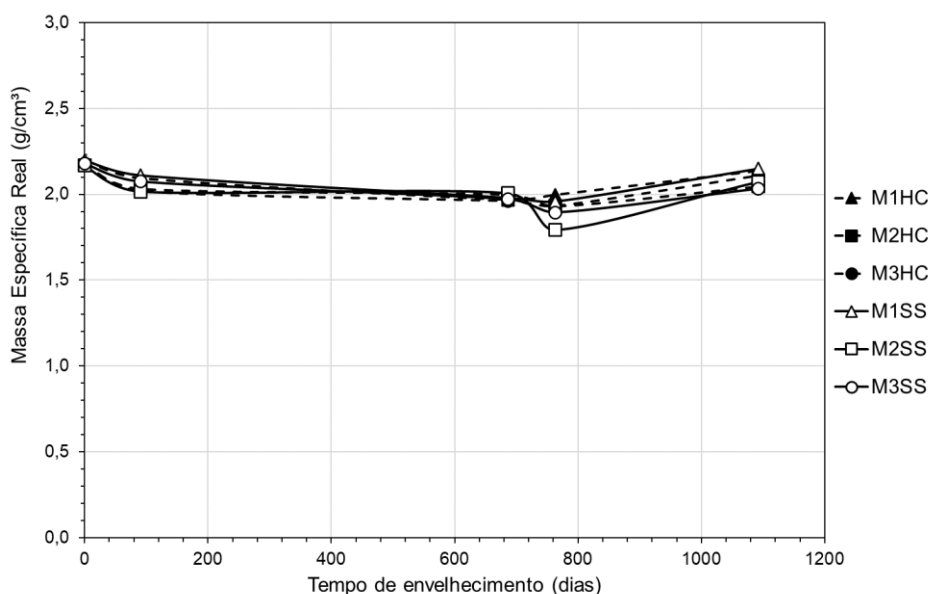


Figura 71 - Curva massa específica real vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Utilizando o gráfico apresentado na Figura 72 que mostra a variação do valor de massa específica seca ao longo do tempo, é possível comparar a influência que o teor de cinza e água utilizado têm nessa propriedade, quando imersa em sulfato de sódio.

É observado que, por mais que M1 tenha valores de massa específica seca ligeiramente maiores que M2, com destaque para sua maior diferença em 91 dias, de 8%, ambas as misturas têm em 1092 dias valores significativamente semelhantes. Mesmo assim, é notável que enquanto M1 teve um aumento gradual ao longo do tempo, M2 apresenta uma variação irregular, possivelmente causado pela reação pozolânica tardia.

Mesmo assim, quando se confronta as curvas de SS e HC do gráfico apresentado na Figura 72 é possível perceber que o comportamento de M1 não sofreu alteração quando em SS e foi o mesmo visto em 3.2, quando se analisou o comportamento da mistura em HC. Já no caso da mistura M2 a diferença ocorre para

a idade de 763 e 1092 dias, assim como ocorreu na massa específica real, visto anteriormente.

Sobre a influência do teor de água na massa específica seca, com a comparação M2-M3, é notado que a mistura M3, como provável consequência do maior teor de água, possui menor massa específica seca do que M2 em todos os tempos, sendo uma diferença de 14% no tempo 0 e 15% na idade de 1092 dias. Mas ainda assim, como visto em 4.1.2, a mistura M3 segue o mesmo padrão esperado de massa específica seca quando imersa em HC, não sendo possível apontar que o aumento no teor de água tenha algum impacto, quando o compósito de M3 é imerso em sulfato de sódio.

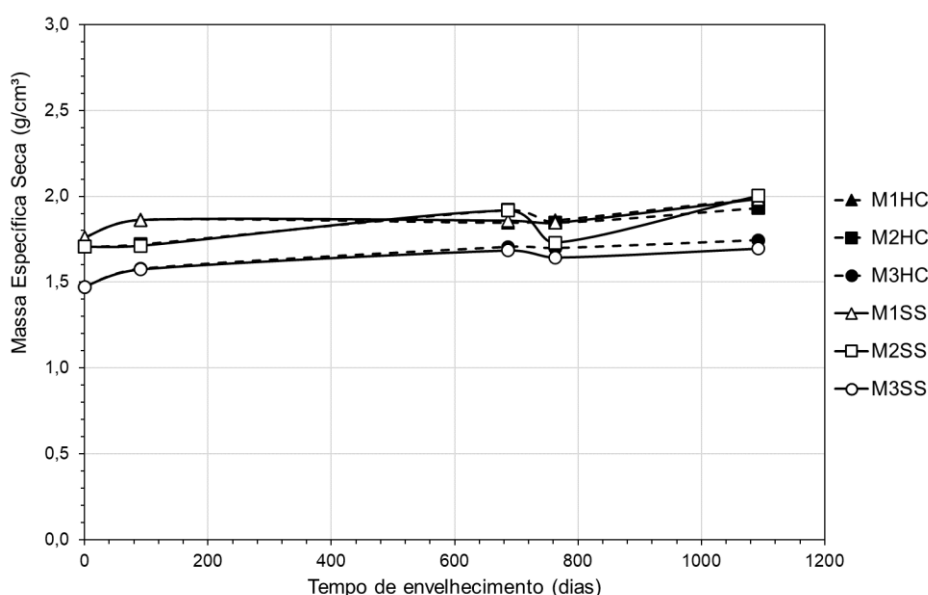


Figura 72 - Curva massa específica seca vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

4.1.3 Ensaio de expansão

Os valores obtidos no ensaio de expansão são mostrados na Tabela 22 para os tempos de imersão de 686 e 1092 dias. A tabela mostra os valores médios de expansão juntamente com seus respectivos desvios padrão, bem como os valores encontrados para as amostras curadas em água com hidróxido de cálcio. Assim, de acordo com a análise de variância, os valores não possuem diferenças significativas.

Não sendo possível precisar se alguma mistura teve expansão devido a imersão em sulfato de sódio.

Tabela 22 - Valores de expansão para as amostras imersas em sulfato de sódio, juntamente com os valores das amostras hidratadas em hidróxido de cálcio.

Expansão (%)						
Tempo (dias)	M1		M2		M3	
	SS	HC	SS	HC	SS	HC
686	0,01 (0,00)	0,01 (0,00)	0,01 (0,00)	0,00 (0,00)	0,00 (0,00)	0,01 (0,01)
1092	0,02 (0,00)	0,01 (0,01)	0,01 (0,01)	0,02 (0,01)	0,01 (0,00)	0,01 (0,01)

Vale ressaltar que a norma que regulamenta e classifica o cimento Portland, a NBR 16697 (2018), trata a subcategoria RS como o cimento resistente à sulfato somente quando o cimento, produzido de acordo com a norma NBR 7215 (2019), possui a expansibilidade inferior à 0,03% após 56 dias em solução de sulfato e ensaiadas com a metodologia da norma NBR 13583 (2014), já a ASTM C1157 (2020), que trata da especificação para cimento hidráulico, considera a expansão máxima de até 0,1% em até 365 dias. Com isso, apesar desse trabalho se tratar de um material diferente do que é requerido pela norma para ser considerado como subcategoria RS, é possível ter um valor de balizamento mais conservador com a expansão de 0,03% determinada pela norma.

4.1.4 Ensaio de microscopia eletrônica de varredura

Com a realização da MEV com o detector de elétrons secundários (ETD – do inglês, *Everhart-Thornley Detector*), cujo sinal proveniente de elétrons secundários fornece informação topográfica do material em alta resolução com sensação de tridimensionalidade, é possível comparar a incrustação da matriz na fibra, e por conseguinte, avaliar quanto ao efeito de escorregamento das fibras, Figura 73.

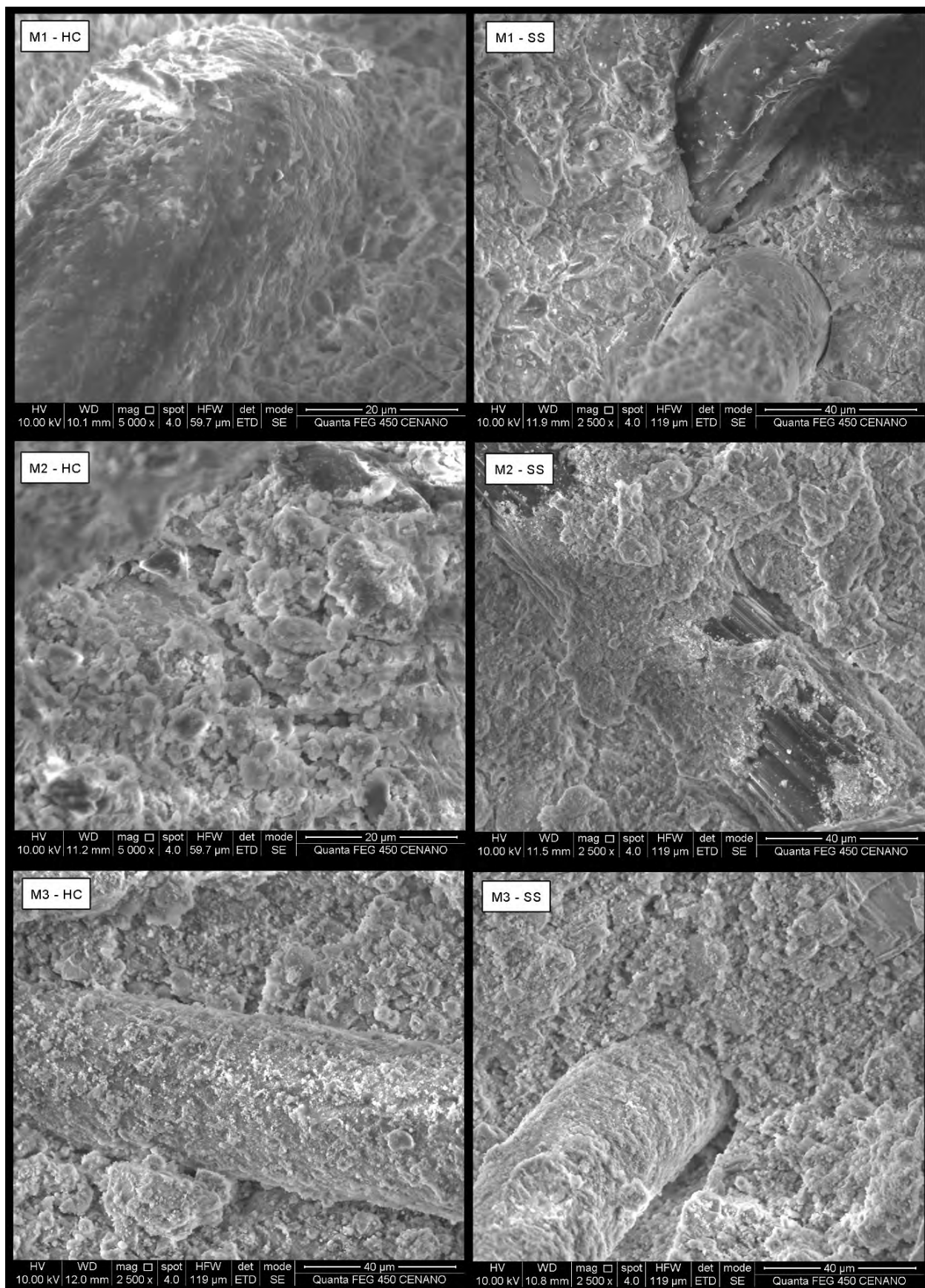


Figura 73 - Imagens das morfologias das amostras obtidas através do detector ETD de amostras curadas em água com hidróxido de cálcio (à esquerda) e envelhecidas em sulfato de sódio (à direita).

A Figura 73 contém as amostras da mistura M1, M2 e M3 com 763 dias de envelhecimento para a hidratação em água com hidróxido de cálcio e no caso de envelhecimento em sulfato de sódio. Em todas as imagens é possível notar um aspecto de floculação da matriz, porém no que diz respeito à interface matriz e fibra, a amostra de sulfato de sódio mostra que a matriz teve somente alguns pontos de aderência enquanto as amostras em hidróxido de cálcio não foram possíveis distinguir nitidamente a fibra na região de análise.

Através da análise pelo detector de elétrons retroespalhados é possível determinar a presença de elementos químicos presentes na região de análise da amostra, gerando os gráficos do ANEXO D e a Tabela 23. Assim, a Tabela 23 demonstra os elementos químicos presentes nas regiões em análise das amostras de hidróxido de cálcio e sulfato de sódio das misturas M1, M2 e M3 para idade de 763 dias de envelhecimento.

Na comparação dos dados é possível observar uma grande quantidade de carbono, provavelmente ocasionado pela presença da fibra, uma vez que a região de análise foi a região de superfície da fibra. É possível pontuar que o maior uso de cinza volante, além de aumentar a porcentagem de presença de cálcio na mistura, impediu a difusão de sódio nas misturas M2 e M3. As amostras de hidróxido de cálcio apresentam um material mais regular e nivelado entre a presença dos diversos íons.

Tabela 23 – Distribuição de elementos químicos presentes nas regiões analisadas de amostras de Hidróxido de Cálcio, Sulfato de Sódio das misturas M1, M2 e M3.

Elemento químico	M1		M2		M3	
	HC (%)	SS (%)	HC (%)	SS (%)	HC (%)	SS (%)
C	35,25	40,43	22,59	29,5	7,78	14,43
O	50,58	35,1	45,13	37,65	48,57	48,87
Na	0,33	0,99	0,17	0,20	0,18	0,33
Mg	0,74	0,20	0,25	0,28	0,35	0,29
Al	1,71	3,15	3,82	3,77	5,27	5,75
Si	4,88	8,44	8,99	10,79	14,72	12,71
S	0,77	0,64	0,00	0,38	0,28	0,22
K	0,39	2,19	1,03	1,3	1,26	0,49
Ca	5,36	5,03	15,99	13,53	18,51	14,28
Fe	0,00	3,83	2,04	2,60	3,07	2,63

4.1.5 Propriedades mecânicas

4.1.5.1 Compressão axial

Na Figura 74 estão as curvas típicas obtidas nos ensaios de compressão axial das misturas M1, M2, M3 e M4 para cada tempo de ensaio. No entanto, para os gráficos de 686, 763 e 1092 dias só estão presentes as curvas típicas das misturas M2 e M3, uma vez que a mistura M1 teve resistência à compressão superior ao limite estabelecido pela máquina de ensaio, o que não possibilitou a obtenção da curva completa. Já a ausência da mistura M4 se deu pela falta de amostras integras nesses tempos de envelhecimento. Como abordado anteriormente, todas as amostras da mistura M4 foram totalmente deterioradas antes que se completassem 6 meses de envelhecimento.

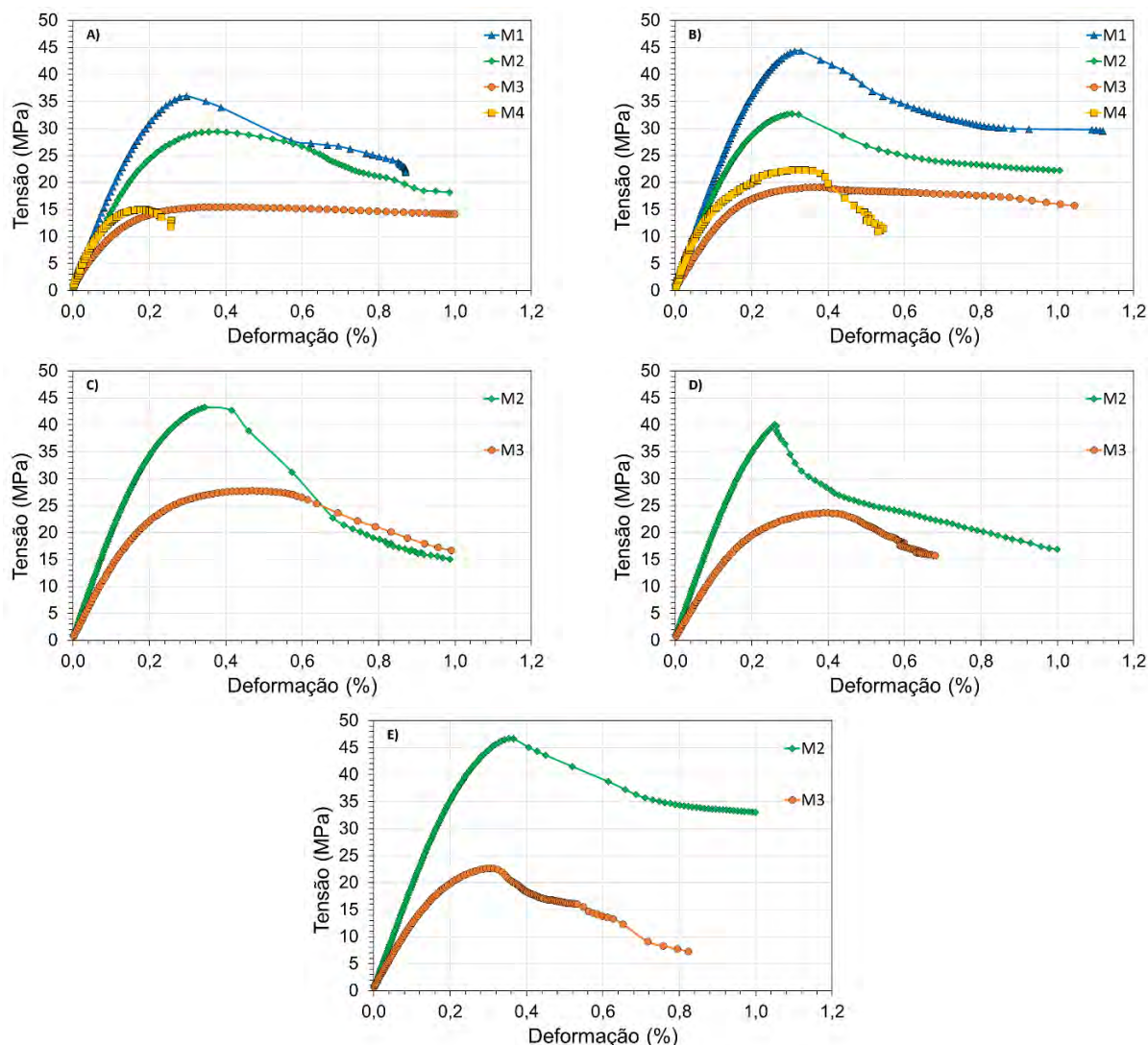


Figura 74 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de compressão para cada mistura em cada tempo de envelhecimento em sulfato de sódio. a) 0 dia; b) 91 dias; c) 686 dias; d) 763 dias; e e) 1092 dias.

A Tabela 24 apresenta os valores médios de resistência à compressão das misturas M1, M2, M3 e M4, com seus respectivos valores de desvio padrão, entre parênteses. A tabela contém uma coluna com os valores de amostras submetidas ao sulfato de sódio, SS, e outra coluna com os valores de referência, ou seja, amostras curadas em água com hidróxido de cálcio, HC.

Com a análise de variância dos valores de resistência à compressão, é observado que a resistência à compressão das misturas M1, M2, M3 e M4 submetidas ao sulfato de sódio, são estatisticamente semelhantes aos valores das amostras quando hidratadas em hidróxido de cálcio. Assim, é possível apontar que a exposição ao sulfato de sódio não teve impacto na resistência à compressão das misturas estudadas, nos tempos de imersão indicados.

Tabela 24 - Tabela com valores médios e desvios padrão da resistência à compressão obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.

Resistência à compressão (MPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS		HC	SS		HC	SS		HC	SS		HC
0	38,07 (0,32)	✓	38,07 (0,32)	29,69 (1,52)	✓	29,69 (1,52)	16,10 (0,56)	✓	16,10 (0,56)	16,17 (0,89)	✓	16,17 (0,89)
91	44,03 (1,50)	✓	45,59 (3,48)	33,12 (1,30)	✓	31,62 (0,82)	18,80 (0,62)	✓	18,52 (1,50)	22,78 (0,97)	✓	20,34 (0,84)
686	54,05 (4,45)	✓	56,45 (5,68)	42,17 (0,90)	✓	39,92 (4,47)	24,09 (2,04)	✓	25,40 (1,70)	-		-
763	56,35 (3,70)	✓	56,94 (1,43)	42,69 (3,32)	✓	41,47 (1,36)	24,29 (1,31)	✓	25,56 (1,14)	-		-
1092	56,15 (2,76)	✓	55,39 (2,24)	44,12 (1,82)	✓	44,28 (0,91)	22,77 (0,61)	✓	25,85 (1,44)	-		-

A partir dos valores médios de módulo de elasticidade de cada amostra, contidos na Tabela 25, é possível calcular a análise de variância para determinar se são valores estatisticamente semelhantes. É possível notar que, no caso das misturas M1, M2, M3 e M4, para um nível de significância de 5%, não é observada diferença significativas entre cada par de valores. Ao longo do tempo as misturas que foram imersas em sulfato de sódio tiveram um aumento progressivo do módulo de elasticidade, semelhante as misturas curadas em água, no entanto enquanto M1 atinge seu maior valor na idade de 763 dias, M2 e M3 atingem em 686 dias.

Tabela 25 - Tabela com valores médios e desvios padrão do módulo de elasticidade obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.

Módulo de Elasticidade (GPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS		HC	SS		HC	SS		HC	SS		HC
0	18,29 (1,12)	✓	18,29 (1,12)	15,94 (0,97)	✓	15,94 (0,97)	10,39 (0,34)	✓	10,39 (0,34)	17,13 (1,88)	✓	17,13 (1,88)
91	20,87 (0,24)	✓	19,99 (0,42)	18,13 (0,13)	✓	17,48 (0,17)	11,03 (0,52)	✓	11,37 (0,51)	19,43 (0,74)	✓	17,50 (0,80)
686	21,94 (1,20)	✓	21,50 (0,10)	20,41 (0,73)	✓	19,84 (0,12)	13,88 (0,66)	✓	13,69 (0,04)	-	-	-
763	22,49 (0,94)	✓	22,57 (0,11)	20,26 (0,13)	✓	20,02 (0,39)	12,19 (0,26)	✓	12,52 (0,14)	-	-	-
1092	21,62 (0,30)	✓	22,68 (0,45)	19,24 (1,02)	✓	20,03 (0,46)	12,66 (0,10)	✓	13,60 (1,05)	-	-	-

Para os valores da deformação na tensão de pico, apresentados na Tabela 26, assim como encontrado para resistência à compressão e módulo de elasticidade, todos os compósitos em SS tiveram valores significativamente semelhantes aos seus pares, em HC, pelo mesmo período, inclusive a argamassa M4, até 91 dias de exposição.

Tabela 26 - Tabela com valores médios e desvios padrão da deformação na tensão máxima obtidas em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.

Deformação no pico (%)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	0,31 (0,03)	✓	0,31 (0,03)	0,38 (0,04)	✓	0,38 (0,04)	0,43 (0,02)	✓	0,43 (0,02)	0,21 (0,08)	✓	0,21 (0,08)
91	0,29 (0,02)	✓	0,32 (0,03)	0,30 (0,01)	✓	0,31 (0,03)	0,38 (0,01)	✓	0,38 (0,04)	0,36 (0,03)	✓	0,28 (0,03)
686	-	-	-	0,34 (0,02)	✓	0,28 (0,10)	0,39 (0,08)	✓	0,40 (0,01)	-	-	-
763	-	-	-	0,31 (0,02)	✓	0,31 (0,02)	0,39 (0,01)	✓	0,39 (0,01)	-	-	-
1092	-	-	-	0,31 (0,02)	✓	0,32 (0,02)	0,26 (0,05)	✓	0,28 (0,14)	-	-	-

Na Tabela 27 é observado que os valores dos índices de tenacidade na compressão das misturas submetidas ao sulfato de sódio foram bastante similares aos das amostras hidratadas no hidróxido de cálcio.

Tabela 27 - Tabela com valores médios e desvios padrão da tenacidade obtidos nos ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de sódio.

Índice de Tenacidade										
Tempo (dias)	M1			M2			M3			
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	
0	0,92 (0,03)	✓	0,92 (0,03)	0,94 (0,01)	✓	0,94 (0,01)	0,94 (0,00)	✓	0,94 (0,00)	
91	0,94 (0,01)	✓	0,94 (0,00)	0,93 (0,01)	✓	0,93 (0,00)	0,94 (0,01)	✓	0,94 (0,01)	
686	-	-	-	0,93 (0,00)	✓	0,94 (0,00)	0,95 (0,01)	✓	0,94 (0,00)	
763	-	-	-	0,92 (0,05)	✓	0,93 (0,00)	0,94 (0,01)	✓	0,95 (0,00)	
1092	-	-	-	0,96 (0,01)	✓	0,93 (0,01)	0,92 (0,04)	✓	0,90 (0,04)	

4.1.5.1.1 Influência do teor de água e cinza volante nas misturas

O gráfico da Figura 75 representa o comportamento da resistência à compressão das misturas de compósito estudadas. As curvas correspondem as amostras em estado de imersão em SS e quando curadas em água com HC.

Ao se realizar a comparação sobre o teor de cinza utilizado, os valores de M2 apresentam uma redução de aproximadamente 25%, comparado aos respectivos valores de M1 para cada idade de ensaio, quando as misturas são imersas em sulfato de sódio. E como pode ser visto na Figura 75, são comportamentos que se assemelham ao caso da cura das amostras de referência, curvas tracejadas com marcadores cheios e descritos em 3.3.1, quando se abordou a compressão axial dos compósitos. Mesmo que as curvas do gráfico tenham um leve distanciamento, a similaridade de amostras SS com HC também pôde ser vista em 4.1.5.1, quando, pela anova, foi dito que as análises são significativamente semelhantes. Portanto, a diferença do teor de cinza utilizado na mistura não teve influência na resistência à compressão quando o compósito é submetido ao sulfato de sódio.

Na comparação sobre o teor de água, a mistura M3 teve resultados inferiores aos encontrados para M2, em uma faixa aproximada de 43% a 48% em todas as idades de envelhecimento. Assim, conforme mencionado no item 4.1.5.1, onde se abordou as propriedades físicas, a mistura M3 é a que possui a maior porosidade entre todas as misturas de compósitos estudadas, e essa maior porosidade da mistura M3 também se reflete em sua tendência de apresentar baixos valores de resistência, como observado na Figura 75.

O compósito M3 também tem valores significativamente semelhantes quando se trata do efeito de SS e HC ao longo do tempo, como visto em 4.1.5.1 o que sugere que o teor de água não teve qualquer influência quando se avalia o comportamento da resistência à compressão do compósito imerso em sulfato de sódio.

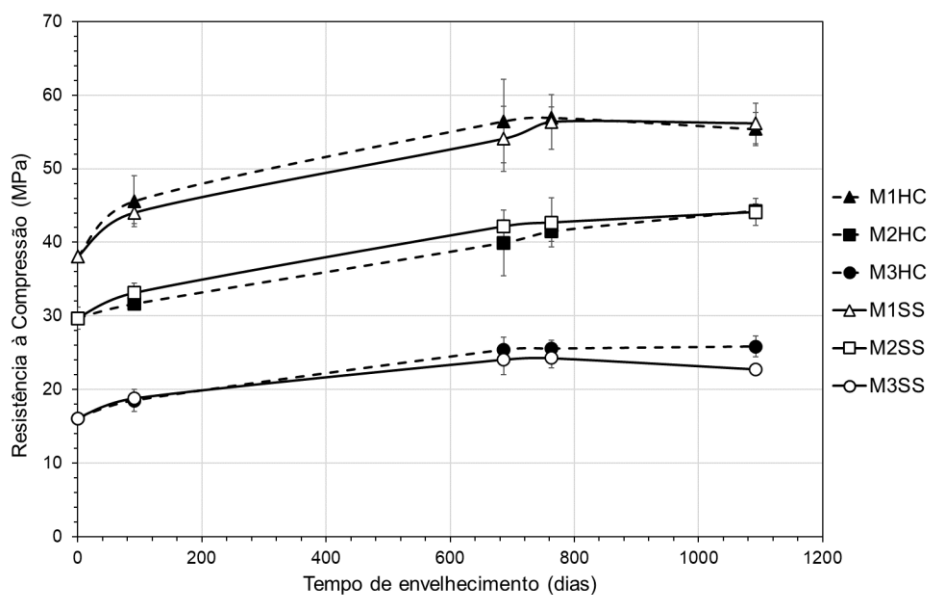


Figura 75 - Curva resistência à compressão vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Na Figura 76 é apresentado um gráfico comparativo da influência do teor de cinza volante e da quantidade de água no módulo de elasticidade dos compósitos (M1, M2 e M3). O gráfico inclui as curvas que representam o comportamento do módulo para diferentes tempos de exposição em SS e HC.

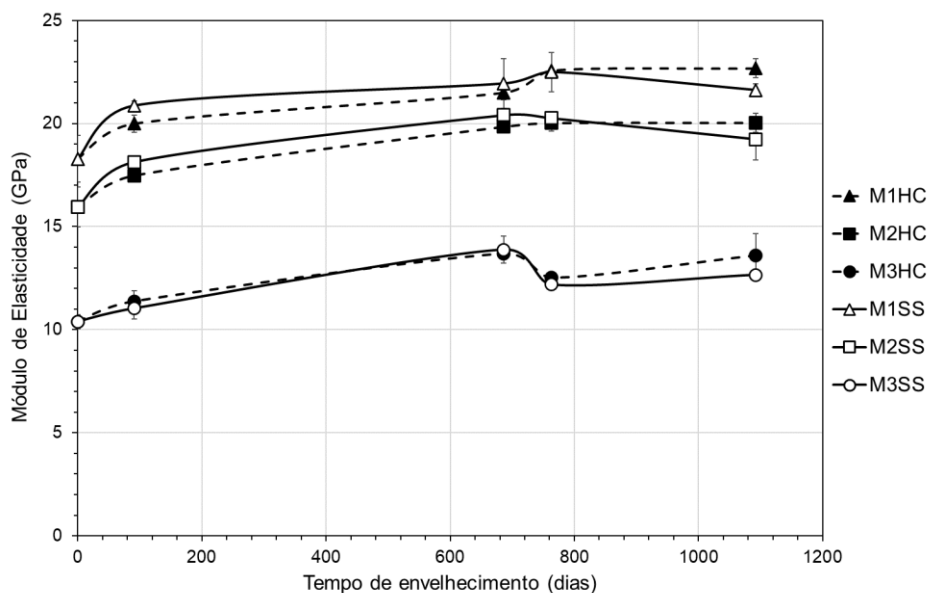


Figura 76 - Curva módulo de elasticidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Ao analisar o teor de cinza volante como variável, podemos comparar as misturas M1 e M2. Observamos que o módulo de elasticidade da mistura M1 é

superior ao de M2 em todas as etapas do ensaio, quando ambas são imersas em sulfato de sódio. No tempo 0, M1 apresenta uma superioridade de 13%, e na idade de 1092 dias, essa superioridade é de 11% em relação a M2. Esse comportamento é refletido quando se olha a curva das amostras de referência, curadas em água com HC, em concordância com a análise de variância realizada em 4.1.5.1, significando que o aumento do teor de cinza volante na mistura M2 não representou influência no módulo de elasticidade quando realizada a imersão em sulfato de sódio.

Ao se comparar como o módulo de elasticidade de uma amostra com maior teor de água se comporta sobre a influência do SS, é realizada a análise entre M2 e M3. A mistura M3 tem módulo de elasticidade inferior ao da mistura M2 em todas as idades, com destaque para a idade de 763 dias, com 40% de diferença. Assim, o maior teor de água na mistura M3 provocou conseqüentes reduções no valor do módulo de elasticidade, o que permite maiores deformações em uma mesma faixa de tensões, já que a mistura M3 possui maiores valores de porosidade total, como observado anteriormente.

Ao analisar as curvas das misturas M2 e M3 do gráfico da Figura 76 após sua imersão em SS, bem como sua cura em água com HC, e considerando a informação fornecida em 4.1.5.1, que constata que os valores de módulo de elasticidade obtidos para ambas as misturas são significativamente semelhantes em ambos os meios (SS e HC). Portanto, podemos inferir que o aumento do teor de água utilizado na preparação da mistura M3 teve uma influência insignificante ou pouco relevante no resultado final para o módulo de elasticidade, por mais que as curvas do gráfico tenham uma leve diferença.

Assim como foi realizado para a resistência à compressão e o módulo de elasticidade, a deformação de pico também é analisada, e seu gráfico é representado na Figura 77. Neste gráfico, estão representadas as curvas que mostram o comportamento das propriedades dos compósitos (M1, M2 e M3) nos ensaios de compressão, onde as amostras foram imersas em sulfato de sódio e curadas em hidróxido de cálcio.

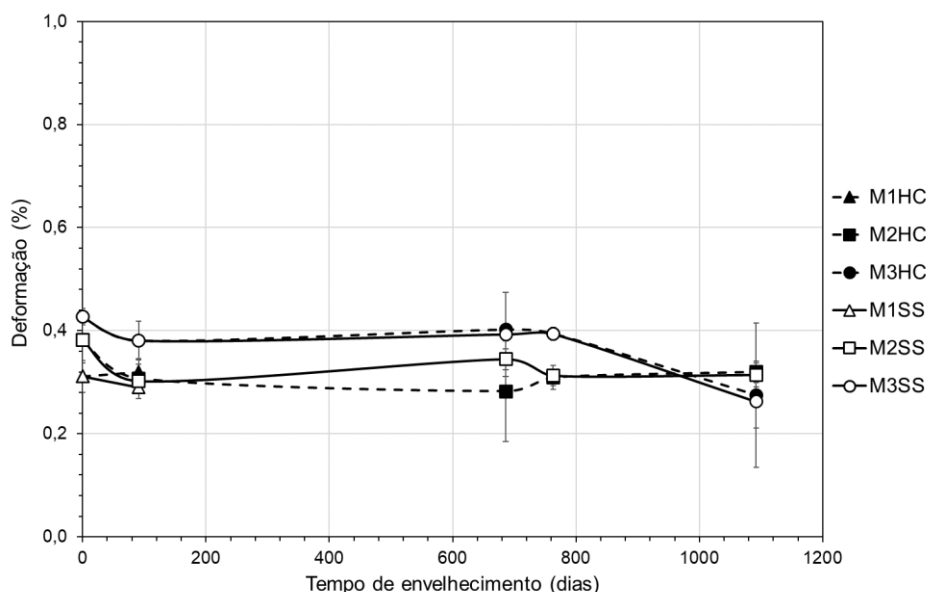


Figura 77 - Curva deformação de pico vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Ao considerar o teor de cinza como uma variável, a comparação entre M1 e M2, ambas imersas em sulfato de sódio, revela que a mistura M2 obteve valores, em média, 23% maiores do que M1 no tempo 0. Contudo, na idade seguinte, aos 91 dias, ambas as misturas apresentaram valores significativamente semelhantes. Infelizmente, não foi possível obter valores de deformação de pico para M1 em idades mais avançadas, conforme citado anteriormente (ver item 3.3.1).

