

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS

PATRÍCIA KRÜGER

EFEITO DE DIFERENTES TEORES DE RESÍDUO DE GESSO SOBRE O ATAQUE
INTERNO POR SULFATO EM ARGAMASSAS INCORPORANDO AGREGADOS
RECICLADOS DE CONCRETO (ARC) OU MISTO (ARM)

PONTA GROSSA
2021

PATRÍCIA KRÜGER

EFEITO DE DIFERENTES TEORES DE RESÍDUO DE GESSO SOBRE O ATAQUE
INTERNO POR SULFATO EM ARGAMASSAS INCORPORANDO AGREGADOS
RECICLADOS DE CONCRETO (ARC) OU MISTO (ARM)

Tese apresentada como requisito principal
para obtenção de título de Doutor em
Engenharia e Ciências dos Materiais, área
de concentração em Desenvolvimento e
Caracterização dos Materiais do
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia e Ciência de Materiais da
Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Adriana Scoton
Antonio Chinelatto
Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Pereira

PONTA GROSSA
2021

K94 Krüger, Patrícia

Efeito de diferentes teores de resíduo de gesso sobre o ataque interno por sulfato em argamassas incorporando agregados reciclados de concreto (ARC) ou misto (ARM) / Patrícia Krüger. Ponta Grossa, 2021.
208 f.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientadora: Profa. Dra. Adriana Scoton Antonio Chinelatto.
Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Pereira.

1. Ataque interno por sulfatos. 2. Formação de etringita secundária. 3. Agregado de RCD. 4. Granulometria e tipologia de agregado. 5. Resíduo de gesso. I. Chinelatto, Adriana Scoton Antonio. II. Pereira, Eduardo. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 620.11

PATRÍCIA KRÜGER

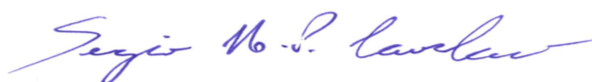
EFEITO DE DIFERENTES TEORES DE RESÍDUO DE GESSO SOBRE O ATAQUE
INTERNO POR SULFATO EM ARGAMASSAS INCORPORANDO AGREGADOS
RECICLADOS DE CONCRETO (ARC) OU MISTO (ARM)

Tese apresentada para obtenção de título de Doutor em Engenharia e Ciência de
Materiais na Universidade Estadual de Ponta Grossa, área de concentração:
Desenvolvimento e Caracterização dos Materiais.

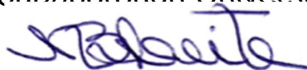
Ponta Grossa, 14 de julho de 2021.



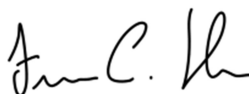
Profa. Dra. Adriana Scoton Antonio Chinelatto
Doutora em Ciência e Engenharia dos Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



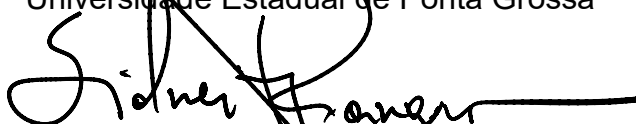
Prof. Dr. Sergio Henrique Piarissini Cavalaro
Doutor em Engenharia da Construção
Loughborough University



Profa. Dra. Mônica Batista Leite
Doutora em Engenharia Civil
Universidade Estadual de Feira de Santana



Prof. Dr. Francisco Carlos Serbena
Doutor em Ciência e Engenharia dos Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Sidnei Antonio Pianaro
Doutor em Química
Universidade Estadual de Ponta Grossa

PONTA GROSSA
2021

Dedico a meus pais, Moacyr e Lu Serenita pelo apoio e oportunidades que permitiram traçar o caminho até este momento e aos meus filhos Luiz Guilherme e Breno, pelo amor, paciência e companheirismo ao longo de todo o processo de construção deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Um agradecimento especial à professora Dr^a. Adriana Scoton Antonio Chinelatto, pela orientação, apoio e dedicação, sempre disposta a compartilhar seu conhecimento técnico científico.

Especial também é meu agradecimento ao professor Dr. Eduardo Pereira, pela orientação e comprometimento, ações fundamentais para a realização desta pesquisa. Mas acima de tudo, pela amizade que se fortaleceu ainda mais, ao longo desta experiência.

Ao professor Dr. Sérgio H. P. Cavalaro, por suas contribuições na qualificação que foram de grande valia para nortear as decisões que se seguiram.

