



**MICROCONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA CONTENDO POLÍMERO
SUPERABSORVENTE E METACAULIM**

ARTHUR AVIZ PALMA E SILVA

**ORIENTADOR (A): VALDIRENE MARIA SILVA CAPUZZO
COORIENTADOR (A): EUGÊNIA FONSECA DA SILVA**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL

**MICROCONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA CONTENDO POLÍMERO
SUPERABSORVENTE E METACALUM**

ARTHUR AVIZ PALMA E SILVA

ORIENTADORA: VALDIRENE MARIA SILVA CAPUZZO
COORIENTADORA: EUGÊNIA FONSECA DA SILVA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL

BRASÍLIA/ DF: JANEIRO - 2022

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**MICROCONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA CONTENDO POLÍMERO
SUPERABSORVENTE E METACAULIM**

ARTHUR AVIZ PALMA E SILVA

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA
CIVIL E AMBIENTAL DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE
BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO
GRAU DE MESTRE EM ESTRUTURAS E CONSTRUÇÃO CIVIL.**

APROVADA POR:

**Prof.^a Valdirene Maria Silva Capuzzo, DSc. (ENC – UnB)
(Orientadora)**

**Prof.^a Eugênia Fonseca da Silva, DSc. (ENC – UnB)
(Coorientadora)**

**Prof. João Henrique da Silva Rêgo, DSc. (ENC – UnB)
(Examinador Interno)**

**Prof. Manuel Alejandro Rojas Manzano, DSc. (Pontificia Universidad Javeriana - Cali)
(Examinador Externo)**

BRASÍLIA/ DF, 12 DE JANEIRO DE 2022.

FICHA CATALOGRÁFICA

PALMA E SILVA, ARTHUR AVIZ

Microconcretos de alta resistência com polímero superabsorvente e metacaulim [Distrito Federal] 2022.

xxi, 161p., 210x297mm (ENC/FT/UnB, Mestre, Estruturas e Construção Civil, 2021).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental.

1. Polímero Superabsorvente
3. Metacaulim
5. Concreto de alta resistência

2. Microtomografia
4. Retração Autógena

I. ENC/FT/UnB

II. Título (Mestre)

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

PALMA E SILVA, A. A. (2022). Microconcretos de alta resistência contendo polímero superabsorvente e metacaulim, Publicação E.DM – 01A/22, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 161 p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Arthur Aviz Palma e Silva

TÍTULO: Microconcretos de alta resistência com polímero superabsorvente e metacaulim.

GRAU: Mestre

ANO: 2022

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. A autora reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito da autora.

Arthur Aviz Palma e Silva SHIS QI 29, conjunto 12 – Lago Sul – CEP: 71675-320 – Brasília – DF – Brasil. E-mail: eng.aviz@gmail.com

Este trabalho é dedicado a Deus, às vítimas da pandemia de COVID-19, sobretudo as da minha família, e aos familiares e amigos, que me lembraram diariamente de manter-me corajoso e resiliente nos momentos mais difíceis desta longa estrada.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus, aquele que é o princípio de tudo, fonte de todo amor. Agradeço à Virgem Maria por me cobrir com seu manto e me consolar em todos os momentos de necessidade. Agradeço à minha intercessora no céu, Santa Tereza de Ávila, e a São João Paulo II, o santo eternamente jovem. Agradeço à minha comunidade, Casa da Juventude Comunidade Católica – CAJU, por me formar integralmente na fé, no amor, e na doutrina. Agradeço também a todos os meus irmãos de comunidade, que estavam juntos a mim em todos os momentos.

Ao meu pai Antônio Deodato Palma da Paixão e Silva (*in memoriam*), por ter me ensinado sobre os valores e obrigações de um bom homem quando eu ainda era apenas um menino, e que com sua luta contra o câncer até seus últimos dias de vida, me ensinou a ter coragem e a lutar até o fim pelo que muito me vale.

Agradeço à minha namorada Luciana Bastos, por ser minha maior companheira e apoiadora, e por sonhar junto comigo nas realizações desta vida e na busca pelo céu. À minha mãe Dilma Helena, por sempre me apoiar, me dar carinho e amor, e vencer as dificuldades para que eu pudesse estudar e me formar como engenheiro civil. Ao meu irmão Douglas Aviz, por se preocupar com minha saúde, com minhas realizações, e me ensinar que a paciência tudo alcança nesta vida.

Agradeço aos meus amigos Sávio Paiva, Paola Paiva, Roger Rodrigues, Eloyanna Rodrigues, Isabela Gaia, Lucas Arruda, Antônio Costa, Arthur Sampaio, Nicholas Mota, Marcus Afonso e Marília Britto, que estiveram mais próximos a mim por todo o período de mestrado, e como bons amigos, me lembraram do que é realmente bom na vida, e do amor de Deus.

Aos amigos do PECC, Erica Nóbrega, Ana Luiza, Mara Monalisa, Yuri Sotero, Larissa Mota, Roberta Bastos, Thais Kardec. Em especial, agradeço a amiga Livia Agostinho por toda a ajuda na dissertação. Aos amigos Jayme Ribeiro e Ana Carla Lopes, os quais convivi na mesma casa boa parte do tempo deste trabalho, e vivi muitos momentos especiais. Aos meus familiares de Brasília, e aos meus tios Fernando Aviz e Cleide Aviz, pelo suporte em Brasília – DF, e pelo carinho.

Aos amigos da Paróquia São Charbel, Pe. Marun, Vitor Montandon, Vitor Bona, Luíza Libardi, Fábio, Rodrigo, Sandro e Luiza, me acolheram quando cheguei em Brasília.

Às instituições que de alguma forma, contribuíram para a realização desta pesquisa: Cordenção de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e tecnológico (CNPQ), Fundação de Apoio à Pesquisa do Distrito Federal (FAP-DF), Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC) da Universidade Federal de Santa Catarina, Controle Engenharia LTDA - DF, Instituto Federal de Brasília (IFB) Campus Samambaia, Laboratório de Desempenho, Estruturas e Materiais – LADEMA, da Universidade Federal de Integração Latino – Americana (UNILA) e Laboratório de Materiais Digitais da Universidade Federal Fluminense (UFF).

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Estrutura e Construção Civil da Universidade de Brasília pela generosidade no compartilhamento de conhecimento. Em especial, à minha orientadora Valdirene Maria Silva Capuzzo, e minha coorientadora Eugenia Fonseca da Silva. Ao Enéias e Bárbara Barbalho, por todo o suporte e atenção nos ensaios laboratoriais. Ao técnico Claudio do IFB,

pelo auxílio. Aos amigos Matheus Leoni e Irene Joffily, por todo o suporte e aprendizado na engenharia.

Ao prof. Ole Mejlhede Jensen pela doação do polímero superabsorvente utilizado nesta pesquisa, e ao prof. André Pereira por se dispor a auxiliar nos ensaios de microtomografia. Também às empresas: BASF pela doação do aditivo superplastificante, e Metacaulim do Brasil pela doação do metacaulim.

Um agradecimento especial, por fim, ao Dr. Italo Marsili, ao qual devo enorme gratidão por todo o ensinamento e amadurecimento nestes últimos anos, e que me ensinou sobre as coisas realmente importantes desta vida. Ao querido Doc, devo de alguma forma a conclusão deste trabalho, e minhas tentativas diárias de levar uma vida que tem verdadeiramente sentido. Muito obrigado, de coração!

*“Que você seja esse girassol, que brota nessa rua de desatenção,
nessa vida vulgarmente cotidiana”*

(Dr. Ítalo Marsili)

RESUMO

MICROCONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA COM POLÍMERO SUPERABSORVENTE E METACAULIM

Autor: Arthur Aviz Palma e Silva

Orientadora: Valdirene Maria Silva Capuzzo

Coorientadora: Eugênia da Silva Fonseca

Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil

Brasília, Janeiro de 2022

Os polímeros superabsorventes (SAP) têm sido estudados por diversos pesquisadores ao redor do mundo. Seus efeitos de mitigação da retração autógena em concretos de alta resistência já tem eficácia comprovada, e cada vez mais, vem se consolidando no mercado da construção civil. No entanto, diversas propriedades deste polímero ainda não são bem compreendidas, bem como seus efeitos quando utilizados em conjunto com materiais cimentícios suplementares em concretos de alta resistência. Destacando-se entre esses materiais, o metacaulim também é tratado atualmente com bastante destaque pelas pesquisas acadêmicas. Pelo seu alto controle de produção, este material apresenta bastante reatividade e amorfismo. Devido a isso, este trabalho teve como objetivo compreender o comportamento de microconcretos de alta resistência com polímero superabsorvente incorporados, a fim de avaliar a viabilidade da utilização destes materiais em conjunto para a fabricação de concretos de alta resistência. Para atingir este objetivo, três traços de microconcretos e pastas foram determinados, sendo um traço de referência, e dois traços contendo 0,15% e 0,30% de polímero superabsorvente sobre a massa de cimento. Os três traços possuíam o teor de metacaulim de 10%, substituindo o cimento dos traços. Os três traços foram feitos sem a utilização de água de cura extra para o polímero superabsorvente, permanecendo a mesma relação água/ cimento para todos os traços. Os três traços foram submetidos a ensaios de consistência e massa específica, no estado fresco, e resistência à compressão em cilindros, tração na flexão seguida de compressão em cubos e módulo de elasticidade, no estado endurecido. Além disso, foram realizados ensaios de retração autógena através da medição de variação unidirecional linear, por relógios comparadores. A microestrutura das pastas e dos microconcretos pôde ser avaliada através dos ensaios de difratometria de raios – X, termogravimetria, calorimetria por condução isotérmica, e a microtomografia de raios – X. Os resultados apontam para um efeito positivo da utilização do polímero superabsorvente com o metacaulim, principalmente do que tange ao aumento das propriedades mecânicas, e refinamento da estrutura porosa dos microconcretos, sobretudo para o traço com 0,30% de polímero. Também foi possível observar o aumento da atividade pozolânica do metacaulim na presença de SAP, reforçando as vantagens da aplicação destes materiais em conjunto. Ao adotar todas as misturas contendo a mesma relação a/c, os microconcretos contendo SAP, especialmente no teor de 0,3%, apresentaram menores retrações autógenas em todas as idades, como esperado, mas também as maiores resistências mecânicas, mesmo com o aumento da porosidade inerente ao SAP.

Palavras – chave: Polímero Superabsorvente. Microtomografia. Metacaulim. Retração Autógena. Concreto de alta resistência

ABSTRACT

HIGH-STRENGTH MICROCONCRETES WITH SUPERABSORBENT POLYMERS AND METAKAOLIN

Author: Arthur Aviz Palma e Silva

Supervisor: Valdirene Maria Silva Capuzzo

Co-supervisor: Eugênia da Silva Fonseca

Postgraduate Program in Structures and Civil Construction

Brasília, January of 2022

Superabsorbent polymers (SAP) have been extensively studied by several researchers around the world. Its effects of mitigate the autogenous shrinkage of high-strength concretes has been consolidating, and this material is now diffused as a huge option to construction market. However, several properties of this polymer are still not well understood, as well and its effects when used together with supplementary cementitious materials, which is common in high-strength concretes. Standing out among these materials, metakaolin is also currently treated with considerable prominence by academic research. Due to its high controlled production process, this material is highly reactive and amorphous. Therefore, this work aimed to understand the behavior of high-strength microconcrete with superabsorbent polymer and metakaolin incorporated, in order to assess the feasibility of using these materials together in the construction industry. To achieve this objective, three microconcrete and paste mixes were determined, being a reference mix, and two mixes containing 0.15% and 0.30% of superabsorbent polymer on the cement mass. The three mixes had a metakaolin content of 10%, replacing the cement. The three mixes were made without using extra curing water for the superabsorbent polymer, with the same water/cement ratio. The three mixtures were subjected to consistency and specific mass tests, in the fresh state, and compression strength for cylinders, flexural strength followed by compression strength in cubes and elastic modulus, in the hardened state. In addition, autogenous shrinkage tests were performed by measuring linear volumetric variation, using dial gauges. The microstructure of the pastes and microconcretes could be evaluated through X-ray diffraction, thermogravimetry, isothermal conduction calorimetry, and X-ray microtomography tests. The results point to a positive effect of using the superabsorbent polymer with metakaolin, mainly with regard to the increase in mechanical properties, and refinement of the porous structure, especially for the mix with 0.30% of polymer. It was also possible to observe the increase in the pozzolanic activity of metakaolin in the presence of SAP, reinforcing the advantages of applying these materials together. Finally, the method of using SAP without extra curing water in the mixture proved to be promising, while the traces with the polymer showed lower autogenous shrinkage, and higher strengths, overcoming the increase in porosity naturally caused by SAP.

Keywords: Superabsorbent Polymer. Microtomography. Metakaolin. Autogenous Retraction. High strength concrete

SUMÁRIO

Sumário

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	IMPORTÂNCIA DO TEMA E MOTIVAÇÃO DA PESQUISA	3
1.1.1	Objetivo geral	6
1.1.2	Objetivos específicos	6
2	REVISÃO DA LITERATURA	7
2.1	CONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA E SUA REPERCURSÃO ATUAL	7
2.1.1	Concretos de alta resistência no contexto nacional	8
2.2	ESTRUTURA POROSA DOS CONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA	9
2.2.1	Ensaio para determinação da porosidade	11
2.2.2	Microtomografia de raios - X	12
2.3	MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES	17
2.3.1	Metacaulim	18
2.4	VARIAÇÕES DIMENSIONAIS EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS	26
2.4.1	Variações volumétricas	30
2.5	ESTRATÉGIAS MITIGADORAS DA RETRAÇÃO AUTÓGENA	32
2.5.1	Polímeros superabsorventes	33
2.5.2	Mecanismo de atuação	35
3	METODOLOGIA	40
3.1	CLASSIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS DE PESQUISA	40
3.2	ETAPA 1 - CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	43
3.2.1	Cimento Portland	43
3.2.2	Metacaulim	44
3.2.3	Agregado Miúdo	46
3.2.4	Aditivos	47
3.2.5	Polímero superabsorvente (SAP)	47
3.2.6	Água de amassamento	51
3.3	ETAPA 2 - ESTUDO DE DOSAGEM DOS MICROCONCRETOS E PASTAS E ENSAIOS EM ESTADO FRESCO	51
3.3.1	Composição dos traços	51
3.3.2	Consistência	54
3.3.3	Densidade	55
3.4	ETAPA 3 - PROPRIEDADES MECÂNICAS NO ENDURECIDO E PASTAS	55
3.4.1	Resistência à compressão simples	55
3.4.2	Módulo de Elasticidade	56
3.4.3	Retração Autógena	56
3.4.4	Difração de raios-X	62
3.4.5	Análise termogravimétrica (TG/DTG)	63
3.4.6	Calorimetria por condução isotérmica	64
3.4.7	Microtomografia de raios - X	65
3.4.8	Seleção da resolução das imagens	68
3.4.9	Ajuste dos parâmetros de Digitalização	70
3.4.10	Análise de imagens	70
3.4.11	Pré - Processamento	71

3.4.12	Segmentação.....	72
3.4.13	Pós – processamento	74
3.1.1	Extração de propriedades das imagens de microtomografia de raios – X.	75
3.5	ANÁLISE ESTATÍSTICA	77
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	78
4.1	PROPRIEDADES NO ESTADO FRESCO.....	78
4.1.1	Consistência	78
4.1.2	Massa específica	80
4.2.1	Resistência a compressão em cilindros	81
4.2.2	Módulo de elasticidade	85
4.3	RETRAÇÃO AUTÓGENA.....	87
4.3.1	Avaliação empírica de tempo zero	88
3.1.2	Retração autógena e expansão nas primeiras idades.....	90
4.3.2	Retração autógena até 28 dias	93
4.4	ENSAIOS DE MICROESTRUTURA	96
4.4.1	Difratometria de raios – X	96
4.4.2	Termogravimetria (TG/DTG)	100
4.4.3	Calorimetria por condução isotérmica	103
4.4.4	Microtomografia de Raios – X.....	107
5	CONCLUSÕES	124
5.2	SINOPSE DOS RESULTADOS	124
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	125
	REFERÊNCIAS.....	127
	APÊNDICE A.....	138

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-1. Crescimento do nº de pesquisas com metacaulim associado a materiais cimentícios como concretos e argamassas; Strings utilizadas para busca: (metakaolin)and((concrete)or(mortar)).	5
Figura 1-2. Evolução das pesquisas científicas utilizando metacaulim e polímeros superabsorventes; Strings utilizadas para busca: (metakaolin)and((SAP)or(Superabsorbent Polymer)).....	5
Figura 2-1. a) Edifício E-Tower localizado em São Paulo; b) Edifício do Supremo Tribunal de Justiça de Brasília – DF.	9
Figura 2-2. Estrutura porosa da pasta de cimento. Poros capilares e poros de gel.	10
Figura 2-3. Formato do poro do tipo “tinteiro”, que provocam divergências nas leituras de medição de tamanho de poro pela porosimetria por intrusão de mercúrio.	12
Figura 2-4. Fluxo de trabalho para aquisição dos modelos para simulações computacionais, desde a preparação de amostras, aquisição dos dados, reconstrução tomográfica, segmentação, e geração da malha do modelo.	13
Figura 2-5. Ilustração de uma aquisição de micro tomografia de raios – X e seu processo de reconstrução de imagem. Uma série de projeções 2D são obtidas através do microtomógrafo e através de reconstrução matemática, é possível obter um mapa 3D da amostra.	14
Figura 2-6. Microtomografia de raios - X de uma amostra de Arenito.	15
Figura 2-7. Moldes para corpos de prova nos tamanhos de 20x40 mm e 50x100 mm.....	17
Figura 2-8 Arranjos atômicos de: a) Si ₂ O ₅ e b) AlO(OH) ₂ . Camadas: • Si (a) e Al (b); ○ Oxigênio; ■ Hidroxila.	19
Figura 2-9. Caulinita e seus tetraedros Si-O na metade inferior e octaedros Al-O, OH na metade superior das camadas	19
Figura 2-10. Difratoograma de uma amostra de 50% de metacaulim, 25% de escória de alto forno e 24% de quartzo.....	20
Figura 2-11. Efeitos do MK na retração autógena em idades iniciais (a), retração autógena em idades avançadas (b), e na retração total em idades iniciais.	24
Figura 2-12. Variação volumétrica autógena nas primeiras idades. Na figura: a) a/c 0,42; b) a/c 0,35; c) a/c 0,28.....	25
Figura 2-13. Variação volumétrica autógena nas idades avançadas. Na figura: d) a/c 0,42; e) a/c 0,35; f) a/c 0,28.	26
Figura 2-14. Representação gráfica de uma pasta de cimento em estágio de deformação volumétrica, medida por um equipamento de medição linear, em aproximadamente 2 dias após a adição de água à mistura.	28
Figura 2-15. Deformação nas pastas O1 e O2. a) Deformação absoluta nas primeiras idades. b) Deformação após determinação do tempo zero.	29
Figura 2-16. a) sistemas abertos; b) sistemas fechados e c) sistemas isolados, a partir dos princípios termodinâmicos.	30
Figura 2-17. Organograma com a classificação para as deformações autógenas e não autógenas....	31
Figura 2-18. Surgimento do Menisco e movimentação do líquido no interior do tubo capilar.	32
Figura 2-19. Capacidade de absorção de um SAP: a) estado seco, b) estado saturado.	34
Figura 2-20. Imagens de microscópio eletrônico de varredura de polímeros superabsorventes. a) Copolímero de acrilamida e sodiumacrilato, partículas em torno de 100 µm. b) Poliacrilato reticulado de sal de potássio, partículas em torno de 476,6 µm. (Dimensão da <i>scale bar</i> nas figuras: 100 µm).	35
Figura 2-21. Interações entre o polímero superabsorvente e a água.	36

Figura 2-22. Evolução da hidratação em um material cimentício contendo SAP. (a) De 0 a 5 minutos: dispersão homogênea de partículas de cimento, SAP, água e agregado; (b) de 5 a 10 minutos: capacidade máxima de absorção do SAP; (c) após 7 dias: por dessorção, a água.....	38
Figura 2-23. Modelo de dessorção de água do polímero superabsorvente para cura interna na pasta de cimento.....	39
Figura 3-1. Fluxograma do programa experimental.....	42
Figura 3-2. Distribuição granulométrica do metacaulim.....	45
Figura 3-3. Caracterização mineralógica do metacaulim da pesquisa.....	45
Figura 3-4. Distribuição granulométrica do agregado miúdo.....	46
Figura 3-5. Analisador automático de densidade, modelo PENTAPYC 5200e.....	48
Figura 3-6. Curvas obtidas nos ensaios de espalhamentos das argamassas com e sem SAP, para determinação da absorção do polímero em meio cimentício.....	50
Figura 3-7. Curva granulométrica do polímero superabsorvente utilizado na pesquisa.....	51
Figura 3-8. Procedimentos de mistura. a) Mistura inicial dos materiais secos, incluindo o SAP; b) homogeneização da mistura seca com o misturador em baixas velocidades; c) adição de água com superplastificante diluído; d) mistura final em alta velocidade.....	54
Figura 3-9. Metodologia de avaliação da consistência dos microconcretos. a) cone de Hagermann, b) espalhamento de microconcretos.....	55
Figura 3-10. Ensaio de compressão em cilindros 5x10cm. a) Moldagem dos corpos de prova; b) corpos de prova desmoldados e levados à cura; c) Ensaio dos corpos de prova em prensa.....	56
Figura 3-11. Projeto das formas dimensionado para o ensaio de retração autógena.....	57
Figura 3-12. Esquema de determinação da retração autógena.....	58
Figura 3-13. Procedimentos do ensaio de retração autógena. a) preenchimento das laterais dos corpos de prova com folha de poliestireno de 2mm, b) Imagem do pino acoplado à barra para as medições com relógio comparador, fixado na forma com uma rosca borboleta pela parte de fora, e com uma rosca simples por dentro. c) Adensamento dos corpos de prova realizado com haste metálica. d) Selagem dos corpos de prova com papel sulfite e fita adesiva, para evitar a perda de água.....	59
Figura 3-14. Realização do ensaio de retração autógena. a) Esquema geral do ensaio b) medição do ensaio através dos relógios comparadores. c) corpos de prova e medição da retração através dos relógios e webcams.....	61
Figura 3-15. Equipamento RIGAKU para ensaio de difratometria de raios -X.....	63
Figura 3-16. Equipamento Thermometric AB da TAM Air (TA instruments).....	65
Figura 3-17. Corpos de prova $\varnothing 2 \times 4$ cm para o ensaio de microtomografia. a) Moldagem; b) corpos de prova desmoldados; c) Tamanho do corpo de prova desmoldado.....	66
Figura 3-18. Procedimentos para aquisição da reconstrução 3D. a) Incidência dos raios – X na amostra; b) Variação do ângulo de incidência por giro; c) Reconstrução tomográfica da amostra.....	67
Figura 3-19. Ensaio com microconcretos no tomógrafo. a) corpo de prova acoplado à base de fixação giratória. b) corpo de prova posicionado no equipamento de aquisição de imagens.....	68
Figura 3-20. Alterações no FOV das imagens de acordo com a distância Fonte – objeto e Fonte – detector.....	69
Figura 3-21. Fluxograma do processo de análise de imagens tomográficas.....	70
Figura 3-22. Efeito da regularização de histograma nas imagens. a) Imagem 2D do traço MKSAP30 natural, sem tratamento; b) Imagem 2D do traço MKSAP30 após regularização de histograma.....	71
Figura 3-23. Aplicação do filtro NML nas imagens tomográficas. a) Gráfico e imagem dos valores de cinza ao longo de uma reta traçada no corpo de prova. b) Gráfico e imagem dos valores de cinza ao longo de uma reta traçada ao longo do corpo de prova após o tratamento.....	72
Figura 3-24. Método de escolha de região de segmentação através da ferramenta Threshold.....	73

Figura 3-25. Método TH aplicado às imagens microtomográficas. A cor vermelha representa a região seccionada da amostra para cada situação. a) Vazios; b) Cimento anidro; c) Argamassa.....	74
Figura 3-26. Faixa de análise real da imagem visualizada no eixo vertical do corpo de prova. Demonstração da região de artefatos	75
Figura 4-1. Resultados de consistência pelo ensaio de espalhamento DIN 18555-2 (1982).....	78
Figura 4-2. Resultados de massa específica dos microconcretos.....	80
Figura 4-3. Resultados de resistência à compressão em cilindros	83
Figura 4-4. Resultados de módulo de elasticidade dos microconcretos aos 28 dias.....	86
Figura 4-5. Comparações entre as curvas de retração autógena de Gonçalves e Bittencourt (2010) e os resultados obtidos nesta pesquisa, até 3 dias.	89
Figura 4-6. Retração Autógena nas primeiras 72h após conexão dos relógios comparadores.	91
Figura 4-7. Curvas obtidas no ensaio de retração autógena até 28 dias.....	93
Figura 4-8. Difratoograma de raios-X dos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30. Produtos cristalinos encontrados: Et-etringita, G-gipsita, P-portlandita, Q-quartzo, Cc-calcita e L-Larnita. ..	97
Figura 4-9. Diferenças nos picos de portlandita na aproximação do gráfico de DRX das amostras.	98
Figura 4-10. Curva TG/DTG das pastas MKREF, MKSAP15 e MKSAP30, aos 28dias.	100
Figura 4-11. Curva de cinética de hidratação em função do tempo.....	104
Figura 4-12. Curvas de liberação de calor acumulado em função do tempo	104
Figura 4-13. Renderização 3D da argamassa dos traços. a) MKREF e b) MKSAP30. Alguns poros de maiores dimensões são evidenciados nos círculos tracejados.....	108
Figura 4-14. Renderização 3D da argamassa dos traços. a) MKREF e b) MKSAP30.....	109
Figura 4-15. Renderização 3D do cimento anidro segmentado dos traços. a) MKREF e b) MKSAP30.....	111
Figura 4-16. Percentual de argamassa ao longo da região de interesse analisada do corpo de prova.	113
Figura 4-17. Percentual de argamassa ao longo da região de interesse analisada do corpo de prova.	114
Figura 4-18. Distribuição de percentual de cimento anidro ao longo da amostra	115
Figura 4-19. Diferenças nas imagens de micro - CT observadas para os traços: a) MKREF e b) MKSAP30.....	118
Figura 4-20. Zona de transição (ZT) entre agregado e pasta de microconcreto. a) região com falhas no traço MKREF. b) Zonas de transição do traço MKSAP30, sem falhas visíveis.....	119
Figura 4-21. Comparação dos traços MKREF e MKSAP30, e avaliação do tamanho das partículas encontradas em maioria no traço MKSAP30.....	120
Figura 4-22. Distribuição de diâmetro de poros dos traços MKREF e MKSAP30.....	121

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1. Panorama nacional das edificações executadas com concretos de alta resistência até os anos atuais.	8
Tabela 2-2. Diâmetros de poros na matriz cimentícia.	11
Tabela 2-3. Técnicas de mitigação de retração autógena para materiais cimentícios com baixa a/c.	33
Tabela 3-1. Resumo das variáveis dependentes e independentes da pesquisa.	41
Tabela 3-2. Resumo do número de corpos de prova moldados para a pesquisa.	41
Tabela 3-3. Caracterização do aglomerante da pesquisa.	43
Tabela 3-4. Caracterização do metacaulim da pesquisa.	44
Tabela 3-5. Caracterização do agregado miúdo.	46
Tabela 3-6. Caracterização do aditivo utilizado.	47
Tabela 3-7. Propriedades avaliadas do polímero superabsorvente utilizado nesta pesquisa.	48
Tabela 3-8. Resultados de determinação de massa específica.	49
Tabela 3-9. Traços de microconcreto a serem utilizados na pesquisa e suas respectivas relações a/c e teores de SAP.	52
Tabela 3-10. Tempos de mistura e procedimentos.	53
Tabela 3-11. Propriedades obtidas através da análise de imagens.	75
Tabela 4-1. Resultados de resistência à compressão em corpos de prova 50x100mm dos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30, em 3, 7 e 28 dias.	82
Tabela 4-2. Resultados de módulo de elasticidade aos 28 dias.	85
Tabela 4-3. Resultados de perda de massa dos corpos de prova de microconcreto após a medição final aos 28 dias.	88
Tabela 4-4. Resultados da análise empírica do tempo zero para os microconcretos com polímero SAP e metacaulim.	88
Tabela 4-5. Picos de expansão nos traços analisados e seus respectivos horários de ocorrência.	92
Tabela 4-6. Tabela de resultados de retração autógena absoluta, e percentuais comparativos entre os traços.	94
Tabela 4-7. Resultados calculados a partir do ensaio de termogravimetria de teor de CH e percentual em relação à referência para as pastas propostas para os traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30.	101
Tabela 4-8. Parâmetros calculados no ensaio de calorimetria de indução isotérmica das pastas.	105
Tabela 4-9. Características da porosidade observada para os traços MKREF e MKSAP30.	116

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIações

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Aft	Agulhas de etringita
ANOVA	Análise de variância
CaIQ	Instituto de Química da Universidade de Brasília
CAPES	Cordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CAR	Concretos de alta resistência
CH	Hidróxido de cálcio
CNPQ	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e tecnológico
CPV – ARI	Cimento Portland de alta resistência inicial
DRX	Difração de raios-X
DTG	Análise térmica diferencial
DTU	Universidade Técnica da Dinamarca
EVA	Etileno Acetato de Vinila
FAP- DF	Fundação de Apoio à Pesquisa do Distrito Federal
FOV	Field of View
FRX	Espectrometria por fluorescência de raios-X
ICDD	International Centre for Diffraction Data
IFB	Instituto Federal de Brasília
LADEMA	Laboratório de Desempenho, Estruturas e Materiais
L _E	Distância euclidiana
L _G	Distância geodésica

LMCC Catarina	Laboratório de Materiais de Construção Civil da Universidade Federal de Santa Catarina
LNEC	Laboratório Nacional de Engenharia Civil de Lisboa
MASP	Museu de Arte de São Paulo
MCS	Materiais cimentícios suplementares
MK	Metacaulim
MOP	Morphological Operations
NANOTEC	Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil
NML	Non-local means denoising filter
PECC	Programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil
P_g	Pressão do gás
PIM	Porosimetria por intrusão de mercúrio
P_L	Pressão do líquido
RILEM	Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux
ROI	Região de interesse na amostra
SAP	Polímeros Superabsorventes
SP	Superplastificante
STJ	Superior Tribunal de Justiça
TG	Ensaio de análise térmica
UFF	Universidade Federal Fluminense
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
UnB	Universidade de Brasília
UNILA	Universidade Federal de Integração Latino – Americana
UR	Umidade relativa
URI	Umidade relativa interna

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, o concreto é o material mais utilizado mundialmente nos empreendimentos e construções urbanas, sendo força motriz para grandes avanços de infraestrutura nas cidades e grandes centros. A indústria da construção civil se nutre principalmente do desenvolvimento de novas pesquisas e tecnológicas, que aprimoram o uso deste produto e possibilitam concretos otimizados para empreendimentos cada vez mais complexos e racionais. A produção de cimento, produto base para os concretos, vem crescendo ao longo das últimas décadas no Brasil, evidenciando também o aumento da utilização de concreto nacionalmente (ROADMAP TECNOLÓGICO, 2019).

Na década de 70, ocorreu o advento dos concretos de alta resistência (CAR) no mercado da construção civil, promovendo diversas vantagens para o meio. Esses concretos permitiram novas possibilidades às obras as quais concretos convencionais não eram capazes de fornecer. Foram viabilizadas menores secções de peças estruturais, vãos maiores, e principalmente economia no custo de produção da construção civil. Os Concretos de alta resistência são comumente conhecidos pela resistência maior que a usual em dado local e época (AMARAL FILHO, 1992).

Para atingir altas resistências, são utilizados mecanismos de otimização no processo de hidratação dos CAR. Primeiramente, é possível aumentar sua resistência com controlada redução da relação água/cimento utilizada na mistura, sem prejuízo na trabalhabilidade graças ao uso de superplastificantes. É possível também que sejam utilizados materiais cimentícios suplementares (MCS), proporcionando então diminuição da porosidade, bem como aumento da produção de C-S-H, através de reações pozolânicas, sendo este o principal responsável pela resistência do concreto.

Diversos materiais cimentícios suplementares como a sílica ativa, cinza volante, a escória de alto forno e a nanossilica, são capazes de incrementar as propriedades dos concretos, melhorando suas performances quando utilizados como adição ou mesmo como substituição ao cimento. Recentemente, houve aumento do interesse pelo uso de um determinado material cimentício suplementar nos concretos, o metacaulim (MK). Ao contrário de outros materiais, considerados pozolanas de subprodutos, o metacaulim apresenta uma composição altamente pura e reativa por conta de um alto controle na sua obtenção (BROOKS; MEGAT; JOHARI, 2001).

Os concretos de alta resistência apresentam estrutura interna com baixa porosidade e permeabilidade, tornando-os assim resistentes à entrada de agentes agressivos como sulfatos, cloretos e CO₂, o que

aumenta sua durabilidade. Por outro lado, o efeito de refinamento e diminuição dos diâmetros de poros nos concretos de alta resistência geram maior preocupação com os fenômenos de variação volumétrica por perda de umidade interna (KOVLER; JENSEN, 2007). Estes fenômenos promovem fissuração no concreto, comprometendo sua estabilidade estrutural, durabilidade e estética, minorando seu valor econômico.

A retração no concreto se caracteriza por um fenômeno ligado à diminuição da umidade interna. Esta perda de água pode ocorrer de duas maneiras: com troca de água com o meio externo e sem possibilidade de troca de água com o meio externo. Para o primeiro caso, ocorre a *retração por secagem*. No segundo caso, ocorrem variações volumétricas de retração de origem *autógena* ou *térmica*.

Durante o processo de variação de volume do tipo *autógena*, a água da estrutura interna da pasta de um concreto é consumida pelos próprios silicatos e aluminatos presentes no clínquer, para promover as reações de hidratação do cimento. Este fenômeno foi primeiramente observado por Lyman (1934), que notou uma diminuição de volume no concreto em seu experimento, sem que houvesse variação de massa ou de temperatura. O fenômeno é de pequena proporção em concretos convencionais, logo, foi por muito tempo suprimido em comparação à retração por secagem (SCHRÖFL; MECHTCHERINE; GORGES, 2012).

É importante a compreensão de que métodos de cura convencionais não são eficazes para os concretos de alta resistência, e devido a esta dificuldade de cura, várias estratégias de cura interna para mitigação da retração autógena vêm sendo desenvolvidas globalmente, dentre elas, observa-se o advento dos Polímeros Superabsorventes (*Superabsorbent Polymers - SAP*). O primeiro uso dos polímeros superabsorventes foi na produção de fraldas descartáveis, desenvolvidos no início dos anos 80. Porém, o SAP para tecnologia do concreto foi desenvolvido por Jensen e Hansen no final do último século e o foco de sua utilização foi como agente de cura interna para mitigar a retração em concretos de alta resistência (FRIEDRICH, 2012). O SAP apresenta elevada absorção de água por sua estrutura, a qual posteriormente é devolvida à matriz cimentícia, favorecendo a realimentação de água na estrutura porosa. Este efeito proporciona um novo preenchimento de água nos poros, amenizando a retração autógena. O contraponto do uso do polímero superabsorvente são os vazios deixados na matriz cimentícia após a água do SAP ser consumida pela estrutura do concreto, o que pode propiciar zonas de acúmulo de tensões e falhas no material.

Diversos trabalhos confirmam a eficácia do polímero superabsorvente na mitigação da retração autógena. Os autores Jensen e Hansen (2002) efetuaram pesquisas sobre a retração autógena em pastas de cimento com diferentes teores de SAP e concluíram que existe uma redução significativa deste tipo de variação volumétrica. O autor Manzano (2016), a primeira tese de doutorado do Brasil com polímeros superabsorventes, concluiu que a incorporação de água de cura interna por meio do polímero superabsorvente é uma estratégia eficiente, chegando até a eliminar a retração autógena dos concretos, com a quantidade de 0,3% de SAP em relação à massa de cimento da mistura.

Francinete Silva Junior (2017) constatou que apesar de a nanossílica, outro material cimentício suplementar, acentuar a retração autógena dos traços em sua pesquisa, a presença do polímero superabsorvente foi preponderante e diminuiu a retração autógena nos concretos em que os dois materiais foram aplicados concomitantemente. Borges (2019) utilizou o método dos tubos corrugados para medições de retração autógena e constatou que o teor de 0,4% de SAP para microconcretos é eficaz, porém, pode ser excessivo para a mitigação da retração. Agostinho (2021) e Santos (2016) observaram, corroborando com constatações de Manzano (2016), que o efeito do SAP de minoração das propriedades mecânicas das misturas de concreto de alta resistência provavelmente estaria ligado à utilização de água extra no traço, para que o SAP a absorva no início da hidratação.

A maioria das pesquisas realizadas com polímeros superabsorventes utilizaram a sílica ativa como material pozolânico, e até o presente momento poucas pesquisas exploraram o efeito sinérgico do SAP com um dos materiais cimentícios mais promissores na atualidade, o metacaulim. Também são escassos os trabalhos que utilizaram o polímero superabsorvente sem água extra na mistura, fato este que pode ser responsável pela perda de resistência nos concretos com o polímero.

1.1 IMPORTÂNCIA DO TEMA E MOTIVAÇÃO DA PESQUISA

O polímero superabsorvente vem sendo aplicado no concreto como mecanismo de cura interna em materiais cimentícios com baixa relação água/cimento, principalmente para mitigar a retração autógena, porém, para que esse polímero possa ser produzido e utilizado na indústria em larga escala, é importante que se esclareça não apenas sua influência na retração autógena, mas também seus efeitos em outras propriedades do concreto (JENSEN; HANSEN, 2001; 2002).

Foi criado pela RILEM (*Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux*) no ano de 2007, um comitê para promover o debate acerca das propriedades do SAP, denominado *Technical Committee TC225 – SAP*. No ano de 2012, um relatório foi expedido pelo comitê (*Application of*

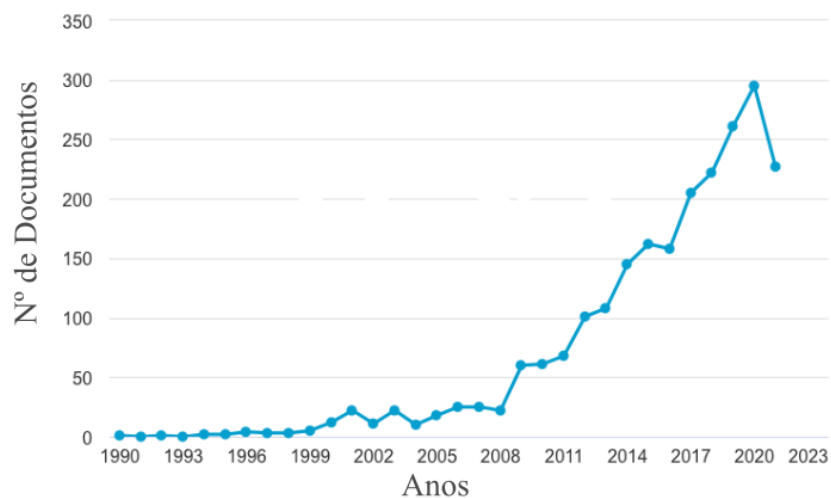
superabsorbent Polymers in Concrete Construction – State of the Art Report), demonstrando ênfase e interesse internacional pelo assunto.

Em 2015, com o encerramento do primeiro comitê, o assunto tornou a ser debatido pelo segundo comitê formado (*TC 260 RSC – Recommendations for use of superabsorbent polymers in concrete construction*), com intuito maior de promover orientações práticas para uso do SAP em construções e para profissionais do meio em geral. Em 2018, duas novas recomendações técnicas foram lançadas pelo comitê: “*Recommendation of RILEM TC 260-RSC: using superabsorbent polymers (SAP) to mitigate autogenous shrinkage*” e “*Recommendation of RILEM TC 260-RSC: testing sorption by superabsorbent polymers (SAP) prior to implementation in cement-based materials*”.

O comitê *TC 255 – SAP (2007)* buscou avaliar as propriedades do SAP por meio de ensaios interlaboratoriais realizados em diversos núcleos de pesquisa ao redor do mundo, empregando materiais locais para uma melhor representatividade. A composição das argamassas propostas por este comitê era realizada com um teor de 10% de sílica ativa em substituição ao cimento Portland, buscando produzir argamassas de alta resistência e, dessa forma, avaliar a retração autógena proporcionada.

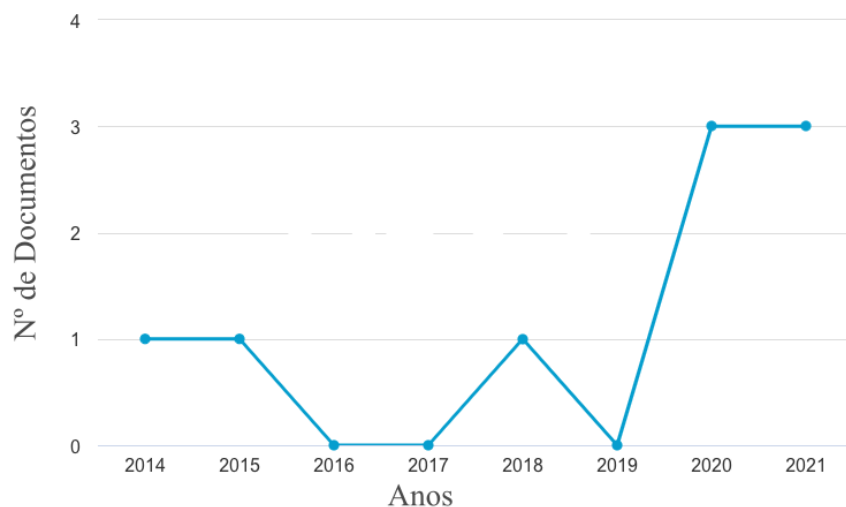
Em uma busca na base SCOPUS, uma das principais plataformas de periódicos disponível para pesquisa, é nítida a evolução do número de trabalhos acadêmicos utilizando o metacaulim em materiais cimentícios. Esta informação pode ser constatada na Figura 1-1. Por outro lado, os gráficos da Figura 2-2 evidenciam a falta de artigos encontrados, quando são utilizadas as palavras-chave: “*Metacaulim*” and “*Superabsorbent Polymer*”. Os resultados são escassos, e os poucos artigos encontrados não contemplam a totalidade de questionamentos acerca dos efeitos destes materiais atuando concomitantemente em meios cimentícios.

Figura 1-1. Crescimento do nº de pesquisas com metacaulim associado a materiais cimentícios como concretos e argamassas; *Strings* utilizadas para busca: *(metakaolin)and((concrete)or(mortar))*.



Fonte: Autor (2021).

Figura 1-2. Evolução das pesquisas científicas utilizando metacaulim e polímeros superabsorventes; *Strings* utilizadas para busca: *(metakaolin)and((SAP)or(Superabsorbent Polymer))*.



Fonte: Autor (2021).

Devido as orientações dos comitês da Rilem, grande parte dos resultados gerados nos laboratórios ao redor do mundo e publicados contemplam as propriedades de microconcretos e pastas de alta resistência contendo a sílica ativa. As Pesquisas realizadas ao longo de alguns anos no Programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil (PECC) da Universidade de Brasília, como

ORDONEZ (2013), SUAREZ (2015), MANZANO (2016), SANTOS (2016), COUTO (2016), AGOSTINHO (2017), BORGES (2019) e AGOSTINHO (2021), contribuíram para o entendimento da ação dos polímeros superabsorventes como agentes de cura interna. Estes trabalhos, em sua maioria, contemplaram concretos de alto desempenho utilizando materiais cimentícios suplementares, como a sílica ativa, e a nanossílica, porém, ainda não foram realizadas pesquisas utilizando o Metacaulim.

1.1.1 Objetivo geral

Esta pesquisa tem como objetivo geral avaliar os efeitos do uso sinérgico do polímero superabsorvente com o metacaulim, nas propriedades de microconcretos de alta resistência, produzidos com cimento Portland, em misturas contendo mesma relação a/c.

1.1.2 Objetivos específicos

Para atingir o objetivo geral desta pesquisa, foram delineados os seguintes objetivos específicos:

- Determinação unidirecional da retração autógena em microconcretos contendo polímero superabsorvente e metacaulim;
- Avaliar os efeitos do polímero superabsorvente nas propriedades mecânicas de microconcretos com metacaulim;
- Avaliar os efeitos do polímero superabsorvente na microestrutura de microconcretos com metacaulim;
- Avaliar a eficácia do polímero superabsorvente na mitigação da retração autógena e demais propriedades de microconcretos de alta resistência com metacaulim, sem a utilização de água de cura extra para o SAP nos traços.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Nesta etapa do trabalho, serão apresentados conceitos importantes sobre os concretos de alta resistência (CAR) e suas principais características. Serão discutidos itens relevantes no que tange aos polímeros superabsorventes e seus mecanismos de atuação, sendo este um ponto chave para a compreensão da mitigação da retração autógena, bem como sua interação com materiais cimentícios suplementares em concretos de alta resistência.

2.1 CONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA E SUA REPERCURSÃO ATUAL

Tratado atualmente no meio da construção civil como uma grande evolução na tecnologia da construção, o concreto de alta resistência, é fruto da otimização das misturas de concreto convencional aliadas à utilização conjunta de materiais cimentícios suplementares e aditivos químicos. Neste contexto, destaca-se principalmente a ação dos superplastificantes, redutores de água de grande eficiência, capazes de dispersar as partículas de cimento, diminuindo a relação água/cimento da mistura. Este efeito é um dos grandes responsáveis pela alta resistência dos concretos de alta resistência. Além disso, o uso combinado de MCS's e baixa relação água/cimento, permite a obtenção de concretos com características ímpares, como baixa permeabilidade e porosidade, bem como aumento de sua durabilidade.

O concreto de alta resistência tem como um de seus principais pontos de distinção em relação aos concretos convencionais, o uso de materiais cimentícios suplementares como a sílica ativa, cinza volante, escória de alto forno, nanossílica e metacaulim. Não é incomum que esses concretos utilizem altos teores de superplastificantes, com o intuito de proporcionar misturas trabalháveis, mesmo tendo em sua composição materiais demasiadamente finos, como os materiais cimentícios suplementares.

Segundo Neville (2015), a máxima relação água/cimento utilizada com a finalidade de produzir concretos de alta resistência e alto desempenho não deve superar o valor de 0,38. Para Wyrzykowski *et al.* (2018), os concretos de alta resistência são aqueles que apresentam relação água/cimento inferior a 0,4. Para estes autores, é nesta faixa de relação a/c que também surgem as retrações de origem autógena relevantes. Devido à baixa relação a/c, existe preocupação em ajustar os teores de aditivos químicos adequadamente à mistura.

Em relação à sua estrutura microscópica, os concretos de alta resistência se diferenciam dos concretos convencionais principalmente no que diz respeito a uma das regiões de maior acúmulo de tensões e

propicia a falhas no material, denominada zona de transição. Esta zona se localiza entre a pasta de cimento hidratada e os agregados, e por se tratar de um espaço pouco denso, zona limítrofe entre as duas outras fases, se torna decisiva para a resistência final do material. Nos CAR a zona de transição é preenchida pelos materiais cimentícios suplementares, por serem materiais extremamente finos e, com isso, ocorre uma maior homogeneidade no material como um todo. Este fato contribui para o incremento de resistência nestes concretos em relação a concretos convencionais (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

2.1.1 Concretos de alta resistência no contexto nacional

No Brasil, o Museu de Arte de São Paulo (MASP) foi a primeira obra a ser confeccionada com a utilização do concreto de alta resistência. Segundo Hartmann e Helene (2004), a obra foi inaugurada em 1968 e, para sua época, foi uma grande evolução em termos de resistência nos concretos, atingindo a marca de 45 MPa, tendo o maior vão livre em laje reta até então, com 74 metros. Outros empreendimentos da década de 90 foram concebidos com resistências igual ou acima de 45 MPa, que podem ser visualizados na Tabela 2-1. Nesta tabela, também são inseridos empreendimentos atuais, executados em CAR, alguns inclusive mesclando tecnologias diversas como o concreto autoadensável e até mesmo o concreto colorido.

Tabela 2-1. Panorama nacional das edificações executadas com concretos de alta resistência até os anos atuais.

Edifícios	Local	Ano	Número de andares	f_{ck} (MPa)
Trianon - MASP	São Paulo	1965	5	45
CNEC	São Paulo	1988	18 (2 torres)	60
Suarez Trade Center	Salvador	1994	30	60
Superior Tribunal de Justiça	Brasília	1995	4	60
Cidade Matarazzo (Concreto autoadensável)	São Paulo	Previsto para 2021	32	60
E-Tower (Concreto colorido)	São Paulo	2002	39	125
Kingdom Park Residence (GO)	Goiania	2019	52	50

Fonte: Adaptado de Silva (1996), e Rocha (2020).

Cabe mencionar a experiência pioneira de uso de CAR, em Brasília, no edifício sede do Superior Tribunal de Justiça (STJ), projetado por Oscar Niemeyer, obra iniciada em 1990 e concluída em 1995. O complexo é composto por seis edificações e no prédio dos plenários foi lançado cerca de 5000 m³ de CAR com f_{cj} , aos 28 dias, em torno de 70-90 MPa nos pilares em tronco-pirâmide e em algumas vigas da fachada principal (SILVA, 1996).

Atualmente, um empreendimento de destaque no contexto nacional é o edifício E-TOWER, ilustrado na Figura 2-1 a), localizado na cidade de São Paulo, um dos mais altos da cidade. Na época de sua construção, o padrão de resistência das construtoras estava em torno de 35 a 40 MPa, sendo que a solicitação dos projetos deste empreendimento solicitava quase o dobro de resistência. Ao fim do processo, foi possível um concreto bem superior ao que estava previsto, atingindo resistências em torno de 125 MPa, devido principalmente ao estudo de dosagem adequado, curvas granulométricas ajustadas e compactação do concreto, contando ainda com a utilização de aditivos superplastificantes com menos conteúdo de água na sua composição, recém-chegados ao Brasil à época.

Figura 2-1. a) Edifício E-Tower localizado em São Paulo; b) Edifício do Supremo Tribunal de Justiça de Brasília – DF.



a)



b)

Fonte: Asparo/ Gasperini arquitetos (2021), STJ/Divulgação (2021).

2.2 ESTRUTURA POROSA DOS CONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA

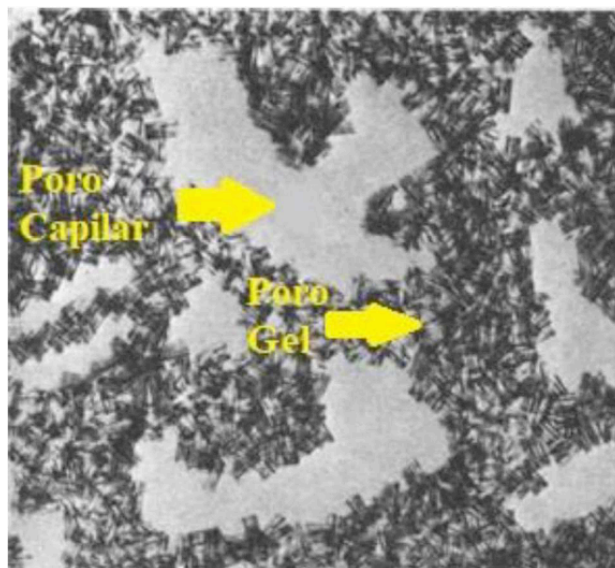
O desenvolvimento da estrutura porosa é um tópico importante para compreender o comportamento físico-químico do concreto de alta resistência. De acordo com Beaudoin e Marchand (2000), não só a redução das dimensões de poros, mas também a desconexão entre eles são fatores decisivos para o desempenho do material, por isso, o CAR atrai grande esforço da comunidade científica nos dias de hoje, que vislumbram a melhor compreensão de seus mecanismos, principalmente no que tange à durabilidade do material.

