



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

NATÁLIA PIRES MARTINS

**MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ARGAMASSAS
CONTENDO ESCÓRIA DE ALTO FORNO IN NATURA**

João Pessoa/Paraíba

Novembro/2016

NATÁLIA PIRES MARTINS

**MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ARGAMASSAS
CONTENDO ESCÓRIA DE ALTO FORNO IN NATURA**

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) apresentado à Coordenação do Curso de Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal da Paraíba, como um dos requisitos necessários à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Hidelbrando José Farkat Diógenes.

Co-orientador: Prof. Dr. Sandro Marden Torres.

João Pessoa/Paraíba

Novembro/ 2016

M386m Martins, Natália Pires

Microestrutura e propriedades mecânicas de argamassas contendo escória de alto forno in natura./ Natália Pires Martins./ – João Pessoa: UFPB, 2016.

67f. il.:

Orientador Prof. Dr. Hidelbrando José Farkat Diógenes

Co-orientador: Prof. Dr. Sandro Marden Torres

Monografia (Curso de Graduação em Engenharia Civil)
CGEC / Universidade Federal da Paraíba. Campus I - Centro de
Tecnologia.

1. Zona de Transição da Interface. 2. Ativação alcalina. 3.
Porosidade. 4. Cimentos Híbridos. 5. Módulo de elasticidade
dinâmico.. I. Título

UFPB/BS/CT

CDU: 2ed. 691.54 (043)

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Hidelbrando, por toda motivação, apoio e orientação neste trabalho. Obrigada por, mesmo diante da minha instabilidade e pouco tempo livre durante este semestre, ser tão paciente e confiar em mim.

Ao Prof. Sandro, por me apresentar este tema, o qual tive muita felicidade em estudar, e por toda colaboração durante as etapas do trabalho. Sou imensamente grata pela sua brilhante colaboração.

Aos técnicos e alunos de graduação e pós-graduação do TECNOMAT: Verônica, William, Eduardo, Henrique, Diego, Meyson, Ricardo, André Isaac, que, mesmo ocupados com seus afazeres, estiveram sempre dispostos a contribuir com a realização deste trabalho.

Aos funcionários do LABEME, Cláudio, Delby, Ricardo, Sebastião, Zito e Lila, pela gentileza com que sempre se dirigiram a mim, e por toda a ajuda na realização dos ensaios.

Ao Prof. Primo, pelas gentis conversas e pela disponibilidade em ajudar, e ao Prof. Marçal, pelos comentários construtivos.

À Adalice e Gaby, pelos conselhos, pela amizade e pelo suporte no dia-a-dia no laboratório e no estágio. Muito obrigada!!

À equipe de engenharia da CINEP, em especial a Sr. Bandeira, Sr. Meira e Léo, pela compreensão nos momentos em que tive que me ausentar.

Aos amigos que conquistei durante o curso, em especial à Binha, minha fiel companheira de sempre, e à Camila, Luan, Roberta e Thaís, amigos queridos que estiveram muito próximos nesta reta final. Sem o auxílio e a companhia diária de vocês, teria sido muito mais difícil realizar este trabalho.

À minha família e a Lucas, por confiarem em mim e me encorajarem sempre.

RESUMO

A problemática ambiental em torno da fabricação do cimento Portland tem levado a comunidade científica a buscar novos materiais cimentícios alternativos, mais sustentáveis e capazes de promover propriedades tecnológicas equivalentes ou superiores às do cimento Portland tradicional. Os cimentos híbridos alcalinos são interessantes sistemas multicomponentes que incorporam elevado teor de resíduos e baixas proporções de clínquer, gerando vantagens econômicas e ambientais. Este trabalho buscou estudar o efeito da granulometria da escória granulada de alto forno álcali-ativada no desempenho mecânico e na microestrutura de argamassas. A análise foi realizada através de ensaios de resistência à compressão, ultrassom, resposta acústica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados indicam que a ativação alcalina da escória em sua granulometria bruta, inserida na matriz de cimento Portland, conduz à formação de uma zona de transição mais densa que a pasta de cimento. Enquanto a pasta de cimento foi responsável pelo ganho de resistência à compressão até os 28 dias (até 6,11 MPa), a contribuição da rigidez da zona de transição dos grãos de escória foi observada através de ganhos relativos na tração. Além disso, os resultados indicam que é possível obter hidratação total de partículas com até 20 μm de diâmetro.

Palavras-chave: Zona de Transição da Interface; Ativação alcalina; Porosidade; Cimentos Híbridos; Módulo de elasticidade dinâmico.

ABSTRACT

The environmental issue surrounding Portland cement production has led the scientific community to seek alternative cementitious materials that are capable of promoting comparable technological properties to those of traditional cement. Alkaline hybrid cements are interesting multicomponent systems that incorporate high content of mineral admixtures and low clinker proportions, generating economic and environmental advantages. This work aims to study the effect of granulometry of blast furnace slag on the microstructure and mechanical properties and mortars. Some of the performed tests and techniques were: compressive strength test, ultrasonic test, acoustic response method and scanning electron microscopy (SEM). The results indicate that the alkali-activation of the slag “in natura”, inserted in a Portland cement matrix, leads to the formation of a denser interfacial transition zone, in relation to the cement paste. The cement paste was responsible for the compressive strength gain up to 28 days (up to 6,11 MPa), but the ITZ contributed to the mortar stiffness. In addition, the results shows that it is possible to obtain total hydration of particles up to 20 μm in diameter.

Keywords: Interfacial Transition Zone; Alkaline activation; Porosity; Hybrid Cements; Dynamic modulus of elasticity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Modelo teórico do mecanismo de reação em escória álcali-ativada.....	23
Figura 2 - Zona de transição de argamassa de cimento híbrido observada através de MEV ...	29
Figura 3 - MEV de argamassas de (a) escória ativada com silicato de sódio e (b) cimento Portland, ambas com 1 ano.....	29
Figura 4 - (a) Frasco utilizado para determinar massa específica e (b) Balança de precisão 0,1g.	31
Figura 5 - Embalagem de escória granulada de alto forno recebida.	32
Figura 6 - (a) Peneiras da série normal; (b) Amostra de escória seca em estufa; (c) Peneiramento manual da escória.	32
Figura 7 - Difratorômetro de bancada D2 PHASER 2nd Gen, Bruker.....	34
Figura 8 - (a) Embalagem de NaOH; (b) Rótulo da embalagem do silicato de sódio; (c) Silicato de sódio líquido e hidróxido de sódio em micropérolas.....	35
Figura 9 - Aparência da argamassa.	36
Figura 10 - Aparência da argamassa.....	37
Figura 11 - Moldes utilizados na produção dos corpos de prova cilíndricos (a) e prismáticos (b).	38
Figura 12 - Homogeneização da mistura.....	38
Figura 13 - Corpos de prova na câmara úmida.....	39
Figura 14 - Ensaio de ultrassom.	40
Figura 15 - Ensaio de resposta acústica.....	41
Figura 16 - Ensaio de resposta acústica para determinação dos módulos de elasticidade dinâmicos longitudinal.	42
Figura 17 - (a) prensa em ensaio de tração na flexão; (b) corpo de prova cilíndrico sendo rompido à compressão; (c) parte de um corpo de prova prismático sendo rompido à compressão.	42
Figura 18 - Material utilizado para coleta de amostra para MEV.	43
Figura 19 - Danos causados à superfície de corte das amostras CHE60 e CHE50.	44
Figura 20 - Superfícies polidas das amostras de traços CHE50 e CHE60 após nova tentativa de preparação.....	44
Figura 21 - Curva Granulométrica da areia.....	45
Figura 22 - Curva granulométrica da EGAF.	46

Figura 23 - Espectro de DRX da EGAF.	48
Figura 24 - Aparência porosa de corpo de prova prismático do traço CHE50 rompido à tração na flexão.	49
Figura 25 - Correlação entre os módulos dinâmicos obtidos pelas técnicas de ultrassom e resposta acústica.	51
Figura 26 - Correlação entre resistência à compressão e módulo dinâmico obtido por resposta acústica.	53
Figura 27 - Correlação entre resistência à compressão e módulo dinâmico obtido por ultrassom.	54
Figura 28 - Microestrutura de amostra de REF.	55
Figura 29 - Microestrutura de amostra de CHE60.	55
Figura 30 - Zona de transição da interface de CHE60.	57
Figura 31 - Microestrutura de amostra de CHE50.	58
Figura 32 - Zona de transição na interface do grão de escória de CHE50.	59
Figura 33 - Zona de transição na interface do grão de areia de CHE50.	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Módulos químicos para avaliação da hidraulicidade de EGAFs.....	16
Tabela 2 - Índice de Bond de alguns materiais.....	18
Tabela 3 - Influência da escória no consumo de energia de moagem.	19
Tabela 4 - Histórico de pesquisas sobre cimentos alcalinos.....	20
Tabela 5 - Frequências naturais e módulos de elasticidade dinâmicos de argamassas 1:3.	27
Tabela 6 - Composição da solução alcalina ativadora para 100g de escória.....	36
Tabela 7 - Componentes das argamassas produzidas.....	37
Tabela 8 - Análise granulométrica da areia.	45
Tabela 9 - Caracterização da areia.....	45
Tabela 10 - Resultados da caracterização do CP V-ARI.....	46
Tabela 11 - Análise granulométrica da EGAF.	46
Tabela 12 - Composição química da EGAF.....	47
Tabela 13 - Módulos de hidraulicidade da escória.....	47
Tabela 14 - Parâmetros geométricos e massas dos prismas.	49
Tabela 15 - Densidades médias dos corpos de prova prismáticos (Média ± DP (CV)).	49
Tabela 16 - Frequências naturais de vibração.	50
Tabela 17 - Coeficientes de Poisson.....	50
Tabela 18 - Módulo de elasticidade dinâmico.....	50
Tabela 19 - Velocidade do pulso ultrassônico.....	50
Tabela 20 - Resultados de resistência à compressão axial e tração na flexão aos 28 dias.	52
Tabela 21 - Teor de pasta em cada mistura.	52
Tabela 22 - "Módulos de Resistência".	53

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CP	Cimento Portland
CP-II-E	Cimento Portland composto com adição de escória
CP-III	Cimento Portland de alto forno
CP-V-ARI	Cimento Portland de alta resistência inicial
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
DRX	Difração de raios X
EGAF	Escória granulada de alto forno
FRX	Fluorescência de raios X
GD	Grau de despolimerização
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MCS	Materiais cimentícios suplementares
NBR	Norma Brasileira
NM	Norma Mercosul
pH	Potencial hidrogeniônico
ZTI	Zona de transição na Interface

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
1.1	JUSTIFICATIVA	12
1.2	OBJETIVOS	13
1.2.1	<i>Objetivo Geral</i>	13
1.2.2	<i>Objetivos Específicos</i>	13
1.3	METODOLOGIA	13
1.4	ESTRUTURA DO TEXTO.....	11
2	REVISÃO DA LITERATURA	15
2.1	MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES (MCS).....	15
2.1.1	<i>Escória granulada de alto forno</i>	15
2.2	MOAGEM	18
2.3	CIMENTOS ÁLCALI-ATIVADOS	20
2.3.1	<i>Matéria-prima</i>	22
2.3.2	<i>Mecanismos de reação e produtos de hidratação</i>	22
2.3.3	<i>Ativadores alcalinos</i>	23
2.4	CIMENTOS HÍBRIDOS	24
2.5	MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO	26
2.6	ZONA DE TRANSIÇÃO ENTRE A PASTA DE CIMENTO E O AGREGADO.....	28
3	DESENVOLVIMENTO EXPERIMENTAL.....	30
3.1	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DO AGREGADO MIÚDO.....	30
3.2	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DO CIMENTO PORTLAND.....	31
3.3	CARACTERIZAÇÃO DA ESCÓRIA	32
3.3.1	<i>Caracterização física</i>	32
3.3.2	<i>Caracterização química e mineralógica</i>	33
3.4	ÁGUA.....	34
3.5	ATIVADOR ALCALINO	34
3.6	DEFINIÇÃO DO TRAÇO E DOSAGEM DO ATIVADOR	35
3.6.1	<i>Definição do traço das argamassas com escória</i>	36
3.7	PRODUÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	37
3.7.1	<i>Corpos de prova de referência</i>	38
3.7.2	<i>Corpos de prova dos traços CHE60 e CHE50</i>	39

3.8	DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE	39
3.9	ENSAIO NÃO DESTRUTIVOS	40
3.9.1	<i>Ensaio de ultrassom</i>	40
3.9.2	<i>Ensaio de resposta acústica</i>	41
3.10	ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL E TRAÇÃO NA FLEXÃO	42
3.11	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	42
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO AGREGADO MIÚDO.....	45
4.2	CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND	46
4.3	CARACTERIZAÇÃO DA ESCÓRIA	46
4.3.1	<i>Caracterização física</i>	46
4.3.2	<i>Caracterização química e mineralógica</i>	47
4.4	MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO E RESISTÊNCIA DAS ARGAMASSAS	49
4.5	MICROESTRUTURA DAS ARGAMASSAS	54
5	CONCLUSÕES	60
	REFERÊNCIAS	62
	APÊNDICE	67

1 INTRODUÇÃO

1.1 Estrutura do texto

Este trabalho foi dividido em cinco capítulos: introdução, revisão de literatura, programa experimental, resultados e discussões, e conclusões.

O **Capítulo 1 – Introdução** é composto por uma introdução ao tema da pesquisa, no qual são abordadas as justificativas da realização deste trabalho, os objetivos e a metodologia utilizada.

O **Capítulo 2 –Revisão da Literatura** aborda as principais características da escória granulada de alto forno no que diz respeito à sua utilização como aglomerante álcali-ativado. São apresentadas informações sobre o estado atual da pesquisa sobre cimentos de escória álcali-ativada, os ativadores recomendados e resultados obtidos em estudos anteriores. Além disso, aspectos relacionados à moagem e aos ensaios para determinação do módulo de elasticidade dinâmico são brevemente discutidos.

No **Capítulo 3 – Desenvolvimento Experimental**, são descritos todos os ensaios realizados neste trabalho, assim como a dosagem e a produção das argamassas.

O **Capítulo 4 – Resultados e Discussões** é destinado à apresentação dos resultados obtidos tanto nos ensaios de caracterização dos materiais empregados na produção das argamassas, quanto nos ensaios realizados nos corpos de prova. Nesse capítulo, também estão contidas as discussões dos resultados.

O **Capítulo 5 – Conclusões** apresenta as conclusões obtidas através da análise dos resultados encontrados nos ensaios.

1.2 Considerações iniciais

A incorporação de resíduos à produção do cimento tem sido proposta como uma forma de minimizar os danos ambientais associados à extração de matérias primas da natureza, ao consumo de energia e às emissões de CO₂ geradas no processo. Nesse contexto, insere-se a escória granulada de forno (EGAF), resíduo da indústria siderúrgica já utilizado como adição ao cimento Portland pela indústria cimenteira brasileira.

Nas plantas cimenteiras, a escória passa por moagem até atingir elevada superfície específica, processo de ativação empregado para acelerar o início de suas reações de hidratação (conhecidamente mais lentas que as do cimento Portland). Ao processo de

moagem, no entanto, está associada significativa proporção do consumo total de energia elétrica demandado pela produção do cimento, e, por consequência, altos custos produtivos.

Entre os materiais alternativos de baixo impacto ambiental, estão os cimentos híbridos. Diversos estudos vêm sendo desenvolvidos, ao redor do mundo, acerca dessa nova categoria de cimentos. São misturas que podem ser produzidas com teores de clínquer tão baixos quanto 20% e altas proporções de resíduos industriais, como as cinzas volantes e escória de alto forno, ativados por solução alcalina.

A ativação alcalina da EGAF finamente moída tem sido estudada em detalhes por diversos autores, com exploração de aspectos como: tipo e proporção ótima do ativador, cinética das reações, desempenho mecânico e microestrutura do composto resultante. Observa-se, no entanto, uma lacuna na literatura sobre a avaliação das mesmas propriedades da escória álcali-ativada em estado bruto.

Este trabalho buscou estudar o desempenho mecânico e a microestrutura de cimentos com escória ativada alcalinamente em sua granulometria natural. Para avaliar a matéria prima e as argamassas produzidas, foram empregadas técnicas para caracterização como: fluorescência de raios X, microscopia eletrônica de varredura, difratometria de raios X, ensaios de ultrassom e resposta aústica, além dos ensaios de resistência à compressão e tração na flexão.

1.3 Justificativa e relevância do tema

A produção do cimento é um processo que requer intenso consumo de energia e resulta em vultosa emissão de CO₂ devido, essencialmente, à alta demanda por combustíveis (primordialmente nos fornos), e à calcinação das matérias primas (WORRELL *et al.*, 2000). O consumo da energia térmica gerada pelo combustível, utilizada para secagem, aquecimento e calcinação do calcário constitui 90% do total, enquanto o consumo de energia elétrica responde pelos outros 10% (THERMIE PROGRAMME, 1996 *apud* MARÍNGOLO, 2001). Não obstante, segundo Bapat (1998) *apud* Maríngolo (2001), esses 10% representam 50% dos custos totais com energia.

A maior parte da eletricidade é destinada ao processo de moagem do clínquer (40%) e das matérias-primas (25%) (MARÍNGOLO, 2001). A moagem representa, portanto, grande parcela dos custos com energia arcados pelas indústrias cimenteiras.