Agradeço aos professores do Departamento de Engenharia Civil – UEPG pelo apoio, em especial aos companheiros de laboratório, os professores: Elias Pereira, Fernanda Brekailo e Rafael Jansen Mikami. Um agradecimento em especial ao último, que tantas vezes esteve presente para me ouvir. Agradecimento ao laboratorista Paulo Ubirajara dos Santos, sempre disposto a auxiliar no que fosse necessário para realização dos ensaios.

Aos acadêmicos de graduação do curso de Engenharia Civil, pela compreensão e apoio. Aos alunos de iniciação científica, extensão, monitoria e estágio quero agradecer pelo auxílio na fase experimental, em especial: Jean L. Nedopetalski, Emilin R. G. Dobrovolski, Helena R. Bara, Rafaela B. da Silva. Aos colegas da pós-graduação, especialmente à Janaína S. Borcezi, Simone R. F. Sabino, Marcelo M. Farias, Jadiel M. de Almeida, onde a parceria se estendeu além das paredes de uma sala de aula.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG, em especial ao C-LABMU-UEPG e Prefeitura do Campus-PRECAM. Aos professores e técnicos do programa de pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais pelo apoio, em especial aos professores Dr. Adilson Luiz Chinelatto e Dr. Sidnei Antônio Pianaro. Ao apoio oferecido pelo SENAI e pela empresa MC-Bauchemie.

Aos amigos e familiares pelo apoio e compreensão ao longo de toda a fase deste trabalho.

Eu sozinho não posso mudar o mundo, mas posso lançar uma pedra na água para criar muitas ondulações.

(Madre Teresa de Calcutá)

RESUMO

É crescente a necessidade em descobrir alternativas mais sustentáveis de produzir e utilizar materiais de construção que reduzam impactos ambientais. Estes impactos podem estar relacionados à extração de recursos naturais ou a deposição de resíduos em locais inadequados. O estudo sobre o uso de resíduo de construção e demolição (RCD) como agregado está em processo de consolidação, porém ainda há informações a serem exploradas sobre os efeitos destes resíduos na microestrutura de compósitos cimentícios. Nesse contexto, a presença de gesso como contaminante nestes agregados é um assunto de interesse, uma vez que o gesso pode ser um fator relevante no estudo de ataque interno por sulfatos e um fator limitante ao uso de agregados de RCD. O objetivo principal da presente pesquisa foi propor um modelo conceitual do comportamento das argamassas de cimento Portland quando produzidas com resíduo de construção e demolição (RCD) contaminado por diferentes teores de resíduo de gesso. Foram analisadas as propriedades das argamassas no estado fresco e endurecido, com diferente distribuição granulométrica, tipologia e teores de resíduo de gesso. Estudou a relação do agregado de RCD contaminado com diferentes teores de resíduo de gesso e o efeito do ataque interno por sulfato. A interação entre a formação de cristais de etringita secundária, formação do dano e a distribuição porosa do sistema foi avaliada. O estudo demonstrou que argamassas produzidas com agregados de RCD apresentam potencial para formação de etringita secundária, independentemente do teor adicionado de contaminante. Também demonstrou que a formação do dano depende da distribuição porosa do sistema e do local de formação dos cristais de etringita, indicando uma possível flexibilidade em relação aos limites estipulados por norma.

Palavras Chaves: Ataque interno por sulfatos; formação de etringita secundária; granulometria e tipologia de agregado de RCD, resíduo de gesso.

ABSTRACT

There is a growing need to find more sustainable alternatives to produce and use building materials that reduce environmental impacts. These impacts may be related to the extraction of natural resources or the disposal of waste in inappropriate places. The study on the use of construction and demolition waste (CDW) as aggregate is in the process of consolidation however, there is still information to be explored about the effects of these waste on the microstructure of cement composites. In this context, the presence of gypsum as a contaminant in these aggregates is a matter of interest, since gypsum can be a relevant factor in the study of internal sulfate attack and a limiting factor to the use of CDW aggregates. The main objective of this research was to propose a conceptual model of the behavior of Portland cement mortars when produced with CDW contaminated by different levels of gypsum waste. The properties of the mortars in the fresh and hardened state, with different particle size distribution, typology and gypsum waste contents were analyzed. Studied the relationship between CDW aggregate contaminated with different gypsum waste contents and the effect of internal sulfate attack. The interaction between secondary ettringite crystal formation, damage formation and the porous distribution of the system was evaluated. The study demonstrated that mortars produced with CDW aggregates have the potential to form secondary ettringite, regardless of the added content of contaminant. It also demonstrated that the formation of damage depends on the porous distribution of the system and the location of formation of the ettringite crystals, indicating a possible flexibility in relation to the limits stipulated by the standard.