Adicionalmente, ao comparar o comportamento da deformação de pico em sulfato de sódio (SS) com o comportamento de referência, em água com hidróxido de cálcio (HC), nota-se que tanto M1 quanto M2 possuem valores significativamente semelhantes em ambos os casos.

Ainda, através da Figura 77, podemos analisar a influência do teor de água utilizado na mistura na deformação de pico das amostras imersas em sulfato de sódio. A principal diferença entre a deformação de pico das duas misturas é que, em todos os tempos, M3 apresentou valores maiores do que M2, exceto no ensaio de 1092 dias, onde M3 apresentou uma redução de 56%, comparada a M2. Além disso, M3 manteve um valor aproximadamente constante na maior parte do tempo.

Ao considerar o comportamento de M2 e M3 em SS e HC, é notável que os dois ambientes de imersão não forneceram diferenças significativas, conforme confirmado pela análise de variância da média (item 4.1.5.1). Portanto, adicionar água

e aumentar o fator água/(materiais cimentícios) não teve influência em relação ao sulfato de sódio.

A Figura 78 e ilustra o comportamento do índice de tenacidade dos compósitos, medido em 0,5% de deformação ao longo do tempo. Esses testes foram realizados considerando a imersão em sulfato de sódio (SS) e a cura em água com hidróxido de cálcio (HC).

Na deformação de 0,5% não foi encontrada diferença significativa entre os valores médios de M1 e M2, conforme a análise de variância para a imersão em sulfato de sódio. Além disso, ao comparar os efeitos da imersão em sulfato de sódio e a cura em água com hidróxido de cálcio, também não foram identificadas diferenças entre os casos em estudo. O mesmo padrão foi observado ao analisar a diferença no teor de água nas misturas M2 e M3, com 0,5% de deformação.

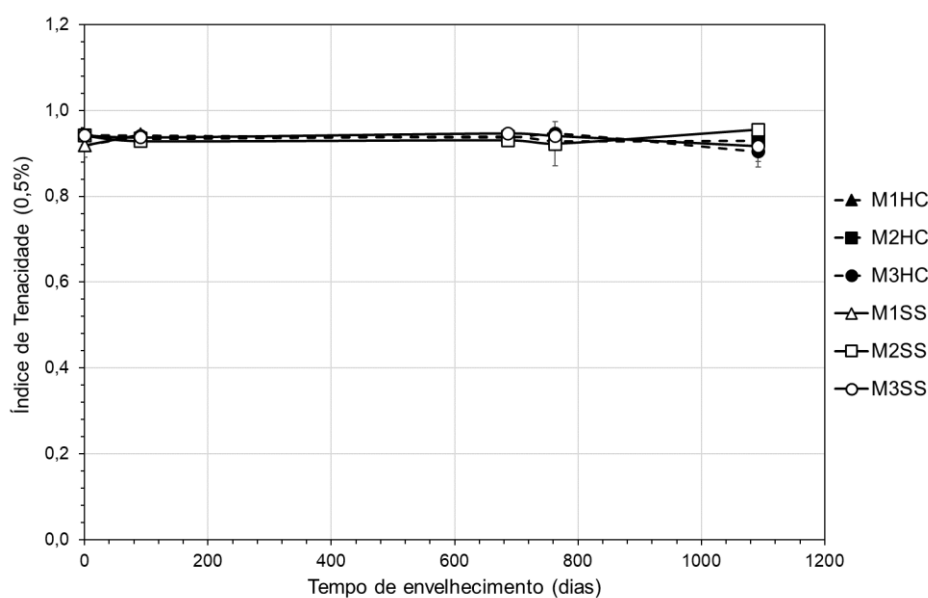


Figura 78 - Curva índice de tenacidade para deformação de 1,0% vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

4.1.5.2 Flexão

Os gráficos da Figura 79 mostram as curvas típicas obtidas nos ensaios de flexão das misturas M1, M2, M3 e M4 após imersão em sulfato de sódio. Cada gráfico representa um tempo de envelhecimento. É possível observar que, ao longo do tempo,

cada curva dos gráficos parece encurtar na horizontal e expandir na vertical, indicando uma maior redução da capacidade de deflexão e aumento da resistência dos compósitos (misturas M1, M2 e M3). Como não restaram amostras da mistura M4 para idades de envelhecimento de 686 dias em diante, devido a deterioração, não há curvas da mistura nos gráficos c), d) e e) da Figura 79.

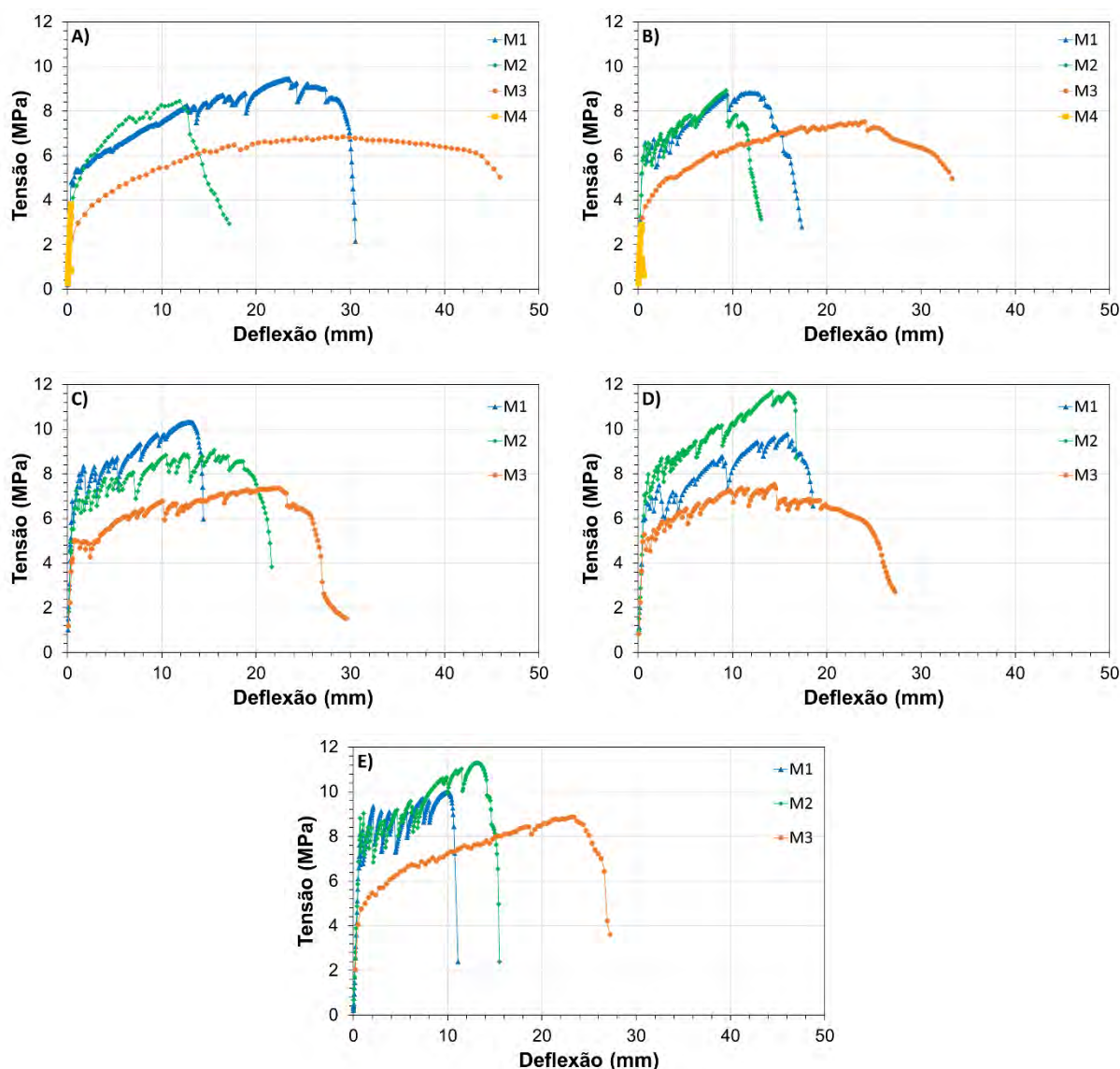


Figura 79 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de flexão para cada mistura em cada tempo de exposição ao sulfato de sódio. A) 0 dia; B) 91 dias; C) 686 dias; D) 763 dias; e E) 1092.

A Tabela 28 até a Tabela 32 reúnem os valores médios, e os desvios padrão, em parênteses, das propriedades obtidas nos ensaios de flexão. São apresentados valores médios para cada tipo de solução, com SS para amostras submetidas ao sulfato de sódio, e HC, para hidróxido de cálcio.

Os valores da tensão de primeira fissura das amostras em SS e HC, em cada tempo de envelhecimento, são estatisticamente semelhantes, identificados pelo sinal de visto verde, ✓, considerando um nível de significância de 5%, com exceção de M2 para 1092 dias, com um ✗ identificando a não semelhança.

Tabela 28 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Tensão de Primeira Fissura (MPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	4,87 (0,09)	✓	4,87 (0,09)	4,36 (0,10)	✓	4,36 (0,10)	3,00 (0,59)	✓	3,00 (0,59)	4,01 (0,13)	✓	4,01 (0,13)
91	5,55 (0,13)	✓	5,06 (0,41)	5,35 (0,96)	✓	5,23 (0,49)	3,38 (0,12)	✓	3,31 (0,95)	2,85 (0,05)	✗	3,93 (0,06)
686	6,87 (0,05)	✓	6,19 (0,02)	6,40 (0,68)	✓	5,70 (0,25)	4,07 (0,42)	✓	3,86 (0,56)	-	-	-
763	6,84 (0,07)	✓	6,50 (0,53)	7,05 (0,96)	✓	6,24 (0,36)	4,38 (0,55)	✓	3,94 (0,32)	-	-	-
1092	7,48 (0,59)	✓	6,75 (0,27)	7,59 (0,12)	✗	6,17 (0,17)	4,61 (0,65)	✓	4,17 (0,43)	-	-	-

No caso da deflexão de primeira, Tabela 29, também é observada a tendência de valores significativamente semelhantes entre amostras que foram imersas em sulfato de sódio e amostras hidratadas, para todas as misturas. Numericamente, não foi encontrada diferença em nenhum tempo de ensaio para M1, já para M2 a diferença entre amostra hidratada e sulfatada aparece na idade 1092 dias, e para M3 em 763 e 1092 dias. Além do mais, M1 e M3 reduzem 7% na idade de 1092 dias comparado ao tempo 0, enquanto M2 aumenta 5% para o mesmo período.

Assim como os valores de tensão e deflexão na primeira fissura, os valores de tensão máxima, na Tabela 30, das amostras envelhecidas em sulfato de sódio, são significativamente semelhantes as amostras curadas em solução de hidróxido de cálcio, em todos os tempos de ensaio. Adicionalmente, M1 não apresentou uma mudança significativa de valores, quando se compara a tensão em 1092 dias com o início do envelhecimento em SS, mas a tensão máxima de M2 aumenta 36% e de M3 aumenta 15%, em 1092 dias, comparado ao início do envelhecimento.

Tabela 29 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Deflexão de Primeira Fissura (mm)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	0,61 (0,16)	✓	0,61 (0,16)	0,63 (0,05)	✓	0,63 (0,05)	0,65 (0,16)	✓	0,65 (0,16)	0,35 (0,03)	✓	0,35 (0,03)
91	0,56 (0,04)	✓	0,56 (0,07)	0,52 (0,08)	✓	0,54 (0,03)	0,58 (0,02)	✓	0,60 (0,01)	0,30 (0,02)	✓	0,33 (0,01)
686	0,56 (0,04)	✓	0,52 (0,24)	0,54 (0,09)	✓	0,51 (0,04)	0,50 (0,04)	✓	0,45 (0,02)	-	-	-
763	0,58 (0,05)	✓	0,53 (0,03)	0,69 (0,07)	✓	0,53 (0,02)	0,61 (0,18)	✗	0,49 (0,04)	-	-	-
1092	0,57 (0,08)	✓	0,48 (0,02)	0,66 (0,03)	✗	0,50 (0,01)	0,60 (0,19)	✗	0,43 (0,05)	-	-	-

Tabela 30 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Tensão Máxima (MPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	9,42 (0,03)	✓	9,42 (0,03)	8,06 (0,37)	✓	8,06 (0,37)	6,84 (0,41)	✓	6,84 (0,41)	4,01 (0,13)	✓	4,01 (0,13)
91	9,99 (1,77)	✓	9,44 (1,27)	8,37 (0,73)	✓	8,78 (0,28)	7,39 (0,24)	✓	7,38 (0,49)	2,85 (0,05)	✗	3,93 (0,06)
686	9,70 (1,03)	✓	8,96 (0,53)	9,49 (1,65)	✓	9,33 (0,61)	7,76 (1,03)	✓	7,80 (0,47)	-	-	-
763	9,70 (0,23)	✓	10,41 (0,87)	9,87 (1,19)	✓	9,36 (0,78)	7,87 (0,60)	✓	7,32 (0,43)	-	-	-
1092	9,36 (0,82)	✓	9,87 (0,58)	10,97 (1,87)	✓	10,27 (0,96)	7,83 (1,07)	✓	7,48 (0,80)	-	-	-

Os valores apresentados nas Tabela 31 dizem respeito aos valores médios e seus desvios padrão da deflexão máxima. Assim como acontece com os valores de tensão e deflexão na primeira fissura e tensão máxima, os valores da deflexão máxima alcançada no ensaio de flexão das misturas M1, M2 e M3, quando em SS, são significativamente semelhantes aos encontrados quando as misturas são colocadas em HC, pelo mesmo período. É possível observar também que a deflexão máxima de M1, M2 e M3, em SS, reduzem, respectivamente, 56%, 4% e 37%, na idade de 1092 dias, comparada a deflexão no início do envelhecimento.

Tabela 31 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Deflexão Máxima (mm)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC	SS	-	HC
0	27,02 (2,46)	✓	27,02 (2,46)	16,78 (3,08)	✓	16,78 (3,08)	36,02 (2,36)	✓	36,02 (2,36)	0,35 (0,03)	✓	0,35 (0,03)
91	18,93 (8,61)	✓	21,27 (1,08)	15,87 (5,06)	✓	16,41 (0,76)	27,39 (2,65)	✓	30,19 (1,98)	0,30 (0,02)	✓	0,33 (0,01)
686	13,62 (0,82)	✓	17,97 (2,26)	14,96 (4,04)	✓	15,61 (1,32)	26,28 (1,77)	✓	34,87 (2,99)	-	-	-
763	14,21 (3,37)	✓	18,18 (0,70)	18,03 (2,11)	✓	16,34 (3,64)	25,02 (7,47)	✓	29,15 (11,17)	-	-	-
1092	11,89 (1,94)	✓	16,56 (0,45)	16,03 (2,81)	✓	15,42 (5,37)	22,78 (6,68)	✓	18,51 (0,55)	-	-	-

A Tabela 32 mostra os valores médios de tenacidade para diferentes misturas de compósito. Assim visto na deflexão máxima, ao compararmos as misturas imersas em SS com as amostras em HC, é verificado, através da análise de variância, que são valores de tenacidade significativamente semelhantes.

Tabela 32 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tenacidade do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de sódio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Tenacidade na flexão (KJ/m ²)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SS		HC	SS		HC	SS		HC	SS		HC
0	221,16 (15,41)	✓	221,16 (15,41)	119,87 (12,40)	✓	119,87 (12,40)	251,39 (53,96)	✓	251,39 (53,96)	0,81 (0,07)	✓	0,81 (0,07)
91	181,51 (107,90)	✓	158,59 (51,36)	110,49 (48,97)	✓	120,09 (8,81)	169,51 (11,54)	✓	180,04 (21,14)	0,54 (0,04)	✗	0,73 (0,05)
686	111,60 (3,91)	✓	132,03 (21,15)	124,64 (44,39)	✓	120,24 (14,36)	186,18 (14,94)	✓	246,89 (33,91)	-		-
763	117,25 (27,84)	✓	127,59 (47,60)	131,33 (72,14)	✓	126,93 (44,24)	170,67 (65,97)	✓	181,96 (90,56)	-		-
1092	112,73 (27,88)	✓	105,20 (47,05)	115,59 (71,69)	✓	93,18 (15,54)	167,29 (64,80)	✓	107,85 (2,57)	-		-

4.1.5.2.1 Influência do teor de água e cinza volante nas misturas

Com o auxílio do gráfico da Figura 80, podemos fazer uma análise comparativa da tensão de primeira fissura ao longo do tempo para as misturas M1, M2 e M3, de acordo com os teores de cinza volante e água presentes em cada composição.

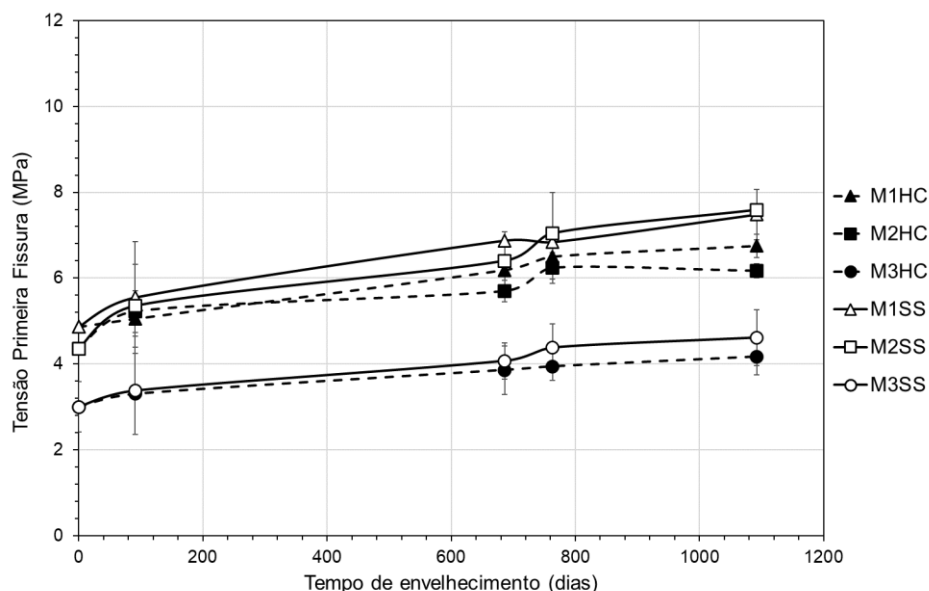


Figura 80 - Curva tensão primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Ao analisarmos as curvas das misturas M1 e M2, quando imersas em SS, podemos notar que a mistura M1 (com menor teor de cinza volante) apresenta valores ligeiramente superiores aos de M2 no início (tempo 0). No entanto, para as idades seguintes, ambas as misturas têm valores de resistência muito próximos.

Por outro lado, ao compararmos as curvas de M1 e M2 quando imersas em sulfato de sódio com a referência, HC, percebemos que, aos 763 dias, as curvas SS de M1 e M2 se cruzam, e M2 passa a ter maiores valores de resistência. Esse ganho de resistência de M2 em relação à primeira fissura na flexão, persiste até a idade de 1092 dias, quando os valores de M2 para SS e HC deixam de ser significativamente semelhantes, e M2SS passa a ser 23% superior à M2HC.

Quanto a influência do teor de água, é observado que a mistura M2, quando exposta ao sulfato de sódio, inicia com resistência 25% superior ao encontrado para M3, e ao longo dos ensaios a diferença do valor de resistência na primeira fissura entre as misturas aumenta e M2 alcança a diferença de 65% superior ao encontrado para M3 na idade de 1092 dias. Coincidentemente, os mesmos valores também são

encontrados quando se compara M2 e M3 que foram curados em água com hidróxido de cálcio, onde M2HC é 25% superior à M3HC no tempo 0 e 65% na idade de 1092 dias.

O gráfico da Figura 81 apresenta as curvas de deflexão na primeira fissura das três misturas, para os dois casos de envelhecimento estudados neste item: sulfato de sódio (SS) e água com hidróxido de cálcio (HC). Conforme indicado anteriormente, a mistura M1 não apresentou diferença significativa entre as amostras sob envelhecimento em sulfato de sódio ou curadas em hidróxido de cálcio. Por outro lado, a mistura M2 mostrou diferença apenas em 1092 dias, enquanto a mistura M3 apresentou diferenças em 763 dias e 1092 dias.

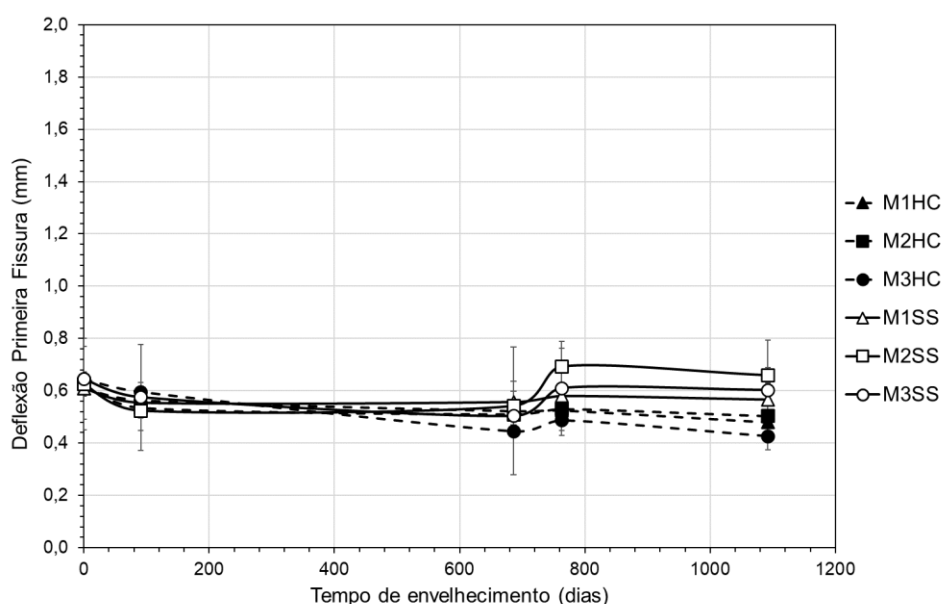


Figura 81 - Curva deflexão primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

A análise das curvas de M1 e M2 do gráfico, quando submetidas ao envelhecimento em SS e HC, permite avaliar a influência do teor de cinza volante na deflexão na primeira fissura e determinar se houve algum impacto da deterioração pelo sulfato de sódio na deflexão. As relações M1/M2 são parecidas tanto para SS, quanto para a referência, HC.

Realizando a comparação do efeito do teor de água na deflexão de primeira fissura (M2-M3), pode-se observar que M2 apresenta uma ligeira superioridade em relação a M3, tanto na idade de 763 dias (com uma diferença de 14%) quanto na idade de 1092 dias (com uma diferença de 10%). No entanto, ao comparar o desempenho

de M2 em relação ao SS e HC, percebe-se que M2SS supera M2HC em 31% no período de 1092 dias. Por outro lado, no caso de M3, M3SS demonstra uma superioridade de 25% e 41% sobre M3HC, em 763 e 1092 dias, respectivamente. É notado que o aumento do teor de água influenciou significativamente a propriedade de deflexão na primeira fissura, resultando no aumento da deflexão para as idades mencionadas.

A influência do sulfato de sódio na tensão máxima alcançada nos ensaios de flexão para as misturas M1, M2 e M3 pode ser visto na Figura 82. A comparação entre M1 e M2 quando envelhecidas em SS, no que diz respeito ao uso de cinza, mostra que, nos tempos de imersão 0 e 91 dias, a mistura M1 é em média 18% superior ao valor de M2, no entanto, nos dois tempos seguintes, 686 e 763 dias, ambas as misturas possuem valores semelhantes, e na idade de 1092 dias a mistura M1 possui valor 15% inferior ao de M2.

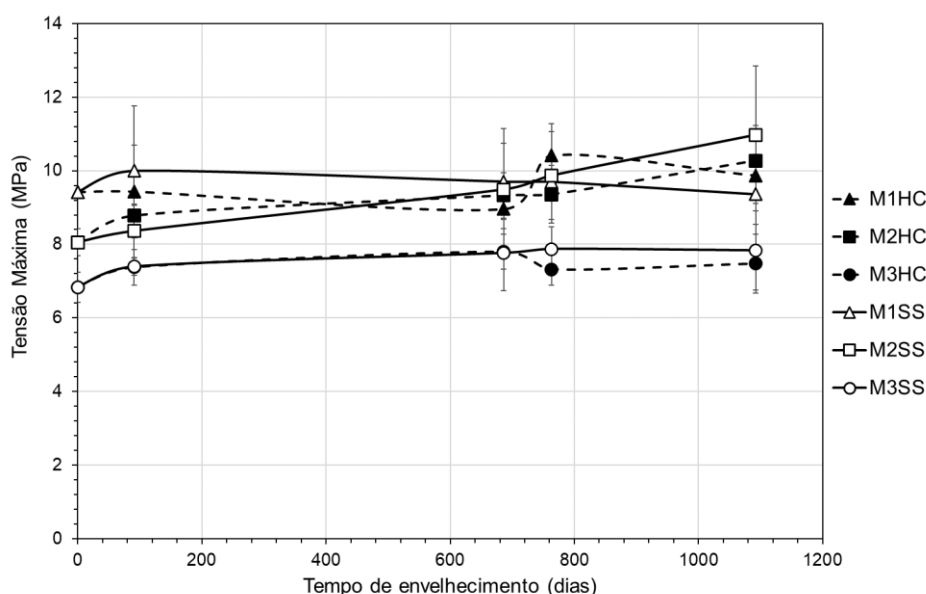


Figura 82 – Curva tensão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

É observado que, enquanto M1 não desenvolve resistência a partir de 686 dias, a resistência de M2 aumenta até 1092 dias, seja para amostras em SS ou em HC. E como observado anteriormente, os valores de tensão máxima de M1 e M2 são significativamente semelhantes para o caso do envelhecimento em SS e HC. Com isso, o comportamento da tensão máxima M1-M2 em sulfato de sódio teve o comportamento esperado, em comparação à referência.

Ao comparar as misturas M2 e M3, em relação ao teor de água utilizado, no envelhecimento em SS, foi observado que os valores mantêm uma diferença consistente ao longo dos tempos de 0, 91, 686 e 763. Em média, a mistura M2 apresenta um valor 20% superior ao de M3 nesses pontos temporais. No entanto, na idade de 1092 dias, a mistura M2 demonstra um valor 40% superior ao encontrado em M3. Pode-se destacar que, conforme esperado, o uso de maiores quantidades de água na mistura não contribuiu para o aumento da resistência do compósito sob cargas de flexão. Este comportamento também pôde ser observado quando as misturas de compósito estão no processo de cura em água com hidróxido de cálcio. Adicionalmente, de acordo com a Figura 82 é possível destacar os mesmos motivos vistos no comportamento das amostras de referência, curadas em água com hidróxido de cálcio, discutidos no tópico sobre propriedades físicas e mecânicas do material (3.2 e 4.1.2). Assim, é possível pontuar que o maior uso de água na mistura produz amostras com menor resistência à flexão, tanto na primeira fissura quanto na tensão máxima, seja no envelhecimento em sulfato de sódio ou em cura em água com hidróxido de cálcio. Estes resultados estão de acordo com os encontrados em Yang *et al.* (2010).

Ao analisar a deflexão máxima, na Figura 83, e comparar as misturas M1 e M2 quando envelhecidas em sulfato de sódio, é possível observar um padrão interessante. Inicialmente, M1SS apresenta valores mais altos nos tempos 0 e 91 dias, com um aumento de 61% e 19% em relação a M2SS, respectivamente. No entanto, ocorre uma inversão de comportamento ao longo do tempo, onde M1SS passa a exibir valores inferiores nas idades de 686, 763 e 1092 dias, com uma diferença de até 26% em relação a M2SS. É uma possibilidade desse comportamento ter sido influenciado pela capacidade que a cinza volante tem em diluir os elementos químicos Al^{3+} e Ca^{2+} na matriz, ocasionando uma mudança do comportamento micromecânico, que possibilitou maiores deflexões da mistura M2, como abordado em Li e Wang (2007). Ainda, os valores de M1 e M2 são significativamente semelhantes na comparação entre os dois tipos de envelhecimento, como abordado anteriormente (M1SS é igual a M1HC e M2SS é igual a M2HC), significando que, estatisticamente, o sulfato de sódio não alterou a propriedade de deflexão máxima.

Já para a influência do teor de água na mistura, inicialmente a mistura M2 apresenta um valor de deflexão máxima 53% inferior ao de M3, no tempo 0, e termina, na idade de 1092 dias, com o valor de 30% inferior ao valor de M3, o que pode ser

justificado pela influência da densificação da matriz ao longo do tempo na aderência fibra/matriz em M2. Esse comportamento também pôde ser visto quando as misturas são envelhecidas em água com hidróxido de cálcio. Os valores são significativamente semelhantes, não sendo possível apontar a influência do teor de água na mistura, em um ambiente com sulfato de sódio, na deflexão máxima.

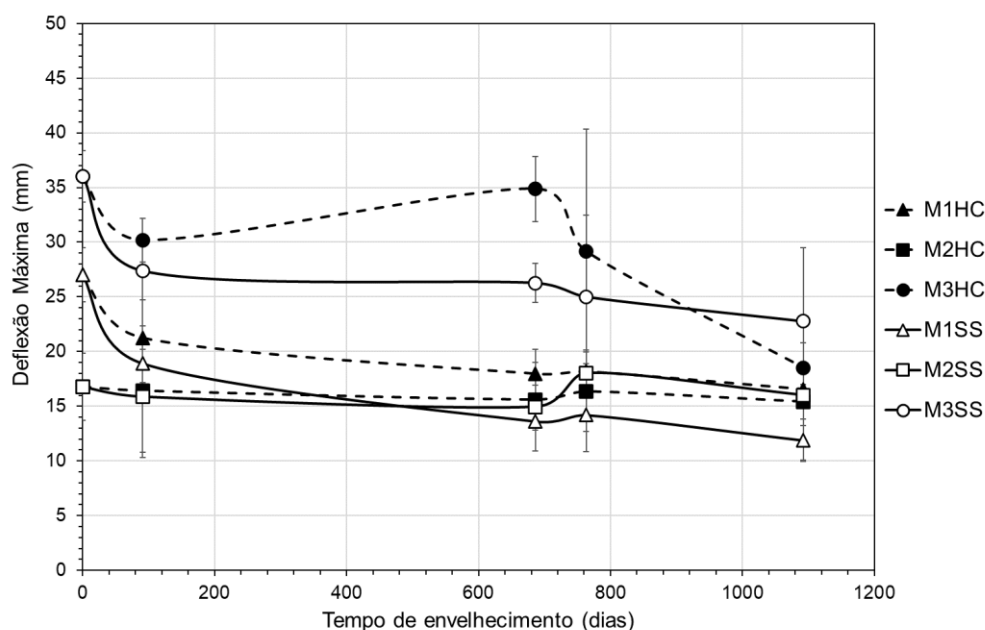


Figura 83 – Curva deflexão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

As curvas representadas no gráfico da Figura 84 ilustram os valores de tenacidade das misturas M1, M2 e M3, ao longo do envelhecimento em sulfato de sódio e em água com hidróxido de cálcio. Observa-se que o comportamento das três misturas durante o envelhecimento segue um padrão semelhante ao da deflexão máxima. De fato, a propriedade de tenacidade exibe valores significativamente semelhantes para o compósito em SS e HC, nas três misturas, como já mencionado em 4.1.5.2.

Analisando a influência do teor de cinza, nota-se que, em SS, a mistura M1 apresenta uma tenacidade 85% maior que a tenacidade de M2, no início do envelhecimento, porém, ao alcançar a idade de 1092 dias, seus valores se tornam ligeiramente inferiores aos de M2. Esse comportamento é também observado no caso de HC, onde M1 e M2 exibem a mesma relação. Ademais, como já mencionado para a deflexão máxima, o aumento do valor de M2 em relação à mistura M1 pode ser atribuído ao efeito pozolânico em idades avançadas.

E quanto ao teor de água para as misturas imersas em sulfato de sódio, a mistura M2 inicia no tempo 0 na faixa de 52% inferior ao valor de M3, para o mesmo período, e com o passar do tempo a diferença vai reduzindo, até chegar aos 1092 dias, onde os valores de M2 é 31% inferior a M3, similar ao que acontece para a cura em HC, porém nesse caso, M2 é 14% inferior. Nota-se que as relações M2-M3 têm comportamento parecidos para as duas situações de envelhecimento.

Como os resultados de tenacidade geraram valores médios com desvios padrão elevados, é natural que se seja retornado valores significativos quando se faz a análise de variância. O que faz com que os pontos que geram a curva M1HC são significativamente semelhantes aos que geram a curva M1SS, e assim para M2 e M3.

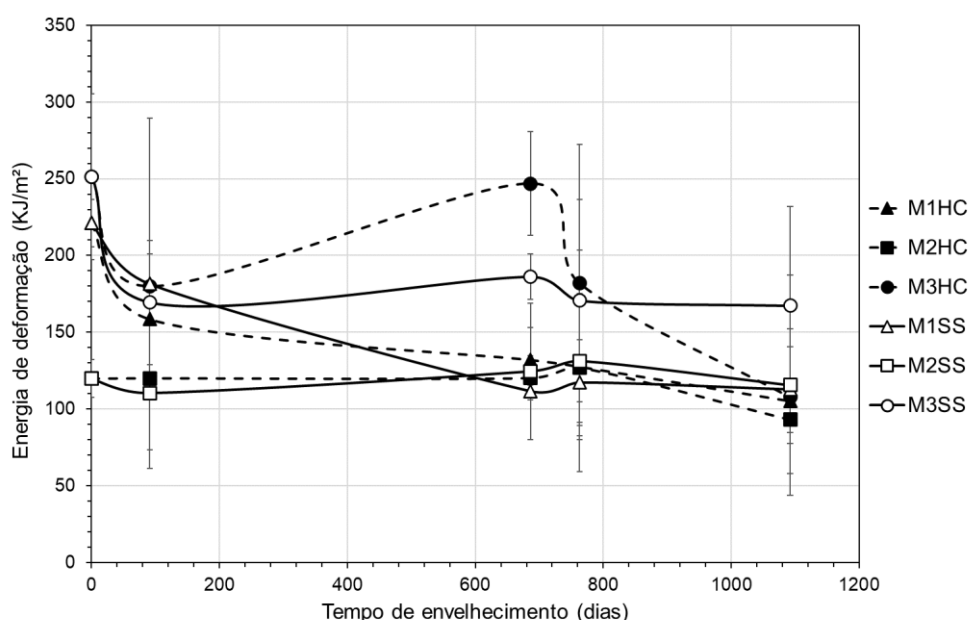


Figura 84 – Curva tenacidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de sódio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

4.1.5.2.2 Patamar de fissuração das placas após o ensaio de flexão

Após romper cada amostra de compósito no ensaio de flexão, foi determinada a quantidade de fissuras visíveis. A Tabela 33 mostra o número médio de fissuras e desvio padrão encontradas na face tracionada das placas. No entanto, vale ressaltar a subjetividade da coleta de dados, que pode ser influenciada pelo avaliador, bem

como seus sentidos e critérios. As misturas M1, M2 e M3 apresentaram um claro comportamento de *deflection hardening*, com formação de múltiplas fissuras.