A durabilidade dos concretos está intimamente ligada à dificuldade ou facilidade com que agentes agressivos permeiam seu interior, portanto, a permeabilidade é a propriedade que mais interfere no

fluxo de fluidos em sólidos porosos (ABBAS *et al.*, 1999). Contudo, são distintos os conceitos de permeabilidade e porosidade, uma vez que existem poros de diversos tamanhos no concreto, e um aumento de porosidade não necessariamente representa um aumento de permeabilidade na amostra, tendo em vista que estes poros devem ser interconectados para que haja tal associação (NEVILLE, 2015).

Durante o processo de hidratação dos cimentos, são formados poros de diversos tamanhos e dimensões. Esta estrutura porosa formada, como já dito, exerce grande influência nas propriedades dos materiais. A Figura 2-2 contém a imagem da estrutura porosa de uma pasta de cimento, evidenciando os detalhes das dimensões porosas, sendo estes separados em poros maiores, denominados capilares, e poros de gel, considerados de menor dimensão, segundo o modelo de Powers (1958).

Figura 2-2. Estrutura porosa da pasta de cimento. Poros capilares e poros de gel.



Fonte: Powers (1958).

Uma classificação geral foi estabelecida por Silva (2001) após extensivo levantamento Bibliográfico acerca dos critérios de análise de porosidade realizados por diversos pesquisadores, podendo ser visualizado na Tabela 2-2.

Tabela 2-2. Diâmetros de poros na matriz cimentícia.

Designação	Diâmetro do poro	Faixa de diâmetro de poros	Propriedades afetadas
Porosidade da Fase Hidratada (Gel)	<10 nm	1	Retração e Fluência
Capilares médios - mesoporos	10-50 nm	2	Resistência, permeabilidade, fluência e retração a altas UR
Capilares grande = macroporos	50nm - 1µm	3	Resistência e permeabilidade
Capilares grandes e ar incorporado	>1 µm	4	Resistência

Fonte: Silva (2001).

A autora ressalta que apesar não haverem limites rígidos entre as faixas de diâmetros de poros encontradas, é consenso o fato de que poros maiores do que 50 nm são os principais determinantes para propriedades de permeabilidade e resistência nos materiais cimentícios. Outro consenso na literatura é em relação à faixa porosa de 10 nm, sendo esta a máxima dimensão dos poros presentes nas fases hidratadas do cimento.

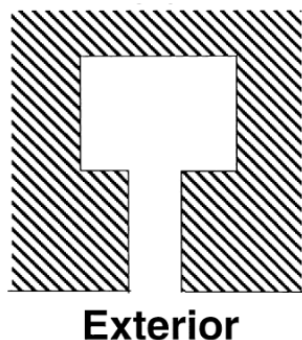
2.2.1 Ensaios para determinação da porosidade

Existem diferentes ensaios para se avaliar a estrutura porosa de pastas de cimento. Pela adsorção física de gases, a porosidade do material é preenchida por um gás através de condensação capilar. Este processo se dá de forma espontânea, devido às forças de atração superficiais, e participa do ensaio denominado de porosimetria por adsorção de nitrogênio. Já na porosimetria por intrusão de mercúrio, ocorre a aplicação de pressão para forçar a intrusão do mercúrio dentro dos poros. Esta pressão é inversamente proporcional ao diâmetro dos poros, segundo Taylor (1997). A quantidade de poros em determinadas faixas de diâmetro pode ser estimada pelo gráfico de volume incremental de mercúrio, em função do diâmetro dos poros. Este ensaio também fornece a porosidade total da amostra, representada pelo gráfico de volume acumulado de mercúrio em função dos diâmetros de poro, conforme Paes (2004).

O ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio é utilizado para avaliar a estrutura porosa de pastas de alta resistência com baixas relações água/cimento, porém, é consenso na literatura que existem críticas em relação ao uso deste ensaio. O primeiro ponto de críticas é a suposição de que os poros têm formato cilíndrico, sendo que o que se determina no ensaio é o diâmetro da entrada do mercúrio no poro, e não o diâmetro de preenchimento do poro como um todo (SILVA, 2001). Este diâmetro verdadeiro pode chegar a ser várias vezes maior do que o medido de fato. O segundo ponto diz respeito às altas pressões com que o mercúrio é intrudido na amostra. Para que ocorra a entrada do mercúrio no poro, são causados danos à estrutura, o que promove falhas no resultado final da porosimetria. O terceiro ponto de críticas, segundo Sato (1998), diz respeito aos poros do tipo

“tinteiro” ou “garganta”, onde o volume de mercúrio intrudido pode provocar um falso resultado e ser atribuído a poros menores, conforme a Figura 2-3 abaixo.

Figura 2-3. Formato do poro do tipo “tinteiro”, que provocam divergências nas leituras de medição de tamanho de poro pela porosimetria por intrusão de mercúrio.



Fonte: Diamond (1986)

Outras metodologias vêm sendo aplicadas para determinar a porosidade de materiais cimentícios, como a adsorção de vapor de água e as técnicas de processamento digital de Imagens. Os métodos mais recentes são ainda capazes de realizar a determinação da estrutura porosa de materiais cimentícios sem que a amostra ensaiada seja destruída ou prejudicada pelo ensaio. A ressonância magnética nuclear e a microtomografia de raios – X são dois destes métodos. A microtomografia de raios – X foi o método utilizado para avaliação da porosidade dos microconcretos deste trabalho.

2.2.2 Microtomografia de raios - X.

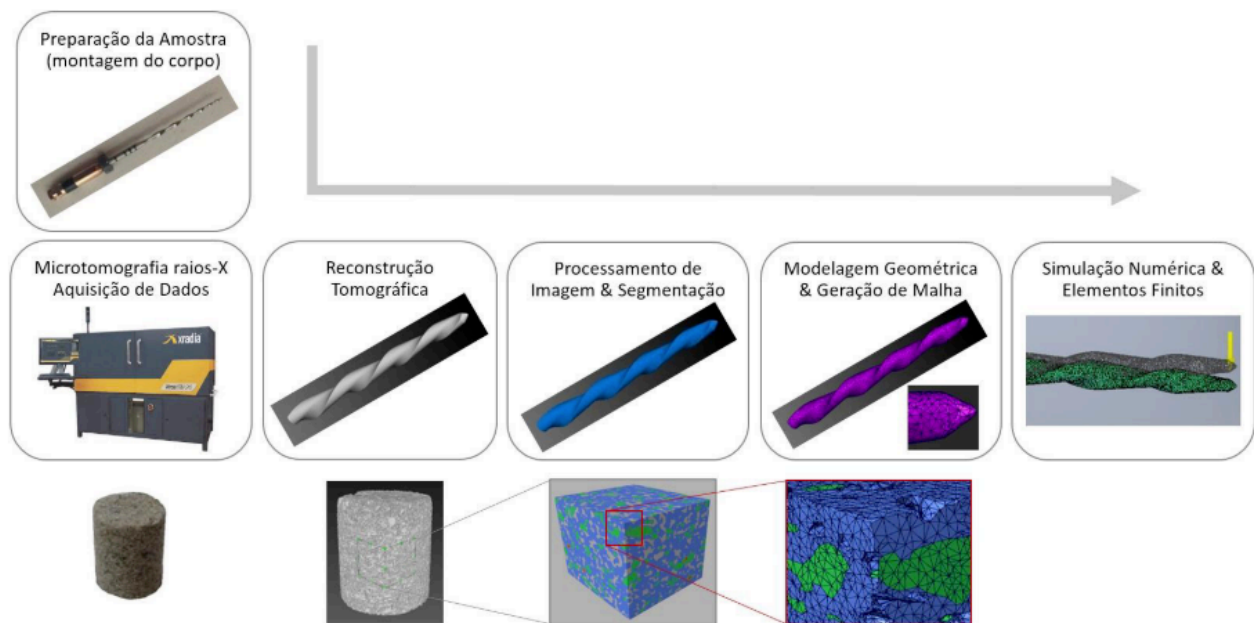
É possível, atualmente, através da simulação computacional, moldar estruturas em diferentes escalas para avaliar seu comportamento e determinar propriedades de materiais que as compõem. A maior dificuldade no processo de simulação computacional está na criação de modelos. Para que sejam obtidos modelos fiéis e realistas dos materiais, com precisão, uma opção é a obtenção de imagens digitais destes materiais.

Uma das mais recentes técnicas para se obter imagens digitais de um material e realizar análises precisas e robustas, é a microtomografia computadorizada por meio de difração de raios-X (micro – CT). Através dessa técnica, são possíveis inspeções visuais acerca de defeitos, grãos, minerais, fraturas, trincas, e principalmente avaliação dos vazios em um sólido (PEREIRA *et al.*, 2016). Esta técnica vem sendo utilizada nacionalmente em análises de materiais compósitos, geotecnia, madeiras,

fósseis, odontologia, soldas por atrito em alumínio, ligas de Ni-Ti, concreto armado e circuitos eletrônicos.

O fluxo de aquisição dos modelos computacionais para a técnica da microtomografia de raios-X, passa pela preparação de uma amostra, aquisição de dados, reconstrução tomográfica, segmentação, geração da malha do modelo e simulações computacionais. Este processo pode ser visualizado na Figura 2-4.

Figura 2-4. Fluxo de trabalho para aquisição dos modelos para simulações computacionais, desde a preparação de amostras, aquisição dos dados, reconstrução tomográfica, segmentação, e geração da malha do modelo.



Fonte: Pereira *et al.* (2016).

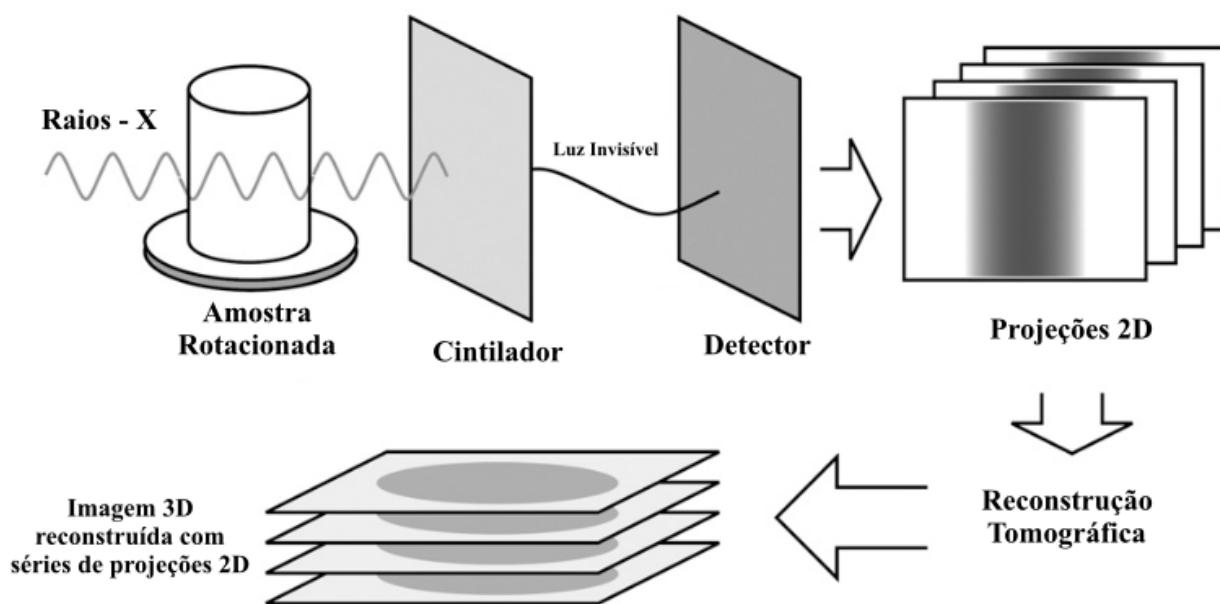
A técnica da microtomografia de raios – X consiste em produzir imagens 3D da parte interna de um material. É importante ressaltar que a preparação das amostras é simples, não exigindo grandes aparatos ou produtos químicos, ao contrário das demais técnicas atuais para obtenção de dados acerca da microestrutura de materiais, nas quais são exigidos diversos processos para uma análise correta de resultados. Para a maioria das amostras, o processo de aquisição de imagens é do tipo não destrutivo, de modo a permitir que uma grande quantidade de imagens seja adquirida de uma única amostra (LANDIS; NAGY; KEANE, 1997).

As bases científicas desta técnica se baseiam na medicina. Há cerca de 40 anos, a tomografia computadorizada vem sendo utilizada como extensão a métodos radiográficos convencionais, como

ossos quebrados, dentes fissurados, podem facilmente ser identificados através dos métodos com raio - X convencionais, através da diferença de absorbância das diferentes fases compondo uma amostra. O principal problema atrelado à técnica de raio -X convencional, com imagens 2D, se dá pela dificuldade em se localizar a posição real dos elementos em determinados espaços em profundidade, como um tumor por exemplo (LANDIS e KEANE, 2010)

A tomografia de raios - X é uma alternativa valiosa, ao conduzir à solução da principal questão não solucionada pelas análises 2D, descrita acima. Ao se combinar uma série de projeções de raio - X 2D, e utilizar princípios matemáticos, é possível reconstruir uma amostra em 3 dimensões, devido a relação existente entre absorção de raios - X e a densidade do material. O processo de reconstrução 3D da amostra pode ser melhor observado na Figura 2-5. Dessa forma, elementos internos podem ser posicionados corretamente e analisados na reconstrução 3D (LANDIS e KEANE, 2010; Pereira *et al.*, 2016).

Figura 2-5. Ilustração de uma aquisição de micro tomografia de raios - X e seu processo de reconstrução de imagem. Uma série de projeções 2D são obtidas através do microtomógrafo e através de reconstrução matemática, é possível obter um mapa 3D da amostra.

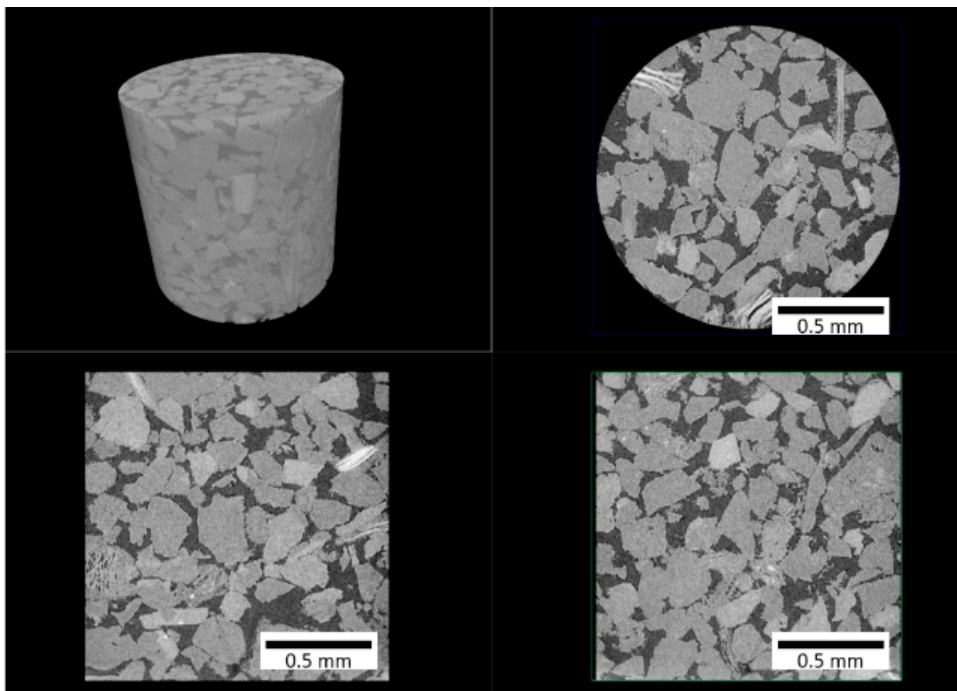


Fonte: Adaptado de Landis e Keane (2010).

Após a reconstrução da amostra, um objeto virtual 3D é gerado. O material então pode ser visualizado de diferentes pontos em termos de microestrutura, sendo este fatiado em planos específicos, como ilustrado na Figura 2-6. No entanto, para que sejam quantizadas a porosidade, permeabilidade e

demais propriedades destas amostras, são necessários métodos específicos de processamento. Este processamento inclui a seleção da região de interesse na amostra (ROI), a implementação de filtros para redução de ruídos na imagem, bem como a segmentação (VIANNA *et al.*, 2020).

Figura 2-6. Microtomografia de raios - X de uma amostra de Arenito.



Fonte: Vianna *et al.*, (2020)

Os autores Oliveira, Iglesias e Ambrósio (2021) utilizaram a Micro – CT para separar a pasta de cimento de outros materiais constituintes o concreto como poros, agregados leves de Etileno Acetato de Vinila (EVA), fibras e agregados graúdos, com o objetivo de realizar a caracterização da microestrutura interna da matriz cimentícia das amostras. Através de técnicas de segmentação de imagens, estes autores chegaram a volumes percentuais de porosidade em suas amostras entre 0,87% e 2,69%. Nos concretos de referência, o índice de porosidade foi de 1,28%. Entretanto, esse resultado diferiu do obtido pela técnica de porosimetria por intrusão de mercúrio, para a mesma amostra, cujo valor foi de 1,51%. Segundo os autores, o método da porosimetria por intrusão de mercúrio não é eficaz para detectar poros fechados, além de possibilitar o rompimento dos poros da amostra ensaiada.

Rattanasak e Kendall (2005) utilizaram a técnica da Micro – CT para identificar a porosidade e as características dos poros em argamassas de cimento com compostos pozolânicos. Nesse estudo, foram utilizadas 3 amostras, sendo uma com 25% de substituição de cimento Portland por cinzas volantes,

uma segunda com 10% de substituição por caulinita, e a uma terceira amostra de referência, sem substituição. Os resultados apontaram para uma identificação de poros de menor tamanho para a amostra com caulinita, seguida da amostra com cinzas volantes. O material que apresentou o maior tamanho de poro médio foi o traço de referência, ou seja, a mistura com cimento Portland, sem substituição.

Os pesquisadores Cnudde *et al.* (2008) utilizaram amostras de concreto e de rochas para avaliar os resultados de porosidade adotando-se três métodos distintos: a micro tomografia de raios - X, a absorção de água pelo vácuo e o método da porosimetria por intrusão de mercúrio. Os autores concluíram que a porosimetria por intrusão de mercúrio permite apenas a aferição de poros interconectados e que possuam ângulo de contato com a superfície externa maior que 90°. Além disso, foram identificados resultados diferentes para cada um dos métodos utilizados para a determinação da porosidade do material. Ocorre que cada uma das técnicas possui sua limitação, entretanto os resultados de micro - CT e porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) podem ser utilizados complementarmente.

Segundo Bernardes *et al.*, (2017), um ponto importante a se analisar para o uso da técnica Micro – CT é quanto ao tamanho da amostra, que podem ser muito pequenas, conflitando com a questão da representatividade. Para compósitos de matriz cimentícia, sua heterogeneidade e complexa estrutura de poros elevam o grau de dificuldade em determinar um plano de amostragem adequado. Normalmente, as metodologias adotadas nos estudos com materiais de matriz cimentícia adotam corpos de prova base, de onde são extraídas amostras menores para o ensaio. No entanto, a extração provoca fissuras e alterações na microestrutura do material. Além disso, uma amostragem a partir de uma determinada região do corpo de prova, sem considerar sua totalidade, procedimento muito utilizado atualmente para esta técnica, pode gerar resultados não condizentes à realidade do sistema (GALLUCCI *et al.*, 2007).

Uma alternativa à extração de amostras é a moldagem de corpos de prova com dimensões reduzidas, confeccionadas condizentes com a capacidade de leitura do equipamento a ser utilizado. Tal procedimento proporciona um aumento da região de análise do tomógrafo, além de aumentar a relação amostra/CP, ou até mesmo proporcionar uma amostragem total. Esta diminuição nas dimensões do corpo de prova pode aumentar o grau de dificuldade em se realizar estudos em concretos, devido aos agregados graúdos componentes. Por conta disso, é comum a utilização da

redução de amostras para microtomografia com materiais como pastas de cimento, argamassas e microconcreto (LANDIS, NAGY e KEANE, 1997).

Bernardes *et al.* (2017) realizaram estudos de propriedades mecânicas e porosidade com picnometria de mercúrio e Hélio, e Micro -CT, com corpos de prova no formato 50 mm x100 mm, muito utilizados para ensaios em argamassas e pastas, e um corpo de prova de tamanho reduzido, 20 mm x40 mm. A Figura 2-7 demonstra a comparação entre os corpos de prova utilizados na pesquisa.

Figura 2-7. Moldes para corpos de prova nos tamanhos de 20x40 mm e 50x100 mm.



Fonte: Bernardes *et al.* (2017).

Os autores concluem que a adoção de corpos de prova de dimensões de 20x40 mm é viável, mostrando que estudos sobre a estrutura de poros do compósito cimentício podem ser realizados em uma estrutura inteira e intacta. Este procedimento permite uma melhor avaliação da amostra, já que elimina principalmente os danos causados na amostra pelo processo de preparação realizado em outros ensaios microestruturais.

2.3 MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES

Os materiais cimentícios suplementares são materiais finos utilizados em geral para substituir parte do cimento em uma mistura de concreto, com o objetivo de tornar a mistura final mais sustentável. Os materiais cimentícios suplementares reagem quimicamente com parte do cimento hidratado, formando uma pasta de cimento com microestrutura modificada. A prática de utilizar MCS's nos materiais cimentícios vem aumentando, sendo o percentual total de clínquer no cimento, diminuindo

para 85% no ano de 2003, e 77% no ano de 2010. Com a atualização da norma ABNT NBR 16697 (2018), O cimento CP I pode ter de 95 a 100% de clínquer + sulfato de cálcio, enquanto o CP III pode apresentar 25 a 65% de clínquer e gipsita.

A reação pozolânica, é o efeito produzido pelos materiais cimentícios suplementares quando são expostas à presença de água, onde reagem quimicamente com um dos produtos de hidratação do cimento, denominado hidróxido de cálcio (CH), formando novos produtos cimentícios morfologicamente diferenciados. As Pozzolanas podem ter sua origem natural, ou podem também ser produtos decorrentes da fabricação de outros produtos industriais.

2.3.1 Metacaulim

O Metacaulim é um material cimentício suplementar único, por não ser oriundo de nenhuma indústria, e também por não ser totalmente natural. Este material é derivado de um processo natural, e é manufaturada com a finalidade de uso para aplicações na indústria cimentícia. É produzido com alto controle, de modo a remover impurezas (BROOKS; JOHARI, 2001). Este produto é tratado a altíssimas temperaturas, além de ser advindo da caulinita, um dos mais abundantes minerais naturais.

A palavra caulinita vem de Kao-Ling, cidade chinesa onde foi realizada, pela primeira vez, a extração de caulim para a Europa. No Brasil, ocorreu a primeira utilização de metacaulim na história da construção civil, na usina hidrelétrica de Jupiá, no Mato Grosso do Sul, em 1962. Este produto é comercializado mais livremente desde meados dos anos 90, e sua composição baseia-se em: 50 a 55% de SiO_2 e 40 a 45% de Al_2O_3 , além de alguns outros óxidos como o Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO e MgO (POON *et al.*, 2001). Entretanto, segundo MOULIN (2001), a Caulinita é o termo mineralógico para dissilicato de alumínio hidratado, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, sendo este o constituinte primário do caulim (40-70%)

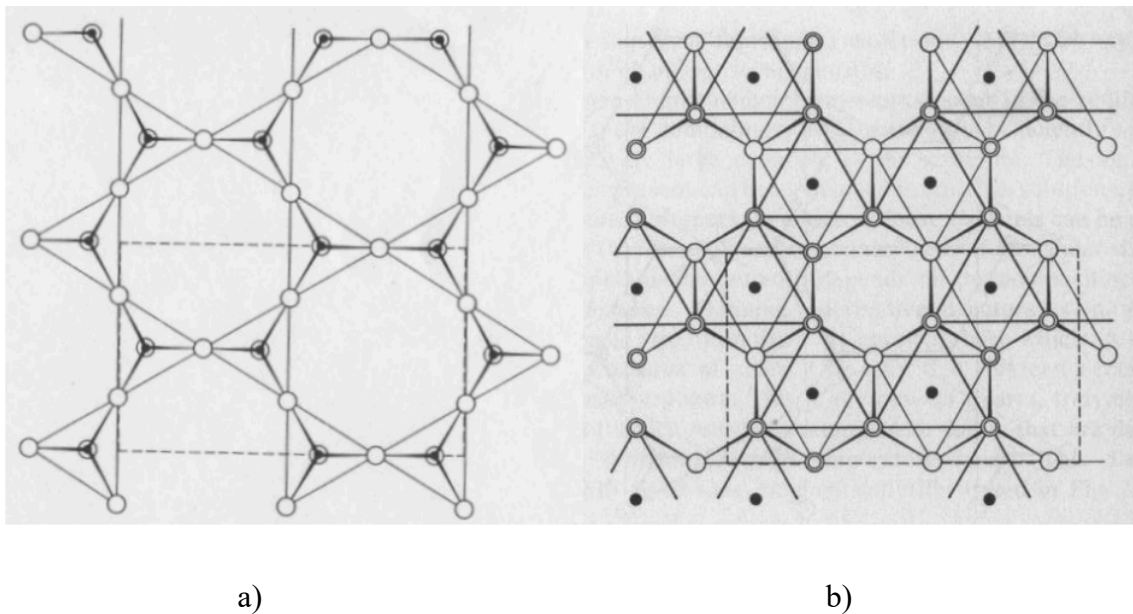
O tamanho da partícula de metacaulim é geralmente menor do que os grãos de cimento. O tamanho de seus grãos são de mesma ordem de grandeza dos grãos de sílica ativa. É importante ressaltar que, por seu processo de produção ser altamente controlado, o pó de metacaulim é altamente uniforme. Sua coloração esbranquiçada inclusive, o torna um material muito interessante para aplicação em concretos brancos (DING e Li, 2020).

O caulim é um filossilicato, que apresenta camadas alternadas de sílica e alumina em coordenação tetraédrica e octaédrica, respectivamente, conforme apresentado nas Figuras 2-8 e 2-9. Esta estrutura

de camada cristalina eletricamente neutra, que é uma característica comum de minerais de argila, proporciona uma partícula altamente refinada e de morfologia discal (KINGERY, 1976).

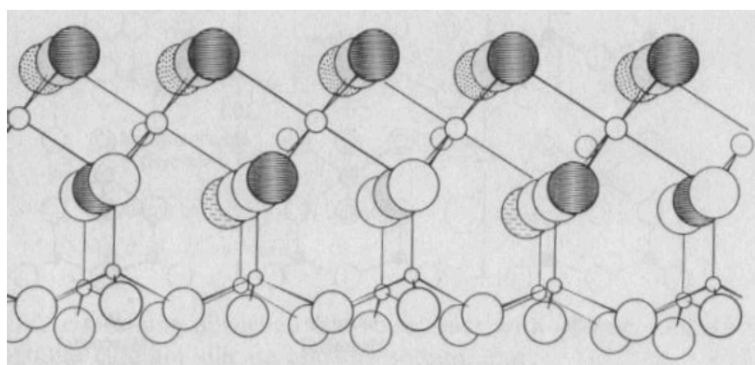
O metacaulim é um material altamente fino, que pode se localizar entre os grãos de cimento, trazendo algumas vantagens para a mistura, como um melhor empacotamento, redução de exsudação, menores dimensões de poros capilares, e redução da necessidade de água na mistura, devido ao seu formato mais arredondado, o que permite que as partículas “deslizem” entre si.

Figura 2-8 Arranjos atômicos de: a) Si_2O_5 e b) $\text{AlO}(\text{OH})_2$. Camadas: • Si (a) e Al (b); ○ Oxigênio; ■ Hidroxila.



Fonte: Brinkley (1958).

Figura 2-9. Caulinita e seus tetraedros Si-O na metade inferior e octaedros Al-O, OH na metade superior das camadas

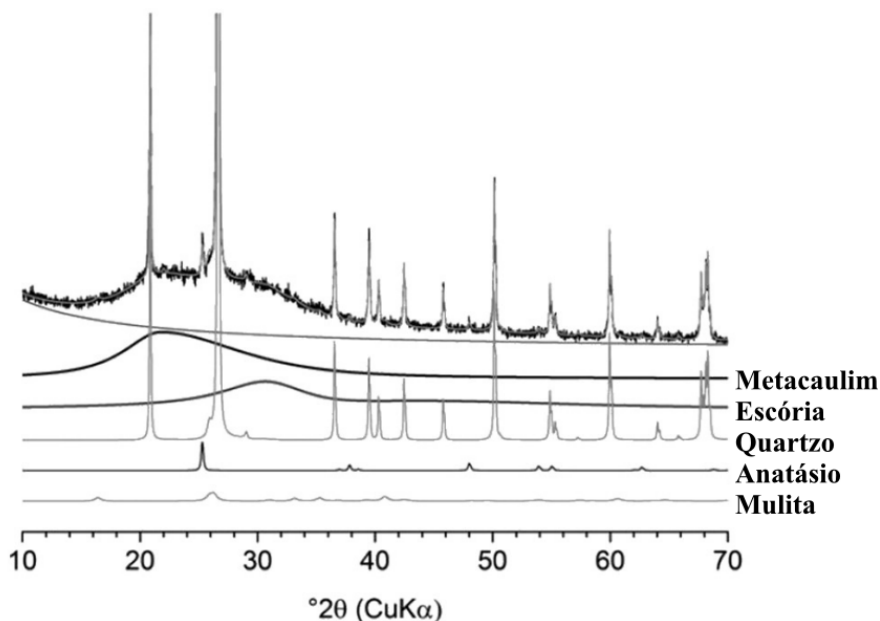


Fonte: Brinkley (1958)

A temperatura de calcinação da caulinita determina as propriedades do metacaulim gerado. Em condições de temperatura e pressão normal, a caulinita é relativamente estável, porém, quando é submetida a altas temperaturas, esta caulinita perde 14% de massa relativos à quebra de ligações nas hidroxilas. A calcinação desestabiliza a estrutura da caulinita, descontinuando as longas cadeias de sílica e alumínio, este efeito resulta na desidroxilação do metacaulim, que a partir deste momento, assume uma configuração energética altamente reativa. Devido a isso, o metacaulim é uma pozolana que apresenta alto grau de amorfismo. (BENSTED; BARNES, 2002).

A temperatura de calcinação é determinante para a reatividade do metacaulim e varia entre 650 a 900 °C. Autores como Rebecca e Kishore (2021) consideram que a temperatura ótima para a calcinação da caulinita está em torno de 700 °C, para que não reste grande quantidade de caulinita residual no processo, e a reatividade do material seja garantida. Valores acima de 850°C provocam a recristalização do material, que não é um efeito interessante para uso em concretos, segundo Bensted e Barnes (2002). Os ensaios de caracterização no metacaulim são importantes para verificação do grau de amorfismo atingido. Geralmente, o metacaulim é considerado praticamente amorfo em sua totalidade, como relatam Snellings, Salze e Scrivener (2014). A Figura 2-10. Apresenta os difratogramas típicos de uma amostra de metacaulim.

Figura 2-10. Difratograma de uma amostra de 50% de metacaulim, 25% de escória de alto forno e 24% de quartzo.



Fonte: Adaptado de Snellings, Salze e Scrivener (2014).

A otimização do empacotamento na mistura final proporcionada pelo uso do metacaulim pode melhorar também a adequação entre agregado/pasta, causando uma otimização da zona de transição, tornando-a mais densa. Este efeito proporciona mais resistência aos concretos. Além disso, partículas com elevada finura apresentam uma maior área superficial, elevando a reatividade do metacaulim (WILD; KHATIB; JONES, 1996).

2.3.1.1 Influência do metacaulim nas primeiras idades

Segundo Brooks, Johari e Mazloom (2000), a pega do concreto se caracteriza pela solidificação e enrijecimento de um concreto em estado fresco, onde observa-se que o fenômeno possui um tempo de início, e um de finalização, denominados *início de pega* e *fim de pega*. Diversos fatores podem influenciar nos tempos de pega dos concretos, incluindo o uso de superplastificantes e sua dosagem, tipo de cimento, finura dos materiais constituintes, composição, temperatura de cura, moldagem, relação água/ cimento, e principalmente os materiais cimentícios suplementares utilizados.

Os autores Brooks Johari e Mazloom (2000) avaliaram os efeitos de diversos materiais cimentícios suplementares como o metacaulim, a sílica ativa, a cinza volante e a escória de alto forno, nos tempos de pega dos concretos. Os autores concluíram que os materiais cimentícios suplementares, são potenciais retardadores do tempo de pega, enfatizando que os resultados são mais efetivos para a sílica ativa, cinza volante e escória. No caso do metacaulim, notou-se que, para concretos de alta resistência, ocorre retardo no tempo de pega quando se utiliza até 10% de substituição, mas que com teores mais elevados, há redução do efeito de retardo.

Os autores como Moulin *et al.* (2001) apresentam resultados a cerca da influência do metacaulim nos tempos de pega dos concretos. De acordo com esses autores, o metacaulim apresenta efeito acelerador de pega nas pastas de cimento, contrariando outros trabalhos como Brooks Johari e Mazloom (2000). Isso mostra que o assunto é controverso. Ainda segundo estes autores, em uma análise reológica, notou-se que a presença de metacaulim aumenta o valor da tensão inicial de escoamento das pastas, levando a um comportamento tixotrópico. Isso confirma que a mistura com MK resulta em uma maior demanda de água, resultado do efeito acelerador do metacaulim na hidratação das pastas de cimento Portland.

Lotenbach, Scrivener e Hooton (2011) observaram a atuação do metacaulim como fileres na cinética de hidratação do cimento. As partículas extremamente finas podem influenciar a hidratação durante o período de aceleração, agindo como pontos de nucleação para a precipitação de C-S-H. Também

foi observado que os MCS's podem estender o tempo para o início do período de dormência pela dissolução do conteúdo de cimento, promovendo adicional espaço para o crescimento de C-S-H.

É de conhecimento, que o uso de materiais cimentícios suplementares reduz a relação Cálcio/Sílica do C-S-H e aumenta o comprimento médio da cadeia de sílica (LOTHENBACH; SCRIVENER; HOOTON, 2011). O uso dos materiais baseados em alumina pode levar à formação de C-A-S-H, com a substituição de sílica por alumínio no C-S-H. Quando ocorre do teor de alumínio superar a quantidade máxima suportada pelas cadeias de C-S-H, o que geralmente ocorre com a utilização de grandes quantidades de materiais cimentícios suplementares utilizados, há o surgimento de fases como a stratlingita, precipitando no C-S-H.

Antoni *et al.* (2012) demonstraram que a combinação de filer calcário com o metacaulim e cimento Portland, resultam na formação de hemicarboaluminato e monocarboaluminato, o que também ocorre com a combinação de metacaulim com cinzas volantes e escórias. A presença de metacaulim também causa consequências importantes em termos de calor de hidratação de pastas. O MK utilizado como substituição do cimento Portland nas pastas é responsável pelo aumento do calor liberado pelas reações iniciais, devido ao seu efeito acelerador na reação de hidratação do cimento Portland, além da rápida reação do metacaulim com o hidróxido de cálcio.

2.3.1.2 Efeitos do Metacaulim na retração de concretos e argamassas

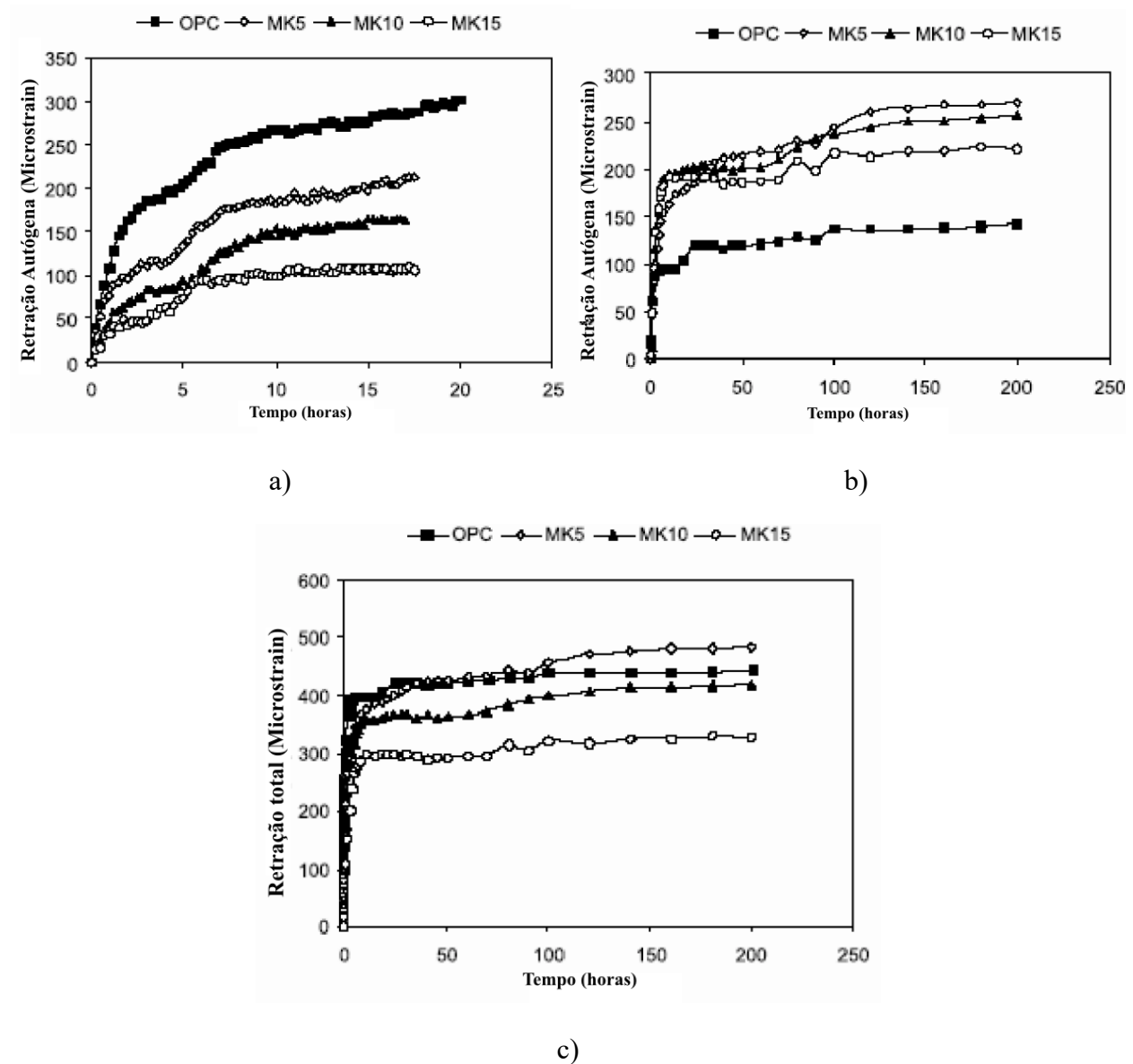
Os efeitos do metacaulim na retração de concretos e argamassas necessitam de um maior aprofundamento de estudos científicos. É esperado que o metacaulim aumente os efeitos de variação volumétrica nos materiais cimentícios. O metacaulim confere à mistura menor permeabilidade e ganhos de propriedades mecânicas, que geralmente estão atrelados a um refinamento da estrutura porosa, o que proporciona maiores encolhimentos nos materiais por conta do aumento da tensão nos poros com o esgotamento de água.

De acordo com Brooks *et al.* (2001), a substituição de cimento por metacaulim em materiais cimentícios é capaz de mitigar a retração de origem autógena nas primeiras idades. Estes autores realizaram experimentos nas primeiras 24h horas em concretos contendo metacaulim e em traços de controle, e concluíram que os concretos com 15% de MK apresentaram 65% menos retração autógena que as demais misturas. Estes resultados podem ser visualizados na Figura 2-11 a).

Uma segunda etapa do experimento de Brooks *et al.* (2001) consistiu em avaliar os efeitos do metacaulim na retração após o período de 24h. Nesta etapa, os concretos foram selados e revestidos de papel alumínio à prova d'água para que não ocorresse perda de massa de água, e o efeito se caracterizasse puramente como autógeno. Após 24h, as amostras com maiores teores de metacaulim apresentaram maior retração que as demais, fato que continuou ocorrendo por um período de duas semanas, no qual ocorreram medidas de retração autógena sucessivas. Apesar disso, após cinco semanas de ensaio, verificou-se que misturas com menores teores de metacaulim retraíram mais do que as outras, trazendo à tona o fato de que o metacaulim, após 24h até cerca de duas semanas, promove maior retração ao concreto, e de duas semanas a cinco, promove mitigação do encolhimento autógeno.

Após 200 dias de medição nos estudos de Brooks *et al.* (2001), a retração autógena aumentou 91%, 80% e 56% para concretos com 5%, 10% e 15% respectivamente, comprovando que em idades mais avançadas, a presença de metacaulim em substituição ao cimento Portland mitiga a retração autógena, já que houve relação linear do aumento de teores e valores de retração, Figura 2-11 b). Relativo à retração total medida (retração autógena e retração por secagem), como demonstrado na Figura 2-11 c), os concretos tendem a apresentar menor encolhimento para os teores de 10 e 15% de substituição de metacaulim ao longo do tempo.

Figura 2-11. Efeitos do MK na retração autógena em idades iniciais (a), retração autógena em idades avançadas (b), e na retração total em idades iniciais.

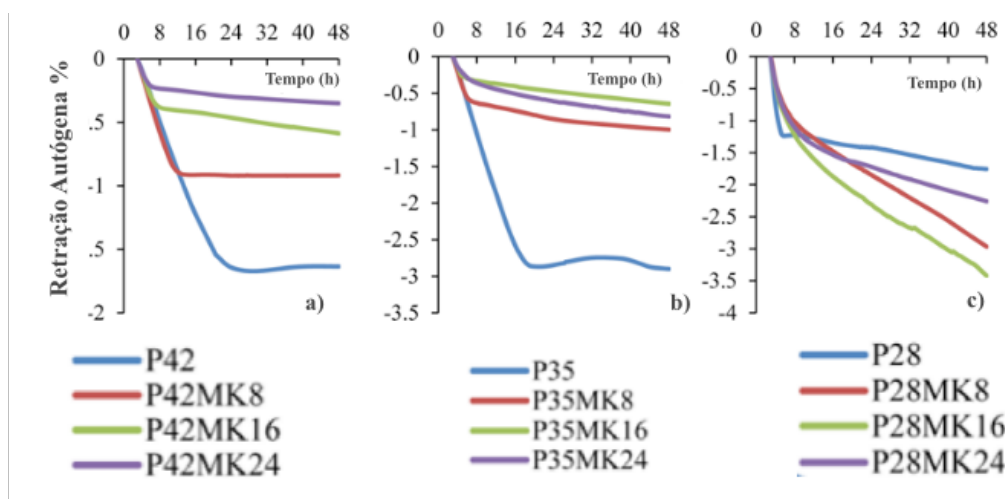


Fonte: Adaptado de Brooks (2001).

Segundo Wild *et al.* (1998), existe tendência de que a retração autógena de concretos contendo metacaulim seja maior, quando as faixas de substituição variam entre 10 e 15%. Isto indica um padrão de teor ótimo, em que ocorre maior refinamento poroso, bem como maior consumo de água para formação de produtos de hidratação e, portanto, maior hidratação na mistura. Com teores acima destes valores, a retração autógena será menor. A explicação para este efeito deve-se à formação de C_2ASH_8 e redução dos teores de C_4AH_{13} , de grande densidade e pequena densidade, respectivamente. Este efeito compensa o efeito de encolhimento, produzindo um volume total interno maior, e isto reduz a retração autógena. Resultados similares foram reportados por Kinuthia *et al.* (2000).

Ackay e Tasdemir (2019) realizaram estudos sobre os efeitos da substituição de cimento Portland em materiais cimentícios por metacaulim na retração autógena destes materiais. As amostras tiveram substituição de cimento Portland por metacaulim nas proporções de 8%, 16% e 24%, e a relação água cimento foi variada em 0,28, 0,35 e 0,42. Um dos principais resultados desta pesquisa foi de que o uso de metacaulim tem efeitos variados nas diferenças volumétricas de materiais cimentícios, dependendo das relações água/cimento escolhidas. Nas primeiras idades, houve um significativo decréscimo da variação volumétrica autógena com a presença de metacaulim, conforme a Figura 2-12, para as relações a/c de 0,42 e 0,35. Para a relação de 0,28 a/c, houve o efeito contrário: a substituição de cimento Portland por metacaulim causou maior retração autógena que o traço de referência.

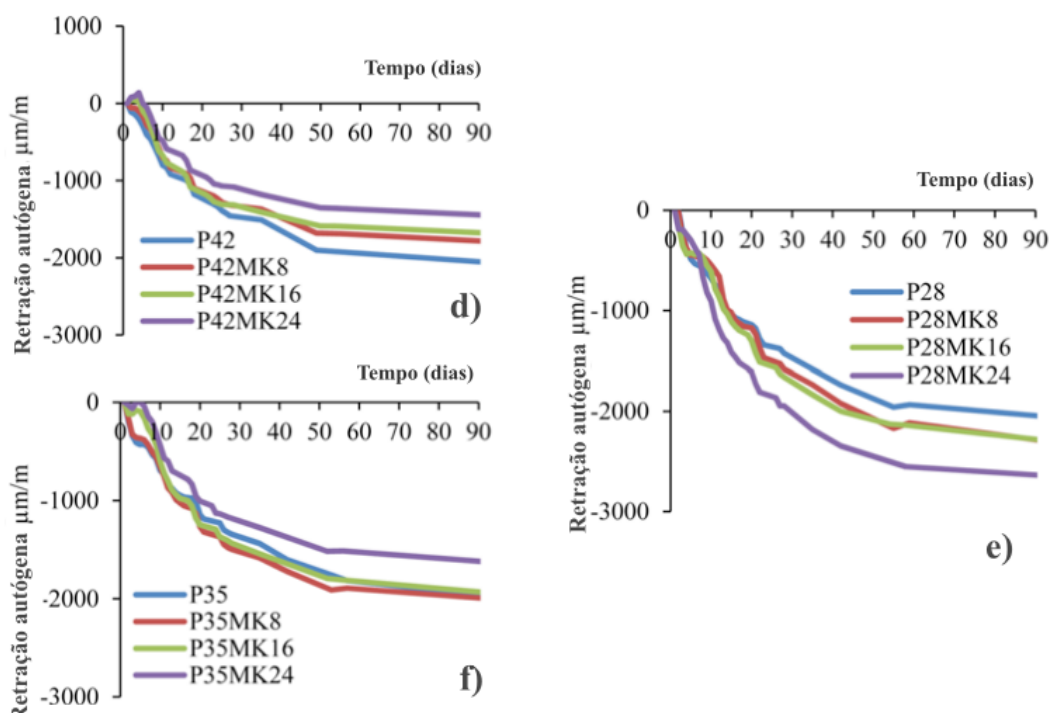
Figura 2-12. Variação volumétrica autógena nas primeiras idades. Na figura: a) a/c 0,42; b) a/c 0,35; c) a/c 0,28.



Fonte: Adaptado de Ackay e Tasdemir (2019).

Ainda segundo Ackay e Tasdemir (2019), para idades mais avançadas, o MK causa redução da retração autógena em misturas com maiores relações a/c (0,42) e aumento da retração autógena nas demais misturas (0,28 e 0,35 a/c). Estes resultados podem ser visualizados na Figura 2-13.

Figura 2-13. Variação volumétrica autógena nas idades avançadas. Na figura: d) a/c 0,42; e) a/c 0,35; f) a/c 0,28.



Fonte: Adaptado de Ackay e Tasdemir (2019).

Gleize, Cyr e Escadeillas (2007) avaliaram os efeitos da substituição de cimento Portland nos teores de 5%, 10%, 15% e 20%) por metacaulim, na retração autógena de pastas com relação água/cimento de 0,3 e 0,5. Um dos resultados destes autores, através de análise térmica diferencial (DTG), foi a formação de C-A-S-H advindo das reações pozolânicas do metacaulim, já discutido em trabalhos anteriores. Os resultados mostraram que a retração autógena em longas idades para qualquer relação a/c utilizada, diminuiu proporcionalmente ao percentual de substituição por metacaulim, devido ao fato de que em idades mais avançadas, a reação pozolânica se torna predominante nas amostras. Não foi observada expansão inicial nas primeiras idades. Nas primeiras idades, foi demonstrado aumento na retração autógena nos traços contendo metacaulim, devido ao efeito de nucleação heterogênea relatada pelos autores. Este efeito nada mais é do que um processo físico que ativa quimicamente a hidratação do cimento, através da criação de pontos de nucleação e crescimento para os hidratos de cimento.

2.4 VARIAÇÕES DIMENSIONAIS EM MATERIAIS CIMENTÍCIOS

Existem diversos termos a serem discutidos para que sejam compreendidas as formas e mecanismos da variação volumétrica nos materiais cimentícios. O termo *tempo zero*, refere-se ao instante em que

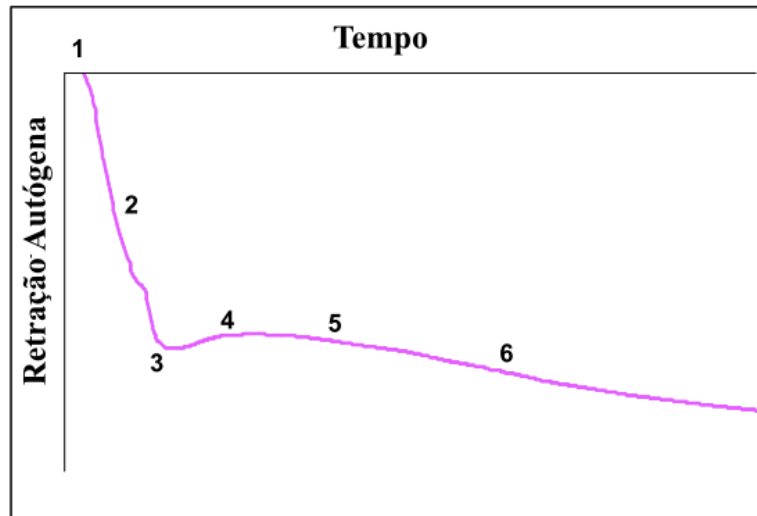
ocorrem as mudanças de estado de um corpo fluido que se torna rígido. Este tema é complexo, onde diferentes termos são utilizados para um mesmo fenômeno, por isso, a classificação de Silva (2007) será utilizada.

A precisão na medição do *tempo zero* é de fundamental importância para a análise de transferência de tensões em um material cimentício com comportamento de sólido. A não exatidão desta medição pode gerar resultados subestimados na medição de retração, segundo Aitcin (1998). Contudo, de acordo com pesquisas realizadas no Laboratório Nacional de Engenharia Civil de Lisboa (LNEC) em 2011, existe um padrão observado nas curvas de retração, onde é possível que se determine o tempo zero em materiais cimentícios, sem que seja necessário um experimento para esta determinação.