Keywords: Internal sulfate attack; secondary ettringite formation; WCD aggregate particle size and typology; gypsum waste.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Distribuição heterogênea de fases sólidas, poros e microfissuras	40
Figura 2 – Transformações originadas pela mistura de matérias-primas até a obtenção do clínquer	41
Figura 3 - Micrografia óptica do clínquer sobre luz refletida	41
Figura 4 - Diagrama de fases da formação do AFt e AFm	44
Figura 5 - Cinética de reação de dissolução das fases C ₃ A e etringita	46
Figura 6 – Cristais formados – produtos de hidratação do cimento (a) C-S-H; (b) Portlandita; (c) Etringita	48
Figura 7 – Fatores necessários para que ocorra o fenômeno de ataque interno por sulfatos	50
Figura 8 – Mecanismo de expansão em função da formação de cristais de etringita	57
Figura 9 - Etapas do planejamento experimental – preparação dos materiais	66
Figura 10 - Etapas do planejamento experimental – desenvolvimento do processo de análise	67
Figura 11 – Fluxograma de ensaios em agregados e argamassas	69
Figura 12 - Calorímetro semi-adiabático para medição da evolução de calor de hidratação	69
Figura 13 – Agregado Reciclado de Concreto (a) e Agregado Reciclado Misto (b) ..	77
Figura 14 – Britadores de martelo (a), de rolo (b) e de mandíbula (c)	77
Figura 15 – Curvas granulométricas definidas para a pesquisa	80
Figura 16 – Gráfico da porcentagem retida individual x abertura da peneira	81
Figura 17 – Expansão dos agregados – ensaio de RAA	86
Figura 18 – Curva granulométrica dos materiais finos constituintes das pastas e argamassas	87
Figura 19 – DRX do cimento Portland	89
Figura 20 – DRX do resíduo de concreto	90
Figura 21 – DRX do resíduo cerâmico	91
Figura 22 – DRX do gesso hidratado	92
Figura 23 – Densidade de massa no estado fresco das argamassas	94
Figura 24 – Calorimetria de argamassas de ARC e ARM em função da granulometria	95

Figura 25 – Micrografia do grão de ARC e cristais formados na partícula de argamassa aderida antiga	96
Figura 26 – Variação dimensional das argamassas até 28 dias	97
Figura 27 – Variação dimensional das argamassas após 28 dias.....	97
Figura 28 – Difratoograma das argamassas de ARC e ARM aos 7 e 28 dias, mostrando as intensidades de picos de difração de etringita secundária.....	99
Figura 29 – Variação dimensional de barras de argamassa em função da situação de cura	101
Figura 30 – Intensidade de picos de difração de etringita secundária para argamassas de ARC e ARM aos 28, 180 dias	103
Figura 31 – Imagem da seção do corpo de prova produzido com ARC (a) e ARM (b) e a camada onde ocorreu o processo de carbonatação	104
Figura 32 – Resistência mecânica das argamassas	105
Figura 33 – Resistência mecânica das argamassas – separadas por granulometria	106
Figura 34 – Cristais de etringita secundária formados no interior da matriz.....	107
Figura 35 – Cristais de etringita secundária formados na parede dos poros	108
Figura 36 – Cristais de etringita secundária enraizados na pasta, gerando fissuras.....	108
Figura 37 – Absorção das argamassas.....	109
Figura 38 - Absorção das argamassas – separadas por granulometria	110
Figura 39 - Micrografia de poro com etringita secundária apresentando flambagem.....	115
Figura 40 - Micrografia do poro colmatado por cristais de etringita secundária	116
Figura 41 – Calorimetria das argamassas em função da granulometria e teor de SO ₃	119
Figura 42 – Variação dimensional das argamassas até a idade de 28 dias.....	121
Figura 43 – Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias	121
Figura 44 – Micrografia da argamassa aos 28 dias – ARC-DZO-3%	122
Figura 45 – Intensidade de pico de difração de etringita para argamassa ARC aos 7 e 28 dias	123
Figura 46 – Picos de difração de etringita e gipsita para o tratamento AZUS-ARC-3% aos 7 e 28 dias	124