A redução do consumo de energia na produção do cimento tem sido praticada através da adição de subprodutos industriais ao processo. Apesar de reduzir a quantidade de clínquer constituinte de cada tonelada de cimento produzida e, portanto, representar economia

sobretudo no consumo de energia térmica, a incorporação desses materiais pode causar um grande aumento no consumo de energia na moagem. As escórias de alto forno possuem maior resistência à moagem que o gesso ou as cinzas (SOUZA, 2007), e, frequentemente, que o próprio clínquer (YOUSEFI e VEFAAKPINAR, 2012).

Nesse sentido, observa-se que há importância no estudo do efeito da granulometria da escória nas propriedades das argamassas. A obtenção de informações acerca do tema pode trazer esclarecimentos sobre a real necessidade de moagem dos grãos para que estes passem a contribuir com o melhoramento dessas propriedades.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo Geral

Estudar o desempenho mecânico e a microestrutura de argamassas contendo escória granulada de alto forno álcali-ativada, avaliando o efeito da granulometria sobre essas propriedades.

1.4.2 Objetivos Específicos

- I. Analisar a reatividade da escória granulada de alto forno não moída;
- II. Avaliar as resistências à compressão e à tração na flexão das argamassas aos 28 dias;
- III. Comparar os módulos de elasticidade dinâmicos das argamassas obtidos a partir de duas técnicas não-destrutivas (ultrassom e resposta acústica);
- IV. Identificar a precipitação dos produtos de hidratação da escória na superfície dos grãos;
- V. Examinar a porosidade da matriz e da zona de transição da interface das argamassas.

1.5 Metodologia geral

O presente estudo tem caráter essencialmente experimental. Nesse sentido, foi realizada uma revisão bibliográfica acerca dos temas envolvidos na pesquisa. São abordados a reatividade e o processo de ativação alcalina da escória granulada de alto forno, assim como as propriedades dos cimentos híbridos produzidos a partir deste material. Além desses, outros dois pontos relevantes para a realização deste estudo são apresentados brevemente: a questão energética da moagem na indústria do cimento e os métodos dinâmicos para determinação do

módulo de elasticidade. O material pesquisado foi sintetizado no segundo capítulo deste trabalho.

Em seguida, foram realizados os ensaios de caracterização dos materiais utilizados da produção das argamassas: escória granulada de alto forno, agregado miúdo e cimento Portland de alta resistência inicial (CP V-ARI). Foram realizados ensaios de granulometria e massa específica na areia e na escória, sendo esta submetida também à difração de raios X (DRX) e fluorescência de raiosX (FRX). O cimento Portland passou por ensaios de superfície específica e massa específica.

O estudo do traço e do ativador alcalino foi realizado com base nas indicações da literatura, levando em conta a condição granulométrica da escória. Dessa maneira, foram definidas as proporções de cimento Portland, escória, ativador e água de amassamento que compõem as argamassas produzidas.

A posterior moldagem de corpos de prova cilíndricos e prismáticos foi realizada em etapas. Inicialmente, foram moldados os corpos de prova de referência, os quais foram seguidos pelas amostras das argamassas com escória. Cada espécime foi desmoldado após 24h e encaminhado ao respectivo regime de cura.

Aos 28 dias, os corpos de prova foram submetidos a ensaios de ultrassom, resposta acústica, resistência à compressão axial, resistência à tração na flexão e à microscopia eletrônica de varredura. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaio de Materiais e Estruturas (LABEME) e no Laboratório de Tecnologia de Novos Materiais (TECNOMAT), ambos localizados no Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba.

Os resultados foram coletados, analisados e discutidos, enfatizando a comparação entre as propriedades das argamassas produzidas a partir de escória de alto forno não moída e da argamassa de referência.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Materiais Cimentícios Suplementares (MCS)

Materiais cimentícios suplementares (MCS) são materiais inorgânicos que contribuem com as propriedades de misturas cimentícias através de atividade hidráulica, pozolânica ou ambas. Os MCS mais utilizados são: sílica ativa, cinza volante e escória granulada de forno.

Quando utilizados como substituição parcial do cimento Portland (CP) em cimentos compostos, representam uma redução significativa nas emissões de CO₂ envolvidas no processo de calcinação da matéria prima. Além disso, a incorporação dos MCS à cadeia do cimento significa a reciclagem de subprodutos de outras indústrias, o que promove benefícios ambientais relacionados à disposição final de resíduos.

Alguns ganhos em propriedades provenientes do uso de MCS são: redução do calor de hidratação, aumento da resistência em altas idades, redução da permeabilidade, melhor desempenho na resistência aos cloretos e sulfatos, e redução das reações álcali-agregado (ACI, 2003).

2.1.1 Escória granulada de alto forno

A escória de alto forno, resíduo da produção de ferro gusa em alto forno, é um material utilizado na construção civil como agregado e, a depender do processo de resfriamento e da ativação, como aglomerante.

Quando resfriada lentamente, a escória se cristaliza, tomando uma forma mineralógica e química estável, sem atividade aglomerante (JOHN, 1995). Entretanto, se a temperatura for reduzida em velocidade suficientemente elevada, não há tempo hábil para a formação de cristais. Nesse caso, a estrutura é vítrea, com poder aglomerante. As escórias resfriadas dessa maneira são chamadas de granuladas, pois apresentam seus grãos em tamanho semelhante ao da areia natural (JOHN, 1995).

As escórias granuladas de alto forno (EGAF) possuem composição química semelhante à do cimento Portland, alto potencial hidráulico e produzem C-S-H como produto de hidratação. Uma vez que os compostos resultantes a hidratação da escória são os mesmos que os do CP, o que limita a velocidade de endurecimento da EGAF é a sua dissolução lenta. A dissolução acontece por ataque hidroxílico (íons OH⁻) (DRON, 1982 *apud* JOHN, 1995).

À reduzida velocidade de reação está associado o baixo calor de hidratação. Por liberar menos calor em suas reações, a escória se apresenta como um aglomerante ideal para a produção de concreto massa. Nesse tipo de aplicação, o controle sobre a elevação da temperatura é um ponto crítico para evitar problemas de durabilidade.

A indústria cimenteira consome parte da EGAF gerada no país principalmente na produção de cimentos do tipo CP-II-E (Cimento Portland composto com adição de até 34% de escória) e CP-III (Cimento Portland de alto forno, com adição de 35 a 70% de escória). A incorporação desse material aos cimentos compostos traz vantagens como: redução de custos produtivos, alta resistência a ácidos e sulfatos, melhoras na trabalhabilidade e durabilidade, e altas resistências em idades posteriores (AGOPYAN e JOHN, 2000).

2.1.1.1 Reatividade

A reatividade da escória é a medida do seu potencial como aglomerante. É influenciada pelo processo de resfriamento, teor de vidro, composição química, mineralógica e granulométrica, e superfície específica (JOHN, 1995).

Smolczyc (1978) *apud* Pal *et al.* (2003) reuniu na Tabela 1 algumas fórmulas propostas para previsão da hidraulicidade de escórias granuladas de alto forno. Também são apresentados os intervalos requeridos para um bom desempenho.

Tabela 1 - Módulos químicos para avaliação da hidraulicidade de EGAFs.

Fórmula	Intervalo ideal
CaO/SiO_2	1,3-1,4
$(\text{CaO}+\text{MgO})/\text{SiO}_2$	>1,4
$(\text{CaO}+\text{MgO})/(\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3)$	1,0-1,3
$(\text{CaO}+0,56\text{Al}_2\text{O}_3+1,4\text{MgO})/\text{SiO}_2$	1,65
$(\text{CaO}+\text{MgO}+\text{Al}_2\text{O}_3)/\text{SiO}_2$	1,0

Fonte: SMOLCZYK (1978) *apud* PAL *et al.* (2003).

Os módulos de hidraulicidade foram desenvolvidos a partir de estudos que correlacionam a resistência mecânica à composição química. Eles expressam a relação entre a composição química da escória e sua reatividade (ou solubilidade potencial). No entanto, como o seu desempenho é amplamente influenciado pela forma de ativação, essa avaliação deve ser considerada apenas como um indicador inicial (JOHN, 1995).

A hidratação da EGAF ocorre de maneira mais lenta que a do cimento Portland,

resultando em baixo ganho de resistência nas primeiras idades. Objetivando superar essa característica, que se mostrainconveniente na produção de argamassas e concretos, são utilizados métodos de ativação. Esses métodos aceleram o processo de dissolução, e são classificados, segundo Regourd (1986) *apud* John (1995) em:

- a) Ativação térmica: consiste na cura a elevadas temperaturas (difundida na indústria de pré-moldados);
- b) Ativação mecânica: é a moagem da escória, aumentando a superfície específica dos grãos;
- c) Ativação química: adição de substâncias químicas catalisadoras durante a moagem ou em solução com a água de amassamento (por exemplo: ativação alcalina).

É possível utilizar combinações desses métodos para atingir propriedades superiores.

Enquanto o primeiro e o segundo métodos estão associados a um elevado consumo energéticonacadeia produtiva do cimento, o terceiro não demanda alta tecnologia ou equipamentos adicionais.

Sajedi e Razak (2011) compararam a eficácia dos três métodos de ativação em uma mistura com 50% de cimento Portland e mesma proporção de escória. O parâmetro analisado foi a resistência à compressão. Segundo os autores, as ativações mecânica e térmica produzem os melhores resultados nas primeiras idades. Entretanto, a viabilidade desses métodos é comprometida pelos altos custos com energia e equipamentos.

Entre os principais requisitos da escória de alto forno para que seu uso seja considerado adequado em cimentos álcali-ativados estão: (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 1999)

- a) A escória deve ser granulada ou peletizada e conter 85–95% de fase amorfa;
- b) Deve exibir desordem estrutural (baixo o grau de despolimerização);
- c) Deve ser, preferencialmente, do tipo básica, isso é, apresentar módulo $(CaO+MgO)/SiO_2$ maior que 1,0. Escórias básicas possuem maior hidráulicidade, devido ao alto teor de CaO (LEA, 1970, *apud* PAL *et al.*, 2003);
- d) Deve ser moída até apresentar superfície específica entre 400-600 m²/kg.

O grau de despolimerização, tipicamente dentro do intervalo 1,3-1,5 para EGAF, pode ser calculado pela Eq. 1. Quanto mais baixo o seu valor, maior será a hidráulicidade.

$$GD = \frac{n(CaO) - 2n(MgO) - n(Al_2O_3) - n(SO_3)}{n(SiO_2) - 2n(MgO) - 0,5n(Al_2O_3)} \quad (\text{Eq. 1})$$

2.2 Moagem

A moabilidade mede a capacidade de um material fragmentar-se, isto é, trata-se do inverso da resistência à moagem de determinado material. Sendo assim, valores altos de moabilidade são característicos de materiais que apresentam baixa resistência à moagem (SILVA, 2007). Essa propriedade depende do estado de agregação química da matéria, pois resulta das ligações químicas presentes, e da presença de defeitos na estrutura cristalológica (OLIVEIRA, 2012).

São conhecidos os ensaios de Bond e Hardgrove, em escala laboratorial, para determinar a moabilidade de sólidos em moinhos cilíndricos de bolas e moinhos de bolas em anel, respectivamente.

O índice de trabalho (ou Índice de Bond), obtido através do ensaio de Bond, permite classificar os materiais segundo a aptidão à moagem (OLIVEIRA, 2012). Esse índice corresponde numericamente ao trabalho, em kWh, necessário para reduzir uma tonelada de minério desde um tamanho teoricamente infinito, até 80% da massa passante em 0,10 mm (SOUZA, 2007). A Tabela 2 apresenta valores médios de índice de trabalho para diversos materiais utilizados em indústrias cimenteiras.

Tabela 2 - Índice de Bond de alguns materiais.

Material	Índice de trabalho (kWh/t)
Clínquer	13,5
Escória	15,7
Calcário	10,2
Gesso natural	8,1
Argila	7,1
Argila Calcinada	1,4
Carvão	11,4
Coque verde	20,7

Fonte: LAFARGE(2005), *apud* OLIVEIRA(2012).

Na produção de cimentos compostos, as adições minerais e o clínquer podem ser moídos juntos, processo denominado intermoagem, ou separadamente, para então serem misturados. Para adições de escória granulada de alto forno, a depender do processo utilizado, o produto apresentará diferenças quanto à distribuição do tamanho das partículas (ERDOGDU *et al.*, 1999).

De acordo com Taylor (1997), Yousefi e VefaAkpinar (2012) e Oner (2000) *apud* Yousefi e VefaAkpinar (2012), a moabilidade da escória varia consideravelmente, sendo, no geral, mais baixa que a do clínquer, e o índice de trabalho da mistura, segundo Souza (2007), não é igual ao calculado separadamente para cada componente. Oopoczky (1993) *apud* Erdogduet *al.* (1999) explica que a maior abrasividade dos grãos de escória gera um efeito adicional na intermoagem, contribuindo para o aumento da finura dos grãos de clínquer. Existem, portanto, interações entre as partículas durante o processo de intermoagem, as quais podem afetar as propriedades do produto.

A moabilidade do material influencia grandemente no consumo de energia demandado pelo processo de moagem. A Tabela 3 apresenta a influência da adição de escória no consumo de energia de moagem de um cimento composto com finura 300 m³/kg.

Tabela 3 - Influência da escória no consumo de energia de moagem.

Material	Índice de trabalho (kWh/t)
Clínquer	48
Clínquer + 28% Escória	52

Fonte: Constantino (2005), *apud* OLIVEIRA (2012).

Segundo os dados apresentados na Tabela 3, a moagem conjunta do clínquer com a escória leva a um aumento da ordem de 10% no consumo de energia em relação à cominuição do clínquer isolado.

A literatura diverge quanto ao processo mais econômico de moagem de clínquer e escória. Um estudo feito por Tsivilis *et al.* (1991) mostrou que a intermoagem dos materiais gera maior economia de energia do que a moagem em separado. Por outro lado, Erdogdu *et al.* (1999) afirmam que, para atingir finura de 3500 cm²/g, a intermoagem consome mais energia. Os estudos feitos por Oner *et al.* (2003) indicam que a energia específica de moagem por superfície específica necessária para produzir um cimento composto de escória é maior quando os componentes são moídos juntos.

A energia consumida no processo de moagem também depende do tipo de cimento a ser preparado e da granulometria final do produto. Com o aumento da finura do material final, há uma elevação significativa no consumo de energia (OLIVEIRA, 2012).

ÖNER M., A Study of Intergrinding and Separate Grinding of Blast Furnace Slag Cement, **Cement and Concrete Research**, 30, 473-480. 2000.

OPOCZKY L., Problems Relating to Grinding Technology and Quality When Grinding Composite Cements, **Zement Kalk Gips**, 14, 141-144. 1993.

CONSTANTINO, J. - **Relatório de Trainee** – Relatório técnico sobre a Fábrica de Montes Claros, Lafarge, Montes Claros – MG, 2005.

2.3 Cimentos álcali-ativados

Segundo Garcia-Lodeiro *et al.* (2015), cimentos álcali-ativados são materiais cimentícios produzidos a partir de ataque alcalino a aluminossilicatos amorfos e cristalinos. Quando misturados aos ativadores, esses materiais formam uma pasta com propriedades aglomerantes. As características dos materiais precursores e do ativador alcalino exercem grande influência na hidratação e no desenvolvimento microestrutural dos aglomerantes obtidos, gerando variações na sua resistência mecânica. Apesar disso, os concretos de cimentos álcali-ativados podem apresentar melhor desempenho que os concretos convencionais.

Segundo Davidovits (2015) e Pacheco-Torgal e Jalali (2009), os ligantes obtidos por ativação alcalina começaram a ser estudados na década de 1940, na Bélgica, sendo as escórias ativadas com hidróxido de sódio os primeiros materiais alvos de pesquisa. Os resultados dos estudos indicaram que os hidróxidos de metais alcalinos atuavam como catalisadores das reações (PURDON, 1940, apud PACHECO-TORGAL e JALALI, 2009). Roy (1999) elaborou uma tabela, posteriormente complementada por Li *et al.* (2010), que resume os principais trabalhos publicados sobre cimentos produzidos a partir de ativação alcalina (Tabela 4).

Tabela 4 - Histórico de pesquisas sobre cimentos alcalinos.

Autor	Ano	Descrição
Feret	1939	Escórias utilizadas em cimentos
Purdon	1940	Combinações álcali-ativadas
Glukhovsky	1959	Base teórica e desenvolvimento de cimentos alcalinos
Glukhovsky	1965	Primeiros cimentos alcalinos
Davidovits	1979	Termo "Geopolímero"
Malinowski	1979	Caracterização de aquedutos milenares
Forss	1983	Cimento tipo F (escória-álcali-superplastificante)
Langton e Roy	1984	Caracterização de materiais de construção de edifícios milenares (Roma, Grécia, Chipre)
Davidovits e Sawyer	1985	Patente do cimento "Pyrament"
Krivenko	1986	Sistemas R O - RO - R O - SiO - H O
Malolepsy e Petri	1986	Ativação de escórias sintéticas
Malek. et al.	1986	Cimentos de escórias com resíduos radioativos
Davidovits	1987	Comparação entre concretos antigos e recentes
Deja e Malolepsy	1989	Resistência ao ataque de cloretos

Kaushal et al.	1989	Cura adiabática de ligantes alcalinos com resíduos
Roy e Langton	1989	Analogias dos concretos milenares
Majundar et al.	1989	Ativação de escórias – C A
Talling e Brandstetr	1989	Ativação alcalina de escórias
Wu et al.	1990	Ativação de cimento de escória
Roy et al.	1991	Cimentos álcali-ativados de pega rápida
Roy e Silsbee	1992	Revisão sobre cimentos ativados alcalinamente
Palomo e Glasser	1992	Metacaulim com CBC
Roy e Malek	1993	Cimento de escórias
Glukhovsky	1994	Concretos milenares, modernos e futuros
Krivenko	1994	Cimentos alcalinos
Wang e Scrivener	1995	Microestrutura de escórias ativadas alcalinamente
Shi	1996	Resistência, porosidade e permeabilidade de escórias álcali-ativadas
Fernández-Jiménez and Puertas	1997	Estudos da cinética de cimentos álcali-ativados
Katz	1998	Microestrutura de cinza volante ativada alcalinamente
Davidovits	1999	Química de sistemas geopoliméricos
Roy	1999	Oportunidades e desafios de cimentos álcali-ativados
Palomo	1999	Cinza volante álcali-ativada: cimento do futuro
Gong and Yang	2000	Cimento de resíduo de lama vermelha ativado alcalinamente
Puertas	2000	Cimento de escória e cinza volante álcali-ativadas
Bakharev	2001-2002	Concreto de escória álcali-ativada
Palomo and Palacios	2003	Imobilização de resíduos perigosos
Grutzeck	2004	Formação de zeólito
Sun	2006	Tecnologia Sialite
Duxson	2007	Estado da arte da tecnologia dos geopolímeros
Hajimohammadi et al.	2008	Geopolímeros monofásicos
Provis and van Deventer	2009	Estrutura, processamento, propriedades e aplicações industriais de geopolímeros

Fonte: ROY (1999) e Li et al. (2010).