Na fase fluida, a variação volumétrica real e aparente em um material são praticamente iguais. Isto ocorre, pois, a deformação nesta etapa é virtualmente livre de efeitos restritivos de movimento. Quando a pasta se comporta como sólido, a medição de variação volumétrica pode ser simplesmente executada com técnicas de medição lineares. Na Figura 2-14, é evidenciada uma curva típica de fenômeno autógeno. Diferentes instantes são observados no gráfico tempo x variação volumétrica.

O período 1 é o momento entre a mistura de materiais e as primeiras medições de deformação. Este período pode conter falta de medições iniciais, principalmente pelas limitações das técnicas de medição de retração autógena. O período 2 é marcado por uma redução volumétrica extremamente acentuada, na qual a pasta ainda apresenta características fluidas, sendo as variações volumétricas consideradas contrações de *Le Chatelier*. No período 3, ocorre redução e praticamente equilíbrio entre retração e expansão, onde a curva do gráfico tende a se estabilizar, atingindo o valor de 0 de variação. A leitura subsequente, em 4, é caracterizada pela expansão, que não é sempre presente nas amostras, e pode ocorrer avanço do gráfico diretamente às fases 5 e 6, onde o fenômeno é de retração novamente (BETTENCOURT; GOLÇALVES, 2010).

Figura 2-14. Representação gráfica de uma pasta de cimento em estágio de deformação volumétrica, medida por um equipamento de medição linear, em aproximadamente 2 dias após a adição de água à mistura.



Fonte: Bettencourt e Gonçalves (2010).

Quando se realiza a determinação da retração autógena em concretos por métodos tradicionais, com leituras realizadas pós 24h da concretagem, os estágios 1, 2 e 3 são virtualmente omitidos. Neste caso, a primeira medida se localizará geralmente após o estágio 3, prejudicado o comportamento inicial da mistura, mas ainda sendo possível a medição da retração após o período de contração de *Le Chatelier*.

A deformação correspondente ao estágio 2 é grande devido à magnitude da diminuição do volume de água e material anidro para produtos de hidratação e pela ausência de obstrução à deformação no início do processo. A formação de um esqueleto sólido que se opõe à deformação da amostra, esta associada ao estágio 3, definido também como o ponto em que ocorre o patamar de percolação no concreto/ argamassa. Estando em estado saturado e sem troca de matéria com o entorno, parte da retração química subsequente que não resulta em alteração aparente do volume externo é responsável pela ocorrência de um volume interno preenchido com gás. Se a expansão não ocorrer, a contração subsequente pode ser explicada pela tensão capilar, e o aumento da inclinação, estágio 5, pode ser causado pelo refinamento dos poros. No entanto, o aumento da deformação do sólido devido ao aumento da tensão do líquido é contrabalançado pela rigidez recentemente desenvolvida.

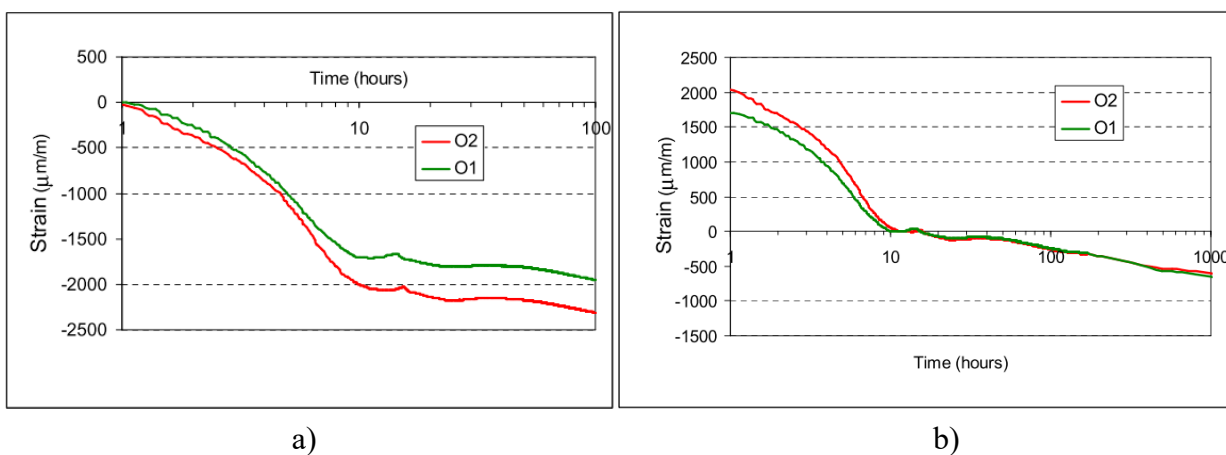
No estágio 4 a expansão pode ocorrer devido à formação e crescimento de cristais de Ca(OH)_2 de tamanho grande, agulhas AFt ou cristais AFm. A magnitude da retração química em uma determinada idade depende do grau de hidratação, da composição química do cimento e da disponibilidade de

água. Uma vez que a retração autógena é uma consequência da retração química, ela também depende dos mesmos parâmetros.

À medida que a hidratação progride, a rigidez elástica aumenta e o movimento viscoplástico diminui, devido ao aumento do volume sólido. A etapa 6 mostra uma diminuição da inclinação com o tempo, que é um comportamento típico quando o concreto é submetido à compressão em um ensaio de fluência, que é, nesse caso, assumido como uma resposta viscoelástica-plástica do material.

Para Bettencourt e Gonçalves (2010), é possível que se obtenham leituras de retração com determinados métodos a partir de 15 minutos da mistura inicial dos componentes da pasta. A determinação da retração autógena deve ser acompanhada da correta determinação do tempo de transição suspensão sódio para que a comparação de valores reais seja executada (AGOSTINHO, 2021). A Figura 2-15 a) torna possível visualizar um exemplo de medidas absolutas de retração nas 100 horas iniciais utilizando o método dos tubos corrugados para medição da retração. Para Bettencourt e Gonçalves (2010), a determinação do instante da transição de suspensão – sólido pode ser determinado pelo início do “platô”, assim chamado o ponto na curva de deformação associado à redução da taxa de deformação nos primeiros momentos, após a contração de *Le Chatelier*, e antes da expansão devido ao desenvolvimento de grandes cristais de etringita e hidróxido de cálcio. Na Figura 2-15 b), é possível observar a curva de retração autógena após a determinação do tempo zero através da observação do platô na curva, onde a deformação foi zerada e a partir disso se iniciaram as leituras de deformação volumétrica, decorridas 11,9 horas.

Figura 2-15. Deformação nas pastas O1 e O2. a) Deformação absoluta nas primeiras idades. b) Deformação após determinação do tempo zero.



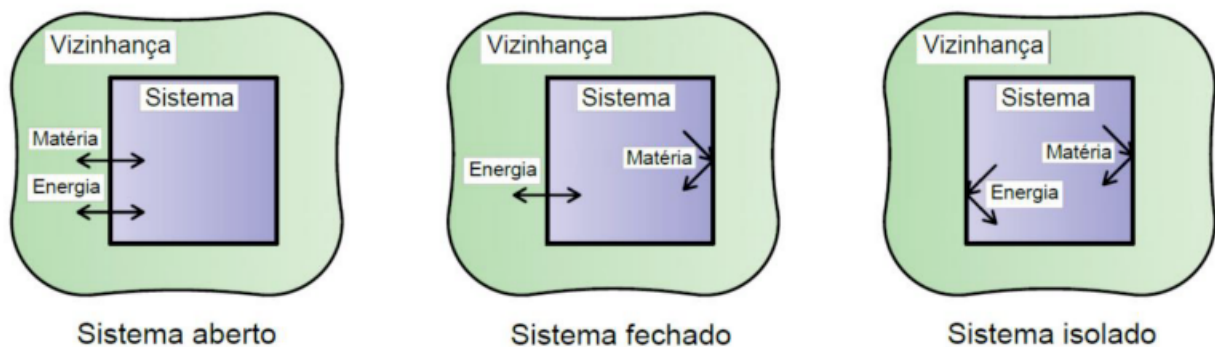
Fonte: Bettencourt e Gonçalves (2010).

2.4.1 Variações volumétricas

No processo de hidratação do cimento, existem diversos mecanismos de deformação, principalmente em termos de idades iniciais. Apesar de recentemente alguns autores discutirem as terminologias para a classificação destas variações, ainda não há consenso neste ponto. Diferentes fenômenos são tratados de diversas formas pela literatura. Com a finalidade de uniformizar o conteúdo, a definição adotada neste trabalho para os fenômenos de variação volumétrica seguirá o trabalho de Silva (2007).

Segundo os conceitos da termodinâmica, é possível que se determinem duas grandes classes: o sistema e sua vizinhança. Estas classes são separadas por uma fronteira, que é a superfície do próprio sistema. O sistema é a parte de interesse especial para análise, a vizinhança é a parte que interage com o sistema. As fronteiras determinam o tipo de sistema, classificados em: aberto, fechado e isolado. A Figura 2-16 descreve os três tipos de sistemas de acordo com o tipo de fronteira instalada.

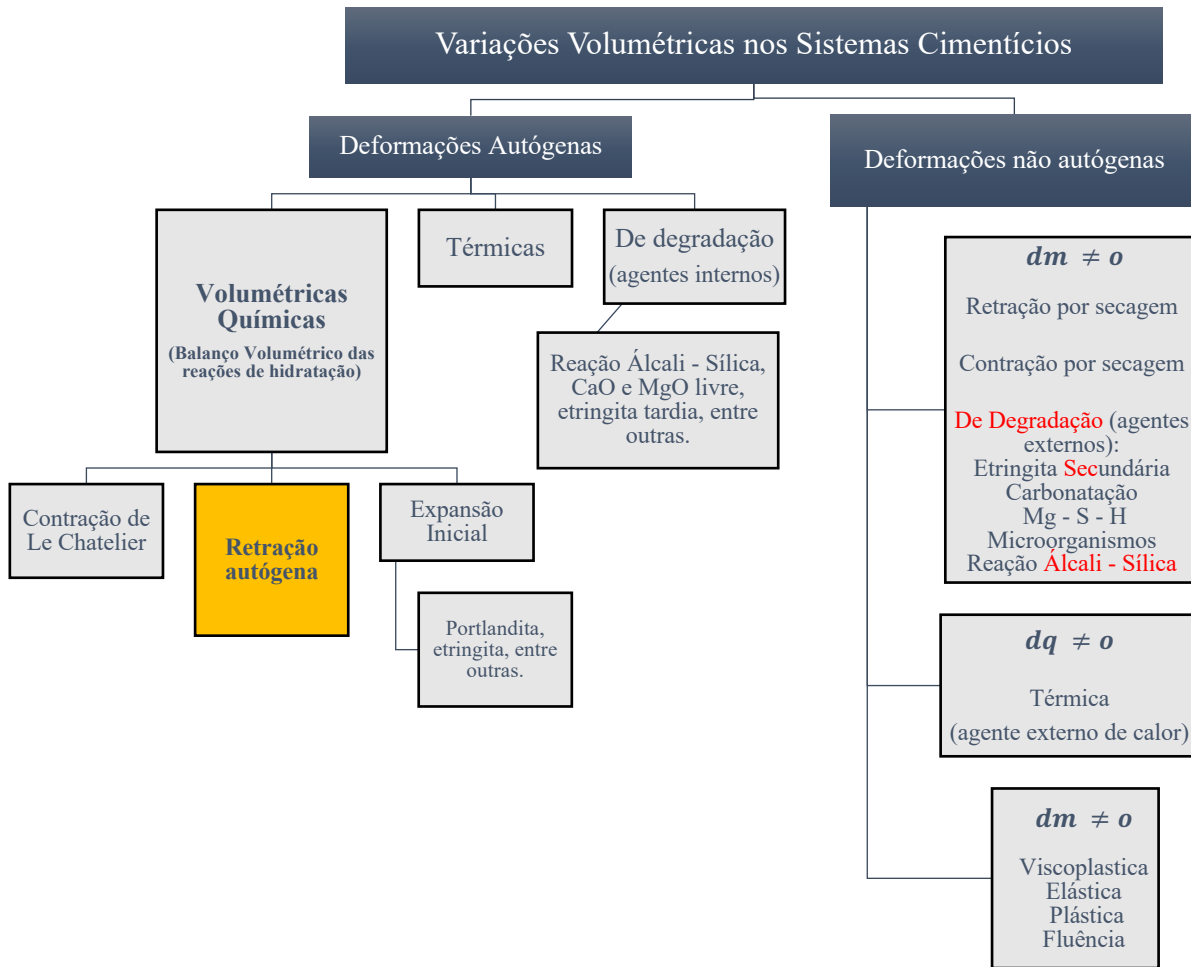
Figura 2-16. a) sistemas abertos; b) sistemas fechados e c) sistemas isolados, a partir dos princípios termodinâmicos.



Fonte: Silva (2007).

O sistema aberto, segundo Silva (2007), é quando energia e matéria são trocadas entre o sistema e sua vizinhança. Já o sistema fechado, é quando a energia é trocada, mas não se observa diferença de massa, ou seja, existe conservação. Por fim, o sistema isolado é quando massa e energia são conservadas, sem que haja troca entre sistema e vizinhança. Esta classificação é de suma importância ao passo que as deformações de origem autógena, apenas ocorrem em sistemas isolados, diferente das demais retrações, que podem ocorrer em sistemas abertos e fechados. Tendo em mão a classificação de sistemas, é possível então, a partir do trabalho de Silva (2007), a definição de um organograma com as principais nomenclaturas para as deformações volumétricas em materiais cimentícios, baseando-se na troca de energia e massa, conforme a Figura 2-17.

Figura 2-17. Organograma com a classificação para as deformações autógenas e não autógenas.

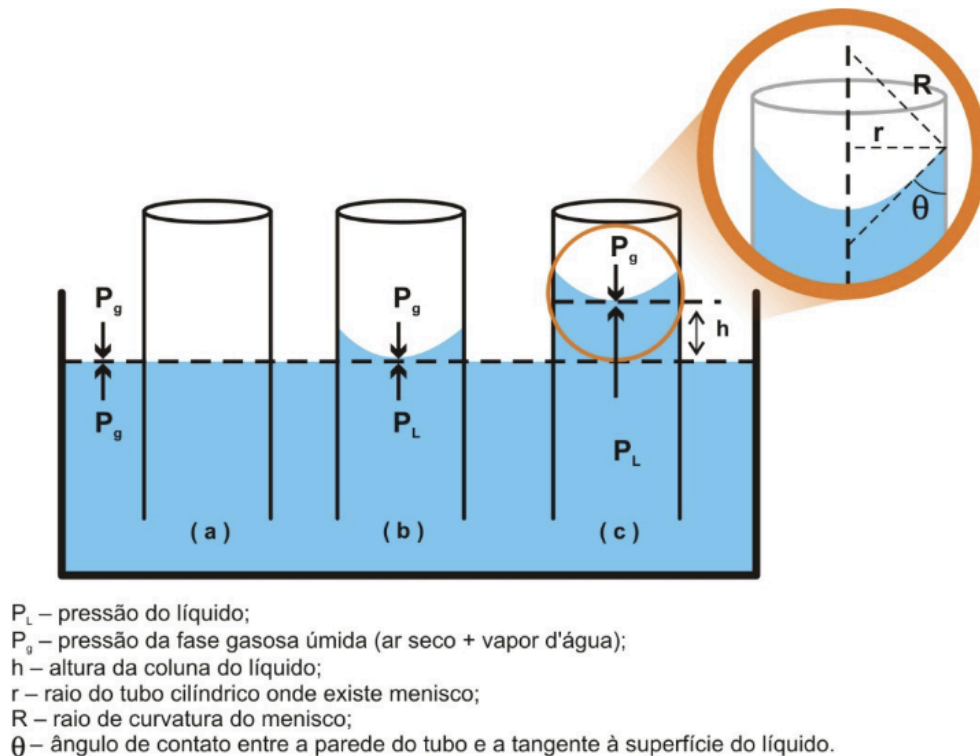


**dm* - diferença de massa/ *dq* - diferença de temperatura.

Fonte: Silva (2007).

A retração autógena pode ser melhor compreendida observando uma das teorias existentes para a explicação deste fenômeno, a variação da depressão capilar, que é a movimentação dos líquidos no interior dos tubos capilares. Como pode ser visto na Figura 2-18, no interior dos tubos, é formada uma interface líquido – gás, onde a fase líquida tende a diminuir sua superfície em contato com a fase gasosa para atingir o estado de menor energia. Este fenômeno gera uma superfície curva no líquido, denominada menisco (MORTIMER, 2008). Uma vez que se forma o menisco, o ângulo de contato é diferente de zero, e isto diminui a atração entre líquido e parede de todo capilar.

Figura 2-18. Surgimento do Menisco e movimentação do líquido no interior do tubo capilar.



Fonte: Rodrigues (2010)

Se a pressão do líquido (P_L) for maior que a pressão do gás (P_g), o líquido se movimenta na direção da pressão. Este gradiente de pressões formado é chamado de pressão ou depressão capilar, sendo ele dependente da tensão superficial líquido – gás, do raio de curvatura do menisco formado e do ângulo de contato da parede do tubo com o líquido. Esta depressão é globalmente equilibrada por uma retração no sólido.

2.5 ESTRATÉGIAS MITIGADORAS DA RETRAÇÃO AUTÓGENA

Extensivas pesquisas têm tentado, nos últimos anos, definir estratégias para mitigar a retração autógena em materiais cimentícios, tais como o uso de materiais cimentícios suplementares, aditivos químicos, aumento de volume de agregados, incorporação de fibras e cura interna. Kawashuma *et al.* (2011) determinaram que a adição de 2% de fibras de celulose poderia reduzir a retração autógena até 7 dias em cerca de 32%. Os autores Meddah *et al.* (2011) introduziram uma combinação de aditivo redutor de retração com agente expansivo para mitigar a retração autógena em concretos com relação a/c de 0,15, e concluíram que a retração pôde ser mitigada em até 50%. A Tabela 2-3 ilustra os

principais métodos para mitigação de retração autógena para concretos de alta e ultra alta resistência, com relações a/c extremamente baixas, segundo Yang, Shi e Wu (2019).

Tabela 2-3. Técnicas de mitigação de retração autógena para materiais cimentícios com baixa a/c.

Nº	Mecanismo	Técnica de mitigação
1	Controle de Hidratação	Substituição de cimento e/ou Sílica ativa por outras MCS ou materiais inertes. Uso de superplastificantes e modificadores de viscosidade. Regulação da temperatura de cura.
2	Adição de restrição interna	Uso de agregados ou fibras.
3	Redução da tensão superficial na solução porosa	Uso de agentes redutores de retração.
4	Formação de produtos expansivos	Uso de agentes expansivos e materiais com potencial expansivo, como o MgO e CaO.
5	Realimentação de água na estrutura porosa através da cura interna	Uso de Polímeros Superabsorventes/ Agregados porosos.

Fonte: Adaptado de Yang, Shi e Wu (2019).

As técnicas de mitigação de retração autógena vêm sendo estudadas por diversos pesquisadores ao redor do mundo. Entre elas, destaca-se o uso dos polímeros superabsorventes, os quais apresentam ação promissora comprovada ao longo de diversos comitês e trabalhos nacionais e internacionais. Esta é a estratégia escolhida para uso nesta pesquisa, e será abordada no programa experimental.

2.5.1 Polímeros superabsorventes

Para mitigar a retração autógena, a cura interna atualmente é um dos métodos mais recomendados pelos comitês internacionais e pesquisadores ao redor do mundo. Esta técnica é realizada para que se mantenha a umidade relativa interna conservada, promovendo uma hidratação eficiente e evitando retração e fissuração devido a variações volumétricas ligadas à saída de água da matriz cimentícia. Neste caso, os polímeros superabsorventes (SAP) são opções eficazes para um alto desempenho no processo de cura interna devido sua alta absorção e elevada taxa de liberação (IGARASHI; WATANABE, 2006; LURA *et al.*, 2003). Estes materiais vêm se consolidando cada vez mais na indústria da construção civil, apesar de ainda não serem comercializados no Brasil ainda.

Em relação às suas classificações, os polímeros superabsorventes podem ser divididos em quatro grandes grupos, com base na presença ou ausência de carga elétrica situada nas cadeias reticuladas: a) não iônico, b) iônico, c) eletrólito anfotérico e d) zwitteriônico (ZOHURIAAN – MEHR e KABIRI, 2008 *apud* AGOSTINHO, 2021).

Os polímeros superabsorventes são polieletrólitos reticulados que ao entrar em contato com a água, formam hidrogel. A composição específica do SAP usado na construção civil é de poliacrilatos interligados por ligações covalentes cruzadas ou poliacrilatos/ acrilamidas copolimerizados (JENSEN, HANSEN, 2001). Em ambientes compostos apenas por água, a absorção deste polímero pode chegar a 100.000 vezes seu peso próprio, conforme a Figura 2-19, que demonstra a absorção deste tipo de polímero em comparação ao seu estado seco, e também as dimensões de seu inchamento.

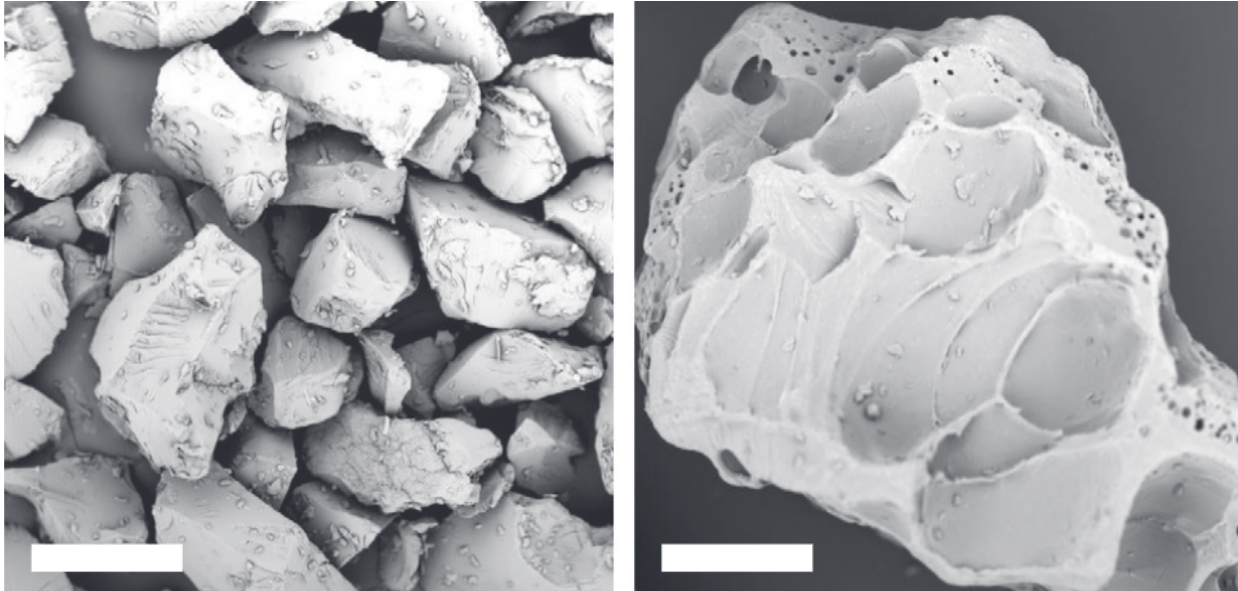
Figura 2-19. Capacidade de absorção de um SAP: a) estado seco, b) estado saturado.



Fonte: Secrieru (2012).

Existem diversos tipos de polímero superabsorvente observados na literatura vigente. Na Figura 2-20 são mostradas imagens de microscópio eletrônico de varredura com dois polímeros superabsorventes diferentes, e a variabilidade de tamanhos de acordo com sua composição, de acordo com Snoeck, Jensen e Belie (2015).

Figura 2-20. Imagens de microscópio eletrônico de varredura de polímeros superabsorventes. a) Copolímero de acrilamida e sodiumacrilato, partículas em torno de 100 μm . b) Poliacrilato reticulado de sal de potássio, partículas em torno de 476,6 μm . (Dimensão da *scale bar* nas figuras: 100 μm).



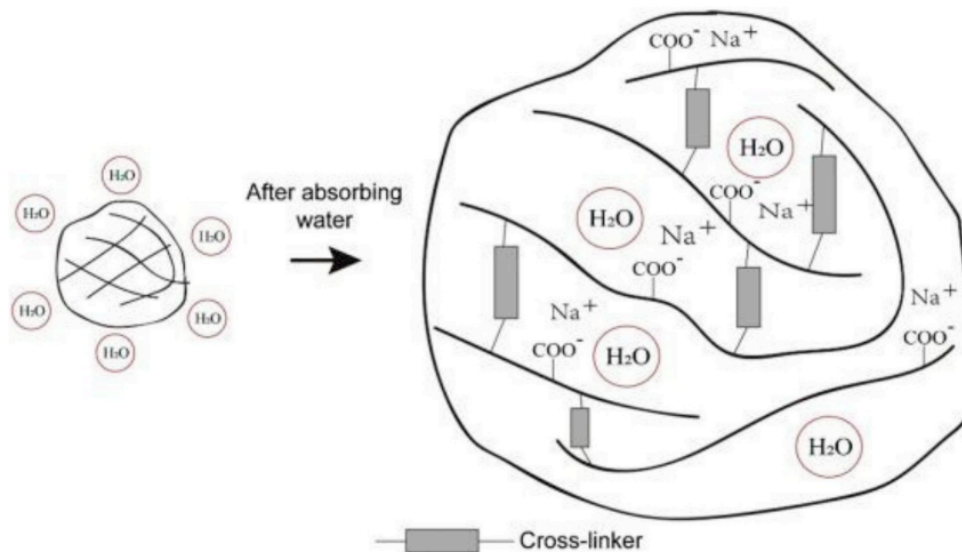
Fonte: Snoeck, Jensen e Belie (2015).

Acerca do tamanho de partícula, dependendo da forma de produção, o polímero superabsorvente pode assumir diversas dimensões, variando de 100 a 1000 μm . Os tamanhos do polímero em estados saturados dependem do meio em que o polímero está inserido. Caso o meio seja cimentício, a absorção do polímero pode apresentar diminuição em comparação à sua absorção em meios puramente aquosos.

2.5.2 Mecanismo de atuação

As partículas de polímero superabsorvente podem absorver uma grande quantidade de água em sua estrutura, e pode facilmente devolvê-la à matriz cimentícia, fazendo frente a uma possível queda na umidade relativa interna. Na Figura 2-21 é apresentado o processo de absorção de água dentro do Polímero SAP. A eficiência deste polímero na cura interna está intimamente ligada a algumas propriedades do polímero. As propriedades mais determinantes para sua eficácia são: o tamanho da partícula, a estrutura química, e a dosagem que foi aplicada (WANG *et al.*, 2009).

Figura 2-21. Interações entre o polímero superabsorvente e a água.



Fonte: Liu *et al.* (2019).

De acordo com Kiatkamjornwong (2007), o transporte de água do SAP é regido pelos seguintes mecanismos: pressão osmótica, interação eletrostática, entropia, ação capilar e interação de coulomb. Os mecanismos de transporte variam conforme a natureza química do SAP em questão. Ao se introduzir um SAP com ligação cruzada em meio aquoso, ocorre dissociação de íons a densidade de carga é aumentada ao longo das cadeias. Estas cadeias geram repulsões eletrostáticas que acabam expandindo o gel e incham do polímero, ocasionando o surgimento de pressão osmótica elevada.

A eficiência do SAP em mitigar a retração autógena também depende da temperatura de cura do concreto ou argamassa em questão. A retração pode ser diminuída em 71% na temperatura de 10° C, 24% a 20°C e 28% a 40°C quando se utiliza o polímero (SOLIMAN e NEHDI, 2011).

Um efeito importante de ser analisado quando se trata de polímeros superabsorventes com tamanhos muito finos, inferiores a 100 µm, é chamado de bloqueio de gel (*Gel blocking*) (FRIEDRICH, 2012). Devido a esta propriedade, se o SAP for exposto à água em seu estado puro, a absorção ocorre somente na superfície do material, que incha levemente, mas permanece em estado de aglomeração. É interessante, portanto, que as partículas sejam distribuídas antes do inchamento, misturando-as ao cimento antes da mistura. De acordo com Assman (2013), as partículas de SAP aglomeram devido à absorção na sua superfície. Agostinho (2021) relata que 30 segundos de pré – mistura com cimento é suficiente para que o bloqueio de gel seja impedido nos SAP.

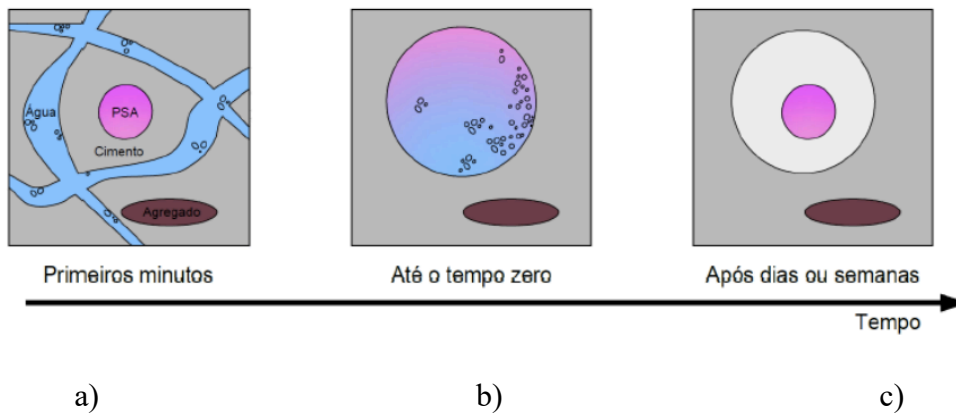
A utilização dos polímeros superabsorventes em materiais cimentícios é feita de duas formas. Na primeira, o SAP é introduzido pré-saturado na mistura e, segundo Friedrich (2012), os polímeros podem sofrer assim um efeito denominado *gel bloking*, como mencionado no parágrafo anterior. Na segunda maneira, o SAP é adicionado ainda seco, e assim é misturado com a água junto aos demais materiais constituintes da mistura. Este método busca maior dispersão das partículas e foi sugerido pelo comitê TC 225-SAP (RILEM, 2012).

Para um polímero superabsorvente, a absorção definitivamente é uma das características mais importantes para as propriedades finais do polímero. Esta capacidade de absorção será dependente da natureza iônica do fluido, tamanho de partículas de SAP, e dos grupos hidrofílicos presentes na água, e é definida como a relação da massa no meio absorvido até que o equilíbrio seja atingido e a massa do polímero no estado seco.

Segundo Lura *et al.* (2012), quando se colocam partículas de polímero superabsorvente secas em misturas de concreto, inicia-se o processo de absorção e, ao incharem, promovem o surgimento de cavidades cheias de água no concreto. Esta água absorvida posteriormente é consumida pelo concreto no processo de hidratação. A velocidade de dessorção depende do avançar da hidratação, onde a água armazenada é liberada paulatinamente para os concretos (MONNIG, 2009).

Ao sofrer o processo de dessorção, o SAP deixa um vazio na mistura no estado endurecido, já que a água que antes preenchia aquele espaço foi consumida para se transformar em produtos de hidratação, conforme exemplificado na Figura 2-22. Estes vazios são o principal ponto de discussão acerca dos efeitos negativos que o uso do SAP pode trazer para concretos.

Figura 2-22. Evolução da hidratação em um material cimentício contendo SAP. (a) De 0 a 5 minutos: dispersão homogênea de partículas de cimento, SAP, água e agregado; (b) de 5 a 10 minutos: capacidade máxima de absorção do SAP; (c) após 7 dias: por dessorção, a água.



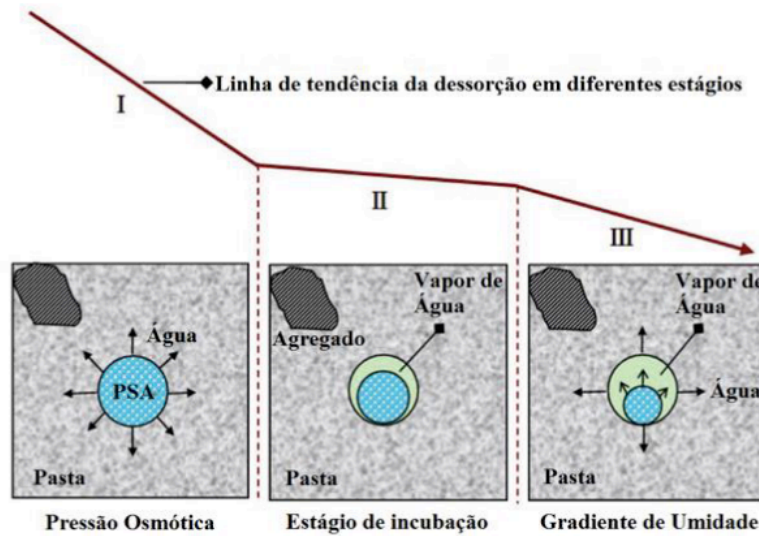
Fonte: Adaptado de Monnig (2009).

A distribuição de tamanhos de partículas do polímero superabsorvente, bem como suas propriedades de absorção, tem grande efeito sobre a estrutura porosa do concreto em que o polímero é aplicado. A durabilidade do material cimentício e a conectividade de seus poros é definida pelas propriedades do SAP. Concretos com baixa relação a/c tem seus poros capilares substituídos por vazios de polímeros saturados anteriormente (MONNIG, 2009).

A forma de funcionamento do polímero como agente de cura interna funciona de forma que, depois da formação do patamar de percolação, a água dentro do polímero tem livre acesso para os grãos de cimento se hidratarem. Em outras palavras, a água precisa estar disponível cinética e termodinamicamente para os grãos de cimento. Desta forma, a água presente na estrutura interna do SAP, após o processo de absorção está livre para circundar o cimento assim que houver diminuição da umidade relativa das redondezas.

Os autores Wang *et al.* (2015) realizaram ensaios avaliando a cinética de dessorção do SAP saturado no concreto, através de simulações sintéticas da concentração salina interna, alcalinidade e umidade relativa. Estes autores descreveram o mecanismo de dessorção do SAP em 3 etapas, apresentadas na Figura 2-23.

Figura 2-23. Modelo de dessorção de água do polímero superabsorvente para cura interna na pasta de cimento.



Fonte: Wang *et al.* (2015).

- Estágio I – O SAP está em estado inchado, em contato direto com a pasta de cimento, ainda no estado fresco. A pressão osmótica atua e a água dentro do polímero é liberada, em rápida velocidade. Este estágio tem duração de aproximadamente 12 horas.
- Estágio II – A umidade relativa interna do concreto ainda se situa em níveis elevados (maior que 90%). Como a umidade ainda é elevada, o gradiente ainda é fraco, e a dessorção do SAP se situa, portanto, em uma fase de menos força. A duração desta etapa está ligada à dosagem de SAP e às condições de umidade do ambiente. Se a dosagem ou a umidade forem baixas, a duração desta fase é curta.
- Estágio III – O concreto perde umidade relativa interna (URI) e o gradiente de umidade dentro da pasta começam a desempenhar um papel importante. Este gradiente acelera a dessorção do SAP, que teoricamente retardaria a redução de URI, porém, Agostinho (2021) ressalta que esta abordagem não está em concordância com a sensibilidade dos SAPs às mudanças de umidade relativa, já que estudos sugerem que 99% da massa de água adsorvida pelo polímero já foi liberada assim que a umidade relativa teve baixa para 95%.

Para Trtik *et al.* (2010), o polímero inicia seu processo de dessorção próximo ao tempo de início de pega. A maior parte da água dentro do SAP é liberada no primeiro dia do processo de hidratação. Após aproximadamente 20,5h, praticamente toda a água interna do SAP já foi devolvida ao sistema.

3 METODOLOGIA

Este programa experimental teve como principal local de execução de ensaios, o laboratório de controle tecnológico da empresa Controle, localizado em Brasília – DF, onde foram realizados os estudos de consistências em argamassas, ensaios no estado fresco, ensaios de resistência à compressão simples em cilindros 50x100mm, módulo de elasticidade e retração autógena. O ensaio de difração de raios - X (DRX) em pastas foi realizado no laboratório de raios - X do Instituto de Geologia da UnB. O ensaio de análise térmica (TG/ DTG) foi realizado em pastas na central analítica do Instituto de Química - UnB, campus Darcy Ribeiro. Foram realizados também, ensaios de calorimetria utilizando o equipamento TAM-AIR na Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). O ensaio de microtomografia de raios - X foi realizado pelo Laboratório Digital de Materiais da Universidade Federal Fluminense (UFF), no Rio de Janeiro. Os ensaios de caracterização química e física dos materiais foram realizados no Laboratório de Ensaio em Materiais (LEM) da UnB.

3.1 CLASSIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS DE PESQUISA

Na pesquisa científica, a delimitação de variáveis dependentes e independentes é de fundamental importância para o controle do experimento, e para a análise efetiva dos resultados. A manipulação de variáveis neste projeto de pesquisa foi feita com o objetivo de avaliar os efeitos do SAP nas propriedades no estado fresco, estado endurecido, microestrutura e retração autógena de microconcretos com substituição de cimento Portland por metacaulim.

As variáveis independentes são variáveis de controle do pesquisador, podendo ser manipuladas para atingir-se determinada análise de resultados. As variáveis dependentes são advindas das independentes, ou seja, são os valores e dados a serem descobertos, resultados de suma importância. Neste trabalho, as variáveis independentes foram o teor de SAP, a relação água/cimento, e o teor de superplastificante incorporado nos traços. O resumo das variáveis dependentes e independentes são apresentados na Tabela 3-1. O número total de corpos de prova para cada ensaio realizado neste trabalho pode ser visualizado na Tabela 3-2.

Tabela 3-1. Resumo das variáveis dependentes e independentes da pesquisa.

Variáveis Independentes			
Traços	Relação a/c (total)	Teor de SAP (%)	Teor de Superplastificante (%)
MKREF	0,35	-	1
MKSAP15		0,15	1,2
MKSAP30		0,3	1,6
Variáveis Dependentes			
Ensaio no estado Fresco	Espalhamento		
	Massa específica		
Ensaio no Estado Endurecido	Resistência à compressão		
	Módulo de Elasticidade		
	Retração autógena		
Microestrutura	Teor de CH		
	Teor de C-S-H nas primeiras idades		
	Porosidade		

Fonte: Autor (2021)

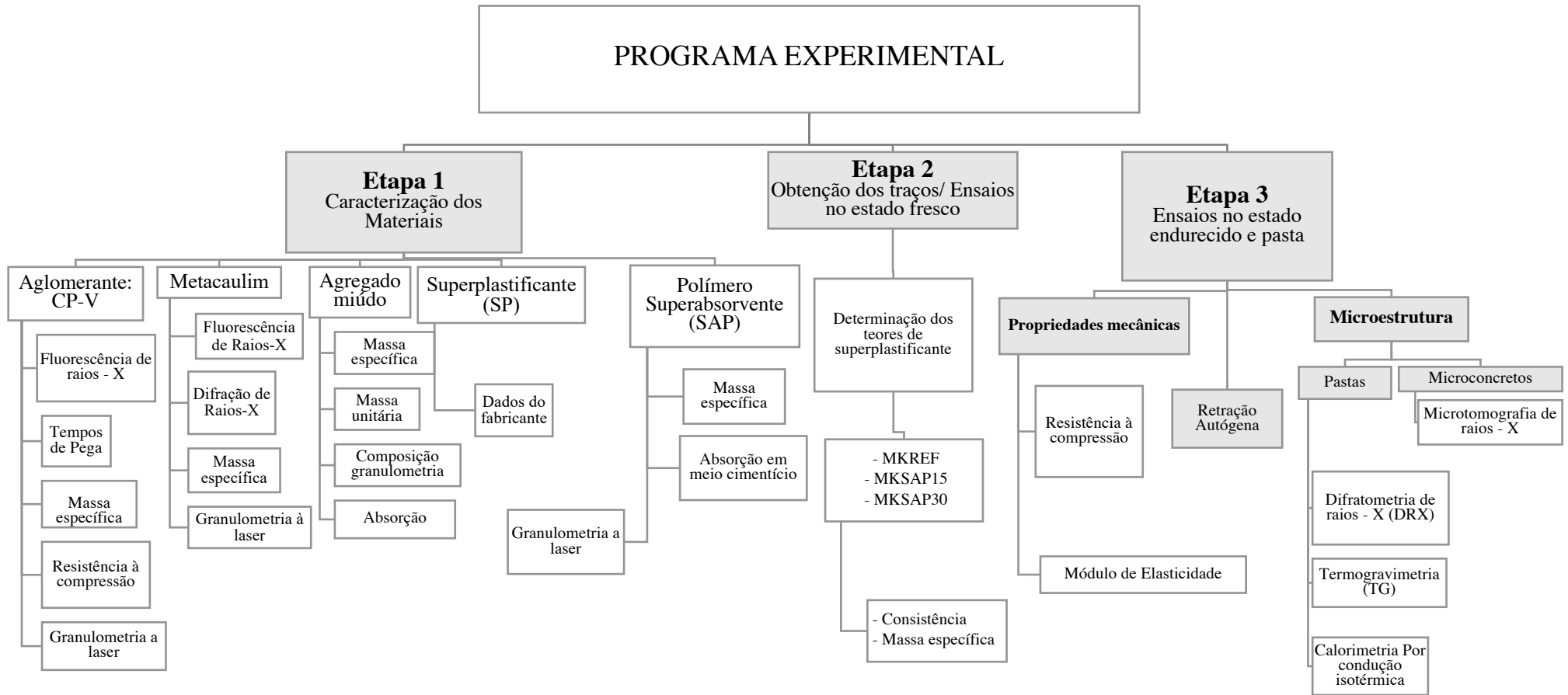
Tabela 3-2. Resumo do número de corpos de prova moldados para a pesquisa.

Ensaio	Amostras por idade	Idades de ensaio	Nº de traços	Dimensão dos corpos de prova (mm)	Corpos de prova
Resistência à compressão	3	3	3	50x100mm	27
Módulo de Elasticidade	3	1	3	100x200mm	9
Microtomografia de Raios X	2	1	2	25x50mm	4
Difratometria de raios - X/ Termogravimetria (Pasta)	3	1	3	5x10mm	9
Retração autógena	3	até 28 dias	3	75x75x285mm	9

Fonte: Autor (2021)

A estrutura do trabalho se divide em 3 etapas: 1- Caracterização dos materiais constituintes dos microconcretos; 2 – Obtenção dos traços e ensaios no estado fresco; 3 - Propriedades mecânicas, retração autógena e microestrutura de microconcretos e pastas no estado endurecido. Na Figura 3-1 é possível visualizar o fluxograma de atividades de acordo com a metodologia proposta.

Figura 3-1. Fluxograma do programa experimental.



Fonte: Autor (2021)

3.2 ETAPA 1 - CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Nesta seção, são apresentados os materiais utilizados nesta pesquisa, com a finalidade de produção das pastas e dos microconcretos de alta resistência contendo metacaulim e polímero superabsorvente, bem como os resultados dos ensaios realizados.

3.2.1 Cimento Portland

O aglomerante utilizado nesta pesquisa foi o cimento Portland de alta resistência inicial, CPV – ARI, conforme a ABNT NBR 16697 (2018). Atualmente, este tipo de cimento possui um dos maiores teores de clínquer disponível no mercado, sendo assim, possui pouca influência de materiais cimentícios suplementares nos traços, proporcionando análises mais exatas dos efeitos do SAP no material. As variáveis de caracterização estão dispostas na Tabela 3-3. Os ensaios de caracterização física e mecânica do cimento foram realizados no Laboratório de Materiais da Universidade de Brasília (LEM-UnB). Já a caracterização química foi obtida através da técnica de espectrometria por fluorescência de raios-X (FRX), realizada na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de Brasília, em um aparelho EX 720, da marca Shimadzu.

Tabela 3-3. Caracterização do aglomerante da pesquisa.

Propriedades	Resultados mínimos ^(a)	CPV - ARI	Método de ensaio
Tempo de início de pega (min)	≥ 60	140	ABNT NBR 16607 (2018)
Tempo de fim de pega (min)	≤ 600	180	
Massa específica (g/ cm ³)	-	3,00	ABNT NBR 16605 (2017)
Diâmetro abaixo do qual se encontram 10% das partículas – D10 (µm)	-	1,30	Granulometria à Laser
Diâmetro abaixo do qual se encontram 50% das partículas – D50 (µm)		13,10	
Diâmetro abaixo do qual se encontram 90% das partículas – D90 (µm)		31,76	
Resistência à compressão (MPa)	1 dia	≥ 14	ABNT NBR 7215 (2019)
	3 dias	≥ 24	
	7 dias	≥ 34	
	28 dias	-	
Composição química em óxidos (%)	SiO ₂	-	Fluorescência de Raios – X (FRX)
	CaO	-	
	MgO	-	
	Al ₂ O ₃	-	
	Fe ₂ O ₃	-	
	K ₂ O	-	
	TiO ₂	-	
	ZaO	-	
	SO ₃	≤ 4,5%	
MnO	≤ 6,5 %		
Perda ao fogo	≤ 6,5 %	6,12	

^(a)Limites estabelecidos pela ABNT NBR 16697:2018.

Fonte: Autor (2021).

Como os respectivos resultados, pode-se concluir que o material atende os requisitos estabelecidos pelas normas brasileiras.

3.2.2 Metacaulim

O estudo de concretos modificados com o polímero superabsorvente ainda é muito recente. Os efeitos deste polímero ainda não são bem compreendidos pelos pesquisadores ao redor do mundo, e esta lacuna no conhecimento é acentuada quando se trata da ação combinada deste polímero com materiais cimentícios suplementares, tipicamente usados na produção de concretos de alta resistência. Para contribuir com essa lacuna na literatura científica, foi utilizado metacaulim na composição dos traços desta pesquisa.

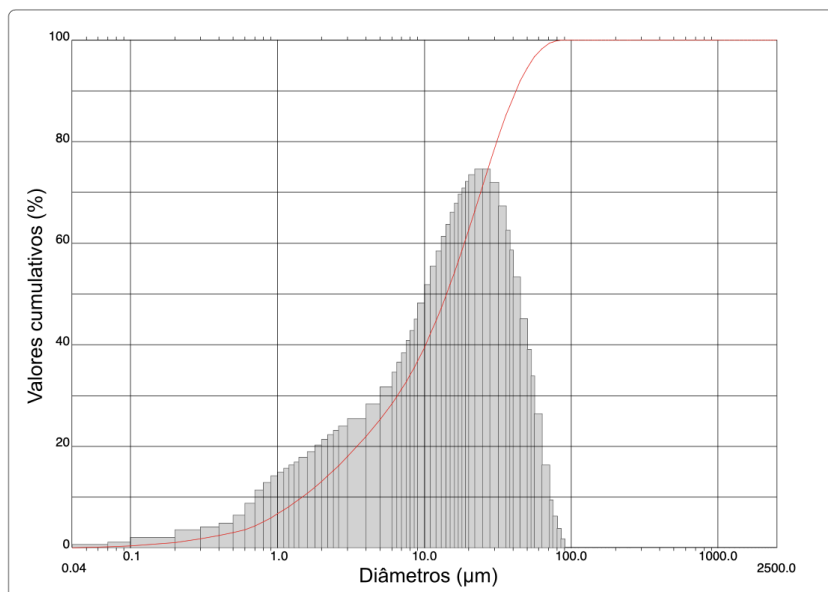
As propriedades físicas do material estão dispostas na Tabela 3-4. As curvas granulométricas do metacaulim foram obtidas através do ensaio de granulometria a laser, realizado no Laboratório de Desempenho, Estruturas e Materiais – LADEMA, da Universidade Federal de Integração Latino – Americana (UNILA). O equipamento utilizado foi o analisador de tamanho de partículas modelo CILAS 1190, em modo líquido, com faixa de 0,04 a 2500,00. Os resultados de curva granulométrica deste material estão representados na Figura 3-2.

Tabela 3-4. Caracterização do metacaulim da pesquisa.

Propriedades		Metacaulim	Método de ensaio
Massa específica (g/ m ³)		2,54	ABNT NBR 16605 (2017)
Diâmetro abaixo do qual se encontram 10% das partículas – D10 (µm)		1,47	Granulometria à Laser
Diâmetro abaixo do qual se encontram 50% das partículas – D50 (µm)		14,16	
Diâmetro abaixo do qual se encontram 90% das partículas – D90 (µm)		42,02	
Composição química em óxidos (%)	<i>SiO₂</i>	54,54	Fluorescência de Raios – X (FRX)
	<i>CaO</i>	0	
	<i>MgO</i>	0	
	<i>Al₂O₃</i>	38,73	
	<i>Fe₂O₃</i>	2,94	
	<i>K₂O</i>	1,77	
	<i>TiO₂</i>	1,7	
	<i>ZaO</i>	0,01	
	<i>SO₃</i>	0,07	
	<i>MnO</i>	0,01	
	<i>SrO</i>	0,01	
	<i>Se2O3</i>	0	
<i>ZnO</i>	0,01		
Perda ao fogo		2,59	

Fonte: Autor (2021).

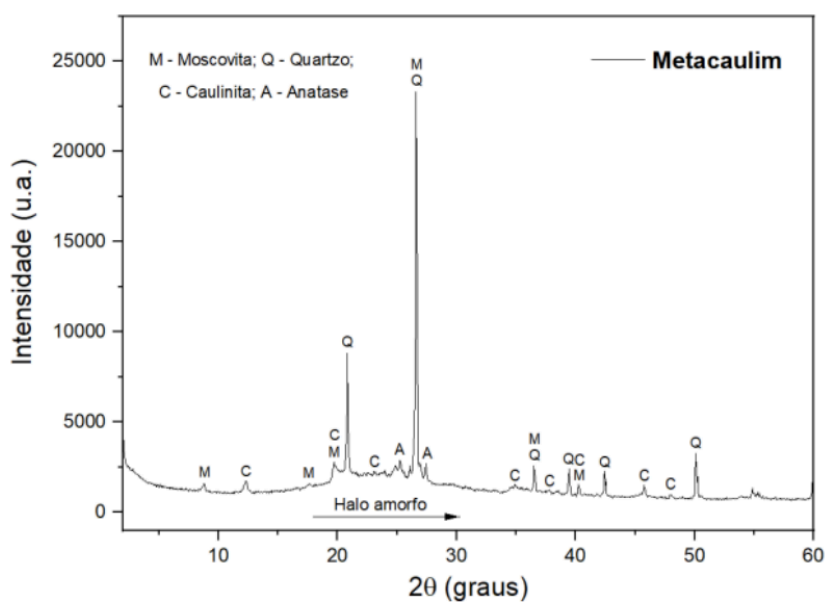
Figura 3-2. Distribuição granulométrica do metacaulim



Fonte: Autor (2021)

A caracterização mineralógica do metacaulim desta pesquisa pode ser vista na Figura 3-3, e foi realizada através da técnica de difração de raios-X (DRX), utilizando-se um difratômetro de raios-X modelo ULTIMA IV, da marca RIGAKU, operando com um filamento de tungstênio como cátodo e um tubo de raios-X de cobre ($\text{CuK}\alpha=1,54056 \text{ \AA}$), sob potência de 35 kV e corrente de 15 mA, no intervalo de 2θ igual a 2° até 60° , com velocidade de varredura de $5^\circ/\text{min}$ e passo angular de $0,05^\circ$.

Figura 3-3. Caracterização mineralógica do metacaulim da pesquisa.



Fonte: Autor (2021).