Figura 47 - Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias (DZO)	125
Figura 48 – Micrografias do tratamento DZO-ARC-3% aos 180 dias.....	126
Figura 49 – Intensidade de pico de difração de etringita para tratamentos com a curva DZO	126
Figura 50 - Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias (DZUS)	127
Figura 51 – Intensidade de pico de difração de etringita para tratamentos na DZUS-ARC aos 180 dias	128
Figura 52 – Micrografias do tratamento DZUS-ARC-0% aos 180 dias (a) e detalhe dos cristais de etringita secundária (b)	128
Figura 53 - Micrografias do tratamento DZUS-ARC-3% aos 180 dias	129
Figura 54 - Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias (AZUS)	130
Figura 55 – Micrografias da argamassa referente ao tratamento AZUS-ARC-1% aos 180 dias	131
Figura 56 – Intensidade de picos de difração de etringita para os tratamentos ARC-AZUS aos 28 e 180 dias	132
Figura 57 – Micrografias do tratamento ARC-AZUS-3% aos 180 dias.....	132
Figura 58 – Resistência mecânica das argamassas em função do teor de SO_3	133
Figura 59 – Absorção por imersão das argamassas em função do teor de SO_3	134
Figura 60 - Micrografias de argamassa com teor de 3% de SO_3 apresentando	136
Figura 61 – Cristais de etringita secundária no interior de poros com teor de até 1% de SO_3 : no formato de aglomerado denso (a); no formato de agulhas finas e alongadas (b)	137
Figura 62 - Cristais de etringita secundária formados ao redor de cristais de portlandita nas idades de 7 e 28 dias – argamassa com teor de 0% de SO_3	138
Figura 63 – Poros de argamassa totalmente preenchidos por cristais de etringita secundária – argamassa aos 28 dias com 1% de SO_3	139
Figura 64 – Micrografia de argamassa com teor de 1% de SO_3 aos 28 dias	140
Figura 65 - Corpo de prova e a camada onde ocorreu o processo de carbonatação – tratamento com ARC aos 180 dias com 1% e 3% de SO_3	142

Figura 66 - Formação de cristais nas microfissuras no interior da pasta de cimento (tratamento com 3% de SO ₃ aos 180 dias).....	143
Figura 67 - Micrografia de argamassas produzidas com teor de 3% de SO ₃ aos 180 dias: no interior dos poros (a) e na pasta (b).....	144
Figura 68 – Diferentes conformações dos cristais de etringita secundária	146
Figura 69 – Poro totalmente preenchido por cristais de etringita secundária, formando um invólucro (a) e poro do invólucro sendo preenchido por cristais de etringita secundária (b).....	147
Figura 70 – Regiões com aspecto denso em argamassas com teor de 3% de SO ₃ a partir de 540 dias	148
Figura 71 – EDS da fase observada na argamassa com formato massivo	149
Figura 72 – DRX do tratamento com ARC-3% SO ₃ aos 540 dias de idade identificando a fase gismondina	149
Figura 73 – Calorimetria das argamassas em função da granulometria e teor de SO ₃	153
Figura 74 – Variação dimensional das argamassas até a idade de 28 dias.....	155
Figura 75 – Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias	155
Figura 76– Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias para os tratamentos com 0% e 1% de SO ₃	156
Figura 77 – Micrografias das argamassas produzidas com ARM-DZO-1% de SO ₃	157
Figura 78 - Micrografias das argamassas produzidas com ARM-DZUS-1% de SO ₃	157
Figura 79 - Micrografias das argamassas produzidas com ARM-AZUS-1% de SO ₃	158
Figura 80 – Micrografia da argamassa aos 28 dias – ARM-3% aos 28 dias	160
Figura 81 – Intensidade de pico de etringita para argamassa ARM-3% aos 3 e 28 dias.....	161
Figura 82 – Barras de argamassa do tratamento ARM-DZO-3% de SO ₃	162
Figura 83 – Intensidade de pico de etringita para as argamassas com 0% de SO ₃ para as idades de 28 e 180 dias	163
Figura 84 – Micrografia da argamassa produzida com ARM-DZO-0% aos 180 dias.....	164
Figura 85 – Micrografia ampliada da região de fissura no interior do poro.....	165