Uma grande variedade de estudos sobre o tema têm sido desenvolvidos nas últimas décadas, em diversos países. Grande parte deles investigou a ativação de escórias de alto-forno, produzindo os chamados “*Alkali-slag cement*” ou “*Alkali-activated slag cement*”. As pesquisas foram impulsionadas a partir das descobertas efetuadas pelo investigador francês

Joseph Davidovits, que desenvolveu e patenteou ligantes obtidos por ativação alcalina de caulim e metacaulim, dando origem ao termo “geopolímero”, em 1978 (PACHECO-TORGAL e JALALI, 2009).

2.3.1 *Matéria-prima*

De acordo com García-Lodeiro *et al.* (2015), há uma grande variedade de materiais que podem ser utilizados como matérias-primas de cimentos álcali-ativados, incluindo materiais naturais e subprodutos industriais: metacaulim, pozolanas, escória de alto forno, escória fosfórica, cinzas volantes, além de combinações de dois ou mais componentes. Baseado na natureza dos materiais cimentícios que os compõe, os cimentos alcalinos são divididos em duas categorias: sistemas com alto teor de cálcio, e sistemas com baixo teor de cálcio. O padrão de ativação é diferente para cada um deles.

Os primeiros, sistemas $(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$, são representados por materiais cujo teor de $\text{SiO}_2 + \text{CaO}$ é superior a 70%, como é o caso das escórias de alto forno. A ativação é realizada sob condições moderadas de alcalinidade e o principal produto da reação é um gel C-(A)-S-H, semelhante ao produzido na hidratação do cimento Portland, porém com Al incorporado (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

Os últimos, sistemas $(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$, são formados por materiais como o metacaulim. Nesse caso, o meio precisa estar altamente alcalino para que as reações de processem, além de serem requeridas altas temperaturas (60–200°C). O principal produto da hidratação é um polímero inorgânico tridimensional, o gel N-A-S-H (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015)

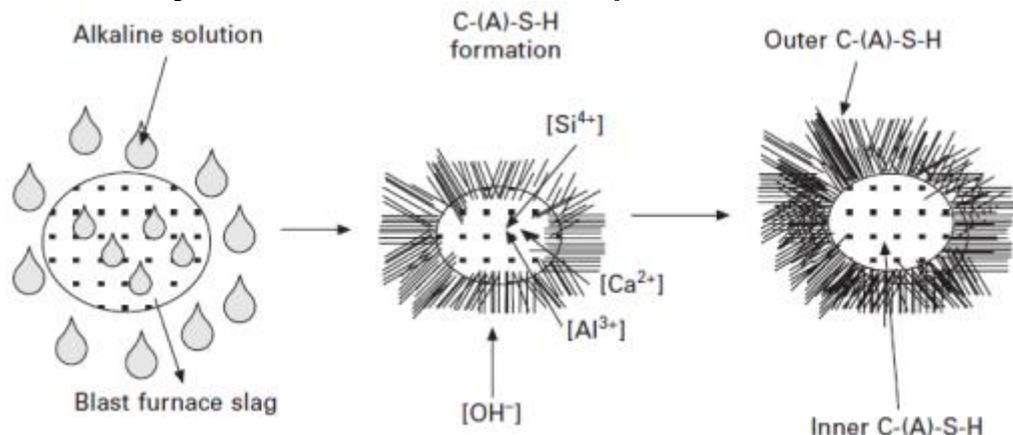
Segundo Pacheco-Torgal e Jalali (2009), maiores resistências são obtidas em ligantes à base de materiais que sofreram um tratamento térmico, como as cinzas volantes, escórias e metacaulim. A reatividade dos materiais está ligada à sua estrutura interna, sendo maior quando a sílica e a alumina não apresentam elevado grau de cristalinidade, isto é, com o aumento da fase amorfa.

2.3.2 *Mecanismos de reação e produtos de hidratação*

Segundo Garcia-Lodeiro, *et al.* (2013), a elevação do pH no meio líquido provoca o ataque às partículas de escória, que reagem e formam os produtos de hidratação. Estes, insolúveis, se depositam na superfície dos grãos, formando uma camada que impede que a reação se processe na taxa desejada. Entretanto, a hidratação das partículas continua

acontecendo e, a longo prazo, se completa, redistribuindo a porosidade e densificando a matriz. A Figura 1 apresenta um modelo que descreve o mecanismo de reação.

Figura 1 - Modelo teórico do mecanismo de reação em escória álcali-ativada.



Fonte: GARCIA-LODEIRO, *et al.* (2013).

Os principais produtos de hidratação são géis do tipo C-(A)-S-H. São amorfos, e, portanto, não são detectados por difração de raios X. Possuem relação Ca/Si mais baixa do que o produto de hidratação do cimento Portlando (C-S-H). Os produtos secundários, assim como a composição e a estrutura do C-(A)-S-H, dependem da composição e estrutura da escória, do tipo e concentração do ativador utilizado, e da condição de cura à que o material é submetido (GARCIA-LODEIRO, *et al.* (2013).

Silva *et al.* (2007) estudaram a cinética das reações de formação de geopolímeros e concluíram que a variação nas concentrações iniciais de Si e Al afeta drasticamente suas propriedades, sendo o tempo de pega controlado pelo teor de Al. Ao elevar a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, foi constatado o aumento do tempo de pega e o ganho de resistência em idades posteriores. A elevação do teor de Al_2O_3 (baixa relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$), por outro lado, conduziu à produção de materiais de baixa resistência.

2.3.3 Ativadores alcalinos

Os álcalis possuem um papel catalítico na reação. Dois tipos de ativadores são normalmente utilizados: soluções de hidróxidos alcalinos ou uma mistura de soluções de silicato alcalino e de hidróxido alcalino. A diferença entre esses dois ativadores é que o segundo adiciona sílica ao sistema (WENG e SAGOE-CRENTSIL, 2007). Teoricamente, qualquer cátion pode ser o elemento alcalino (M), porém, a maioria dos estudos têm se concentrado no efeito de íons de sódio (Na^+) e potássio (K^+).

De acordo com Severo *et al.* (2013), o conhecimento acerca da reatividade da matéria prima em solução alcalina é imprescindível à escolha das proporções adequadas dos ativadores. Diversos pesquisadores têm estudado os tipos e as quantidades dos ativadores que mais favorecem ao ganho de propriedades mecânicas em materiais como metacaulim, cinzas volantes e escória.

Criado *et al.* (2005) concluíram, em seu estudo sobre ativação alcalina de cinzas volantes, que os ativadores a base de silicato aceleram a reação geopolimérica. Isso se deve ao fato da sílica presente no ativador começar a reagir antes da sílica do precursor, iniciando a reação com a alumina livre na solução. Assim, obtém-se um produto de reação mais elevado teor de Si e maior resistência mecânica.

Segundo Wang *et al.* (1994), o silicato de sódio na forma líquida é o melhor ativador para escória de alto forno, levando a maiores valores de resistência mecânica. Os mesmos autores mostraram que a dosagem de álcalis mais indicada é aquela para qual o teor de Na_2O está entre 3-5,5% em massa de escória. De acordo com Fernandez-Jimenez *et al.* (1999), essa concentração varia entre 3% e 5%. Ultrapassando esse limite, misturas ineficientes com problemas de eflorescências serão obtidas.

Al-Otaibi (2008) utilizou 4% e 6% de Na_2O em massa de escória, obtendo resultados mais positivos na segunda dosagem. De maneira semelhante, Chi (2012) produziu concretos de escória álcali-ativada utilizando 4%, 5% e 6% de Na_2O em massa de escória. Os resultados indicam que a resistência e a durabilidade são melhoradas com o aumento do teor de Na_2O .

O módulo de sílica ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) da solução ativadora tido como ótimo deve variar entre 1-1,5 para escórias básicas, 0,75-1,25 para escórias ácidas, e 0,9-1,3 para escórias neutras (WANG *et al.*, 1994).

2.4 Cimentos híbridos

Mais recentemente estudado, um terceiro grupo de cimentos tem sido alvo de interesse da comunidade científica e industrial: os cimentos híbridos (GARCÍA-LODEIRO *et al.*, 2012). São misturas que podem ser produzidas com teores de clínquer de até 20% e altas proporções de resíduos industriais, como as cinzas volantes e escória de alto forno, ativados alcalinamente (PALOMO *et al.*, 2013). Seus produtos de reação são sofisticadas misturas de diferentes géis (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2015).

Em cimentos compostos com proporções de escória, a utilização de altos teores de cimento Portland contribui de duas maneiras para o ganho de resistência. Além de ser o

responsável pelo desenvolvimento da resistência inicial, o CP contribui para iniciar hidratação da escória, à medida que sua própria hidratação (processo exotérmico) causa a elevação da temperatura do meio.

Nos cimento híbridos, o emprego de baixos teores de clínquer é possível devido à utilização da ativação alcalina. Assim, o emprego de proporções de cimento Portland se faz necessário ao desenvolvimento da resistência inicial, enquanto a resistência a longo prazo deve ser garantida pelos produtos da hidratação da escória álcali-ativada.

Assim como nos cimentos álcali-ativados, o tipo de produto formado nos cimentos híbridos depende da composição química das matérias-primas (porcentagem de SiO_2 , Al_2O_3 , e CaO), do ativador alcalino escolhido e de sua concentração (alcalinidade do meio), e das condições de cura à que o produto foi submetido (temperatura, por exemplo) (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2012 e 2015). Os cimentos híbridos mais comumente estudados na atualidade são (GARCÍA-LODEIRO *et al.* 2012):

- CP + escória de alto forno;
- CP + escória fosfórica;
- CP + cinzas volantes;
- CP + escórias de aciaria e alto forno;
- CP + cinzas volantes e escória de alto forno;
- Misturas multicomponentes.

Palomo *et al.* (2007) estudaram o comportamento mecânico de cimentos híbridos produzidos com 30% de CP e 70% de cinza volante, ativados com três diferentes líquidos: água deionizada, solução de NaOH, e solução de NaOH e Na_2SiO_3 . Os resultados mostram que é possível alcançar resistência mecânica aos 28 dias semelhante à de cimentos tradicionais quando há ativação alcalina (com destaque para o cimento ativado com solução de NaOH e Na_2SiO_3). A formação de uma mistura de géis (C-S-H and N-A-S-H) foi considerada responsável pelo ganho de resistência.

Em estudo semelhante, Fernández-Jiménez *et al.* (2014) concluíram que, apesar do baixo teor de clínquer, a resistência inicial não é comprometida devido à presença de sílica solúvel no ativador alcalino. A sílica promove a formação de matrizes mais densas e gel, ou géis, ricos em Si. Além disso, o calor liberado na hidratação do cimento Portland contribui para a ativação da cinza volante à temperatura ambiente.

Com relação ao ativador alcalino apropriado, nos dois estudos anteriormente citados, o excesso de álcalis nas soluções de NaOH pode ter contribuído para a redução no ganho de

resistência. Segundo Martinez-Ramirez e Palomo(2001),em meios altamente alcalinos, a hidratação do C_3S é retardada, o que inibe a formação de portlandita nos primeiros 28 dias.Ademais, pode haver decomposição de C-S-H, desfavorecendo a formação do gel.

2.5 Módulo de elasticidade dinâmico

O módulo de elasticidade, ou módulo de Young, é a relação entre a tensão aplicada sobre o concreto ou argamassa e a sua capacidade de suportar as deformações (MEHTA e MONTEIRO, 2008). Segundo Silva e Campiteli (2008), o módulo de elasticidade é uma expressão da rigidez do material no estado endurecido, a qual é proporcionada pelo cimento hidratado e sua ligação às partículas de agregados.

O módulo de elasticidadedínâmico e a velocidade (ou tempo) de propagação da onda ultrassônica são parâmetros importantes na avaliação da qualidade da argamassa, pois estão relacionados com a resistência do material e com o surgimento de fissuras diante das tensões de tração. Essas tensões podem ser resultantes de retração de secagem, retração térmica ou ações externas (SILVA E CAMPITELI, 2008).

A determinação desses parâmetros pode ser feita através de ensaios dinâmicos de caráter não-destrutivo, os quais se apresentam como excelentes ferramentas de avaliação, a medida que não provocam danos aos corpos de prova ou perda de sua capacidade resistente. Uma grande vantagem desses ensaios é a possibilidade de realizar o monitoramento dos parâmetros mecânicos ao longo do tempo.“A qualidade e a reprodutibilidade dos resultados dos ensaios dinâmicos fazem com que o módulo dinâmico seja um parâmetro global, obtido de maneira integrada e com um alto grau de precisão” (DIÓGENES *et al*, 2011).

As técnicas experimentais dinâmicas podem ser classificadas em três categorias: excitação por impulso; velocidade ultrassônica (ultrassom);e frequência de ressonância. Esta última é uma das mais difundidas na engenharia, sendo utilizada para a determinação do módulo de elasticidade dinâmico, do coeficiente de Poisson dinâmico, do amortecimento do material, etc.

Na técnica de excitação por impulso, é aplicada uma leve pancada ao corpo-de-prova, que emite uma resposta acústica composta por uma ou mais frequências naturais de vibração, a partir dasquais é calculado o módulo de elasticidade (DIÓGENES *et al*, 2011).

O método da velocidade ultrassônica consiste na medição, por meio eletrônico, do tempo de propagação de ondas ultrassônicas através do material entre o dispositivo emissor e o receptor. A velocidade média de propagação da onda é calculada dividindo o comprimento percorrido pelo tempo de propagação (MALHOTRA, 1984). A partir da velocidade, da

densidade e do coeficiente de Poisson, o módulo de elasticidade dinâmico pode ser determinado de acordo com a Eq.(2) (BOGDANOVICH e PASTORE, 1996).

$$E_d = \rho \cdot V_p^2 \frac{(1+\nu)(1-2\nu)}{1-\nu} \quad \text{Eq.(2)}$$

Onde:

V_p : velocidade com que a onda ultrassônica que percorre o corpo de prova no sentido longitudinal, onda de compressão [km/s];

ρ : densidade de massa no estado endurecido [kg/m³];

ν : coeficiente de Poisson.

E_d : módulo de elasticidade dinâmico [MPa].

Haach *et al.* (2013) encontraram os valores apresentados na Tabela 5 para frequências naturais e módulos dinâmicos de argamassas com traço 1:3 (cimento:areia). Os autores utilizaram a técnica de resposta acústica, e os corpos de prova ensaiados alcançaram cerca de 17 MPa de resistência à compressão aos 90 dias.

Tabela 5 - Frequências naturais e módulos de elasticidade dinâmicos de argamassas 1:3.

	f (kHz)		E (MPa)	
	f,long	f,flex	E,long	E,flex
	17,54	11,10	24,73	26,16
CV (%)	2,20	2,18	4,89	4,69

Fonte: HAACH *et al.* (2013).

De acordo com Silva e Campiteli (2008), a velocidade de propagação da onda ultrassônica e o módulo de elasticidade são maiores em argamassas com alto teor de material pulverulento e quando o conjunto aglomerante e agregado é mais compacto, com maior densidade de massa.

Ohdaira e Masuzawa (2000) investigaram a influência do teor de água na propagação de ondas ultrassônicas e constataram que a velocidade reduz de forma linear com a diminuição do teor de água. Esse comportamento é atribuído ao fato de que, quando o teor de água é suficiente para encher grande parte dos vazios, a velocidade de propagação é mais rápida. A velocidade torna-se mais lenta após a evaporação da água do concreto.

Marchi *et al.* (2010) explicam que, apesar de não serem levadas em consideração nas equações propostas para cálculo do módulo de elasticidade, características como o tipo e a proporção dos agregados e as propriedades da pasta (relacionadas ao teor de água) exercem grande influência no seu valor.

Diversos estudos correlacionando o módulo de elasticidade do concreto a sua resistência característica à compressão têm sido conduzidos no mundo todo. No entanto, não

há nenhuma correlação direta aplicável em todos os casos entre essas duas propriedades (SANTOS et al., 2006). Tendo em vista a grande variabilidade na composição de cimentos álcali-ativados (diferenças no ativador e no precursor), estabelecer correlações entre a resistência à compressão e o módulo de elasticidade desses materiais pode ser uma tarefa ainda mais difícil (VENAI et al., 2015).