Tabela 33 – Valores médios e desvios padrão do número de fissuras visíveis das amostras rompidas da mistura M1 após o ensaio de flexão.

Tempo (dias)	M1		M2		M3	
	SS	HC	SS	HC	SS	HC
0	26 (1)	26 (1)	9 (6)	9 (6)	37 (4)	37 (4)
91	20 (11)	21 (2)	12 (3)	16 (5)	26 (8)	23 (3)
686	7 (2)	8 (1)	12 (6)	12 (2)	25 (4)	29 (6)
763	13 (5)	15 (4)	7 (6)	11 (4)	17 (2)	27 (10)
1092	7 (3)	9 (0)	9 (2)	10 (8)	22 (6)	18 (2)

As imagens das amostras após rompimento no ensaio de flexão podem ser observadas nos anexos, ANEXO A para as amostras de referência (HC), e ANEXO B, com as imagens das amostras envelhecidas em sulfato de sódio (SS).

Analisando a Tabela 33, é possível notar que tanto para a mistura M1, quanto para a mistura M2, os valores de número de fissuras de SS seguem um comportamento parecido ao de HC. Já a mistura M3, em geral, apresenta um comportamento similar tanto para a situação de envelhecimento em SS, quanto para HC.

Analisando-se a Tabela 27 e os dados de deflexão (Figura 83), é notado que nas três misturas (M1, M2 e M3) o padrão de fissuras apresenta o mesmo comportamento da deflexão máxima, seja para o envelhecimento SS ou HC. Compósitos de misturas que se deformam mais durante o ensaio de flexão, têm a tendência de gerar mais fissuras na face tracionada da amostra, através do comportamento de *deflection hardening*, como citado anteriormente.

Vale citar que as amostras da mistura M4, por ser uma argamassa sem fibras, apresentou somente uma fissura durante o ensaio de flexão, como mostra as imagens da Figura 85.

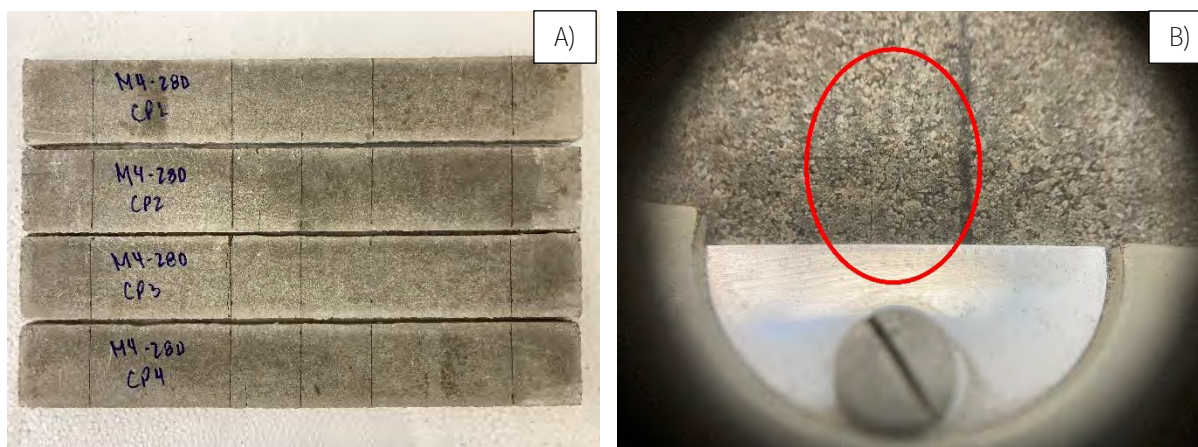


Figura 85 – Imagens com os corpos de prova da mistura M4 rompidos após ensaios de flexão. A) curados em água com hidróxido de cálcio por 28 dias; B) visualização de fissura com instrumento óptico portátil, dentro do círculo vermelho.

4.2 Durabilidade frente ao Sulfato de Magnésio

4.2.1 Aspecto visual

4.2.1.1 Mistura M1

O aspecto visual das amostras imersas no sulfato de magnésio está à direita, na Figura 86, e sem considerar os resíduos de compostos em suas superfícies, é possível observar que as superfícies das amostras sulfatadas em 686 dias já se encontram irregulares, com certas ondulações, em contrastes com as amostras hidratadas em hidróxido de cálcio, para o mesmo período, que permaneceram lisas.

Em 763 dias de imersão em sulfato de magnésio é possível notar que as bordas circunferenciais dos cilindros não estão regulares, como as das amostras curadas em água com hidróxido de cálcio, bem como apresentam pequenos pontos de coloração mais clara ao longo da superfície. Assim, esse aspecto prossegue até o tempo de imersão de 1092 dias, com pontos localizados de deterioração que se multiplicam nos corpos de prova.

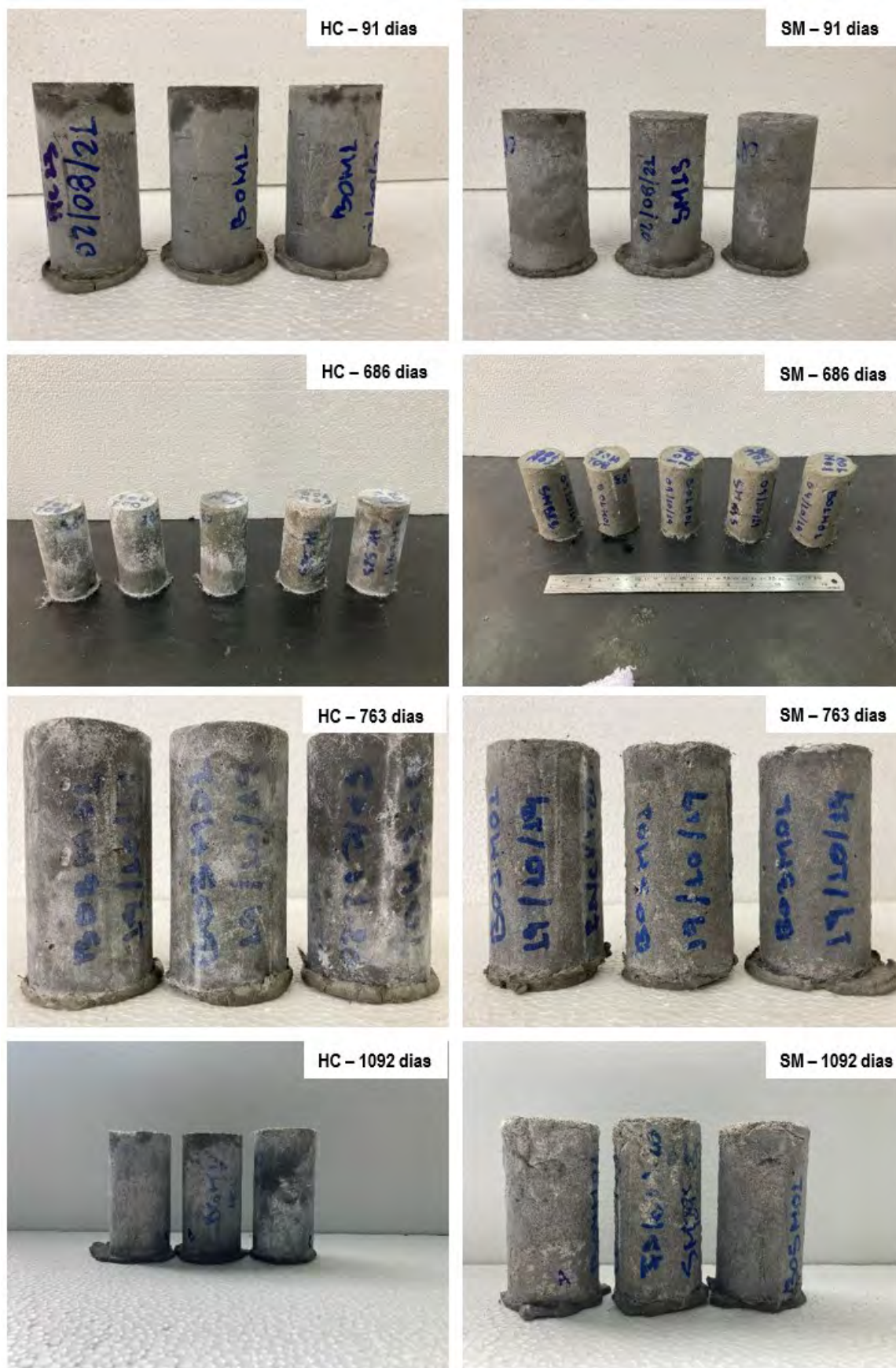


Figura 86 - Imagens com o aspecto das amostras da mistura M1 após a imersão em respectivas soluções para os respectivos tempos, à esquerda, amostras hidratadas em hidróxido de cálcio e à esquerda, amostras imersas em sulfato de magnésio.

4.2.1.2 Mistura M2

As imagens da Figura 87 mostram o aspecto visual das amostras da mistura M2 imersas na solução de sulfato de magnésio em diferentes tempos. É possível notar que as amostras para 763 dias de envelhecimento apresentam ranhuras em suas superfícies, além de ter pequenas “aberturas” em suas bordas circunferenciais. Já para idades mais avançadas, pouco se nota de progressão da deterioração superficial.

4.2.1.3 Mistura M3

A Figura 88 traz as amostras da mistura M3 que foram imersas ao longo do tempo na solução de sulfato de magnésio, junto com as amostras que foram submetidas em água com hidróxido de cálcio por igual período.

Para a idade de 763 dias é possível observar que as amostras tiveram fissuras superficiais além de pontos de deterioração que impedem de ler com clareza a marcação da identificação do corpo de prova. A deterioração da superfície segue com propagação de fissuras longitudinais, pontos de deterioração e danificação das bordas circunferenciais, com exposição das fibras.

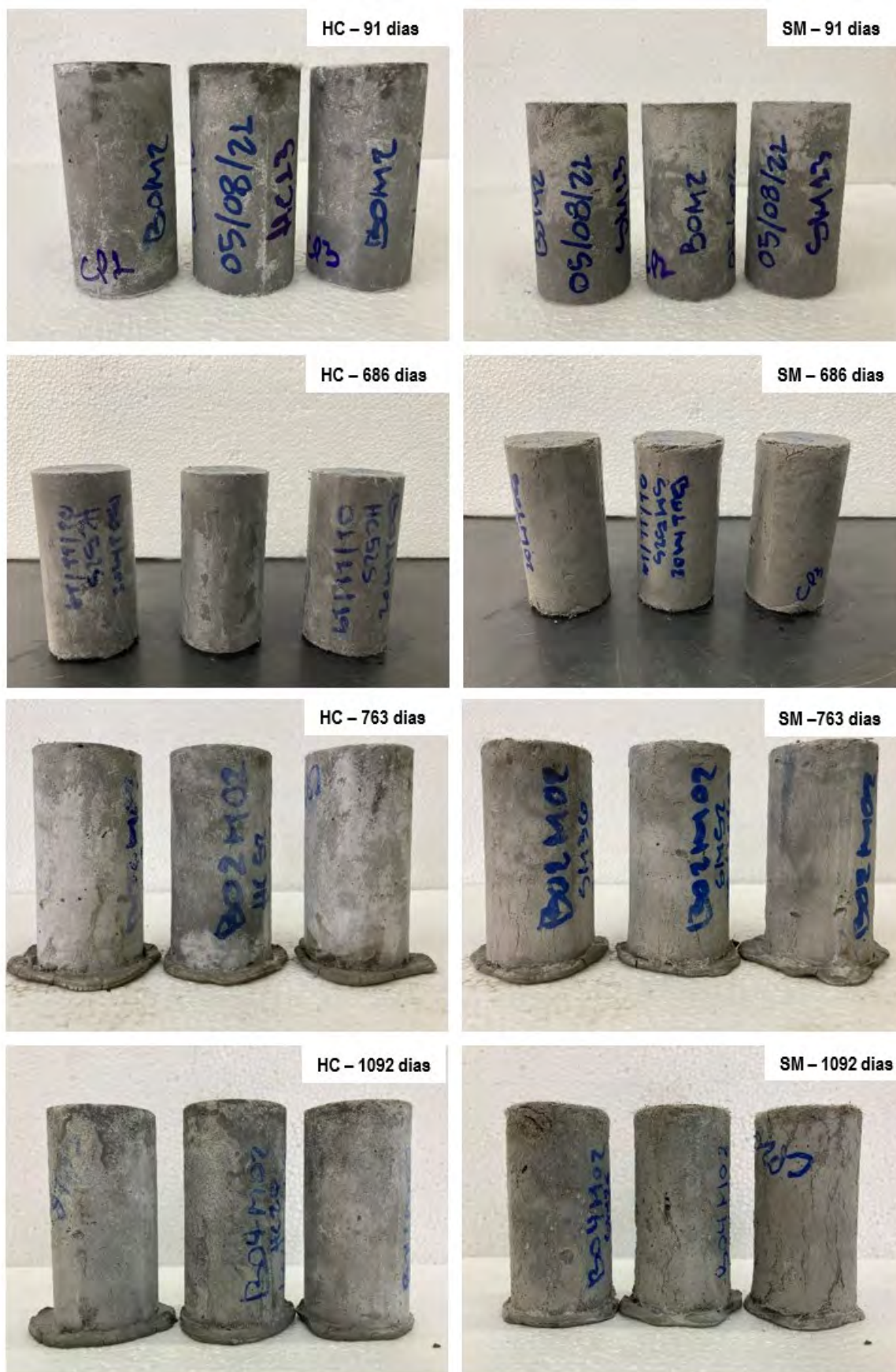


Figura 87 - Imagens com o aspecto das amostras da mistura M2 após a imersão em respectivas soluções para os respectivos tempos, à esquerda, amostras hidratadas em hidróxido de cálcio e à esquerda, amostras imersas em sulfato de magnésio.

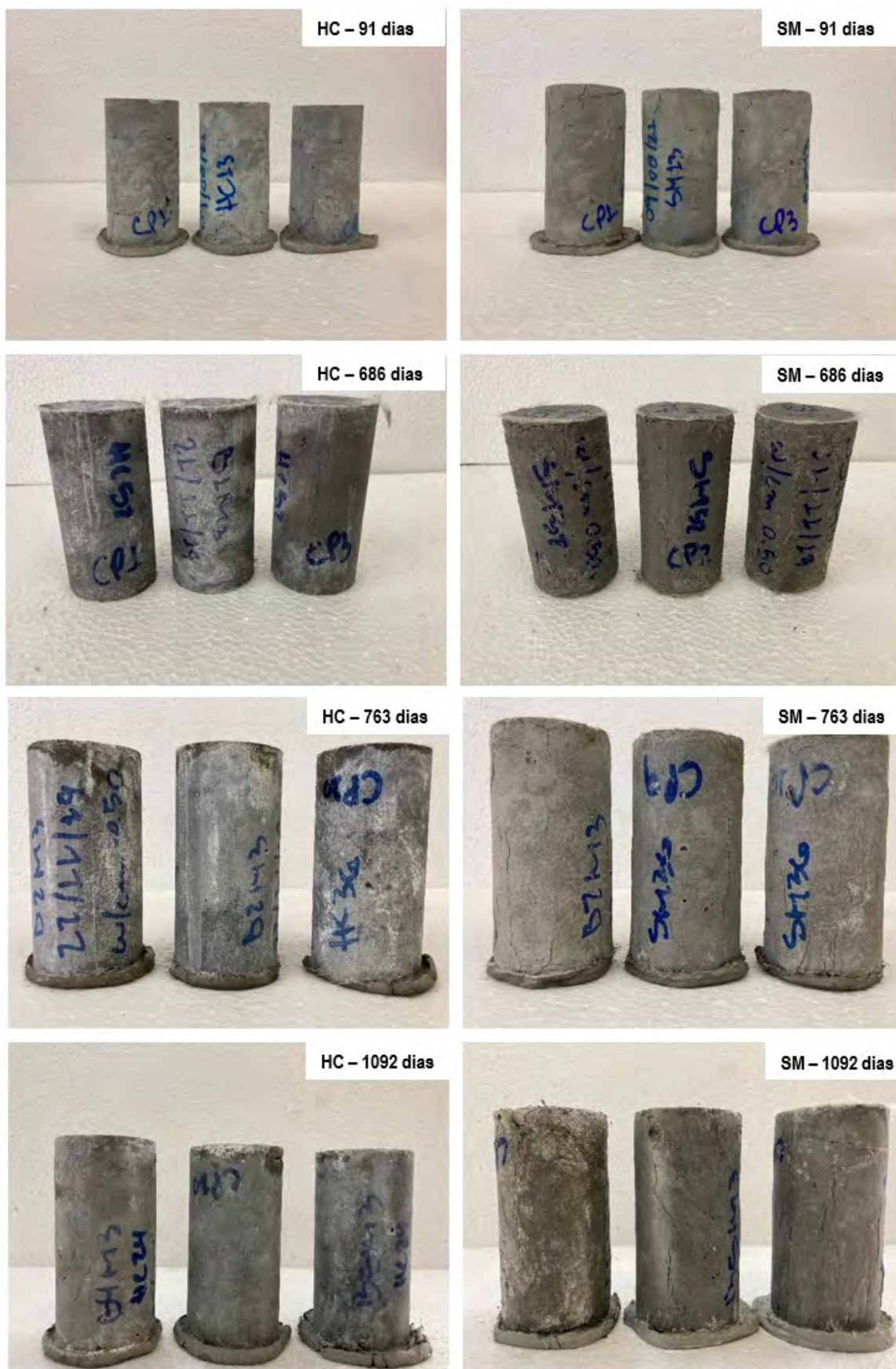


Figura 88 - Imagens com o aspecto das amostras da mistura M3 após a imersão em respectivas soluções para os respectivos tempos, à esquerda, amostras hidratadas em hidróxido de cálcio e à esquerda, amostras imersas em sulfato de magnésio.

4.2.1.4 Mistura M4

Assim como aconteceu com as amostras sem cinza volante e sem fibra (mistura M4) quando expostas ao sulfato de sódio, a deterioração por sulfato de magnésio aconteceu com um aspecto quase similar. Enquanto no sulfato de sódio as amostras apresentaram um aspecto disforme, as amostras no sulfato de magnésio apresentaram, inicialmente, uma casca na superfície de cada amostra, provavelmente composta de brucita, com um material quase pastoso em seu interior, fenômeno explicado por Kurdowski (2014), que são ilustrados nas Figura 89-A e Figura 89-B com as amostras em 161 dias em solução de sulfato de magnésio.

Com o passar do tempo e renovação das soluções, as amostras da mistura M4 continuaram sendo deterioradas, como pode ser visto nas Figura 89-C e Figura 89-D que mostram as amostras aos 239 dias de imersão em solução. A difusão do sulfato de magnésio acontece transformando o CSH em MSH, um material amorfo, como citado por Hewllet (2004).

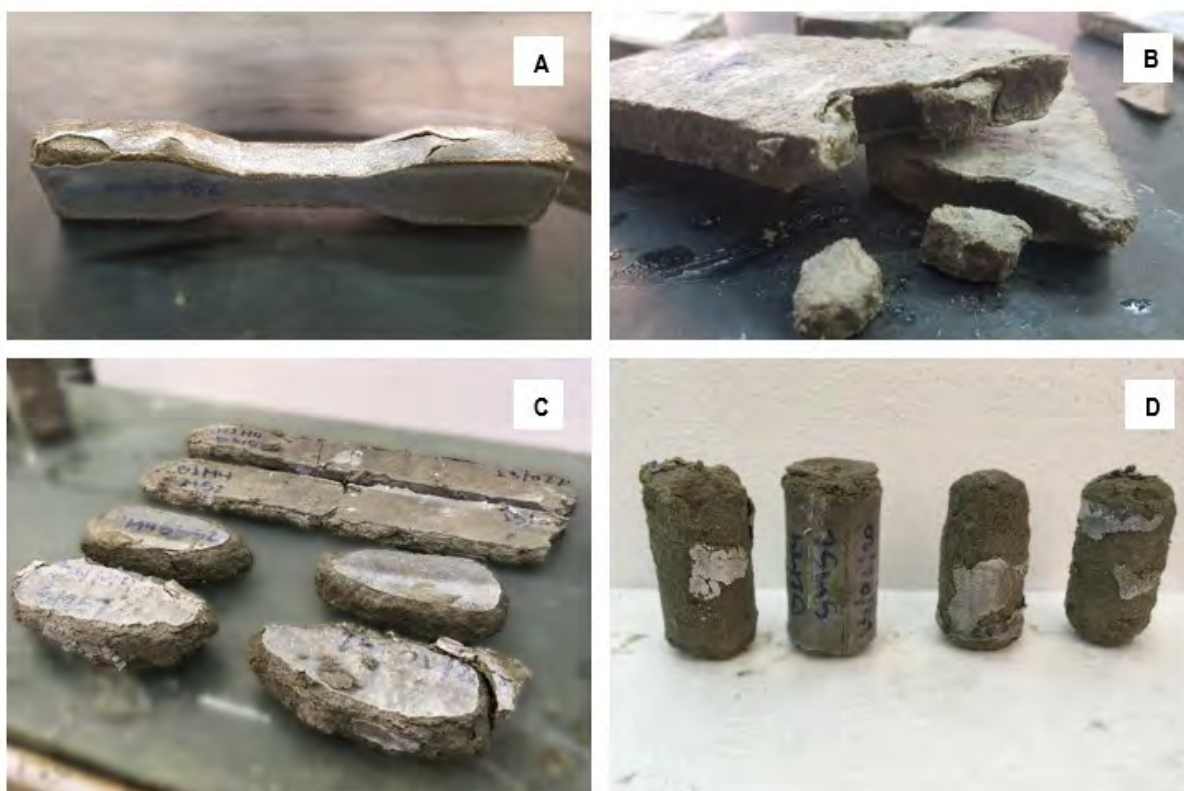


Figura 89 – Imagens das amostras da mistura M4 após deterioração pelo sulfato de magnésio para A) e B) 161 dias, C) e D) 239 dias após a imersão na solução.

A imagem das amostras de M4 deterioradas por sulfato de magnésio, vista na Figura 90, mostra uma espécie de casca se abrindo para a expansão do material acontecer de fora pra dentro.



Figura 90 – Amostras cilíndricas da mistura M4 após 1120 dias em hidratação com hidróxido de cálcio e 1092 dias de imersão em sulfato de magnésio.

4.2.2 Propriedades físicas

Da Tabela 34 até a Tabela 37 são apresentados os valores das propriedades físicas das amostras endurecidas das misturas M1, M2, M3 e M4 imersas em sulfato de magnésio. Assim como visto anteriormente para o caso de sulfato de sódio, as amostras da mistura M4 também foram completamente deterioradas, em todos os tempos de imersão, e por isso as tabelas seguintes não contém seus valores para sulfato de magnésio para 686 dias de envelhecimento em diante. O tempo de envelhecimento 0 dias diz respeito ao início da deterioração por sulfato de magnésio (SM). As amostras HC são as amostras de referência (curadas no hidróxido de cálcio) pelo mesmo período.

Assim, com os valores médios de absorção contidos na Tabela 34, e seus respectivos valores de desvio padrão, é feita a análise de variância para se estudar os impactos quantitativos do sulfato de magnésio na propriedade, identificados pelo sinal de visto verde, ✓, entre os valores de sulfato de magnésio e de hidróxido de

cálcio que são significativamente semelhantes, e o **X** vermelho significando a alternativa negativa.

É possível notar que houve queda nos valores de absorção em todas as misturas, seja as SM ou HC, no entanto essa queda foi seguida de um leve aumento, para as amostras HC, e um aumento mais expressivo nas SM. Assim, todas as misturas que tiveram amostras sulfatas terminam os ensaios com valores aproximadamente 2 vezes superiores aos encontrados para as amostras de referência.

Tabela 34 - Valores médios e desvios padrão da absorção das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Absorção												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	11,34 (0,33)	✓	11,34 (0,33)	12,48 (0,72)	✓	12,48 (0,72)	22,04 (2,00)	✓	22,04 (2,00)	13,30 (0,22)	✓	13,30 (0,22)
91	7,57 (0,45)	X	5,93 (0,19)	12,47 (0,53)	✓	8,64 (0,07)	19,34 (1,14)	X	13,84 (0,05)	6,10 (0,20)	X	11,03 (0,21)
686	4,26 (0,26)	X	3,38 (0,19)	3,40 (0,03)	X	2,05 (0,14)	10,35 (0,00)	X	7,63 (0,42)	-	-	-
763	4,35 (0,71)	✓	3,72 (0,17)	3,77 (0,85)	✓	2,33 (0,67)	10,79 (0,64)	X	7,11 (0,83)	-	-	-
1092	7,59 (0,24)	X	3,52 (0,72)	6,64 (0,39)	X	2,49 (0,03)	14,02 (1,53)	X	8,26 (0,58)	-	-	-

Assim como no caso da absorção, o valor médio da porosidade total, Tabela 35, também é impactado pela contínua hidratação do cimento e da reação pozolânica nas amostras, seja ela exposta ao sulfato de magnésio ou hidróxido de cálcio, representada pela queda em todos os valores a partir do tempo 0. Ainda análogo ao comportamento visto na absorção, os valores médios das amostras sulfatadas, SS, apresentam, na idade de 1092 dias, valores médios aproximadamente 2 vezes superiores aos encontrados para o caso das amostras de referência, HC.

Essa observação que tanto a absorção quanto a porosidade das amostras sulfatadas apresentaram valores superiores aos vistos nas amostras de referência (imersas em água com hidróxido de cálcio) pode ser explicado pela reação do sulfato de magnésio com os produtos gerados na hidratação do cimento contidos na matriz cimentícia.

Tabela 35 - Valores médios e desvios padrão de porosidade total das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Porosidade (%)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM		HC	SM		HC	SM		HC	SM		HC
0	19,96 (0,69)	✓	19,96 (0,69)	21,29 (1,03)	✓	21,29 (1,03)	32,43 (2,20)	✓	32,43 (2,20)	23,13 (0,32)	✓	23,13 (0,32)
91	13,75 (0,76)	✗	11,05 (0,26)	20,29 (0,48)	✓	14,86 (0,19)	29,51 (1,30)	✗	21,84 (0,06)	11,69 (0,35)	✗	20,22 (0,27)
686	7,81 (0,43)	✗	6,24 (0,31)	6,36 (0,07)	✗	3,94 (0,28)	17,41 (0,11)	✗	13,00 (0,65)	-	-	-
763	7,85 (1,14)	✓	6,91 (0,29)	6,41 (1,33)	✓	4,29 (1,16)	17,54 (1,17)	✗	11,93 (1,20)	-	-	-
1092	12,23 (3,41)	✓	6,97 (1,32)	11,83 (0,00)	✗	4,85 (0,09)	23,76 (1,90)	✗	14,82 (0,91)	-	-	-

Apesar dos produtos de reação preencherem os poros da matriz, estes ainda se mostram mais permeáveis do que os produtos gerados naturalmente pela hidratação dos materiais cimentícios. Isso provoca um aumento no volume de poros permeáveis e, conseqüentemente, eleva a porosidade. A degradação do material cimentício pelo sulfato ocorre principalmente pela transformação de produtos de hidratação do cimento em produtos expansivos, como a gipsita e/ou etringita.

O aumento da porosidade nas amostras envelhecidas em sulfato de magnésio pode ser atribuído ao incremento no volume de poros permeáveis. Isso ocorre devido à reação do sulfato de magnésio com a portlandita, a qual se desenvolve nos poros, substituindo os produtos resultantes da hidratação do cimento pela etringita e ou gipsita. Como a etringita/gipsita possui uma densidade menor, a saber, 1,73 g/cm³ em contraste com os 2,5 g/cm³ dos produtos gerados na hidratação do aglomerante (conforme citado por Torii, 1995; Al-Amoudi, 1998), inicialmente pode-se supor que a massa específica diminuiria após a formação da etringita/gipsita. No entanto, é importante observar que materiais menos densos tendem a apresentar uma maior porosidade (conforme discutido por Liu et al., 2018; Adhikary et al., 2022), o que, por si só, justificaria o aumento no volume de poros permeáveis. Além disso, é relevante considerar as microfissuras que surgem devido à geração de compostos expansivos. Vale adiantar que, nos tópicos subsequentes, isso resulta em um aumento na massa específica real, uma redução na massa específica em estado seco e contribui para a expansão do material envelhecido.

A Tabela 36 traz os valores de massa específica real. Tanto a mistura M1 quanto a mistura M2 sofrem diferenças com as respectivas amostras hidratadas, quando imersas em sulfato de magnésio somente na idade de 1092 dias de envelhecimento, assim M1SM é 3,7% maior que M1HC e M2SM é 6,3% maior que M2HC. Já com a mistura M3, a diferença entre as amostras hidratadas e sulfatadas acontece em todos os tempos, sempre com maiores valores para as amostras submetidas ao sulfato de magnésio, M3SM maior que M3HC, o que condiz com o esperado, uma vez que maiores valores de porosidade podem significar o aumento do volume de poros permeáveis, que segundo a equação (26), aumenta o valor de massa específica real.

Tabela 36 - Valores médios e desvios padrão da massa específica real das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Massa Específica Real (g/cm ³)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	2,20 (0,03)	✓	2,20 (0,03)	2,17 (0,01)	✓	2,17 (0,01)	2,18 (0,02)	✓	2,18 (0,02)	2,26 (0,00)	✓	2,26 (0,00)
91	2,10 (0,01)	✓	2,09 (0,01)	2,08 (0,05)	✓	2,03 (0,00)	2,17 (0,01)	✗	2,02 (0,00)	2,17 (0,00)	✗	2,30 (0,01)
686	1,99 (0,00)	✓	1,97 (0,00)	2,00 (0,01)	✓	2,00 (0,01)	2,04 (0,02)	✗	1,96 (0,01)	-	-	-
763	1,96 (0,01)	✓	2,00 (0,00)	1,82 (0,01)	✓	1,93 (0,01)	2,01 (0,02)	✗	1,93 (0,02)	-	-	-
1092	2,22 (0,01)	✗	2,14 (0,01)	2,18 (0,01)	✗	2,05 (0,01)	2,23 (0,01)	✗	2,11 (0,01)	-	-	-

Com a Tabela 37 são ordenados os valores de massa específica seca, e através de análise de variância não pôde se observar qualquer diferença tanto na mistura M1 e M3 entre amostras hidratadas e sulfatadas. A mistura M3 é a única mistura onde os valores de amostras sulfatadas são diferentes e levemente inferiores aos encontrados para as amostras hidratadas em todos os períodos. O que condiz com o apresentado para as propriedades anteriores, uma vez que o aumento dos vazios na composição das amostras aumenta o volume considerado para o cálculo da massa específica seca, que inclui os poros permeáveis e impermeáveis.

Tabela 37 – Valores médios e desvios padrão da massa específica aparente das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e ao hidróxido de cálcio ao longo dos ensaios.

Massa Específica Seca (g/cm ³)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	1,76 (0,01)	✓	1,76 (0,01)	1,71 (0,02)	✓	1,71 (0,02)	1,47 (0,03)	✓	1,47 (0,03)	1,74 (0,00)	✓	1,74 (0,00)
91	1,81 (0,01)	✓	1,86 (0,02)	1,61 (0,02)	✗	1,72 (0,01)	1,53 (0,02)	✓	1,58 (0,00)	1,92 (0,00)	✗	1,74 (0,00)
686	1,83 (0,01)	✓	1,85 (0,01)	1,87 (0,01)	✗	1,92 (0,00)	1,68 (0,01)	✓	1,70 (0,01)	-	-	-
763	1,81 (0,03)	✓	1,86 (0,01)	1,70 (0,03)	✗	1,85 (0,03)	1,65 (0,01)	✓	1,70 (0,04)	-	-	-
1092	1,89 (0,12)	✓	1,99 (0,01)	1,88 (0,02)	✗	1,93 (0,03)	1,70 (0,05)	✓	1,74 (0,02)	-	-	-

4.2.2.1 Influência do teor de água e cinza volante nas misturas

Com o propósito de investigar a influência da quantidade de cinza na deterioração causada pelo sulfato de magnésio, realizou-se uma comparação da absorção de água entre duas misturas, M1 e M2.

O gráfico apresentado na Figura 91 revela que ambas as misturas, sujeitas ao envelhecimento em sulfato de magnésio (M1SM e M2SM), têm no tempo 0 valores de absorção de água significativamente semelhantes. No entanto, após decorridos 91 dias, a mistura M1 demonstrou uma redução de 39% em relação à M2, marcando o ponto de maior distanciamento entre as duas composições. A partir do tempo de 686 dias, os valores de ambas as misturas em sulfato se aproximam e têm valores significativamente semelhantes, mantendo-se assim até a idade de 1092 dias.

Entretanto, ao considerar o comportamento das duas misturas em HC (M1HC e M2HC), e comparando com a situação de envelhecimento em sulfato de magnésio, é notado que as duas misturas, quando em sulfato, tem um comportamento de distanciamento, e aumento, da absorção na idade de 1092 dias, 115% (de M1HC para M1SM) e 167% (de M2HC para M2SM).

Quando se verifica a influência do teor de água na absorção do material no envelhecimento em sulfato de magnésio, M2SM e M3SM, é verificado que a mistura M2 permanece menor que M3 em todo o período de envelhecimento, com uma média

de 50%, assim como ocorre com a situação de cura em água com hidróxido de cálcio, menor em todo o período com uma média de 50% de diferença (M2HC e M3HC).