Na caracterização mineralógica, é possível identificar os principais compostos cristalinos que compõem o material. O metacaulim é obtido a partir da calcinação de argilas caulínicas. São observados picos intensos de quartzo (SiO_2), além da presença de caulinita ($1\text{A-Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), moscovita ($2\text{M}-(\text{KNH}_4\text{Na})\text{Al}_2(\text{SiAl})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) e Anatase (TiO_2), característicos da composição mineral do metacaulim. Além disso, nota-se a presença de um halo amorfo no difratograma, o que caracteriza a alta reatividade apresentada por este material pozolânico, composto por óxido de silício (SiO_2) e óxido de alumínio (Al_2O_3), em sua fase amorfa.

3.2.3 Agregado Miúdo

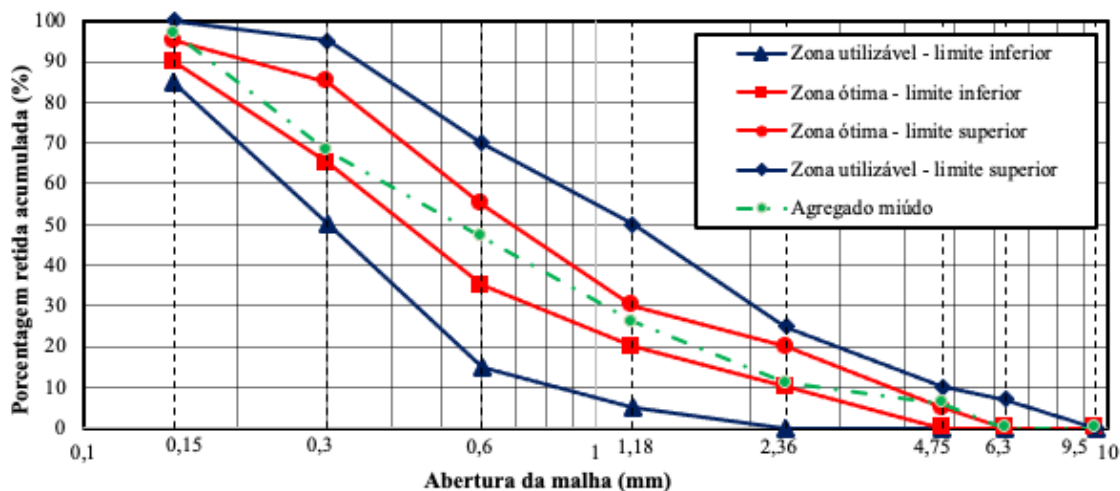
O agregado miúdo utilizado nesta pesquisa é natural, de origem quartzosa, extraída do Rio Corumbá, na região de Brasília – DF, após um criterioso estudo de seleção. Os ensaios para caracterização física da areia deste trabalho podem ser visualizados na Tabela 3-5, de acordo com suas respectivas recomendações normativas. A distribuição granulométrica desta areia pode ser visualizada na Figura 3-4.

Tabela 3-5. Caracterização do agregado miúdo

Características	Resultados	Método de Ensaio
Massa específica (g/m^3)	2,63	ABNT NBR NM 52(2009)
Massa unitária no estado solto (g/cm^3)	1,58	ABNT NBR NM 45 (2006)
Módulo de finura	2,60	ABNT NBR NM 248 (2003)
Dimensão máxima (mm)	6,3	
Absorção de água (%)	1%	ABNT NBR NM (2001)

Fonte: Autor (2021)

Figura 3-4. Distribuição granulométrica do agregado miúdo



Fonte: Autor (2021)

Os resultados de massa específica e massa unitária estão dentro do esperado para uma areia quartzosa, lavada de rio, bem como a sua capacidade de absorção de água. A areia foi utilizada sem nenhum tratamento ou composição com outros tipos de material, as zonas demarcadas referem-se aos limites estabelecidos na norma ABNT NBR 7211 (2009) para designar a zona ótima e a zona utilizável. O material escolhido situa-se dentro dos limites da zona ótima estabelecida pela ABNT NBR 7211 (2009) e pelas sugestões do comitê da RILEM TC 255 – SAP.

3.2.4 Aditivos

Para atingir os objetivos desta pesquisa, foi necessária a utilização de um aditivo redutor de água de grande eficiência, tendo em vista que os traços utilizados para microconcretos de alta resistência utilizavam relações a/c de 0,35, consideradas baixas, dificultando o processo de moldagem dos corpos de prova. O aditivo utilizado foi um superplastificante de 3ª geração, denominado GLENIUM – 51 da empresa BASF, a base de policarboxilato e de pega normal (N), segundo a ABNT NBR 11768 (2011). As características do aditivo utilizado estão dispostas na Tabela 3-6.

Tabela 3-6. Caracterização do aditivo utilizado.

Aditivo superplastificante	Master Glenium 51
Dosagem recomendada (%)	0,2 – 1,0
Aparência	Líquido branco turvo
Densidade (g/cm ³)	1,067 – 1,107
pH	5 – 7
Teor de sólidos (%)	28,5 – 31,5
Viscosidade (cps)	<150

Fonte: BASF (2021)

3.2.5 Polímero superabsorvente (SAP)

O SAP utilizado neste trabalho foi desenvolvido e fornecido pelo Professor e pesquisador Ole Mejlhede Jensen, da Universidade Técnica da Dinamarca (DTU). O polímero trata-se de um material do tipo ácido acrílico/ acrilamida, com ligações cruzadas covalentes. A técnica utilizada para confecção foi a de polimerização por suspensão inversa (JENSEN; HANSEN, 2001). O polímero foi fornecido em pó, com características secas, de coloração branca. Suas partículas são esféricas e foi desenvolvido especialmente para utilização em ambiente alcalino elevado.

Segundo Assmann (2013), as propriedades do SAP que mais influenciam os materiais cimentícios são a capacidade de absorção e a distribuição das partículas. Portanto, é imprescindível que se realize

um estudo das características deste polímero, acerca destas propriedades. Os ensaios para obtenção de características e propriedades do SAP fornecido para este trabalho estão dispostos na Tabela 3-7.

Tabela 3-7. Propriedades avaliadas do polímero superabsorvente utilizado nesta pesquisa

Características	Método de Ensaio
Massa específica (g/ml)	Pentapicnômetro
Absorção em meio cimentício (g/g)	<i>Slump - Flow</i>
Distribuição granulométrica	Granulometria a laser

Fonte: Autor (2021)

Segundo Manzano (2016), diversos autores assumem um valor estimado de massa específica de polímero superabsorvente, variando entre 1,40 a 1,50 g/ml, não importando qual tipo de SAP utilizado. Contudo, para uma análise mais precisa das propriedades deste polímero nos concretos da pesquisa, foi realizado o ensaio de massa específica pelo analisador automático de densidade (pentapicnômetro), comumente utilizado em carvão, cimento, solos e outros materiais cerâmicos.

O equipamento utilizado para esta determinação, no estado seco, foi o analisador da marca Quantachrome Instruments e modelo PENTAPYC 5200e, Figura 3-5, do Laboratório de Geotecnia da UnB.

Figura 3-5. Analisador automático de densidade, modelo PENTAPYC 5200e.



Fonte: Manzano (2016)

Foram realizadas 6 determinações para avaliar a massa específica do polímero superabsorvente, e o resultado final representa a média dos 6 resultados obtidos, Tabela 3-8.

Tabela 3-8. Resultados de determinação de massa específica

Amostra	Determinações de massa específica de SAP (g/ml)
1	1,3226
2	1,3297
3	1,3255
4	1,3200
5	1,3156
6	1,3180
Valor médio	1,32

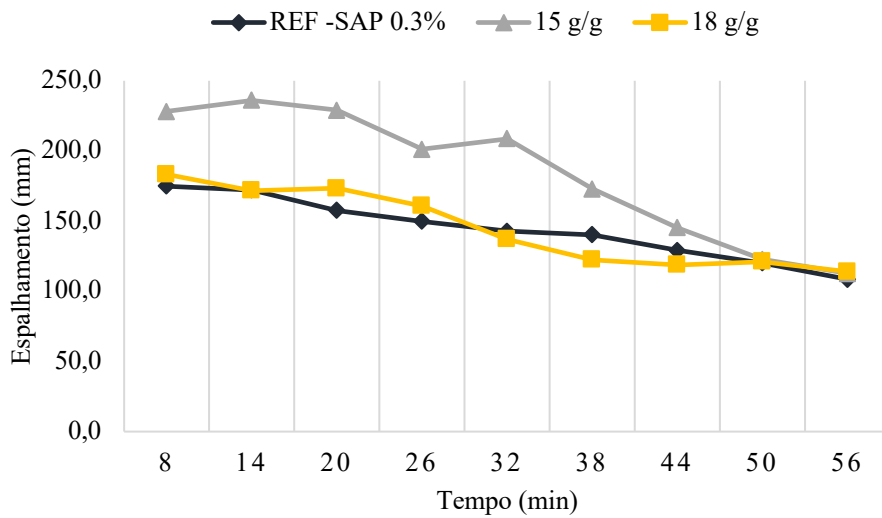
Fonte: Autor (2021)

Estes resultados estão coerentes com o que é proposto por Jensen e Hansen (2001a) e Esteves (2014), que assumiram um valor para densidade de SAP de 1,50g/ml. Assman (2003) adotou o valor de 1,40 g/ml, ainda assim, o resultado de 1,32 g/ml obtido está próximo do resultado destes autores.

A absorção em meio cimentício foi determinada pelo método do *Slump – Flow*. Apesar das misturas dessa pesquisa não utilizar água extra, devido à absorção do SAP, o ensaio para determinação da capacidade de absorção foi realizado para fins de caracterização. O método foi proposto por Monnig (2005), e consiste na determinação experimental do espalhamento ao longo do tempo em uma mistura contendo um determinado teor de SAP.

O procedimento consiste em comparar o valor do espalhamento de misturas com diversas relações a/c, com o espalhamento de uma mistura com SAP. A determinação do espalhamento é realizada de acordo com a norma DIN 18555 -2 (1982), logo após os primeiros 10 minutos de mistura da água. Após a primeira leitura, são feitas as demais leituras em intervalos de 6 minutos, os quais os primeiros 2 minutos são considerados como tempo adicional de mistura. Cada mistura possui certa quantidade de água, representando um teor de absorção de SAP fictício. Este ensaio visa determinar a quantidade de água necessária para que a curva da mistura sem polímero coincida com a curva com polímero. O resultado deste ensaio está contido na Figura 3-6, e foi realizada no Laboratório de Ensaio de Materiais da Universidade de Brasília. Foi possível concluir que o teor de absorção do SAP em questão é de 18g/g. O ensaio foi realizado com misturas contendo 0,3% de SAP em relação à massa de cimento. A execução do ensaio foi realizada por Reis (2019), aluno do grupo de pesquisas do de SAP da Universidade de Brasília que utilizou o mesmo material em sua pesquisa.

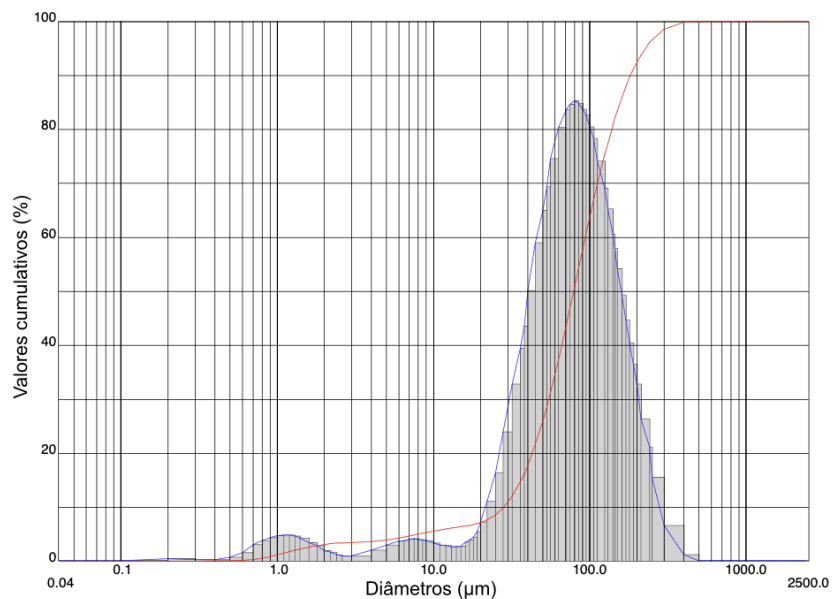
Figura 3-6. Curvas obtidas nos ensaios de espalhamentos das argamassas com e sem SAP, para determinação da absorção do polímero em meio cimentício.



Fonte: Autor (2021).

Para determinar a distribuição granulométrica do polímero SAP, foi utilizada a técnica de difração à laser, realizada no Laboratório de Desempenho, Estruturas e Materiais – LADEMA, da Universidade Federal de Integração Latino – Americana (UNILA). O equipamento utilizado foi o analisador de tamanho de partículas modelo CILAS 1190, em modo líquido, com faixa de 0,04 a 2500,00. Como líquido dispersante, foi utilizado álcool etílico 99%, já que o polímero superabsorvente é um material extremamente sensível ao contato com água, e imediatamente, se incharia, prejudicando os resultados de granulometria. A curva granulométrica do SAP pode ser visualizada na Figura 3-7.

Figura 3-7. Curva granulométrica do polímero superabsorvente utilizado na pesquisa.



Fonte: Autor (2021)

Os resultados mostram que as partículas de SAP apresentam diâmetro médio na faixa de 100 μ m. Outros pesquisadores como Snoeck, Jensen e Belie (2015) também trabalharam com SAP com esse tamanho de partícula.

3.2.6 Água de amassamento

Para a produção dos microconcretos e pastas, foi utilizada água de amassamento de acordo com a NBR 15900-1 (2009), fornecida pela companhia de abastecimento de água da região de Brasília – DF.

3.3 ETAPA 2 - ESTUDO DE DOSAGEM DOS MICROCONCRETOS E PASTAS E ENSAIOS EM ESTADO FRESCO

3.3.1 Composição dos traços

Este programa foi planejado considerando 3 traços, com os teores de polímero superabsorvente variando entre 0%, 0,15% e 0,3%, em relação à massa de cimento dos traços da pesquisa, conforme a Tabela 3-9. As misturas apresentam relação a/c total igual a 0,35. Esta relação a/c é fundamentada em diversos trabalhos anteriores, realizados por pesquisadores do grupo de pesquisa de SAP, da universidade de Brasília, como Manzano (2016), Santos (2016), Reis (2019) e Agostinho (2021). A forma de incorporação do polímero SAP nesta pesquisa é de suma importância para a análise dos

resultados. O SAP pode ser incorporado à mistura saturado com água, ou pode ser misturado seco junto ao cimento, podendo-se adicionar ou não água extra para ser absorvida pelo polímero durante o processo de mistura. Contudo, o SAP desta pesquisa foi utilizado no estado seco, misturado ao cimento, sem adição de água de cura interna (água extra) na mistura e sem pré-saturação das partículas. Esta definição foi feita baseando-se nas conclusões de diversos trabalhos como Manzano (2016), Agostinho (2021) e Mendes e Azambuja (2019).

Um ajuste nos traços com relação a/c 0,35 e diferentes teores de SAP, foi realizado de forma a manter o espalhamento das misturas fixo e dentro do intervalo de 190 ± 10 mm. Esse espalhamento foi sugerido pelo comitê técnico da Rilem – CT 255 SAP (2012), para os ensaios interlaboratoriais. Além disso, os quantitativos do traço de referencia foram os sugeridos por esse mesmo comitê técnico, e suas variações com metacaulim podem ser observados na Tabela 3-9.

Nos traços contendo SAP, a presença do polímero absorve parte da água de amassamento e, portanto, o teor de superplastificante das misturas precisou ser variável a fim de se manter um mesmo intervalo de espalhamento. O comitê utilizava sílica ativa em seus traços primordialmente, portanto, houve apenas a substituição do material por metacaulim, sem que sua quantidade fosse alterada. Essa mudança levou em conta a hipótese simplificadora de que as massas específicas dos materiais não são tão diferentes, possibilitando esta aproximação.

O teor de metacaulim das misturas se manteve em 10% em substituição à massa de cimento Portland, para que os microconcretos atinjam resistências características de materiais de alta resistência. É importante ressaltar que nenhum dos traços desta pesquisa foi realizado sem materiais cimentícios suplementares. A quantidade de água de amassamento foi ajustada, prevendo o teor de água que seria absorvido pela areia, e que estava contida no superplastificante.

Tabela 3-9. Traços de microconcreto a serem utilizados na pesquisa e suas respectivas relações a/c e teores de SAP.

TRAÇOS	Cimento (g)	MK	Areia (g)	SAP (g)	Água teórica (ml)	Água de absorção da Areia(ml)	Teor de água no Superplastificante (ml)	Água total	SP (g/m ³)	SP %
MKREF	700	70	1340	0	245	13,40	4,90	253,5	7,0	1,0
MKSAP15	700	70	1340	1,05	245	13,40	5,88	252,5	8,4	1,2
MKSAP30	700	70	1340	2,1	245	13,40	7,84	250,6	11,2	1,6

Fonte: Autor (2021).

O procedimento de mistura dos microconcretos e pastas do experimento foi baseado na recomendação do Comitê TC 255 – SAP (RILEM, 2012). Primeiramente, os materiais secos são misturados, incluindo o polímero superabsorvente. Após isto, a água é adicionada, em conjunto com o aditivo superplastificante dissolvido, ocorrendo melhor dispersão dos grãos de cimento e demais materiais. Este procedimento pode ser compreendido através da Tabela 3-10. O procedimento para as pastas foi o mesmo utilizado para os microconcretos, a única diferença foi a ausência de agregado miúdo nos traços. Os quantitativos dos traços foram mantidos, e no caso das pastas, não houve controle de espalhamento, já que buscou-se manter o quantitativo de materiais, exceto a areia, e padronizar o espalhamento novamente acarretaria em um novo estudo de espalhamento modificando os teores de superplastificante.

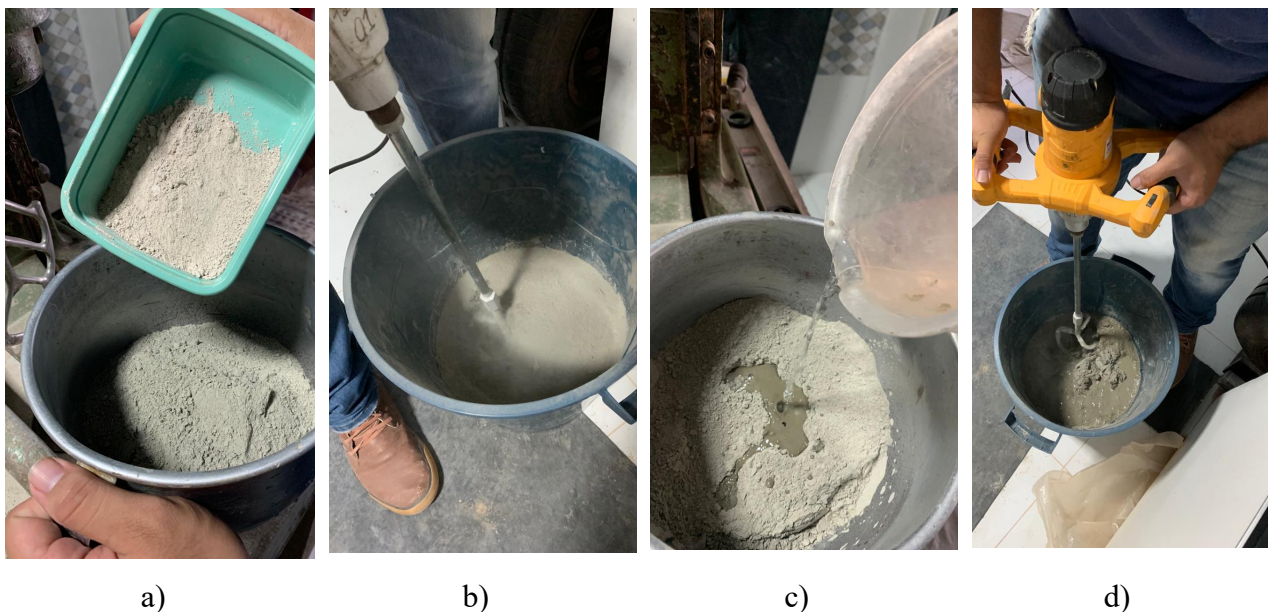
Tabela 3-10. Tempos de mistura e procedimentos

Tempo (min.)	Atividade realizada	Duração
– 4:00 – 0:00	Homogeneização dos componentes secos (incluso o SAP)	4min
0:00 – 1:00	Adição de água, incluindo o SP pré-dissolvido	1min
1:00 – 4:00	Mistura inicial 3 min.	3min
4:00 – 5:00	Raspagem dos materiais presos na parede do recipiente e pás do misturador 1 min.	1min
5:00 – 8:00	Mistura final	3min

Fonte: Autor (2021).

As misturas foram realizadas no laboratório da Controle Engenharia, com o auxílio de um misturador de pás, com 1200 W de potência, frequência de 60 Hz, rotação: 0 a 650 rpm (regulável), dimensões: 410 x 290 x 200 mm e peso de 5,3 Kg. O procedimento de mistura pode ser visualizado na Figura 3-8. Durante as misturas, o recipiente foi tampado com material plástico para que não houvesse perda de material.

Figura 3-8. Procedimentos de mistura. a) Mistura inicial dos materiais secos, incluindo o SAP; b) homogeneização da mistura seca com o misturador em baixas velocidades; c) adição de água com superplastificante diluído; d) mistura final em alta velocidade.

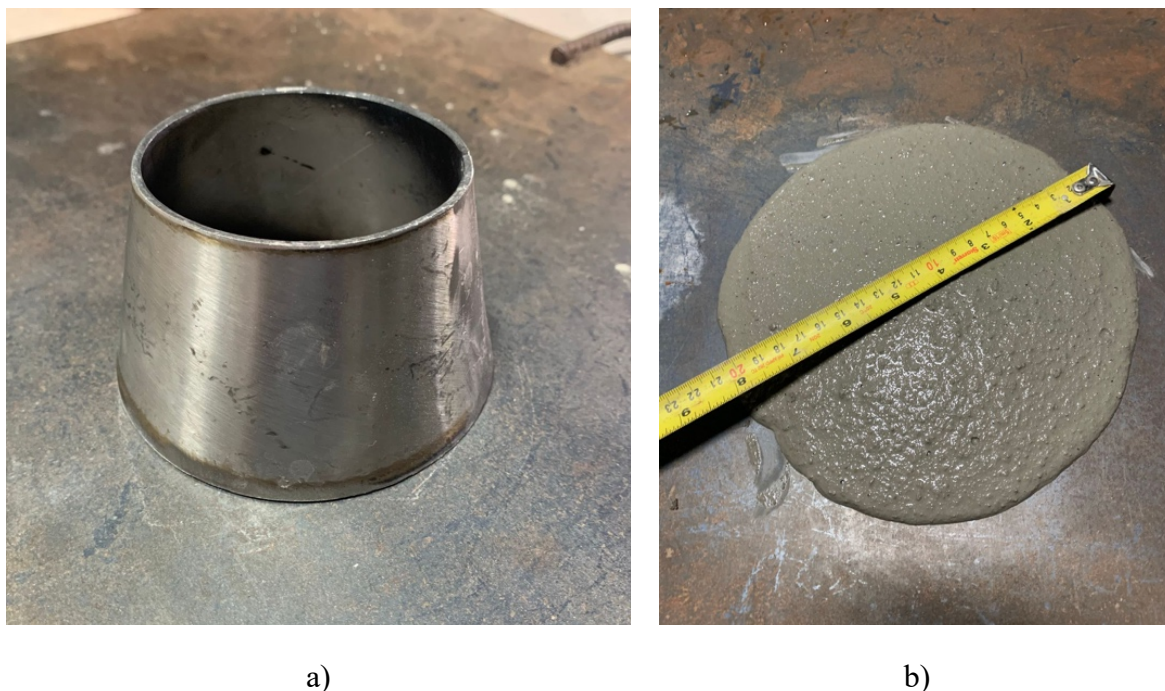


Fonte: Autor (2021)

3.3.2 Consistência

A consistência dos microconcretos foi determinada usando o molde tronco cônico de Hagermann, segundo a norma DIN 18555 – 2 (1982), sem os golpes na mesa. O método em questão foi sugerido pelo comitê TC 255 – SAP (RILEM, 2012) e consiste na inserção dos microconcretos no cone de metal, em duas camadas, com 10 golpes de soquete de metal em cada camada. Após isto, o cone é erguido e o espalhamento é medido, conforme a Figura 3-9 b). O objetivo desse ensaio foi padronizar os traços dentro do intervalo de espalhamento desejado, fixado em 190 ± 10 mm, variando-se o teor de superplastificante de cada traço. A determinação do teor de superplastificante foi realizada 3 vezes, para cada traço, com a finalidade de confirmação a dosagem de superplastificante.

Figura 3-9. Metodologia de avaliação da consistência dos microconcretos. a) cone de Hagermann, b) espalhamento de microconcretos.



Fonte: Autor (2021)

3.3.3 Densidade

A densidade no estado fresco foi feita baseando-se na Norma ABNT NBR 13278 (2005), que consiste na medição da massa do microconcreto, determinada por uma balança com resolução de 0,1g, e o volume dessa massa necessário para que seja preenchido um recipiente com volume conhecido. No caso desta pesquisa, foi utilizado o corpo de prova cilíndrico de dimensões 50x100mm, de volume conhecido. As pesagens no estado fresco foram realizadas e a determinação da densidade pode ser obtida para os microconcretos.

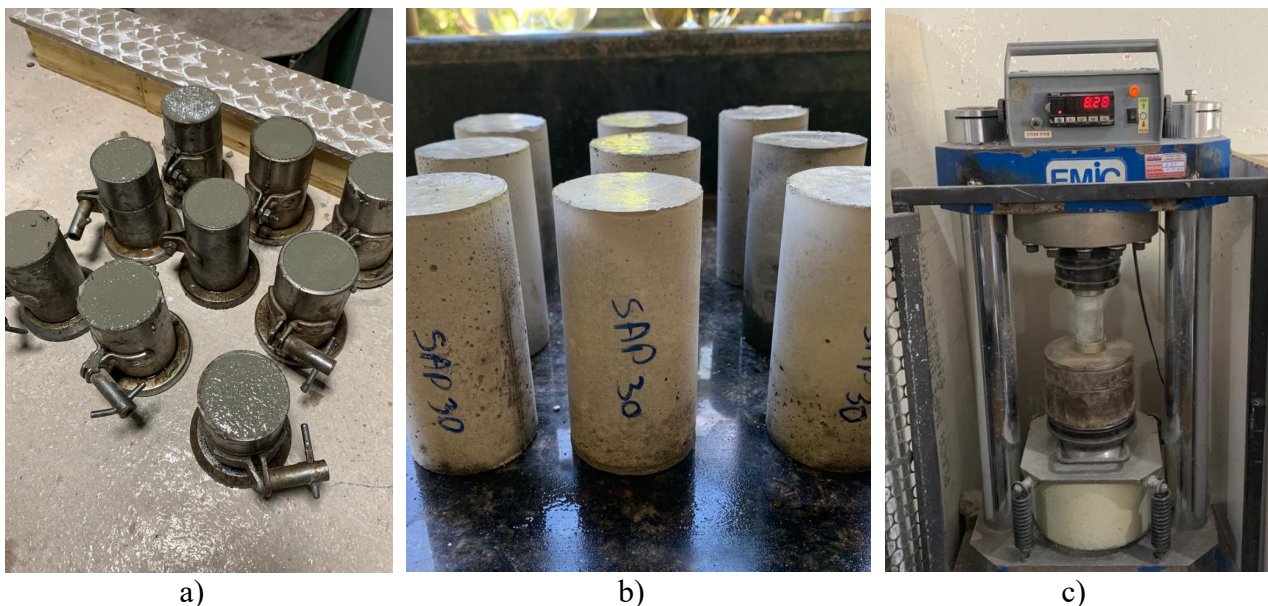
3.4 ETAPA 3 - PROPRIEDADES MECÂNICAS NO ENDURECIDO E PASTAS

3.4.1 Resistência à compressão simples

A resistência à compressão em corpos de prova cilíndricos 50 mm x100 mm foi avaliada seguindo as diretrizes normativas da ABNT NBR 5739 (2007), com retificação das bases paralelas dos corpos de prova. Os corpos de prova foram ensaiados para obtenção da resistência à compressão nas idades de 3, 7, e 28 dias. Os concretos foram curados em tanque com água e cal, a partir do primeiro dia de desmoldagem até a idade de ensaio. A prensa utilizada para rompimento dos corpos de prova foi da

marca EMIC, com célula de carga com resolução de 100 toneladas. Este ensaio foi realizado no laboratório de controle tecnológico da Controle Engenharia, conforme a Figura 3-10.

Figura 3-10. Ensaio de compressão em cilindros 5x10cm. a) Moldagem dos corpos de prova; b) corpos de prova desmoldados e levados à cura; c) Ensaio dos corpos de prova em prensa.



Fonte: Autor (2021).

3.4.2 Módulo de Elasticidade

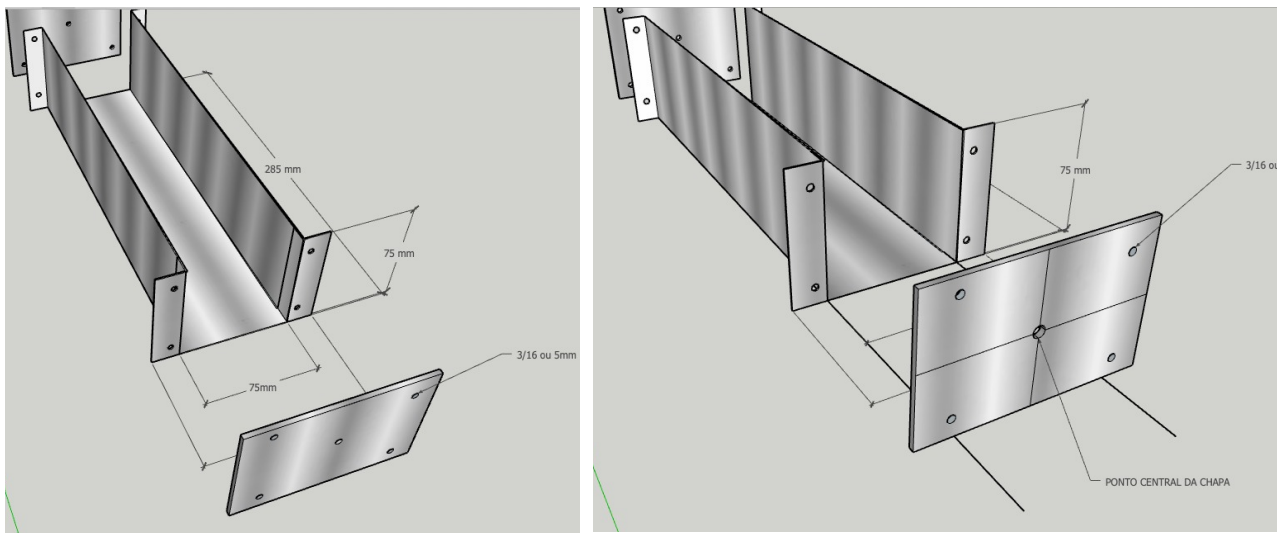
O ensaio de módulo de elasticidade seguiu as prescrições da ABNT NBR 8522 (2011), e os corpos de prova (100x200mm) foram retificados em suas superfícies e destinados aos ensaios de compressão, para que fossem determinados os planos de carregamento e definida a tensão limite para obtenção do módulo secante em GPa, igual a 30% da tensão de ruptura e limite inferior (0,5 MPa). Então, três corpos de prova de uma mesma betonada, foram submetidos a quatro ciclos de carregamento e descarregamento, obedecendo a velocidade de $0,45 \pm 0,15$ MPa/s. A idade de ensaio foi de 28 dias. Nesses intervalos determinaram-se as deformações com ajuda de extensômetros posicionados nas duas geratrizes opostas. Após a leitura, carregou-se o corpo de prova novamente com igual velocidade, até que ocorresse a ruptura. Então, calculou-se o módulo de elasticidade secante em GPa. O ensaio foi realizado no laboratório da Controle Engenharia.

3.4.3 Retração Autógena

Para determinação da retração autógena, foi executada a metodologia de Tazawa e Miyazawa (1999), adaptada por Silva (2007). Esta metodologia se baseou na moldagem de três corpos de prova

prismáticos de microconcreto, de 75x75x285mm, sempre retirados da mesma betonada, em formas metálicas. As formas utilizadas foram baseadas nos experimentos de Silva (2007), e suas dimensões e montagem podem ser visualizadas na Figura 3-11. O material utilizado em sua confecção foi metal, e para que fossem retirados os corpos de prova ao fim do experimento, duas tampas encaixadas foram dimensionadas para as laterais.

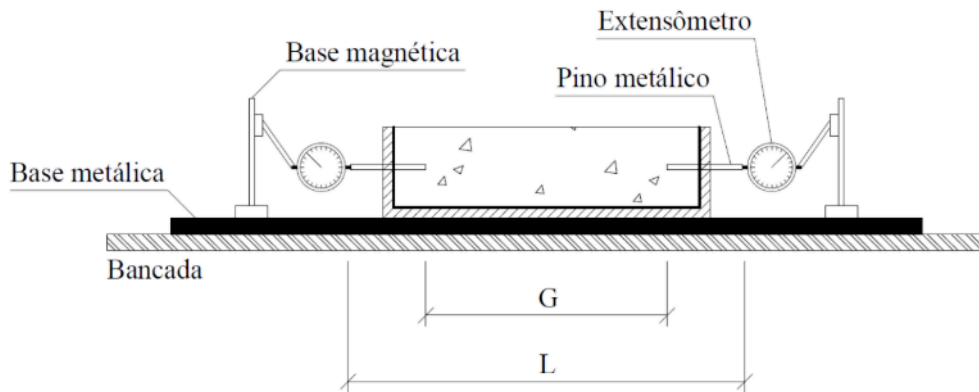
Figura 3-11. Projeto das formas dimensionado para o ensaio de retração autóloga.



Fonte: Autor (2021)

A deformação autóloga foi determinada de modo unidirecional e horizontal. Em cada um dos orifícios, um pino metálico feito de barras rosqueadas é inserido para que sejam realizadas as leituras de variação autóloga através de relógios comparadores, com precisão e 0,001mm. Esta metodologia pode ser melhor visualizada e compreendida na Figura 3-12.

Figura 3-12. Esquema de determinação da retração autógena.



Fonte: Agostinho (2021) adaptado de Silva (2007).

Para determinar a retração autógena, a Equação 3-1 pode ser utilizada:

$$\Delta L = \frac{(X_{ia} - X_{0a}) + (X_{ib} - X_{0b})}{G} \quad (\text{Equação 3-1})$$

Onde:

ΔL = deformação relativa de comprimento, antes da desforma;

X_{0a} , X_{0b} = leituras iniciais nos extensômetros;

X_{ia} , X_{ib} = leituras nos extensômetros horizontais em um determinado tempo i ;

G = distância entre as extremidades interiores dos pinos metálicos.

As formas metálicas foram cobertas internamente por uma folha de poliestireno, com espessura de 2mm, conforme a Figura 3-13 a), com a finalidade de diminuir o atrito entre o material cimentício e as superfícies dos corpos de prova, e assim, promover uma adequada medição da retração autógena. Nas extremidades dos corpos de prova, através de um orifício deixado para esta finalidade nas chapas, foram inseridos os pinos metálicos. Estes pinos são necessários para funcionar como ponto de medição para os relógios comparadores no ensaio, e são posicionados na forma antes mesmo do preenchimento com concreto fresco. A distância interna entre as pontas destes pinos foi medida para que se chegasse ao valor fixado de $G=220\text{mm}$, tendo em vista que as medições de deformações longitudinais são baseadas nesta distância. Após a medição, estes pinos são fixados com roscas por dentro e por fora, para evitar sua movimentação durante a concretagem, Figura 3-13 b).

O adensamento dos corpos de prova prismáticos para este ensaio, foi realizado em duas camadas, com 30 golpes de haste metálica, conforme a Figura 3-13 c), seguindo as recomendações da ASTM C 192/C192M (2016). Posteriormente, as amostras de concreto em conjunto com as formas metálicas, foram completamente seladas com diversas camadas de filme plástico e fita adesiva. A finalidade deste procedimento é evitar a perda de massa de água do microconcreto para o ambiente, para tornar o fenômeno eminentemente de origem autógena, eliminando a parcela de retração por secagem. Por impedimentos laboratoriais, o tempo zero dos concretos não foi determinado nesta pesquisa utilizando o método do pulso ultrassônico. Inicialmente, uma avaliação empírica foi proposta com o auxílio de dois corpos de prova extra, posicionados ao lado dos demais, com a mesma amostra de concreto do traço em questão, conforme a figura 3-16 d). Neste corpo de prova extra, ocorreram verificações através de uma haste metálica, com frequência de 10 minutos, até que fosse alcançada a consistência suficiente para acoplar os relógios comparadores aos pinos, sem que estes pinos se movimentassem no interior da amostra, prejudicando o ensaio

Figura 3-13. Procedimentos do ensaio de retração autógena. a) preenchimento das laterais dos corpos de prova com folha de poliestireno de 2mm, b) Imagem do pino acoplado à barra para as medições com relógio comparador, fixado na forma com uma rosca borboleta pela parte de fora, e com uma rosca simples por dentro. c) Adensamento dos corpos de prova realizado com haste metálica. d) Selagem dos corpos de prova com papel sulfite e fita adesiva, para evitar a perda de água.



a)



b)



c)



d)

Fonte: Autor (2021)

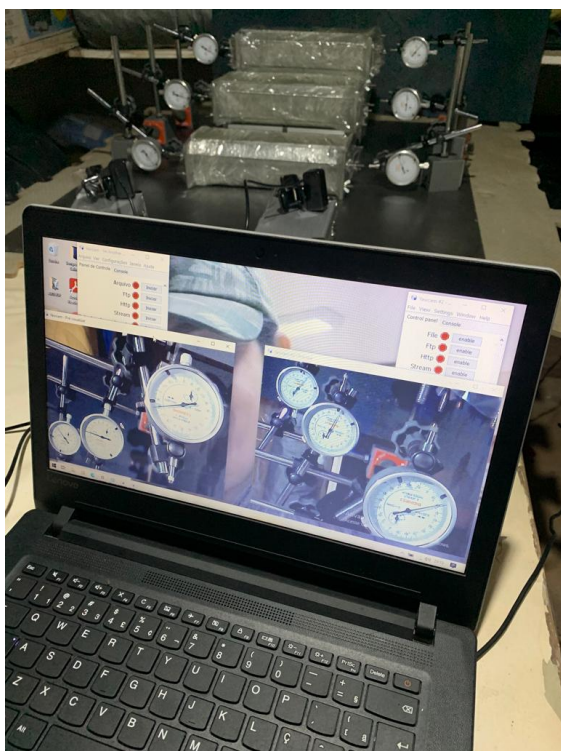
Infelizmente a determinação de tempo zero das misturas não pode ser realizada segundo a metodologia do pulso ultrassônico devido a impedimentos laboratoriais, que permaneceram fechados durante a pandemia de Covid-19. E não se quis realizar a determinação do tempo de fim de pega, usando a agulha de Vicat, como é visto em alguns trabalhos de pesquisa, por considerar uma determinação imprecisa, correspondente a um tempo arbitrário e não o tempo correspondente ou próximo ao momento em que é formada uma conexão contínua de grãos e de produtos de hidratação ligados mecanicamente, de uma face a outra do corpo de prova.

Adotou-se nessa pesquisa para a determinação de tempo zero, a metodologia usada no LNEC, proposta por Gonçalves e Bittencourt (2011). A análise empírica em questão foi uma alternativa proposta para que a retração fosse medida mesmo sem os métodos tradicionais de determinação do tempo zero. A análise dos corpos de prova visou acoplar os relógios no momento de formação do patamar de percolação conforme o trabalho de Gonçalves e Bittencourt (2011). A próxima etapa foi a pesagem do corpo de prova, em conjunto com suas respectivas formas metálicas devidamente isoladas. Estes corpos de prova foram pesados logo após a selagem e ao fim dos 28 dias de ensaio, com a finalidade de comparar suas massas e verificar se houve perda excessiva de massa de água do corpo de prova, por evaporação. O cálculo da perda de massa foi realizado a partir do volume conhecido de cada corpo de prova (285x75x75mm) e da quantidade de água adicionada ao traço

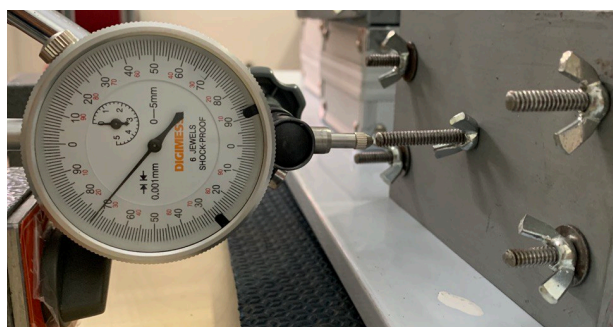
(245g de água por litro de concreto), proporcional a este volume. A diferença de massa entre as medidas logo após a mistura inicial e após os 28 dias foi comparada a medida inicial de água dos corpos de prova, e assim, o percentual de perda de massa de água foi obtido.

Um esquema geral do ensaio é apresentado na Figura 3-14 a), realizado no laboratório da Controle Engenharia. Após a pesagem inicial, os corpos de prova foram levados para uma sala com umidade ($50 \pm 2\%$) e temperatura ($21 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$) controladas. A retração autógena foi medida com relógios comparadores, Figura 3-14 b), acoplados a bases magnéticas que se prenderam à base de metal colocada sob a aparelhagem de ensaio. O registro das medições foi feito através de webcams ligadas a um notebook, através do software *Yawcam*[®], Figura 3-14 c). As medições foram realizadas com frequência de 10 minutos (até 72h), 1h (até 7 dias) e 8h (até 28 dias).

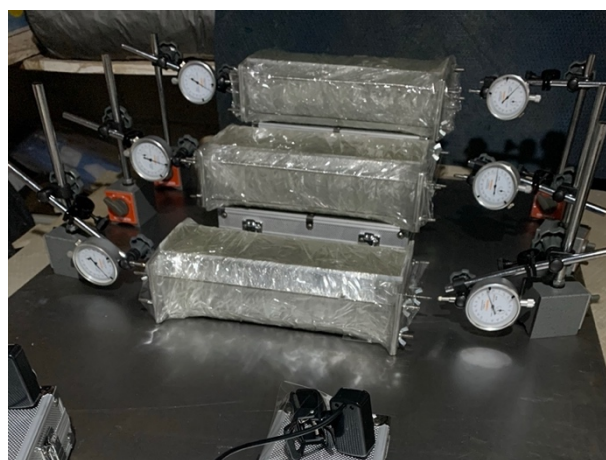
Figura 3-14. Realização do ensaio de retração autógena. a) Esquema geral do ensaio b) medição do ensaio através dos relógios comparadores. c) corpos de prova e medição da retração através dos relógios e webcams.



a)



b)



b)

Fonte: Autor (2021).

3.4.4 Difração de raios-X

A difração de raios – X, permite a análise de picos de intensidades (>10.000) de estruturas cristalinas dentro de uma amostra de material. A difração de raios-X foi realizada nas pastas aos 28 dias de hidratação no Instituto de Geociências da Universidade de Brasília, campus Darcy Ribeiro. A amostra em pó, previamente moída, foi espalhada sobre a lâmina de vidro escavada, realizando movimentos não orientados, pressionando-se a amostra com auxílio de uma espátula de vidro, de modo que a amostra ficasse homogênea. O equipamento utilizado para o ensaio foi da marca RIGAKU, operando com um filamento de tungstênio como cátodo e um tubo de raios-X de cobre (CuKa=1,54056Å), sob potência de 35 kV e corrente de 15 mA, no intervalo de 2θ igual a 2° até 60° , com velocidade de varredura de $5^\circ/\text{min}$ e passo angular de $0,05^\circ$. Para a identificação das fases cristalinas, este equipamento utiliza um software de análise de difração em pós, o JADE 3.0, com banco de dados Powder Diffraction File produzido pelo International Centre for Diffraction Data (ICDD). A Figura 3-15 permite a visualização do equipamento utilizado para as análises de DRX.

A preparação de amostras foi realizada após moldagem e cura, os corpos de prova foram armazenados em recipiente com água saturada de cal até 28. Foi feita fratura dos corpos de prova rompidos com talhadeira e marreta para retirar fragmentos de sua parte central. O procedimento de paralisação da hidratação das pastas, seguindo a metodologia de Scrivener *et al.* (2016), foi por meio de imersão em isopropanol por cerca de 6 horas e em estufa a $40 \pm 1^\circ\text{C}$ durante 24 horas. As amostras foram acondicionadas em embalagens com sílica gel e cal sodada. Ao final, foi realizada a pulverização dos fragmentos das pastas de cimento em pedaços menores com o uso de um martelo e almofariz de ágata. O mesmo procedimento foi feito para o ensaio de Termogravimetria (TG/DTG).

Figura 3-15. Equipamento RIGAKU para ensaio de difratometria de raios -X



Fonte: Autor (2021)

3.4.5 Análise termogravimétrica (TG/DTG)

A análise térmica por termogravimetria (TG/DTG) foi realizada na Central analítica do Instituto de Química da Universidade de Brasília (CaIQ – UnB). Este ensaio foi realizado aos 28 dias de hidratação, no equipamento *Shimadzu DTG-60H*. Para cada traço foi utilizado cerca de 10 mg de amostra previamente moída, adotando como parâmetros uma faixa de temperatura analisada de 25 à 1000°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min, atmosfera de N₂ com fluxo de 100 mL/min, em cadinho de platina de 70 µL.

Foi verificada a perda de massa nas pastas cimentícias, variando conforme a temperatura. Para cada faixa na rampa de temperatura, existe um elemento relacionado, segundo Hoppe Filho (2017). A perda de massa ocorrida no intervalo de temperatura entre 35 e 385°C é relacionada com o C-S-H na amostra; a faixa de 385 a 485°C é relacionada ao CH; a faixa de 485 a 1000°C é relativa à formação de carbonato de cálcio no material. O procedimento escolhido foi avaliar a temperatura relativa às perdas de CH das amostras pelo gráfico DTG obtido a partir da derivada dos resultados de TG.

O teor de CH foi determinado analisando-se as curvas individualmente, a fim de avaliar em qual ponto iniciou-se a perda de massa relativa a este elemento. O procedimento foi proposto por Lefever

et al. (2020). A forma de obtenção do percentual de perda de massa de CH está contida na Equação 3-3.

$$CH (\%) = \frac{PM_{CH}}{M_F} \cdot \frac{MM_{CH}}{MM_{H_2O}} \quad (\text{Equação 3-2})$$

Onde:

PM_{CH} = Perda de massa na faixa de temperatura de decomposição do CH

M_F = Massa Final

MM_{CH} = Massa molecular do CH

MM_{H_2O} = Massa molecular da água

3.4.6 Calorimetria por condução isotérmica

As reações do cimento Portland são exotérmicas, e o desenvolvimento dessas reações pode ser acompanhado pelo ensaio de calorimetria. Este ensaio foi feito no Laboratório de Aplicações de Nanotecnologia em Construção Civil (NANOTEC), na Universidade Federal de Santa Catarina (Figura 3-16). Foi utilizado um calorímetro isotérmico Thermometric AB da TAM Air (TA instruments) de oito canais, com sistema informatizado de aquisição de dados com frequência de 30 segundos, com a temperatura controlada em 23°C. As amostras foram mantidas no equipamento por 72h, a fim de gerar um gráfico de fluxo de calor x tempo. Através deste gráfico, é possível obter o período de indução, das amostras, e também um gráfico de calor acumulado durante o período.

Figura 3-16. Equipamento Thermometric AB da TAM Air (TA instruments).



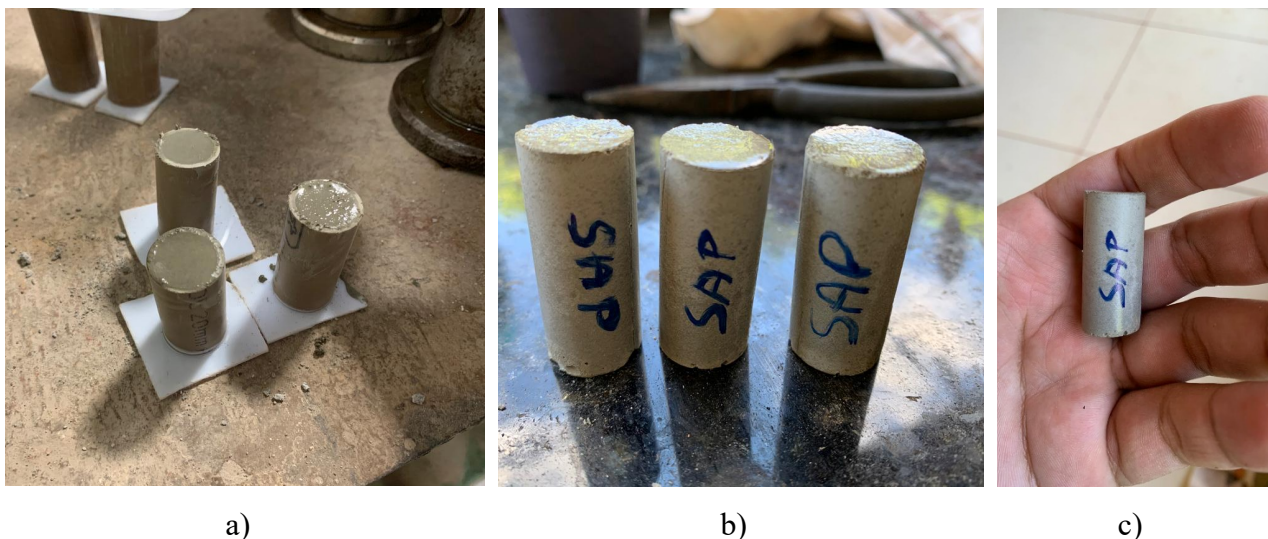
Fonte: Azevedo (2019)

3.4.7 Microtomografia de raios – X

3.4.7.1 Preparação das amostras e método de ensaio

As amostras para microtomografia foram montadas de forma que os feixes de raios – X ficassem perpendiculares ao eixo do suporte cilíndrico, visando que os movimentos da amostra durante o ensaio não fossem permitidos, evitando modificação nos resultados. Foram moldados corpos de prova cilíndricos, de dimensões $\varnothing 2 \times 4$ cm, expressos na Figura 3-17 a), a exemplo do trabalho de Bernardes *et al.* (2017). Optou-se por realizar a moldagem dos microconcretos em pequenos tubos de PVC, acoplados em uma base de poliestireno, para minimizar o atrito entre as superfícies, e permitir o desmolde. O procedimento de moldagem consistiu na confecção dos concretos em um misturador de argamassas no laboratório da Controle Engenharia LTDA e seguiu os mesmos procedimentos relatados nos capítulos anteriores para os demais ensaios em microconcreto. Os corpos de prova podem ser visualizados nas Figuras 3-17 b) e c).

Figura 3-17. Corpos de prova $\varnothing 2 \times 4$ cm para o ensaio de microtomografia. a) Moldagem; b) corpos de prova desmoldados; c) Tamanho do corpo de prova desmoldado.