Em sua pesquisa com concretos, Al-Otaibi (2002) constatou que o teor de Na_2O afeta significativamente o módulo de elasticidade dinâmico do concretos álcali-ativados, elevando o seu valor com o aumento da alcalinidade. O mesmo autor encontrou valores de módulo de elasticidade dinâmico aos 28 dias próximos de 46 GPa para concreto de escória ativada alcalinamente. Esses valores foram superiores aos dos concretos de referência, sem escória, e aos do concreto com 60% de substituição de cimento por escória e mesmo fator água/cimento (ambos próximos de 42 GPa).

A velocidade das ondas ultrassônicas ao longo do material também é sensível à variação do teor de Na_2O . Al-Otaibi (2002) verificou a redução da velocidade com a redução da dose de Na_2O .

Outro fator que se mostra capaz de causar variação no módulo de elasticidade dinâmico é o regime de cura ao qual o concreto é submetido. De acordo com a ampla pesquisa desenvolvida por Al-Otaibi (2002), a cura úmida causa uma elevação no valor do módulo.

2.6 Zona de transição entre a pasta de cimento e o agregado

Segundo Mehta e Monteiro (2008), a zona de transição na interface (ZTI) entre agregados e a matriz de cimento é a região mais fragilizada de concretos e argamassas. Por essa razão, essa região de ligação costuma ser a zona preferencial de início e propagação de fissuras. Mesmo que, individualmente, a pasta e os agregados respondam por elevada rigidez, o material compósito possui suas propriedades mecânicas limitadas pelas condições microestruturais da ZTI. Além disso, sua porosidade e microfissuração podem facilitar o transporte de substâncias na matriz cimentícia, causando prejuízos à durabilidade.

Abdollahnejad et al. (2014) analisou a zona de transição na interface do agregado miúdo e da pasta em uma argamassa de cimento híbrido de CP, caulim e cinza volante, ativado com solução alcalina. Em oposição à porosa zona de transição em argamassas de cimento Portland, a ZTI observada no estudo apresentou-se densa e uniforme, como apresentado na Figura 2.

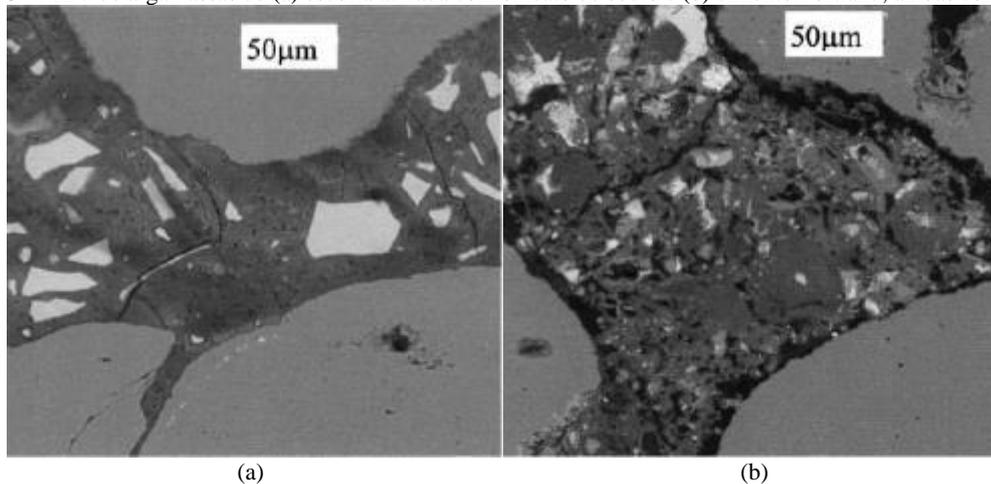
Figura 2 - Zona de transição de argamassa de cimento híbrido observada através de MEV.



Fonte: ABDOLLAHNEJAD et al. (2014).

Brough e Atkinson (2000) acompanharam a evolução da ZTI de uma argamassa de escória ativada com silicato de sódio. Até os 7 primeiros dias, a interface se apresenta como a região de maior fragilidade, porosa e com fissuras decorrentes da retração por secagem. A partir dos 14 dias, no entanto, aconteceu preenchimento dos espaços vazios com o avanço da hidratação. A Figura 3 apresenta a comparação entre a zona de transição da argamassa estudada e a referência. Após 1 ano, quando as reações de hidratação de processam de maneira muito lenta, a diferença é claramente notada.

Figura 3 - MEV de argamassas de (a) escória ativada com silicato de sódio e (b) cimento Portland, ambas com 1 ano.



(a)

(b)

Fonte: BROUGH e ATKINSON (2000).

3 DESENVOLVIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo, são descritos os materiais e os métodos empregados para o desenvolvimento do programa experimental do trabalho. Para atingir os objetivos propostos, a metodologia utilizada foi dividida em dez etapas:

- 1ª. Etapa: Caracterização física do agregado miúdo utilizado na produção da argamassa;
- 2ª. Etapa: Caracterização física do cimento;
- 3ª. Etapa: Caracterização da escória;
- 4ª. Etapa: Definição dos traços das argamassas;
- 5ª. Etapa: Produção de corpos de prova do traço de referência;
- 6ª. Etapa: Produção de corpos de prova dos traços com cimento híbrido;
- 7ª. Etapa: Determinação da densidade dos corpos de prova
- 8ª. Etapa: Realização dos ensaios não destrutivos aos 28 dias;
- 9ª. Etapa: Realização dos ensaios de resistência à tração na flexão nos corpos de prova prismáticos e de resistência à compressão axial nos corpos de prova cilíndricos e prismáticos, ambos aos 28 dias;
- 10ª. Etapa: Realização de microscopia eletrônica de varredura na argamassa aos 28 dias.

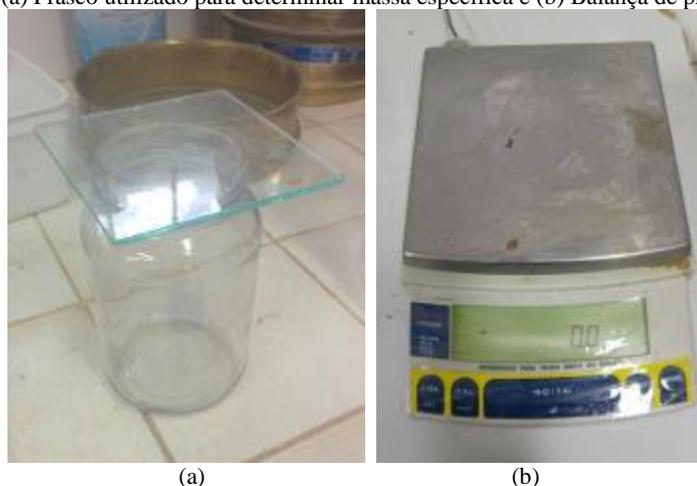
3.1 Caracterização física do agregado miúdo

O material utilizado como agregado miúdo é areia silicosa comercializada na cidade de João Pessoa-PB. Para sua caracterização, foram determinadas a massa específica e a granulometria.

Para determinar a massa específica da areia, foi utilizado o método descrito na NBR NM 52:2002 “Agregado miúdo - Determinação de massa específica e massa específica aparente”. A Figura 4 (a) e (b) apresenta o frasco e a balança utilizados.

A determinação da composição granulométrica da areia foi feita conforme descreve a NBR NM 248:2003 “Agregados - Determinação da composição granulométrica”. As amostras de areia foram peneiradas em agitador mecânico com a seguinte série de peneiras de malha quadrada: 4,75 mm (#4), 2,36 mm (#8), 1,18 mm (#16), 0,60 mm (#30), 0,30 mm (#50) e 0,15 mm (#100). As porções retidas nas peneiras foram medidas e, calculadas as porcentagens retidas acumuladas, foram determinados o diâmetro máximo característico e o módulo de finura.

Figura 4 - (a) Frasco utilizado para determinar massa específica e (b) Balança de precisão 0,1g.



3.2 Caracterização física do cimento Portland

O cimento utilizado na produção da argamassa foi CP V – ARI da marca Nacional, fabricado de acordo com a NBR 5733:1991 “*Cimento Portland de alta resistência inicial*”. Esse material possui a peculiaridade de atingir alta resistência já nos primeiros dias da aplicação, devido à utilização de uma dosagem diferenciada de calcário e argila na produção do clínquer, bem como pela moagem mais fina do cimento. O CP V-ARI, assim como o CP-I, não contém adições (pode conter até 5% em massa de material carbonático), fator determinante na sua escolha.

A caracterização física foi feita pela determinação da massa específica e da superfície específica do cimento. O ensaio de massa específica foi realizado seguindo as recomendações da norma NBR NM 23:2001 “*Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica*”, utilizando como líquido o querosene.

A superfície específica do cimento Portland utilizado foi determinada pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine), cujo procedimento é regido pela NBR 16372:2015. De acordo com a referida norma, a superfície específica determina a finura, sendo função do tempo que uma determinada quantidade de ar leva para fluir através de uma camada de cimento compactada, de dimensões e porosidade especificadas. O ensaio foi realizado à temperatura de 22°C e por meio de um aparelho fabricado no laboratório, de acordo com as especificações da NBR 16372.

3.3 Caracterização da escória

A escória granulada de alto forno utilizada na produção da argamassa foi obtida na cimenteira CIMPOR, em João Pessoa-PB. O material foi recebido em embalagem plástica lacrada (Figura 5).

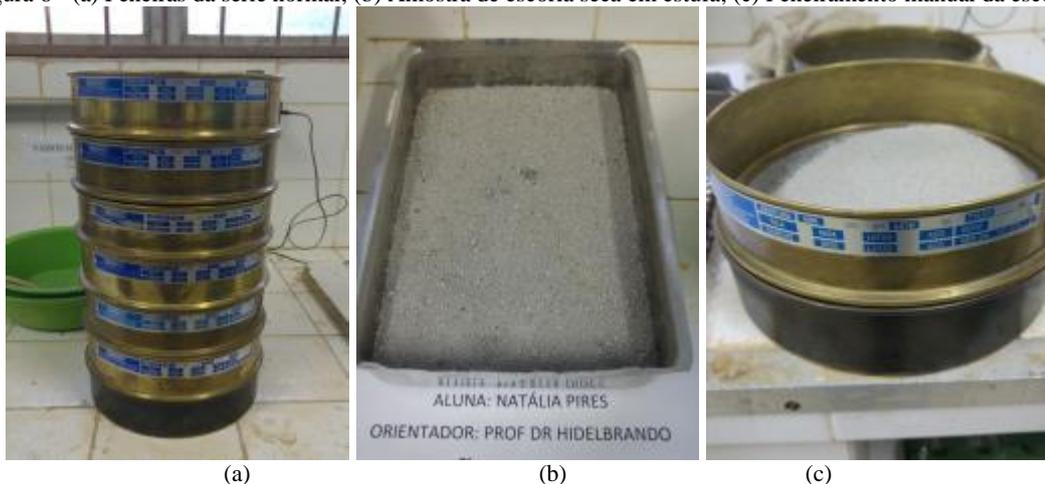
Figura 5 - Embalagem de escória granulada de alto forno recebida.



3.3.1 Caracterização física

A caracterização física da escória foi feita através da determinação da massa específica e da composição granulométrica. A massa específica foi determinada de maneira análoga à do agregado miúdo, isto é, seguindo as recomendações da NBR NM 52:2002. O líquido utilizado foi o querosene.

Figura 6 - (a) Peneiras da série normal; (b) Amostra de escória seca em estufa; (c) Peneiramento manual da escória.



Do mesmo modo, a determinação da composição granulométrica foi feita conforme descreve a NBR NM 248:2003 “Agregados - Determinação da composição granulométrica”. As amostras de escória foram secas em estufa a 100°C por 24h, resfriadas ao ar e peneiradas

manualmente, utilizando a seguinte série de peneiras de malha quadrada (Figura 6): 4,75 mm (#4), 2,36 mm (#8), 1,18 mm (#16), 0,60 mm (#30), 0,30 mm (#50) e 0,15 mm (#100).

3.3.2 *Caracterização química e mineralógica*

Na caracterização química, foi utilizada a técnica de espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX). Para caracterização mineralógica, empregou-se a técnica de difratometria de raios X (DRX).

3.3.2.1 Fluorescência de raios X

A análise por espectroscopia de fluorescência de raios X é um método quali-quantitativo baseado na medida das intensidades (número de raios X detectados por unidade de tempo) dos raios X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra (NASCIMENTO, 1999). Esta análise permite a identificação de fases cristalinas no material.

Nesse tipo de análise, o tamanho da partícula é extremamente importante, pois a incidência dos raios X deve compreender a maior área dentro da qual todas as partículas que compõem a amostra devem estar disponíveis. Assim, a amostra deve ser reduzida para que a leitura seja clara, objetiva e compreenda todos os elementos químicos presentes.

A preparação da amostra se deu por redução a pó em almofariz e pistilo de porcelana, até a obtenção de quantidade suficiente de material passante na peneira de malha quadrada 0,075 mm (#200). O material obtido foi prensado manualmente para formar uma pastilha compacta e homogênea.

3.3.2.2 Difratometria de raio X

A caracterização mineralógica através da difratometria de raios X foi realizada no difratômetro de bancada D2 PHASER 2nd Gen (Figura 7), marca Bruker. Foi utilizada fonte de cobre sob tensão e corrente elétrica de 30 kV e 10mA, e intervalo de varredura de 5 a 70° (2 θ), num passo de 0,02° a cada minuto.

Esta técnica consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difratados, que constituem o feixe difratado. A partir do estudo dos efeitos causados pelo material sobre esse feixe de radiação, é possível determinar, experimentalmente, a estrutura cristalina do material.

Figura 7 - Difratorômetro de bancada D2 PHASER 2nd Gen, Bruker.



Na preparação da amostra, o material cominuídofoi peneirado em peneira de malha quadrada 0,045 mm (#325) até a obtenção de quantidade passante suficiente para cobrir a superfície do porta amostras “*zero background*”.

A análise dos resultados foi processada no programa *X’pert HighScore Plus*, da Panalytical, a partir da comparação dos picos da amostra ensaiada com picos de materiais conhecidos existentes no banco de dados. Para obtenção do grau de cristalinidade, foi realizada análise no programa Topas.

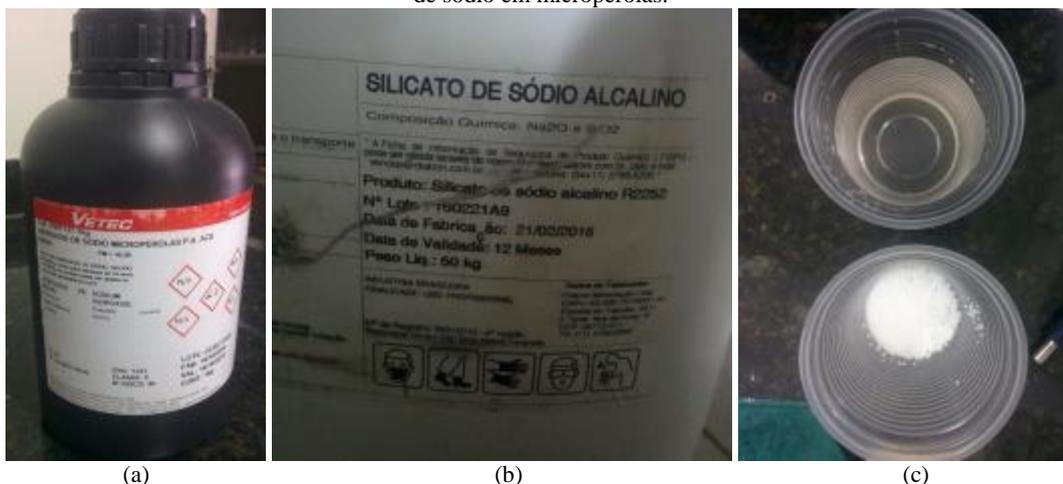
3.4 Água

A água utilizada na produção das argamassas é proveniente do sistema de abastecimento de João Pessoa-PB, após passar por processos de destilação e deionização.

3.5 Ativador alcalino

Com relação às argamassas de cimento com escória, o ativador utilizado como fonte externa de sílica foi o silicato de sódio líquido (Na_2SiO_3), com proporção $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ de 2,2, peso molecular 194 g/mol, e densidade 1,67 g/cm³. A escolha por esse ativador no estado líquido se deu devido aos resultados positivos em relação ao ganho de resistência encontrados por outros autores (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 1999; WANG et al., 1994). Para completar o teor Na_2O da solução, foi adicionado hidróxido de sódio (NaOH) em micropérolas. Os produtos são apresentados na Figura 8.

Figura 8 - (a) Embalagem de NaOH; (b) Rótulo da embalagem do silicato de sódio; (c) Silicato de sódio líquido e hidróxido de sódio em micropérolas.



3.6 Definição do traço e dosagem do ativador

A argamassa de referência foi produzida utilizando apenas cimento Portland CP-V-ARI como aglomerante e fator água:cimento 0,48, com base no traço estabelecido pela NBR 7215:1996 versão corrigida: 1997 – “Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão”. Os traços com teores de escória serão definidos no item a seguir.

A relação ligante:areia utilizada nas argamassas foi de 1:3. A areia empregada foi seca em estufa e peneirada para se adequar à granulometria de areia normal, conforme descreve a NBR 7214:2015, a fim de facilitar a reprodutibilidade do estudo. As faixas granulométricas são: areia grossa (material retido na peneira #16), areia média grossa (#30), areia média fina (#50) e areia fina (#100). Processo análogo foi aplicado à escória.