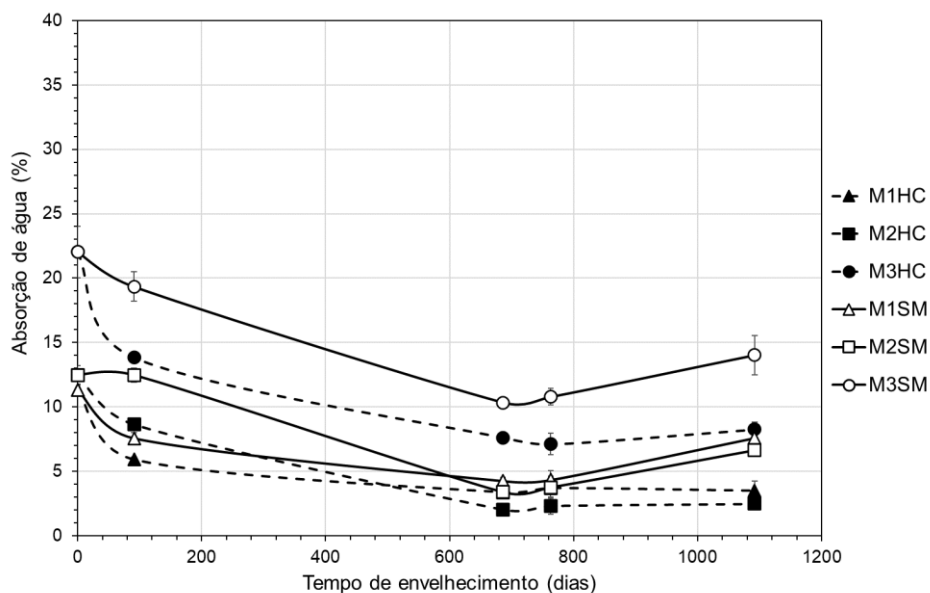


Figura 91 - Curva absorção de água vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Quando se compara a diferença do valor de absorção da mesma mistura em diferentes situações de envelhecimento, é verificado que, na idade de 1092 dias as misturas apresentam maiores diferenças entre situações de envelhecimento em sulfato de magnésio e em água, sendo que M2SM aumenta 167%, comparado a M2HC, e que M3SM aumenta 70%, comparado a M3HC. Esse comportamento é mais evidente na idade de 1092 dias porque, de acordo com Kurdowski (2014), o ataque de sulfato de magnésio é um processo lento. Ainda, esse comportamento pode ser atribuído à reação do sulfato de magnésio com os produtos gerados na hidratação do cimento, e a formação de gipsita e brucita, como explicado no item 1.1.2.2, causando expansão (abordado no item seguinte) e contribuindo para o aumento da absorção através do aumento do volume de poros permeáveis.

Como dito em 3.2, os valores de absorção para HC foram estabilizados a partir de 686 dias, quando não ocorre mais a influência da hidratação do cimento ou do efeito pozolânico na propriedade, e a partir de então, há maiores influências de deterioração na absorção das misturas.

Enquanto a absorção é o aumento de massa em corpos sólidos porosos devido à penetração de água em poros permeáveis, a porosidade é a relação entre os

volumes de poros permeáveis e o volume total da amostra. Com isso, é natural que os valores de porosidade total das amostras em envelhecimento em sulfato de magnésio e em cura em água com hidróxido de cálcio, na Figura 92, sejam correspondentes aos de absorção de água visto anteriormente.

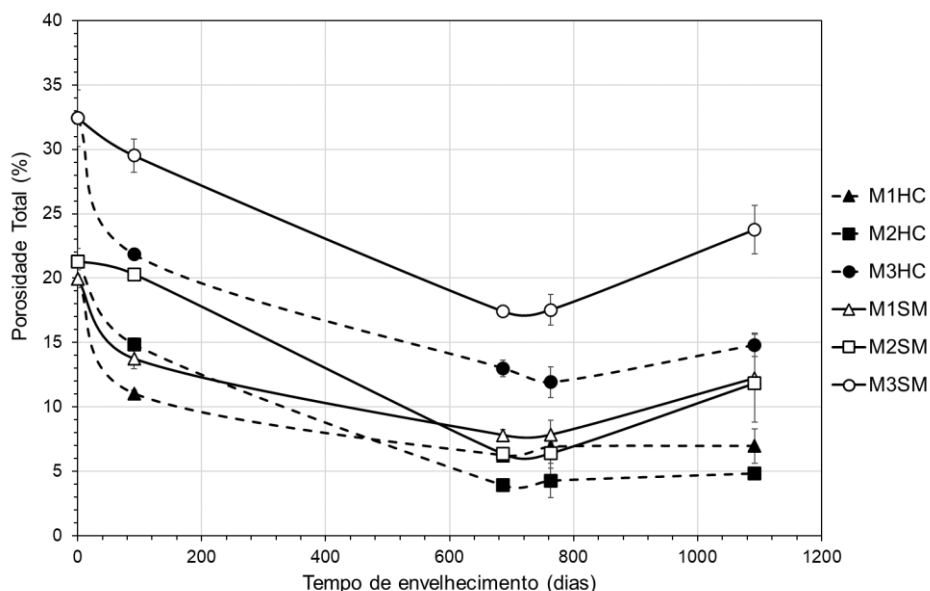


Figura 92 - Curva porosidade total vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Através do gráfico da Figura 93 é possível avaliar o comportamento da massa específica real dos compósitos (M1, M2 e M3), quando envelhecidos em sulfato de magnésio.

Para verificar se o teor de cinza possui alguma influência na massa específica de amostras envelhecidas em sulfato de magnésio, é feita a comparação M1-M2. É verificado, através da ANOVA, que até o tempo de envelhecimento de 763 dias, tanto os pares M1SM e M1HC, quanto M2SM e M2HC são iguais entre si, significando que não há qualquer influência do teor de cinza volante na massa específica real, quando M1 e M2 são imersos em sulfato de magnésio. Em 763 dias e 1092 dias, ambas as misturas aumentam seus respectivos valores na situação de envelhecimento em sulfato (SM) em comparação com a cura em água com hidróxido de cálcio (HC). Enquanto M1 aumenta 3,7%, M2 aumenta 6,4%, significando que o maior teor de cinza na mistura, teve um impacto levemente superior, quando em envelhecimento no sulfato de magnésio.

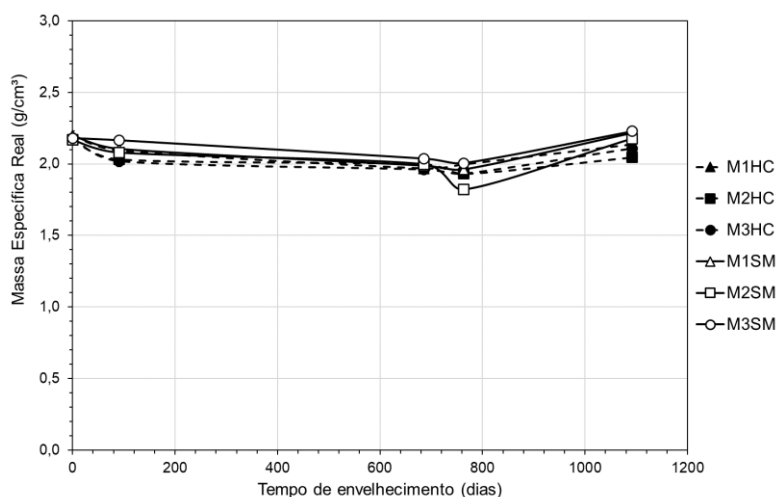


Figura 93 - Curva massa específica real vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Para avaliar o efeito do teor de água na mistura, e sua influência na massa específica real, quando em SM, é feita a comparação entre M2 e M3. É verificado que M3SM é superior à M3HC em todos os tempos de envelhecimento, com destaque para o tempo de 1092 dias, onde M3SM é 5,7% superior à M3HC. Já M2 tem valores significativamente semelhantes seja em SM, seja em HC, até o tempo de 763 dias, onde, assim como M3, possui valores maiores em SM do que em HC, 6,3%, como dito anteriormente.

É possível observar que o envelhecimento em sulfato provoca modificações nos valores de massa específica real do compósito M3 ao longo do período de 91 dias a 1092 dias. Em contraste, no caso de M2, as alterações perceptíveis são notadas somente após 1092 dias de envelhecimento. Essa diferença pode ser explicada pela porosidade inicialmente mais elevada na mistura M3, desde o início do processo de envelhecimento. Isso, como mencionado anteriormente, favorece a difusão do sulfato de magnésio para o interior da estrutura compósita.

Por outro lado, na mistura M2, devido à menor porosidade e maior resistência resultantes da diferença no teor de água, os produtos gerados a partir da reação entre o sulfato e a portlandita e/ou alumina tendem a preencher os poros. Isso pode ter resultado em tensões de tração nos poros, que, por sua vez, só conseguem ser aliviadas por meio de microfissuras, como discutido por Zou et al. (2021). Como consequência desse processo, a massa específica real aumenta. No entanto, essas tensões não foram suficientes para ocasionar uma expansão significativa do material,

em contraste com o comportamento observado em M3. Essa expansão será abordada em maior detalhe na seção 4.2.3.

Ao se analisar o efeito do envelhecimento em sulfato de magnésio na massa específica seca é utilizado o gráfico da Figura 94, onde são relacionados a situação em sulfato de magnésio (SM) e cura em água com hidróxido de cálcio (HC). Considerando o efeito do teor de cinza, é visto que M1SM e M1HC são significativamente semelhantes em todos os tempos de envelhecimento, enquanto M2 possui valores ligeiramente inferiores no caso SM para o caso HC, com uma média de aproximadamente 5%, com isso somente foi possível ver a influência do sulfato de magnésio na mistura M2.

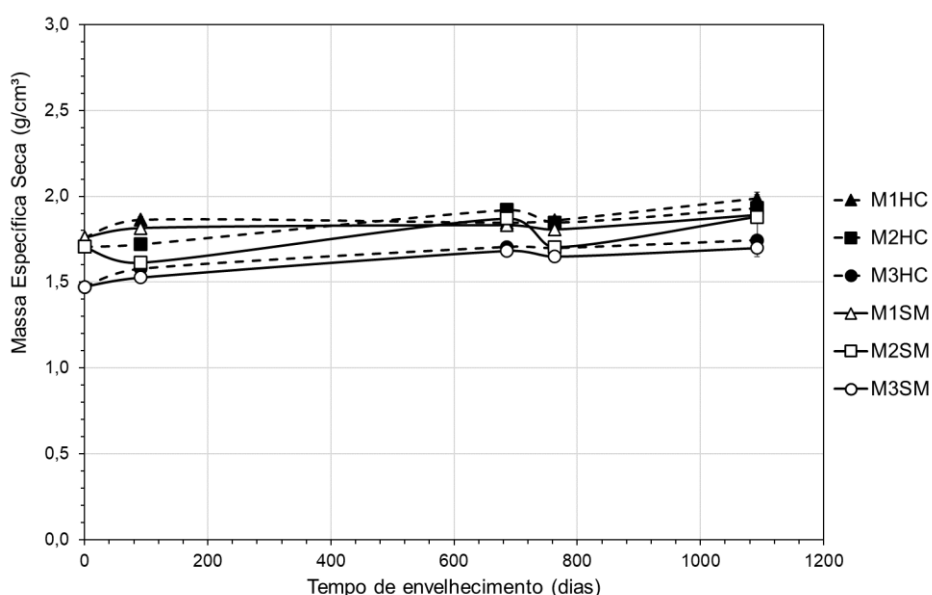


Figura 94 - Curva massa específica seca vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio, para as misturas M1, M2 e M3.

Verificando o efeito do teor de água no comportamento de massa específica seca nas amostras em sulfato de magnésio, também não foi possível verificar a influência da deterioração na mistura M3, já que os valores de M3SM e M3HC são significativamente semelhantes em todos os tempos de envelhecimento, diferentemente do que ocorre para M2.

Vale considerar que M3 possui menor massa específica seca que M2 seja em envelhecimento SM ou em cura HC, em concordância com o citado anteriormente, sobre o aumento de poros permeáveis influenciar na redução da massa específica seca.

4.2.3 Ensaio de expansão

Em relação a expansão, é possível ver na Tabela 38 os valores das amostras sulfatadas e hidratadas em 686 e 1092 dias. Assim, após análise de variância, no tempo de 686 dias de envelhecimento, as misturas M1 e M3 são as únicas que sofreram expansão, quando em comparação com as amostras de referência (HC).

Tabela 38 - Valores de expansão para as amostras imersas em sulfato de magnésio, juntamente com os valores das amostras hidratadas em hidróxido de cálcio.

Expansão (%)						
Tempo (dias)	M1		M2		M3	
	SM	HC	SM	HC	SM	HC
686	0,03 (0,00)	0,01 (0,00)	0,02 (0,01)	0,00 (0,00)	0,07 (0,00)	0,01 (0,01)
1092	0,05 (0,02)	0,01 (0,01)	0,03 (0,00)	0,02 (0,01)	-	0,01 (0,01)

Já para 1092 dias de envelhecimento, todas as amostras SM diferenciaram de seus valores de referência (HC), com destaque para a mistura M3, cuja expansão foi tão elevada, que impossibilitou a leitura do valor das amostras, já que não permitiu que as amostras encaixassem no aparato de leitura, como mostrado na Figura 95. É possível destacar que, quando se eleva o índice de água utilizada na mistura, como no caso da mistura M3, acontece uma maior permeabilidade que permitiu a maior difusão de magnésio na mistura, fazendo com que a amostra da mistura M3 tivesse maiores valores de expansão.

Assim, de acordo com a NBR 16697 (2018), somente a mistura M2 poderia ser considerada resistente ao sulfato (com sufixo RS), já que obteve expansão inferior a 0,03%, apesar de a norma considerar somente 56 dias. Já de acordo com a ASTM C1157 (2020), todas das misturas estudadas poderiam ser consideradas resistentes ao sulfato, já que nenhuma teve expansão superior a 0,1%, com exceção de M3 para 1092 dias, que não é possível avaliar, por falta de informação, apesar de a norma americana considerar o tempo de 365 dias.



Figura 95 - Impossibilidade de leitura de expansão da amostra deteriorada.

4.2.4 Microscopia eletrônica de varredura

Assim como realizado para o envelhecimento em sulfato de sódio, foi realizado o ensaio de MEV em amostras envelhecidas em sulfato de magnésio. Foi utilizado o método de detector de elétrons secundários (ETD – do inglês, *Everhart-Thornley Detector*), e assim como visto no caso de sulfato de sódio, é possível comparar a incrustação da matriz na fibra, e por conseguinte, avaliar quanto ao efeito de escorregamento das fibras.

A Figura 96 contém as amostras da mistura M1, M2 e M3 com 763 dias de envelhecimento para a hidratação em água com hidróxido de cálcio e no caso de envelhecimento em sulfato de magnésio. Em todas as imagens é possível notar um aspecto de floculação da matriz, e apesar de ser possível observar uma boa aderência do material cimentício nas fibras, como uma espécie de camada, é também visível que a fibra, com sua camada de material cimentício, tenha se descolado do restante da matriz, enquanto as amostras em hidróxido de cálcio não foi possível distinguir nitidamente a fibra na região de análise, podendo ser uma justificativa para a maior deflexão encontradas nas amostras de sulfato de magnésio.

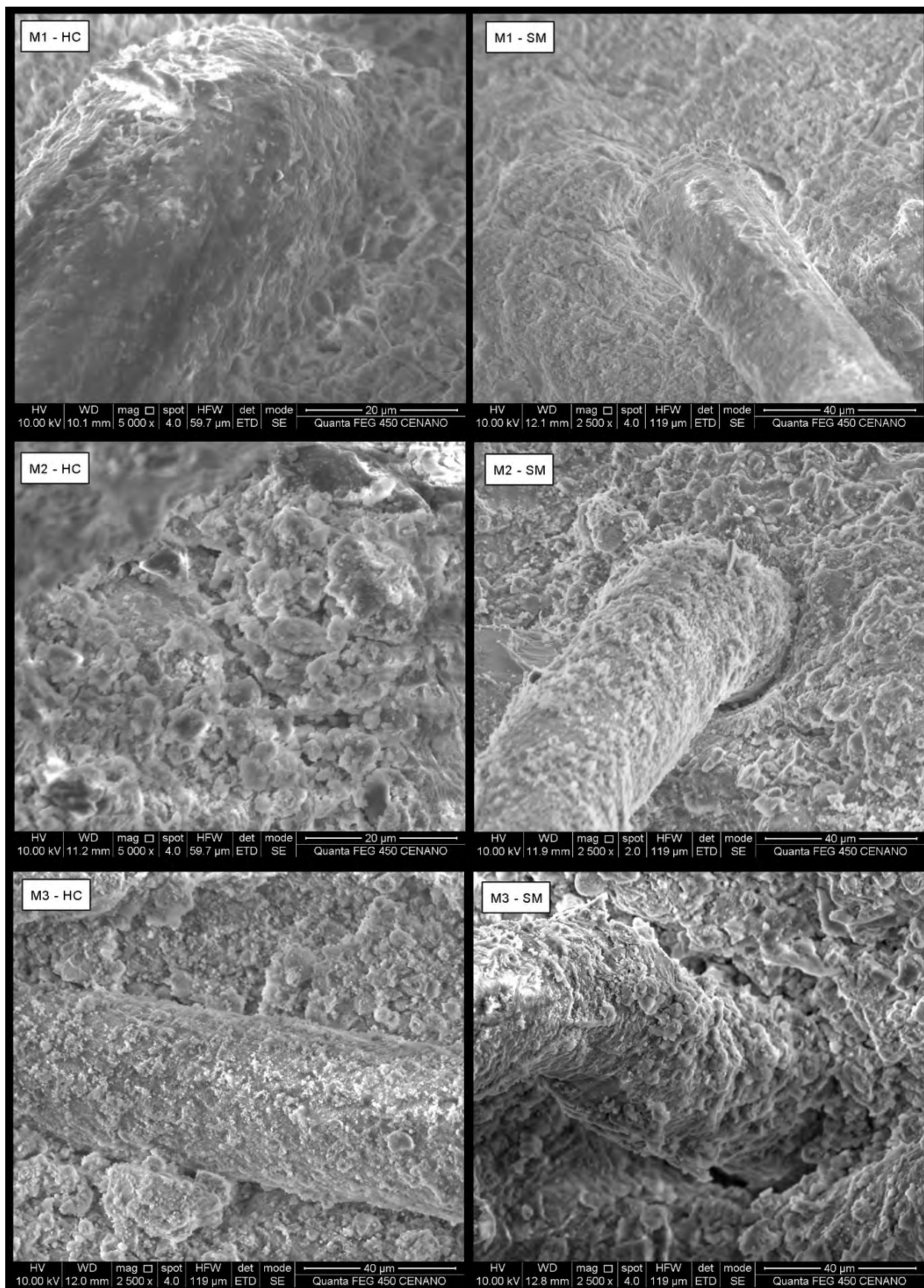


Figura 96 - Imagens das morfologias das amostras obtidas através do detector ETD de amostras curadas em água com hidróxido de cálcio (à esquerda) e envelhecidas em sulfato de magnésio (à direita).

Com a análise pelo detector de elétrons retroespalhados é possível determinar a presença de elementos químicos presentes na região da amostra que foi analisada, gerando os gráficos do ANEXO D e a Tabela 39, com os valores percentuais de cada elemento químico para as misturas M1, M2 e M3 para idade de 763 dias de envelhecimento, curadas em água com hidróxido de cálcio e envelhecidas em sulfato de magnésio.

Inicialmente é visível que as amostras quando envelhecidas em sulfato de magnésio possuem maiores índices de magnésio e enxofre em seu interior, evidenciando a difusão do sulfato de magnésio. Já as amostras que foram curadas em água com hidróxido de cálcio apresentam um material mais regular e nivelado entre a presença dos diversos elementos.

Tabela 39 – Distribuição de elementos químicos presentes nas regiões analisadas de amostras de Hidróxido de Cálcio, Sulfato de magnésio das misturas M1, M2 e M3.

Elemento Químico	M1		M2		M3	
	HC (%)	SM (%)	HC (%)	SM (%)	HC (%)	SM (%)
C	35,25	29,38	22,59	17,73	7,78	17,02
O	50,58	41,43	45,13	46,75	48,57	46,51
Na	0,33	0,00	0,17	0,00	0,18	0,24
Mg	0,74	3,38	0,25	5,26	0,35	2,38
Al	1,71	0,97	3,82	3,58	5,27	6,13
Si	4,88	2,98	8,99	9,30	14,72	16,12
S	0,77	8,87	0,00	4,93	0,28	0,28
K	0,39	0,00	1,03	0,35	1,26	0,93
Ca	5,36	11,40	15,99	9,61	18,51	4,51
Fe	0,00	1,59	2,04	2,49	3,07	5,88

4.2.5 Propriedades mecânicas

4.2.5.1 Compressão axial

Nos gráficos apresentados na Figura 97 estão presentes as curvas típicas de cada mistura para cada tempo de ensaio. Como as amostras da mistura M4 não

suportaram o efeito do sulfato de magnésio para idades superiores a 91 dias, não há a curva das mesmas nos gráficos da Figura 97.

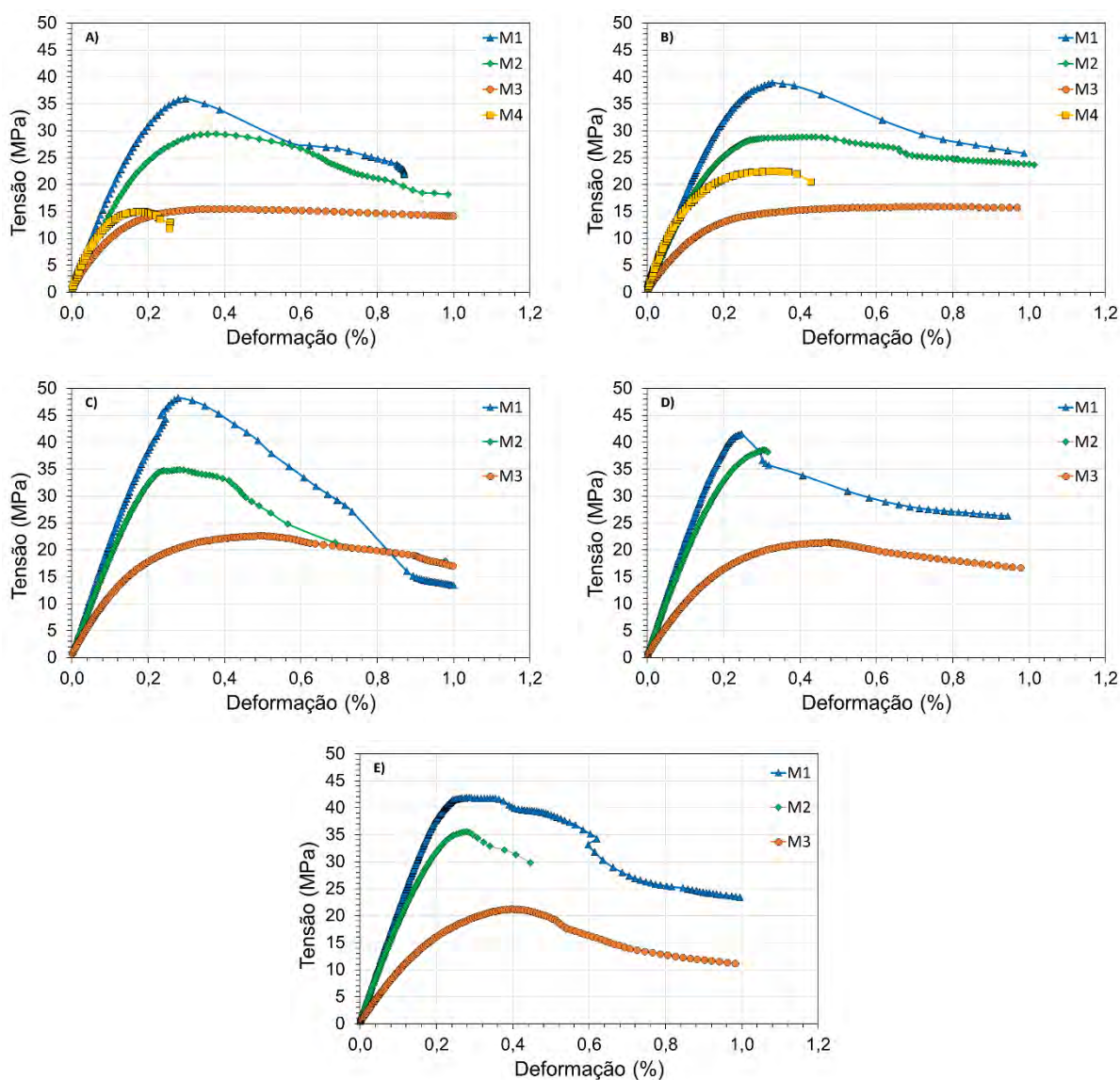


Figura 97 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de compressão para cada mistura em cada tempo de deterioração em sulfato de magnésio. A) 0 dia; B) 91 dias; C) 686 dias; D) 763 dias; e E) 1092 dias.

Da Tabela 40 até a Tabela 43 estão contidos os valores médios e desvios padrão das propriedades mecânicas obtidas durante o ensaio de compressão das amostras, como resistência à compressão, módulo de elasticidade, deformação na tensão máxima e índice de tenacidade. Estão ordenados em cada linha, de acordo com o passar do tempo de envelhecimento, cada ensaio, e em cada coluna é categorizado se amostra ficou imersa em sulfato de magnésio, SM, ou se a amostra ficou em HC. A análise de variância é identificada pelo sinal de visto verde, ✓,

considerando uma semelhança na propriedade, já a alternativa negativa é identificada pelo sinal **X** vermelho.

O efeito da deterioração por sulfato de magnésio também pode ser observado na resistência à compressão, Tabela 40. Todas as amostras tiveram quedas expressivas na resistência quando envelhecidas em sulfato de magnésio, comparadas com as amostras de referência (HC).

Tabela 40 - Tabela com valores médios e desvios padrão da resistência à compressão obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Resistência à compressão (MPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	38,07 (0,32)	✓	38,07 (0,32)	29,69 (1,52)	✓	29,69 (1,52)	16,10 (0,56)	✓	16,10 (0,56)	16,17 (0,89)	✓	16,17 (0,89)
91	39,66 (2,80)	✓	45,59 (3,48)	29,20 (0,35)	✓	31,62 (0,82)	15,89 (0,72)	✓	18,52 (1,50)	22,02 (0,85)	✓	20,34 (0,84)
686	41,35 (2,83)	X	56,45 (5,68)	35,84 (1,70)	✓	39,92 (4,47)	20,69 (2,17)	✓	25,40 (1,70)	-		-
763	41,34 (2,62)	X	56,94 (1,43)	36,22 (2,03)	✓	41,47 (1,36)	20,52 (0,81)	✓	25,56 (1,14)	-		-
1092	39,21 (2,67)	X	55,39 (2,24)	35,30 (1,35)	X	44,28 (0,92)	18,85 (1,67)	X	25,85 (1,44)	-		-

Das 3 misturas que tiveram dados suficientes ao longo dos ensaios, a mistura M3 é a mistura que apresentou redução mais expressiva de seus valores para módulo de elasticidade, já com 91 dias após a imersão em sulfato de magnésio em comparação quando o compósito é curado em água com hidróxido de cálcio, como visto na Tabela 41, 19% (M3SM para M3HC). Enquanto a mistura M2 teve valores significativamente semelhantes entre amostras sulfatadas e hidratadas em todos os tempos. Já a mistura M1 teve reduções no módulo de elasticidade das amostras sulfatadas nas idades de 91 e 1092 dias, onde M1SM é 10% menor que M1HC.

A mistura M3 ter sido mais influenciada pela deterioração por sulfato de magnésio entra em concordância com os altos valores de porosidade total para M3, já que a porosidade do material tende a ser diretamente relacionada à sua deformação no momento da compressão. Ainda assim, todas as amostras tiveram valores reduzidos quando sob efeito da deterioração por sulfato de magnésio.

Tabela 41 - Tabela com valores médios e desvios padrão do módulo de elasticidade obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Módulo de Elasticidade (GPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	18,29 (1,12)	✓	18,29 (1,12)	15,94 (0,97)	✓	15,94 (0,97)	10,39 (0,34)	✓	10,39 (0,34)	17,13 (1,88)	✓	17,13 (1,88)
91	18,27 (0,14)	✗	19,99 (0,42)	16,62 (0,41)	✓	17,48 (0,17)	9,38 (0,37)	✗	11,37 (0,51)	19,66 (0,87)	✓	17,50 (0,80)
686	20,13 (1,78)	✓	21,50 (0,10)	19,27 (0,53)	✓	19,84 (0,12)	11,74 (0,55)	✗	13,69 (0,04)	-	-	-
763	21,74 (0,26)	✓	22,57 (0,11)	19,10 (0,44)	✓	20,02 (0,39)	10,72 (0,13)	✗	12,52 (0,14)	-	-	-
1092	20,28 (0,75)	✗	22,68 (0,45)	18,69 (0,58)	✓	20,03 (0,46)	10,50 (2,17)	✓	13,60 (1,05)	-	-	-

No que diz respeito à propriedade de deformação na tensão máxima durante o ensaio de compressão axial, são apresentados os valores da Tabela 42. E através de análise de variância, os valores de M2, tanto das amostras sulfatadas quanto das amostras hidratadas, são significativamente semelhantes para cada tempo de ensaio de ensaio.

Tabela 42 - Tabela com valores médios e desvios padrão da deformação atingida quando a carga máxima obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Deformação na Tensão Máxima (%)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	0,31 (0,03)	✓	0,31 (0,03)	0,38 (0,04)	✓	0,38 (0,04)	0,43 (0,02)	✓	0,43 (0,02)	0,21 (0,08)	✓	0,21 (0,08)
91	0,34 (0,06)	✓	0,32 (0,03)	0,31 (0,19)	✓	0,31 (0,03)	0,55 (0,01)	✗	0,38 (0,04)	0,31 (0,04)	✓	0,28 (0,03)
686	-	-	-	0,26 (0,08)	✓	0,28 (0,10)	0,47 (0,09)	✓	0,40 (0,01)	-	-	-
763	-	-	-	0,29 (0,01)	✓	0,31 (0,02)	0,46 (0,03)	✗	0,39 (0,01)	-	-	-
1092	-	-	-	0,27 (0,01)	✓	0,32 (0,02)	0,44 (0,05)	✓	0,28 (0,14)	-	-	-

Para a mistura M3 os valores de deformação para sulfato de magnésio e para a cura em hidróxido de cálcio ora são significativamente semelhantes, ora os valores

em SM são maiores. Assim, aos 91 dias de envelhecimento as amostras sulfatadas apresentam um valor aproximado de 45% maior ao apresentado para a amostras de referência, e aos 763 dias aproximadamente 18%,

Na Tabela 43 são apresentados os valores de índice de tenacidade na compressão até 0,5% de deformação. Para o cálculo do índice é necessário gerar a curva de tensão *versus* deformação, obtidas em ensaios, e os valores faltantes são devidos à impossibilidade de geração de tal curva nas idades de ensaio, como por exemplo amostras que tiveram resistências superiores ao aplicado pelo equipamento, sendo necessário rompê-los em outra prensa, como no caso de M1 em HC. Ou como no caso de M4, amostras totalmente deterioradas.

Tabela 43 - Tabela com valores médios e desvios padrão do índice de tenacidade na compressão até 0,5% de deformação obtidos em ensaios de compressão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Índice de Tenacidade para 0,5%									
Tempo (dias)	M1			M2			M3		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	0,92 (0,03)	✓	0,92 (0,03)	0,94 (0,01)	✓	0,94 (0,01)	0,94 (0,00)	✓	0,94 (0,00)
91	0,94 (0,02)	✓	0,94 (0,00)	0,96 (0,01)	✓	0,93 (0,00)	0,89 (0,01)	✗	0,94 (0,01)
686	-	-	-	0,94 (0,07)	✓	0,94 (0,00)	0,93 (0,01)	✓	0,94 (0,00)
763	-	-	-	0,92 (0,02)	✓	0,93 (0,00)	0,93 (0,01)	✓	0,95 (0,00)
1092	-	-	-	0,80 (0,00)	✗	0,93 (0,01)	0,90 (0,02)	✓	0,90 (0,04)

4.2.5.1.1 Influência do teor de água e cinza volante nas misturas

Para a análise da influência da imersão em sulfato de magnésio na propriedade de resistência à compressão (Figura 98), foram comparados os efeitos do teor de cinza através do desempenho das misturas M1 e M2 no tempo. Essas misturas foram submetidas tanto à imersão em sulfato de magnésio (SM) quanto à cura em água com hidróxido de cálcio (HC).

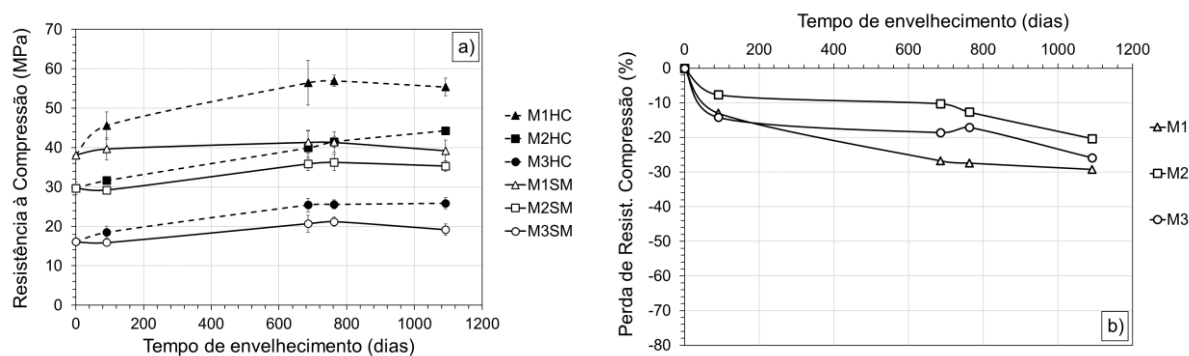


Figura 98 – (a) Curva resistência à compressão vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a resistência à compressão do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

Durante todo o processo de envelhecimento, fica evidente que a resistência da mistura M1 superou consistentemente a da mistura M2, como visto na Figura 98a. Isso é válido tanto para SM (com uma média de 21% de superioridade) quanto para HC (com uma média de 35% de superioridade). A Figura 98b apresenta um gráfico que ilustra as diferenças percentuais entre SM e HC para cada uma das misturas. Cada curva nesse gráfico representa a diminuição da resistência de SM para HC em cada tempo de envelhecimento, facilitando a comparação entre as duas condições de envelhecimento para cada mistura.