Figura 86 - Intensidade de pico de difração da etringita para as argamassas com 1% de SO ₃ para as idades de 28 e 180 dias	165
Figura 87 – Micrografias de argamassas referentes ao tratamento ARM-DZO-1% aos 28 dias (a) e aos 180 dias (b)	166
Figura 88 – Micrografia de argamassas referentes aos tratamentos ARM-DZUS-1% e ARM-AZUS-1% aos 180 dias.....	167
Figura 89 – Variação da morfologia de aglomerados de etringita secundária.....	168
Figura 90 – Morfologias de etringita secundária visualizadas sobre a superfície da matriz.....	169
Figura 91 – Formação de estrutura reticulada no interior da argamassa	170
Figura 92 – Micrografia do gel SAP (polímero superabsorvente).....	171
Figura 93 – Intumescimento do hidrogel em função do pH	171
Figura 94 – Resistência mecânica das argamassas em função do teor de SO ₃	172
Figura 95 – Absorção por imersão das argamassas em função do teor de SO ₃	173
Figura 96 – Micrografias da formação de etringita secundária no interior dos poros	174
Figura 97 – Micrografia da formação de cristais de etringita secundária massiva nas paredes do poro.	175
Figura 98 - Etringita secundária sendo formada no interior das fissuras (a) e etringita secundária formada no interior da pasta de cimento (b).....	175
Figura 99 – Poros colmatados por cristais de etringita secundária formando um invólucro ao redor de cristais de portlandita	176
Figura 100 – Poros colmatados (1) e região densificada (2).....	177
Figura 101 – Região na matriz da argamassa com aparência mais densa.....	178
Figura 102 – Camada externa mais densa da região colmatada dentro do poro (a e b); nova camada densa sendo formada (c) região interna do poro mostrando etringita secundária massiva formada (d)	179
Figura 103 – Poros colmatados por etringita secundária do tipo massiva	180
Figura 104 – Formações densificadas no interior da matriz.....	181
Figura 105 – Micrografia das argamassas ARM-3% aos 3 e 7 dias de idade	182
Figura 106 – Micrografia apresentando a formação de pequenos cristais de etringita secundária acicular por toda a matriz(a) e micrografia mostrando a morfologia do cristal de etringita secundária	183

Figura 107 – Intensidade de picos de difração de etringita dos tratamentos ARM-3% entre as idades de 3 a 180 dias	183
Figura 108 – Cristais de etringita secundária sendo formados na matriz cimentícia	184
Figura 109 – Cristais de etringita secundária tipo aglomerado (a); cristal acicular formado no interior do poro (b); falha na camada de argamassa (c), fissuras com cristais de etringita secundária (d)	185
Figura 110 – Formação de cristais de etringita secundária em fissuras.....	186
Figura 111 – Micrografia de poros de argamassa totalmente colmatados e fissurados	187
Figura 112 – Corpos de prova do tratamento ARM-DZO-3% de SO_3	187
Figura 113 – Micrografias do tratamento ARM-DZO-3% aos 360 dias	188

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Teor de absorção (em porcentagem) de agregado de RCD em pesquisas anteriores	29
Quadro 2 – Teores de material pulverulento de agregados de RCD em pesquisas anteriores.	30
Quadro 3 – Teores de sulfatos e/ou gesso em pesquisas anteriores.....	31
Quadro 4 – Teores de sulfato segundo normas nacionais e internacionais	31
Quadro 5 - Influência do agregado de RCD na trabalhabilidade em argamassas e concretos.....	32
Quadro 6 - Influência do agregado de RCD na densidade de argamassas e concretos.....	33
Quadro 7 - Influência do agregado de RCD na resistência à compressão de argamassas e concretos	35
Quadro 8 - Influência do agregado de RCD na resistência à tração de argamassas e concretos.....	36
Quadro 9 - Influência do agregado de RCD na porosidade de argamassas e concretos.....	37
Quadro 10 - Influência do agregado de RCD na retração de argamassas e concretos.....	38
Quadro 11– Tratamentos propostos na pesquisa em função das variáveis independentes.....	65
Quadro 12– Levantamento de pesquisas com RCD - classificação quanto à zona granulométrica.	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Porcentagem correspondente do composto em relação a gipsita	73
Tabela 2 – Valores de teor de SO_3 e o teor correspondente de gesso	73
Tabela 3 – Teor de aditivo superplastificante (%)	74
Tabela 4 – Rendimento e teor de ar para as argamassas com ARC (NBR 9833:2008)	74
Tabela 5 - Rendimento e teor de ar para as argamassas com ARM (NBR 9833:2008)	75
Tabela 6 – Consumo de materiais - argamassas produzidas com ARC, em kg/m^3 ..	75
Tabela 7 - Consumo de materiais - argamassas produzidas com ARM, em kg/m^3 ...	75
Tabela 8 – Porcentagem retida acumulada em cada peneira	80
Tabela 9 – Granulometria dos agregados	82
Tabela 10 – Propriedades físicas dos agregados reciclados de concreto.....	83
Tabela 11 - Propriedades físicas dos agregados reciclados misto.....	83
Tabela 12 – Teor de argamassa aderida (TAA) em cada fração granulométrica	85
Tabela 13 – Teor de argamassa aderida em função da curva granulométrica.....	85
Tabela 14 – Caracterização física dos materiais finos (menor que $75 \mu\text{m}$).....	88
Tabela 15 – FRX do Cimento Portland (teor em %).....	88
Tabela 16 – FRX do resíduo de concreto (teor em %).....	89
Tabela 17 – FRX do resíduo cerâmico (teor em %)	90
Tabela 18 - FRX do resíduo de gesso (teor em %)	91
Tabela 19 – Potencial de sulfato e aluminato presente nos materiais que compõem as argamassas	93
Tabela 20 – Densidade de massa no estado fresco das argamassas em função do teor de SO_3	118
Tabela 21 – Densidade de massa no estado fresco das argamassas em função do teor de SO_3	152
Tabela 22 – Teor de pasta aderida em cada fração granulométrica do ARC.....	207
Tabela 23 – Teor de argamassa aderida total em cada fração granulométrica.....	208
Tabela 24 – Teor de argamassa aderida para cada curva granulométrica	208
Tabela 25 – Dados obtidos pela repetição da metodologia para validação – Teor de argamassa aderida total (%).....	208