Na solução alcalina, foi utilizado teor de 6% de Na_2O em massa de escória (BAKHAREV et al., 1999 e 2000; AL-OTAIBI, 2008). O módulo de sílica M_s (razão molar $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) da solução foi fixado em 1,0 (WANG et al., 1994).

Abaixo está a sequência de cálculo da composição do ativador:

1. A partir da proporção de Na_2O em massa de escória e da relação molar $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (M_s) desejada, calculou-se a massa de sílica necessária para produzir o ativador.
2. Conhecendo o módulo de sílica (2,2) do silicato de sódio utilizado, foi obtida a massa capaz de fornecer a quantidade de SiO_2 necessária.
3. Calculou-se o teor de Na_2O presente na massa de silicato de sódio.
4. Determinou-se a quantidade de NaOH a ser adicionada à solução para que o M_s se tornasse igual a 1,0.

A Tabela 6 apresenta a composição da solução ativadora utilizada nas argamassas para cada 100g de escória.

Tabela 6 - Composição da solução alcalina ativadora para 100g de escória.

	Na_2SiO_3	NaOH	Água
Massa (g)	8,54	4,22	60,00
Mol	0,04	0,11	-

Fonte: Autor (2016).

3.6.1 Definição do traço das argamassas com escória

Inicialmente, partiu-se de um traço em massa cuja proporção de escória no ligante era de 80%, sendo os outros 20% compostos por CP V-ARI. A quantidade de água de partida utilizada para preparar a solução alcalina foi a necessária para manter a relação água/ligante em 0,48, conforme foi realizado por Al-Otaibi(2008).

Ao iniciar a mistura dos materiais, notou-se que a massa apresentava aparência seca, assemelhando-se à argamassa “farofa”(Figura 9).A partir dessa observação, julgou-se necessária a adição de cimento Portland à mistura, acompanhada de proporcional adição de água, mantendo a relação água:ligante em 0,48. A quantidade de escória foi mantida constante, havendo variação apenas dos teores dos ligantes. Consistência aceitável para moldagem foi atingida quando chegou-se à proporção de 40% de CP.

Figura 9 - Aparência da argamassa.



Optou-se por produzir o segundo traço de argamassa de cimento híbrido com inferior teor de escória e superior relação água:ligante. Nessas condições, a argamassa apresentou-se mais úmida e trabalhável (Figura 10).

Figura 10 - Aparência da argamassa.



A Tabela 7 apresenta o resultado do processo de dosagem, isto é, os traços finais das argamassas produzidas neste estudo.

Tabela 7 - Componentes das argamassas produzidas.

Identificação	Traço em massa	Na₂O (%)	Relação água/ligante	M_s
REF	1:0:3	-	0,48	-
CHE60	1:1,5:7,5	6	0,48	1
CHE50	1:1:6	6	0,5	1

Traço: CP : escória : areia
 EGAF: Escória granulada de alto forno
 REF: Traço de referência (sem escória)
 CHE60 Traço da argamassa de cimento híbrido com 60% de escória
 CHE50 Traço da argamassa de cimento híbrido com 50% de escória

3.7 Produção dos corpos de prova

Corpos de prova cilíndricos (dimensões 5 cm x 10 cm) foram produzidos para a realização do ensaio de resistência à compressão axial. Julgou-se adequada a utilização de corpos de prova de tamanho reduzido devido a fatores como o baixo consumo de material e moldagem e desmoldagem rápidas. Foram utilizados os moldes metálicos apresentados na Figura 11 (a).

Os corpos de prova prismáticos (dimensões 4 cm x 4 cm x 16 cm) foram produzidos para serem submetidos ao ensaio de resistência à tração na flexão, sendo submetidos ao ensaio de resistência à compressão axial após a ruptura à flexão. Foram utilizados os moldes metálicos apresentados na (Figura 11 (b)).

Figura 11 - Moldes utilizados na produção dos corpos de prova cilíndricos (a) e prismáticos (b).



3.7.1 Corpos de prova de referência

Inicialmente, foram produzidos os corpos de prova do traço de referência, isto é, sem escória. As misturas foram realizadas manualmente sobre bandeja metálica e com o auxílio de uma pá de pedreiro (Figura 12), até a obtenção de uma massa homogênea. A ordem de colocação dos materiais foi:

- 1^a – Mistura e homogeneização das frações de areia com o cimento;
- 2^a – Adição de metade da quantidade de água e homogeneização da mistura;
- 3^a – Adição do restante de água e homogeneização final da mistura.

Figura 12 - Homogeneização da mistura.



O adensamento dos corpos de prova foi feito manualmente, por apiloamento, com uso de um soquete metálico. Foram distribuídos uniformemente aproximadamente 30 golpes em cada camada, no total de três camadas.

Após 24h nos moldes, os corpos de prova foram desmoldados, identificados e levados à câmara úmida (Figura 13), onde permaneceram até instantes antes dos ensaios (28 dias).

Figura 13 - Corpos de prova na câmara úmida.



3.7.2 *Corpos de prova dos traços CHE60 e CHE50*

As argamassas foram produzidas manualmente em uma cuba metálica e com o auxílio de uma espátula. A solução alcalina foi preparada em um recipiente plástico, adicionando primeiramente o hidróxido de sódio à água e, em seguida, o silicato de sódio. Os demais materiais foram misturados na cuba, seguindo a seguinte ordem:

- 1^a – Mistura e homogeneização das frações de areia e de escória com o cimento;
- 2^a – Adição de metade da quantidade da solução alcalina e homogeneização da mistura;
- 3^a – Adição do restante de solução alcalina e homogeneização final da mistura.

O adensamento dos corpos de prova foi feito manualmente, por apiloamento, com uso de um soquete metálico. Foram distribuídos uniformemente aproximadamente 75 golpes em cada camada, no total de duas camadas.

Após 24h nos moldes, os corpos de prova foram desmoldados, identificados e levados ao tanque, onde ficaram imersos em água até os 28 dias.

3.8 **Determinação da densidade**

Anteriormente à realização dos ensaios aos 28 dias, os corpos de prova tiveram suas dimensões medidas com um paquímetro, com o objetivo de calcular seu volume. Além disso, tiveram suas massas verificadas com auxílio de uma balança de precisão 0,1g. Os resultados das medições foram utilizados no cálculo da densidade.

3.9 Ensaios não destrutivos

Foram realizados ensaios não destrutivos para determinação do módulo de elasticidade dinâmico das argamassas a partir das técnicas de ultrassom e excitação por impulso (resposta acústica).

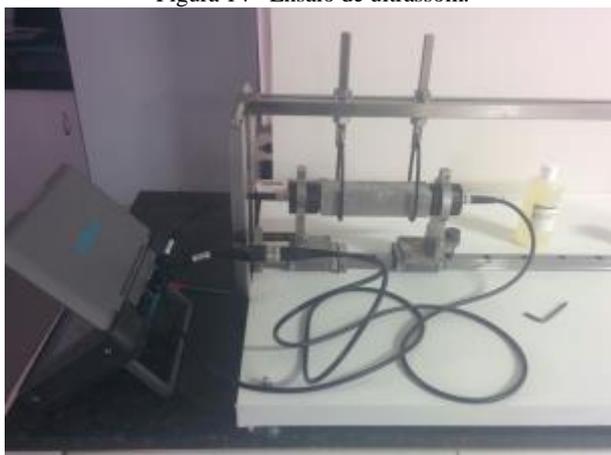
A utilização de métodos não destrutivos neste trabalho é justificada pela conveniência da realização de diversos ensaios utilizando o mesmo corpo de prova. Diante da limitada disponibilidade de material e do curto prazo para a produção dos espécimes, criou-se uma excelente oportunidade para avaliar a compatibilidade das duas técnicas escolhidas.

Os corpos de prova prismáticos foram ensaiados aos 28 dias de idade, no estado saturado com superfície seca.

3.9.1 Ensaio de ultrassom

A determinação da velocidade de propagação do pulso é normatizada pela NBR 8802:2013 “*Concreto endurecido - Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica*” e NBR 15630:2008 Versão corrigida: 2009 “*Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do módulo de elasticidade dinâmico através da propagação de onda ultra-sônica*”. As principais aplicações são a verificação da homogeneidade e a detecção de falhas internas nesses materiais.

Figura 14 - Ensaio de ultrassom.



A técnica é a ultrassom, que consiste em um ensaio rápido e de fácil execução, em que a determinação da velocidade da onda ultrassônica é imediata. De posse desse valor, o módulo dinâmico é calculado através da Eq. (2).

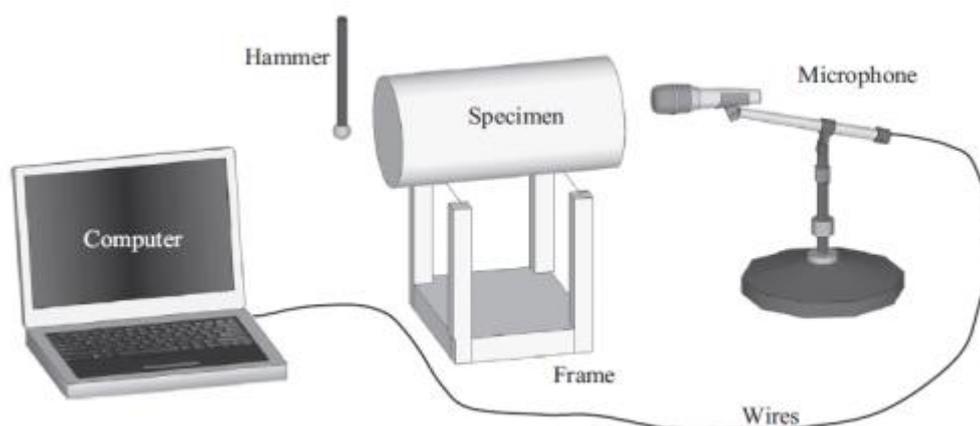
O ensaio de ultrassom foi realizado com o equipamento Pundit PL-200, da Proceq. Os corpos de prova foram suspensos por um suporte metálico, conforme mostra a Figura 14.

3.9.2 Ensaio de resposta acústica

O instrumento utilizado no ensaio de resposta acústica à excitação por impulso foi o Sonelastic®, uma linha de soluções em instrumentação desenvolvida pela ATCP – Engenharia Física. Através dele, é possível determinar os módulos de elasticidade dinâmicos flexural, longitudinal e torcional, além da taxa de amortecimento e coeficiente de Poisson. Esse método respeita as recomendações da ASTM – C215: 2008 – “*Standard Test Method for Fundamental Transverse, Longitudinal, and Torsional Frequencies of Concrete Specimens*”.

O ensaio é realizado de forma simples e rápida. Seu funcionamento pode ser entendido através do esquema apresentado na Figura 15.

Figura 15 - Ensaio de resposta acústica.

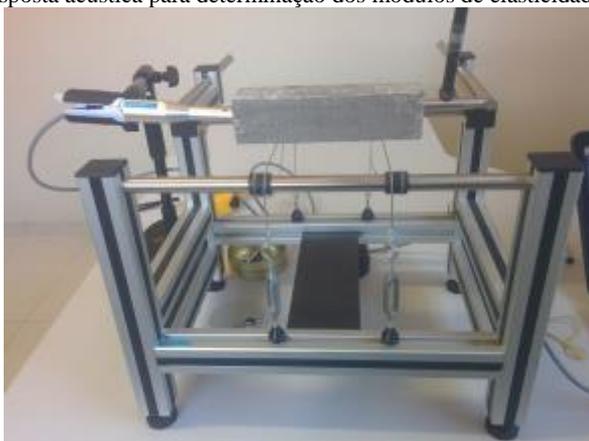


Fonte: HAACH et al., (2013).

Ao sofrer um pequeno impacto mecânico, o corpo de prova emite um som, ou resposta acústica, que é composto pela sua frequência natural de vibração. Esta frequência é proporcional ao módulo de elasticidade associado à direção da vibração. Para geometrias simples, como cilindros e prismas, as frequências naturais de vibração estão relacionadas com as dimensões e a massa do corpo de prova (DIÓGENES et al., 2011).

Os corpos de prova prismáticos foram ensaiados conforme indicado na Figura 16.

Figura 16 - Ensaio de resposta acústica para determinação dos módulos de elasticidade dinâmicos longitudinal.



3.10 Ensaio de resistência à compressão axial e tração na flexão

De um a dois dias antes do ensaio de resistência à compressão aos 28 dias, os corpos de prova cilíndricos foram capeados com uma fina camada de pasta de cimento.

Nos corpos de prova prismáticos, ambos os ensaios foram realizados conforme a NBR13279:2005 - “Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e compressão” (exceto no que tange ao processo de adensamento dos corpos de prova). A Figura 17 apresenta a prensa mecânica utilizada e o ensaio de rompimento.

Figura 17 - (a) prensa em ensaio de tração na flexão; (b) corpo de prova cilíndrico sendo rompido à compressão; (c) parte de um corpo de prova prismático sendo rompido à compressão.



3.11 Microscopia eletrônica de varredura

A caracterização microestrutural das argamassas produzidas foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Essa técnica permite a observação da textura do

material, sua morfologia, distribuição dos compostos e o aspecto geral da amostra. Utilizou-se o equipamento FEI Quanta 450.

O princípio da microscopia eletrônica de varredura consiste na emissão de um feixe de elétrons por um filamento de tungstênio, que concentrado, controlado e reduzido por um sistema de lentes eletromagnéticas, diafragmas e bobinas, incide sobre a amostra. A incidência provoca uma série de emissões de sinais sob a forma de elétrons (retroespalhados, no caso deste trabalho) e de fótons, os quais são captados por detectores apropriados, sendo amplificados e processados num sistema analisador específico para cada tipo de sinal.

A investigação das argamassas por MEV se deu após o rompimento. Foram utilizadas amostras retiradas de corpos de prova prismáticos previamente rompidos à tração na flexão e compressão (Figura 18).

Figura 18 - Material utilizado para coleta de amostra para MEV.

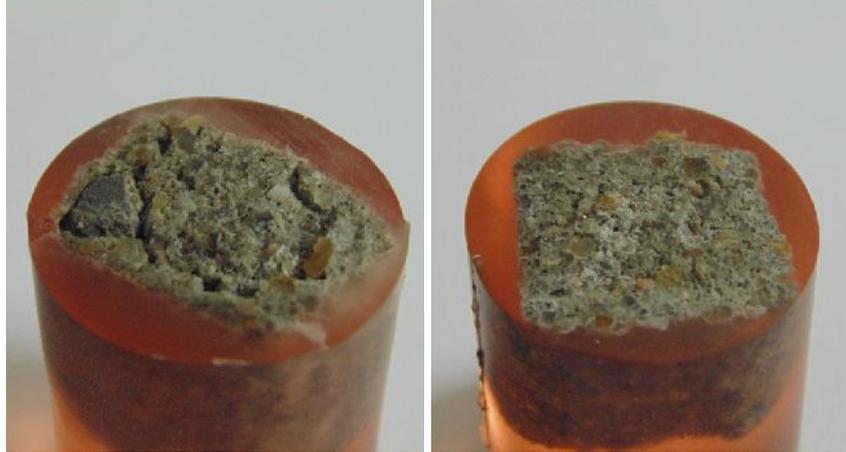


O preparo das amostras seguiu as etapas de corte com disco abrasivo diamantado, embutimento em resina para réplica, lixamento manual, polimento com pasta de diamante, limpeza com banho ultrassônico em álcool isopropílico e metalização da superfície. Os lubrificantes utilizados foram óleo mineral (no corte) e álcool isopropílico (lixamento e polimento). Utilizou-se lixas nas gramaturas 200, 400, 600, 1200, 1500 e 2000. O recobrimento superficial foi realizado com ouro em metalizador Emitech K550 X Sputter Coater, com corrente 25 mA, taxa de deposição 7,5 nm/min, por 1,5 min, formando uma película final de 22,5 nm.

Na Figura 19, podem ser observadas as superfícies das amostras de traço CHE60 e CHE50 após corte e lixamento. Foi constatada a perda de material por arrancamento em ambas durante esses processos, invalidando-as para o ensaio. Além disso, ocorreu a deposição

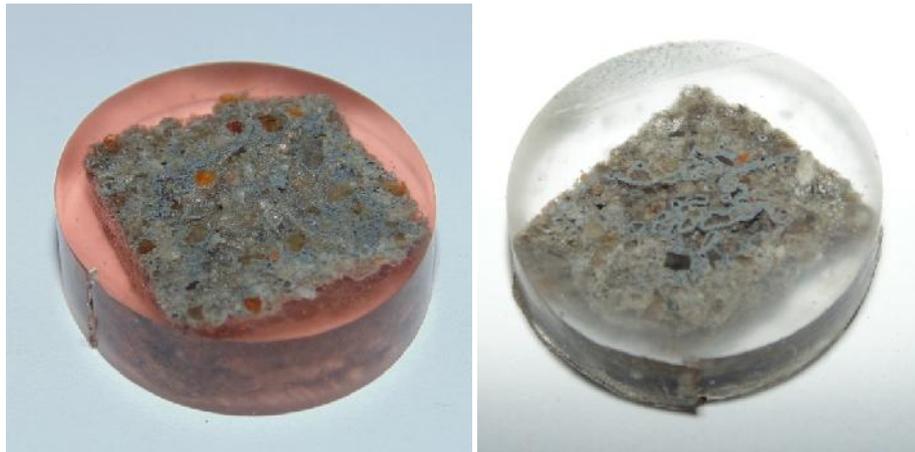
de grãos no fundo do recipiente utilizado no banho ultrassônico. Esses aspectos serão discutidos posteriormente, na apresentação dos resultados.

Figura 19 - Danos causados à superfície de corte das amostras CHE60 e CHE50.