Os resultados destacam que, no tempo de 1092 dias, a resistência da M1SM foi 29% inferior à M1HC, enquanto a M2SM foi 20% menos resistente do que a M2HC. Consequentemente, isso indica que o envelhecimento em sulfato de magnésio teve um impacto menor na resistência à compressão da M2 em comparação com a M1, com maior perda de resistência para M1, como visto no gráfico da Figura 98b. Este resultado é em contradição com o observado por Taylor (1997) e Lee *et al.* (2005). Segundo os autores o maior uso de adição mineral teria um efeito de maior redução da resistência à compressão, quando em envelhecimento em sulfato de magnésio, pois reduziria o teor de CH na mistura. O baixo teor de portlandita faz com que a fase CSH fique desprotegida e reaja com o sulfato, ocasionando redução da resistência à compressão. Os autores acreditam que, o teor ou reatividade da cinza volante na mistura M2, não foi suficiente para o consumo total do CH na mistura, restando, portanto, mais CH para a reação do sulfato e minimizando o seu dano.

Para a comparação do teor de água, entre M2 e M3, é possível notar que M3 teve pouco ganho de resistência, assim M2 é superior em todos os tempos, seja para o envelhecimento em sulfato de magnésio (com uma média de 79% superior), ou no

caso de cura em água com hidróxido de cálcio (uma média aproximada de 70% a mais). Ainda, ao se comparar os valores de M2SM com M2HC para a idade de 1092 dias, é visto que M2 perde 20% quando em sulfato de magnésio e M3SM é 27% menor que M3HC, de acordo com o gráfico da Figura 98b, com isso é possível destacar que M3 teve mais influência em sua resistência à compressão do que M2, quando em envelhecimento em sulfato de magnésio, possivelmente desencadeado pela maior porosidade da mistura M3.

Utilizando o gráfico apresentado na Figura 99, podemos avaliar o efeito do teor de cinza no módulo de elasticidade em relação ao sulfato de magnésio. Comparamos as diferenças entre M1SM e M1HC, bem como, entre M2SM e M2HC. Na Figura 99b observa-se que o compósito M1SM apresenta uma redução de 10% em relação a M1HC, aos 91 dias, e de 11% após 1092 dias. Enquanto isso, o compósito M2SM apresenta, em média, uma redução de 5% em relação a M2HC, não ultrapassando 7% após 1092 dias de envelhecimento. Esses resultados indicam que o baixo teor de cinza volante presente em M1 (FA/C de 1.2) resultou em uma maior influência do sulfato de magnésio no módulo de elasticidade.

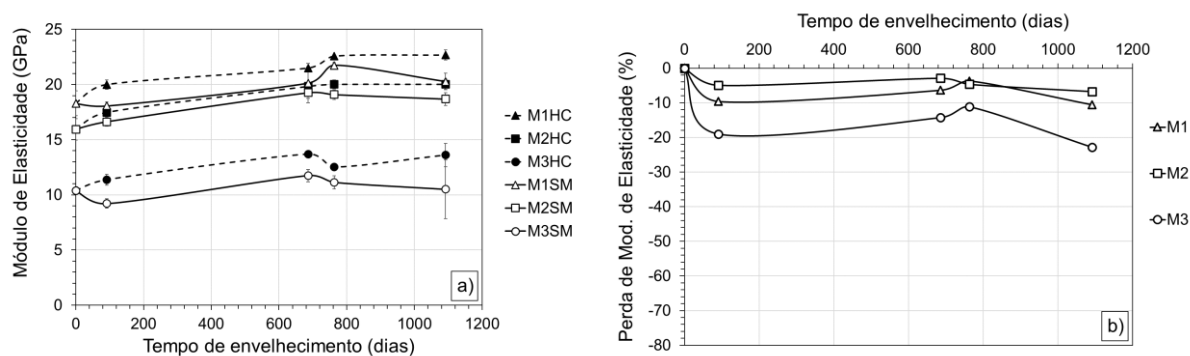


Figura 99 - (a) Curva módulo de elasticidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre o módulo de elasticidade do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

Na avaliação dos teores de água utilizados na confecção dos compósitos, observa-se que a mistura M2 apresenta valores de módulo de elasticidade maiores em comparação com M3, conforme mostra a Figura 99a, tanto no envelhecimento em sulfato de magnésio (aproximadamente 70%) quanto na cura em água com hidróxido de cálcio (aproximadamente 50%). Ao compararmos ambas as misturas de compósitos nos dois métodos de envelhecimento (ver Figura 99b), fica evidente que o sulfato de magnésio exerce uma influência mais significativa sobre a mistura M3,

uma vez que M2SM é, em média, apenas 5% menor que M2HC, enquanto M3SM é, em média, 17% inferior a M3HC, destacando-se especialmente após 1092 dias, quando a diferença chega a 23%.

No contexto da deformação na tensão máxima, apresentada na Figura 100, embora não tenha sido obtido valores de M1 para idades além dos 91 dias de envelhecimento, é possível notar que até a data da coleta de dados, M1 e M2 apresentaram valores significativamente similares, tanto no envelhecimento em sulfato de magnésio (comparando M1SM e M2SM) quanto na cura em água com hidróxido de cálcio (comparando M1HC e M2HC).

Além disso, ao comparar os dois métodos de envelhecimento (ver Figura 100) para cada compósito, verificou-se que tanto M1SM quanto M1HC, assim como M2SM e M2HC, também exibiram similaridades significativas entre si.

Porém, o mesmo não acontece para a influência do teor de água, já que M3 apresenta maiores valores médios de deformação em todos os tempos para o envelhecimento em sulfato de magnésio, em comparação com a cura em água com hidróxido de cálcio (com a máxima diferença sendo em 1092 dias, onde M3SM é 66% maior que M3HC), enquanto M2SM e M2HC possuem valores significativamente semelhantes durante todo o envelhecimento.

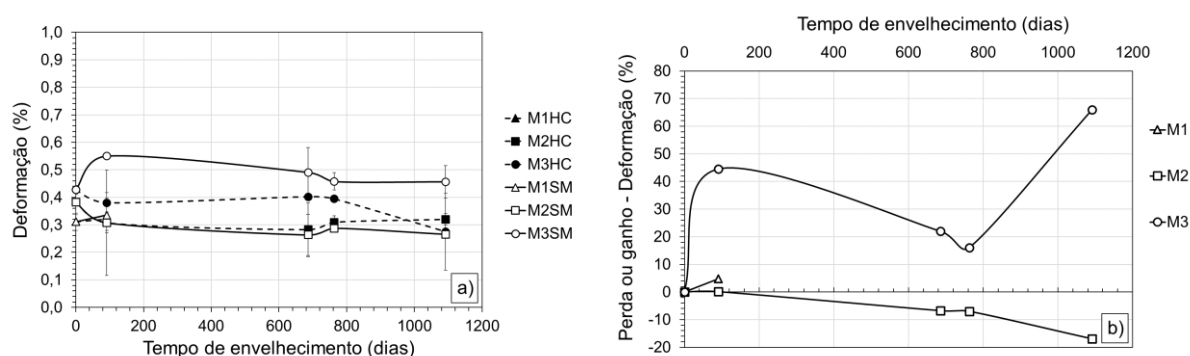


Figura 100 - (a) Curva deformação de pico vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a deformação de pico do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

Ao analisar os valores de índice de tenacidade na compressão em 0,5% (Figura 101), observa-se que as misturas exibem pouca variação em relação à influência dos teores de cinza e água, com exceção do período de 1092 dias. Neste contexto, foi identificado que a mistura M2, submetida à imersão em sulfato de magnésio, apresenta um valor médio 14% menor quando comparada à cura em água com

hidróxido de cálcio. Em relação ao teor de água, destaca-se que a mistura M3 não apresenta diferença significativa ao comparar M3SM e M3HC.

Esses resultados apontam para uma relativa estabilidade das misturas em relação à tenacidade na compressão em 0,5% da deformação, para a maioria dos períodos avaliados, exceto no caso específico de M2 com imersão em sulfato de magnésio aos 1092 dias.

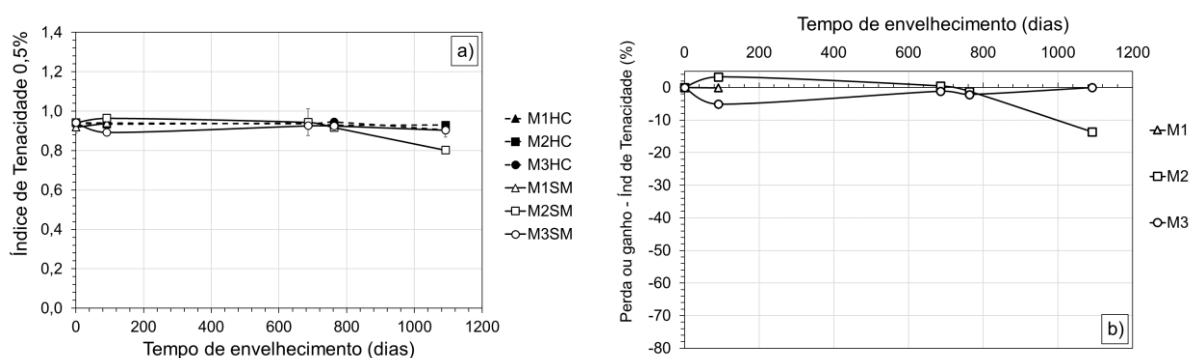


Figura 101 - (a) Curva índice de tenacidade em 0,5% vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a resistência à compressão do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

4.2.5.2 Flexão

Os gráficos da Figura 102 mostram as curvas dos ensaios de flexão para as misturas M1, M2, M3 e M4 devido ao envelhecimento de amostras imersas em sulfato de magnésio. É possível notar a diminuição do valor de deflexão máxima, tensão máxima e tenacidade ao longo do tempo.

Da Tabela 44 até a Tabela 48 estão presentes os valores das propriedades das misturas M1, M2, M3 e M4 obtidas nos ensaios de flexão. Com os valores de tensão na primeira fissura, visto na Tabela 44, é possível comparar o comportamento das misturas quando imersas em sulfato de magnésio com o comportamento das amostras de referência (HC) por igual período. Assim, através da análise de variância, todos os valores de M1 em SM são significativamente semelhantes aos seus respectivos pares em HC, para M2 e M3 só são diferentes em 1092 dias, com a resistência de M2 em sulfato de magnésio inferior.

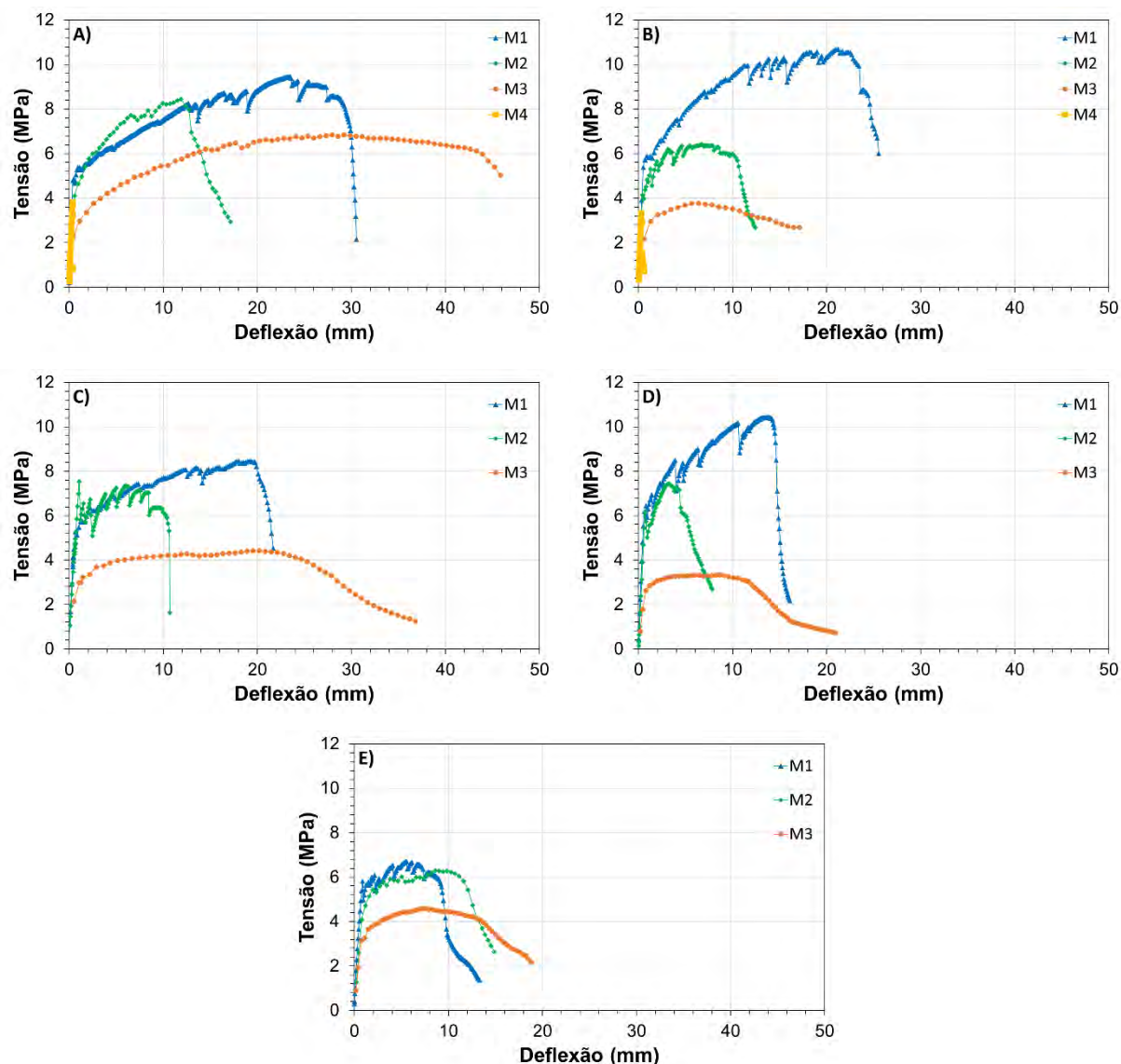


Figura 102 - Gráficos com as curvas típicas dos ensaios de flexão para cada mistura em cada tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio. A) 0 dia; B) 91 dias; C) 686 dias; D) 763 dias; e E) 1092 dias.

Ao analisar a deflexão na primeira fissura, conforme apresentado na Tabela 45, é possível observar que, em geral, as misturas demonstraram valores maiores de deflexão em SM que em HC. Inicialmente, os valores foram próximos, mas à medida que o tempo avançou, a diferença no comportamento entre as soluções aumentou gradualmente. Esse padrão de comportamento foi confirmado na análise de variância. A mistura M1 apresentou valores significativamente semelhantes entre SM e HC nas idades de 91, 686 e 763 dias. Tanto a mistura M2, quanto M3, mostraram valores semelhantes apenas no tempo de 91 dias.

Tabela 44 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Tensão Primeira Fissura (MPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	4,87 (0,09)	✓	4,87 (0,09)	4,36 (0,10)	✓	4,36 (0,10)	3,00 (0,59)	✓	3,00 (0,59)	4,01 (0,13)	✓	4,01 (0,13)
91	5,37 (0,42)	✓	5,06 (0,41)	4,78 (0,39)	✓	5,23 (0,49)	3,14 (0,10)	✓	3,31 (0,95)	3,39 (0,39)	✓	3,93 (0,06)
686	6,01 (0,57)	✓	6,19 (0,02)	6,26 (0,29)	✓	5,70 (0,25)	3,07 (0,16)	✓	3,86 (0,56)	-	-	-
763	5,91 (0,62)	✓	6,50 (0,53)	6,56 (0,12)	✓	6,24 (0,36)	3,19 (0,67)	✓	3,94 (0,32)	-	-	-
1092	5,73 (0,44)	✓	6,75 (0,27)	4,66 (0,14)	✗	6,17 (0,17)	3,13 (0,21)	✗	4,17 (0,43)	-	-	-

Tabela 45 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão na primeira fissura do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Deflexão Primeira Fissura (mm)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	0,61 (0,16)	✓	0,61 (0,16)	0,63 (0,05)	✓	0,63 (0,05)	0,65 (0,16)	✓	0,65 (0,16)	0,35 (0,03)	✓	0,35 (0,03)
91	0,58 (0,20)	✓	0,56 (0,07)	0,58 (0,05)	✓	0,54 (0,03)	0,95 (0,13)	✓	0,60 (0,01)	0,29 (0,03)	✓	0,33 (0,01)
686	0,61 (0,11)	✓	0,52 (0,24)	0,91 (0,04)	✗	0,51 (0,04)	0,96 (0,35)	✗	0,45 (0,02)	-	-	-
763	0,65 (0,12)	✓	0,53 (0,03)	0,87 (0,16)	✗	0,53 (0,02)	0,91 (0,02)	✗	0,49 (0,04)	-	-	-
1092	0,88 (0,03)	✗	0,48 (0,02)	1,00 (0,03)	✗	0,50 (0,01)	0,96 (0,21)	✗	0,43 (0,05)	-	-	-

Ao analisar a tensão máxima obtida durante os ensaios de flexão, de acordo com a Tabela 46, fica evidente que todas as misturas foram afetadas pela imersão em sulfato de magnésio. Em 1092 dias, a mistura M1 apresentou valores de SM 33% inferior ao HC. No caso de M2 e M3, ambas as misturas mostraram valores de SM inferiores ao HC em todos os tempos, terminando com um valor aproximadamente 40% inferior ao encontrado para HC. Assim, fica claro que a imersão em sulfato de magnésio teve um impacto negativo na tensão máxima para todas as misturas avaliadas.

Tabela 46 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tensão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Tensão Máxima (MPa)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	9,42 (0,03)	✓	9,42 (0,03)	8,06 (0,37)	✓	8,06 (0,37)	6,84 (0,41)	✓	6,84 (0,41)	4,01 (0,13)	✓	4,01 (0,13)
91	9,18 (0,78)	✓	9,44 (1,27)	8,15 (0,82)	✓	8,78 (0,28)	5,37 (0,15)	✗	7,38 (0,49)	3,39 (0,39)	✓	3,93 (0,06)
686	8,18 (0,77)	✓	8,96 (0,53)	6,73 (0,19)	✓	9,33 (0,61)	4,25 (0,24)	✗	7,80 (0,47)	-	-	-
763	9,70 (0,48)	✓	10,41 (0,87)	7,76 (0,23)	✓	9,36 (0,78)	3,97 (0,89)	✗	7,32 (0,43)	-	-	-
1092	6,59 (0,52)	✗	9,87 (0,58)	6,03 (0,39)	✗	10,27 (0,96)	4,48 (0,11)	✗	7,48 (0,80)	-	-	-

Nas Tabela 47 e Tabela 48, são apresentados os valores de deflexão máxima e tenacidade, respectivamente. É perceptível que essas duas propriedades estão relacionadas, pois amostras com alta deflexão geralmente apresentam um alto valor de tenacidade. Tanto para a deflexão máxima quanto para a tenacidade, todas as misturas mostraram uma redução em seus valores quando imersas em sulfato de magnésio, em comparação com as amostras hidratadas.

Tabela 47 - Valores médios e desvios padrão dos valores de deflexão máxima do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Deflexão Máxima (mm)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	27,02 (2,46)	✓	27,02 (2,46)	16,78 (3,08)	✓	16,78 (3,08)	36,02 (2,36)	✓	36,02 (2,36)	0,35 (0,03)	✓	0,35 (0,03)
91	20,57 (4,30)	✓	21,27 (1,08)	16,36 (3,71)	✓	16,41 (0,76)	22,53 (2,34)	✓	30,19 (1,98)	0,29 (0,03)	✓	0,33 (0,01)
686	14,92 (4,92)	✓	17,97 (2,26)	11,47 (1,75)	✓	15,61 (1,32)	19,01 (6,36)	✗	34,87 (2,99)	-	-	-
763	13,35 (0,65)	✓	18,18 (0,70)	12,63 (5,03)	✓	16,34 (3,64)	15,73 (4,12)	✓	29,15 (11,17)	-	-	-
1092	10,91 (3,00)	✓	16,56 (0,45)	11,44 (3,15)	✓	15,42 (5,37)	7,93 (1,95)	✗	18,51 (0,55)	-	-	-

Tabela 48 - Valores médios e desvios padrão dos valores de tenacidade do ensaio de flexão das amostras submetidas ao sulfato de magnésio e das amostras hidratadas com hidróxido de cálcio.

Tenacidade na flexão (KJ/m ²)												
Tempo (dias)	M1			M2			M3			M4		
	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC	SM	-	HC
0	221,16 (15,41)	✓	221,16 (15,41)	119,87 (12,40)	✓	119,87 (12,40)	251,39 (53,96)	✓	251,39 (53,96)	0,81 (0,07)	✓	0,81 (0,07)
91	142,51 (82,83)	✓	158,59 (51,36)	114,25 (40,5)	✓	120,09 (8,81)	103,43 (24,57)	✓	180,04 (21,14)	0,62 (0,15)	✓	0,73 (0,05)
686	103,04 (8,63)	✓	132,03 (21,15)	75,61 (16,20)	✓	120,24 (14,36)	73,99 (31,27)	✗	246,89 (33,91)	-		-
763	110,76 (7,58)	✓	127,59 (47,60)	70,25 (47,33)	✓	126,93 (44,24)	67,64 (37,11)	✓	181,96 (90,56)	-		-
1092	69,05 (11,37)	✓	105,20 (47,05)	59,58 (18,76)	✓	93,18 (15,54)	34,78 (11,95)	✓	107,85 (2,57)	-		-

4.2.5.2.1 Influência do teor de água e cinza volante na mistura

A Figura 103 mostra a evolução dos valores de tensão na primeira fissura. Sobre o efeito do teor de cinza na tensão na primeira fissura, as misturas M1 e M2 apresentam, no tempo 0, valores ligeiramente semelhantes, e com o passar do tempo, ambas as misturas apresentam aumento de resistência, mas na idade de 1092 dias, os valores de tensão de primeira fissura das duas misturas demonstram uma tendência de redução, no entanto, elas ainda são maiores que a tensão de primeira fissura no início do envelhecimento. Nesse ponto M1 é maior que M2 em 23%.

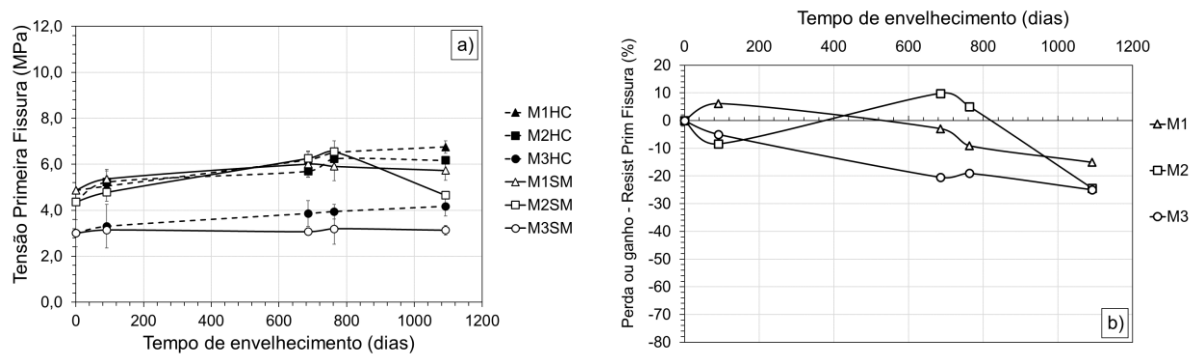


Figura 103 - (a) Curva tensão na primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a tensão na primeira fissura do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

Ao avaliar a diferença entre o envelhecimento em SM e HC, é visto que M1SM e M1HC são significativamente semelhantes em todos os tempos, enquanto M2SM e M2HC só são diferentes em 1092 dias, quando M2 em sulfato de magnésio é 24% menor que no processo de cura em água com hidróxido de cálcio.

No que diz respeito ao teor de água (M2 e M3), a mistura M3 não varia o valor de tensão na primeira fissura ao longo do tempo ao ser envelhecida em sulfato de magnésio, assim, a mistura M2 exibe uma tensão na primeira fissura consistentemente superior ao valor de M3 em todos as idades. Inicialmente, essa tensão é 25% maior que a da M3, já a partir do tempo 0, e essa diferença chega a 49% ao completar 1092 dias.

Ao fazer uma comparação entre diferentes ambientes (SM e HC), torna-se evidente que o valor de tensão da M2SM somente é significativamente diferente do valor da M2HC na idade de 1092 dias. Nesse ponto, a M2SM é inferior em 24% em relação à M2HC. Além disso, a tensão na primeira fissura da M3SM se assemelha de maneira significativa à da M3HC até 763 dias. Em 1092 dias a perda de resistência de M3SM, em relação a M3HC é em torno de 25%.

Dessa forma, é notável que há uma influência mais acentuada do envelhecimento no sulfato de magnésio na tensão de primeira fissura da mistura M2, com maior teor de cinza, que M1, através da redução de sua resistência, possivelmente ocasionada pelas mudanças macro e micromecânicas geradas pelos produtos da reação do sulfato com a matriz endurecida. Já em relação ao teor de água na mistura, o dano foi maior na mistura com maior teor de água, M3.

No caso da deflexão na primeira fissura, Figura 104, no que diz respeito ao teor de cinza, entre M1 e M2, ambas as misturas têm em 0 e 91 dias, valores semelhantes, quando ambas estão sob envelhecimento em SM, mas na idade de 686 dias, M1 atinge valor 33% inferior ao de M2 para o mesmo período e permanece menor até a idade de 1092 dias, com 11% menor. Ao se realizar a comparação de cada mistura entre SM e HC, é visto que M1SM só não é significativamente semelhante à M1HC no tempo de 1092 dias, onde apresenta valor de deflexão na primeira mistura de 84% maior. Já para M2SM, ela é significativamente diferente de M2HC a partir do tempo

de 686 dias, e atinge em 1092 dias o valor de 98% superior ao encontrado para a deflexão na primeira fissura de M2HC.

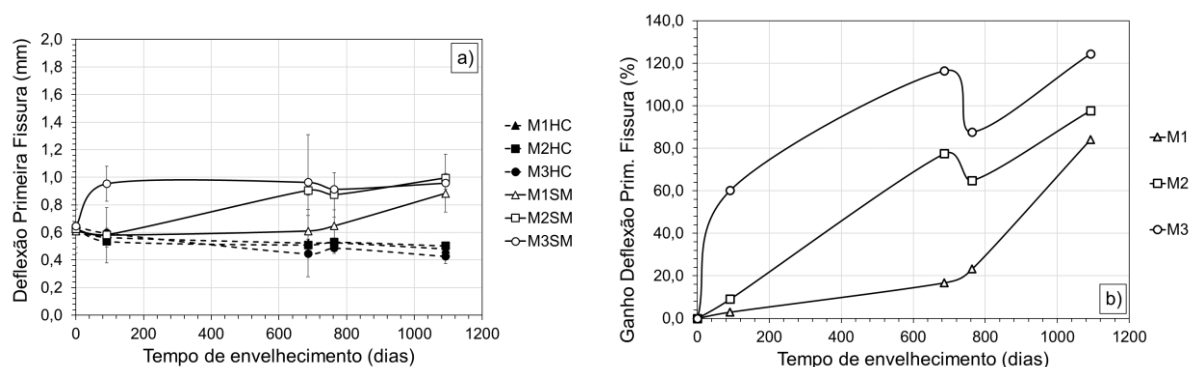


Figura 104 - (a) Curva deflexão na primeira fissura vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a deflexão na primeira fissura do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

No caso da influência do teor de água, misturas M2 e M3, na deflexão de primeira fissura, M2SM é, em 91 dias, 39% inferior a M3SM, e, a partir de 686 dias, as duas misturas possuem valores significativamente semelhantes. Quando é realizada a comparação entre SM e HC, M2SM possui valor maior de deflexão do que M2HC, a partir de 686 dias, enquanto M3SM é maior que M3HC a partir de 686 (116% maior), atingindo em 1092 dias valor de 123% maior que M3HC.

Sobre a tensão máxima encontrada durante os ensaios de flexão, para o envelhecimento em sulfato de magnésio e o efeito do teor de cinza, o gráfico da Figura 105 mostra que a tensão máxima de M1 é maior que M2 em todos os tempos, com 17% maior no tempo 0 e 28% maior em 763 dias, e na idade de 1092 dias é 5% maior ao valor de M2. Quando é realizada a comparação entre cada meio de envelhecimento, é verificado que M1SM é 33% menor que M1HC para 1092 dias, antes disso os valores de M1SM e M1HC são significativamente semelhantes. A tensão máxima de M2 na flexão assume um comportamento semelhante ao de M1, também são significativamente semelhantes M2SM e M2HC até 763 dias. Em 1092 dias a diferença dada por M2SM é 41% menor que M2HC. Apesar de ambas as misturas terem um comportamento de redução de seus respectivos valores de tensão máxima, quando em envelhecimento em sulfato de magnésio, se comparado à cura em água com hidróxido de cálcio, é visível que a mistura M2 teve um dano maior.

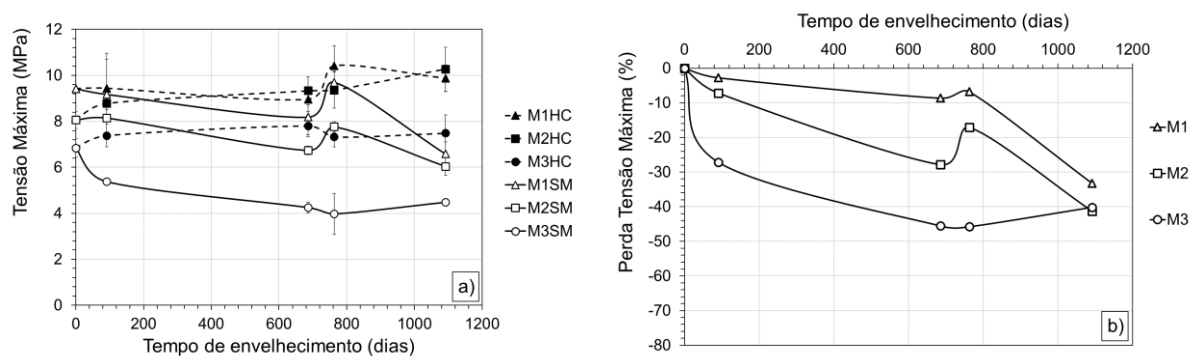


Figura 105 - (a) Curva tensão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a tensão máxima do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

Já no que diz respeito ao teor de água, os valores de M2 são maiores que os de M3, assim, M2 tem no tempo 0 valor 18% superior ao de M3 e chega na idade de 1092 dias com valores 36% superiores, quando ambas em sulfato de magnésio. Na verificação quanto ao meio de envelhecimento, para analisar a influência do teor de água na tensão máxima em ambiente sulfatado, é notado que enquanto M2SM e M2HC só são diferentes entre si no tempo de 1092 dias, a mistura M3SM possui valores menores que os encontrados em M3HC desde 91 dias, chegando a ser menor em até 40% de M3HC. Com isso, a maior utilização de água traduziu em um compósito menos resistente, tanto para valores da primeira fissura quanto para valores máximos de tensão resistida.

O gráfico da Figura 106 mostra os valores da deflexão máxima para os efeitos causados pelo sulfato de magnésio ao longo do tempo. Em comparação com o teor de cinza, a mistura M1 teve um valor de deflexão máxima superior ao encontrado em M2 ao longo do tempo, com uma diferença de aproximadamente 61%, no tempo 0. Ambas as misturas reduzem seus respectivos valores ao longo do tempo, e através do gráfico, é possível notar que a imersão em sulfato de magnésio maximizou esse efeito, já que as amostras curadas em água com hidróxido de cálcio também reduziram com o tempo. Adicionalmente, quando é feita a comparação entre os dois meios de envelhecimento, sob sulfato de magnésio e água com hidróxido de cálcio, é visto que ambas as misturas tem valores significativamente semelhantes nos dois métodos, sendo M1SM estatisticamente igual à M1HC e M2SM com M2HC, significando que estatisticamente não houve influência do envelhecimento em sulfato de magnésio na deflexão máxima de M1 e M2.

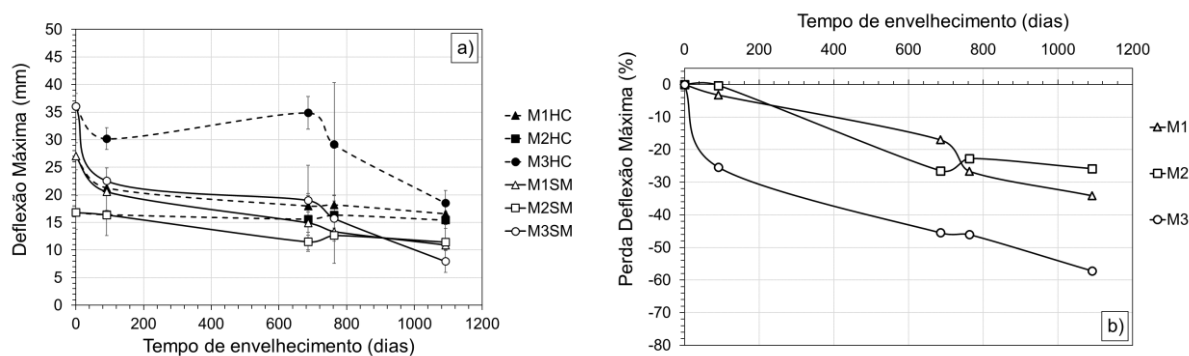


Figura 106 - (a) Curva deflexão máxima vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a deflexão máxima do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

Já com o teor de água como variável, M2 começa no tempo 0 tendo um valor médio de deflexão máxima 53% menor que o valor de M3, no entanto, com o decorrer do tempo, a mistura M2 ultrapassa o valor de M3 e tem na idade 1092 dias um valor 44% maior. Assim, o maior uso de água na mistura M3 produziu amostras mais permeáveis que facilitou a percolação de maior quantidade de íons de sulfato, possivelmente tornando o CSH em MSH, o que provavelmente influenciou na dinâmica de aderência na zona interfacial fibra/matriz. Ainda, quando se compara os valores de cada mistura em cada tipo de envelhecimento, é visto que enquanto M2 não sofre mudança significativa entre SM e HC, M3SM tem seu valor reduzido durante todo o período, na comparação com M3HC, culminando em 57% menor na idade de 1092 dias.