LISTA DE ABREVIATURAS

ABNT - Associação brasileira de normas técnicas

ABRECON - Associação Brasileira para Reciclagem de Resíduos da Construção Civil e Demolição

ARC – Agregado de resíduo de concreto

ARM – Agregado de resíduo misto

CLABMU – Complexo de Laboratórios Multiusuário

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

CPPII-E-32 - Cimento Portland tipo II com escória e Resistência Característica de 32

CPPII-F-32 - Cimento Portland tipo II com fíler e Resistência Característica de 32

CPPII Z-32 - Cimento Portland tipo II com pozolana e Resistência Característica de 32

DRX - Difração de raios X

EDS - Espectroscopia de energia dispersiva

MEV – Microscopia eletrônica de varredura (*scanning electron microscope*)

FRX - Fluorescência de raios X

ISA - Ataque por sulfatos de origem interna

ICDD - *International Centre for Diffraction Data*

NBR – Norma Brasileira aprovada pela Associação brasileira de normas técnicas

NM - Norma Mercosul

RCD – Resíduo de construção e demolição

SE - Elétrons secundários (*secondary electrons*)

UR – Umidade relativa

WDS –Espectroscopia por comprimento de onda

ZT – Zona de transição

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
1.1 OBJETIVOS	22
1.1.1 Objetivo geral	22
1.1.2 Objetivos específicos	23
1.2 JUSTIFICATIVA E CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA	23
1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO	26
2 REVISÃO DA LITERATURA	27
2.1 AGREGADO DE RESÍDUO DE CONSTRUÇÃO E DEMOLIÇÃO (RCD)	27
2.1.1 Propriedades específicas dos agregados de RCD	27
2.1.2 Influência do agregado de RCD nas propriedades de argamassas e concretos	32
2.2 QUÍMICA DO CIMENTO E MICROESTRUTURA DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS	39
2.2.1 Produção do cimento e suas fases formadas	40
2.2.2 Influência do Sulfato de Cálcio adicionado ao clínquer	42
2.2.3 Microestrutura da pasta de cimento hidratada	47
2.3 ATAQUE INTERNO POR SULFATO	49
2.4 PRESSÃO DE CRISTALIZAÇÃO	53
2.5 ATAQUE INTERNO POR SULFATO EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM AGREGADOS DE RCD	57
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	64
3.1 VARIÁVEIS DE ESTUDO	64
3.1.1 Variáveis independentes	64
3.1.2 Variáveis dependentes	66
3.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	66
3.3 DEFINIÇÃO DO TRAÇO DA ARGAMASSA	71
3.3.1 Processo de produção das argamassas	71
3.3.2 Água de pré-umedecimento	71
3.3.3 Material pulverulento	72
3.3.4 Teor de gesso adicionado como contaminante	72
3.3.5 Aditivo Superplastificante de Policarboxilato	74
3.3.6 Teor de ar aprisionado	74
3.3.7 Consumo de material por metro cúbico de argamassa	75
4 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	76