Buscando minimizar o dano nas amostras seguintes, foram tomadas duas medidas: reduziu-se a velocidade de corte e efetuou-se o lixamento apenas em lixas de gramatura 600, 1200, 1500 e 2000, com posterior polimento. Apesar de não ter sido eliminada por completo a perda de material da amostra, o resultado dessas medidas (Figura 20) foi considerado satisfatório, uma vez que se obteve superfície polida em tamanho suficiente para análise em MEV.

Figura 20 - Superfícies polidas das amostras de traços CHE50 e CHE60 após nova tentativa de preparação.



4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização do agregado miúdo

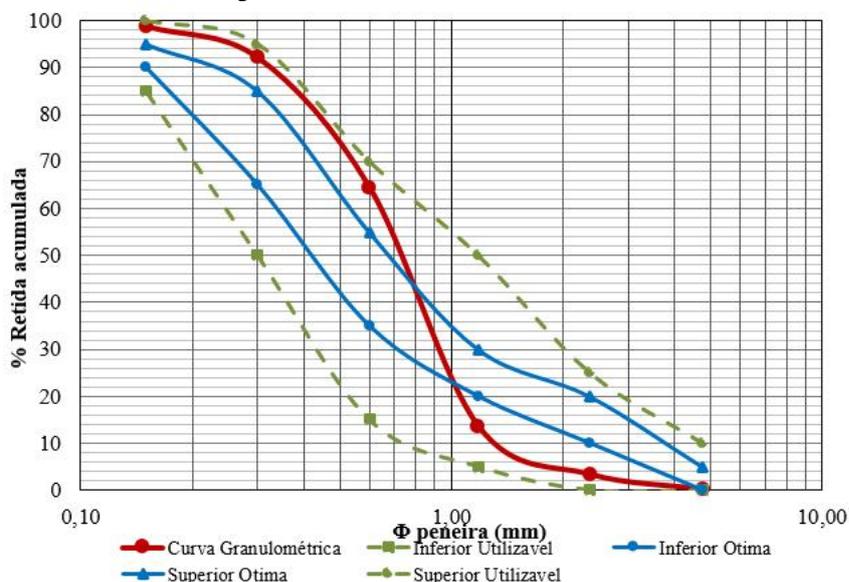
A análise granulométrica da areia encontra-se na Tabela 8.

Tabela 8 - Análise granulométrica da areia.

peneira (mm)	% retida em cada peneira	% retida acumulada	% que passa em cada peneira
4,75	0,22	0,22	99,78
2,36	3,19	3,41	96,59
1,18	10,16	13,57	86,43
0,60	50,95	64,52	35,48
0,30	27,65	92,17	7,83
0,15	6,69	98,86	1,14
Resíduo	1,14	100,00	0,00

A areia atende aos requisitos da NBR 7211/2009, enquadrando-se dentro dos limites da faixa utilizável, conforme pode ser observado na Figura 21.

Figura 21 - Curva Granulométrica da areia.



Os valores de diâmetro máximo característico, módulo de finura, massa específica e massa unitária estão indicados na Tabela 9.

Tabela 9 - Caracterização da areia.

Dmax. Caract. (mm)	Módulo de Finura	Massa específica (g/cm ³)	Massa unitária (g/cm ³)
2,36	2,73	2,80	1,57

4.2 Caracterização do cimento Portland

Os resultados dos ensaios de massa específica e superfície específica do cimento Portland CP V – ARI estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Resultados da caracterização do CP V-ARI.

Massa específica (g/cm³)	Superfície específica (cm²/g)
3,15	4.838,59

4.3 Caracterização da escória

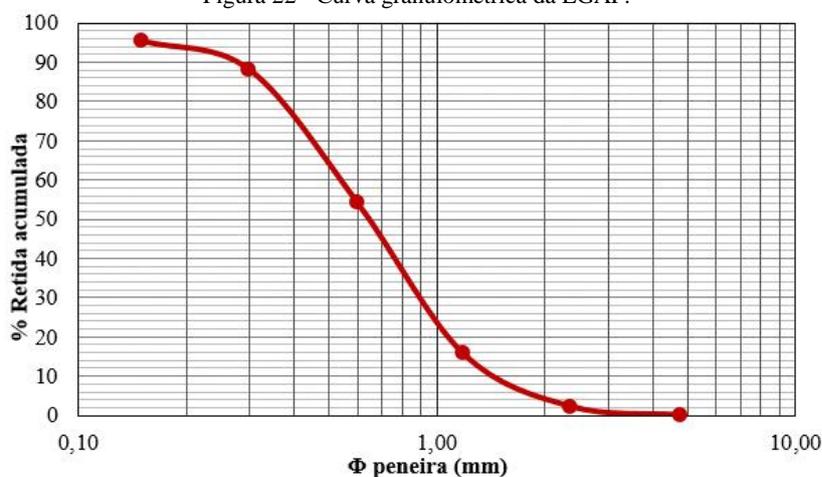
4.3.1 Caracterização física

A escória apresenta massa específica igual a 2,52 g/cm³. Os resultados dos ensaios granulometria são traduzidos na Tabela 11 e Figura 22.

Tabela 11 - Análise granulométrica da EGAF.

peneira (mm)	% retida em cada peneira	% retida acumulada	% que passa em cada peneira
4,75	0,08	0,08	99,92
2,36	2,16	2,25	97,75
1,18	13,52	15,76	84,24
0,6	38,37	54,13	45,87
0,3	33,98	88,11	11,89
0,15	7,36	95,47	4,53
Resíduo	4,53	100,00	0,00

Figura 22 - Curva granulométrica da EGAF.



A escória apresenta granulometria típica de areia média, com diâmetro máximo característico de 2,36 mm e módulo de finura 2,56. Apenas 4,53% dos grãos possuem diâmetro inferior a 150 μm . A presença de baixíssimo teor de finos é uma característica marcante da escória bruta recebida, pois o material não passou por processo de moagem anterior.

4.3.2 Caracterização química e mineralógica

A composição química da escória, em termos de óxidos, está dispostana Tabela 12.

Tabela 12 - Composição química da EGAF.

Composição química	% Massa
CaO	46,741
SiO ₂	30,482
Al ₂ O ₃	11,705
MgO	6,474
Fe ₂ O ₃	1,323
SO ₃	0,731
TiO ₂	1,091
K ₂ O	0,394
MnO	0,351
SrO	0,117
C	0,593

A análise química indica que a escória se caracteriza como básica, devido ao alto teor de CaO e MgO (óxidos básicos). O módulo $(\text{CaO} + \text{MgO})/\text{SiO}_2$ possui valor 1,75, conforme apresentado na Tabela 13, junto aos demais indicadores de hidraulicidade.

Tabela 13 - Módulos de hidraulicidade da escória.

Módulo	Resultado	Referência
CaO/SiO ₂	1,53	1,3-1,4
$(\text{CaO} + \text{MgO})/\text{SiO}_2$	1,75	>1,4
$(\text{CaO} + \text{MgO})/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$	1,26	1,0-1,3
$(\text{CaO} + 0,56\text{Al}_2\text{O}_3 + 1,4\text{MgO})/\text{SiO}_2$	2,05	1,65
$(\text{CaO} + \text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3)/\text{SiO}_2$	2,13	1,0
GD	1,83	1,3-1,5

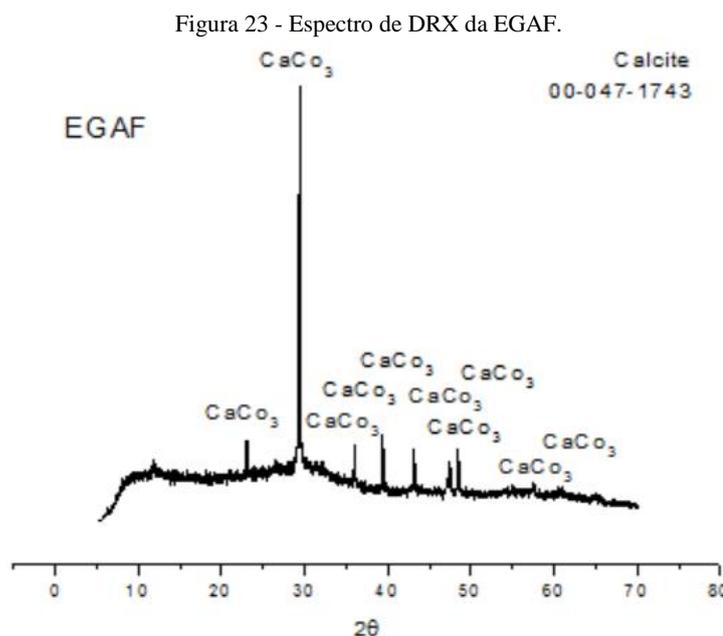
De um modo geral, os módulos hidráulicos calculados para a escória utilizada neste estudo revelam que, preliminarmente, o material é potencialmente solúvel. O grau de despolimerização apresenta valor superior ao tipicamente encontrado em escórias granuladas

de alto forno. A valor do módulo CaO/SiO_2 , acima do limite superior do intervalo de referência, revela que o teor de sílica da escória encontra-se abaixo do desejável. Para fornecer sílica ao sistema, foi utilizado o silicato de sódio como ativador alcalino.

Além dos módulos de hidraulicidade, outro parâmetro empregado para avaliação do comportamento da escória como aglomerante é o seu teor de fase vítrea. Esse teor comanda a reatividade da EGAF. Estimado por DRX, o material apresenta grau de cristalinidade 25,04%. O espectro empregado nesta determinação encontra-se no APÊNDICE A.

O cuidadoso tratamento direcionado à amostra e a utilização de porta-amostra “zero-background” permitiram a obtenção de um espectro em que os picos não foram mascarados pelo ruído de fundo do difratograma. Desse modo, a amorficidade observada é a de fato correspondente à realidade do material.

O espectro de DRX da escória está apresentado na Figura 23.



Os picos encontrados são típicos de calcita (CaCO_3), em posições e intensidades. O material encontra-se, em grande parte, em estado amorfo, o que indica que a sílica presente na escória é amorfa.

4.4 Considerações sobre o aspecto geral das argamassas

Após as primeiras 24 h de cura do molde, verificou-se a perda de água por evaporação nas amostras de traços CHE60 e CHE50. As argamassas endurecidas apresentaram aparência porosa (Figura 24) e arestas quebradiças, tendo parte destas sido desfeitas logo na

desmoldagem dos corpos de prova. O aspecto inicial sofreu pouca alteração até os 28 dias. A existência de falhas de adensamento foi constatada em mais baixo grau.

Figura 24 - Aparência porosa de corpo de prova prismático do traço CHE50 rompido à tração na flexão.



4.5 Módulo de elasticidade dinâmico e resistência das argamassas

Os parâmetros geométricos e massas dos corpos de prova prismáticos estão dispostos na Tabela 14. As densidades médias por traço estão indicadas na Tabela 15.

Tabela 14 - Parâmetros geométricos e massas dos prismas.

Traço	ID	Massa (g)	L1 (cm)	L2 (cm)	C (cm)
REF	CP 1	574,70	4,07	4,04	15,06
	CP 2	555,90	4,05	4,05	16,00
	CP 3	562,70	4,05	4,06	15,03
	CP 4	582,70	4,05	4,07	16,00
	CP 5	574,80	4,04	4,04	15,09
	CP 6	555,00	4,05	4,09	15,03
CHE60	CP 1	525,10	4,11	4,01	16,05
	CP 2	514,00	4,04	4,00	16,05
	CP 3	527,60	4,15	3,99	16,05
CHE50	CP 1	518,80	4,00	4,06	16,06
	CP 2	529,90	4,00	4,01	16,05
	CP 3	528,10	4,00	4,01	16,05

Tabela 15 - Densidades médias dos corpos de prova prismáticos (Média ± DP (CV)).

	Densidade (g/cm ³)
REF	2,248 ± 0,08 (3,57%)
CHE60	1,984 ± 0,00 (0,10%)
CHE50	2,033 ± 0,04 (1,87%)

Observa-se que os prismas de referência apresentaram densidade cerca de 10% superior aos de argamassa de cimento híbrido. Entre os traços CHE60 e CHE50, a variação foi de apenas 2,4%, sendo a densidade média maior para a argamassa com 50% de escória.

Na Tabela 16 estão indicadas as frequências naturais dos prismas, medidas pela resposta acústica através de testes preliminares. Apesar de não terem sido alvo de análise neste estudo, foram determinadas também as frequências nos modos flexional e torcional.

Tabela 16 - Frequências naturais de vibração.

	REF	CHE60	CHE50
f_{long} (kHz)	12,07 ± 0,08 (0,7%)	8,67 ± 0,22 (2,5%)	8,34 ± 0,29 (3,5%)
f_{flex} (kHz)	5,21 ± 0,08 (1,5%)	3,46 ± 0,14 (4,0%)	3,39 ± 0,13 (3,8%)
f_{tor} (kHz)	7,07 ± 0,07 (1,0%)	4,79 ± 0,13 (2,7%)	4,70 ± 0,17 (3,6%)

As frequências naturais foram identificadas de forma clara e rápida pelo teste de resposta acústica. A magnitude e a relação entre elas é coerente com a observada por Haach *et al.* (2013) para argamassas.

Pela mesma técnica, foram determinados os coeficientes de Poisson, cujos valores são indicados na Tabela 17.

Tabela 17 - Coeficientes de Poisson.

	REF	CHE60	CHE50
Poisson	0,20	0,13	0,16
CV	15,1%	32,6%	9,8%

Os valores médios de módulo de elasticidade dinâmico longitudinal e velocidade da onda ultrassônica estão apresentados nas Tabelas 18 e 19.

Tabela 18 - Módulo de elasticidade dinâmico.

Traço	E_{a,l} (GPa)	
	Ultrassom	Resposta acústica
REF	29,81 ± 3,94 (13,2%)	32,6 ± 1,14 (3,5%)
CHE60	6,13 ± 0,77 (12,5%)	15,47 ± 0,82 (5,3%)
CHE50	5,94 ± 0,31 (5,2%)	14,64 ± 1,22 (8,4%)

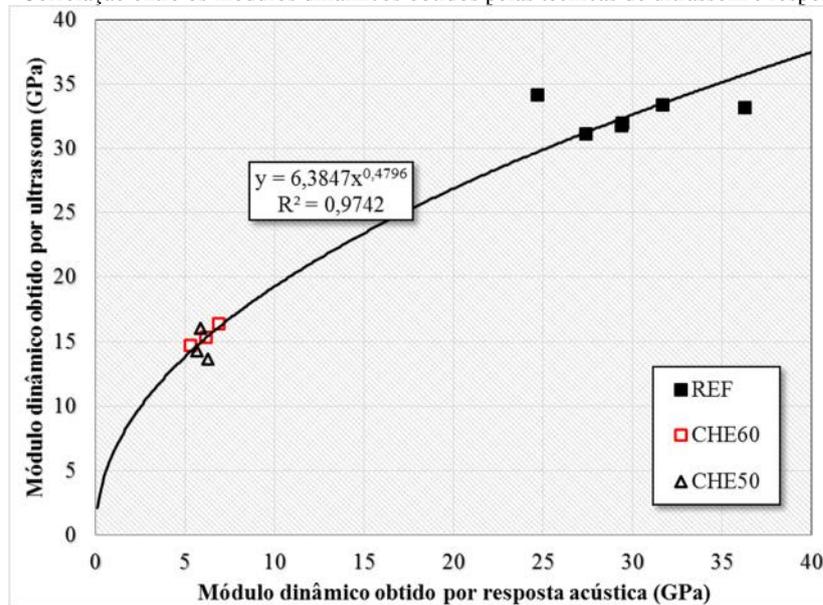
Tabela 19 - Velocidade do pulso ultrassônico.

Traço	V_p (m/s)	
	Ultrassom	Resposta acústica
REF	3.830,67 ± 206,43 (5,4%)	4.195,34 ± 48,46 (1,2%)
CHE60	1.742,00 ± 80,88 (4,6%)	3.057,64 ± 79,69 (2,6%)
CHE50	1.716,67 ± 22,68 (1,3%)	2.937,91 ± 106,44 (3,6%)

Os resultados revelam que a velocidade da onda ultrassônica e o módulo dinâmico são superiores na argamassa de referência, que é mais densa, e assumem valores muito próximos entre os traços CHE60 e CHE50, que possuem densidades semelhantes. Em microestruturas mais densas, a quantidade de poros é reduzida, o que proporciona maiores velocidades de propagação das ondas ultrassônicas e, por consequência, maior módulo dinâmico.

Pode-se observar, através da Figura 25, que a relação entre os módulos dinâmicos obtidos pelos dois métodos não segue uma tendência linear. Com boa correlação ($R^2=0,9742$), a linha de tendência mais adequada para descrever a relação entre ambos é a potencial.

Figura 25 - Correlação entre os módulos dinâmicos obtidos pelas técnicas de ultrassom e resposta acústica.



Os corpos de prova foram ensaiados nas mesmas condições (saturados com superfície seca, após rompimento), o que exclui esses fatores como causadores da variabilidade observada. Essa diferença pode estar associada à experiência do operador, e seu conhecimento sobre as técnicas, às propriedades dos materiais ensaiados, aos princípios nos quais os métodos se baseiam e a incertezas na determinação da densidade. A depender do tipo de material, a estimativa do coeficiente de Poisson, por exemplo, pode não corresponder à realidade, afetando os resultados. Da mesma forma, a utilização da densidade aparente pode comprometer os valores de módulo calculados, uma vez que constitui grande fonte de incertezas: o material, por apresentar-se cheio de vários e com arestas quebradiças, pode contar com faces pouco regulares; e os vazios internos não são contabilizados com a aferição das dimensões com paquímetro.