Para tenacidade, Figura 107, quando se analisa a influência do teor de cinza, entre M1 e M2, é observado que a superioridade de M1 vista na deflexão máxima para o caso da imersão em sulfato de magnésio, se confirma no caso da tenacidade, onde M1 é 85% maior que M2 no tempo 0 e na idade de 1092 dias as duas misturas são ligeiramente semelhantes, com M1 9% menor. Ainda, quando se verifica a tenacidade de cada mistura de acordo com o método de envelhecimento, é visto que ambas as misturas possuem valores significativamente semelhantes, M1SM com M1HC, e M2SM com M2HC, pelos mesmos motivos tratados anteriormente, para o caso da deflexão máxima.

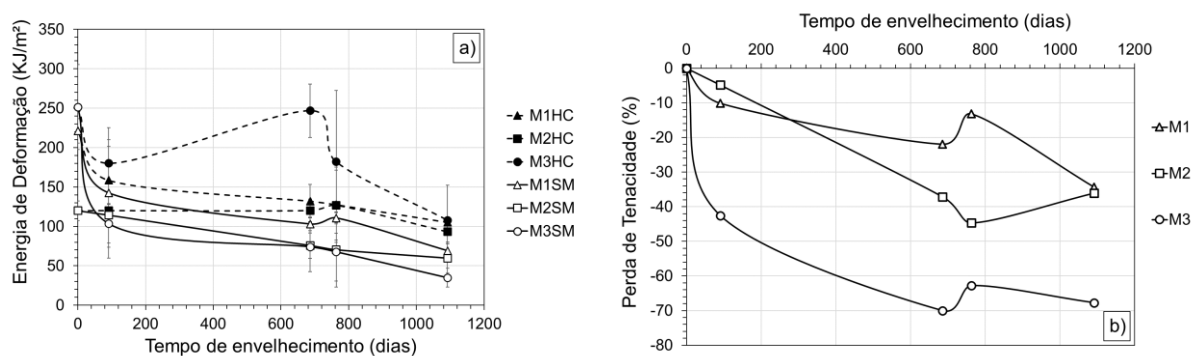


Figura 107 - (a) Curva tenacidade vs. tempo de envelhecimento em sulfato de magnésio e hidróxido de cálcio e (b) Relação percentual entre a tenacidade do compósito em SM e HC, para as misturas M1, M2 e M3.

No que diz respeito ao teor de água utilizado, no tempo 0, M2 tem a metade da tenacidade de M3. No entanto, essa diferença entre a tenacidade das misturas vai diminuindo com o passar do tempo, até que para a idade de 91, 686 e 763 dias ambas as misturas têm valores significativamente semelhantes, e em 1092 dias, M2 possui mais que o dobro do valor de M3, 118% maior. Adicionalmente, comparando o efeito da tenacidade entre M2SM e M2HC, é visto que ambos os métodos de envelhecimento têm o mesmo efeito na tenacidade no compósito M2, já que não há diferença estatística. Não é o que ocorre para M3, onde M3SM é menor que M3HC a partir de 91 dias e chega a ficar 70% menor que M3HC.

Já que a amostra de referência de M3, que foi curada em água com hidróxido de cálcio, possui naturalmente maior tenacidade que a mistura M2, como mostrado para o caso de cura em água com hidróxido de cálcio, é notável que a maior quantidade de água em M3 foi a responsável por facilitar a deterioração da mistura pelo sulfato de magnésio.

4.2.5.2.2 Patamar de fissuração das placas após o ensaio de flexão

Assim como realizado para as amostras envelhecidas em sulfato de sódio, após romper as amostras imersas em sulfato de magnésio, também foi contabilizado a quantidade de fissuras que ocorreram na parte tracionada de cada amostra de compósito (misturas M1, M2 e M3), e esses valores podem ser visualizados na Tabela 49. A tabela mostra os valores médios das amostras envelhecidas em sulfato de

magnésio (SM) e curadas em hidróxido de cálcio (HC), com seus respectivos desvios padrão.

Tabela 49 – Valores médios e desvios padrão do número de fissuras visíveis das amostras rompidas da mistura M1 após o ensaio de flexão.

Idade (dias)	M1		M2		M3	
	SM	HC	SM	HC	SM	HC
0	26 (1)	26 (1)	9 (6)	9 (6)	37 (4)	37 (4)
91	19 (6)	21 (2)	4 (2)	16 (5)	7 (2)	23 (3)
686	3 (1)	8 (1)	5 (2)	12 (2)	5 (1)	29 (6)
763	4 (3)	15 (4)	3 (0)	11 (4)	4 (1)	27 (10)
1092	3 (1)	9 (0)	4 (1)	10 (8)	3 (1)	18 (2)

Analisando a Tabela 49, é possível observar que nas três misturas houve uma significativa redução no número de fissuras, já nas primeiras idades de ensaio quando submetidas ao envelhecimento em sulfato de magnésio. Aos 1092 dias de idade, M1SM apresentou uma redução de 72% em comparação com M1HC, enquanto M2SM teve uma redução de 60% em relação a M2HC, e M3SM registrou uma redução de 83% em relação a M3HC.

Além disso, assim como ocorre na deflexão máxima no envelhecimento em sulfato de magnésio, todas as misturas foram afetadas pela deterioração, sendo a mistura M3 a mais impactada, o que era esperado, considerando seu maior índice de absorção (conforme visto em 4.2.2).

Apesar do fato que M1SM só reduz seu número de fissuras, se distanciando da amostra de referência (M1HC), a partir de 686 dias, não é nítido que houve alguma influência no teor de cinza na mitigação do efeito do sulfato de magnésio na redução do número de fissuras, quando comparado ao caso da cura HC, tanto para M1 quanto para M2.

Caso semelhante é visto quando se verifica a influência do teor de água (M2 e M3). Com exceção do tempo 0, as duas misturas em questão possuem valores semelhantes durante todo o período de ensaios. Entretanto, ao considerar que a relação M3SM/M3HC tem mais impacto e é 39% maior que a relação M2SM/M2HC, na idade de 1092 dias de envelhecimento, é possível identificar que o maior uso de água na mistura M3 teve influência na quantidade de fissuras abertas nas amostras.

As imagens das amostras rompidas das misturas M1, M2 e M3 podem ser visualizadas nos anexos, ANEXO A, com as imagens das amostras de referências

(HC), e ANEXO C, com as amostras envelhecidas em sulfato de magnésio. É observado que para o caso da imersão em sulfato de magnésio, a incidência de aberturas contínuas de uma mesma fissura foi mais comum que o caso da imersão em hidróxido de cálcio, que pode ter acontecido pelo amolecimento da matriz com a substituição do CSH pelo MSH através da reação do sulfato de magnésio, influenciando no comportamento do deslizamento da fibra, o que impediu a abertura de novas fissuras, em conformidade com o encontrado em Liu *et al.* (2017).

5 CONCLUSÕES

As investigações acerca do desempenho de compósitos cimentícios com elevada capacidade de deformação, também conhecidos como *strain hardening cementitious composites* (SHCC), quando expostos ao ataque de sulfato de sódio e sulfato de magnésio, permitiram avaliar a sua durabilidade em ambientes sulfatados.

É de conhecimento que o material se caracteriza por exibir um comportamento de *deflection hardening* por múltiplas fissuras quando submetido a testes de flexão, além de demonstrar alta capacidade de deformação, com isso foi realizado variações em sua composição como maior teor de cinza volante (M2) e maior teor de água (M3).

Os resultados físicos das amostras curadas em água com hidróxido de cálcio indicam que, a partir de 714 dias, houve estabilização nos níveis de absorção de água e porosidade em todas as misturas, sugerindo menor influência da hidratação do cimento e da reação pozolânica após esse período. Comparativamente, a mistura M2 inicialmente exibiu maior absorção e porosidade do que M1, mas esses valores diminuíram ao longo do tempo, provavelmente devido à reação pozolânica tardia da cinza volante presente nessa mistura. A mistura M3, com maior teor de água, manteve consistentemente maiores níveis de absorção e porosidade em todas as idades, como era esperado. Todas as amostras apresentaram ligeiro aumento na massa específica seca com o tempo, sugerindo uma redução no volume dos poros permeáveis durante o processo de hidratação. Isso destaca a contínua densificação da matriz do compósito.

Já os resultados mecânicos das amostras curadas em água com hidróxido de cálcio indicam que M1 possui maior resistência do que M2, conforme esperado devido à maior substituição de cimento por cinza volante em M2. Além disso, M2 exibiu resistência superior a M3, devido ao teor mais alto de água em M3, resultando em menor resistência. A relação entre resistência à compressão e desempenho na flexão é notável, visto nas tensões da primeira fissura e máxima. No entanto, M2 mostrou menor incremento na deflexão máxima, em comparação com M1 e M3, possivelmente devido à densificação da matriz e rompimento precoce das fibras, apesar da influência benéfica da cinza volante, como citado na literatura.

Observou-se ainda que o compósito cimentício, em geral, não sofreu deterioração durante a exposição a uma solução de sulfato de sódio, apresentando,

em sua maioria, valores estatisticamente semelhantes em relação às condições de referência, nas quais o material foi curado em água com hidróxido de cálcio. No entanto, vale destacar que as alterações no material foram em algumas propriedades e somente em idades avançadas, como ocorreu com a redução na massa específica de M2 em 763 dias e M3 em 1092 dias, ou ainda o aumento na tensão e deflexão de primeira fissura para M2 em 1092 dias e M3 em 763 dias. Ainda ocorreu a completa degradação da mistura M4 (argamassa sem adição mineral e sem fibra).

No caso de envelhecimento em sulfato de magnésio, a avaliação dos aspectos visuais de deterioração revelou observações significativas. A mistura M4 exibiu um nítido estado de deterioração completa, enquanto M3 apresentou pontos de lascamento e microfissuras em sua superfície. Estas observações indicam a variabilidade na resistência às condições de exposição entre as misturas.

É notado que todas as misturas que passaram por ensaios após envelhecimento em sulfato de magnésio finalizaram os ensaios com valores de absorção/porosidade cerca de duas vezes maiores do que as amostras curadas. Esse aumento sugere possíveis alterações no volume de poros permeáveis, que podem estar relacionadas à formação de compostos expansivos de baixa densidade. Essas mudanças também se refletem na massa específica real e seca das misturas.

Quanto à expansão devido ao envelhecimento em sulfato de magnésio e para os tempos estudado (686 e 1092 dias), foi observado que M1 teve maior expansão do que M2, enquanto M3 sofreu a maior expansão entre todas as misturas. No entanto, apesar dos critérios de tempos estabelecidos pelas normas, como idade de envelhecimento, de acordo com a NBR, apenas M2 seria considerada resistente ao sulfato. Porém, seguindo os parâmetros da ASTM, todas as misturas seriam classificadas como resistentes ao sulfato de magnésio. As divergências nas classificações de resistência ao sulfato de magnésio entre as normas NBR e ASTM apontam para nuances nos critérios de avaliação e reforçam a necessidade de uma análise cuidadosa ao considerar diferentes contextos normativos.

Quando se analisa as propriedades mecânicas das amostras em envelhecimento em sulfato de magnésio é visto que há reduções nos valores de resistência à compressão em todas as misturas, apontando para a influência negativa do processo de envelhecimento em sulfato de magnésio sobre a resistência do material. Ao examinar os valores médios de resistência no ensaio de flexão, traduzidos a partir dos valores de tensão em primeira fissura e tensão máxima,

observou-se uma tendência semelhante, as amostras envelhecidas em sulfato de magnésio também exibiram uma diminuição no valor médio de resistência na flexão em comparação com as não sulfatadas. No caso da deflexão máxima, observou-se que a mistura M3 teve a maior redução nos valores quando comparada ao processo de cura em água com hidróxido de cálcio. Essa redução na deflexão máxima indica possíveis efeitos adversos da sulfatação sobre a capacidade de deformação da mistura M3, possivelmente relacionados a alterações em sua microestrutura.

Importante ressaltar que em ambientes reais não somente há a presença de sulfato de magnésio em conjunto com sulfato de sódio, mas também outras formas de sulfato e cloretos que não foram simulados em laboratório.

O SHCC demonstrou ser um material de elevada capacidade de deformação e resistência significativa em ambientes que não comprometam a sua estrutura micromecânica, tornando-o promissor para aplicações em estruturas sujeitas a intervenções e reparos. Contudo, quando exposto a ambientes com sulfato de magnésio, suas propriedades micromecânicas são alteradas, embora ainda apresente maior durabilidade em comparação com argamassas convencionais. Essa modificação compromete, por conseguinte, as suas propriedades essenciais, podendo resultar em comportamentos indesejáveis.

REFERÊNCIAS

AARTHI, K.; ARUNACHALAM, K. **Durability studies on fiber reinforced self-compacting concrete with sustainable wastes**. Journal of Cleaner Production, 174, 247–255. 2018.

AL-AMOUDI, O. S. B. **Mechanisms of Sulfate Attack in plain and blended cements: A review**. Extending Performance of Concrete Structures: Proceedings of the International Seminar held at the University of Dundee, Escócia, 1998.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. ACI Committee 201.2R-08: **Guide to durable concrete**, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Specification for Portland Cement**. ASTM C150-20. West Conshohocken, U.S., 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Specification for Blended Hydraulic Cements**. ASTM C595-16. West Conshohocken, U.S., 2016.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Test Method for Length Change of Hydraulic-Cement Mortars Exposed to a Sulfate Solution**. ASTM 1012-18b. West Conshohocken, U.S., 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for use in Concrete**. ASTM 618-08a. West Conshohocken, U.S., 2008.

ANDRADE NETO, J. DA S.; DE LA TORRE, A. G.; KIRCHHEIM, A. P. **Effects of sulfates on the hydration of Portland cement – A review**. Construction and Building Materials, 279, 122428. 2021

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 6467. **Agregados - Determinação do inchamento de agregado miúdo — Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 7214. **Areia normal para ensaio de cimento – Especificação**. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 7215. **Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 7681-2. **Calda de Cimento Injeção - Parte 2 - Determinação Do Índice de Fluidez e Da Vida Útil - Método de Ensaio**. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 9778. **Argamassa e concreto endurecidos — Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 9935. **Agregados — Terminologia**. Rio de Janeiro, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 11579. **Cimento Portland — Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 µm (nº 200)**. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 11768. **Aditivos químicos para concreto de cimento Portland**. Rio de Janeiro, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 12655. **Concreto de cimento Portland — Preparo, controle, recebimento e aceitação – Procedimento**. Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13276. **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Determinação do índice de consistência**. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13278. **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado.** Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13583. **Cimento Portland — Determinação da variação dimensional de barras de argamassa de cimento Portland expostas à solução de sulfato de sódio.** Rio de Janeiro, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 16605. **Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica.** Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 16697. **Cimento Portland — Requisitos.** Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 17054. **Agregados — Determinação da composição granulométrica — Método de ensaio.** Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR NM 30. **Agregado miúdo — Determinação da absorção de água.** Rio de Janeiro, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR NM 52. **Agregado miúdo — Determinação da massa específica e massa específica aparente.** Rio de Janeiro, 2009.

BANKIR, M. B.; SEVIM, U. K. **Performance optimization of hybrid fiber concretes against acid and sulfate attack.** Journal of Building Engineering, 2020.

BATTAGIN, A.F. **O Cimento Portland.** In: ISAIA, G. C. (Ed). Concreto: ciência e tecnologia. 1ª ed. São Paulo: IBRACON, P.185-232, v.1. 2011.

BAUER, L. A. F. **Materiais de Construção**. Volume 1 – 5. Ed. LTC. Rio de Janeiro, 2000.

BENNETT, J. A., & YOUNG, R. J. **A strength based criterion for the prediction of stable fibre crack-bridging**. Composites Science and Technology, 68(6), 1282–1296. 2008.

BERODIER, E., SCRIVENER, K. **Understanding the Filler Effect on the Nucleation and Growth of C-S-H**. J. Am. Ceram. Soc., 97: 3764-3773. 2014.

BRITISH STANDARD INSTITUTE. **Concrete - Specification, Performance, production and conformity**. BS EN 206-1. 2013.

BRITISH STANDARD INSTITUTE. **Sulfate-resisting Portland cement**. BS 4027 (1996)

BROWN, P. W. **Thaumasite formation and other forms of sulfate attack**. Cement & Concrete Composites, V. 24, p. 301–303. 2002.

CEB COMITÉ EURO-INTERNATIONAL DU BÉTON. **Durable concrete structures**, 2^o ed. CEB Design Guide, Edition Thomas Telford, London, 1992.

CEZAR, B.C., LUSTOSA, P.R., MAGALHÃES, M. S. **Efeito da moagem da cinza volante nas propriedades mecânicas do concreto**, in: 61^o Congresso Brasileiro do Concreto, IBRACON 2019, Fortaleza, Brasil.

CHEN, X., WU, S. **Influence of water-to-cement ratio and curing period on pore structure of cement mortar**. Construction and Building Materials, 38, 804-812. 2013.

COLLEPARDI, M. **A state-of-art review on delayed ettringite attack on concrete**. Cement and Concrete Composites. V. 25, p. 401-407, 2003.

CUROSU, I., LIEBSCHER, M., MECHTCHERINE, V., BELLMANN, C., & MICHEL, S. **Tensile behavior of high-strength strain-hardening cement-based composites**

(HS-SHCC) made with high-performance polyethylene, aramid and PBO fibers. Cement and Concrete Research, 98, 71–81. 2017.

DE KOKER, D.; VAN ZIJL, G. **Extrusion of Engineered Cement-Based Composite Material**, Proceedings of BEFIB, Varenna, Lake Como, Italy, Sept. 2004.

DEBOUCHA, W.; LEKLOU, N.; KHELIDJ, A.; OUDJIT, M. N. **Hydration development of mineral additives blended cement using thermogravimetric analysis (TGA): Methodology of calculating the degree of hydration.** Construction and Building Materials, 146, 687–701. 2017.

DIAMOND, S. **Delayed Ettringite Formation - Processes and Problems.** Cement and Concrete Composites. V. 18, p. 205-215, 1996.

FISCHER, G. **Characterization of fiber-reinforced cement composites by their tensile stress strain behavior and quantification of crack formation.** 6th RILEM Symposium on Fiber-Reinforced Concretes (FRC). Varenna, Italy, 2004.

GHAFOORI, N.; NAJIMI, M.; DIAWARA, H.; ISLAM, M. S. **Effects of class F fly ash on sulfate resistance of Type V Portland cement concretes under continuous and interrupted sulfate exposures.** Construction and Building Materials, 78, 85–91. 2015.

GOLLOP, R. S.; TAYLOR, H. F. W. **Microstructural and microanalytical studies of sulfate attack. II.** Sulfate-resisting Portland Cement: ferrite composition and hydration chemistry. Cement and Concrete Research, Vol 24, N° 7. pp. 1347-1358, 1994.

GOLLOP, R. S.; TAYLOR, H. F. W. **Microstructural and microanalytical studies of sulfate attack. III.** Sulfate-resisting Portland Cement: Reactions with sodium and magnesium sulfate solutions. Cement and Concrete Research, Vol 25, N° 7. pp. 1581-1590, 1995.

GRIESSER, A. **Cement: superplasticizer interactions at ambient temperatures.** Zurich, 2002. 147 f. Tese (Doutorado) - Swiss Federal Institute of Technology Zurich, 2002.

GUPTA, H.; SHARMA, S.K.; SHARMA, H. K. **High Performance Fiber Reinforced Concrete and its application in the Anchorage Zone of Post Tensioned Concrete Girders – A Review.** International Journal Of Research and Analytical Reviews. Volume 6. issue 1. Jan. – march. 2019.

HARTSHORN, S. A.; SHARP, J.H.; SWAMY, R.N. **Thaumasite formation in Portlandlimestone cement pastes.** Cement and Concrete Research. V. 29, p. 1331-1340, 1999.

HAYNES, W. M. **Handbook of chemistry and physics**, 96^o edição. CRC Press. 2016.

HERNANDEZ, N.; LIZARAZO-MARRIAGA, J.; & RIVAS, M. A. **Petrographic characterization of Portlandite crystal sizes in cement pastes affected by different hydration environments.** Construction and Building Materials, 182, 541–549. 2018.

HEWLETT, P. C. **Lea's Chemistry of Cement and concrete.** 4^o edição. Butterworth-Heinemann, Londres, 2004.

HUANG, B.T; ZHU, J.X; WENG, K.F; LI, V.C; DAI, J.G. **Ultra-high-strength engineered/strain-hardening cementitious composites (ECC/SHCC): Material design and effect of fiber hybridization**, Cem. Concr. Compos. 129. 2022.

Huo, Y.; Sun, H.; Chen, Z.; Yang, Y. **Mechanical properties and its reliability prediction of engineered /strain-hardening cementitious composites (ECC/SHCC) with different moisture contents at negative temperatures**, Cement and Concrete Composites, Volume 134, 2022.

HUSSEIN, L.; AMLEH, L.; SIAD, H., & LACHEMI, M. **Effect of very severe sulfate environment on bonded composite concrete system**. Construction and Building Materials, 191, 752–763. 2018.

JAPAN SOCIETY OF CIVIL ENGINEERS-JSCE, **Recommendations for Design and Construction of High-Performance Fiber Reinforced Cement Composites with Multiple Fine Cracks (HPFRCC)**, Concrete Engineering Series 82. 2008

KURDOWSKI, W. **Cement and Concrete Chemistry**. Primeira edição. Springer Netherlands, Polónia, 2014.

LAWRENCE, P., CYR, M., M., RINGOT, E. **Mineral admixtures in mortars** - effect of inert materials on short-term hydration. Cement and Concrete Research, v. 33, p. 939-1947, 2003.

LEE, S. T.; MOON, H. Y.; SWAMY, R. N. **Sulfate attack and role of silica fume in resisting strength loss**. Cement and concrete composites. Volume 27, Canada, 2005.

LEPECH, M. D.; LI, V. C. **Water permeability of engineered cementitious composites**. Cement and Concrete Composites, 31(10), 744–753. 2009

Li, V. C. **Durability of Engineered Cementitious Composites (ECC) and Reinforced ECC (R/ECC) Structural Members**. Engineered Cementitious Composites (ECC), 225–260. 2019.

LI, V. C.; WANG, S., **Engineered Cementitious Composites with High-Volume Fly Ash**. ACI Materials Journal, V. 104, No. 3 May-June 2007.

LI, V. C.; WU, H. C.; WANG, S. OGAWA, A. SAITO, T., **Interface Tailoring for Strain-Hardening Polyvinyl Alcohol-Engineered Cementitious Composite (PVA-ECC)**, ACI Materials Journal, V. 99, No. 5, pp. 463-472. 2002.

LI, V. C.; WU, H. C. **Conditions for pseudo strain hardening in fiber reinforced brittle matrix composites**. Appl. Mech. Rev., 45, 390–398. 1992.

LI, V. C.; LEUNG, C. K. Y., **Steady State and Multiple Cracking of Short Random Fiber Composites**, ASCE Journal of Engineering Mechanics, V. 118, nº 11, pp. 2246-2264, 1992.

LI, V. C.; MISHRA, D. K.; NAAMAN, A. E.; WIGHT, J. K.; LAFAVE, J. M.; WU, H. C.; INADA Y. **On the Shear Behavior of Engineered Cementitious Composites**. Advanced Cement Base Materials, 1993.

LIANG, N.; MAO, J.; YAN R.; LIU, X.; ZHOU, X. **Corrosion resistance of multiscale polypropylene fiber-reinforced concrete under sulfate attack**, Case Studies in Construction Materials, Volume 16, China, 2022.

LIMA, P. R. L. **Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal**, Tese de doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro. 2004.

LIN, Z.; LI, V. C. **Crack bridging in fiber reinforced cementitious composites with slip-hardening interfaces**. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, USA, Michigan, 1997.

LIU, H.; ZHANG, Q.; LI, V.; SU, H., & GU, C. **Durability study on engineered cementitious composites (ECC) under sulfate and chloride environment**. Construction and Building Materials, 133, 171–181. 2017.

LIU, H.; ZHANG, Q.; LI, V.; SU, H., & GU, C. **Self-healing of microcracks in Engineered Cementitious Composites under sulfate and chloride environment**. Construction and Building Materials, 153, 948–956. 2017.

KAMAL, A; KUNIEDA, M; UEDA, N; NAKAMURA, H. **Evaluation Of Crack Opening Performance Of A Repair Material With Strain Hardening Behavior**, Cem. Concr. Compos. 30 (10). 2008.

KURARAY, **Informações sobre produtos, Vinylon (fibra de PVA)**. Disponível em: <http://www.kuraray.co.jp/pvaf/pro_07.html#003>. Acesso em 23 de junho de 2022.

MAGALHÃES, M. S. **Caracterização Experimental de Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibras de PVA: Processo de Fratura, Propriedades Térmicas, Deformações Diferidas e Estabilidade Térmica** – Tese (Doutorado). UFRJ, COPPE/Programa de pós graduação. Rio de Janeiro, 2010.

MALHOTRA, V. M. **Global warming, and role of supplementary cementing materials and superplasticisers in reducing greenhouse gas emissions from the manufacturing of portland cement**. International Journal of Structural Engineering, 1(2), 116. 2010.

MEHTA, P. K.; GERWICK, B. C. Jr. **Concrete-corrosion interaction in concrete exposed to marine environment**. Concrete International. Vol 4, p45-51. 1982.

MEHTA, P. K.; SCHIESSL, P.; RAUPACH, M. 9th ICCO New Delhi, t. I, 571–659. 1992.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. Segunda Edição, Ibracon, 2014.

NAAMAN, A.E. **High Performance Fiber Reinforced Cement Composites: Classification and Applications**, International Workshop - Cement Based Materials and Civil Infrastructure, Karachi, Pakistan (2007)

NAAMAN, A.E., REINHARDT, H.W. **Characterization of high-performance fiber reinforced cement composites - HPFRCC**. HPFRCC 2. E & FN Spon, Inglaterra, Londres, 1996.

NAAMAN, A. E. **Toughness, ductility, surface energy and deflection-hardening FRC composites**, In: Proceedings of the JCI International Workshop on Ductile Fiber Reinforced Cementitious Composites (DFRCC) – Application and Evaluation. 2002.

NAAMAN, A.E.; REINHARDT, H.W. **Proposed classification of HPFRC composites based on their tensile response**. Materials and Structures, 39(5), 547–555, 2006.

NEVILLE, A. M., **Propriedades do Concreto** – 5. Ed. – Bookman. Porto Alegre, 2016.

PACHECO, F.; CHRIST, R.; GIL, A. M.; TUTIKIAN, B. F. **SEM and 3D microtomography application to investigate the distribution of fibers in advanced cementitious composites**. Revista IBRACON de Estruturas e Materiais, 9(6), 824–841. 2016.

PACHECO, F.; CHRIST, R.; QUININO, U.; TUTIKIAN, B. F. **Effects of fiber hybridization in advanced cementitious composites durability in humid and aggressive environments**. Matéria (Rio de Janeiro), 2018.

PARK, B., CHOI, Y., C. **Effects of fineness and chemical activators on the hydration and physical properties of high-volume fly-ash cement pastes**. Journal of Building Engineering, Volume 51, 104274, ISSN 2352-7102, 2022.

PEREIRA, E. B.; FISCHER, G.; BARROS, J. A. O. **Direct assessment of tensile stress-crack opening behavior of Strain Hardening Cementitious Composites (SHCC)**. Cement and Concrete Research, 2012.

POLISSENI, G. C. **Efeito de finos reciclados no concreto (FRC) de origens nas propriedades físico-químicas e mecânicas de matrizes cimentícias**. Dissertação (Mestrado). UFRJ, COPPE/Programa de pós graduação. Rio de Janeiro, 2018.

PRASAD, J.; JAIN, D., K.; AHUJA, A., K. **Factors influencing the sulphate resistance of cement concrete and mortar**. Asian Journal Of Civil Engineering (Building And Housing) vol. 7, no. 3. pgs 259-268. 2006.

QIAN, S.; LI, V. C. **Simplified Inverse Method for Determining the Tensile Strain Capacity of Strain Hardening Cementitious Composites**. Journal of Advanced Concrete Technology, Volume 5. Págs. 235-246. 2007.

QUAN, X.; WANG, S.; LIU, K.; ZHAO, N.; XU, J.; XU, F.; ZHOU, J. **The corrosion resistance of engineered cementitious composite (ECC) containing high-volume**

fly ash and low-volume bentonite against the combined action of sulfate attack and dry-wet cycles. *Construction and Building Materials*, 303. 2021.

QUENNOZ, A. **Hydration of C3A with Calcium Sulfate Alone and in the Presence of Calcium Silicate**, Ph.D. thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suíça, 2011.

RANADE, R. **Advanced Cementitious Composite Development for Resilient and Sustainable Infrastructure**, University of Michigan, 2014.

REDON, C.; LI, V. C.; WU, C.; HOSHIRO, H.; SAITO, T.; OGAWA, A. **Measuring and Modifying Interface Properties of PVA Fibers in ECC Matrix**, *ASCE Journal of Materials in Civil Engineering*, V. 13, No. 6, 2001.

SAHMARAN, M.; LACHEMI, M.; HOSSAIN, K.M.A.; RANADE, R.; LI, V.C. **Influence of Aggregate Type and Size on Ductility and Mechanical Properties of Engineered Cementitious Composites.** *ACI Materials Journal*. 2009.

SILVA FILHO, L. C. P. **Durabilidade do concreto à ação de sulfatos: análise do efeito da permeação de água e da adição de microssílica.** Dissertação (Mestrado). UFRGS, CPGEC/Programa de pós graduação. Porto Alegre, 1994.

SKALNY, J.; MARCHAND, J.; ODLER, I. **Sulfate Attack on Concrete**, Spon Press, New-York. 2002.

SLAMECKA, T.; SKVARA, F. **The effect of water ratio on microstructure and composition of the hydration products of Portland cement pastes**, *Ceram. Silik.* 46. 152–158. 2002.

SINGH, M.; SAINI, B.; CHALAK, H. D. **Performance and composition analysis of engineered cementitious composite (ECC) – A review.** Dept. of civil engineering, National Institute of Technology Kurukshetra, Haryana, India. 2019.

SOUZA, V.C.M.; RIPPER, T. **Patologia, recuperação e reforço de estruturas de concreto**. São Paulo: Editora Pini, 257 p. 1998.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2nd Edition. Thomas Telford Publishing. Londres, 1997.

_____; FAMY, C.; SCRIVENER, K. L. **Delayed ettringite formation**. Cement and Concrete Research. V. 31, p. 683–693. 2001.

TORII, K.; TANIGUCHI, K.; KAWAMURA, M. **Sulfate resistance of high fly ash content concrete**. Cement and Concrete Research. Volume 25. USA, 1995.

VELASCO, R. V. **Concretos auto-adensáveis reforçados com elevadas frações volumétricas de fibras de aço: propriedades reológicas, físicas, mecânicas e térmicas**. Tese (Doutorado). UFRJ, COPPE/Programa de pós graduação. Rio de Janeiro, 2008.

WANG, K.; GUO, J.; WU, H.; YANG, L. **Influence of dry-wet ratio on properties and microstructure of concrete under sulfate attack**. Construction and Building Materials, 263, 120635. 2020.

WU, H.L.; YU, J.; ZHANG, D.; ZHENG, J.X.; LI, V. C. **Effect of morphological parameters of natural sand on mechanical properties of engineered cementitious composites**. Cement and Concrete Composites, 100, 108–119. 2019.

YANG, E. H.; LI, V. C. **Strain-hardening fiber-cement optimization and component tailoring by means of a micromechanical model**. Journal Construction and Building Material. 2010.

YANG, Y.; GAO, X.; DENG, H. **Effects of water/binder ratio on the properties of engineered cementitious composites**. J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit. 25, 298–302. 2010.

YIN, S.; TULADHAR, R.; SHI, F.; COMBE, M.; COLLISTER, T.; SIVAKUGAN, N, **Use of macro plastic fibers in concrete: A review**, Construction and Building Materials, v. 93, p. 180–188, may. 2015.

YU, J.; CHEN, Y.; LEUNG, C. K. Y. **Mechanical Performance of Strain-Hardening Cementitious Composites (SHCC) with Hybrid Polyvinyl Alcohol and Steel Fibers**. Composite Structures, 111198. 2019.

YU, K.Q; YU, J.T; DAI, J.G; LU, Z.D; SHAH, S.P. **Development of ultra-high performance engineered cementitious composites using polyethylene (PE) fibers**, Constr. Build. Mater. 158. 2018.

ZHANG, Z.; ZHOU, J.; YANG, J.; ZOU, Y.; WANG, Z. **Understanding of the deterioration characteristic of concrete exposed to external sulfate attack: Insight into mesoscopic pore structures**. Construction and Building Materials, 260, 119932, 2020.

ZHAO, D; WANG, C; LI, K; ZHANG, P; CONG, L; CHEN, D. **An Experimental and Analytical Study on a Damage Constitutive Model of Engineered Cementitious Composites under Uniaxial Tension**. Materials. 2022; 15(17):6063. <https://doi.org/10.3390/ma15176063>

ZHOU, Q.; HILL, J.; BYARS, E. A.; CRIPPS, J. C.; LYNSDALE, C. J.; SHARP, J. H. **The role of pH in thaumasite sulfate attack**. Cement and Concrete Research.V. 36, p. 160-170, 2006.

ZHU, J. X; XU, L. Y; HUANG, B. T; WENG, K. F; DAI, J. G. **Recent developments in Engineered/Strain-Hardening Cementitious Composites (ECC/SHCC) with high and ultra-high strength**, Construction and Building Materials, Volume 342, Part A, 2022.