4.1 OBTENÇÃO E PREPARAÇÃO DOS MATERIAIS.....	76
4.1.1 Cimento	76
4.1.2 Aditivo	76
4.1.3 Agregado	76
4.1.4 Gesso reciclado	82
4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS MATERIAIS	83
4.2.1 Caracterização física dos materiais finos (<75 µm)	86
4.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURAL DOS MATERIAIS....	88
4.3.1 Cimento Portland CP II – 32 F	88
4.3.2 Resíduo de concreto.....	89
4.3.3 Resíduo de cerâmica	90
4.3.4 Resíduo de gesso	91
5 ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS ARGAMASSAS BASEADO NA GRANULOMETRIA E TIPOLOGIA DO AGREGADO	94
5.1 CONSIDERAÇÕES PARCIAIS SOBRE O CAPÍTULO.....	111
5.1.1 Primeira hipótese	111
5.1.2 Segunda hipótese	113
5.1.3 Terceira hipótese	114
5.2 CONCLUSÃO SOBRE O CAPÍTULO	116
6 INFLUÊNCIA DO SULFATO DE CÁLCIO NA CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM AGREGADOS DE RESÍDUO DE CONCRETO (ARC) E O DESENVOLVIMENTO DAS REAÇÕES	118
6.1.1 Primeira hipótese	134
6.1.2 Segunda hipótese	139
6.1.3 Terceira hipótese	141
6.1.4 Quarta hipótese	145
6.2 CONCLUSÃO SOBRE O CAPÍTULO	150
7 INFLUÊNCIA DO SULFATO DE CÁLCIO NA CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM AGREGADOS DE RESÍDUO DE MISTO (ARM) E O DESENVOLVIMENTO DAS REAÇÕES	151
7.1.1 Primeira hipótese	174
7.1.2 Segunda hipótese	176
7.1.3 Terceira hipótese	182
7.2 CONCLUSÃO SOBRE O CAPÍTULO	188
8 CONCLUSÕES	190

8.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	191
REFERÊNCIAS	193
APÊNDICE A - ADAPTAÇÃO DO MÉTODO DE ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ARGAMASSA ADERIDA PARA AGREGADOS MIÚDOS	207

1 INTRODUÇÃO

O crescimento populacional e da quantidade de bens e serviços de um país está intrinsecamente ligado ao consumo de recursos minerais para uso direto na construção civil. A indústria de agregados minerais gera insumos para a infraestrutura urbana, industrial e malha viária nacional.

As políticas públicas que promovem a melhoria das condições de vida tendem a induzir a construção de equipamentos urbanos, investimento em saúde pública, infraestrutura de saneamento básico e transporte, bem como incentiva os setores de energia, segurança pública, educação e habitação. Todos estes setores necessitam de edificações ou obras de construção para ampliação ou melhoramentos das estruturas para atendimento das demandas crescentes (IPEA, 2010).

Para melhor economicidade dos materiais de construção, o local de beneficiamento deve estar próximo ao local de consumo, ou seja, próximo às áreas urbanas, para manter o baixo valor unitário. Jazidas localizadas fora de um raio de 100 km do mercado consumidor não são viáveis economicamente (BRASIL, 2009). Além disto, a existência de jazidas viáveis para exploração é cada vez mais escassa. Há um conflito entre esta necessidade de proximidade e disponibilidade e os impactos ambientais gerados por esta atividade, tais como poluição sonora e do ar (TORRES, 2019).

Entre os produtos que podem vir a substituir os agregados minerais estão os resíduos de construção e demolição, argilas expandidas, rejeitos de produtos siderúrgicos, resíduos da indústria de plásticos, resíduos de pneus e areia de britagem (LUZ; ALMEIDA, 2012).

Os resíduos de construção e demolição (RCD), dependendo do processo de beneficiamento a que são submetidos, podem gerar agregados para a construção de qualidade comparável aos agregados naturais (ANDERSON; SMITH; AU, 2016; AWOYERA *et al.*, 2016; CUENCA-MOYANO *et al.*, 2014; GONZALEZ-COROMIDAS; ETXEBERRIA, 2014; KOU; POON, 2015; KUMAR; ANANTHAN; BALAJI, 2017; MEDINA *et al.*, 2014; PACHECO-TORGAL; JALALI, 2010; SALESA *et al.*, 2017; SILVA; BRITO; DHIR, 2015). Quando comparados aos agregados naturais, os agregados reciclados apresentam um menor custo de energia e

transporte pela possibilidade de serem produzidos nos locais de consumo (FRASSON; PASCHOALIN FILHO; FARIA, 2016).