A Tabela 20 apresenta os valores médios de resistência alcançados pelos corpos de prova ensaiados aos 28 dias.

Tabela 20 - Resultados de resistência à compressão axial e tração na flexão aos 28 dias.

	Compressão		Tração na flexão
	Prismas	Cilindros	Prismas
REF	27,37 ± 3,42 (12,5%)	31,94 ± 6,88 (21,5%)	7,10 ± 0,66 (9,3%)
CHE60	6,11 ± 0,68 (11,2%)	2,41 ± 0,71 (29,6%)	1,90 ± 0,07 (3,5%)
CHE50	4,06 ± 0,88 (21,7%)	2,19 ± 0,35 (15,7%)	1,65 ± 0,22 (13,4%)

É notável a queda na resistência à compressão e à tração das argamassas de cimento híbrido em relação à de referência. Os resultados observados refletem os efeitos da perda de água nas primeiras 24 h, além de outros fatores, descritos a neste capítulo.

As relações entre as resistências à tração na flexão e compressão dos corpos de prova prismáticos indicam que a substituição por escória e, portanto, o melhoramento na zona de transição, são refletidos de forma mais significativa na tração.

O teor de pasta, definido pela ACI (2005), é a proporção de pasta de cimento expressa em termos do volume total da argamassa ou concreto. A Tabela 21 foi construída a partir dos volumes dos materiais empregados em cada traço, com os fatores água/aglomerante utilizados.

Tabela 21 - Teor de pasta em cada mistura.

Teor de pasta (%)	
REF	42,67
CHE60	19,59
CHE50	24,35

Os valores indicam que as proporções de materiais empregados nos traços CHE60 e CHE50, associados à condição granulométrica do agregado e da EGAF, podem ter gerado a formação de uma matriz pouco densa. Essa hipótese pode ser melhor investigada através de análise microestrutural.

Deve-se destacar o papel exercido pelo empacotamento precário dos grãos e o baixo teor de pasta das misturas CHE60 e CHE50 no ganho de resistência. Em ambos os traços, o agregado e a escória empregados apresentam frações granulométricas com teores iguais de partículas grossas (2,4 mm a 1,2 mm), médias grossas (1,2 mm a 0,6 mm), médias finas (0,6 mm e 0,3 mm) e finas (0,3 mm e 0,15 mm). O universo de partículas finas, isto é, com diâmetros entre 0,15 e 0,30 mm, corresponde a apenas 25% do total formado pelo conjunto de agregados e escória. Desconsiderando falhas no peneiramento, pode-se afirmar que os únicos grãos com dimensões inferiores a 0,30 mm são os de cimento Portland. Essa condição

prejudica o empacotamento dos grãos, uma vez que o preenchimento dos vazios entre as partículas de escória e areia só pode ser feito pela formação da pasta.

A partir dos valores de resistência à tração e compressão dispostos na Tabela 20, foram calculados “módulos de resistência” (assim chamados neste estudo) em relação aos teores de clínquer das pastas. Para calcular esses módulos, considerou-se a presença de material carbonático no teor de 5% do cimento Portland utilizado na produção das argamassas (CP-V-ARI). Ao dividir o valor de resistência pelo teor de pasta e, em seguida, pelo teor de clínquer na pasta, é possível obter os resultados apresentados na Tabela 22.

Tabela 22 - "Módulos de Resistência".

	"MR"				
	% CP no aglomerante	% Clínquer na mistura	Compressão Prismas	Compressão Cilindros	Tração Prismas
REF	100,00%	16,14%	169,61	197,93	44,00
CHE60	60,00%	7,41%	82,48	32,53	25,65
CHE50	50,00%	8,98%	45,19	24,38	18,37

A correlação entre a resistência à compressão e o módulo dinâmico pode ser observada na Figura 26, para a técnica de excitação por impulso (resposta acústica), e na Figura 27, para a técnica de ultrassom.

Figura 26 - Correlação entre resistência à compressão e módulo dinâmico obtido por resposta acústica.

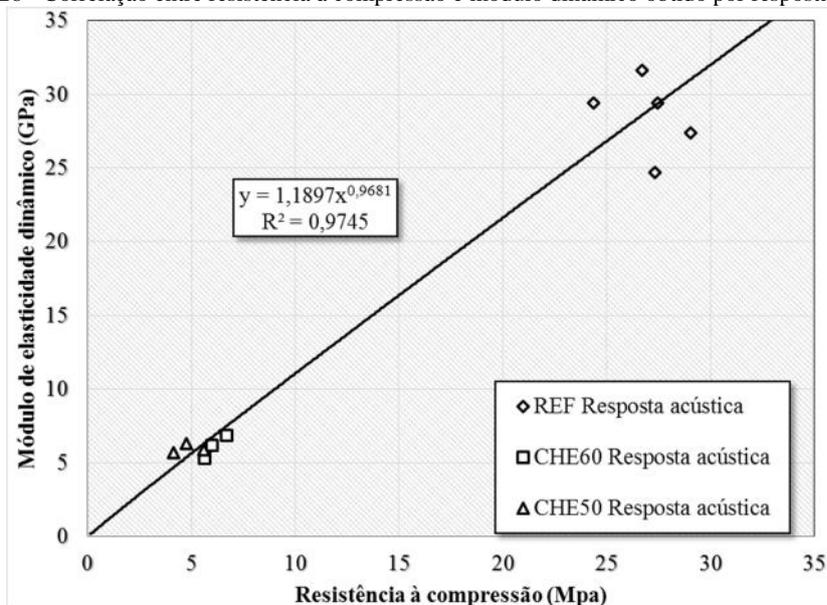
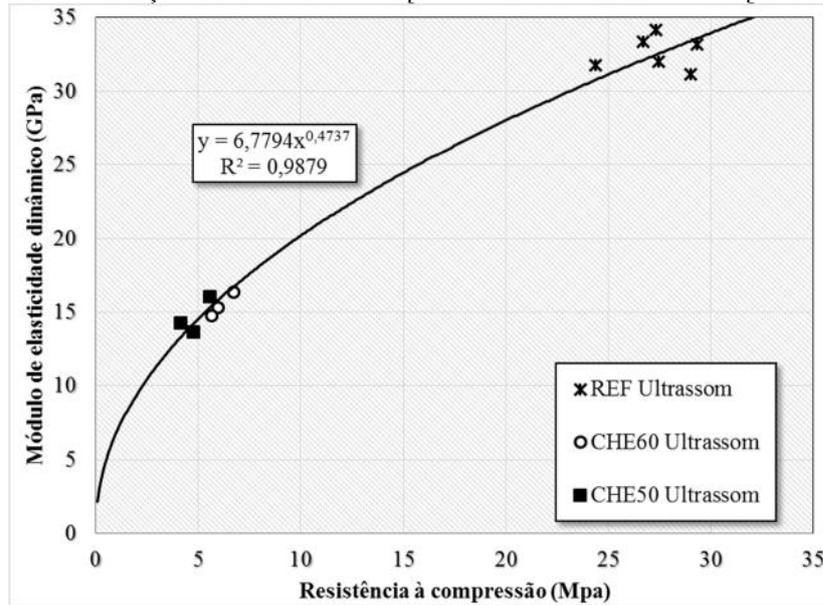


Figura 27 - Correlação entre resistência à compressão e módulo dinâmico obtido por ultrassom.



Observa-se a existência de uma forte correlação entre o módulo dinâmico e a resistência à compressão das argamassas através de uma tendência potencial. A correlação é similar entre os métodos.

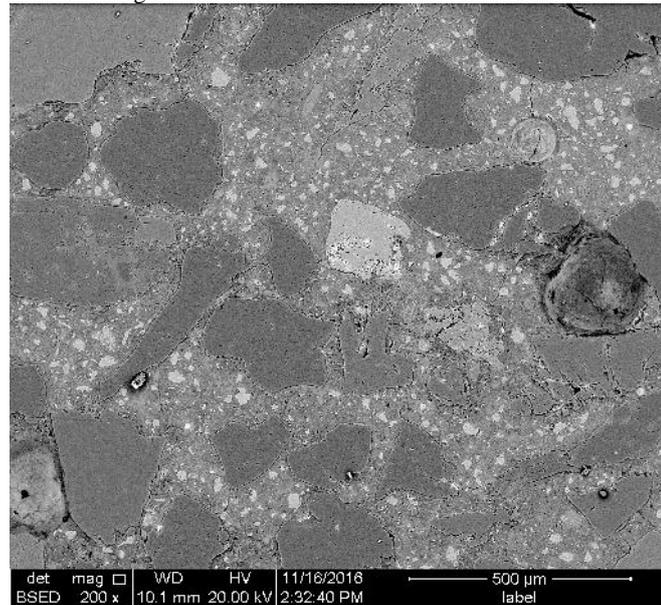
4.6 Microestrutura das argamassas

O ensaio de microscopia eletrônica de varredura fornece subsídios para a investigação da hidratação dos grãos de escória e a porosidade da matriz e da zona de transição. Além disso, a análise microestrutural através dessa técnica permite a observação e identificação de outros fatores que podem estar associados aos resultados obtidos para as propriedades mecânicas. A Figura 28 representa a imagem obtida em MEV da argamassa de referência.

A argamassa de referência apresenta-se densa, com poucos poros e pasta bem distribuída entre os grãos. Mesmo a zona de transição entre a pasta e os agregados manteve-se íntegra na maior parte dos pontos observados. É interessante lembrar que as amostras foram previamente submetidas a ensaios destrutivos com aplicação de carga, e que, por isso, é irresponsável associar o padrão de microfissuração à outras causas.

Nota-se a presença de partículas claras uniformemente distribuídas pela pasta, indicando a presença de grãos de cimento parcialmente hidratados. Neste ponto, constata-se que a perda de água durante a cura no molde impactou a hidratação de cimento e, por consequência, limitou o ganho de resistência até os 28 dias, mesmo no traço de referência.

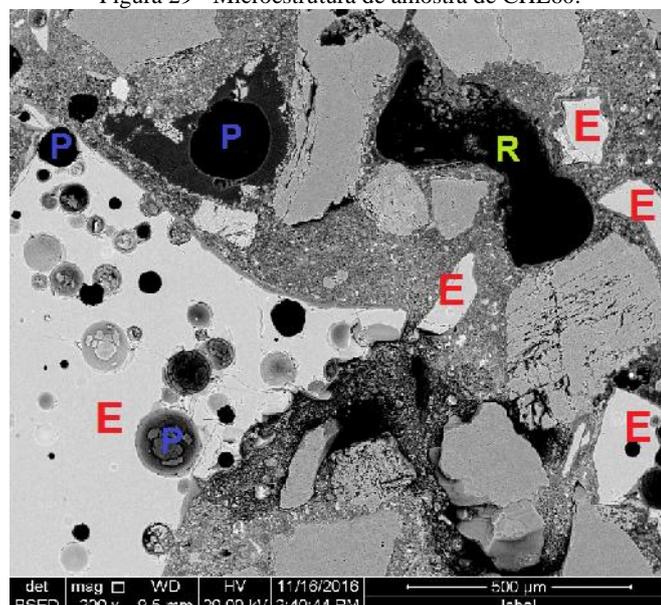
Figura 28 - Microestrutura de amostra de REF.



Em comparação, a amostra de CHE60, observada na Figura 29, apresenta maior porosidade na matriz. Nos próprios grãos de escória (em tom mais claro, indicados pela letra “E”), especialmente nos de maiores dimensões, foram encontrados poros de até 0,15 mm de diâmetro. A título de analogia, esse diâmetro corresponde à dimensão mínima do agregado miúdo empregado na produção da argamassa.

Na Figura 29, os grãos de escória, em diferentes dimensões, são indicados pela letra “E”; alguns poros presentes na pasta e no maior grão de EGAF são identificados por “P”; e uma cavidade localizada na pasta é destacada com a letra “R”. As partículas em cinza médio são os grãos de areia.

Figura 29 - Microestrutura de amostra de CHE60.



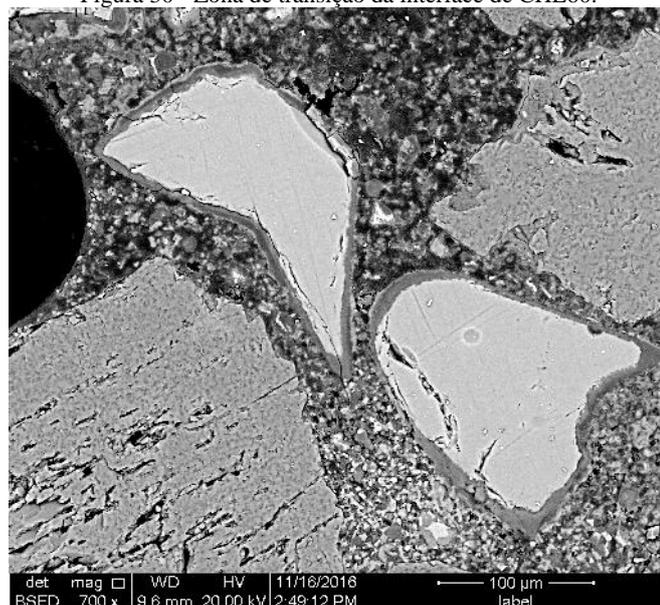
A baixa densidade da matriz de CHE60 pode ser notada quando se comparam Figuras 28 e 29, confirmando a hipótese levantada com o cálculo do teor de pasta. No traço CHE60, observa-se que a matriz se apresenta pouco densa e compacta, características associadas ao empacotamento dos materiais granulares. O emprego de partículas em diferentes faixas granulométricas e com maior teor de pulverulentos poderia trazer benefícios à compacidade da argamassa CHE60.

Além disso, a própria mistura manual dos materiais na produção da argamassa pode ter exercido influência sobre a distribuição dos poros. Ressalta-se, neste ponto, a importância da utilização de um equipamento capaz de produzir uma mistura homogênea.

A cavidade indicada pela letra “R” é compatível com as dimensões e formato do agregado miúdo. Trata-se de uma evidência da precária aderência entre este e a matriz, justificada pela perda de material durante as etapas de preparação das amostras para MEV. A aderência foi prejudicada a ponto de ocasionar a perda de material da superfície com pouco esforço, como na limpeza por banho ultrassônico. A condição da ZTI também justifica, por exemplo, a dificuldade encontrada para efetuar o corte da amostra embutida em resina. Ao encontrar grãos de areia na superfície de corte, o disco diamantado provocou o “descolamento” dos agregados, expulsando-os da seção, em vez de proceder o corte. Através da Figura 30, com aumento, esse aspecto pode ser melhor analisado.

Na interface com o agregado, é verificada porosidade semelhante à observada por Brough e Atkinson (2000), para pastas de cimento Portland. Por outro lado, confirma-se a hipótese de que as reações se processam na superfície dos grãos de escória (tom mais claro), formando uma região densa em contato com a pasta de cimento. Essa camada de produtos de hidratação passa a funcionar como a “barreira” descrita por Garcia-Lodeiro, et al. (2013), reduzindo a taxa com que as reações se processam no interior da partícula.

Figura 30 - Zona de transição da interface de CHE60.

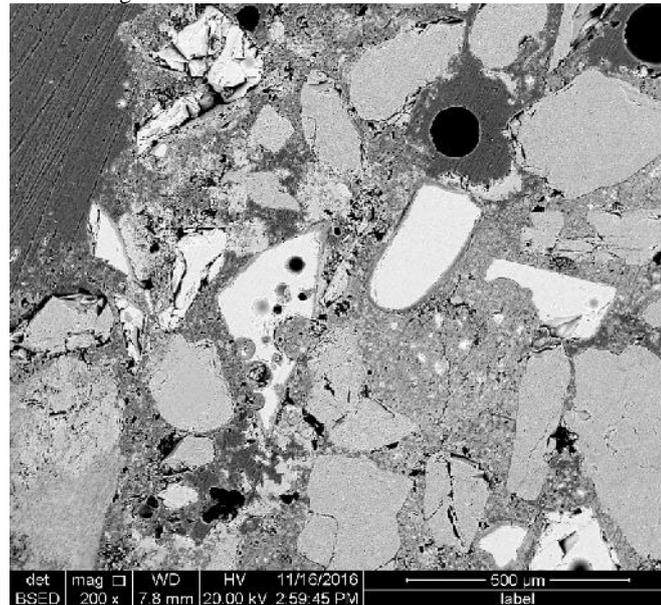


Apesar de ter sido empregada em sua granulometria natural, o que, em tese, limitaria propriedades aglomerantes da escória, constatou-se a formação de produtos de hidratação no entorno das partículas em direção ao seu centro. Essa observação confirma que o ativador alcalino empregado catalisou as reações de hidratação.

A média de avanço da hidratação aos 28 dias na amostra analisada é de $8,24 \pm 3,38 \mu\text{m}$, indicando que grãos com dimensões inferiores a $16 \mu\text{m}$ podem alcançar hidratação total, nestas condições, até os 28 dias.

As observações acerca de porosidade na matriz e nos grãos de escória, além de cavidades causadas pelo arrancamento de material, são válidas para o traço CHE50, conforme apresentado na Figura 31. Observa-se, no entanto, que o emprego de maior teor de cimento Portland forneceu maior compactidade à pasta, conforme levantado anteriormente.

Figura 31 - Microestrutura de amostra de CHE50.



As figuras a seguir destacam, em maior detalhe, as zonas de transição dos grãos de escória (Figura 32) e areia (Figura 33). Na primeira, a ZTI é mais densa que a pasta, provocando maior aderência entre as partículas de escória e a matriz. As fissuras observadas do interior dos grãos indicam que o caminho de propagação foi desviado da ZTI, em oposição ao verificado na Figura 33.