ANEXO A. IMAGENS DAS AMOSTRAS CURADAS EM ÁGUA COM HIDRÓXIDO DE CÁLCIO APÓS ENSAIOS DE FLEXÃO

Anexo A.1. MISTURA M1

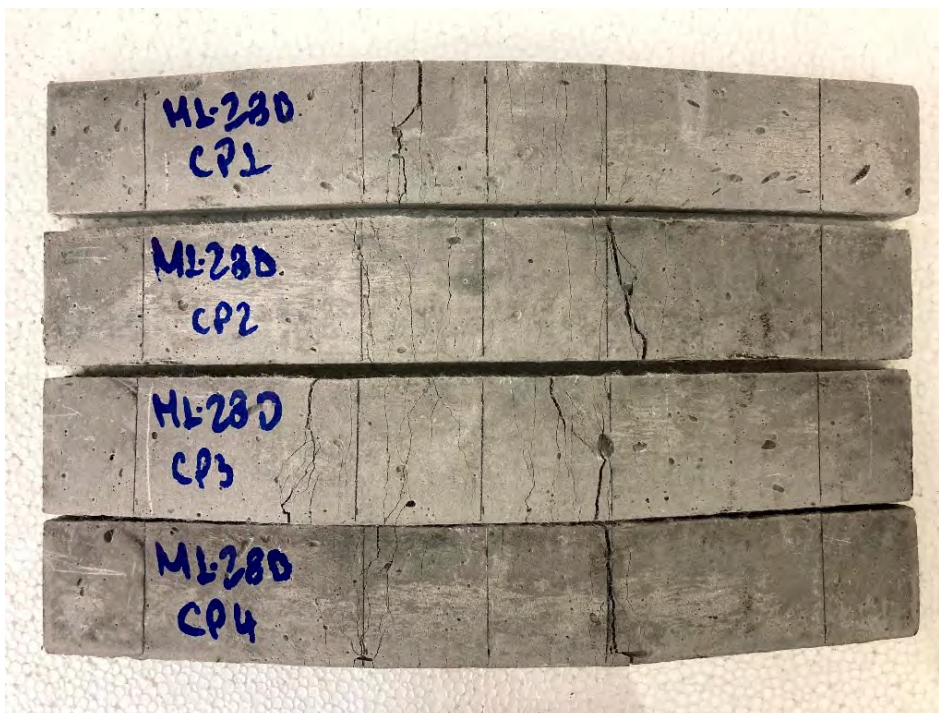


Figura 108 – Amostras da mistura M1 aos 28 dias de idade e após ensaio de flexão.

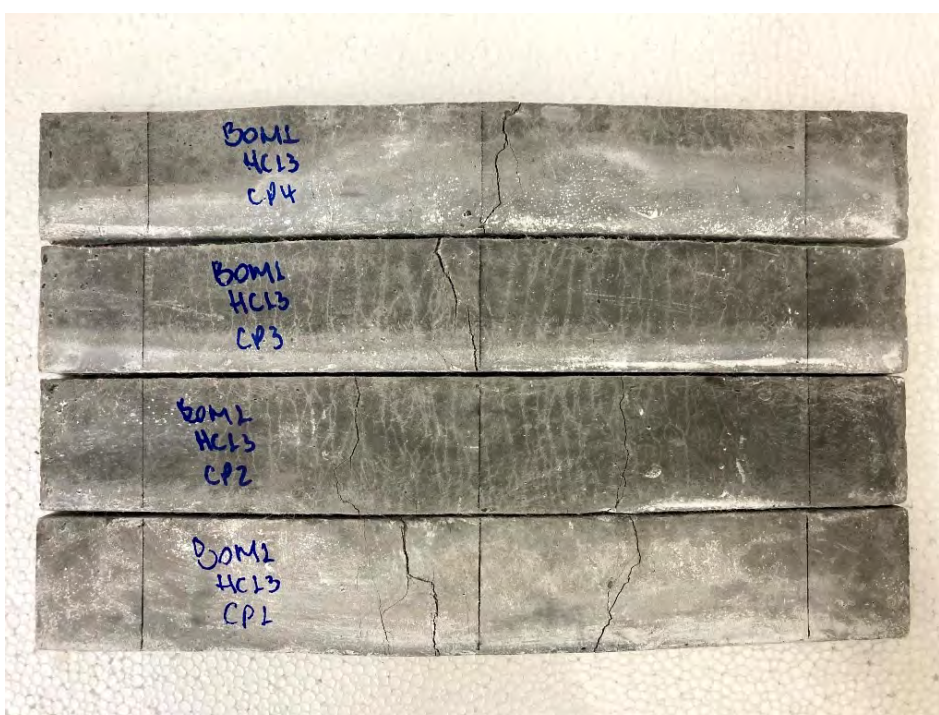


Figura 109 - Amostras M1 aos 119 dias de idade e após ensaio de flexão.

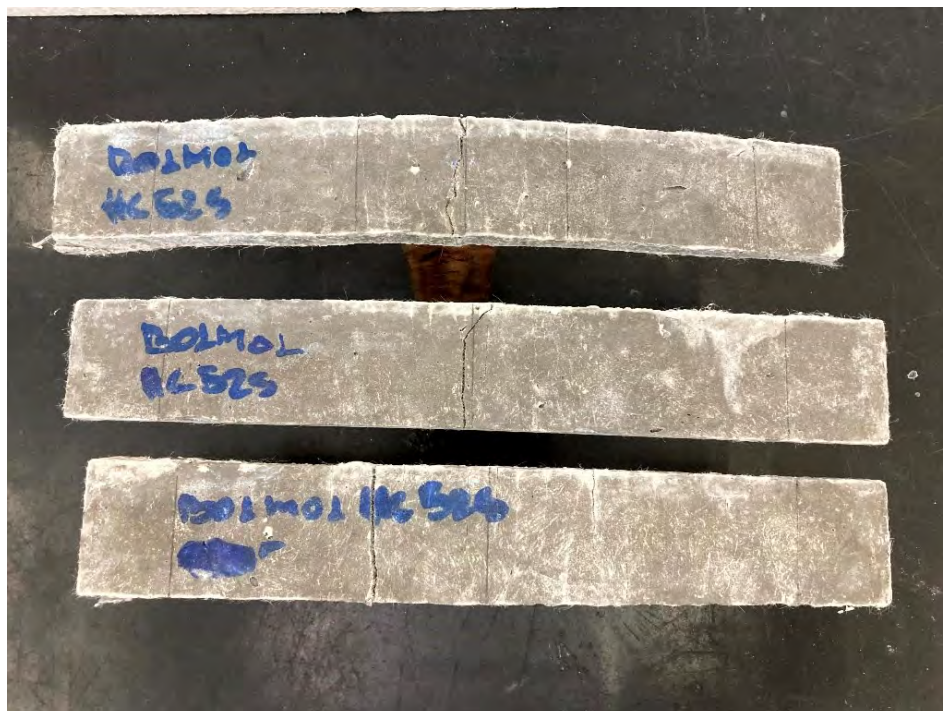


Figura 110 – Amostras M1 aos 714 dias de idade e após ensaio de flexão.



Figura 111 – Amostras M1 aos 791 dias de idade e após ensaio de flexão.

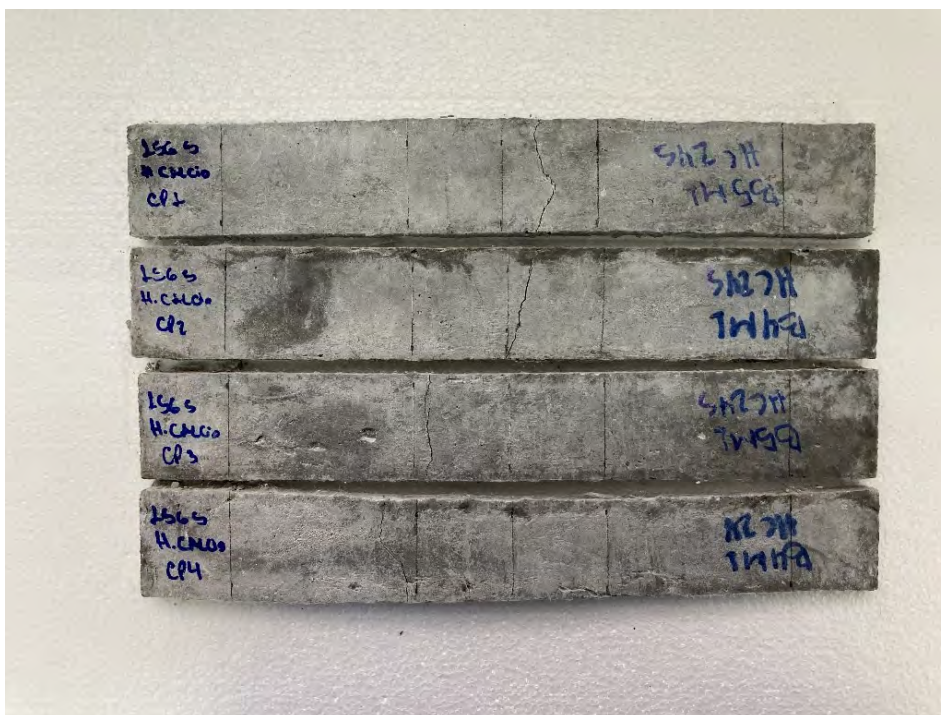


Figura 112 – Amostras de M1 aos 1120 dias de idade e após ensaio de flexão.

Anexo A.2. MISTURA M2

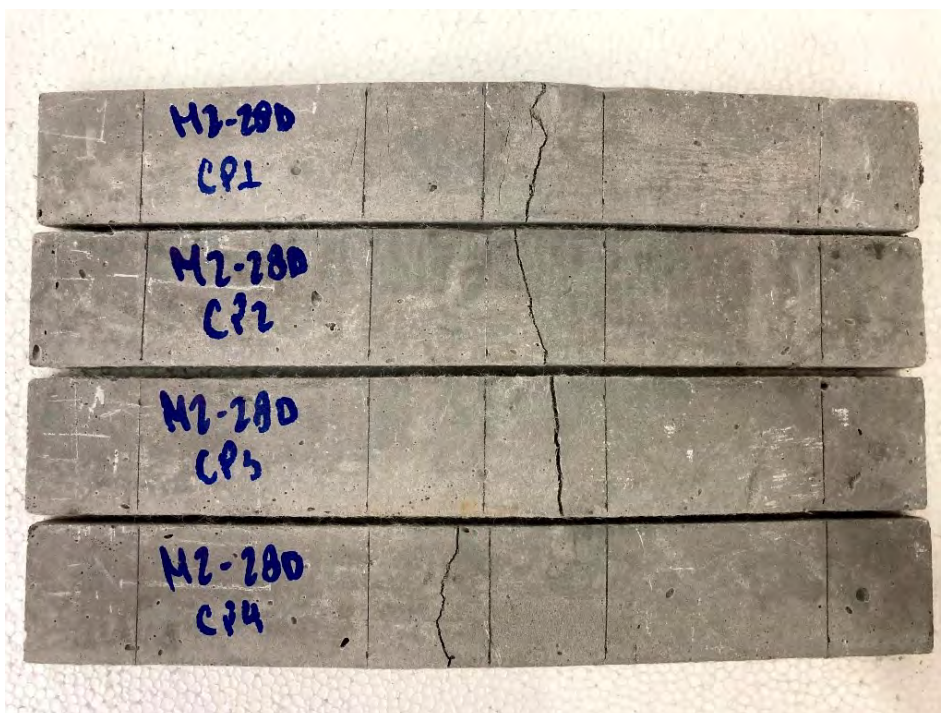


Figura 113 - Amostras de M2 aos 28 dias de cura e após ensaio de flexão.



Figura 114 - Amostras M2 com 119 dias de idade e após ensaio de flexão.



Figura 115 - Amostras M2 com 714 dias de idade e após ensaio de flexão.

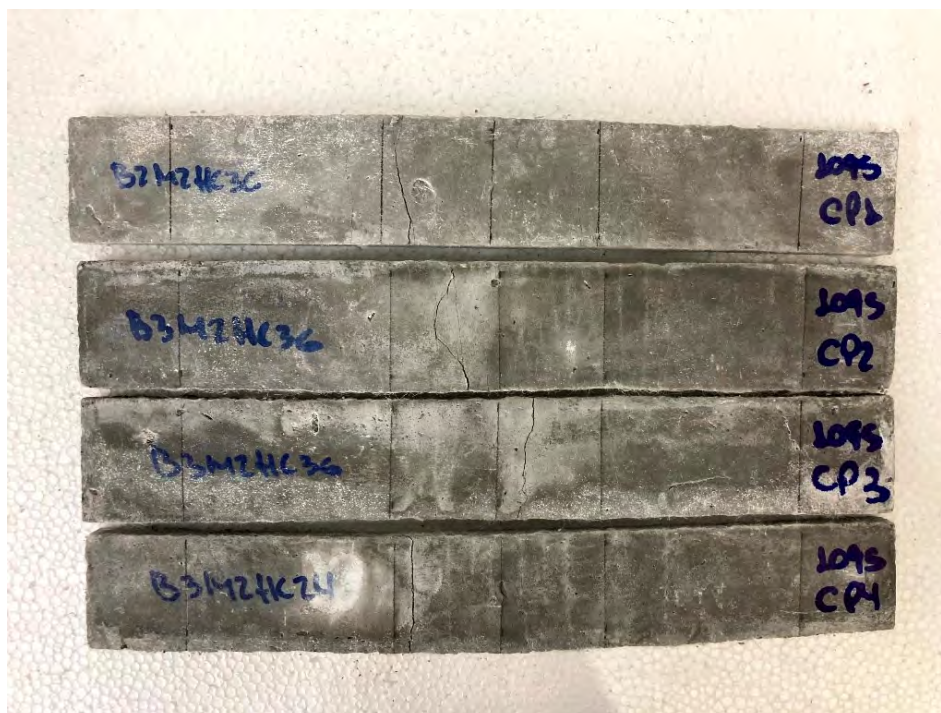


Figura 116 - Amostras M2 com 791 dias de idade e após ensaio de flexão.

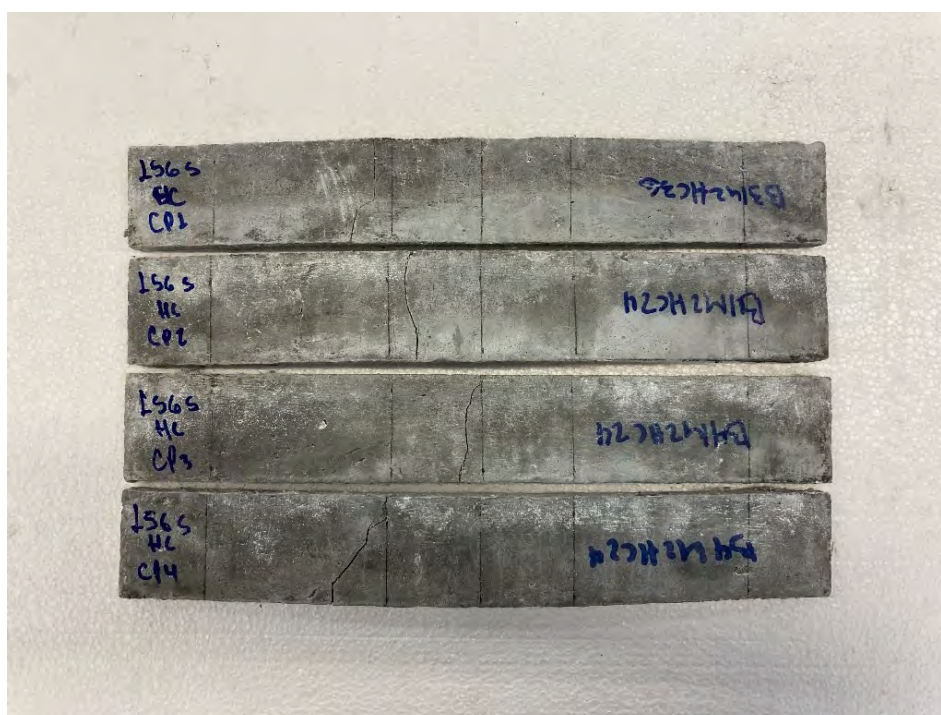


Figura 117 - Amostras M2 com 1120 dias de idade e após ensaio de flexão.

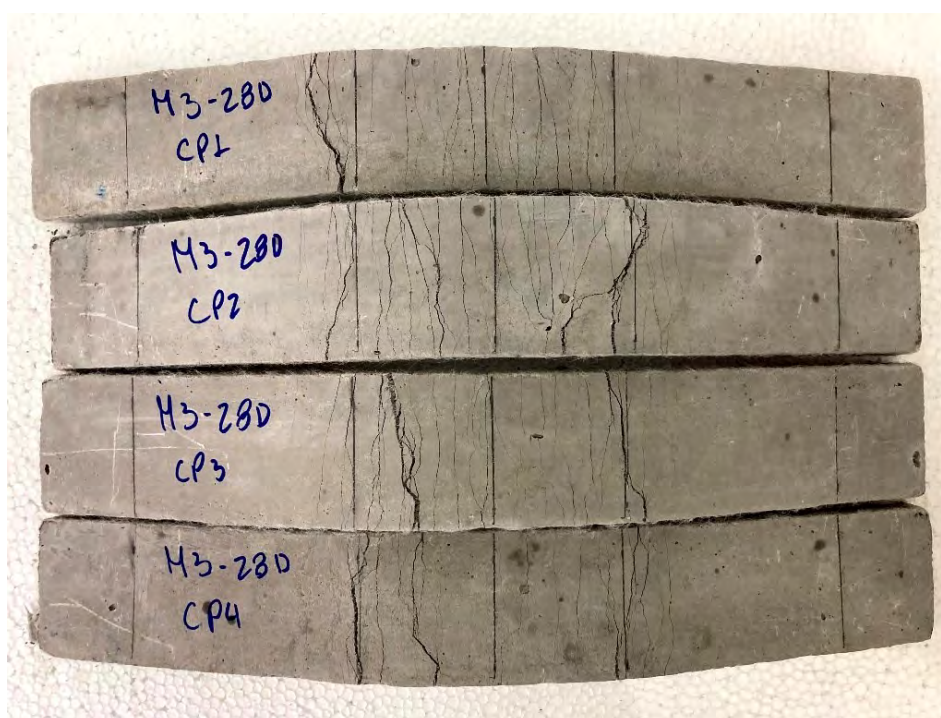
Anexo A.3. MISTURA M3

Figura 118 - Amostras da mistura M3 aos 28 dias de cura e após ensaio de flexão.

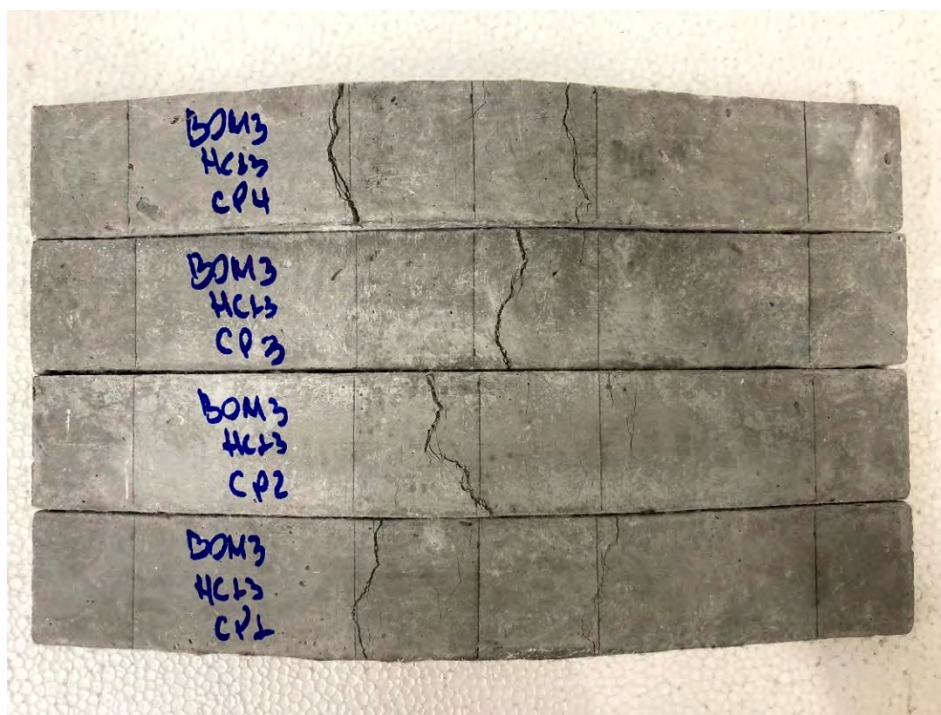


Figura 119 - Amostras M3 com 119 dias de idade e após ensaio de flexão.



Figura 120 - Amostras M3 com 714 dias de idade e após ensaio de flexão.

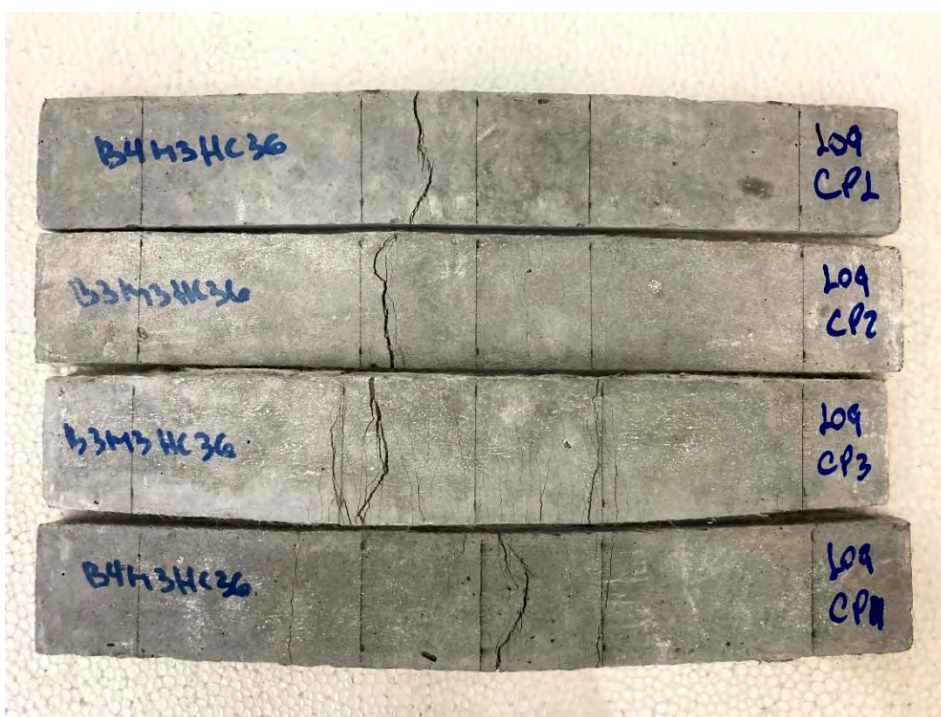


Figura 121 - Amostras M3 com 791 dias de idade e após ensaio de flexão.

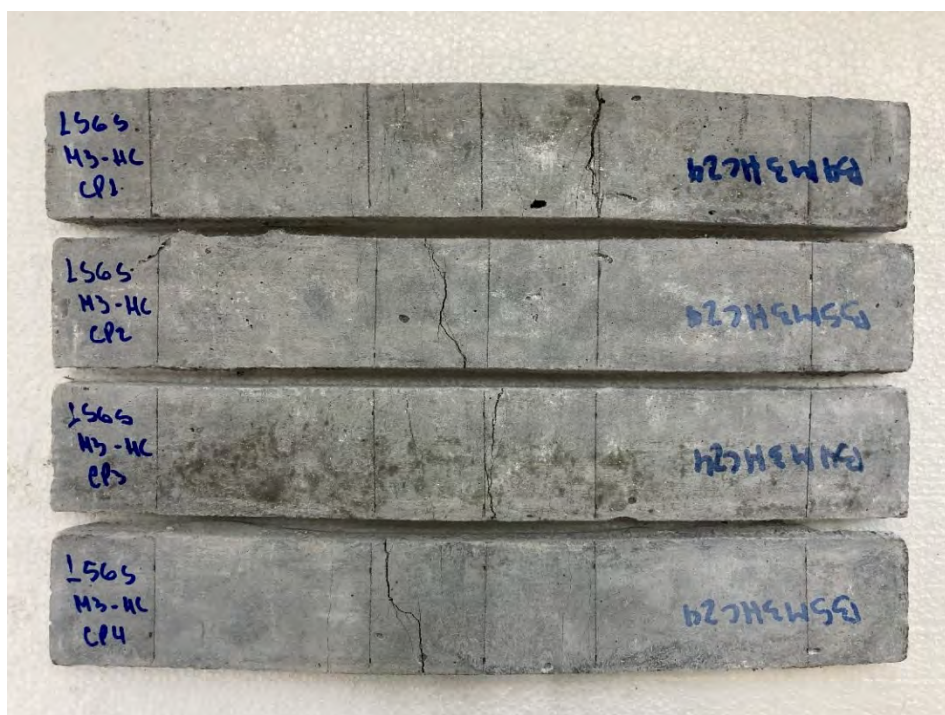


Figura 122 - Amostras M3 com 1120 dias de idade e após ensaio de flexão.

ANEXO B. IMAGENS DAS AMOSTRAS ENVELHECIDAS EM SULFATO DE SÓDIO FISSURADAS PÓS ENSAIO DE FLEXÃO

Anexo B.1. Mistura M1



Figura 123 – Amostras M1 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.

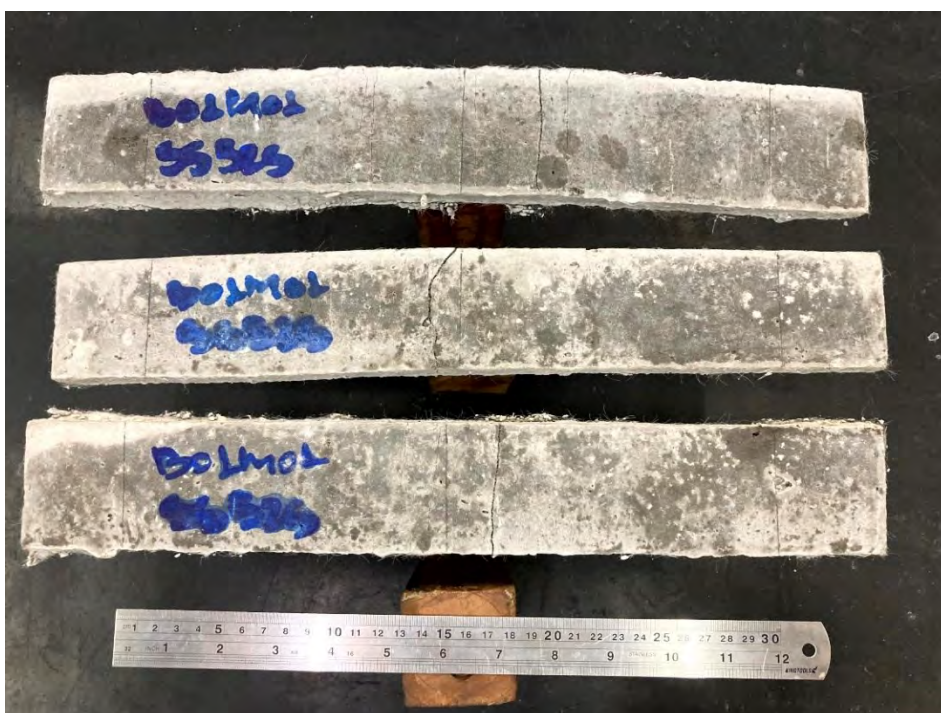


Figura 124 – Amostras M1 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.

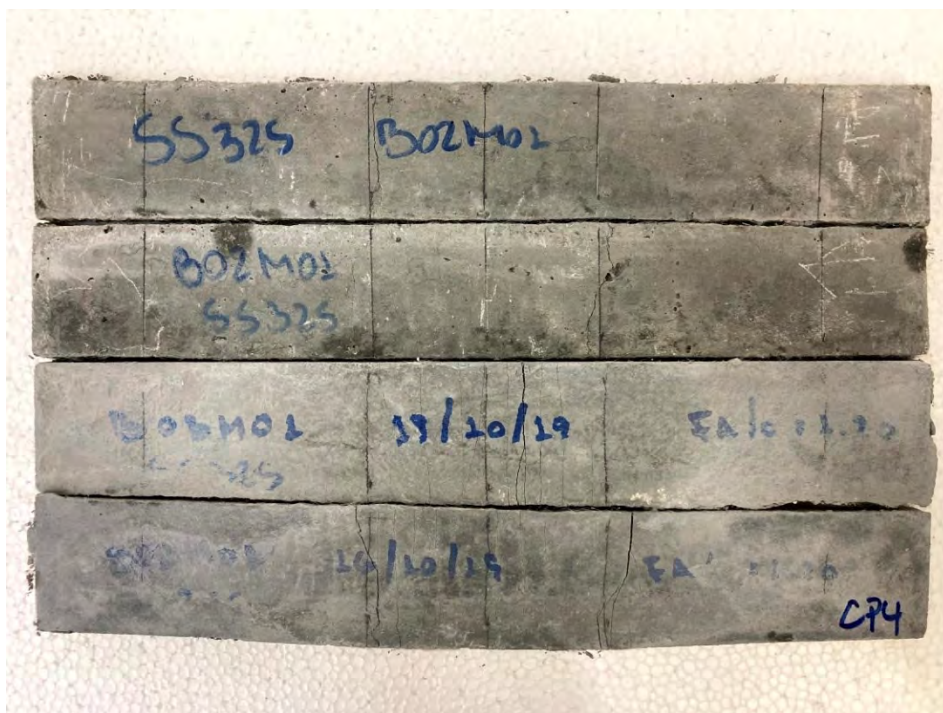


Figura 125 – Amostras M1 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.



Figura 126 – Amostras M1 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.

Anexo B.2. Mistura M2

Figura 127 – Amostras M2 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de sódio.



Figura 128 – Amostras M2 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de sódio

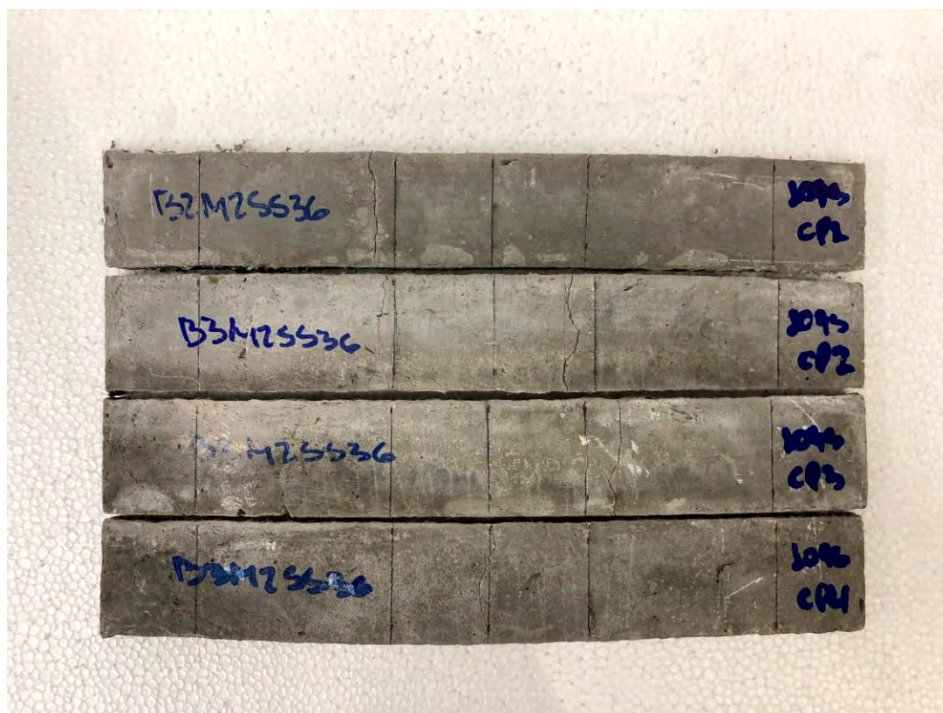


Figura 129 – Amostras M2 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de sódio

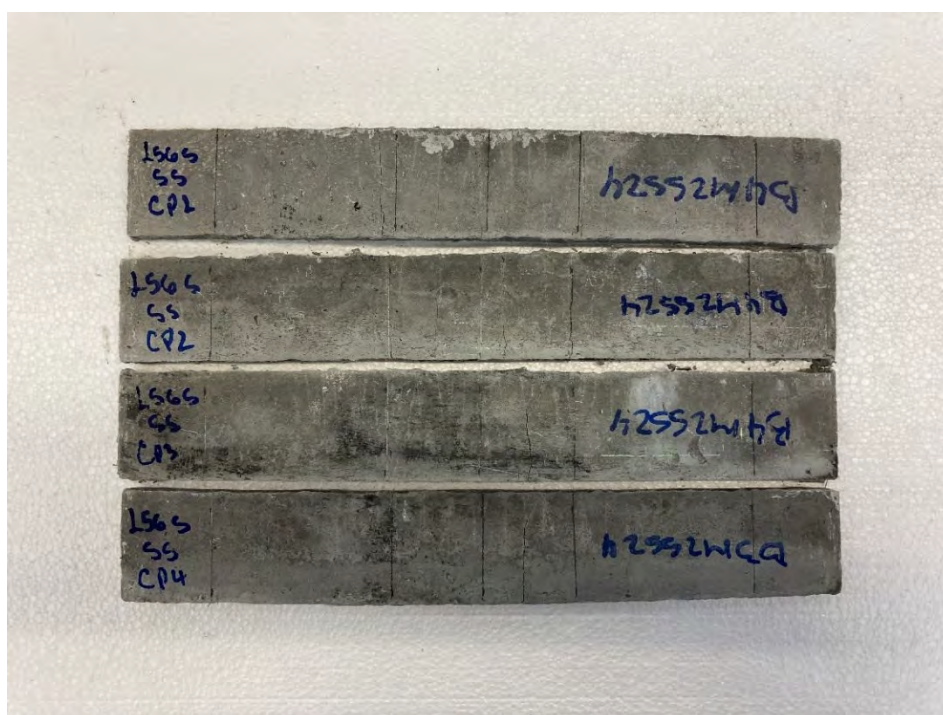


Figura 130 – Amostras M2 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de sódio

Anexo B.3. Mistura M3



Figura 131 – Amostras M3 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de sódio