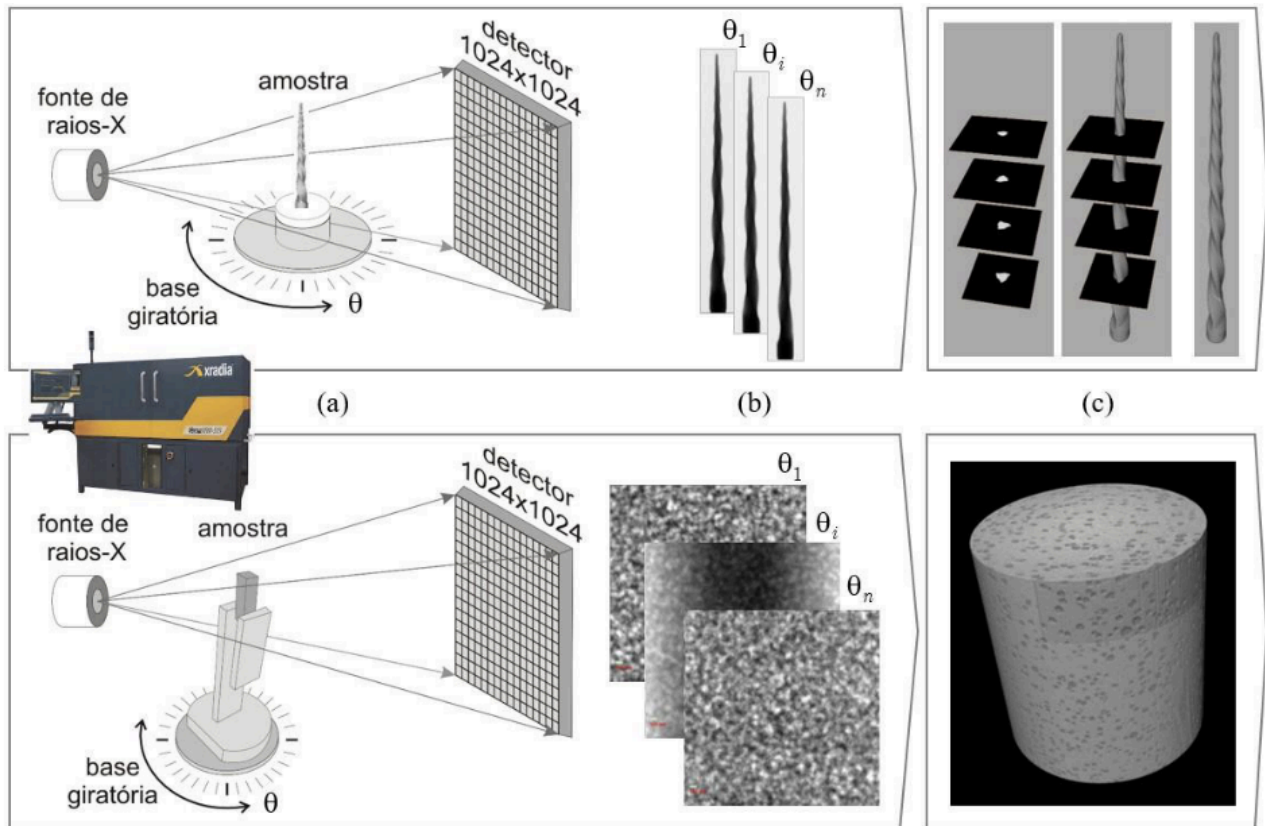


Fonte: Autor (2021).

A moldagem foi feita em camada única, com 10 leves golpes de haste metálica fina, similar a um rebite de construção, para que fossem eliminadas as bolhas de ar de dentro do microconcreto. Em seguida, estas amostras foram abrigadas em câmara úmida e sua superfície foi vedada com material vítreo, para que não houvesse secagem.

O ensaio de microtomografia de raios – X, foi realizado com intuito de obter-se diversas propriedades dos microconcretos com metacaulim e SAP. As amostras foram digitalizadas em um sistema de micro – CT de raios – X em alta resolução (Zeiss Xradia Versa 510), o qual gera raios – X com feixes em geometria cônica. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais Digitais da Universidade Federal Fluminense (UFF). Esta técnica utiliza feixes produzidos por um gerador de raios -X acelerado, em direção ao objeto, Figura 3-18 a), onde parte da energia do feixe é absorvida no objeto, e a outra, o atravessa. O detector localizado atrás do objeto de interesse, registra o padrão de radiação não absorvida, e assim, a análise é possível. A tomografia é o seccionamento de um objeto com radiografia, onde este objeto é capturado por diversos ângulos, conforme a Figura 3-18 b), e após isto, ocorre a reconstrução 3D deste objeto através de algoritmos matemáticos, Figura 3-18 c).

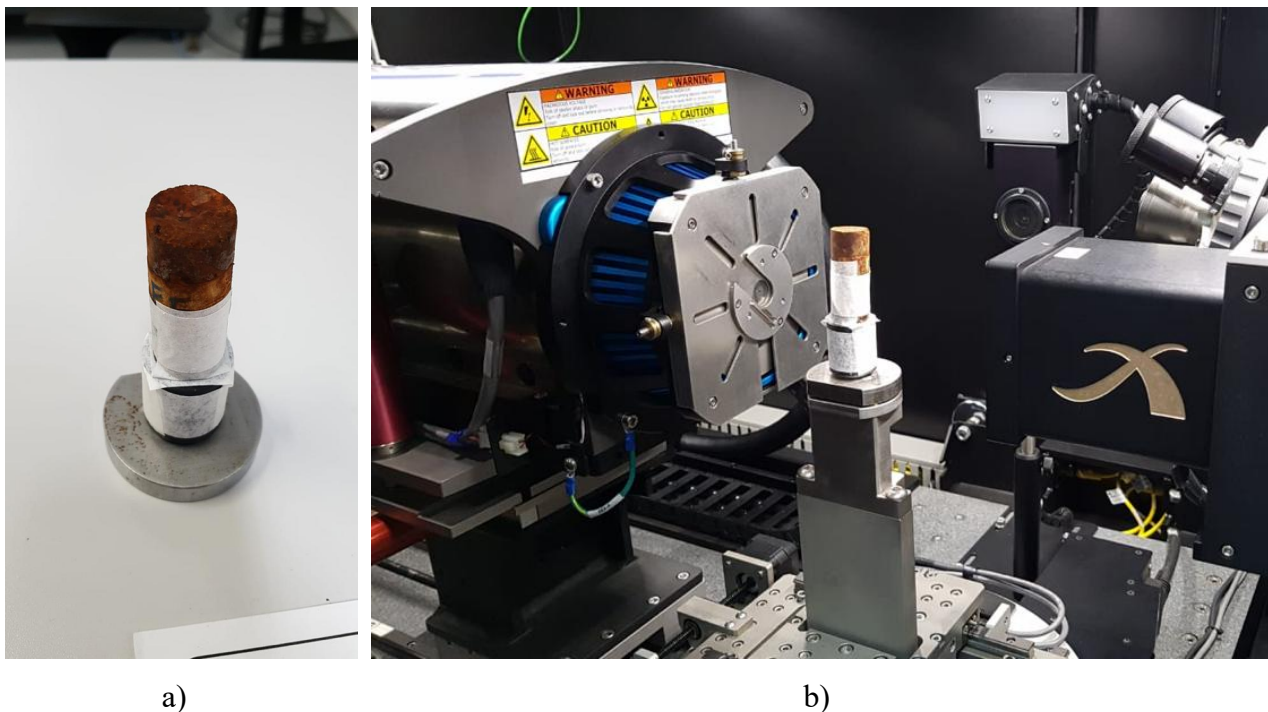
Figura 3-18. Procedimentos para aquisição da reconstrução 3D. a) Incidência dos raios – X na amostra; b) Variação do ângulo de incidência por giro; c) Reconstrução tomográfica da amostra.



Fonte: Pereira et al. (2016)

A aquisição das imagens ocorreu com uma base giratória, onde a amostra permaneceu estável no equipamento, Figura 3-19 a). A fonte permanece estável, e o objeto rotaciona em torno de um eixo, ilustrado, Figura 3-19 b). A partir do conjunto de imagens 2D adquiridas, em escalas de cinza (fatias), é possível formar um objeto digital tridimensional. É importante ressaltar que após a reconstrução 3D, os pixels que faziam parte das fatias 2D são agora tratados por voxels (pixel volumétrico) e a definição prévia do seu valor é de suma importância para a definição do ensaio. A coloração marrom adquirida pelo corpo de prova deveu-se ao método de cura utilizado. Como a amostra foi enviada ao local de ensaio por encomenda, os corpos de prova foram selados em embalagens, com pó de serralheria saturado, desta forma, as amostras permaneceram húmidas até o dia de ensaio.

Figura 3-19. Ensaio com microconcretos no tomógrafo. a) corpo de prova acoplado à base de fixação giratória. b) corpo de prova posicionado no equipamento de aquisição de imagens.



Fonte: Autor (2021).

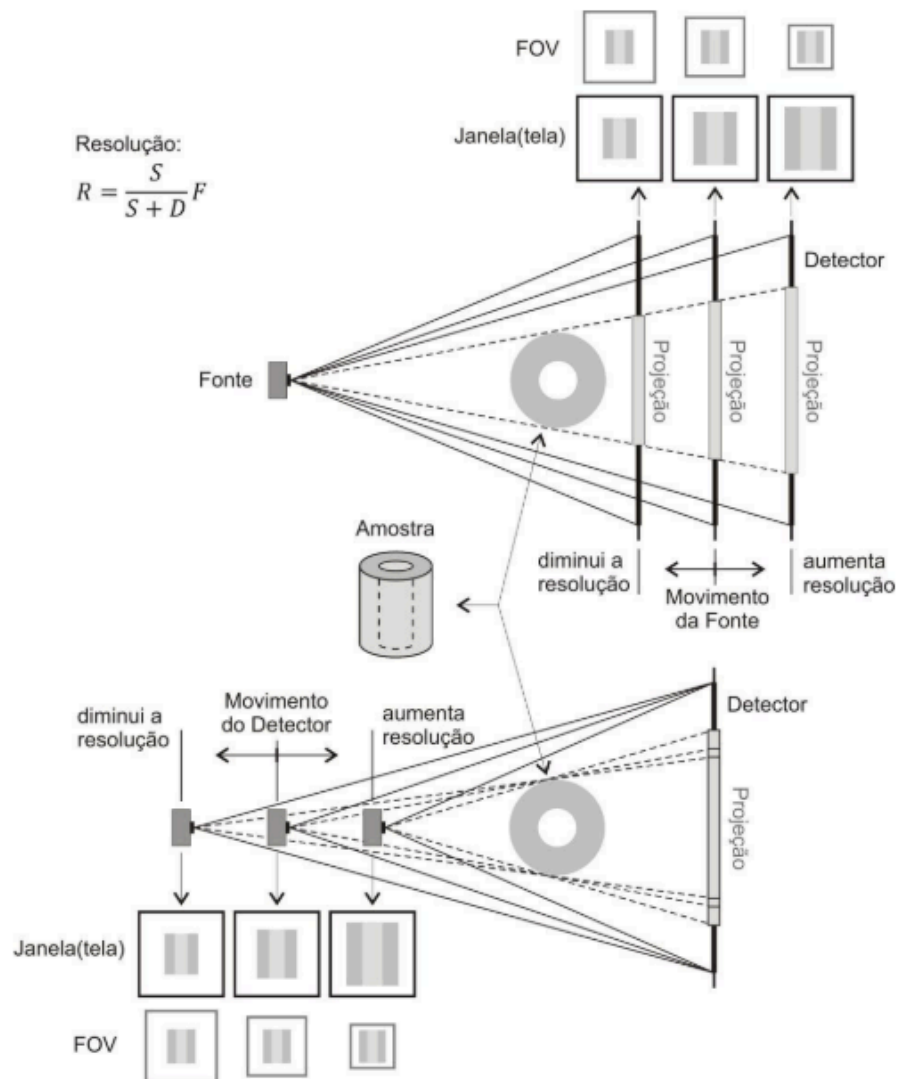
3.4.8 Seleção da resolução das imagens

Um dos itens mais importantes para a definição da resolução das imagens de microtomografia é a distância entre fonte – amostra e entre detector – amostra. A porção da amostra iluminada pela fonte e projetada no detector é denominada Campo de Visão (F) (*Field – of – View*, FOV). Ao mover-se o detector para perto da amostra ou a fonte para longe da amostra, o FOV é aumentado, reduzindo a resolução da imagem, sendo o inverso também verdadeiro. Neste trabalho, a distância entre fonte e amostra (S) foi de 30mm, enquanto a distância entre fonte – detector (D) foi de 177mm. Essas distâncias foram escolhidas baseadas na resolução de voxel escolhida.

Outra opção para um melhor ajuste de voxel da amostra, é o uso de lentes de aumento padronizadas para este tipo de ensaio (PEREIRA *et al.*, 2016). São disponíveis 4 lentes de aumento (0,4X, 4X, 20X e 40X), no caso deste trabalho, a lente escolhida foi a de 0,4X, por experiência dos operadores do equipamento. Sendo assim, foi determinado o quarto parâmetro para ajuste de voxel, que é a razão BIN (ou binning). Este passo consiste no processo de combinar um conjunto de pixels em apenas um

único pixel, com a finalidade de ajuste de imagem. A razão binning escolhida para este trabalho foi a de número 2, portanto, a câmera de luz visível calculou a média entre 4 pixels (matriz de dois pontos), e a determinou em um único pixel. Desta forma, é possível comprimir o peso das imagens de análise. Para o BIN 2 escolhido, tem-se o detector matricial de 1024 x 1024 pixels. A Figura 3-20 permite a visualização desta metodologia.

Figura 3-20. Alterações no FOV das imagens de acordo com a distância Fonte – objeto e Fonte – detector.



Fonte: Pereira et al. (2016)

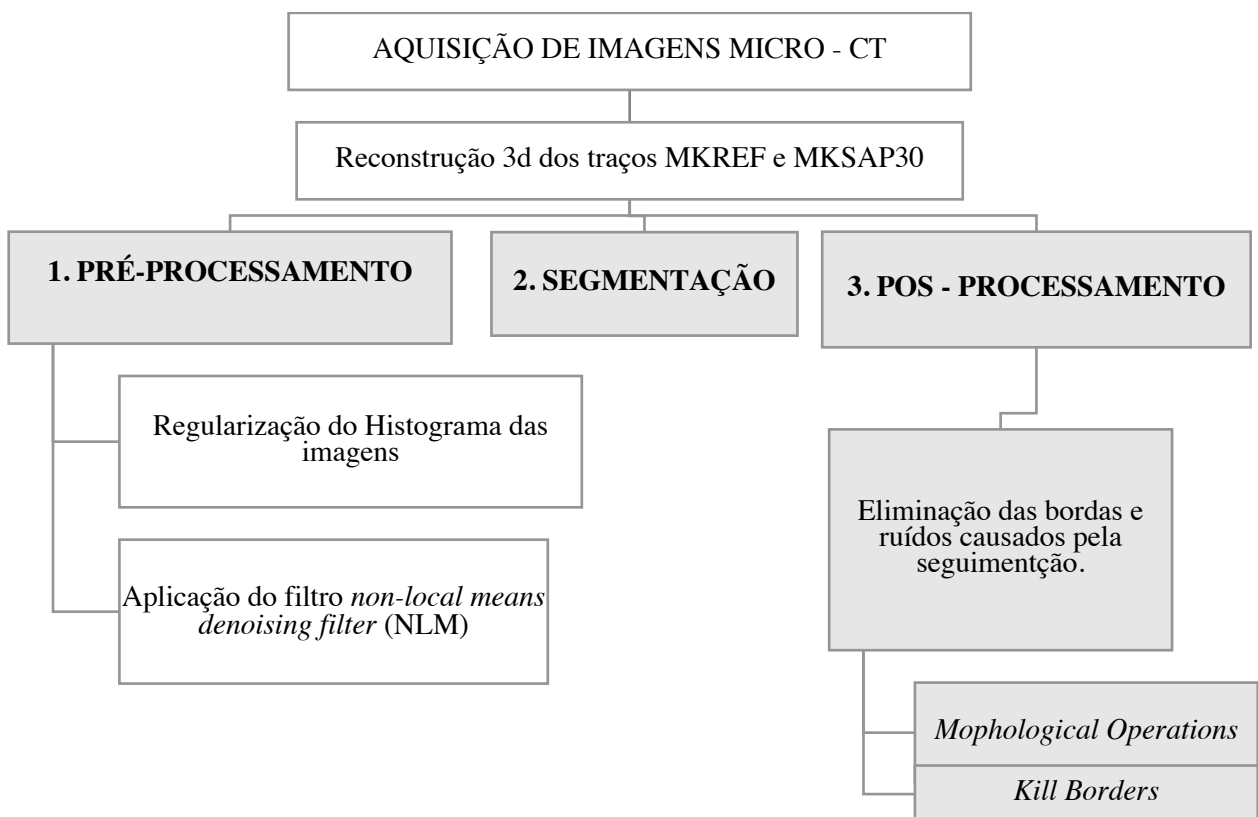
3.4.9 Ajuste dos parâmetros de Digitalização

Esta etapa consistiu na escolha da energia ideal a ser utilizada para atravessar as imagens e aquisição de resultados de forma precisa. Foi necessária a definição da tensão e potência do sistema, com o objetivo de atingir a taxa de transmissão ideal, faixa entre 20 e 35%. Após ajustes iniciais na tensão e definição da mesma, foi possível determinar a energia final de transmissão de 140kV. No total, foram digitalizadas 1024 imagens para cada um dos dois traços escolhidos para o trabalho (MKREF e MKSAP30). Por conta do tamanho da amostra moldada de $\varnothing 2 \times 4 \text{cm}$, foi definido o valor ideal de pixel, sendo este de $10 \mu\text{m}$.

3.4.10 Análise de imagens

O procedimento de análise de imagens foi baseado nos trabalhos de Gomes (2001), Enríquez – León *et al.* (2021) e Aboufoul, Garcia (2017). O fluxo de trabalho se divide em 3 etapas, que podem ser visualizadas na Figura 3-21. Todas as etapas da análise de imagens foram realizadas com o auxílio do software Fiji/ImageJ (SCHINDELIN *et al.* 2012).

Figura 3-21. Fluxograma do processo de análise de imagens tomográficas.

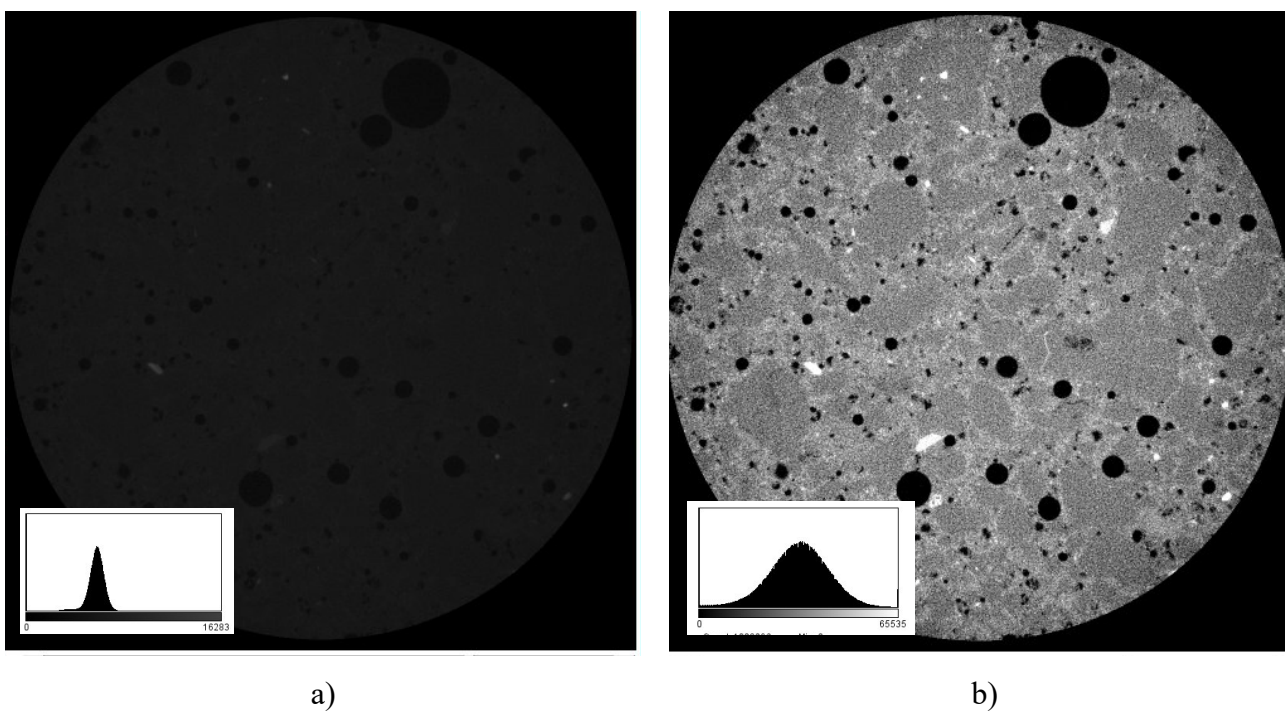


Fonte: Autor (2021).

3.4.11 Pré – Processamento

O software Fiji/ ImageJ foi utilizado como ferramenta para realizar várias etapas deste programa experimental, dentre elas, o pré-processamento das imagens tomográficas. Em primeiro lugar, a equalização dos histogramas foi realizada, com a finalidade de redistribuir a escala de cinzas dos pixels das imagens. Este procedimento é necessário para uma segmentação de imagem mais precisa na segunda etapa do programa experimental. Dessa forma, o percentual de pixels se tornou similar ao longo da escala de cinzas do histograma, tornando-o mais homogêneo, conforme pode ser visto na Figura 3-22.

Figura 3-22. Efeito da regularização de histograma nas imagens. a) Imagem 2D do traço MKSAP30 natural, sem tratamento; b) Imagem 2D do traço MKSAP30 após regularização de histograma.

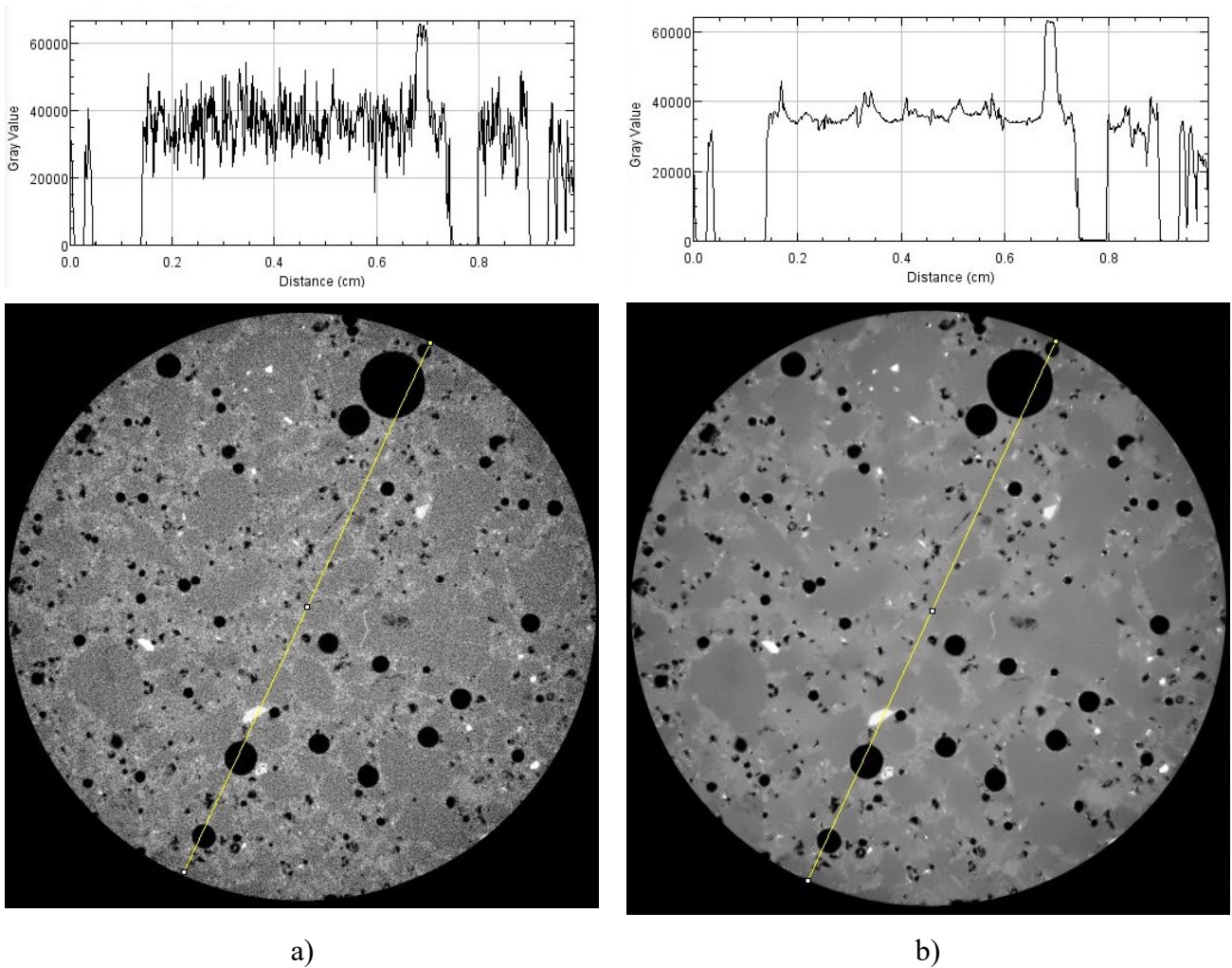


Fonte: Autor (2021)

Foi aplicado um filtro para melhoramento de definição de imagens, com a finalidade de redução de ruídos advindos do processo de aquisição no micro – CT. O filtro conhecido como NML (*Non-local means denoising filter*) é um plug-in feito para Fiji/ ImageJ, que proporciona esta diminuição de ruídos, e foi utilizado com os parâmetros: $\sigma = 22$ e $\text{smoothing factor} = 185$ após alguns testes e baseando-se em referências da literatura (BUADES *et al.* 2011). A Figura 3-23 contém a imagem de microtomografia após ter seu histograma regularizado, e após a aplicação do plug-in NML. É possível verificar uma melhor definição nas imagens, principalmente nos principais objetos de interesse

diferenciados por sua tonalidade de cinza, grãos de cimento anidro (branco), cimento hidratado e agregados (cinza), e vazios (preto).

Figura 3-23. Aplicação do filtro NML nas imagens tomográficas. a) Gráfico e imagem dos valores de cinza ao longo de uma reta traçada no corpo de prova. b) Gráfico e imagem dos valores de cinza ao longo de uma reta traçada ao longo do corpo de prova após o tratamento.



Fonte: Autor (2021).

3.4.12 Segmentação

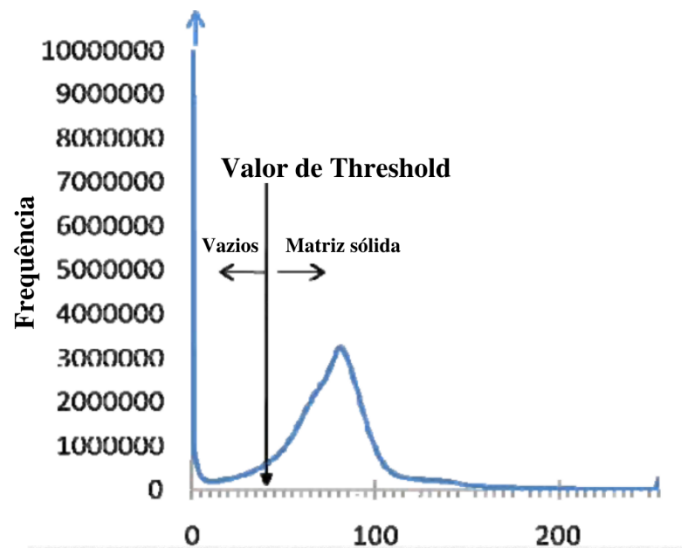
O método de segmentação de imagens escolhido para este trabalho, foi através da ferramenta Threshold (TH) do software Fiji/ImageJ. Esta ferramenta consiste em modificar a escala de cinzas da imagem em questão, seccionando regiões de interesse. Na prática, um certo valor TH é selecionado, e então, a imagem é binarizada em preto e branco. O valor TH depende da experiência do operador, e da amostra que se está analisando. Através desta ferramenta, foi possível separar das imagens três fases distintas: vazios, argamassa e cimento anidro.

Este tipo de segmentação, dentre outros métodos que existem atualmente para esta finalidade, foi escolhido baseando-se em pesquisas científicas como Enríquez-León *et al.* (2021) e Matanna, Pereira e Costa (2014), os quais o utilizam para determinar propriedades similares às desta pesquisa.

Primeiramente, as imagens foram convertidas de 32 para 8 Bits, com a finalidade de facilitar o processo de separação dos itens da imagem pelo processo de segmentação. Na conversão em 8 Bits, a escala de cinzas da imagem é reduzida para a faixa de 0 a 255, o que na prática, auxilia na determinação da faixa que se vai escolher para cada uma das regiões de interesse dos elementos de análise.

Segundo Pomentilla e Sugiyama (2010), é possível estimar os valores de TH para a segmentação, encontrando no gráfico do histograma o pico de tons de cinza da imagem, e dividindo este valor em duas partes iguais. O mesmo se repete para a faixa de brancos da imagem (representando os grãos de cimento anidro). A faixa intermediária remanescente está relacionada à argamassa da amostra, contendo pasta de cimento e grãos de agregado. O método utilizado para segmentação com *Threshold* e análise de histograma destes autores pode ser visualizado na Figura 3-24.

Figura 3-24. Método de escolha de região de segmentação através da ferramenta Threshold.

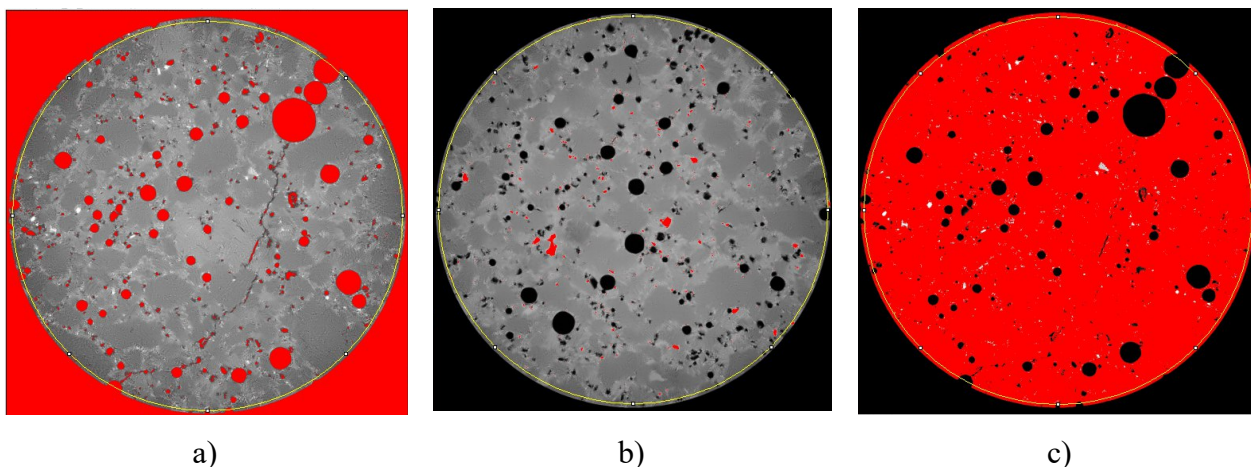


Fonte: Adaptado de Pomentilla e Sugiyama (2010).

Após realizar-se as verificações de regiões de interesse, e após também alguns ajustes pós inspeção visual do operador do programa, foi possível obter o valor de 55 TH para os vazios, Figura 3-25 a), e

185 para determinar os grãos de cimento anidro Figura 3-25 b). A faixa compreendida entre 55 e 185 representa os tons de cinza, determinando a argamassa dos traços, Figura 3-25 c).

Figura 3-25. Método TH aplicado às imagens microtomográficas. A cor vermelha representa a região seccionada da amostra para cada situação. a) Vazios; b) Cimento anidro; c) Argamassa.



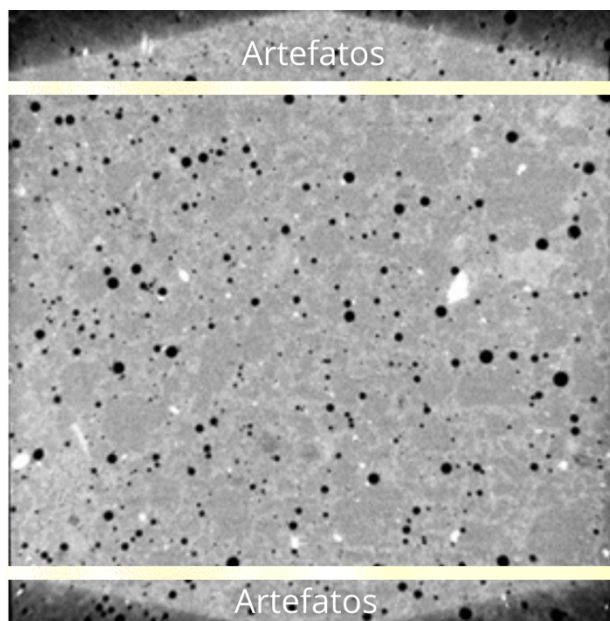
Autor (2021).

3.4.13 Pós – processamento

Esta etapa consistiu em ajustar pequenos ruídos nas imagens já segmentadas, causadas pelo próprio processo de segmentação. Para esta finalidade, foram utilizados os plug-ins Kill Borders e Morphological Operations (MOP). Dentro de MOP, os parâmetros utilizados foram: erosion ($r = 1$), dilation ($r = 1$), geodesic reconstruction (dilation e connectivity = 4) (LEGLAND *et al.* 2016), e despeckle 3D (AUGUSTO, PACIORNIK, 2018).

Após a etapa de segmentação e pós processamento, foi possível analisar separadamente cada um dos elementos que constituem os tons de cinza da imagem. Com o auxílio do software Fiji/imageJ, foi possível a renderização 3D de cada uma das 822 fatias. No início do processo, 1024 imagens foram adquiridas de cada uma das amostras de microconcreto, porém, a retirada de parte das faixas do topo e da base da amostra são necessárias para a redução de ruídos deixados nela pelo processo de aquisição. Esses ruídos são chamados de artefatos, e são causados pelo ângulo de incidência dos raios $-x$ no microtomógrafo. Em outras palavras, os feixes incidem em formato cônico nas amostras, parte das aquisições é prejudicada, necessitando descarte destas imagens 2D. Os artefatos nas imagens podem ser visualizados na Figura 3-26.

Figura 3-26. Faixa de análise real da imagem visualizada no eixo vertical do corpo de prova. Demonstração da região de artefatos



Fonte: Autor (2021).

3.1.1 Extração de propriedades das imagens de microtomografia de raios – X.

Depois de pós processadas, as imagens de Micro – CT foram analisadas seguindo a metodologia de Aboufoul e Garcia (2017), e assim, as propriedades contidas na Tabela 3-11 foram obtidas para cada um dos traços. Estas propriedades foram extraídas utilizando plug-ins produzidos por terceiros, no software Fiji/ imageJ.

Tabela 3-11. Propriedades obtidas através da análise de imagens.

Traços	Idade de ensaio	Propriedades obtidas
MKREF	7 dias	Cimento Anidro (%)
		Argamassa (%)
		Porosidade (%)
		Diâmetro médio dos poros (μm)
		Conectividade dos poros (N° de Euler)
MKSAP30		Volume do maior poro (μm^3)
		N° de percolação dos poros
		Tortuosidade dos poros
	Distribuição de tamanho de poros	

Fonte: Autor (2021).

As características dos macroporos quantificadas com o auxílio das imagens microtomográficas, utilizando o software Fiji/ imageJ, incluem percentual de cimento anidro, percentual de argamassa, porosidade, diâmetro médio dos poros, conectividade (relacionada com o número de Euler), volume do maior poro encontrado na região de interesse (ROI), n° de percolação dos poros, Tortuosidade e distribuição de tamanho de poros. A porosidade foi calculada como o volume de poros por unidade de uma certa região de interesse, utilizando ferramentas básicas contidas no programa. O diâmetro médio dos poros foi calculado utilizando um algoritmo contido em um *plug-in* do Fiji/imageJ conhecido como “Particle Analyser” (KUTAY *et al.* 2007), que utiliza como base de cálculo a Equação 3 - 4:

$$Avd = \frac{\sum_{i=1}^n d_i V_i}{\sum_{i=1}^n V_i} \quad (\text{Equação 3-3})$$

Sendo:

Avd é o diâmetro médio dos poros

d_i e V_i são o diâmetro e o volume de cada poro contido na região de interesse (ROI)

A conectividade da rede porosa pode ser expressada em função do Número de Euler (x), o qual é uma função do número de vazios isolados (N), do número de conexões redundantes ao longo dos vazios conectados (C) e do número de cavidades completamente confinadas dentro da ROI. Quando o n° de Euler é negativo, existem indícios de que os poros de uma determinada amostra são percoláveis (ROMERO, 2012; VOGEL, 1997; VOGEL e ROTH, 2001). Baseando-se em Doube e Klosowski (2010), foi possível determinar o n° de Euler das amostras através do *plug-in* Bone J, no software Fiji/ imageJ. O valor do n° de Euler, dentro do *plug-in*, foi determinado conforme a Equação 3-5. abaixo.

$$x = N - C + H \quad (\text{Equação 3-4})$$

A tortuosidade dos poros foi calculada com o auxílio do *plug in* criado por Roque, Costa (2020), denominado “Tortuosity”. Este *plug in* utiliza um algoritmo chamado pelos autores de “GR algorithm”. O GR consiste essencialmente em considerar uma imagem 2D ou 3D de uma estrutura de meio poroso e uma direção de referência, digamos a direção z positiva, rotulada. A estrutura da

imagem é varrida por um plano normal para o caso 3D (ou por uma linha para uma imagem 2D) na direção e, pelo algoritmo de reconstrução geométrica, a distância geodésica (L_G) da rede de poros / grãos é calculada. A distância euclidiana (L_E) corresponde ao número do corte obtido ao longo da varredura paralela dos planos de referência. A tortuosidade (τ) é calculada utilizando estes dois resultados, calculados pelo plug in, conforme a Equação 3-6.

$$\tau = \frac{L_G}{L_E} \quad (\text{Equação 3-5})$$

Como forma de análise das diferenças distribuição de diâmetros porosos entre os dois traços, com e sem polímero superabsorvente, foi feita uma verificação utilizando o software, Fiji/ ImageJ, com o plugin *Xlab – Particle size distribution* (MUNCH *et al.*, 2006; MUNCH, HOULZER, 2008). A partir deste *plug in*, foi possível determinar as faixas porosas e suas frequências nas amostras.

3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As análises estatísticas desta pesquisa foram realizadas utilizando a análise de variância (ANOVA), a qual identifica se as médias de resultados diferem umas das outras de forma significativa. Este método visa avaliar se a variável independente teve influência significativa sobre as variáveis de controle. Nesta análise, o Valor –p (probabilidade significativa) corresponde ao nível de significância α , que foi estabelecida para esse trabalho como 0,05, possuindo nível de confiança de 95%. Ao realizar-se a análise estatística, quando o Valor – p é menor que 0,05, considera-se que o houve efeito significativo sobre a variável dependente, que para o caso deste trabalho, foi o teor de polímero superabsorvente utilizado nos traços. Caso o Valor – p fosse menor ou igual a 0,05, o efeito da variável independente não foi considerável significativo. As tabelas de análise ANOVA estão expostas no Apêndice A.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

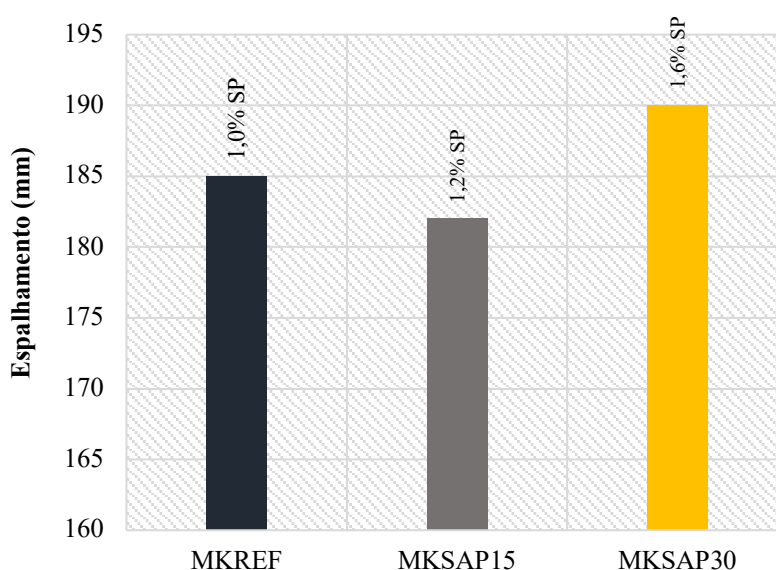
Neste capítulo, serão avaliados os efeitos sinérgicos do polímero superabsorvente e do metacaulim nas propriedades no estado fresco, propriedades mecânicas, retração autógena e microestrutura em função da hidratação e da porosidade dos microconcretos de alta resistência.

4.1 PROPRIEDADES NO ESTADO FRESCO

4.1.1 Consistência

Os valores de espalhamento para análise de consistência no estado fresco foram verificados através do ensaio relatado na norma DIN 18555-2 (1982). Este ensaio é executado sem golpes na mesa, mantendo-se o intervalo estipulado para este trabalho de 190 ± 10 mm para todas as misturas. Para que fosse mantida a consistência desejada entre os traços, o teor de superplastificante utilizado nas misturas não foi fixado, portanto, para cada traço, foi determinado um teor de superplastificante diferente. Os resultados das determinações de espalhamento podem ser visualizados na Figura 4-1. Vale ressaltar que a quantidade total de água de todos os traços foi a mesma, portanto, a diferença no teor de superplastificante de um traço para o outro foi proporcionada pela absorção de parte da água de amassamento inicial dos traços pelo polímero superabsorvente, e também pelo aumento de finos relativa à adição do polímero.

Figura 4-1. Resultados de consistência pelo ensaio de espalhamento DIN 18555-2 (1982)



Fonte: Autor (2021).

Os resultados apontam para um aumento na necessidade de superplastificante nas misturas, como era esperado, pelo método de utilização do SAP escolhido para este estudo. Uma maior quantidade de SAP utilizada demanda mais água de amassamento, devido sua absorção nos primeiros instantes, já que não há água extra no traço, esta diferença é compensada pelo aumento do teor de superplastificante. Esta diferença pode ser constatada com o aumento em 0,6% de superplastificante para o traço MKSAP30, em comparação ao traço de referência MKREF, relativos a adição de 0,3% de polímero superabsorvente.

De acordo com Suarez (2015), que utilizou um traço próximo ao utilizado nesta pesquisa, trocando apenas o metacaulim por sílica ativa, foi possível observar um teor de superplastificante de 1,65% e 1,85% para um concreto de relação a/c de 0,35, para os traços REF e com 0,2% de SAP, respectivamente. Quando comparados aos resultados apresentados aqui, de 1% e 1,6% para os traços MKREF e MKSAP30, respectivamente, é nítida a diminuição da demanda por superplastificante quando o SAP é introduzido na mistura sem água extra, já que a autora utilizou como método de incorporação do SAP na mistura a adição de água de cura extra. A diminuição da demanda de superplastificante nesta pesquisa em relação a Suarez (2015), evidencia que o método escolhido de adicionar o SAP seco, misturado ao cimento, sem água de cura interna no traço, provoca leve diminuição da absorção do polímero.

Um ponto interessante a ser discutido é que mesmo o traço de referência sem SAP de Suarez (2015) apresentou maior demanda de superplastificante que o traço MKREF desta pesquisa. A diferença entre estes traços está justamente no material cimentício suplementar utilizado. Nesta pesquisa, foi utilizado metacaulim ao invés de sílica ativa, o que pode resultar em uma diminuição na demanda de superplastificante. Autores como Ding e Li (2002) evidenciam aumento de trabalhabilidade em misturas com metacaulim, comparando-as com misturas com sílica ativa, mantendo-se as mesmas proporções, de 5, 10 e 15%, e com relações a/c de 0,35, similares às deste trabalho.

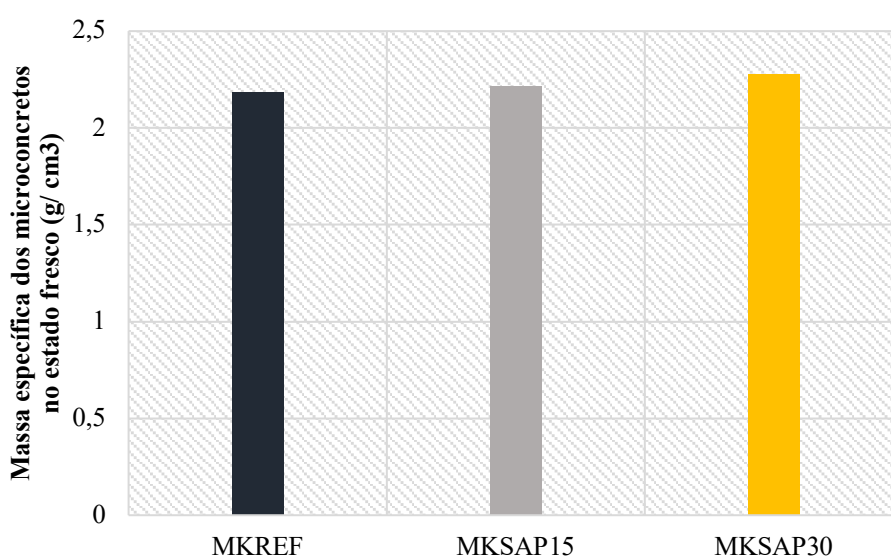
A respeito da dosagem de aditivo superplastificante utilizada para as misturas MKSAP15 e MKSAP30, com o aumento do teor de finos destas misturas, em conjunto com a diminuição de água de amassamento na etapa de mistura do traço, houve aumento além do recomendado pelo fabricante, que é de 0,8%. Este aumento era esperado, pelo conjunto de fatores que levam os concretos a apresentar menor fluidez, porém, é importante considerar que os limites considerados pelo fabricante

dizem respeito a concretos convencionais, e não concretos com relações a/c baixas. A utilização da relação a/c de 0,35, considerada baixa, também contribuiu para uma alta demanda aditivo superplastificante.

4.1.2 Massa específica

A densidade no estado fresco foi feita baseando-se na Norma ABNT NBR 13278 (2005), que consiste na medição da massa do microconcreto e o volume dessa massa necessário para que seja preenchido um recipiente com volume conhecido. Os resultados de densidade estão apresentados na Figura 4-2.

Figura 4-2. Resultados de massa específica dos microconcretos.



Fonte: Autor (2021)

Os valores de massa específica foram de 2,18 g/cm³ para o traço MKREF, 2,21 g/cm³ para MKSAP15 e 2,28 g/cm³ para MKSAP30. Em confronto aos resultados observados por Manzano (2016) e Suarez (2015), onde a incorporação do polímero SAP proporcionou diminuição da massa específica das amostras, os resultados desta pesquisa demonstram que a incorporação de SAP aumentou a massa específica dos traços em que foi utilizada. A diminuição da densidade quando o polímero foi incorporado também foi demonstrada por Santos (2016). Os autores citados realizaram seus experimentos utilizando água de cura extra para compensar a absorção do polímero superabsorvente, enquanto nesta pesquisa não foi utilizada água extra nas misturas contendo SAP.

A ausência de água extra nos traços apresentados é o fator determinante para as diferenças de resultados entre os trabalhos dos autores predecessores e esta pesquisa. Apesar de haver aumento de

teores de ar aprisionado nos concretos em que o polímero superabsorvente é utilizado, observado também por Mechtcherine *et al.* (2013a), a padronização de um a/c total para todos os traços, realizado nesta pesquisa, faz com que os fatores que influenciem nos resultados de massa específica sejam principalmente o teor de SAP e a quantidade de superplastificante utilizada.

Como já observado por diversos autores, o polímero superabsorvente aumenta a incorporação de ar e proporciona menores valores de massa específica, porém, este efeito foi sobrepujado por uma maior demanda de superplastificante nas misturas, o que ocasionou aumento de massa específica nos traços, conforme o teor de polímero aumentou.

Nas análises de variância, o valor $-p$ para os resultados de MKREF e MKSAP15 foi de 0,03, e para os resultados de MKREF e MKSAP30 foi de 0,001. Ambos os resultados ficaram abaixo do valor de p de 0,05, o que indica que houve influência significativa das variáveis nos resultados. As tabelas de resultados estatísticos completas, juntamente com os resultados individuais de cada traço estão contidas no Apêndice A.

4.2 PROPRIEDADES NO ESTADO ENDURECIDO

4.2.1 Resistência a compressão em cilindros

Os resultados médios de resistência à compressão em cilindros estão dispostos na Tabela 4-1. Os resultados foram adquiridos de corpos de prova em 3, 7 e 28 dias. Esta tabela também contempla o desvio absoluto das amostras em relação aos resultados médios dos corpos de prova para cada traço, em MPa. Além disso, está disposto a porcentagem de incremento de resistência em relação à mistura de referência. Nesta etapa, todos os desvios permaneceram abaixo de 6%, como recomenda a norma ABNT NBR 7215 (1996).

Tabela 4-1. Resultados de resistência à compressão em corpos de prova 50x100mm dos traços MKREF MKSAP15 e MKSAP30, em 3, 7 e 28 dias.

TRAÇOS	3 dias			7 dias			28 dias		
	Resistência (Mpa)	Desvio Absoluto (Mpa)	% em relação a REF	Resistência (Mpa)	Desvio Absoluto (Mpa)	% em relação a REF	Resistência (Mpa)	Desvio Absoluto (Mpa)	% em relação a REF
MKREF	55,2	2,4	100%	61,3	1,7	100%	71,1	2,1	100%
MKSAP15	57,5	3,4	104%	75,2	2,9	122%	84,4	4,8	118%
MKSAP30	67,3	2,6	121%	79,6	1,5	129%	98,2	2,4	137%

Fonte: Autor (2021).

A partir dos resultados, é possível afirmar que o polímero superabsorvente, utilizado com o mesmo a/c total para todas as misturas, tem efeito de incremento na resistência à compressão. Aos 3 dias, os traços atingiram valores médios de 55,2, 57,5 e 67,3 MPa, para MKREF, MKSAP15 e MKSAP30, respectivamente. O resultado MKSAP15 apresentou aumento de 4% em relação a MKREF, e o traço MKSAP30 apresentou aumento de 21% em relação à referência. Pode-se concluir então que, para 3 dias, o teor de SAP é proporcional ao ganho de resistência, ao passo que o teor de 0,15% de polímero proporcionou um menor incremento em relação à referência do que o teor de 0,30%, detentor do maior ganho.

Ao visualizar os resultados para 7 dias, é perceptível que o teor de SAP de 0,15% teve forte atuação sobre as propriedades mecânicas, resultando em 22% de incremento comparado com o traço de referência. O traço MKSAP30 apresentou valor de incremento de 29% em relação a referência. Contudo, é possível observar que o traço MKSAP30 apresentou maior aceleração na taxa de incremento de resistência aos 3 dias, ao passo que o traço MKSAP15 apresentou maior taxa de incremento aos 7 dias.