Além disso, atribui-se, até certo ponto, a discrepância entre as velocidades de pulso e módulos elásticos obtidos pelas duas técnicas à presença dessas zonas de pouca aderência. A detecção dessas regiões pode acontecer de maneira diferente para cada técnica, exercendo influência no caminho de propagação da onda ultrassônica (reduzindo ou aumentando a distância) e, portanto, levando a resultados distintos de módulo.

A média de avanço da hidratação da escória aos 28 dias é de $10,58 \pm 3,70 \mu\text{m}$, em direção ao centro do grão. Isso indica que grãos com dimensões inferiores a $20 \mu\text{m}$ podem alcançar hidratação total, aos 28 dias, nestas condições.

Figura 32 - Zona de transição na interface do grão de escória de CHE50.

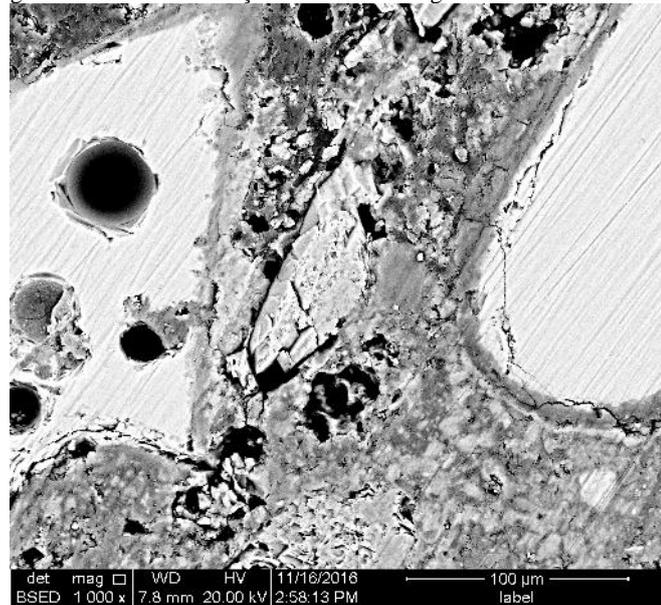
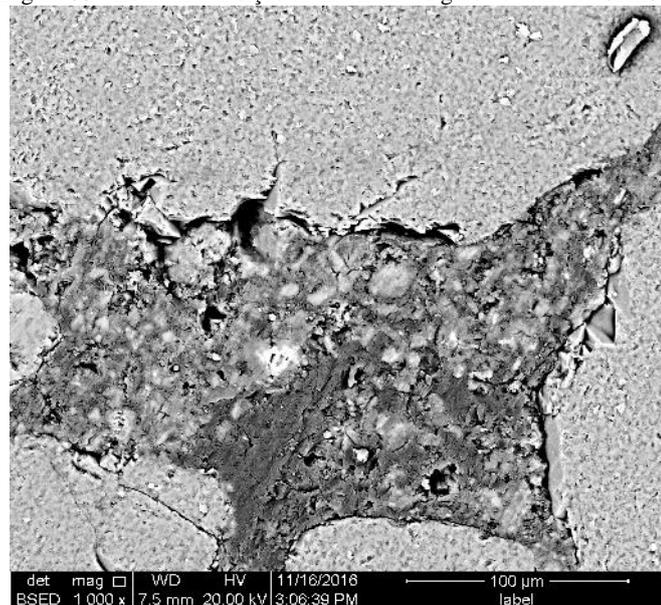


Figura 33 - Zona de transição na interface do grão de areia de CHE50.



5 CONCLUSÕES

A proposta inicial deste estudo consistiu na produção de argamassas de cimento híbrido de escória granulada de alto forno in natura, ativada por solução alcalina de silicato de sódio e hidróxido de sódio. Na dosagem, partiu-se de um traço com alta proporção de EGAF (80%) e apenas 20% de cimento Portland. Apesar de utilizado em outros estudos anteriormente com resultados positivos no ganho de resistência à compressão, o traço necessitou sofrer alterações quando se empregou a escória em sua granulometria natural. Trabalhou-se, portanto, com substituições de 50 e 60%.

A hipótese de que a escória reagiria na superfície dos grãos, formando uma zona de transição mais densa que a matriz de cimento, foi confirmada pela análise microestrutural. No entanto, podem ser citados alguns importantes fatores que contribuíram para a criação de condições desfavoráveis ao desenvolvimento de resistência das argamassas: o processo manual de mistura; a perda de água durante a cura no molde; o emprego de baixo teor de materiais finos.

As suspeitas advindas do aspecto macroscópico das argamassas e dos ensaios não destrutivos foram reafirmadas através dos resultados dos ensaios de resistência. A confirmação veio em seguida, através da análise microestrutural. Desse modo, observou-se que as técnicas empregadas se mostraram eficientes na caracterização dos materiais, especialmente quando analisadas conjuntamente.

Apesar dos resultados de resistência à compressão indicarem um ganho de até 6,11 MPa aos 28 dias, tornando o material impróprio para desempenhar funções estruturais, pode-se indicar sua aplicação em funções que não demandem tal característica. Ressalta-se, no entanto, que pode ser possível alcançar resistência mais elevada através da realização de mais rigoroso controle tecnológico na produção das argamassas.

Os resultados de módulo dinâmico obtidos nos ensaios de ultrassom e resposta acústica ressaltam a importância do conhecimento das técnicas e dos princípios nos quais elas se baseiam para realizar a análise. Destaca-se a importância de determinar a densidade real do corpos de prova, pois esta leva em consideração o volume real e, por consequência, aspectos importantes como a presença de poros e a irregularidade das faces.

A solução alcalina empregada mostrou-se capaz de ativar a EGAF, reafirmando as recomendações da literatura a respeito do módulo de sílica e proporção de álcalis adequados, em relação à massa de escória.

Apesar das condições desfavoráveis, pôde-se avaliar a zona de transição da interface entre a pasta e grãos de areia e de escória. Conclui-se que, apesar do tamanho excessivo, as partículas de escória podem contribuir para a rigidez e a resistência da argamassa. Esse efeito é mais significativo na tração, sendo a pasta de cimento Portland a grande responsável pelo ganho de resistência à compressão até os 28 dias.

Mesmo nos grãos de escória com maiores diâmetros, foram observados produtos de hidratação na superfície em camadas de até 10,58 μm , em média. Esse resultado indica que, ao empregar grãos com esse valor de raio, isto é, 20 μm de diâmetro, é possível alcançar grau de hidratação 100%. Nesse caso, os produtos de hidratação da escória podem contribuir com a resistência à compressão até os 28 dias. O emprego de grãos em maiores dimensões (40, 60, 80 μm) pode ainda vir à trazer benefícios à rigidez da argamassa; o exterior do grão, hidratado, funciona como uma densa zona de transição, e seu interior, como um agregado fortemente aderido à pasta.

Além da análise das propriedades da argamassa produzida, convém realizar um estudo dos custos envolvidos na moagem do material até as finuras propostas, de modo a caracterizar a viabilidade do emprego da escória com tais características granulométricas. Ademais, julga-se apropriado o desenvolvimento de outros trabalhos sobre este tema, buscando a confirmação dos resultados encontrados.

REFERÊNCIAS

ABDOLLAHNEJAD, Z.; TORGAL, P.; BARROSO AGUIAR, J. **Compressive Strength and Microstructure of Hybrid Alkaline Cements**. Guimaraes, Portugal: Department of Civil Engineering - University of Minho, [2014].

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13279**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15630**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do módulo de elasticidade dinâmico através da propagação de onda ultra-sônica. Rio de Janeiro, 1997.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR16372**: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro, 2015.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5733**: Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211**: Agregado para concreto – Especificação. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**: Cimento Portland: Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1997.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8803**: Concreto endurecido - Determinação da velocidade de propagação de onda ultrassônica. Rio de Janeiro, 2013.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 23**: Cimento portland e outros materiais em pó -Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2001.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 248**: Agregados - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 52**:Agregado miúdo - Determinação de massa específica massa específica aparente. Rio de Janeiro, 2002

ACI COMMITTEE 233. *Slag Cement in Concrete and Mortar*. ACI 233R-03, American Concrete Institute, Farmington Hills, Mich, 2003.

ACI COMMITTEE 301. *Specifications for Structural Concrete*. ACI 301R-05, American Concrete Institute, Farmington Hills, Mich, 49p. 2005.

AGOPYAN, V.; JONH, V. M. **Reciclagem de escória de alto forno no Brasil** In: Seminário Nacional sobre Reuso/Reciclagem de Resíduos Sólidos Industriais. São Paulo, 2000.

AL-OTAIBI, S. Durability of concrete incorporating GGBS activated by water-glass. **Construction and Building Materials**, [S.l.], v. 22, p. 2059-2067, 2008.

AL-OTAIBI, S. **Performance of Alkali-activated Slag Concrete**. Sheffield, United Kingdom: Department of Civil and Structural Engineering – University of Sheffield, 2002.

ASTM. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C215-08: Standard test method for fundamental transverse, longitudinal and torsional frequencies of concrete specimens**. Philadelphia, 2008.

BAKHAREV, T.; SANJAYAN, J. G.; CHENG, Y.-B. Alkali activation of Australian slag cements. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 29, p. 113-120, 1999.

BAKHAREV, T.; SANJAYAN, J. G.; CHENG, Y.-B. Effect of admixtures on properties of alkali-activated slag concrete. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 30, p. 1367-1374, 2000.

BOGDANOVICH, A.; PASTORE, C. **Mechanics of Textile and Laminated Composites**. Chapman & Hall. London, 1996.

BROUGH, A.R.; ATKINSON, A. Automated identification of the aggregate±paste interfacial transition zone in mortars of silica sand with Portland or alkali-activated slag cement paste. **Cement and Concrete Research**. v. 30, p.849-854. 2000.

CHI, M. Effects of dosage of alkali-activated solution and curing conditions on the properties and durability of alkali-activated slag concrete. **Construction and Building Materials**. V 35, P. 240-245. 2012.

CRIADO, M.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Alkali activation of fly ashes. Part 1: Effect of curing conditions on the carbonation of the reaction products. **Fuel**, [S.l.], v. 84, p. 2048-2054, 2005.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer Chemistry and Applications**. 4th ed. Saint-Quentin, France: Institut Géopolymère, 2015.

DIÓGENES, H. J. F. et al. Determinação do módulo de elasticidade do concreto a partir da resposta acústica. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, [S.l.], v. 4, n. 5, p. 792-813, dez. 2011.

ERDOGDU, K.; TOKYAY, M.; TURKER, P. Comparison of intergrinding and separate grinding for the production of natural pozzolan and GBFS-incorporated blended cements. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 29, p. 743-746, 1999.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. et al. Specific Examples of Hybrid Alkaline Cement. **MATEC Web of Conferences**, [S.l.], v. 11, n. 01001, 2014.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, J. G.; PUERTAS, F. Alkali-activated slag mortars: Mechanical strength behaviour. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 29, p. 1313-1321, 1999.

GARCÍA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A..An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. **Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes**. United Kingdom: Woodhead Publishing, imprint of Elsevier, 2015.

GARCÍA-LODEIRO, I. et al. Hybrid Alkaline Cements: Part I: Fundamentals. **Romanian Journal of Materials**, Bucharest, Romania, v. 42 (4), p. 330 – 335, 2012.

GARCÍA-LODEIRO, I.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Alkali-activated based concrete.**Eco-efficient Concrete**. Spain: Woodhead Publishing Limited, 2013.

HAACH, V. G. et al. Application of acoustic tests to mechanical characterization of masonry mortars. **NDT&E International**, [S.l.], v. 59, p. 18-24, 2013.

JOHN, V. M. **Cimentos de Escória Ativada com Silicatos de Sódio**. São Paulo: Escola Politécnica – Universidade de São Paulo, 1995.

LI, C.; SUN, H.; LI, L. A review: The comparison between alkali-activated slag (Si+Ca) and metakaolin (Si+Al) cements. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 40, p. 1341-1349, 2010.

MALHOTRA, V. M. **In Situ / Nondestructive Testing of Concrete - A Global Review**. In: Situ/Nondestructive Testing of Concrete, Special Publication SP-82, American Concrete Institute, Detroit. 1984.

MARCHI, R.D. et al. Avaliação de parâmetros de dosagem para atendimento do módulo de deformação do concreto produzido em central dosadora. In: 52º Congresso Brasileiro do Concreto - IBRACON. **Anais...**, 2010.

MARINGOLO, V. **Clínquer Co-processado: Produto de Tecnologia Integrada para Sustentabilidade e Competitividade da Indústria de Cimento**. São Paulo: Instituto de Geociências – Universidade de São Paulo, 2001.

MARTINEZ-RAMIREZ, S., PALOMO, A. OPC hydration with highly alkaline solutions. **Advances in Concrete Research**. v. 13. p. 123-129. 2001.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 3ª ed. IBRACON. São Paulo, 2008.

NASCIMENTO, V. F. **Técnicas analíticas nucleares de fluorescência de raios X por dispersão de energia (ED-XRF) e por reflexão total (TXRF)**. Departamento de Ciências Exatas/ESALQ, USP, SP.Julho, 1999.

OHDAIRA, E.; MASUZAWA, N. Water content and its effect on ultrasound propagation in concrete-the possibility of NDE. **Ultrasonics**, v. 38. p. 546-552. 2000.

OLIVEIRA, G. A. R. N. **Critérios de Projeto para Moinhos de Cimento Portland**. Rio de Janeiro: Escola de Química – UFRJ, 2012.

ONER, M.; ERDOGDU, K.; GUNLU, A. Effect of components fineness on strength of blast furnace slag cement. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 33, p. 463-469, 2003.

PACHECO-TORGAL, F. et al. **Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes**. United Kingdom: Woodhead Publishing, imprint of Elsevier, 2015.

PACHECO-TORGAL, F. P.; JALALI, S. **Ligantes obtidos por Ativação Alcalina**. Portugal: TecMinho, 2009.

PAL, S. C.; MUKHERJEE, A.; PATHAK, S. R. Investigation of hydraulic activity of ground granulated blast furnace slag in concrete. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 33, p. 1481-1486, 2003.

PALOMO, A. et al. Hybrid Alkaline Cements. Part II: The Clinker Factor. **Romanian Journal of Materials**, Bucharest, Romania, v. 43 (1), p. 74-80, 2013.

PALOMO, A. et al. Opc-fly ash cementitious systems: study of gel binders produced during alkaline hydration. **J Mater Sci**, [S.l.], v. 42, p. 2958-2966, 2007.

ROY, D. M. Alkali-activated cements: Opportunities and challenges. **Cement and Concrete Research**, [S.l.], v. 29, p. 249-254, 1999.

SAJEDI, F.; RAZAK, H. A. Comparison of different methods for activation of ordinary Portland cement-slag mortars. **Construction and Building Materials**, [S.l.], v. 25, p. 30-38, 2011.

SANTOS, S.B.; GAMBALE, E.A.; ANDRADE, M.A.S. Modelos de predicao do modulo de elasticidade do concreto. In: 48º Congresso Brasileiro do Concreto – IBRACON. **Anais...**, 2006.

SEVERO, C. G. S. et al. Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, [S.l.], v. 8.2, p. 55-67, 2013.

SILVA, M. C. C. - **Relações entre microestrutura, composição, resistência à ruptura e moabilidade de clínquer de cimento Portland** – Dissertação de Mestrado, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – PEMM, Coordenação dos Programas de Pós-Graduação de Engenharia – COPPE, - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

SILVA, N. G.; CAMPITELI, V. C. Correlação entre módulo de elasticidade dinâmico e resistências mecânicas de argamassas de cimento, cal e areia. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 8, n. 4, p. 21-35, out./dez. 2008.

SILVA, P.; SAGOE-CRENTIL, K.; SIRIVIVATNANON, V. Kinetics of geopolymerization: Role of Al₂O₃ and SiO₂. **Cement and Concrete Research**. v. 37 (4) p. 512-518, 2007.

SOUZA, V. C. G. **Influência das características mineralógicas, físicas e químicas dos clínquer de cimento Portland sobre sua moabilidade**. Porto Alegre: Escola de Engenharia – UFRGS, 2007.

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2nd ed. London, United Kingdom: Thomas Telford Publishing, 1997.

TSIVILIS, S.; KAKALI, G.; ALAMANOU, T. A comparative study of intergrinding and separate grinding of cement raw mix. **Zement Kalk Gips**. v. 2 (2), p. 74 –78, 1991.

VENAI, R. et al. **Slag valorisation in construction materials: mechanical properties and rheology of alkali-activated concrete containing GGBS**. 4th International Slag Valorisation Symposium. Leuven, 2015.

WANG, S.-D.; SCRIVENER, K. L.; PRATT, P. L. Factors Affecting the Strength of Alkali-Activated Slag. **Cement and Concrete Research**, USA, v. 24, n. 6, p. 1033-1043, 1994.

WENG, L., SAGOE-CRENTSIL, K. Dissolution processes, hydrolysis and condensation reactions during geopolymer synthesis: Part I — low Si/Al ratio systems, **Journal of MaterialScience**, v. 42, p. 2997 – 3006, 2007.

YOUSEFI, Z.; VEFAAKPINAR, M. An Experimental Study on Separately Ground and together Grinding Portland Slag Cements Strength Properties. **Research Journal of Recent Sciences**. [S.l.], v. 1(4), p. 27-40, abr. 2012.

APÊNDICE A: DIFRATOGRAMA DA ESCÓRIA GRANULADA DE ALTO FORNO