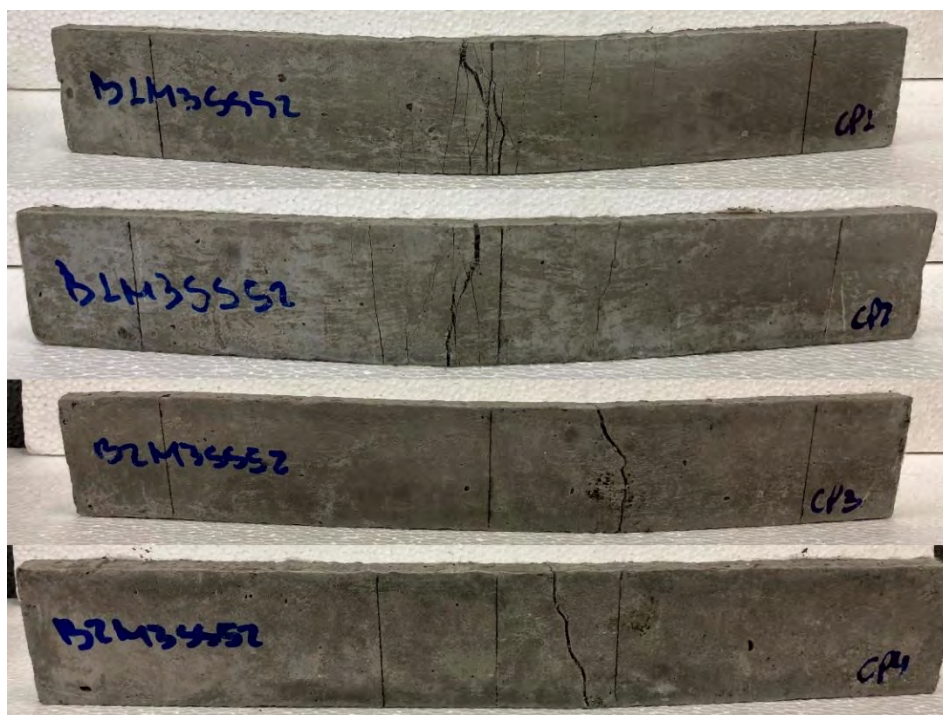


Figura 132 – Amostras M3 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de sódio

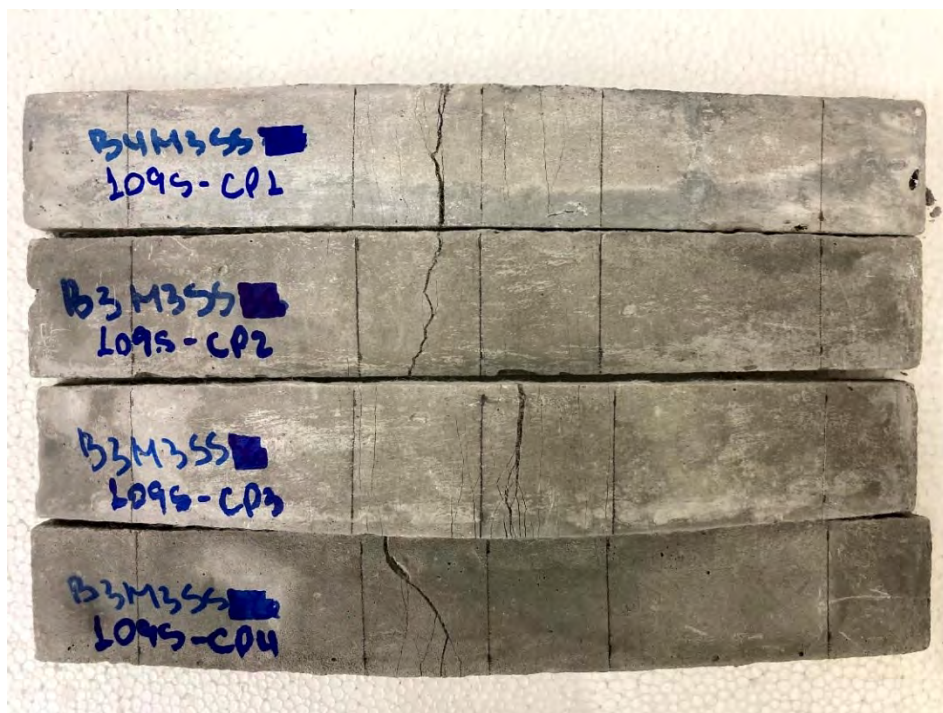


Figura 133 – Amostras M3 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de sódio



Figura 134 – Amostras M3 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de sódio

ANEXO C. IMAGENS DAS AMOSTRAS ENVELHECIDAS EM SULFATO DE MAGNÉSIO APÓS ENSAIOS DE FLEXÃO

Anexo C.1. Mistura M1



Figura 135 – Amostras M1 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

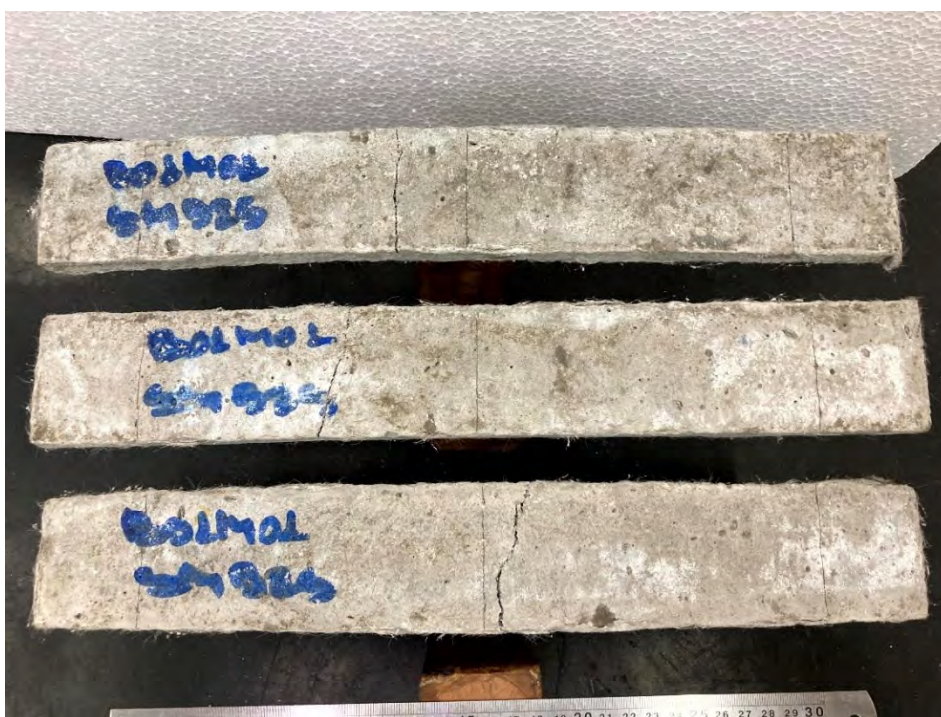


Figura 136 – Amostras M1 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

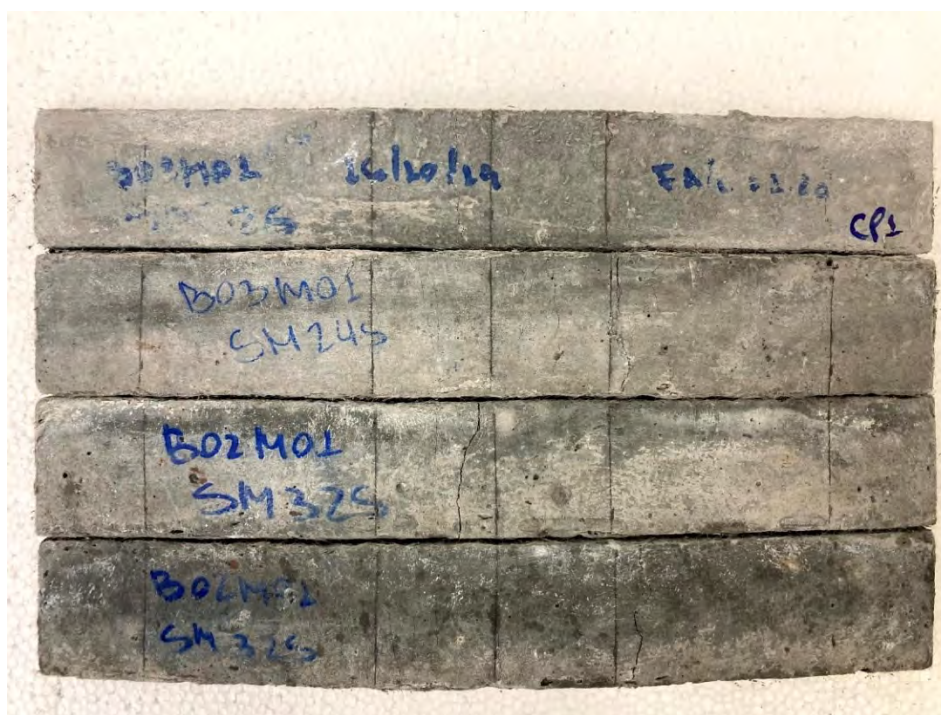


Figura 137 – Amostras M1 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

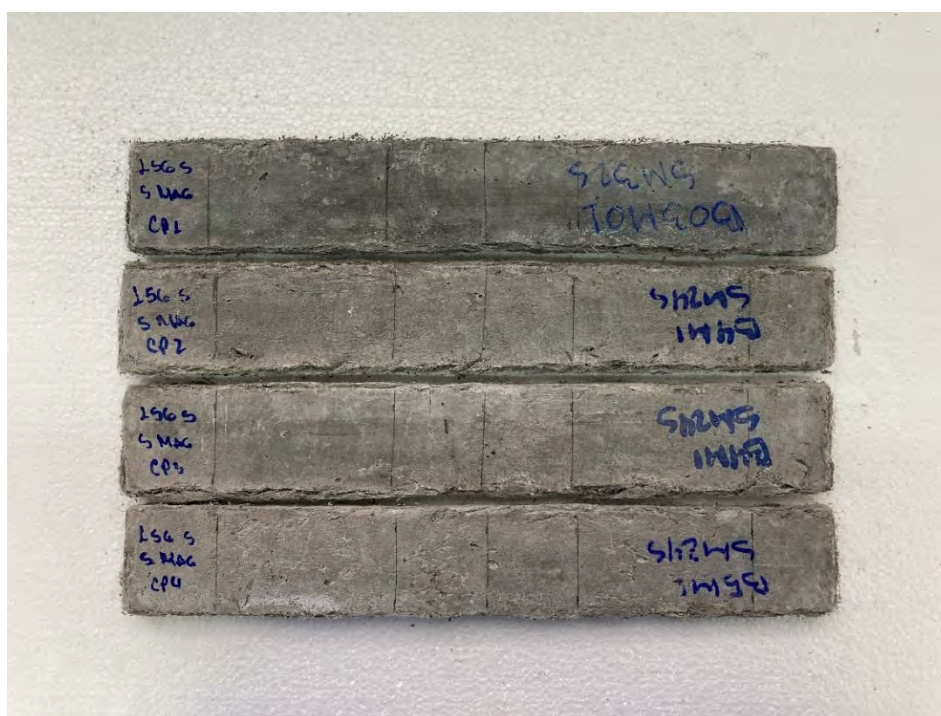


Figura 138 – Amostras M1 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

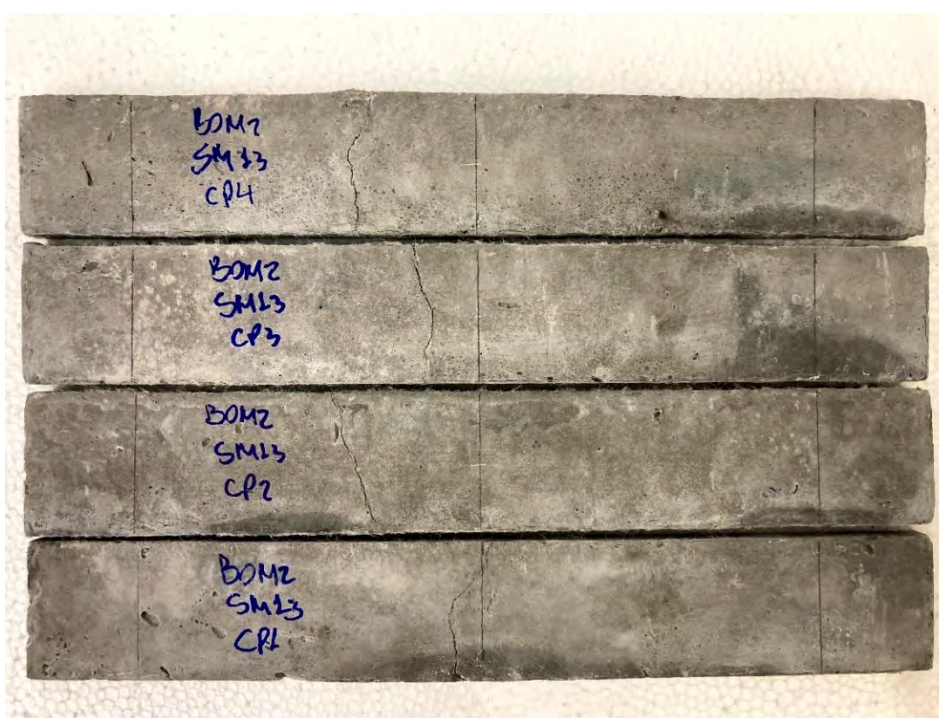
Anexo C.2. Mistura M2

Figura 139 – Amostras M2 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio



Figura 140 – Amostras M2 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

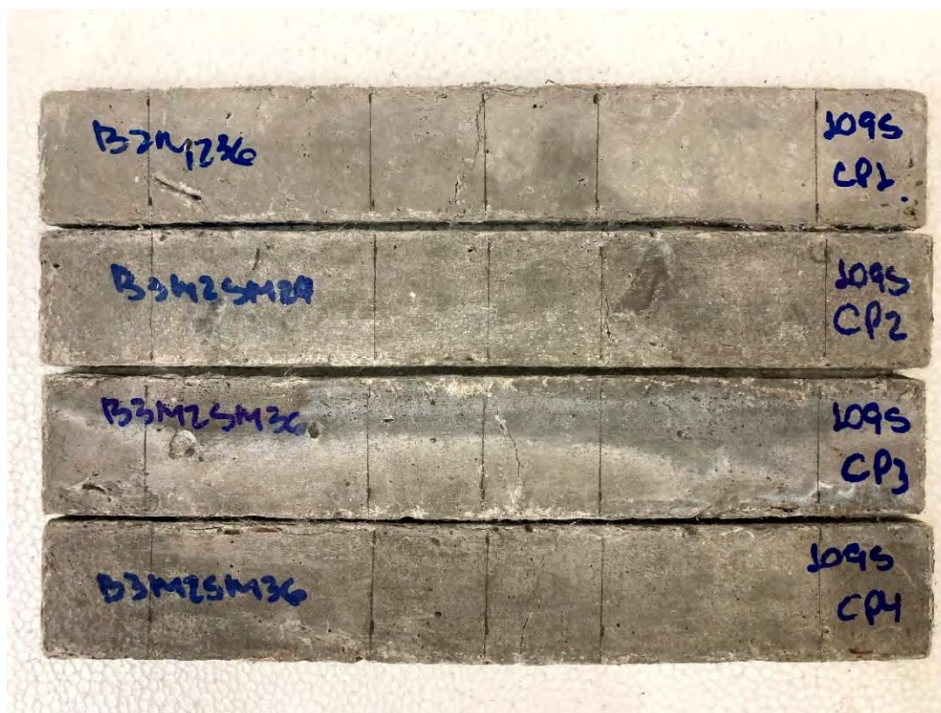


Figura 141 – Amostras M2 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

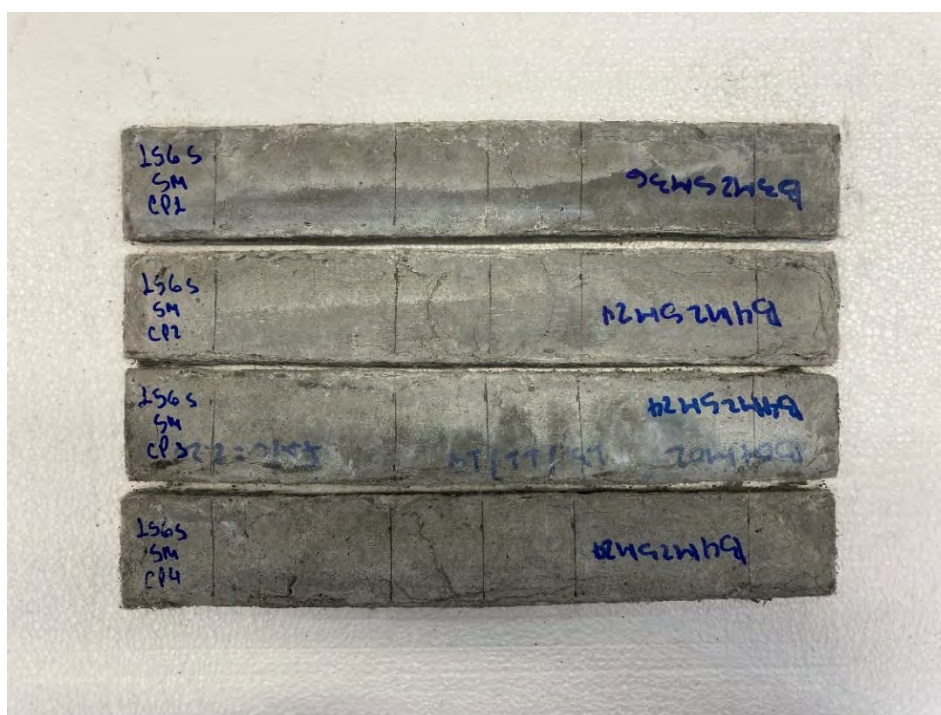


Figura 142 – Amostras M2 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

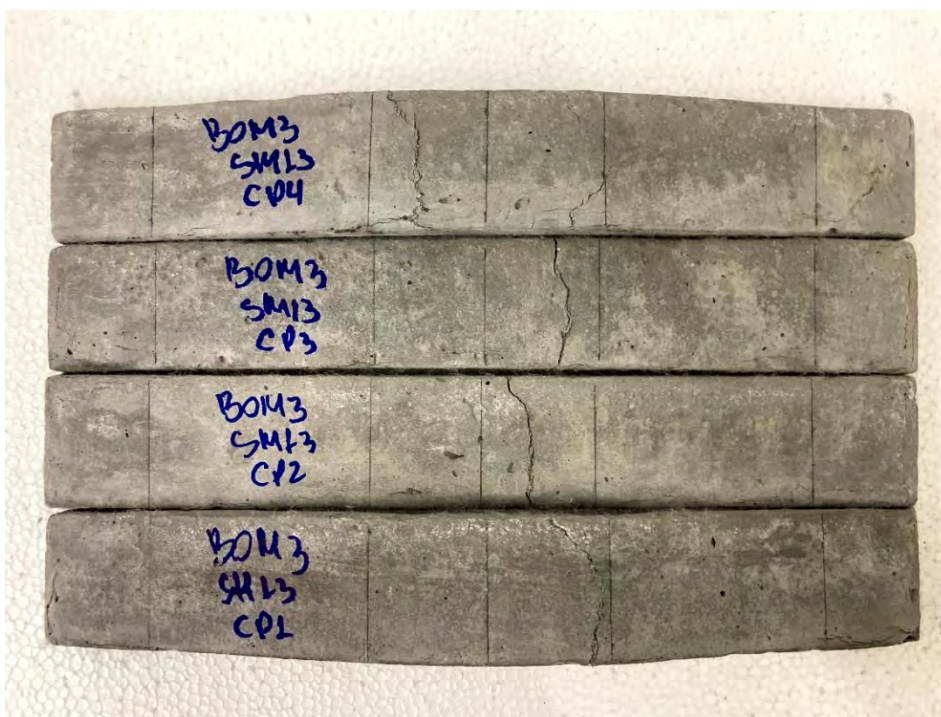
Anexo C.3. Mistura M3

Figura 143 – Amostras M3 após 91 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio



Figura 144 – Amostras M3 após 686 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio



Figura 145 – Amostras M3 após 763 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

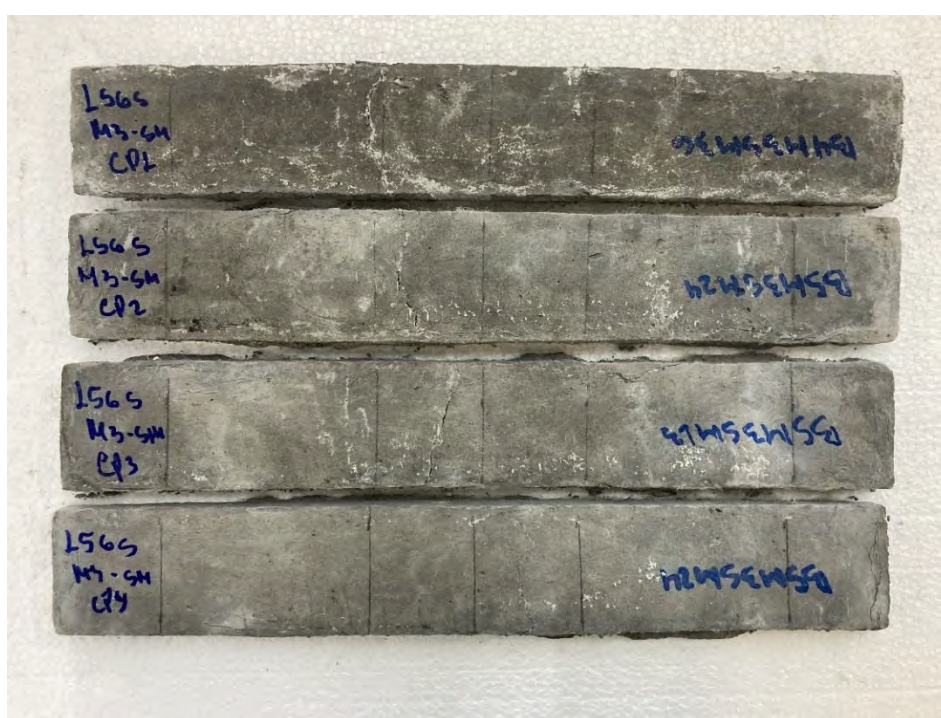


Figura 146 – Amostras M3 após 1092 dias de envelhecimento em sulfato de magnésio

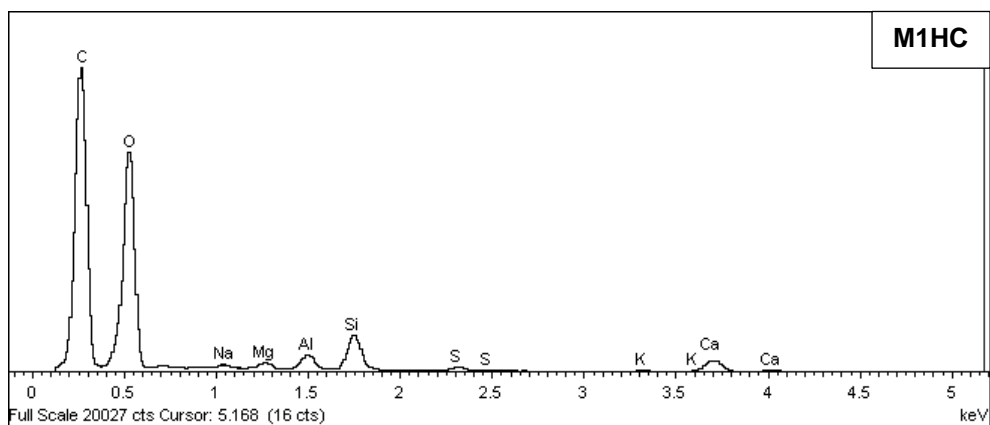
ANEXO D. ENSAIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA**Anexo D.1. Mistura M1**

Figura 147 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra de referência.

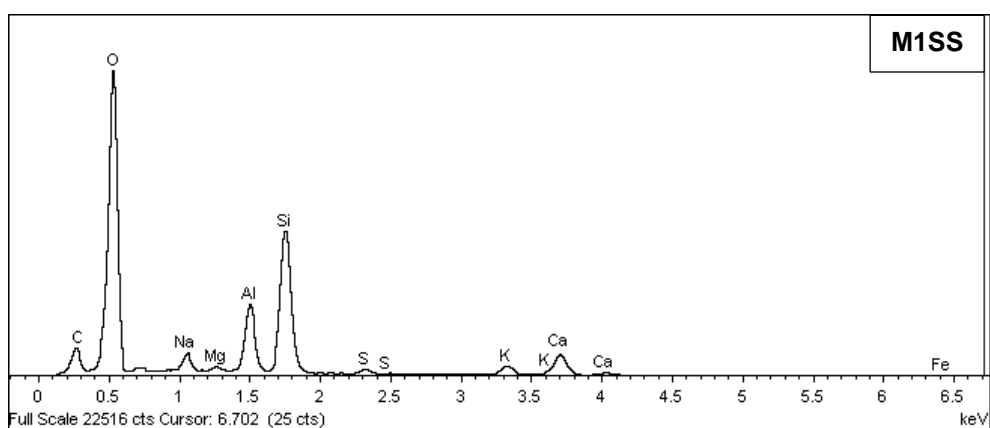


Figura 148 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de sódio

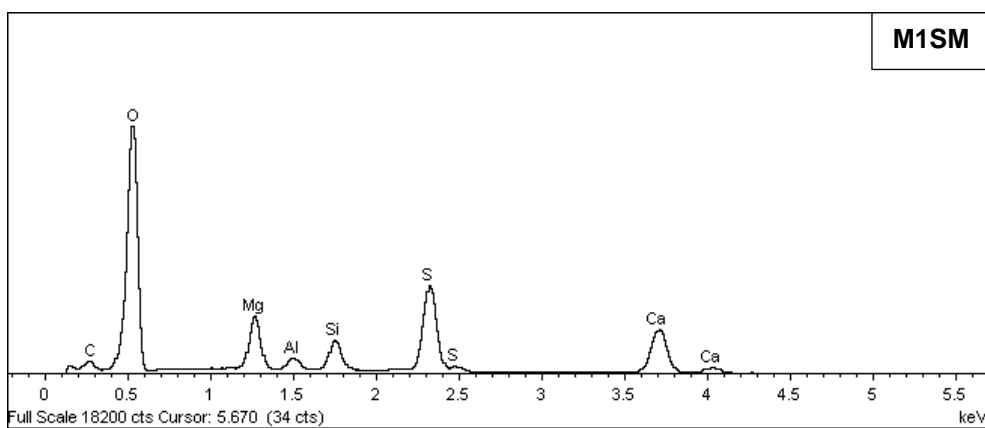


Figura 149 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de magnésio

Anexo D.2. Mistura M2

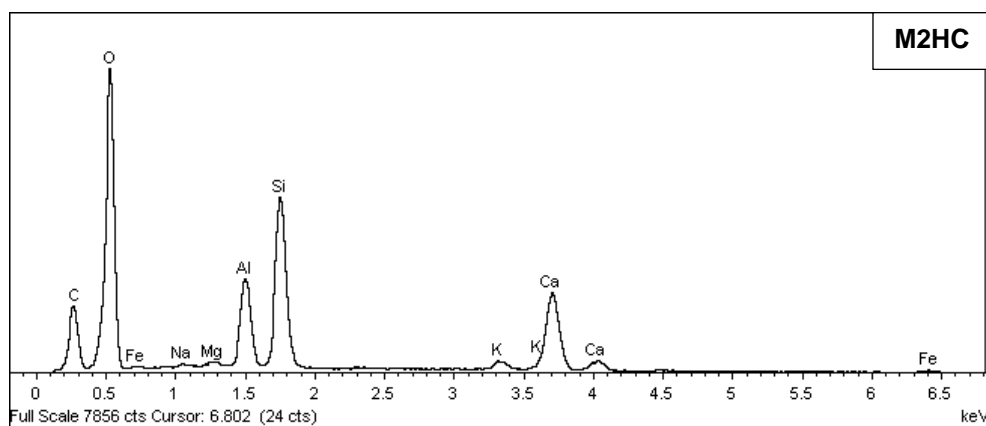


Figura 150 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra de referência.

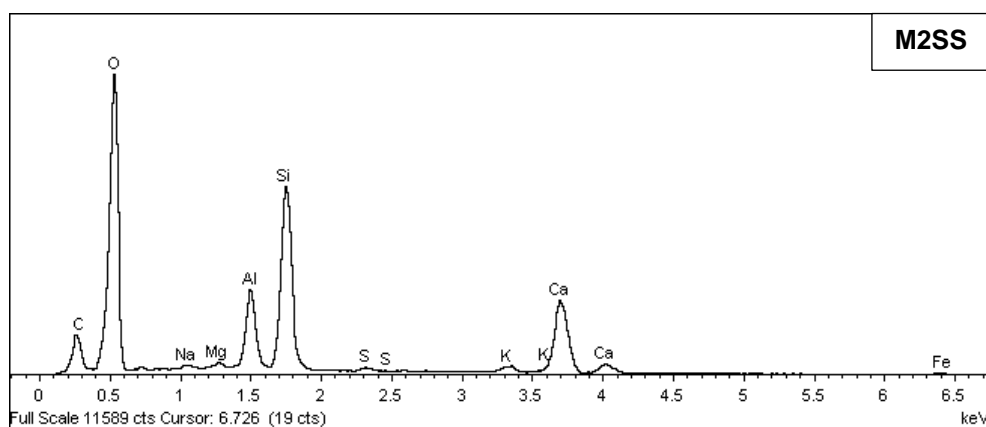


Figura 151 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de sódio

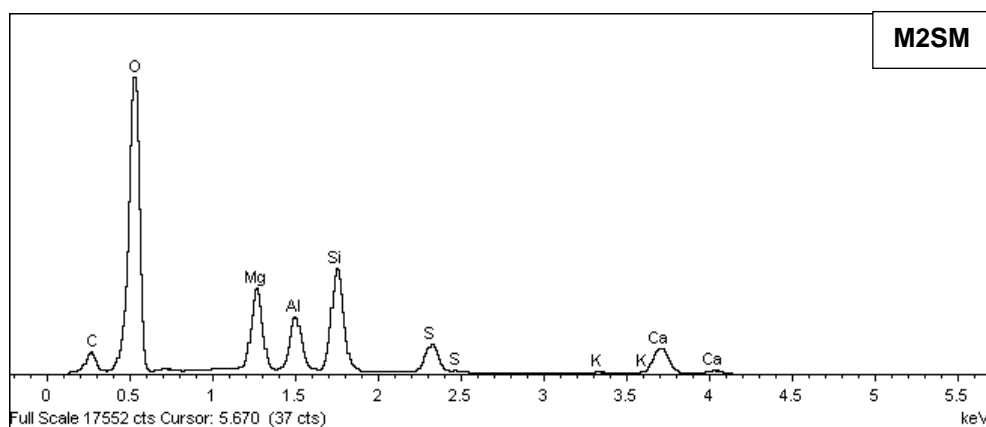


Figura 152 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de magnésio

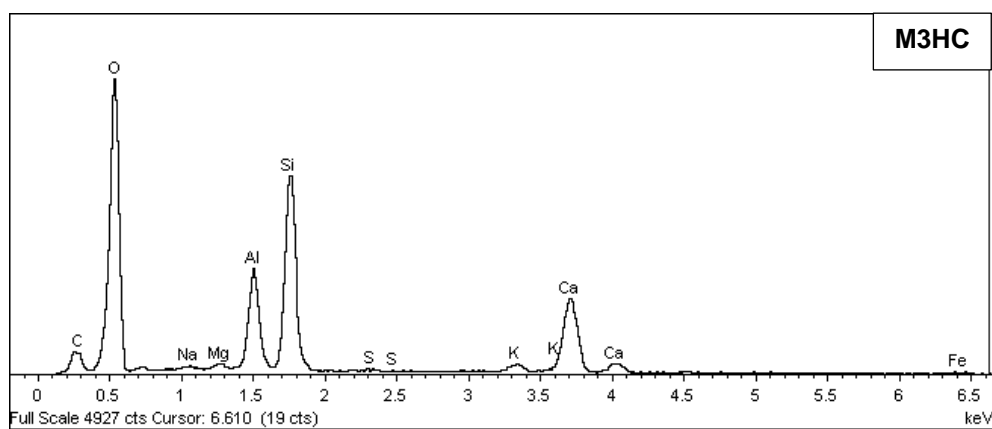
Anexo D.3. Mistura M3

Figura 153 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra de referência.

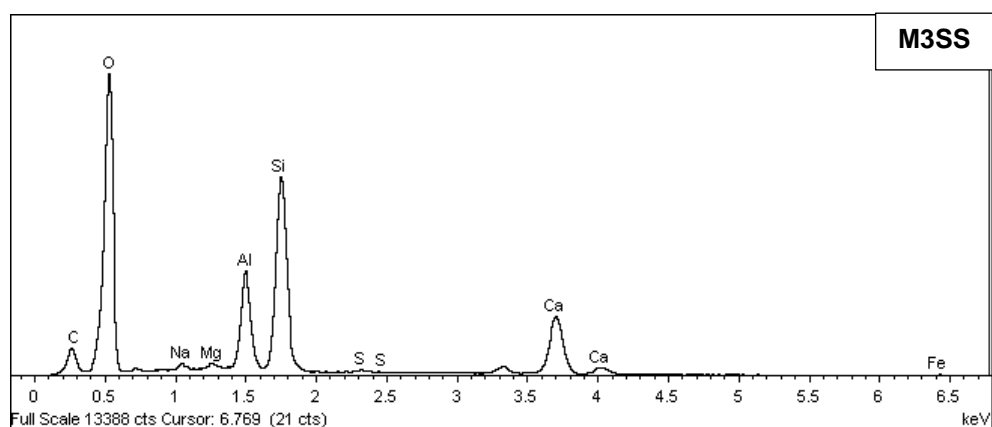


Figura 154 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de sódio.

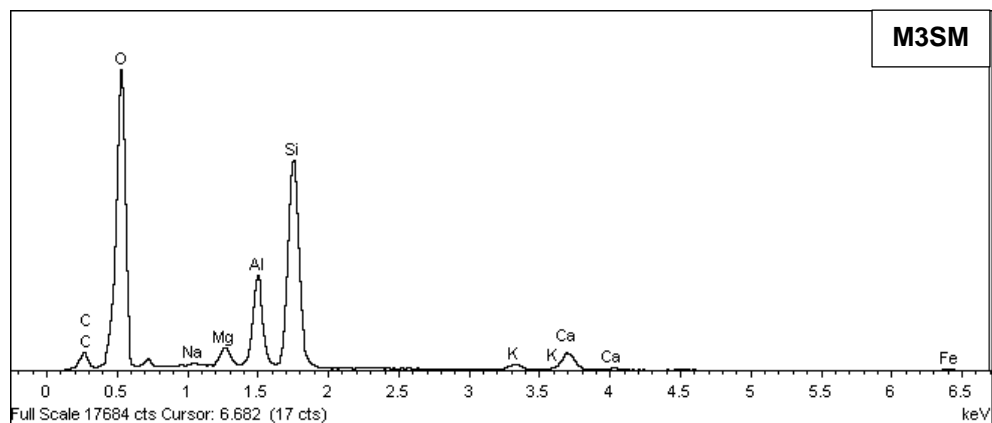


Figura 155 - Análise através do detector de elétrons retroespalhados da amostra em sulfato de magnésio.