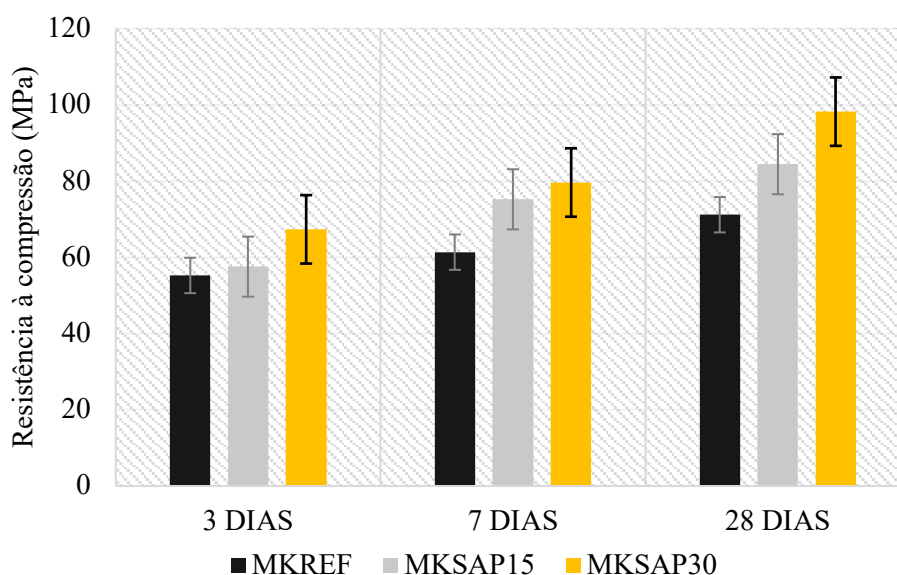
A adição de 0,30% de polímero superabsorvente nos microconcretos proporciona uma maior absorção de água no início do processo de hidratação, bem como demanda de um maior quantitativo de aditivo superplastificante utilizado em relação aos traços MKREF e MKSAP15. Isto significa que o microconcreto MKSAP30 possui uma menor relação a/c inicial na hidratação, proporcionando maiores resistências nas primeiras idades. Além disso, com maiores quantidades de água aprisionadas no SAP, a concentração iônica da pasta de cimento se modifica, acelerando o processo de dessorção do SAP. Este efeito foi observado por Wang *et al.* (2015), que afirmam que nas primeiras idades, a

dessorção do polímero SAP é governada pela concentração iônica interna, ou seja, quanto maior é a pressão osmótica, maior será a liberação de água nesse momento.

Aos 7 dias, o traço MKSAP15 demonstrou maior taxa de incremento em relação a MKREF do que o traço MKSAP30. A pressão osmótica do traço MKSAP15 é menor, sobretudo nas primeiras, devido à menor quantidade de SAP adicionada, que reduz também a quantidade de água absorvida no início do processo de absorção, e reduz ainda o teor de superplastificante necessário. Estes efeitos refletem em uma dessorção mais lenta neste traço, sendo evidenciado pelo seu ganho de resistência tardio em relação ao traço MKSAP30.

Os resultados para 28 dias de ensaio, demonstram que ambos teores de SAP apresentaram boa sinergia com o metacaulim, e com o modo de utilização do SAP sem água de cura extra. Houve incremento de 18% na resistência para o traço MKSAP15 e 37% para o traço MKSAP30. É importante ressaltar que pôde se estabelecer uma correlação entre os teores de SAP utilizados, já que nos concretos onde se utilizou 0,30% de polímero superabsorvente, ouve o dobro de incremento de resistência comparado ao microconcreto com 0,15% de SAP. Os ganhos de resistência podem ser visualizados na Figura 4-3.

Figura 4-3. Resultados de resistência à compressão em cilindros



Fonte: Autor (2021).

Os ganhos de resistência observados para todos os teores de polímero superabsorvente escolhidos, e para todas as idades, podem ser explicados pelo refinamento da estrutura porosa provocado pela otimização no processo de hidratação dos concretos com SAP. Além disso, apesar de já ter sido comprovado por diversos autores que os macroporos remanescentes da utilização do SAP nas misturas podem prejudicar suas propriedades mecânicas, é importante ressaltar que no caso desta pesquisa, foi utilizada a mesma relação a/c total para todos os concretos.

Ainda que as taxas de absorção no início do processo de hidratação sejam diferentes, causando diferenças no incremento de resistência dependendo do teor de SAP utilizado nas primeiras idades, aos 28 dias houve equilíbrio dos incrementos de resistência, demonstrando que, para um mesmo a/c total, o polímero é capaz de proporcionar ganhos de propriedades mecânicas em todas as idades analisadas. Ouve absorção de parte da água de amassamento dos concretos pelo SAP no início da mistura.

É importante ressaltar também que, na grande maioria das pesquisas realizadas até agora utilizando SAP, o material cimentício suplementar utilizado foi a sílica ativa. Nos traços desta pesquisa, o metacaulim pode proporcionar maior reatividade e atividade pozolânica nas misturas, demonstrando boa sinergia com o polímero SAP. Os resultados de resistência à compressão aos 28 dias, para um a/c 0,35 foram maiores do que pesquisas com sílica ativa, para o mesmo a/c, como o exemplo de Suarez (2015), evidenciando uma boa atividade sinérgica entre polímero superabsorvente e metacaulim.

O trabalho de Mohanraj e Senthilkuma (2021), uma das poucas pesquisas atuais que avaliam o efeito sinérgico do polímero SAP com o metacaulim, evidenciou que a adição de 0,3% de polímero em concretos com 20% de substituição de cimento por metacaulim, é capaz de aumentar as resistências dos microconcretos em 3,66%. Este resultado foi obtido ainda, utilizando a técnica de pré-absorção do polímero superabsorvente antes da mistura com os demais materiais, utilizando água extra de cura, aumentando o a/c total do traço. Estes resultados comprovam a ação benéfica do metacaulim e polímero superabsorvente sendo utilizados em conjunto, evidenciados nesta pesquisa.

Nos resultados de análise estatística para a resistência à compressão em cilindros, o valor de p para todas as idades comparando-se os traços foi menor que 0,05, com exceção da análise ANOVA comparando os traços MKREF e MKSAP15 para os 3 dias, que foi de 0,39. Estes resultados

corroboram com as discussões realizadas, e evidenciam que aos 3 dias, o traço com 0,15% de polímero gerou ganhos menos significativos de resistência. Os valores de p encontrados podem ser visualizados no Apêndice A desta dissertação.

4.2.2 Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade foi avaliado em três corpos de prova cilíndricos de 10 cm x 20 cm na idade de 28 dias. A dispersão máxima dos resultados não foi superior a 5%, atendendo assim ao disposto na norma NBR 8522 (2008). Os resultados médios de módulo para os três traços de microconcreto estão dispostos na Tabela 4-4, bem como a diferença percentual de incremento de módulo em relação ao traço de referência, e seus respectivos desvios.

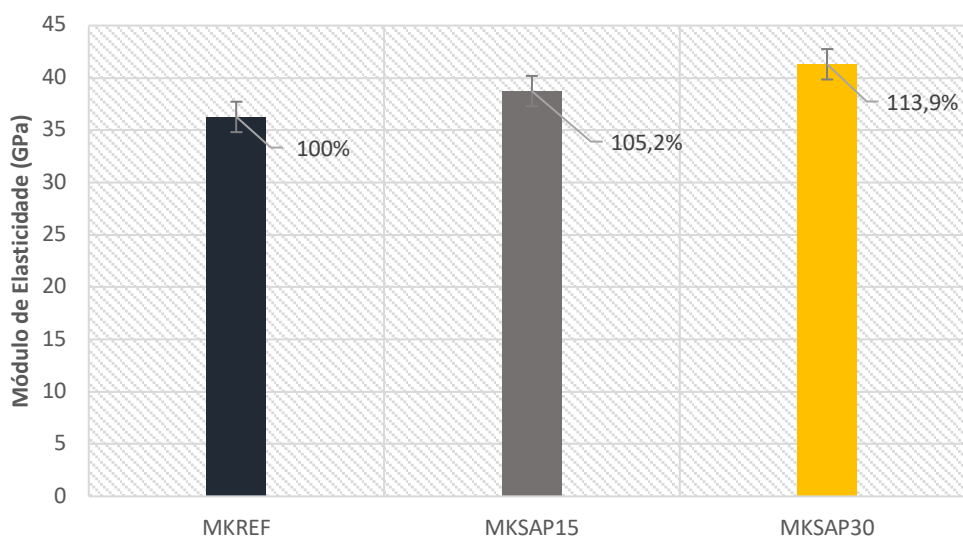
Tabela 4-2. Resultados de módulo de elasticidade aos 28 dias.

TRAÇOS	Módulo de Elasticidade (GPa)	Desvio Absoluto (Mpa)	% em relação a REF
MKREF	36,26	2,9	100%
MKSAP15	38,73	4,7	105%
MKSAP30	41,3	3,7	114%

Fonte: Autor (2021).

Os resultados apresentados foram submetidos à análise de variância estatística. O valor de p para os traços MKREF e MKSAP15 foi de 0,48, enquanto para MKREF e MKSAP30 foi de 0,13. Os valores obtidos na análise estatística permitem afirmar que nenhum dos dois teores de polímero superabsorvente foi significativo para os resultados de módulo de elasticidade. A Figura 4-4 permite a visualização gráfica dos resultados.

Figura 4-4. Resultados de módulo de elasticidade dos microconcretos aos 28 dias.



Fonte: Autor (2021).

Novamente, corroborando com os demais resultados de compressão, houve menor acréscimo no módulo de elasticidade dos microconcretos do traço MKSAP15 quando comparado ao traço MKSAP30. O traço com 0,15% de SAP foi capaz de incrementar o módulo de elasticidade em 5,2%, enquanto 0,30% de SAP incrementou o resultado em 13,9%. Apesar de a análise estatística revelar que os incrementos apresentados não são significativos para os resultados de módulo, é possível observar que o comportamento dos microconcretos com polímero superabsorvente foi semelhante ao apresentado nos resultados de compressão. Os resultados demonstram ainda boa sinergia entre metacaulim e polímero superabsorvente, uma vez que não houve, em nenhum dos casos, prejuízo de propriedades mecânicas no estado endurecido, incluindo o ensaio de módulo de elasticidade.

É de conhecimento, que existe correlação da porosidade dos microconcretos com seus resultados de módulos de elasticidade, de forma que, quanto maior a porosidade, menor o módulo de elasticidade, e vice-versa. Esperava-se, portanto, que os resultados de módulo para os concretos com polímeros superabsorventes fossem menores do que os microconcretos sem SAP, porém, o contrário ocorreu, e houve leve aumento de módulo, corroborando com os resultados de resistência apresentados em capítulos anteriores.

Resultados similares foram obtidos por Agostinho (2021), a qual verificou o desenvolvimento de módulo de elasticidade em 3, 7 e 28 dias, e observou que ao fim do ensaio, houve leve incremento de

módulo para as pastas de seu trabalho com 0,15% e 0,30% de polímero superabsorvente. Vale ressaltar que esta pesquisadora não utilizou água de cura extra para o SAP, corroborando para o fato de que a forma de incorporação do polímero superabsorvente e o equilíbrio das relações a/c nos traços é primordial para bons resultados de propriedades mecânicas. Resultados similares também foram obtidos por Mendes e Azambuja (2019).

Kovler e Jensen (2007) pontuam que em idades menos avançadas, grande parte dos trabalhos relata menores valores de módulo de elasticidade quando comparados concretos com SAP em relação a suas referências, sem o polímero. Em idades avançadas, algumas publicações demonstram resistências superiores nos concretos com polímero, fato este que pode ser relacionado a melhoria na hidratação dos concretos devido à presença do polímero superabsorvente.

Nas primeiras idades, o fator de porosidade elevada proporcionada pelos polímeros, juntamente com o aumento da umidade interna, pode provocar diminuição de resistência. Segundo Ma *et al.* (2017), para medições de módulo de elasticidade acima dos 28 dias, a área de pasta de cimento próxima aos poros deixados pelo polímero SAP é beneficiada pela dessorção do polímero, causando incremento de módulo, sobrepujando a deficiência causada pelo aumento da porosidade.

4.3 RETRAÇÃO AUTÓGENA

Logo após a selagem dos corpos de prova, e ao fim dos 28 dias de ensaio, foram realizadas determinações de massa do corpo de prova para avaliar a perda de massa de água, com a finalidade de investigar se o fenômeno medido se caracterizava por ser eminentemente autógeno. A retração térmica foi desprezada devido às dimensões reduzidas dos corpos de prova, conforme observações de Silva (2007), Lopes (2011) e Manzano *et al.* (2014).

O parâmetro balizador para a perda de água aceitável nos traços foi de 2% no máximo (SILVA, 2007) em relação às medições iniciais. O cálculo foi feito levando-se em consideração o volume dos corpos de prova e a quantidade de água adicionada por litro de concreto. Os resultados de perda de massa estão dispostos na Tabela 4-3.

Tabela 4-3. Resultados de perda de massa dos corpos de prova de microconcreto após a medição final aos 28 dias

Traço	Perda de massa média (%)
MKREF	0,52%
MKSAP15	1,03%
MKSAP30	0,58%

Fonte: Autor (2021).

Considerando o resultado obtido, todos os corpos de prova apresentaram perda de água dentro do limite para que o fenômeno fosse considerado autógeno. Portanto, considera-se que houve bom isolamento dos corpos de prova.

4.3.1 Avaliação empírica de tempo zero

Uma avaliação empírica foi proposta com o auxílio de dois corpos de prova extra, posicionados ao lado dos demais, com a mesma amostra de concreto do traço em questão. A análise empírica do tempo zero das amostras deste trabalho foi feita utilizando-se uma haste metálica, a qual era utilizada para avaliar a consistência dos microconcretos com frequência de 10 minutos, até que fosse alcançada consistência suficiente para acoplar os relógios comparadores aos pinos, sem que estes se movimentassem no interior da amostra. A medição de retração autógena foi realizada a partir do momento de indicação de consistência da peça pela avaliação empírica do tempo zero para cada uma das amostras. Na Tabela 4-4 estão dispostos os tempos para obtenção de consistência para cada um dos traços desta pesquisa.

Tabela 4-4. Resultados da análise empírica do tempo zero para os microconcretos com polímero SAP e metacaulim.

Traços de microconcreto		
MKREF	MKSAP15	MKSAP30
04:00 (240 minutos)	04:50 (290 minutos)	05:10 (310 minutos)

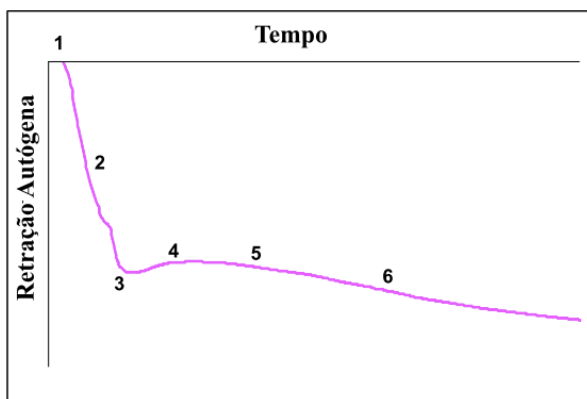
Fonte: Autor (2021)

É importante ressaltar que o tempo zero avaliado empiricamente não foi uma tentativa de proposição de ensaio para esta determinação, e pode não condizer exatamente com o momento da formação do patamar de percolação nos microconcretos. Esta verificação visava somente avaliar se a mistura já apresentava enrijecimento suficiente para suportar as forças exercidas pelo relógio comparador, nos

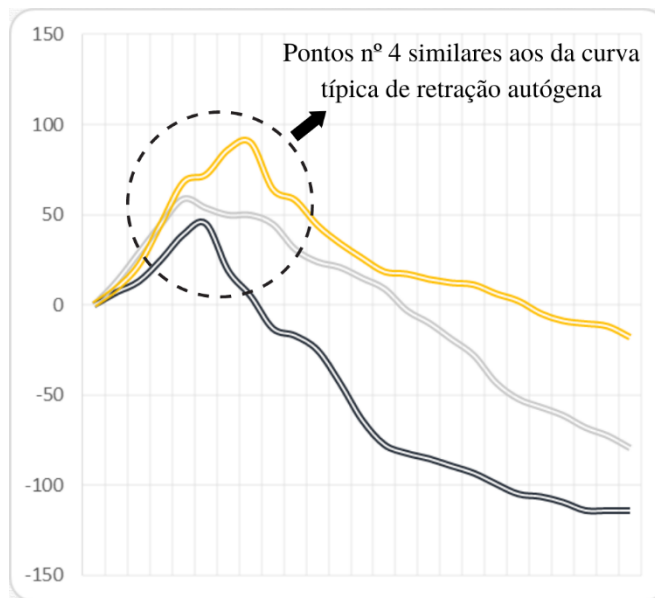
pinos retração, de forma a não prejudicar os resultados dos ensaios de retração autógena. O tempo zero mais precisamente estaria localizado no ponto 3 da curva de retração, no momento de inflexão, conforme observado por Gonçalves e Bittencourt (2010). Através da Figura 4-5 a), a localização estimada dos pontos citados por Gonçalves e Bittencourt (2010) onde se localiza o tempo zero pôde ser visualizada.

Com a Figura 4-5 b), é possível visualizar os resultados até 3 dias dos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP 30 e assim pode-se inferir que para todos os traços realizados, o início das medições ocorreu como esperado, entre os pontos 3 e 4 das curvas de Gonçalves e Bittencourt (2010), corroborando com o padrão de ensaios de retração autógena citado pelos autores em suas pesquisas. O ponto evidenciado na curva deste trabalho, coincide com o ponto 4 das curvas de Gonçalves e Bittencourt (2010), sendo representado pelo pico de expansão causado pelo crescimento de cristais de hidróxido de cálcio e etringita. Apesar de não ser de fato um método de medição de tempo zero exato, esta metodologia funcionou de forma coerente, como um parâmetro estimado para a realização dos ensaios de retração, ainda que o tempo zero não pudesse ser quantificado com precisão.

Figura 4-5. Comparações entre as curvas de retração autógena de Gonçalves e Bittencourt (2010) e os resultados obtidos nesta pesquisa, até 3 dias.



a)



b)

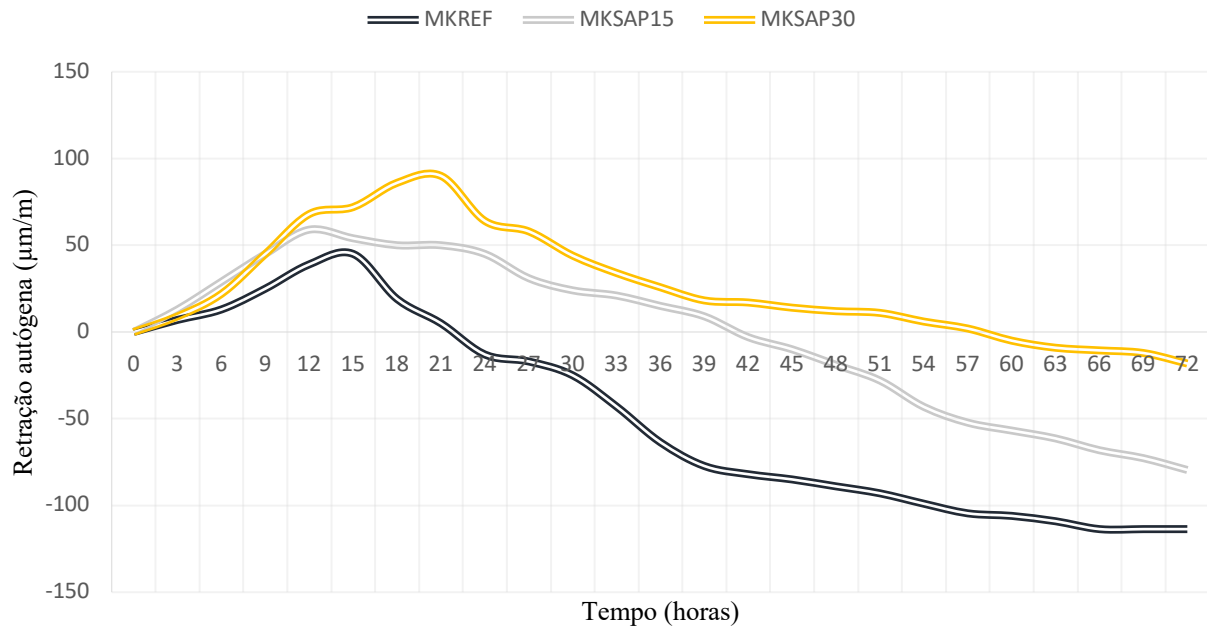
Fonte: Autor (2021).

Os valores estimados de tempo zero estão coerentes com os resultados obtidos por Suarez (2015), Manzano (2016) e Agostinho (2021), que constataram que a incorporação do polímero superabsorvente em seus concretos e pastas causou retardo na formação do patamar de percolação. Segundo Ordonez (2013), o retardo no tempo de formação do patamar de percolação nos microconcretos com SAP se dá por conta do incremento de água para cura interna do concreto, ocasionando maior lubrificação da pasta e afastando as partículas umas das outras. No entanto, o presente trabalho não utilizou água extra para cura interna nos traços, sendo atribuído então o atraso da formação do patamar de percolação ao aumento do teor de aditivo superplastificante utilizado. Os autores Siritwatwechakul *et al.* (2012) concluem que o retardo no pico principal de hidratação nas misturas com SAP é devido a absorção de íons de Ca e de Na, o que modifica a concentração iônica da matriz e causa efeito de “diluição”

3.1.2 Retração autógena e expansão nas primeiras idades

Os resultados médios de retração autógena do início da medição de retração até 72h estão dispostos na Figura 4-6. Os resultados individuais dos 3 corpos de prova avaliados para cada um dos estão contidos no apêndice A, e podem ser consultados. A retração autógena ocorre principalmente nas primeiras idades dos concretos de alta resistência. No início de seu processo de hidratação, estes concretos ainda não possuem resistência suficiente para suportarem os esforços ocasionados pelas tensões provocadas pela autodessecação, sendo assim suscetíveis à fissuração.

Figura 4-6. Retração Autógena nas primeiras 72h após conexão dos relógios comparadores.



Fonte: Autor (2021).

Primeiramente, observa-se que a curva de expansão para todos os traços se situa, como esperado, no período até 2 dias de idade dos microconcretos. Segundo Santos (2016), a expansão inicial nos concretos é observada até 48h após a mistura dos materiais, portanto, o resultado é coerente com as observações desta autora, bem como a magnitude da expansão de menos de 100 $\mu\text{m/m}$. A partir dos resultados, é possível inferir que o polímero superabsorvente teve efeito de aumento sobre os picos de expansão nas curvas de retração. Este efeito foi evidenciado por Agostinho (2021) e Reis (2019) de forma que, conforme a adição de SAP ocorre aumento dos picos de expansão, como ocorreu também nesta pesquisa.

Realizando comparações entre os valores de retração obtidos nas primeiras 72h de ensaio, observou-se que as retrações apresentadas pelos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30 foram respectivamente -114, -80 e -18 $\mu\text{m/m}$. Estes valores apontam para eficácia do polímero SAP na mitigação da retração autógena nos 3 primeiros dias, corroborando com resultados de Manzano (2016) e Frascinete Junior (2016)

É importante avaliar, conforme pode ser visto na Tabela 4-5, que os picos de expansão acompanham o teor de SAP adicionado nos traços. O traço MKSAP30 apresentou pico de expansão 91% superior

ao traço MKREF, e o traço MKSAP15 apresentou pico 31% maior. É possível inferir, portanto, que o polímero superabsorvente proporciona aumento de variações volumétricas de expansão nos microconcretos cuja causa precisa ser melhor investigada.

Tabela 4-5. Picos de expansão nos traços analisados e seus respectivos horários de ocorrência

Traço	Pico de expansão inicial ($\mu\text{m/m}$)	Tempo decorrido até o pico de expansão	% em relação à REF
MKREF	45	15h	100
MKSAP15	59	11h30	131
MKSAP30	86	18h	191

Fonte: Autor (2021)

Os valores de picos de expansão, quando comparados com resultados de outros autores como Suarez (2015) e Santos (2016), foram mais baixos que estas referências. O fenômeno da expansão nas misturas contendo polímero superabsorvente ainda não foi totalmente explicado pela comunidade científica, porém, atualmente, a atribuição desta expansão se dá pelo crescimento de grandes cristais de hidróxido de cálcio e etringita no processo de hidratação (SHEN *et al.*, 2016). Segundo Bahoguel –Bouny (1994) *apud* Lefever *et al.* (2020), a expansão inicial dos microconcretos deve-se a liberação de calor provocada pelas reações de hidratação, e após 24h do início de pega, quando a temperatura do concreto se estabiliza, esta expansão perde força.

Os resultados da pesquisa de Shen *et al.* (2016) demonstram uma expansão mais acentuada para os traços com polímero superabsorvente quando comparados aos traços de referência, sem polímero. A formação de portlandita, portanto, estaria ligada à presença de SAP nos microconcretos, já que a formação deste cristal é a explicação mais apropriada até o momento para definição deste fenômeno. O aumento nos valores dos picos de expansão ocorre de forma que, quanto maior o teor de SAP utilizado, maior o pico. Contudo, os autores citados utilizaram água extra de cura interna em sua pesquisa, reforçando a constatação de que, nas misturas contendo SAP, o responsável pelo crescimento de cristais nas idades iniciais é o próprio SAP e não a água do processo. Esta constatação também foi encontrada por Agostinho (2021) em sua tese.

Os traços desta pesquisa foram realizados sem água extra de cura interna no início da mistura, o que acarreta em uma absorção de parte da água de amassamento no início da mistura, ocasionando relações a/c mais baixas inicialmente para os microconcretos com polímero superabsorvente. Isto

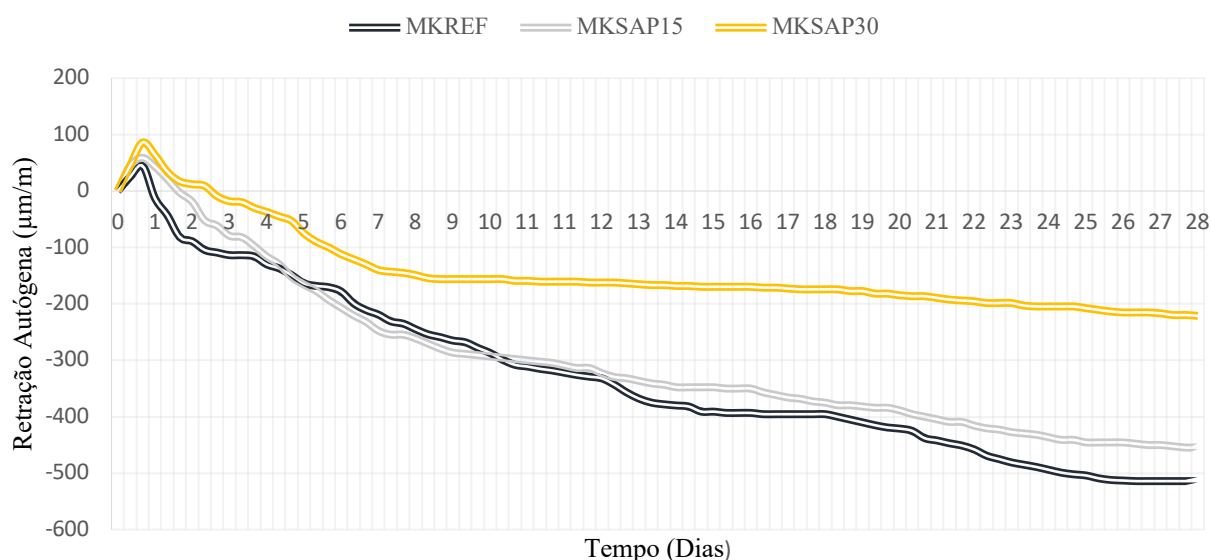
significa dizer que existe menos água disponível para as reações de hidratação nas primeiras idades destes traços, o que aparentemente acarretaria em um menor teor de portlandita formado nestes concretos em relação à sua referência, sem polímero, reforçando a constatação de Shen *et al.* (2016) e Agostinho (2021) acerca da maior influência da presença do polímero SAP neste processo em relação à influência da quantidade de água do traço.

É importante ressaltar que o resultado obtido para a retração autógena corrobora com o que foi observado para os resultados de resistência à compressão em cilindros desta pesquisa. A resistência à compressão aos três dias foi influenciada mais acentuadamente pelo teor de 0,30% de polímero superabsorvente do que pelo teor de 0,15%, explicado pela cura interna proporcionada pelo polímero, otimizando a hidratação e a zona de transição formada.

4.3.2 Retração autógena até 28 dias

Os resultados de retração autógena são referentes às médias dos 3 corpos de prova ensaiados para cada uma das misturas. A Figura 4-7 contém as curvas obtidas de retração autógena para os traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30, desde o momento de conexão dos relógios comparadores até os 28 dias de ensaio.

Figura 4-7. Curvas obtidas no ensaio de retração autógena até 28 dias.



Fonte: Autor (2021).

Para melhor entendimento dos resultados de retração autógena obtidos, a Tabela 4-6 foi confeccionada com a finalidade de que fosse possível visualizar os valores absolutos de retração para os traços nos seguintes pontos: no pico de expansão, e com 1, 3, 7 e 28 dias, a partir do momento em que os relógios foram acoplados às formas dos corpos de prova.

Tabela 4-6. Tabela de resultados de retração autógena absoluta, e percentuais comparativos entre os traços.

Traço	Idade	Retração autógena ($\mu\text{m}/\text{m}$)	% em relação à REF
MKREF	Pico	45	-
	1 dia	-13	-
	3 dias	-114	-
	7 dias	-219	-
	28 dias	-514	-
MKSAP15	Pico	59	-
	1 dia	43	28
	3 dias	-80	87
	7 dias	-248	116
	28 dias	-455	92
MKSAP30	Pico	86	-
	1 dia	64	38
	3 dias	-18	65
	7 dias	-140	86
	28 dias	-211	53

Fonte: Autor (2021).

De acordo com resultados encontrados, é possível inferir que os valores absolutos de retração autógena aos 28 dias foram expressivamente menores para o traço MKSAP30, ou seja, este traço apresentou maior mitigação da retração autógena absoluta. O teor de 0,3% de polímero nos traços similares de pesquisas anteriores, já havia se mostrado promissor, ao passo que praticamente era capaz de eliminar a retração autógena absoluta final. Vale ressaltar que a maioria das pesquisas anteriores do grupo de pesquisa utilizou água de cura extra na composição dos traços, e a sílica ativa como material cimentício suplementar, portanto, o polímero SAP foi capaz de zerar a retração absoluta nestas condições, e não nas condições da atual pesquisa, com metacaulim e sem água de cura extra.

A porcentagem de retração do traço MKSAP30, em comparação ao traço de referência MKSAP15, aos 28 dias, foi de 53%, representando que houve decréscimo de virtualmente metade do valor de

retração apresentado. Estes resultados permitem consolidar o teor de 0,30% de polímero superabsorvente como promissor na mitigação da retração autógena, mesmo em concretos em que se utiliza metacaulim como material cimentício suplementar.

Em relação ao traço MKSAP15, na idade de 28 dias, praticamente não houve mitigação da retração em relação ao traço de referência MKREF. A diferença de 8% na retração autógena em comparação à mistura de referência não é expressiva. Este resultado indica que a proporção de 0,15% de SAP em relação à massa de cimento pode não ser suficiente para causar efeitos significativos na retração autógena em idades mais avançadas em concretos com metacaulim, e sem água de cura extra adicionada, apresentar de acarretar em incrementos de propriedades mecânicas, como já demonstrado.

Analisando os resultados de 1 a 7 dias de ensaio, foi possível constatar que a retração apresentada por MKSAP15 foi similar a MKREF. Neste teor, o polímero absorve menos água de amassamento no início do processo de mistura, do que uma mistura de 0,30% de SAP, fazendo com que fosse retardado seu processo de devolver água para os poros autodessecados pelo processo de hidratação. Este processo ocorre, pois, se menos água for absorvida, existe mais água na pasta de microconcreto, fazendo com que a água demore mais para ser dessorvida para a pasta, já que esta está mais saturada.

Já o teor de 0,30%, para os mesmos períodos de 1 a 7 dias, apresentou resultados que explicitam a eficácia desta proporção na mitigação da retração nas primeiras idades, já que foi inserido em maior quantidade, e foi utilizado com um teor maior de aditivo superplastificante.

Em outros capítulos desta dissertação, foi elucidado o fato de que o teor de polímero superabsorvente de 0,15% utilizado, sem água de cura extra, poderia atrasar o processo de dessorção do polímero, sobretudo nas primeiras idades. Isto ocorre, pois, como menos água foi absorvida em relação ao traço com 0,30% de polímero, e menos aditivo superplastificante foi utilizado, a concentração iônica da pasta de cimento se modifica, causando maior lentidão no processo de dessorção do polímero. Este efeito foi observado por Wang *et al.* (2015), que afirmam que nas primeiras idades, a dessorção do polímero SAP é governada pela pressão osmótica interna, ou seja, quanto menos saturado o entorno, maior será a liberação de água nesse momento. Os resultados de retração autógena corroboram com estas constatações, ao passo que, para 7 dias, o traço MKSAP15 apresentou maior retração autógena

do que o traço MKREF, justificando também os resultados menos expressivos para a análise de 7 dias de compressão em cilindros.

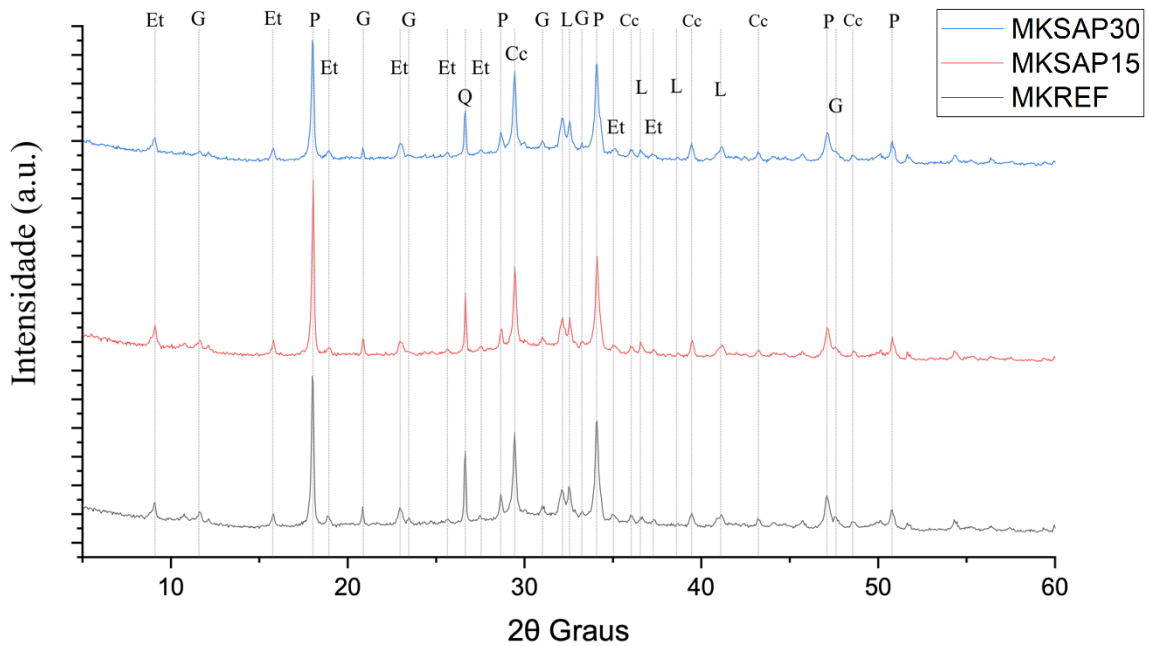
Os resultados de retração autógena obtidos para o traço MKSAP30 aos 3, 7 e 28 dias foram de -18, -140 e -211 $\mu\text{m/m}$, respectivamente. A autora Suarez (2015) utilizou a mesma relação a/c de 0,35 em seus microconcretos com 0,2% de polímero superabsorvente, e sílica ativa como material cimentício suplementar, e constatou que a retração foi de -15, -92 e -276 $\mu\text{m/m}$, resultados relativamente próximos aos encontrados para o traço MKSAP30. Este fato evidencia que mesmo não utilizando água de cura extra nas misturas, o polímero superabsorvente foi efetivo na mitigação da retração autógena. Apesar da proximidade de resultados, foi utilizado 0,30% de SAP no traço desta pesquisa, e apenas 0,2% na pesquisa de Suarez (2015). Este aumento no teor necessário de SAP para atingir-se o objetivo proposto de sua utilização pode estar relacionado a um menor a/c total utilizado neste traço, e também a uma maior reatividade do metacaulim e maior influência deste MCS na porosidade das misturas.

4.4 ENSAIOS DE MICROESTRUTURA

4.4.1 Difratomia de raios – X

Este ensaio foi realizado visando avaliar qualitativamente o teor de substâncias cristalinas nas amostras de microconcreto, dos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30. Os ensaios foram realizados aos 28 dias de idade, para que fossem avaliadas as propriedades microestruturais dos concretos em idades com resistências já consolidadas. A Figura 4-8 permite a visualização do difratograma obtido para cada um dos três traços analisados nesta pesquisa. Como forma de melhor visualizar os resultados de DRX, os resultados de intensidade foram agrupados em uma única figura, e os picos de produtos foram identificados. As principais fases cristalinas identificadas nos difratogramas foram: etringita (Et), quartzo (Q), gipsita (G), portlandita ou hidróxido de cálcio (P) e calcita (Cc).

Figura 4-8. Difratograma de raios-X dos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30. Produtos cristalinos encontrados: Etringita, G-gipsita, P-portlandita, Q-quartzo, Cc-calcita e L-Larnita.



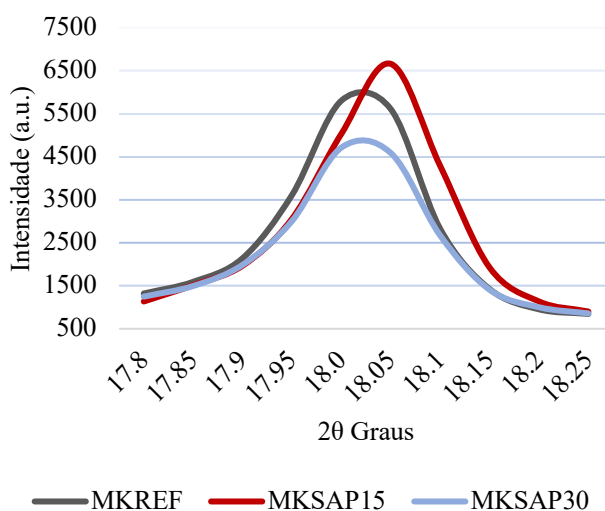
Fonte: Autor (2021).

Através dos picos de produtos observados, houve leve diminuição da intensidade do pico de portlandita (P) no gráfico. A portlandita é consumida nas reações pozolânicas ocasionadas no concreto por conta de materiais cimentícios suplementares adicionados. No caso desta pesquisa, todos os traços de microconcreto continham um percentual fixo de metacaulim, de 10%, em sua composição. Portanto, as mudanças observadas nos picos de portlandita podem ser associadas aos diferentes teores de polímero superabsorvente presente nas amostras.

O traço MKSAP15 apresentou picos de portlandita levemente superiores aos da mistura MKREF aos 28 dias, conforme a Figura 4-9. Analisando os resultados de retração autógena e propriedades mecânicas destes dois traços, é possível realizar uma correlação entre o que foi obtido. A retração autógena absoluta do traço MKSAP15 se apresentou levemente menor do que o traço de referência, e as propriedades mecânicas deste traço sofreram acréscimo quando comparado ao traço MKREF. Analisando os resultados em conjunto, o polímero SAP parece retardar as reações pozolânicas no teor de 0,15% e da maneira que foi utilizado, sem água de cura extra no traço.

As análises de retardo de reação pozolânica para o traço MKSAP15 corroboram com o que foi obtido no resultado de propriedades mecânicas, onde o traço MKSAP30 apresentou incremento de resistência mais rapidamente, logo aos 3 dias de idade, enquanto o traço MKSA15 apresentou este incremento apenas após os 7 dias. Este fato pode ocorrer devido a diminuição da velocidade de dessorção do traço MKSAP15 devido à diminuição da concentração iônica da pasta de cimento neste traço.

Figura 4-9. Diferenças nos picos de portlandita na aproximação do gráfico de DRX das amostras.



Fonte: Autor (2021).

No início do processo de hidratação, o polímero SAP absorve parte da água de amassamento. O traço MKSAP15 absorve menos água que o traço MKSAP30, devido a quantidade de polímero, e também, demanda menor teor de aditivo superplastificante. Este fato pode fazer com que a velocidade de dessorção do traço MKSAP30 seja superior ao traço MKSAP15, e já que as reações pozolânicas depende, sobretudo, de água e hidróxido de cálcio formado para ocorrer, a reação pozolânica no traço com 0,30% de SAP é viabilizada com maiores intensidades. Seguindo este mesmo raciocínio, o traço MKSAP15 absorve parte da água de amassamento e demora para realizar a devolução do líquido ao sistema, fazendo com que haja inclusive menos água disponível no neste traço em relação à referência, MKREF, diminuindo a possibilidade de ação pozolânica. Desta forma, o teor de CH é maior nos traços MKREF e MKSAP30 do que no traço MKSAP15.

Ao analisar-se o traço MKSAP30, foi possível verificar a diminuição das intensidades nos picos de portlandita, indicando o consumo deste produto para compor C-S-H secundário nas reações

pozolânicas do cimento. Este fator aponta para sinergia entre o metacaulim e o polímero superabsorvente em sua utilização em materiais cimentícios, uma vez que proporcionaram ganhos de resistência significativos, incremento de atividade pozolânica, diminuição da retração autógena absoluta, bem como aumento do módulo de elasticidade. Este efeito sinérgico também foi apontado por Mohanraj e Senthilkuma (2021) em seu trabalho. Vale ressaltar que esta premissa é verdadeira para traços em que não se utiliza água extra na mistura.

A presença de Calcita (Cc) e gipsita (G) são atribuídos ao calcário e sulfato de cálcio do cimento Portland. O traço MKSAP30 apresentou sutil diminuição dos picos de gipsita em relação aos outros dois traços, demonstrando que este traço foi capaz de consumir mais sulfato de cálcio para formação de seus hidratos. Os picos de calcita apresentaram resultados similares em todos os traços. Os picos de quartzo (Q) são naturais compostos mineralógicos no metacaulim, portanto, seus resultados também são similares.

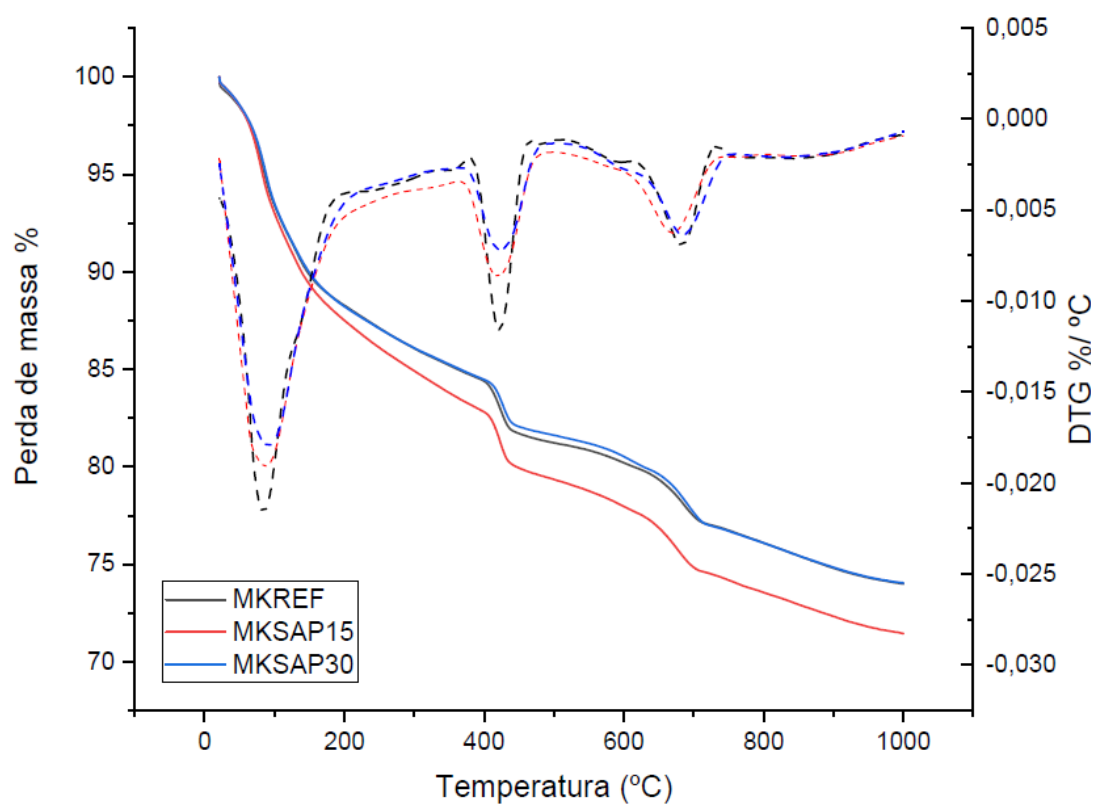
Foram detectados picos de larnita (L) ao longo de todos resultados de DRX dos traços em questão. A larnita também é forma cristalina conhecida como belita, e é parte importante da formação de produtos de hidratação no cimento, juntamente com a alita. Não houveram diferenças encontradas nos picos destes compostos. A partir dos resultados, fica claro que os polímeros superabsorventes não possuem relação direta com o consumo de alita e belita dos traços, de forma que a formação de C-S-H e CH ocorre de forma similar para ambos.

Como a quantidade de CH formada é similar, é possível concluir que a diferença nos picos nos cristais de CH deve-se realmente a um efeito do polímero SAP em retardar as reações pozolânicas quando utilizado em teores menores, como o de 0,15% do traço MKSAP15, nos microconcretos. Isto pode estar relacionado à uma menor taxa de desorção de água do polímero nesta quantidade, e utilizado sem água extra de cura. Caso o polímero SAP atuasse de forma a proporcionar uma maior velocidade e intensidade de hidratação de cimento nas misturas, provavelmente os picos de belita e alita seriam menores no traço com o polímero, em relação a sua referência. Após esta análise do difratograma, podemos afirmar que de fato, o que proporcionou incremento de resistência nos traços com o polímero SAP foi a diminuição da retração autógena observada, sobretudo nas primeiras idades.

4.4.2 Termogravimetria (TG/DTG)

O ensaio termogravimetria foi realizado com o objetivo de avaliar a perda de massa de água com o aumento de temperaturas das pastas do trabalho em questão. Os ensaios foram realizados aos 28 dias de hidratação. Existem 3 regiões de análises para as curvas de termogravimetria, sendo elas: desidratação (Ldh), desidroxilação (Ldx) e decarbonatação (Ldc). Estas regiões se relacionam a perda de água dos compostos C-S-H, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e CaCO_3 , respectivamente. As curvas TG e DTG dos traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30 estão dispostas na Figura 4-10.

Figura 4-10. Curva TG/DTG das pastas MKREF, MKSAP15 e MKSAP30, aos 28 dias.



Fonte: Autor (2021).

Nas curvas obtidas para este ensaio, é nítido o comportamento típico descrito por Scrivener, Snellings, Lothenbach (2016) e também por Ramachadran, Beaudoin (2001), sendo o primeiro pico na curva, um pico endotérmico, na faixa de 430 °C, e um segundo pico na faixa de 750 °C. Estes picos descrevem o processo de desidroxilação do CH e da decarbonatação do CaCO_3 , respectivamente. Existe outro pico em torno de 200°C, o qual segundo a literatura, é relativo à desidratação das fases gipsita, C-S-H, etringita (Aft) e monossulfato (Afm).

A respeito da quantidade de C-S-H das amostras, o comitê técnico da RILEM sobre hidratação e microestrutura do concreto com materiais cimentícios suplementares (TC 238 – MCS: *Hydration and microstructure of concrete with supplementary cementitious materials*), descreve que existe grande variabilidade na composição química deste elemento, o que prejudica a determinação de um teor correto com o ensaio de termogravimetria, esta constatação também foi apontada por Scrivener *et al.* (2015). Portanto, este trabalho buscou avaliar a hidratação das pastas citadas a partir de seu teor de CH somente. Os teores de CH percentual de cada amostra puderam ser contabilizados na idade de 28 dias. A Tabela 4-7 demonstra o percentual de CH de cada uma das três amostras, bem como seus resultados percentuais em relação a amostra de referência MKREF.

Tabela 4-7. Resultados calculados a partir do ensaio de termogravimetria de teor de CH e percentual em relação à referência para as pastas propostas para os traços MKREF, MKSAP15 e MKSAP30.

TRAÇO	28 Dias	% em relação a REF
MKREF	19%	100%
MKSAP15	21%	113%
MKSAP30	16%	90%

Fonte: Autor (2021).

Os resultados obtidos apontam para um maior consumo de CH na pasta com metacaulim e 0,30% de SAP, o traço MKSAP30. Este apontamento corrobora com os demais ensaios, como a difratometria de raios – X, o qual apontou uma menor intensidade no pico de portlandita neste traço em relação aos demais. O traço MKSAP30 apresentou também incremento de propriedades mecânicas, o que mais uma vez corrobora com um maior consumo de CH, demonstrado nos ensaios de termogravimetria. Este resultado aponta para um efeito sinérgico do metacaulim com polímero superabsorvente no teor de 0,30%, trazendo vantagens para os microconcretos em termos de propriedades mecânicas e retração autógena. Aparentemente, o SAP incorporado no traço, sem água extra na mistura, é capaz de potencializar o efeito pozolânico do metacaulim, através da liberação de água para auxiliar nas relações pozolânicas, aumentando o consumo de CH para se transformar em produtos de hidratação secundários de C-S-H.

O traço MKSAP15 apresentou teor aumentado de CH em relação ao traço principal. Este resultado evidencia que o teor de 0,15% de polímero não é suficiente para apresentar significativos efeitos benéficos para o concreto, apesar de haver certo ganho de resistência, como demonstrado nos

resultados, e diminuição da retração autógena. O aumento do teor de hidróxido de cálcio está relacionado ao retardo das reações pozolânicas do metacaulim, proporcionadas pela maior lentidão no processo de dessorção do polímero SAP no traço MKSAP15, devido a não utilização de água de cura extra no traço. O incremento de resistência neste teor de utilização de polímero se deve à diminuição da retração autógena, e também à otimização da zona de transição dos microconcretos, devido à diminuição do a/c inicial.

Segundo Snoeck *et al.* (2015) e Manzano (2016), ao comparar-se microconcretos com o mesmo a/c total em termos de quantidades de CH, o polímero, em geral, causa uma redução deste teor, apontando para um aumento da atividade pozolânica nas amostras. Isto ocorre, segundo Esteves (2011), pelo crescimento de cristais de hidróxido de cálcio no interior dos poros formados pelo polímero, aumentando o consumo de CH do traço.

Agostinho (2021) realizou experimentos com pastas de cimento de alta resistência com mesmo a/c total, e relatou que aos 3 dias, houve aumento do teor de CH das misturas com SAP. Isto ocorre devido a absorção de parte da água de amassamento, dificultando a formação dos produtos de hidratação, já que existe menos água disponível. Este processo tende a ser diminuído pela rápida dessorção do polímero SAP, que devolve água à matriz cimentícia, proporcionando realimentação dos poros e interferindo positivamente no processo de hidratação dos microconcretos. Como o traço MKSAP15 desta pesquisa apresentou maiores teores de CH do que a referência, reforça-se a ideia de que este teor de SAP possa ter retardado as reações pozolânicas do traço, devido à deficiência em devolução de água da água para a matriz.

Um SAP de ligação cruzada, ao entrar em contato com um meio aquoso, apresenta dissociação de suas unidades iônicas e criam alta densidade de carga ao longo de suas cadeias, o que gera repulsão eletrostática no seu interior, promovendo inchamento. A capacidade de absorção do SAP depende então de vários fatores, como as propriedades do polímero em questão, o ambiente no qual este polímero está inserido, a densidade dos grupos aniônicos e da estrutura reticulada do SAP, tamanho de partícula, concentração aniônica do líquido, e ainda a temperatura do sistema (RILEM, 2012). Com o decorrer da hidratação, e diminuição da umidade relativa interna, há um aumento da concentração de íons na solução, levando a pressão osmótica a um maior valor no meio externo do que no interno. Dessa forma, ocorre a dessorção de água do SAP.

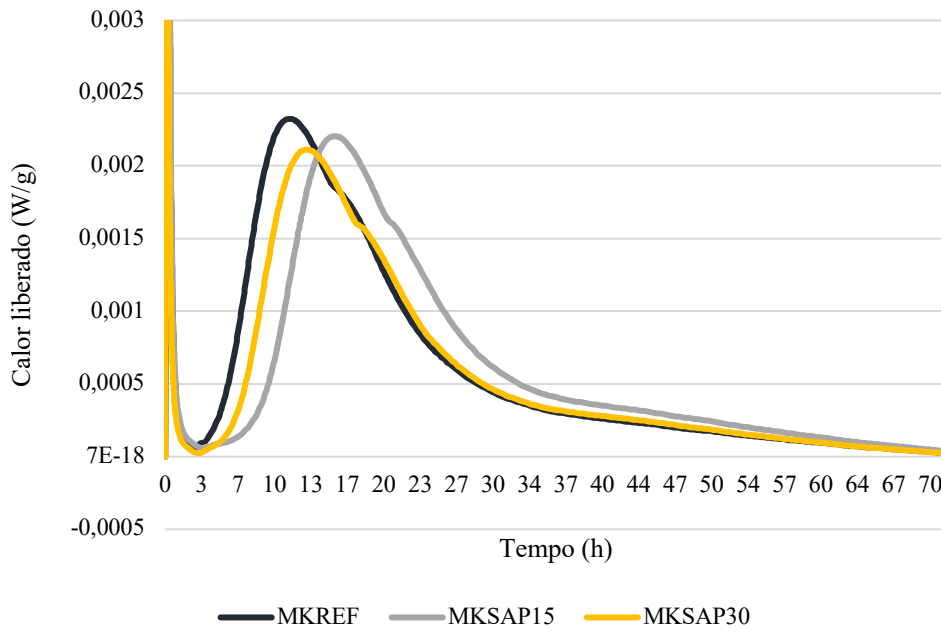
O trabalho de Zhao *et al.* (2021) concluiu que o teor de superplastificante nas misturas com polímero superabsorvente é capaz de diminuir sua absorção. Estatisticamente, os resultados destes autores são significativos, onde 2% de aditivo superplastificante foi capaz de diminuir a capacidade de absorção do polímero SAP em um pouco menos que 15%. Contudo, os valores de superplastificante utilizados nos traços MKSAP15 e MKSAP30 foram de 1,2 e 1,6%, respectivamente, menores do que a pesquisa de Zhao *et al.* (2021), corroborando com o fato de que o ponto chave para entendimento do comportamento do aumento do teor de CH do traço MKSAP15 não está na absorção de SAP, na quantidade de superplastificante, ou na velocidade de hidratação inicial, e sim, no retardo da atividade pozolânica do metacaulim, e na velocidade de dessorção da água devido a diferenciação da pressão osmótica da mistura a partir de 3 dias.

Conclui-se que o método de utilização do polímero SAP nos concretos com metacaulim é decisivo para o processo de cura interna, e principalmente para o mecanismo de dessorção de água dos polímeros. Seria interessante realizar pesquisas com idades mais avançadas para avaliar o teor de hidróxido de cálcio dos concretos com polímero, e verificar com mais assertividade se as reações pozolânicas seriam equilibradas ao longo do tempo, confirmando o comportamento encontrado neste trabalho.

4.4.3 Calorimetria por condução isotérmica

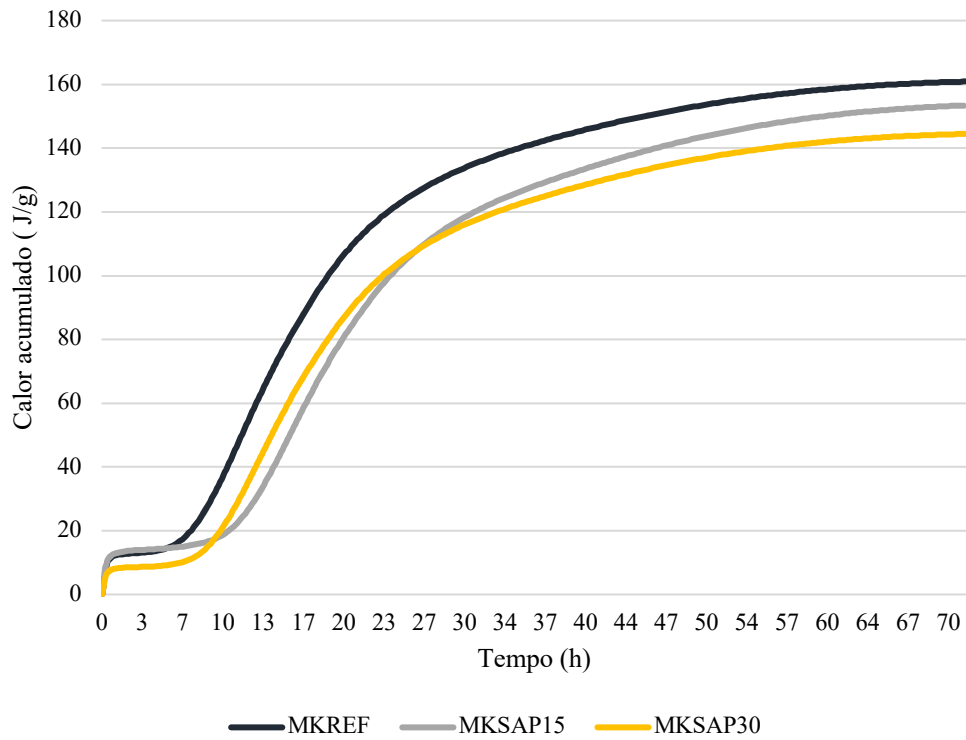
O ensaio de calorimetria por condução isométrica foi realizado nas três pastas dos traços MKREF, MKSAP15, e MKSAP30 deste trabalho, pelo período de 72h. O resultado de calor liberado para cada uma das amostras está representado na Figura 4-11, e na Figura 4-12, e estão apresentadas as curvas de liberação de calor acumulados em função do tempo, até 72h.

Figura 4-11. Curva de cinética de hidratação em função do tempo



Fonte: Autor (2021).

Figura 4-12. Curvas de liberação de calor acumulado em função do tempo



Fonte: Autor (2021).

Os parâmetros calorimétricos de taxa de aceleração, tempo de fim de indução, e tempo do pico de formação do C-S-H foram calculados pelo método gráfico das tangentes. A taxa de aceleração foi calculada pela regressão linear do segmento específico da curva de fluxo de calor em função do tempo em horas. Todos os resultados das análises gráficas estão contidos na Tabela 4-8, e ajudam a compreender o comportamento das curvas de calor das pastas dos microconcretos. É importante ressaltar que se utilizou o mesmo traço das argamassas dos trabalhos, apenas retirando-se o agregado miúdo, para manter os resultados fieis e coerentes para todos os ensaios realizados.

Tabela 4-8. Parâmetros calculados no ensaio de calorimetria de indução isotérmica das pastas

Traço	Calor acumulado (J/g)	Tempo final de indução (h)	Fluxo de calor no pico de C-S-H (W/g)	Tempo do pico de formação do C-S-H (h)	Taxa de aceleração x1000
MKREF	161,11	5,2	0,0023	11,43	0,478
MKSAP15	153,78	8,53	0,0022	15,67	0,401
MKSAP30	144,68	6,5	0,0021	13,06	0,416

Fonte: Autor (2021).

Analisando os resultados até 72h, é possível inferir que houve certa mudança na formação de produtos de hidratação nas misturas. O calor acumulado até o fim do ensaio tem relação com o calor liberado nas reações de hidratação, de forma que, quanto maior o calor acumulado, maior a formação destes produtos. O traço MKREF apresentou 161,11 J/g de calor acumulado, e apresentou, portanto, maior formação inicial de produtos de hidratação. Os resultados são seguidos pelo traço MKSAP15 com 153,78 J/g e MKSAP30 com 144,68 J/g. Estes resultados estão de acordo com o esperado, tendo em vista que, com a absorção inicial de água pelo polímero absorvente, os traços MKSAP15 e MKSAP30 possuem um menor a/c básico, dessa forma o cimento tem menos água disponível para as reações. Estes resultados contrariam o proposto por Lefever *et al.* (2020), que dizem que misturas com SAP expandem mais por ter mais calor liberado.

Segundo Justs *et al.* (2014), quanto menor a relação a/c, menor é a intensidade do pico principal de hidratação. Isto ocorre, pois, parte da água antes disponível para as reações está dentro do SAP no início da hidratação. Os resultados visualizados para os picos de formação de C-S-H corroboram com as constatações deste autor, de forma que o traço MKREF apresentou o pico mais intenso de formação de produtos, seguido do traço MKSAP15 e por último, o traço MKSAP30. Este comportamento demonstra coerência nas análises deste trabalho. Mesmo sem a utilização da água de cura extra, os

polímeros superabsorventes foram capazes de absorver água dos traços, e retorná-las para a matriz cimentícia posteriormente. Este comportamento também foi observado no trabalho de Agostinho (2021), com os mesmos teores de polímero superabsorvente estudados.

As curvas de calor liberado apresentaram deslocamento para a direita, nos traços em que o polímero superabsorvente foi utilizado. Isto significa que houve retardo no tempo de ocorrência do pico de formação do C-S-H em decorrência do polímero superabsorvente. Este mesmo comportamento foi verificado por Manzano (2016), Agostinho (2017) e Borges (2019). Um dos motivos para a ocorrência deste atraso nos picos de formação dos produtos de hidratação poderia ser atribuído a um maior teor de aditivo superplastificante utilizado. Agostinho (2021) observou, que pequenas diferenças entre 0,2 e 0,4% na utilização de superplastificantes podem não ser significativas para o atraso das reações de hidratação. Esta diferença corresponde exatamente às diferenças de teor de aditivo superplastificantes para os traços desta pesquisa. Isto demonstra que o teor de superplastificante não é significativo e pode não ser o precursor da movimentação das curvas à direita. É evidenciado, portanto, corroborando com as análises de tempo zero, que o SAP retardou a formação dos produtos de hidratação, e também a pega do material.

Corroborando com os resultados desta pesquisa, Siriawatwechakul *et al.* (2012) pontuam que o polímero SAP, além de absorver água do sistema, podem também absorver íons cálcio e sódio, e isso pode modificar a concentração iônica da matriz cimentícia, causando um efeito de diluição. Portanto, aparentemente, o efeito de retardo na formação de C-S-H das misturas parece estar ligado à incorporação do polímero superabsorvente, e não ao aumento do teor de superplastificante.

Em outros resultados apresentados nesta pesquisa, como propriedades mecânicas, DRX e TG, foi pontuado que o polímero SAP, adicionado ao concreto no teor de 0,15%, poderia ser mais lento em devolver água à matriz cimentícia em comparação ao teor de 0,30%, justificado pela queda da umidade relativa interna também mais lenta para o teor de 0,15%, já que menos água foi absorvida nas primeiras idades, o que mantém o gradiente de umidade interna estável por mais tempo. Os resultados de calor acumulado estão correlacionados com a formação de produtos de hidratação. Comparando-se o traço MKSAP30 com o traço MKSAP15, é possível visualizar que até as 27h de ensaio, havia maior calor acumulado para o traço MKSAP30, e após este período, houve cruzamento das curvas, de forma que o traço MKSAP15 foi superior.

Os resultados de curva de calor acumulado revelam que, corroborando com os demais resultados encontrados, o traço MKSAP30 pode apresentar rápida dessorção devido à queda de umidade relativa interna nas primeiras idades, o que favorece a formação de produtos, e influencia positivamente nas reações pozolânicas logo nas primeiras idades. O traço MKSAP15, apresentando menor dessorção nas primeiras idades, pode influenciar positivamente em médias e longas idades, como foi evidenciado no ganho de resistência aos 7 dias mais acentuado que o traço MKSAP30. Sugere-se a avaliação em idades mais avançadas, como 60 e 90 dias sobre os efeitos do teor de polímero SAP adicionado às misturas com metacaulim, sem água de cura extra, para melhores confirmações deste efeito.

O fluxo de calor das pastas contendo polímeros superabsorventes tende a ser menor. Isso implica dizer que o formato das curvas passou a ser mais largo, liberando menos calor por um período mais prolongado de tempo, evidenciando a ação de realimentação de água na matriz cimentícia dos polímeros superabsorventes. Os valores de taxa de aceleração das curvas de calor liberado também apontam para esta análise.

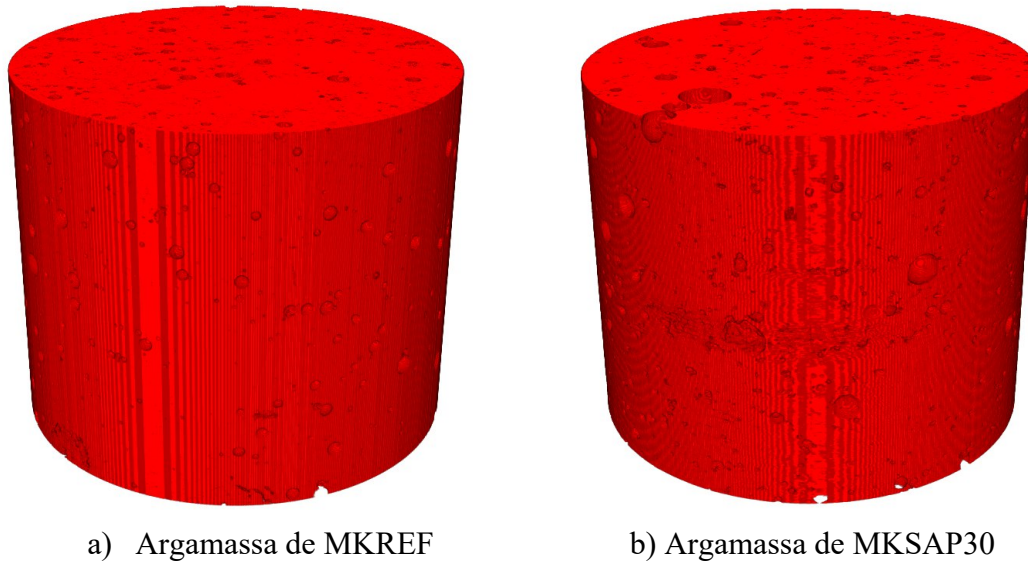
4.4.4 Microtomografia de Raios – X

Este capítulo relata os principais resultados observados no ensaio de microtomografia de raios – X realizado nos corpos de prova MKREF e MKSAP30. Os ensaios foram realizados nestas duas famílias já que representam os dois pontos extremos do trabalho, e o traço MKSAP30 apresentou resultados mais promissores para utilização com o metacaulim, demonstrado pelos demais ensaios. Os ensaios em Micro-CT foram realizados aos 7 dias de idade.

4.4.4.1 Análise visual das renderizações 3D.

Para realização de uma análise visual dos efeitos do polímero superabsorvente na microestrutura dos microconcretos MKREF e MKSAP30, as fatias 2D obtidas no ensaio de microtomografia e após o processo de segmentação e pós – processamento foram renderizadas, formando imagens em 3D. Estas renderizações foram comparadas, a fim de que se pudessem avaliar as diferenças visuais entre o conteúdo de argamassa, vazios e cimento anidro dos traços em questão. A Figura 4-13 permite primeiramente a visualização da renderização do conteúdo de argamassa presente em cada um dos traços.

Figura 4-13. Renderização 3D da argamassa dos traços. a) MKREF e b) MKSAP30. Alguns poros de maiores dimensões são evidenciados nos círculos tracejados.



Fonte: Autor (2021).

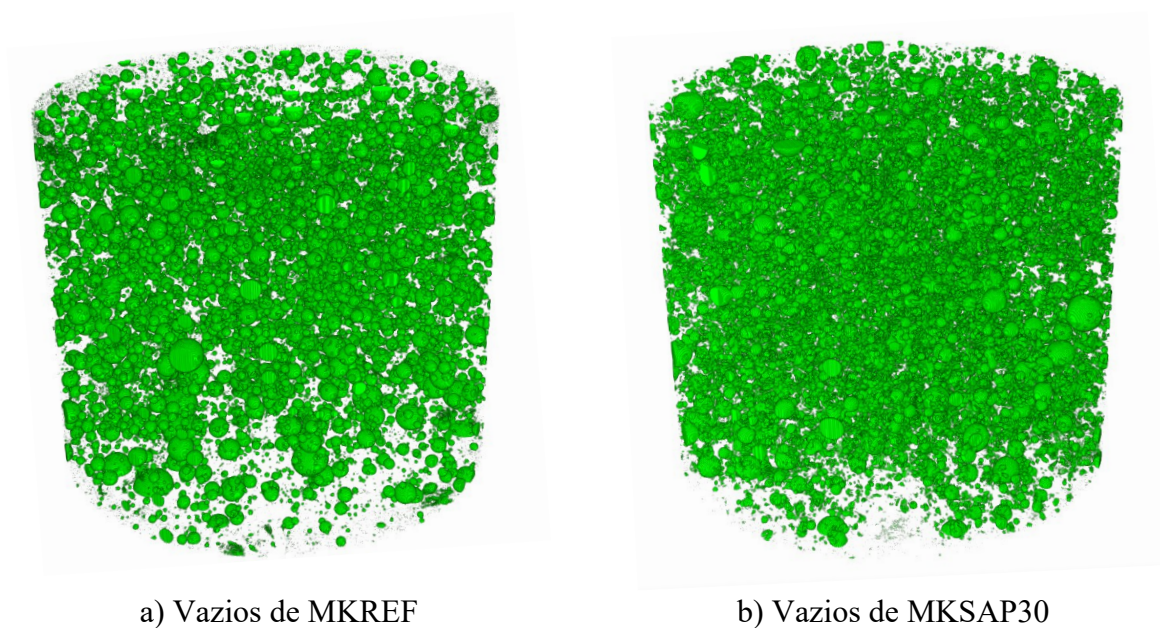
Acerca das imagens, a análise qualitativa da argamassa dos traços não é tão expressiva. É possível determinar que existe uma pequena diferença, sobretudo na superfície, das renderizações 3D dos traços MKREF e MKSAP30. A argamassa do traço MKSAP30 apresentou leve aumento de poros superficiais em relação à referência. É possível ainda visualizar a presença de alguns vazios de maior escala causados por poros de maior dimensão. Este fato traz à tona que o polímero absorvente pode ter causado aumento na porosidade total, bem como influenciado no surgimento em pequena escala de poros de grandes diâmetros.

Ainda sobre a visualização da renderização da argamassa dos traços, é possível inferir que a quantidade de argamassa formada foi próxima para ambos, evidenciando que apesar de o polímero SAP reduzir a relação a/c inicial dos microconcretos por conta de sua absorção, aos 7 dias, a água do polímero já retornou ao sistema, favorecendo a hidratação e as reações pozolânicas, como demonstrado nos ensaios de propriedades mecânica, DRX e TG.

A Figura 4-14 contém as imagens de renderização 3D dos vazios segmentados dos microconcretos MKREF e MKSAP30. É possível visualizar diferenças significativas na rede porosa dos traços. Na

análise visual, foi constatado que houve um acréscimo na porosidade total da região de análise do microconcreto. Também é possível constatar certa mudança no formato dos poros, passando de um formato mais arredondado no traço MKREF para um formato mais irregular, sobretudo nos poros de menores dimensões. Segundo Kong e Zhang (2013), os formatos de poros de SAP na matriz cimentícia podem ter tanto formatos arredondados como irregulares, dependendo do seu processo de síntese.

Figura 4-14. Renderização 3D da argamassa dos traços. a) MKREF e b) MKSAP30



Fonte: Autor (2021).

O polímero SAP tem como principal função, dentro da matriz cimentícia, a realimentação de água de cura interna após certos períodos. Onde há essa realimentação de água na estrutura interna, é natural que ocorram diferenças no processo de hidratação dos grãos, gerando também diferenças na rede porosa, bem como nas reações pozolânicas dos materiais cimentícios suplementares que os compõem. Segundo Justs *et al.* (2015) devido ao retardo da queda da umidade relativa no concreto gerada pelo polímero SAP, este material pode promover a hidratação de materiais cimentícios nas idades de 7 a 28 dias.

Segundo Monnig e Lura (2007), o aumento da relação a/c de um concreto com polímero superabsorvente, utilizando-se água de cura extra na mistura, provoca o aumento de porosidade nas misturas. Contudo, foi observado que o traço MKSAP30 apresentou maior porosidade que o traço de

referência, sem o polímero. Também foram observados poros de menores diâmetros em maior quantidade neste traço. Através da avaliação visual, portanto, sugere-se que o efeito na porosidade dos concretos com SAP não é estritamente relacionado ao aumento da relação a/c, mas também uma consequência da adição de polímero superabsorvente ao traço.

Inicialmente, o concreto com o polímero SAP apresentou também maior demanda por superplastificante, tendo em vista que não foi realizado nenhum tipo de pré-umidificação ou nenhum tipo de adição de água extra para compensar a água que seria retirada da matriz pelo polímero. Dessa forma, o traço MKSAP30 teria uma tendência a possuir poros de menores diâmetros, já que a relação a/c inicial da mistura é menor que a do traço MKREF, sem polímero, o que não ocorreu. Este fato traz à tona o efeito apontado por outros resultados deste estudo de que o polímero SAP no teor de 0,30% promove maior atividade pozolânica do metacaulim, bem como refinamento da estrutura porosa.

Um fato interessante a ser observado nas análises visuais de porosidade é a ordem de grandeza dos poros dos traços MKREF e MKSAP30. Segundo Assman (2013), existe diminuição de resistência nos concretos em que o polímero SAP é utilizado, devido à formação de grandes vazios proporcionados pelo poro deixado pelo SAP na matriz cimentícia. A análise visual das imagens renderizadas neste trabalho permitem a constatação de que a ordem de grandeza da maioria dos poros de maiores dimensões dos traços com o polímero SAP é da mesma ordem dos traços de referência. Em outras palavras, não houve surgimento de grandes vazios remanescentes de polímero SAP como em outros trabalhos.

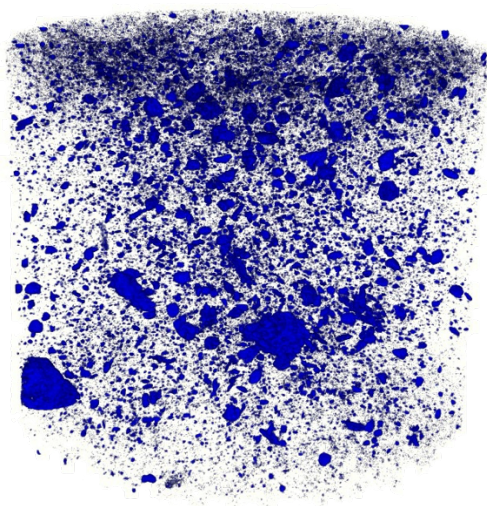
O polímero superabsorvente absorver parte da água de amassamento dos concretos, e se não for adicionada água extra, este efeito reduz a relação a/c inicial dos traços, modificando o processo de hidratação dos concretos. Contudo, com o método de adição do polímero SAP utilizado neste trabalho, existe menos água disponível tanto para o cimento quanto para o polímero SAP, quando comparados a outro concreto com utilização de água extra. Já que a competição pela água se torna mais acentuada, o polímero SAP acaba por absorver menos água do que poderia em seu potencial máximo, fazendo com que não consiga inchar e aumentar de tamanho em grandes escalas.

Segundo Ma *et al.* (2017), o vazio deixado pelo polímero SAP na microestrutura dos concretos está diretamente relacionado à resistência destes materiais. Quanto maior o vazio deixado na estrutura, maior é a perda de resistência observada. Ainda segundo estes autores, o tamanho do vazio deixado pelo polímero na matriz depende primordialmente do tamanho da partícula de SAP e de sua absorção.

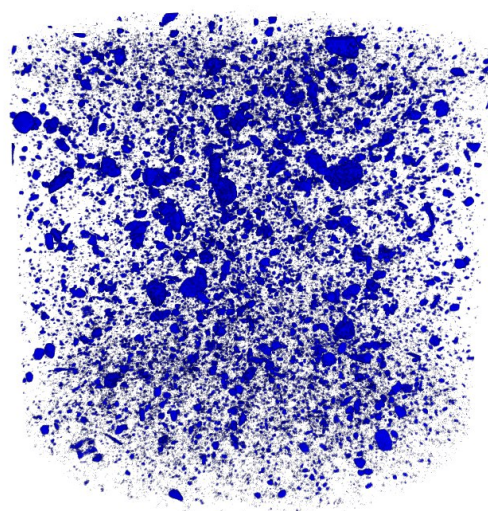
Os polímeros utilizados nesta pesquisa possuem partículas variando entre um pouco menos de 100 μm , o que indica a possibilidade de formação de vazios de SAP de pequena grandeza, comparados aos maiores vazios do traço de referência. Isto justifica os resultados de compressão expressivos obtidos para o traço MKSAP30, em relação ao traço de referência.

Em uma análise visual acerca da Figura 4-15, a qual permite a percepção dos conglomerados de grãos de cimento anidro pertencentes a cada mistura, é possível ver a diferença nos processos e no grau de hidratação dos traços MKREF e MKSAP30. É perceptível a presença de grandes conglomerados de grãos de cimento anidro no traço MKREF, sendo também notada maior densidade de pequenos pontos de grãos menores na imagem. Em outras palavras, existe maior quantidade de cimento anidro em MKREF do que em MKSAP30.

Figura 4-15. Renderização 3D do cimento anidro segmentado dos traços. a) MKREF e b) MKSAP30.



a) Cimento anidro de MKREF



b) Cimento anidro de MKSAP30

Fonte: Autor (2021).

O polímero SAP promove a cura interna na matriz do cimento, o que provoca, por consequência, uma otimização no processo de hidratação da mistura. Nos primeiros dias, o polímero superabsorvente inicia seu processo de dessecção, favorecendo a hidratação do cimento quando a umidade relativa interna dos microconcretos começa a cair. Nas médias e longas idades, o mecanismo de dessecção do SAP é controlado pela queda da umidade relativa, e em pequenas idades, pela diferença de pressão osmótica no interior (WANG *et al.*, 2015).

O que se observa é que, para a idade de 7 dias na qual foi realizado o ensaio de microtomografia de raios – X, o SAP do traço MKSAP30 já sofreu o processo de dessecção de grande parte de sua água absorvida, o que otimizou o processo de hidratação do cimento, já que esta água foi devolvida ao sistema de forma paulatina e conforme a demanda pela queda de umidade relativa. Este fator proporciona diminuição do cimento anidro, já que este sofreu reações com a água para formar C-S-H e CH.

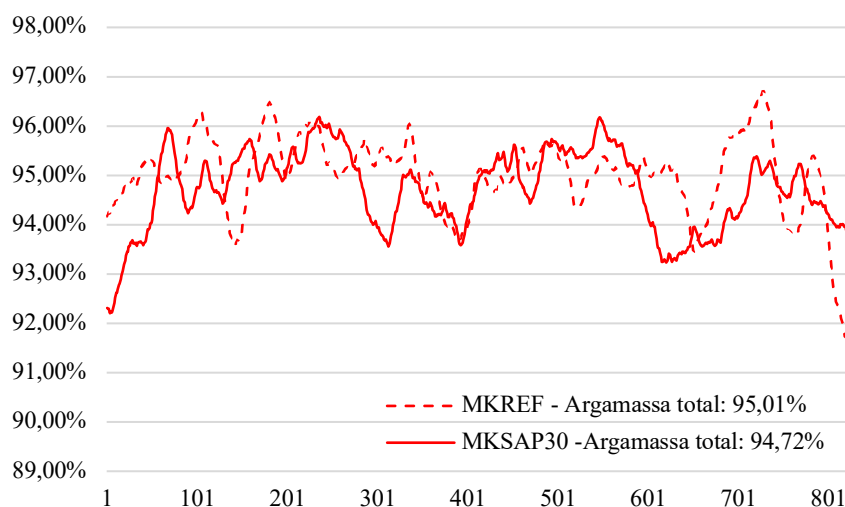
Ao longo dos dias, o concreto modificado com SAP continua utilizando a reserva de água proveniente da dessecção das partículas SAP para continuar seu processo de hidratação, enquanto o traço de referência esgota mais rapidamente sua reserva de água, já que não possui água absorvida pelos polímeros. Contudo, a quantidade de cimento anidro na mistura tenderia a se estabilizar em idades mais avançadas. Sugere-se aqui um estudo mais longo, com idades maiores, para compreender de fato este efeito.

4.4.4.2 Análise dos percentuais de fases de argamassa, vazios e cimento anidro.

Foi possível determinar, para cada uma das fatias que formam a reconstrução tomográfica, qual o percentual de argamassa, vazios e cimento anidro, contido na região de interesse (ROI) adotada. Por fim, foi possível determinar através de média aritmética, qual o percentual total das três propriedades citadas de vazios para cada um dos traços deste trabalho.

Em relação ao percentual de argamassa, conforme a Figura 4-16, o resultado acompanha o desenvolvimento das demais análises. O conteúdo de argamassa obtido para os dois traços variou em apenas 0,29%, com leve superioridade para o traço de referência, demonstrando coerência com os resultados de análise visual.

Figura 4-16. Percentual de argamassa ao longo da região de interesse analisada do corpo de prova.

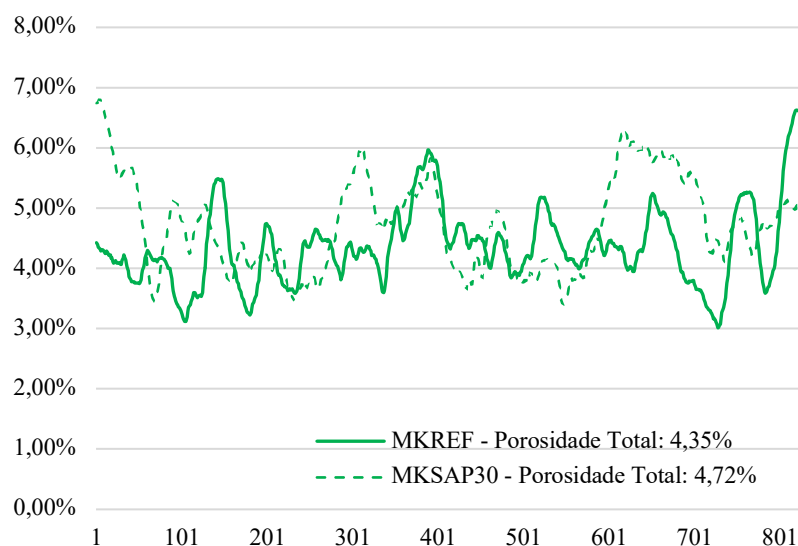


Fonte: Autor (2021).

As pequenas diferenças nos teores de argamassa ao longo das regiões de análise dos microconcretos revelam que a principal diferença entre os traços se dá na quantidade de vazios e quantidade de cimento anidro presente nas amostras. Isto evidencia a influência grande que o polímero SAP proporciona na formação de porosidade e hidratação dos microconcretos.

A distribuição da porosidade (%) dos traços MKREF e MKSAP30 se dá de maneira distinta. Como pode ser visualizado na Figura 4-17, as duas extremidades são pontos de divergência de percentual de porosidade ao longo da altura de análise. Como um todo, o traço MKSAP30 apresentou maior porosidade que o traço de referência. Isso também foi constatado nas análises visuais, e é justificado pelo fato do polímero SAP, no início do processo de mistura do concreto, incha-se pela absorção da água de amassamento inicial, e assim, aumenta seu tamanho, além de modificar a hidratação e as reações pozolânicas do cimento. O autor Secrieru (2012) observou o comportamento de inchamento do polímero SAP em suas pesquisas, e afirma que em meios cimentícios, o polímero SAP pode aumentar em até 2 a 3 vezes de tamanho, em condições de água extra incorporada.

Figura 4-17. Percentual de argamassa ao longo da região de interesse analisada do corpo de prova.



Fonte: Autor (2021).

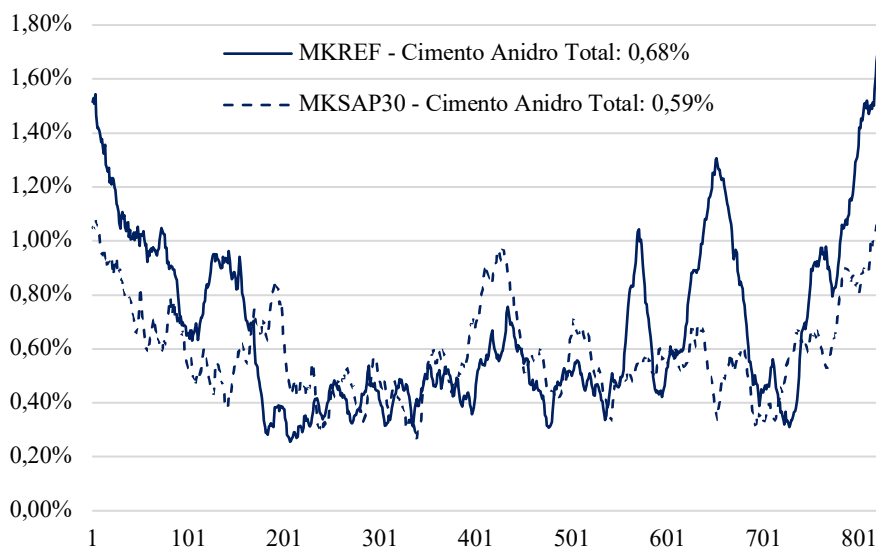
Ao sofrer o processo de dessorção, isto é, retorno da água para o sistema da matriz cimentícia, o poro deixado pelo SAP permanece na estrutura porosa do concreto, ocasionando aumento na porosidade do concreto. Os resultados destas análises permitem a constatação do que foi avaliado visualmente para estes traços, onde o traço MKSAP30 apresentou maior porosidade que o traço MKREF. Além disso, apesar de haver refinamento da estrutura porosa nos traços com SAP em diversos trabalhos na literatura, a presença do aditivo superplastificante pode, em alguma medida, favorecer a incorporação de ar no traço, proporcionando um aumento também na porosidade total do objeto avaliado.

Os autores Kang, Hong e Moon (2018) chegaram a conclusões semelhantes a esta pesquisa, de forma que o polímero SAP contribuiu para o aumento das propriedades mecânicas dos microconcretos, mesmo que o percentual de porosidade tenha sido aumentado por conta dos vazios que deixam na matriz cimentícia. A zona afetada pela dessorção de água do SAP se densifica ao redor do poro, fazendo com que o ganho de resistência sobrepuje os pontos de falhas proporcionados pelo aumento da porosidade.

Um dos grandes pontos de diferença entre os resultados obtidos se deu em relação ao percentual de cimento anidro das misturas, que pode ser visto na Figura 4-18. Observou-se grande variação do

percentual de cimento anidro ao longo das imagens 2D que compõem a região de interesse avaliada dos microconcretos no microtomógrafo.

Figura 4-18. Distribuição de percentual de cimento anidro ao longo da amostra



Fonte: Autor (2021).

A mistura MKSAP30, permaneceu na maioria dos pontos analisados, apresentando menores percentuais de cimento anidro. É possível verificar Estes resultados, permitem inferir que a presença do polímero SAP provoca mudanças no processo de hidratação do cimento. O aumento da água disponível para a hidratação dos grãos em pequenas e médias idades, proporcionada pela dessorção das partículas de polímero provocada pela pressão osmótica e pela queda na umidade relativa interna dos concretos, resulta em um menor percentual de cimento não hidratado para uma mesma idade, comparando-se um concreto com polímero e sem polímero. O resultado numérico apresentado confirma o que foi constatado nas análises visuais nas renderizações 3D.

4.4.4.3 Análises aprofundadas acerca da porosidade dos traços

Acerca dos poros dos traços MKREF e MKSAP30, foram feitas análises em cinco propriedades que puderam ser obtidas através de *plug ins* do programa Fiji/ ImageJ, para que fossem comparadas e trouxessem à tona discussões sobre a utilização do polímero SAP em concretos de alta resistência utilizando o metacaulim como material cimentício suplementar, e sem utilização de água extra. A Tabela 4-9 os resultados obtidos com o auxílio dos *plug-ins* utilizados no software Fiji/ ImageJ.

Tabela 4-9. Características da porosidade observada para os traços MKREF e MKSAP30.

Traços	Vazios (%)	Diâmetro médio dos poros (μm)	Nº de Euler	Nº de Percolação	Volume do maior poro (μm^3)	Tortuosidade
MKREF	4,35%	302,64	122073	2,22%	2,87E+08	1,00
MKSAP30	4,72%	275,16	61430	6,15%	8,68E+08	1,04

Fonte: Autor (2021)

A porosidade total dos traços evidenciou um acréscimo de vazios quando se utiliza o polímero SAP modificando o concreto em questão. Em relação ao diâmetro médio dos poros, o resultado de diâmetro médio dos poros do traço MKSAP30 de 275,16 μm foi menor que o valor obtido para o traço MKREF, de 302,64 μm . Estes valores revelam que, apesar do incremento na porosidade total da mistura, o concreto com SAP apresenta refinamento em sua rede porosa, principalmente influenciada por uma maior atividade pozolânica constatada nos ensaios de DRX e TG, bem como pelo seu tamanho em estado seco e inchado.

Segundo Ma, Liu e Wu (2015), o polímero SAP é capaz de promover maior reação pozolânica da sílica ativa e do cinza volante com a portlandita das misturas, através de sua liberação tardia de água, que favorece esta condição, o que corrobora com a avaliação feita nesta pesquisa para a influência do polímero SAP nas reações pozolânicas do metacaulim. Este fato revela um efeito sinérgico da utilização de metacaulim e polímeros superabsorventes, como já observado outrora para outros materiais cimentícios suplementares.

É possível observar que houve um resultado maior para o traço MKSAP30, no que diz respeito ao volume do maior poro encontrado. Enquanto o traço MKREF apresentou o maior poro encontrado de 2,87E+08 μm^3 , o traço MKSAP30 apresentou um poro 8,68E+08 μm^3 , cerca de 4 vezes este valor. Estes poros de maior dimensão podem estar relacionados a uma maior incorporação de ar, provocada pelo teor de superplastificante do traço MKSAP30, de 1,6%, contra apenas 1% do traço de referência.

Cabe ressaltar que estes poros de grandes dimensões localizados no traço MKSAP30 não foram suficientemente significativos a ponto de aumentar o diâmetro médio dos poros calculado, o que evidencia que o efeito de incorporação de ar não é dominante comparado ao efeito de aumento de porosidade proporcionada pelos vazios de pequena dimensão deixados pelo polímero na matriz

cimentícia. Os poros isolados de maior dimensão encontrados também podem estar ligados a partículas de SAP com diâmetros maiores que as demais. O resultado de caracterização do polímero demonstrou a existência de partículas superiores à média das demais, com tamanhos maiores que 100 μm , que ao incharem, podem proporcionar vazios de grandes dimensões como o encontrado.

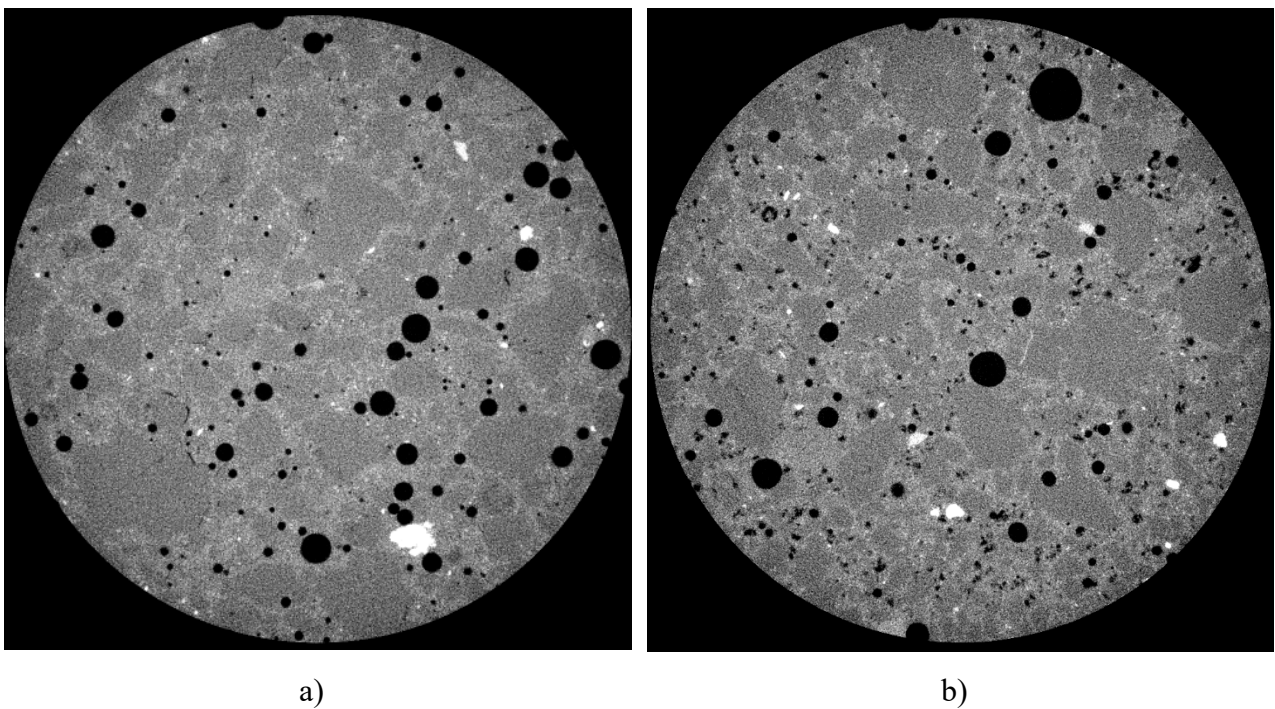
O número de Euler calculado tem ligação com o valor de conectividade dos poros. Quanto menor o número de Euler, maior possibilidade existe de que os poros de um material sejam percoláveis, ou seja, estejam conectados. Existe ainda forte correlação do percentual de vazios em uma mistura com o número de Euler, de forma que, quando há aumento do número de vazios, o número de Euler diminui, indicando uma maior probabilidade de conexão entre esses poros, de acordo com Aboufoul e Garcia (2017). Nos resultados obtidos para esta pesquisa, o valor encontrado para o Número de Euler foi coerente com o que se esperava. Onde houve incremento de porosidade, traço MKSAP30, houve também diminuição no valor do número de Euler, representando aumento de conectividade dos poros.

Os resultados de Ma, Zhang e Liu (2015) corroboram com o que foi encontrado nesta pesquisa. Estes autores inferem que, por conta do movimento de água entre os poros capilares do concreto e o polímero superabsorvente, os concretos modificados com SAP tendem a apresentar maior conectividade nos poros. O resultado do número de Euler é suportado ainda pelo valor encontrado para o número de percolação do traço. O cálculo de conectividade pressupõe uma maior probabilidade de percolação entre os poros do concreto com o polímero SAP do que para o traço de referência. Isto também ocorre devido a presença de certa quantidade de vazios de grandes diâmetros, encontrados no traço MKSAP30, os quais possuem maior probabilidade de entrarem em contato com outros poros dentro da matriz, o que pode ser considerado um tipo de conexão porosa.

Acerca dos resultados de tortuosidade dos poros, houve um maior resultado para os traços com polímero SAP, comparado com o traço de referência. Este resultado indica que a cura interna proporcionada pelo polímero pode de fato refinar a estrutura porosa dos microconcretos, incrementando a hidratação da pasta, aumentando a tortuosidade e reduzindo o tamanho dos poros na matriz. Resultados similares foram discutidos por Liu, Farzadnia e Shi (2021), corroborando com as análises feitas.

Em uma análise visual em fatias 2D de microconcreto MKREF e MKSAP30, apenas com seu histograma regularizado, sem a influência de nenhum tipo de *plug in*, conforme a Figura 4-19, é possível observar diferenças substanciais na rede porosa detectada. Os traços MKREF e MKSAP30 apresentam tamanhos de poros visualmente distintos. São evidenciados também os poucos vazios de grande volume detectados na análise de porosidade do traço MKSAP30, que não são suficientes para proporcionar maiores diâmetros médios de poro na região de interesse comparado ao traço MKREF. Também é possível notar a grande quantidade de poros de menores diâmetros, predominantes no traço MKSAP30, corroborando com as análises de aumento de porosidade e refinamento de poros neste traço, bem como os poros de SAP após sua dessorção.

Figura 4-19. Diferenças nas imagens de micro - CT observadas para os traços: a) MKREF e b) MKSAP30

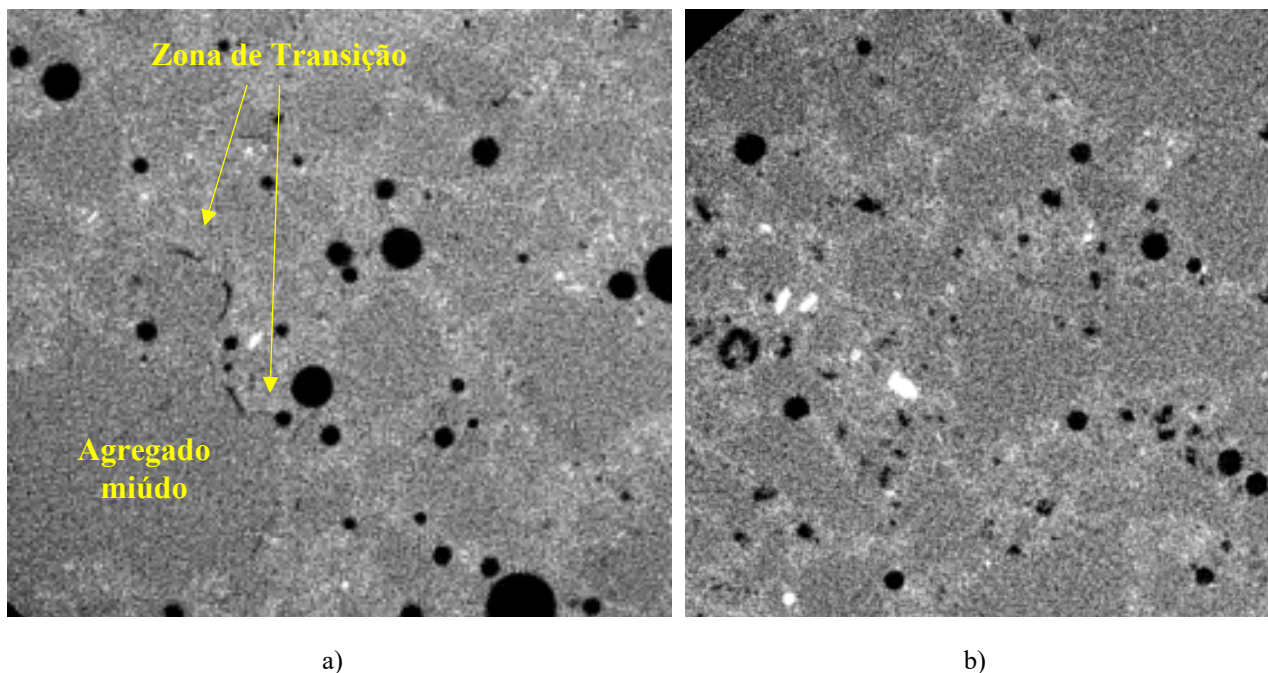


Fonte: Autor (2021).

É possível ainda, localizar uma zona de transição entre argamassa e agregado no traço MKREF, Figura 4-20, demonstrando que é coerente o menor resultado de resistência apresentado para o traço sem polímero superabsorvente. O traço MKSAP30 não apresentou tais falhas nas zonas de interface agregado/ pasta, corroborando com a análise de densificação da mistura e melhoria da hidratação, ocasionado pela cura interna ao longo do tempo, aliada a uma menor relação a/c inicial. Este resultado

também foi pontuado como justificativa para as maiores resistências apresentadas pelo traço MKSAP15 nos resultados de propriedades mecânicas.

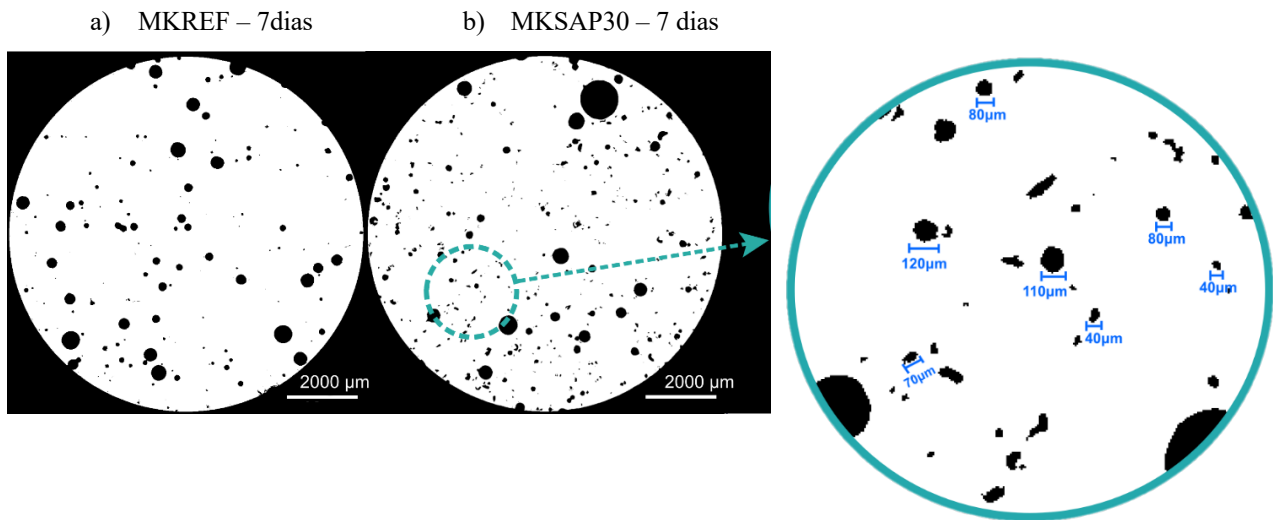
Figura 4-20. Zona de transição (ZT) entre agregado e pasta de microconcreto. a) região com falhas no traço MKREF. b) Zonas de transição do traço MKSAP30, sem falhas visíveis.



Fonte: Autor (2021).

Na Figura 4-21 são evidenciadas nas imagens já segmentadas de microconcreto, as pequenas estruturas porosas, visualmente diferentes do padrão encontrado no traço MKREF. Estas estruturas se assemelham, em tamanho, aos resultados encontrados na caracterização do material SAP desta pesquisa, situando-se, na faixa de inferior a $100\mu\text{m}$ de diâmetro. As partículas SAP, ao devolverem a água absorvida nos primeiros dias de hidratação para a matriz cimentícia, criam vazios na estrutura, os quais naturalmente, teriam tamanhos proporcionais ao tamanho médio das partículas de SAP cheias de água. Como já dito, a menor disponibilidade de água no traço sem água de cura extra inserida, aumenta a competição pela água do cimento e do polímero SAP, podendo então a absorção do polímero ser inferior nesta forma de utilização. Portanto, os vazios deixados pelo polímero SAP poderiam se situar em faixas um pouco superiores às apresentadas no resultado de caracterização, sendo então coerentes com os poros detectados.

Figura 4-21. Comparação dos traços MKREF e MKSAP30, e avaliação do tamanho das partículas encontradas em maioria no traço MKSAP30.



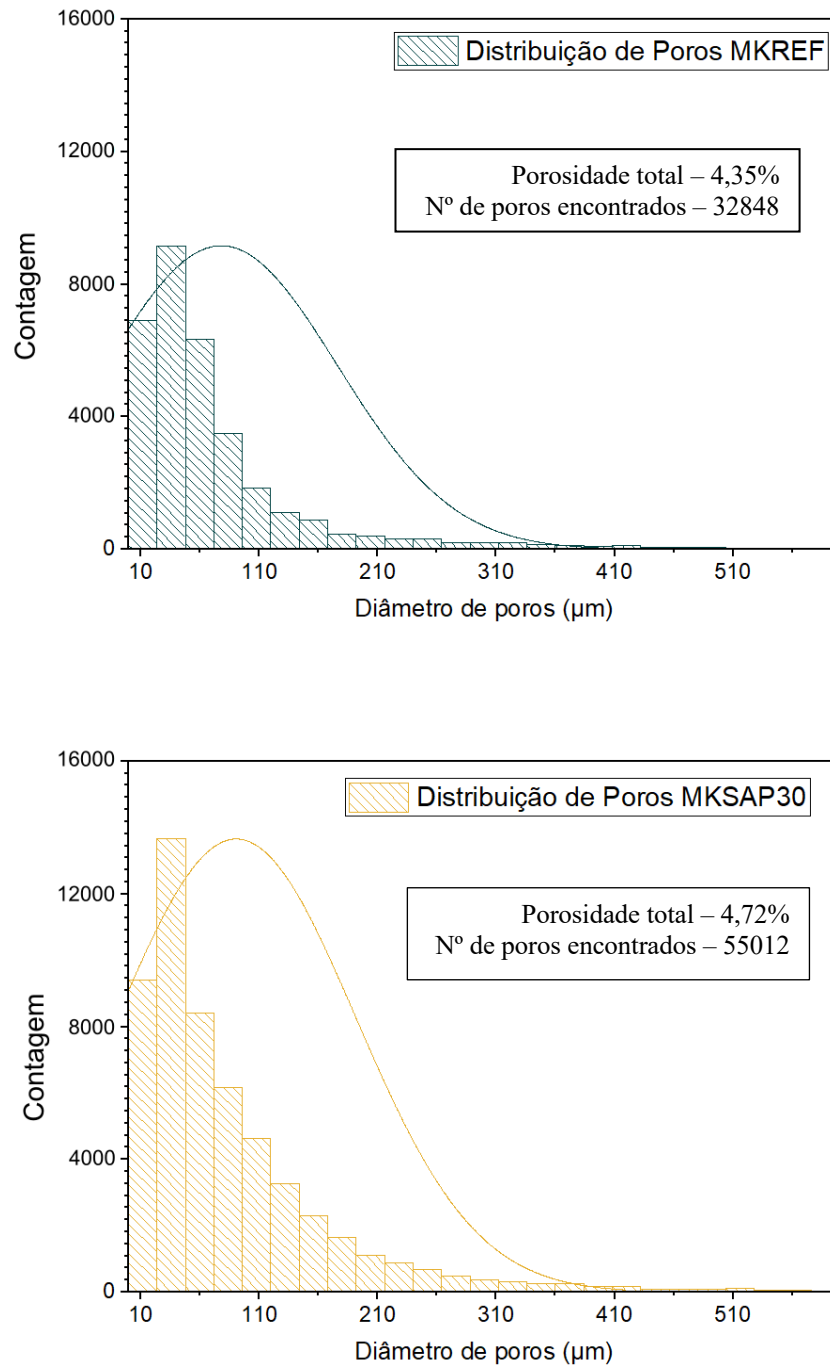
Fonte: Autor (2021)

Monnig (2009) observou o transporte de água a partir de uma partícula de SAP em pastas de cimento, com o auxílio de um microscópio ótico. Foi verificado que em torno da partícula de SAP, houve aumento local de água, bem como densificação da região em volta, otimizando a matriz cimentícia. O raio de ação em torno deste polímero foi de 280 µm de diâmetro, para um polímero de 168 µm. Os resultados apresentados corroboram com o demonstrado por esse autor, onde o polímero superabsorvente influenciou a matriz ao seu redor, ocasionando maior reação pozolânica do metacaulim, refinando poros e aumentando a tortuosidade.

3.1.2.1 Distribuição Porosa

Como forma de análise das diferenças distribuição de diâmetros porosos entre os dois traços, com e sem polímero superabsorvente, foi feita uma verificação utilizando o software, Fiji/ ImageJ, com o *plug in Xlab – Particle size distribution* (MUNCH *et al.*, 2006). Estes resultados estão explicitados na Figura 4-22. Os resultados apresentados aqui, demonstram a contagem de número de poros de determinadas faixas de diâmetro ao longo das amostras.

Figura 4-22. Distribuição de diâmetro de poros dos traços MKREF e MKSAP30



Fonte: Autor (2021)

Primeiramente, nota-se que a contagem do nº total de poros do traço MKSAP30 supera a contagem para o traço de referência MKREF. Enquanto o traço de referência apresentou 32848 poros no total, o traço com polímero atingiu a faixa de 55012, poros, um aumento de cerca de 67,4%.

Ao compararmos o total de poros contabilizados para as amostras, é possível inferir que o aumento do número total de poros, proporcionalmente, não reflete o aumento percentual de porosidade total das misturas. Enquanto o traço de referência atingiu 4,35%, o traço com SAP apresentou 4,72% de porosidade. Este fator aponta para um aumento na contagem de poros para o traço MKSAP30 de menores diâmetros, os quais são menos significativos na contagem percentual de porosidade total, proporcionando tal diferença. Portanto, pode-se inferir que o polímero SAP foi capaz de refinar a estrutura porosa do microconcreto, gerando um maior número de poros totais, sobretudo os de menor diâmetro.

Nas análises dos poros de menores diâmetros de poro contidas nas imagens (faixa de 10 a cerca de 60 μm), é possível a confirmação de que existe um aumento do número de poros dessas menores faixas para o traço MKSAP30, evidenciado também nas análises visuais de renderização 3D. Houve aumento de 40,5% no número de poros dessa faixa, comparando-se os dois traços.

Analisando a faixa porosa de 60 a aproximadamente 150 μm , faixa que se relaciona com tamanhos de partículas SAP encontrados nos resultados de caracterização do polímero, é possível compreender que houve aumento no número de poros desta faixa para o traço MKSAP30. O número de poros contabilizados para esta faixa, foi de 7.336 para o traço MKREF, e de 16.333 para o traço MKSAP30. O percentual relativo ao total de poros contabilizados para cada mistura, indica que os poros dessa faixa representam 22,3% e 29,6% do total de poros de MKREF e MKSAP30, respectivamente. O tamanho de poro deixado pelo polímero SAP na matriz cimentícia encontrado por Agostinho (2021), foi similar aos demonstrados nas análises deste trabalho, mostrando coerência entre os resultados, já que esta pesquisadora utilizou o polímero sem água de cura extra na mistura.

A partir destes resultados, é possível concluir que o polímero SAP provoca aumento no número total de poros de menores diâmetros (10 a 60 μm) e também influencia no aumento do percentual de poros na faixa de 60 a 150 μm relativos à quantidade total de poros dos traços, em cerca de 7,3%. O aumento

neste segundo percentual, e também de faixas acima de 150 μm indica que esses poros possam estar relacionados aos vazios deixados pelo polímero na matriz cimentícia.

5 CONCLUSÕES

5.2 SINOPSE DOS RESULTADOS

Após as análises apresentadas neste trabalho, foi possível determinar diferenças significativas na matriz cimentícia e propriedades mecânicas dos microconcretos modificados com polímero Superabsorvente.

- Houve incremento de resistência à compressão observado nos ensaios em cilindros de microconcretos de alta resistência com polímero superabsorvente e metacaulim, sendo este incremento observado com mais expressividade para o traço MKSAP30, com adição de 0,30% de SAP. O traço MKSAP15 apresentou aumento de 4% aos 3 dias, 22% aos 7 dias e 18% aos 28 dias, em relação a MKREF. Já o traço MKSAP30 apresentou ganhos de resistência a compressão de 21% aos 3 dias, 29% aos 7 dias e 37% aos 28 dias, sendo mais promissor para o aumento de resistência dos microconcretos analisados do que o traço MKSAP15. Ainda assim, ambos apresentaram bom desempenho e resultados significativos na análise estatística. Este incremento deve-se à utilização do polímero sem água de cura extra no traço, mantendo-se o mesmo a/c total para todas as misturas.
- Os resultados de módulo de elasticidade apresentaram o mesmo comportamento encontrado no ensaio de resistência à compressão. Houve aumento do módulo em 5% e 13% para os traços MKSAP15 e MKSAP30 em relação ao traço de referência. Esperava-se a redução do módulo de elasticidade, já que esta propriedade tem íntima ligação com a porosidade dos concretos, que é aumentada pela presença do polímero. O aumento do valor de módulo, mesmo com o aumento de porosidade do polímero revela que o SAP pode proporcionar vantagens na hidratação e nas reações pozolânicas dos microconcretos de alta resistência, capazes de sobrepujar o efeito de aumento da porosidade.
- Foi possível notar a diminuição de retração autógena para ambos os traços com SAP aos 28 dias. Contudo, esta redução foi mais significativa para o traço MKSAP30. Os picos de expansão ocorreram como esperado, de forma que, quanto maior a incorporação do polímero, maiores os valores de picos de expansão detectados. Para a idade de 3 dias, ambos os traços MKSAP15 e MKSAP30 foram efetivos na diminuição da retração autógena.
- O traço MKSAP30 apresentou o menor teor de CH, seguido do traço MKREF e MKSAP15. Este resultado aponta para uma possível alteração na velocidade das reações pozolânicas do metacaulim quando o SAP é utilizado em menores quantidade, e otimização da reação

pozolânicas para maiores teores. Este efeito pode ser causado por uma maior dificuldade de desSORÇÃO do polímero no teor de 0,15% em relação a 0,30%, devido a maior quantidade de água remanescente na matriz. Contudo, este efeito precisa ser melhor compreendido.

- Com o ensaio de calorimetria TAM – AIR, é possível inferir que o polímero SAP pode causar um retardo nos picos de formação de produtos de hidratação, bem como diminuição dos valores destes picos. Este efeito deve-se principalmente a forma de sua utilização, sem água de cura extra, que proporciona uma mistura com a/c inicial menor que o traço de referência, nas misturas onde o polímero foi utilizado.
- É possível inferir que o SAP aumenta a porosidade das misturas, e também proporciona maior hidratação nos traços, principalmente a partir 7 dias, com menor percentual de cimento anidro apresentado. Estes resultados foram observados a partir dos ensaios de Microtomografia de raios – X. O diâmetro médio dos poros do traço MKSAP30 foi menor que o traço MKREF, indicando ainda que houve refinamento da rede porosa na mistura modificada com o polímero, também se notou melhoria das zonas de transição do traço MKSAP30 em relação à MKREF, corroborando com os expressivos resultados obtidos nos ensaios de resistência à compressão.

Analisando-se os resultados em conjunto, é possível afirmar que o polímero superabsorvente possui ação eficaz na mitigação da retração autóloga de microconcretos de alta resistência. Este efeito já havia se demonstrado nítido para microconcretos com sílica ativa como material cimentício suplementar, e foi comprovado também para concretos utilizando metacaulim. Além disso, através do método de utilização do SAP sem água de cura extra no traço, foi possível obter ganhos consideráveis de resistência, através principalmente da otimização da zona de transição dos microconcretos, bem como otimização no processo de hidratação. A microestrutura dos microconcretos com SAP é afetada, de forma que as reações pozolânicas parecem ser otimizadas na presença do polímero. Este efeito pode ser melhor compreendido em pesquisas futuras.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar estudos comparando a ação sinérgica do polímero superabsorvente com os demais materiais cimentícios suplementares, para estabelecer um grau alteração nas reações pozolânicas para cada MCS.

- Variar as relações a/c totais de traços com polímero superabsorvente e metacaulim, e verificar os efeitos desta variação na absorção e dessorção do polímero SAP.
- Aprofundar os estudos realizados nesta pesquisa com variação de teores de metacaulim, a fim de se estabelecer um grau ótimo de efeitos benéficos ao concreto quando se utiliza SAP e metacaulim nos microconcretos.
- Realizar os estudos feitos neste trabalho, contemplando idades mais avançadas, a fim de compreender o efeito apontado de retardo das reações pozolânicas do metacaulim nos microconcretos.
- Realizar estudos de durabilidade em concretos com polímero SAP e metacaulim, já que este trabalho demonstrou aumento de conectividade dos poros formados, apesar do aumento da tortuosidade.

REFERÊNCIAS

_____. NBR 11768: Aditivos químicos para concreto de cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro 2011.

_____. NBR 16697: Cimento Portland — Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

_____. NBR 5739: Concreto - Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 2007.

_____. NBR 7211: Agregados para concreto: especificação. Rio de Janeiro, 2009. 9 p.

_____. NBR 8522: Concreto - Determinação do módulo estático de elasticidade à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 2008.

_____. NBR 9778:2005 - Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

_____. NBR 9779 - Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por capilaridade. Rio de Janeiro, 3p. 2012.

_____. NBR NM 67, 1998, Concreto - Determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone. Rio de Janeiro, 8p.

ABBAS, A.; CARCASSES, M.; OLLIVIER, J.-P. Gas permeability of concrete in relation to its degree of saturation. **Materials and Structures**, v. 32, n. 1, p. 3-8, 1999.

ABOUFOUL, M.; GARCIA, A. Factors affecting hydraulic conductivity of asphalt mixture. **Materials and Structures**, 50, 1-16, 2017.

AGOSTINHO, L. B. Análise microestrutural de pastas de cimento Portland de alta resistência contendo polímero superabsorvente e nanosílica. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2021.

AGOSTINHO, L. B. Estudo reológico de pastas de cimento contendo polímero superabsorvente e nano partículas de sílica. Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2017.

AİTCIN, C. “Autogenous shrinkage measurement”. In: E. Tazawa (ed), **Autoshrink’ 98, Proceedings of the International Workshop on Autogenous Shrinkage of Concrete**, Hiroshima, Japan June, pp. 245-256. 1988.

AİTCIN, C. Autogenous shrinkage measurement. In: **Autogenous Shrinkage of Concrete – Proceedings of the International Workshop organized by Japan Concrete Institute**, edited by Ei-Chi Tazawa, E & FN Spon, London – pp. 257-268., 1999b.

AİTCIN, P.C. **Curing high performance concrete to minimize shrinkage: High- performance concrete series 5.** 1 ed. E. & FN Spon, 1998.

AKCAY, Burcu; TASDEMİR, Mehmet Ali. Autogenous Shrinkage, Pozzolanic Activity and Mechanical Properties of Metakaolin Blended Cementitious Materials. **KSCE Journal of Civil Engineering**, v. 23, n. 11, p. 4727-4734, 2019.

ALTOUBAT, S.A.; LANGE, D.A. Tensile basic creep: measurements and behavior at early age. **ACI Materials**; 98 (5):386–93. 2001.

AMARAL FILHO, M. Concreto de alta resistência (1ra Parte). **Revista IBRACON**, n.4, Ano 2, Abril/Maio/Junho de 1992.

ANTONI, M.; ROSSEN, J.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone, **Cement and Concrete Research**. 421579–1589, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.09.006>. 2012.

ASSMANN, A. **Physical Properties of Concrete Modified with superabsorbent polymers**. Tese doutorado, Universidade de Stuttgart, Faculdade de Engenharia Civil e Ambiental. Stuttgart - Alemanha, 213p. 2013.

ASTM C157. **Standard Test Method for Length Change of Hardened Hydraulic-Cement Mortar**. Annual Book of ASTM Standards, v. 08, n. c, p. 1–7, 2016.

ASTM C1698: Standard Test Method for Autogenous Strain of Cement. 2014.

ASTM E632-82. **Standard Practice for Developing Accelerated Tests to Aid Prediction of the Service Life of Building Components and Materials** (Withdrawn 2005), ASTM International, West Conshohocken, PA, 1988.

AUGUSTO, K.S.; PACIORNIK, S. Porosity characterization of iron ore pellets by X-ray microtomography. **Materials Research**, 21 (2), e2017062, 2017.

BEAUDOIN, J. J.; MARCHAND, J. Pore Structure. In: (Ed.). **Handbook of analytical techniques in concrete science and technology: principles, techniques and applications: ELSEVIER**. Cap. 14, p.528 - 628. 2000.

BENSTED, J.; BARNES, P. **Structure and Performance of Cements**, 2nd ed., New York: Spon Press. 2002.

BERNARDES E. E.; DE MAGALHÃES, A. G.; VASCONCELOS, W.L.; CARRASCO, E.V.M.; NUNES, E.H.H.; DE LIMA, L. B. - Characterization of test specimens produced in reduced size for X-ray microtomography (μ -CT) tests. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, Volume 10, Number 5 (October 2017) p. 1025 – 1041 • ISSN 1983-4195. Available from: <http://dx.doi.org/10.1590/S1983-41952017000500005>, 2017.

BETTENCOURT, A.; GONÇALVES, A. **Autogenous shrinkage measurements on cement pastes: influence of w/c, cement fineness, C3A content, and superplasticizer dosage.** Relatório 431/2010 – NB, LNEC, Lisboa, 2010.

BORGES, J. G. Metodologia dos tubos corrugados para determinação da retração autógena em materiais cimentícios de alto desempenho contendo polímero superabsorvente (SAP). Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2019.

BRINKLEY, G.W. **Ceramic Fabrication Processes, Cambridge & New York: Technology Press & John Wiley and Sons.** 1958.

BROOKS, J. J.; MEGAT JOHARI, M. A. Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete, **Cement and Concrete Composites** 23 495–502. Available from: [http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00095-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00095-0). 2001.

BROOKS, J.J.; JOHARI, M.A.M.; MAZLOOM, M. Effect of admixtures on the setting times of high-strength concrete, **Cement and Concrete Composites**, 22(1): 293-301, 2000.

BUADES, A; COLL, B.; MOREL, J. Non-local means denoising. **Image Processing On Line**, v. 1, p. 208-212, 2011.

CNUDDE, V.; CWIRZEN, A.; MASSCHAELE, B. “Porosity and microstructure characterization of building stones and concretes”, **Engineering Geology**, v. 103, pp. 76-83.2008.

COUTO, P. **Caracterização reológica de pastas de cimento Portland de alta resistência contendo diferentes tipos de polímeros superabsorventes pela técnica de reometria rotacional.** Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2016.

DIAMOND, S. **The Microstructure of Cement Paste in Concrete**, In: Congr. Int. de Química do Cimento, Rio de Janeiro, Brasil, 8, v. 1, 122-147. 1986.

DING, J.T.; LI, Z.J. Effects of metakaolin and silica fume on properties of concrete, **ACI Materials Journal**, 99(4): 393-398.2002.

DOUBE M.; KŁOSOWSKI M.M.; ARGANDA-CARRERAS, I.; CORDELIE`RES, F. P.; DOUGHERTY, R.P.; JACKSON, J.S.; SCHMID, B.; HUTCHINSON J.R.; SHEFELBINE, S. J. BoneJ: free and extensible bone image analysis in ImageJ. **Bone** 47(6):1076–1079. 2010.

ENRÍQUEZ-LEÓN, A.; DE SOUZA, T. D.; ARAGÃO, F. T. S.; BRAZ, D.; PEREIRA, A. M. B.; NOGUEIRA, L. P.. Determination of the air void content of asphalt concrete mixtures using artificial intelligence techniques to segment micro-CT imagesJuly. **International Journal of Pavement Engineering**. Available from: DOI:10.1080/10298436.2021.1931197. 2021

ESTEVES, L.P. On the hydration of water-entrained cement–silica systems: Combined SEM, XRD and thermal analysis in cement pastes. In: *Thermochemica Acta*, Vol. 518, Iss. 1–2, p. 27–35. 2011.

ESTEVES, L.P.; LUKOŠIŪTĒ, I.; ČĒSNIENĒ, J. Hydration of cement with superabsorbent polymers. In: **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, vol. 118, no 2, p. 1385-1393. 2014.

FRANCINETE SILVA JUNIOR, P. **Estudo da estabilidade dimensional de concretos de alta resistência com adição de polímero superabsorvente e nanopartículas de sílica**. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2017.

FRIEDRICH, S. Superabsorbent Polymers (SAP). In: **RILEM TC 225-SAP**. Application of superabsorbent polymers in concrete construction. London: Ed. Springer, Cap. 3, 2012.

GALLUCCI, E.; SCRIVENER, K.; GROSO, A.; STAMPANONI, M.; MARGARITONDO, G. 3D experimental investigation of the microstructure of cement pastes using synchrotron X-ray microtomography (μ CT), **Cement and Concrete Research** 37 (3) 360-368. 2007.

GLEIZE, J.P.; CYR, M.; ESCADEILLAS, G. Effects of metakaolin on autogenous shrinkage of cement pastes. **Cement and Concrete composites**, v. 29, n. 2, p. 80-87, 2007.

GOMES, O. F. M. **Processamento e Análise de Imagens Aplicados à Caracterização Automática de Materiais**. Dissertação apresentada ao Departamento de Ciência de Materiais e Metalurgia da PUC/Rio como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciências da Engenharia Metalúrgica, 2001.

HARTMANN, C.; HELENE, P. Concretos de alta resistência. **Pini. International Conference SP-220** on Autogenous Deformation of Concrete, Arizona, 220, 03 January 2004.

HOPPE FILHO, J.; GOBBI, A.; PEREIRA, E.; QUARCIONI, V. A.; MEDEIROS, M. H. F. de. Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte I): Índice de atividade pozolânica (IAP) com cal, difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TG/DTG) e Chapelle modificado. *Revista Matéria*, v. 22, n.3, 2017.

IGARASHI, S.; WATANABE, A. **Experimental Study on Prevention of Autogenous Deformation by Internal Curing Using Super-Absorbent Polymer Particles**. In: International RILEM Conference on Volume Changes of Hardening Concrete: Testing and Mitigation 20-23, 2006.

INTERNATIONAL STANDARD. ISO 1920-12 – Testing of concrete – Part 12: **Determination of the carbonation resistance of concrete – Accelerated carbonation method**. Geneva, Switzerland. 2015.

JENSEN, O. M.; HANSEN, P. F. Water-entrained cement-based materials I. Principles and theoretical background, **Cement Concrete Research**, 2001.

JENSEN, O. M.; HANSEN, P. F. Water-entrained cement-based materials: II. Experimental observations, **Cement and Concrete Research**, 2002.

JUSTS, J. et al. Influence of superabsorbent polymers on hydration of cement pastes with low water-to-binder ratio: A calorimetry study. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 115, n. 1, p. 425-432, 2014.

JUSTS, J. M.; WYRZYKOWSKI, D.; BAJARE, et al. Internal curing by superabsorbent polymers in ultra-high performance concrete, **Cement and Concrete Research**, 2015.

KANG, S.; HONG, S.; MOON, J. The effect of superabsorbent polymer on various scale of pore structure in ultra-high performance concrete. *Construction and Building Materials*, v. 172, p. 29-40, 2018.

KAWASHIMA. S.; SHAH S.P. Early-age autogenous and drying shrinkage behavior of cellulose fiber-reinforced cementitious materials. **Cement Concrete Composites**, 2011.

KIATKAMJORNWONG, S. Superabsorbent polymers and superabsorbent polymer composites. In: **Science Asia**, 33(Supplement 1), 39-43, 2007.

KINGERY, W.D.; UHLMANN, D.R.; BOWEN, H.K. **Introduction to Ceramics**, 2nd ed., New York: John Wiley and Sons. 1976.

KINUTHIA, J.M.; WILD, S.; SABIR, B.B.; BAI, J. Self-compensating autogenous shrinkage in Portland cement-metakaolin-fly ash pastes, **Advances in Cement Research**, 12(1): 35-43, 2000.

KONG, X. M.; ZHANG, Z. L. Effect of super-absorbent polymer on pore structure of hardened cement paste in high-strength concrete (in Chinese), **Journal of Ceramic**, 2013.

KOVLER, K.; JENSEN O. **General Concept and Terminology. In: RILEM, State-of-the-art report of the Rilem Technical Committee 196-ICC: Internal curing of concrete.** Ed. Springer, Cap. 2, 2007.

KUTAY, M.E.; AYDILEK, A. H.; MASAD, E.; HARMAN, T. Computational and experimental evaluation of hydraulic conductivity anisotropy in hot-mix asphalt. **International Journal of Pavement Engineering**, 2007.

LANDIS, E. N., & KEANE, D. T. X-ray microtomography. **Materials Characterization**, 61(12), 2010. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.09.012>

LANDIS, E. N.; NAGY, E. N.; KEANE, D. T. Microtomographic measurements of internal damage in portland-cement-based composites. **Journal of Aerospace Engineering**, v. 10, n. 1, p. 2-6, 1997.

LEFEVER, G.; AGGELIS, D. G.; DE BELIE, N.; RAES, M.; HAUFFMAN, T.; VAN HEMELRIJCK, D.; SNOECK, D. **The contribution of elastic wave NDT to the characterization of modern cementitious media.** *Sensors (Switzerland)*, v. 20, n. 10, 2020b.

LIU, J.; FARZADNIA, N.; SHI, C. *Microstructural and micromechanical characteristics of ultra-high performance concrete with superabsorbent polymer (SAP).* **Cement and Concrete Research**, 149, 106560. 2021. doi:10.1016/j.cemconres.2021.

LIU, J.; FARZADNIA, N.; SHI, C. Shrinkage and strength development of UHSC incorporating a hybrid system of SAP and SRA. **Cement and Concrete Composites** 2019.

LOPES, A. N. Mitigação da retração autógena em concretos de alta resistência contendo aditivo redutor de retração e seus efeitos na macro e microestrutura. 2011. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Escola de Engenharia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. 2011.

LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R.D. Supplementary cementitious materials, **Cement and Concrete Research**. Res. 41 (2011) 1244–1256, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>.

LOTHENBACH, Barbara; SCRIVENER, Karen; HOOTON, R. D. Supplementary cementitious materials. **Cement and concrete research**, v. 41, n. 12, p. 1244-1256, 2011.

LURA, P. **Autogenous deformation and internal curing of concrete**. Doctoral thesis, Delft, Netherlands, april.2003.

LURA, P.; FRIEDEMANN, K.; STALLMACH, F.; MÖNNING S.; WYRZYKOWSKI, M.; ESTEVES, L. P. **Kinetics of water migration in cement-based systems containing superabsorbent polymers**. In: RILEM TC 225-SAP: Application of Superabsorbent Polymers (SAP) in Concrete Construction. RILEM, Springer; 2012.

LYMAN, C. G. **Growth and Movement in Portland Cement Concrete**, Oxford University, Press, London, 1934.

MA, B. *et al.* Effect of Nano Silica on Hydration and Microstructure Characteristics of Cement High Volume Fly Ash System Under Steam Curing. Journal Wuhan University of Technology, **Materials Science Edition**, v. 34, n. 3, p. 604–613, 2019.

MA, W.; ZHANG, J. K.; LIU, J. H. Review on superabsorbent polymer as internal curing agent of high performance cement-based material (in Chinese), **J. Chin.Ceram. Soc.** 43 2015.

MA, X.; LIU, J.; WU, Z; SHI, C. Effects of SAP on the properties and pore structure of high performance cement-based materials. **Construction and Building Materials**, v. 131, p. 476–484, 2017.

MANZANO, M. A. Estudo experimental de materiais cimentícios de alta resistência modificados com polímeros superabsorventes (PSAS) como agentes de cura interna. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

MANZANO, M. A. R.; TRALDI, C. L.; SILVA, E. F.; LOPES, A. N. M. **Mecanismo de Atuação dos Polímeros Superabsorventes na Hidratação de Materiais Cimentícios**. In: 56º Congresso Brasileiro do Concreto - CBC2014 – 56CBC. 2014.

MATTANA, A. J. ; PEREIRA, E. ; COSTA, M. R. M. M. . Evaluation of porosity in mortar by X-Ray Micromography (MICRO-CT) as an additional tool for Mercury intrusion porosimetry. **Iberoamerican Journal of Applied Computing** , v. 4, p. 18-28, 2014.

MATTANA, A. J.; PEREIRA, E.; COSTA, M. M.M. EVALUATION OF POROSITY IN MORTAR BY X-RAY MICROTOMOGRAPHY (MICRO-CT) AS AN ADDITIONAL TOOL FOR

MERCURY INTRUSION POROSIMETRY. **Iberoamerican Journal of Applied Computing**, v. 4, n. 1, 2014.

MECHTCHERINE, V.; SCHROEFL, C.; GORGES, M. Effectiveness of various superabsorbent polymers (SAP) in mitigating autogenous shrinkage of cement-based materials. In: **Mechanics and Physics of Creep, Shrinkage, and Durability of Concrete: A Tribute to Zdeňk P. Bažant**. 2013. p. 324-331.

MEDDAH, M. S.; SUZUKI, M.; SATO, R. Influence of a combination of expansive and shrinkage-reducing admixture on autogenous deformation and self-stress of silica fume high-performance concrete. **Construction and Building Materials**, 2011.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Concreto. **Microestrutura, propriedades e materiais**. (PINI, Ed.) São Paulo. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da Universidade da Califórnia em Berkeley, Estados Unidos. 2014.

MENDES, C. A. D. M.; AZAMBUJA, C. M. DE. Durabilidade De Concretos De Alta Resistência Com Adição De Polímero Superabsorvente E Nano Partículas De Sílica. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade De Brasília, 2019.

MOHANRAJ, A.; SENTHILKUMAR, V. Effect of Metakaolin on the Durability Property of Superabsorbent Polymer Blended Self-Compacting Concrete. **Iranian Journal of Science and Technology**, Transactions of Civil Engineering, p. 1-12, 2021.

MÖNNIG, S. Superabsorbing additions in concrete – applications, modelling and comparison of different internal water sources. Tese doutorado, Universidade de Stuttgart, Faculdade de Engenharia Civil e Ambiental. Stuttgart - Alemanha, 164pp, 2009.

MÖNNIG, S. Superabsorbing Additions in Concrete: **Applications, Modelling and Comparison of Different Internal Water Sources**. Ph.D. Thesis, The University of Stuttgart, Stuttgart, Germany, 2009.

MONNIG, S. Water saturated superabsorbent polymers used in high strength concrete. Otto-Graf-J 16. 2005.

MÖNNIG, S.; LURA, P. Superabsorbent polymers – an additive to increase the freeze-thaw resistance of high strength concrete, in: C.U. Grosse (Ed.), **Advances in Construction Materials**, Springer, 2007, pp. 351–358.

MORTIMER, R. G. **Physical chemistry**. 3. ed. Canada: Elsevier, 2008. 1385 p.

MOULIN, E.; BLANC, P.; SORRENTINO, D. Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements, **Cement and Concrete Composites**, 23(6): 463-469, 2001.

MÜNCH B., HOLZER L., "Contradicting Geometrical Concepts in Pore Size Analysis Attained with Electron Microscopy and Mercury Intrusion", **Journal of American Ceramics Society** 91(12), pp.4059-4067, 2008.

MUNCH, B., GASSER, P., HOLZER, L., FLATT, R. - Nano tomography of Particulate Systems— Part II: Particle Recognition and Effect of Boundary Truncation. **Journal of the American Ceramic Society**, 89(8), 2586– 2006. 2595. Available in: doi:10.1111/j.1551-2916.2006.01121.x, 2006.

NORTHERN TERRITORY LEGISLATIVE ASSEMBLY. NT BUILD. 492:2011 - **Chloride migration coefficient from non-steady-state migration experiments**. 2011.

OLIVEIRA, T.S.; IGLESIAS, S.M.; AMBRÓSIO, P. E. Caracterização de concretos leves usando processamento tridimensional de imagens de microtomografia computadorizada. **VI Seminário de Avaliação de Pesquisa Científica e Tecnológica SENAI CIMATEC – 2021**. 2021

ORDÓÑEZ, S. T. Mitigação da retração autógena em microconcretos de alta resistência com adição de polímeros superabsorventes e aditivo redutor de retração. Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2013.

PAES, I. N. L. **Avaliação do transporte de água em revestimentos de argamassa nos momentos iniciais pós-aplicação**. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) - Universidade de Brasília, Brasília, 2004.

PEREIRA, A. Experiências na engenharia da UFF com micro tomografia de raios-X. História, histórias, v. 2, n. 11, p. 18-33, 2016.

POON, C.S.; LAM, L.; KOU, S.C.; WONG, Y.L.; WONG, R. Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high-performance cement pastes, **Cement and Concrete Research**, 31(9): 1301-1306, 2001.

POWERS, T. C. Structure and physical properties of hardened Portland cement paste. **Journal of American Ceramic Society**, v. 41, p. 1-6. 1958.

PROMENTILLA, M. A. B.; SUGIYAMA, T. X-Ray Microtomography of Mortars Exposed to Freezing-Thawing Action. **Journal of Advanced Concrete Technology**. Vol. 8, No. 2, 97-111, 2010.

RAMACHANDRAN, Vangi S.; BEAUDOIN, J. J. Concrete science. **Handbook of analytical techniques in concrete science and technology: principles, techniques and applications**, p. 1-55, 2001.

RATTANASAK, U.; KENDALL, K. “Pore structure of cement/pozzolan composites by X-ray microtomography”, **Cement and Concrete Research**, v. 35, pp. 637-640, 2005.

REBECCA, T.; KISHORE, M. Jugal. Experimental Study on Partial Replacement of Cement with Metakaolin and Coarse Aggregate with RCA in M30 Grade. 2021.

REINHARDT, H. W.; GROBE, C.U.; HERB A. T., 2000, “Ultrasonic monitoring of setting and hardening of cement mortar – a new device”, *Materials and Structure*, v. 33, pp 580-583, november.2000.

REIS, P. F. O. Efeito do polímero superabsorvente e de nano partículas de sílica na viscoelasticidade e retração de materiais cimentícios como uma resposta poroviscoelástica. Tese de Doutorado em Estruturas e Construção Civil, Publicação E.TD 008A/19, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 195p. 2019.

RILEM. State-of-the-art report of the Rilem Technical Committee 196-ICC: Internal curing of concrete. Ed. Springer, 2007.

RILEM. **State-of-the-art report of the Rilem Technical Committee 225-SAP: Application of superabsorbent polymers (SAP) in concrete construction.** Mechtcherine, V. & Reinhardt, H.W. (Eds.). London: Ed. Springer, 2012.

ROADMAP TECNOLÓGICO DO CIMENTO: **Potencial de redução das emissões de carbono da indústria do cimento brasileira até 2050** / coordenado por Gonzalo Visedo e Marcelo Pecchio. Rio de Janeiro: SNIC, 2019.

RODRIGUES, G. S. S. **Contribuição ao estudo da retração e da fluência e seus mecanismos de atuação a baixas idades em concretos estruturais.** Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil)-Universidade de Brasília, Brasília, 2010.

ROMERO, P. Laboratory evaluation of the PQI model300. Report to FHWA. 2000.

ROQUE, W. L. ; COSTA, R. R. A. A Plugin for Computing the Pore/Grain Network Tortuosity of a Porous Medium from 2D/3D MicroCT Image. **Applied Computing and Geosciences** , v. 6, p. 100019, 2020.

SANTOS, T. A. C. E. **Estudo da adição de polímero superabsorvente e nano partículas de sílica para melhorar propriedades de concretos de alta resistência.** Dissertação de Mestrado em Estruturas e Construção, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 145p. 2016.

SATO, N.M.N. **Análise da porosidade e de Propriedades de Transporte de Massa em Concretos.** Tese de Doutorado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.

SATO, R.; XU, M.; YANG, Y. **Stresses of High-Strength Concrete Due to Autogenous Shrinkage Combined with Hydration Heat of Cement.** In: Proceedings of Third CANMET/ACI International Conference – High-Performance Concrete, edited by V. M. MALHOTRA, Kuala Lumpur, Malaysia, 1997.

SCHINDELIN, J. Fiji. An Open-Source Platform for Biological-Image Analysis. **Nature Methods**, 9, 676-68, 2012.

SCHRÖFL, C., MECHTCHERINE, V., GORGES, M. Relation between the molecular structure and the efficiency of superabsorbent polymers (SAP) as concrete admixture to mitigate autogenous shrinkage. **Cement and Concrete Research**, v. 42, n. 6, p. 865–873, 2012.

SCRIVENER, K. L.; JUILLAND, P.; MONTEIRO, P. J.M. Advances in understanding hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 38-56, 2015.

SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials. CRC PRESS, 2016.

SECRIERU, TECHNISCHE UNIVERSITÄT DRESDEN E. **Rheometric characterisation of fresh mortars modified with different superabsorbent polymers (SAP)**. Master thesis, TUD, Dresden, 2012.

SHEN, D.; WANG, X.; CHENG, D.; ZHANG, J.; JIANG, G. Effect of internal curing with super absorbent polymers on autogenous shrinkage of concrete at early age. *Construction & Building Materials*, v. 106, n. 1, p. 512–522, 2016.

SILVA, D. A. Efeitos dos polímeros HEC e EVA na microestrutura de pastas de cimento Portland. Tese de doutorado. UFSC. Florianópolis, 2001.

SILVA, E. F. Concreto de alto desempenho: aplicação pioneira em Brasília - Brasil. In: International Congress on High-Performance and Quality of Concrete Structures. Florianópolis: [s.n.]. 1996.

SILVA, E. F. **Variações dimensionais em concretos de alto desempenho contendo aditivo redutor de retração**. Rio de Janeiro: Tese de doutorado, Instituto de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia (COPPE), Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2007. 307 p.

SIRIWATWECHAKUL, W.; SIRAMANONT, J.; VICHIT-VADAKAN, W. Behavior of superabsorbent polymers in calcium-and sodium-rich solutions. *Journal of materials in civil engineering*, v. 24, n. 8, p. 976-980, 2012.

SNELLINGS, R.; SALZE, A.; SCRIVENER, K. L. Use of X-ray diffraction to quantify amorphous supplementary cementitious materials in anhydrous and hydrated blended cements, *Cement and Concrete Research*. 64 89–98, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.06.011>. 2014.

SNOECK, D.; JENSEN, O.; DE BELIE, N. The influence of superabsorbent polymers on the autogenous shrinkage properties of cement pastes with supplementary cementitious materials. *Cement and concrete Research*, v. 74, p. 59-67, 2015.

SOLIMAN, A. M.; NEHDI, M.L. Effect of partially hydrated cementitious materials and superabsorbent polymer on early-age shrinkage of UHPC. *Materials and Construction*. 2011.

SUAREZ., M. L. G. Polímeros Super Absorventes (PSA) como Agente de Cura Interna para Prevenir Fissuração em Concretos de Alta Resistência. Dissertação de Mestrado em Estruturas e Construção Civil, Publicação E.DM-012A/15, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF. 2015.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford, 1997.

TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., 1999, “Effect of constituents and curing condition on autogenous shrinkage of concrete”. In: E. Tazawa (ed), *Autoshrink’ 98*, proceedings of the International Workshop on Autogenous Shrinkage of Concrete, pp. 269-280, Hiroshima, Japan June.

- TRTIK, B.M.; WEISS, W. J.; G. HERTH, A. KAESTNER, E. LEHMANN, P. LURA P. **Neutron tomography measurements of water release from superabsorbent polymers in cement paste, in: W. Brameshuber (Ed.)**, International RILEM Conference on Material Science, Additions Improving Properties of Concrete, RILEM Proceedings PRO 77, RILEM Publications S.A.R. L., Bagneux (France), pp. 175–185. 2010.
- VIANNA, Rafael S. et al. Computing Effective Permeability of Porous Media with FEM and Micro-CT: An Educational Approach. **Fluids**, v. 5, n. 1, p. 16, 2020.
- VOGEL, H. Morphological determination of pore connectivity as a function of pore size using serial sections. **European Journal of Soil Science**, 48(3):365–377. 1997.
- VOGEL, H.J; ROTH, K. Quantitative morphology and network representation of soil pore structure. **Advance Water Resources**, 24(3):233–242. 2001.4
- WANG, F. YANG, J., HU, S., LI, X., CHENG, H. Influence of superabsorbent polymers on the surrounding cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 81, p. 112– 121, 2016.
- WANG, F.; ZHOU, Y.; PENG,B. Autogenous shrinkage of concrete with super- absorbent polymer. **ACI Mater Journal**, 2009.
- WANG, Fazhou et al. Study on Mechanism of Desorption Behavior of Saturated Superabsorbent Polymers in Concrete. **ACI Materials Journal**, v. 112, n. 3, 2015.
- WILD, S., KHATIB, J.M. AND ROOSE, L.J. Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of Portland cement metakaolin pastes, **Advances in Cement Research**, 10(3): 109-119. 1998.
- WILD, S.; KHATIB, J.M.; JONES, A. Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete, **Cement and Concrete Research**, 26(10): 1537-1544. 1976.
- WYRZYKOWSKI, M., IGARASHI, S., LURA, P., MECHTCHERINE, V. Recommendation of RILEM TC 260-RSC: using superabsorbent polymers (SAP) to mitigate autogenous shrinkage. RILEM TC 260-RSCSAP, Dubendorf, Switzerland. 2018.
- YANG, L.; SHI, C.; WU, Z. Mitigation techniques for autogenous shrinkage of ultra-high-performance concrete—A review. **Composites Part B: Engineering**, v. 178, p. 107456, 2019.
- ZHAO, Shengying *et al.* Absorption capacity of superabsorbent polymer in cement pastes: a robustness test. **Materials and Structures**, v. 54, n. 1, p. 1-15, 2021.

APÊNDICE A

Tabela A-1: Resultados individuais de massa específica (g/cm³)

Resultados individuais				Resultados médios
MKREF	2,18	2,17	2,18	2,18
MKSAP15	2,19	2,21	2,23	2,21
MKSAP30	2,28	2,29	2,25	2,28

Tabela A-2: Análise estatística ANOVA para os resultados de massa específica de MKREF e MKSAP15

SUMÁRIO				
Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
MKREF	3	6,5477707	2,18259023	2,9686E-05
MKSAP15	3	6,64356688	2,21452229	0,00029314

ANOVA						
Fonte de variação	SQ	gl	MQ	F	valor P	F crítico
Entre grupos	0,00152948	1	0,00152948	9,47560275	0,03699466	7,70864742

Tabela A.3 - Análise estatística ANOVA para os resultados de massa específica de MKREF e MKSAP30

SUMÁRIO				
Grupos	Contagem	Soma	Média	Variância
MKREF	3	6,5477707	2,18259023	2,9686E-05
MKSAP30	3	6,8366879	2,27889597	0,0003597

ANOVA						
Fonte de variação	SQ	gl	MQ	F	valor P	F crítico
Entre grupos	0,01391219	1	0,01391219	71,4578761	0,00107296	7,70864742

Tabela A-4: Resultados individuais de resistência à compressão em cilindros (MPa)

TRAÇOS	3 DIAS			7 DIAS			28 DIAS		
MKREF	55,9	57,3	52,5	61,7	62,9	59,5	70,9	73,4	69,2
MKSAP15	53,9	60,6	58,1	73,3	73,8	78,6	90,0	82,1	81,1
MKSAP30	67,0	70,1	64,9	78,5	79,1	81,3	99,7	95,4	99,6

Tabela A-5: Análise estatística ANOVA para os resultados de resistência à compressão de MKREF - MKSAP15 aos 3 dias

SUMÁRIO				
<i>Grupos</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
MKREF	3	165,7070064	55,235669	6,1172461
MKSAP15	3	172,6369427	57,545648	11,531719

ANOVA						
<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	8,0040029	1	8,0040029	0,9070224	0,39483639	7,7086474

Tabela A-6: Análise estatística ANOVA para os resultados de resistência à compressão de MKREF e MKSAP30 aos 3 dias

SUMÁRIO				
<i>Grupos</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
MKSAP30	3	201,98726	67,329087	6,85810107
MKREF	3	165,70701	55,235669	6,11724614

ANOVA						
<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	219,37615	1	219,37615	33,814301	0,00435346	7,70864742

Tabela A-7: Análise estatística ANOVA para os resultados de resistência à compressão de MKREF e MKSAP15 aos 7 dias

SUMÁRIO				
<i>Grupos</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
MKREF	3	184,050955	61,3503185	2,89764291
MKSAP15	3	225,630573	75,2101911	8,54752728

ANOVA						
<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	288,144103	1	288,144103	50,3520871	0,00208304	7,70864742

Tabela A-8: Análise estatística ANOVA para os resultados de resistência à compressão de MKREF e MKSAP30 aos 7 dias

SUMÁRIO						
<i>Grupos</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
MKSAP30	3	238,878981	79,626327	2,2571842		
MKREF	3	184,050955	61,3503185	2,89764291		
ANOVA						
<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	501,01873	1	501,01873	194,38818	0,00015348	7,70864742

Tabela A-9: Análise estatística ANOVA para os resultados de resistência à compressão de MKREF e MKSAP15 aos 28 dias

SUMÁRIO						
<i>Grupos</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
MKREF	3	213,503185	71,1677282	4,40704829		
MKSAP15	3	253,248408	84,4161359	23,537723		
ANOVA						
<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	263,280458	1	263,280458	18,8429138	0,01224483	7,70864742

Tabela A-10: Análise estatística ANOVA para os resultados de resistência à compressão de MKREF e MKSAP30 aos 28 dias

SUMÁRIO						
<i>Grupos</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
MKSAP30	3	294,624204	98,2080679	5,96492082		
MKREF	3	213,503185	71,1677282	4,40704829		
ANOVA						
<i>Fonte de variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1096,76996	1	1096,76996	211,487316	0,00013002	7,70864742

Tabela A-11: Resultados individuais de módulo de elasticidade (GPa)

RESULTADOS INDIVIDUAIS	CP1	CP2	CP3	MÉDIA
MKREF	39,6	35,1	34,1	36,2
MKSAP15	34,6	43,8	37,8	38,7
MKSAP30	44,4	37,2	42,3	41,3

Tabela A-12: Análise estatística ANOVA para os resultados de módulo de elasticidade de MKREF e MKSAP15 aos 28 dias

RESUMO						
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
Linha 1	3	108,8	36,26667	8,583333		
Linha 2	3	116,2	38,73333	21,81333		
ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	9,126667	1	9,126667	0,600504	0,481645	7,708647

Tabela A-13: Análise estatística ANOVA para os resultados de módulo de elasticidade de MKREF e MKSAP30 aos 28 dias

RESUMO						
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
Linha 1	3	123,9	41,3	13,71		
Linha 2	3	108,8	36,26667	8,583333		
ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	38,00167	1	38,00167	3,40924	0,138564	7,708647

Figura A-1: Resultados individuais dos corpos de prova de retração autógena, de 1 a 28 dias, traço MKREF (Este resultado contempla apenas 2 corpos de prova, o terceiro corpo de prova apresentou problemas durante o ensaio e foi descartado da análise).

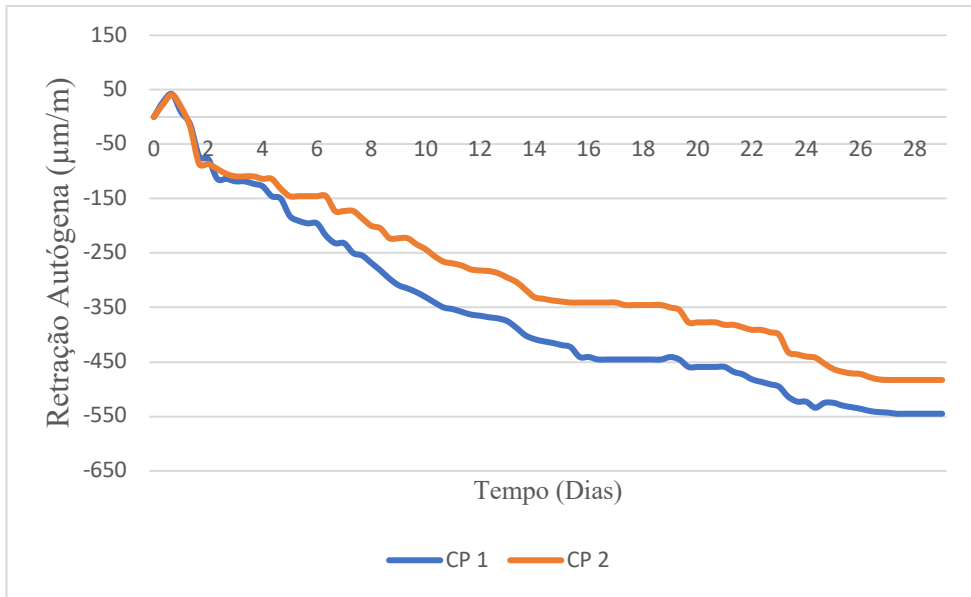


Figura A- 2: Resultados individuais dos corpos de prova de retração autógena, de 1 a 28 dias, traço MKSAP15.

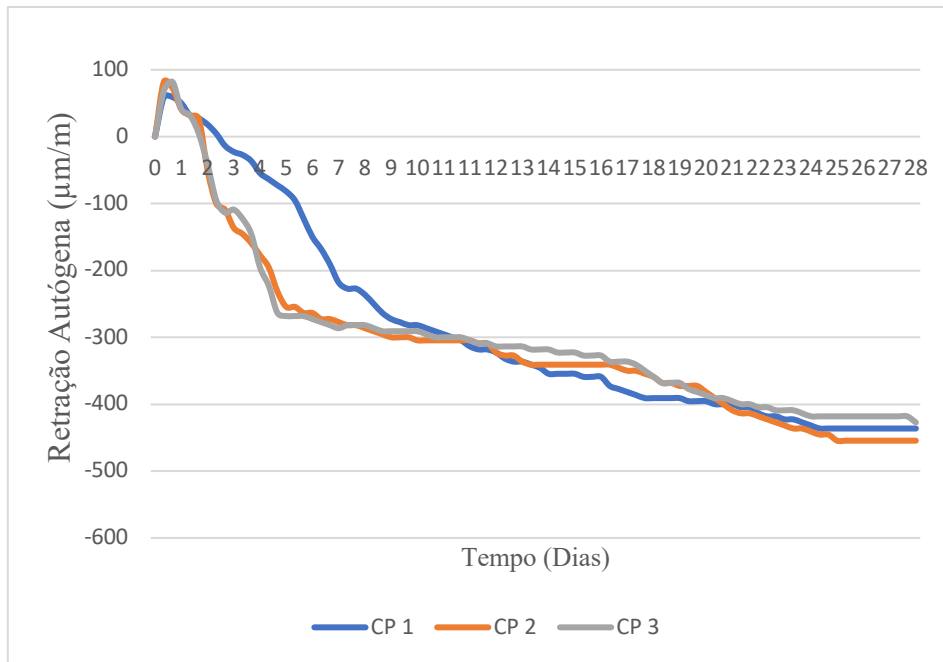


Figura A 3: Resultados individuais dos corpos de prova de retração autógena, de 1 a 28 dias, traço MKSAP30