Apesar de sua viabilidade para o uso em obras de construção, dependendo do processo construtivo definido, poderá ocorrer a contaminação deste agregado reciclado por materiais, definidos pela NBR 15116 (ABNT, 2021), como contaminantes. Os teores definidos pela legislação para estes contaminantes são bastante restritivos, não representando a realidade do que acontece com os resíduos gerados. Um dos contaminantes que podem ser observados nos agregados reciclados é o gesso de construção, utilizado ao longo do processo construtivo como revestimento de paredes e tetos (TENÓRIO *et al.*, 2017).

Quando o RCD está contaminado com resíduo de gesso surgem algumas preocupações quanto ao alto nível de sulfato e os riscos potenciais para a saúde humana e meio ambiente (KIJJANAPANICH *et al.*, 2013). O contato deste resíduo com o lixiviado aumenta a umidade, permitindo aos microrganismos em condições anaeróbicas transformar os sulfatos em sulfetos (H_2S) apresentando possíveis problemas com odor, corrosão de tubos, contaminação de gás de aterro ou águas subterrâneas (COLMAN *et al.*, 2020; KIJJANAPANICH *et al.*, 2013).

Quando utilizado agregado contaminado com sulfato, uma quantidade de íons SO_4^{-2} fica disponível como parte constituinte da pasta de cimento. Quando ocorre a interação entre os íons sulfatos disponível e a pasta de cimento hidratada podem-se observar reações que podem estar associadas a ataque interno por sulfato. Segundo Collepardi (2003), pode ocorrer uma reação entre sulfato de aluminato de cálcio com hidróxido de cálcio e gipsita para a formação de etringita uniformemente distribuída com expansão homogênea em poucos dias. No estudo de Ayora *et al.* (1998) se observou que em um sistema com pH de 10,7 a etringita pode se dissolver e formar gipsita. Em idades mais avançadas pode ainda se observar a formação de etringita da interação do monossulfoaluminato (fonte de Al^{3+}) com a gipsita e também com hidróxido de cálcio e gás carbônico, sendo que neste caso também pode ocorrer a carbonatação com a formação de monocarbonatos (KUZEL, 1996).

Os agregados de RCD possuem a particularidade de ter em sua constituição parcelas de argamassa aderida e partículas cerâmicas. A argamassa aderida pode contribuir com pontos extras de nucleação pela presença de material cimentício e pela possível retomada da hidratação de alguma parcela cimentícia anidra

(ANDRADE, 2008). Segundo Vieira *et al.* (2016), pode ocorrer o aumento das fases sólidas formadas (C-S-H, etringita, monossulfatos e outras fases AFm). Segundo Ferreira *et al.* (2019), o alumínio pode ainda estar associado aos sulfoaluminatos de cálcio presentes em compostos cimentícios hidratados presentes na argamassa aderida ao grão do agregado de RCD.

Sabe-se que o teor de SO_3 definido pelas normas nacionais e internacionais se restringe ao máximo de 1% em relação à massa de agregado reciclado (ABNT, 2021). Porém como é possível observar em trabalhos anteriores (AGUIAR, 2004; BERNHOEFT, 2010; CAPRARO, 2016; GESOGLU *et al.*, 2016), este teor pode atingir valores maiores de até 6% de sulfato em relação a massa de agregado (GESOGLU *et al.*, 2016).

Dentro deste cenário percebe-se a necessidade de maior estudo sobre o potencial uso de RCD contaminados com gesso e a valorização deste resíduo como material de construção. Segundo Laadila *et al.* (2021) esta valorização pode ocorrer por métodos de pré-tratamento com base na separação do tamanho de partícula e aplicação subsequente de uma abordagem de descontaminação física, química ou biológica nos resíduos de gesso para obter uma melhora significativa de sua qualidade em comparação com o gesso natural. Porém Colman *et al.* (2020) aposta no estudo mais aprofundado no desenvolvimento do ataque por sulfatos através de testes de variação dimensional e na revisão dos limites de sulfatos definidos como restritivo.

A presente pesquisa apoia a visão de Colmman *et al.* (2020) e propõe um modelo conceitual do comportamento das argamassas produzidas com RCD contaminadas com gesso de forma a auxiliar na tomada de decisão de quando é viável a utilização deste tipo de material na fabricação de artefatos de concreto não estrutural. Permitindo com isso aumentar o nível de valorização deste produto sem que ocorra prejuízo à qualidade da saúde humana ou qualidade do produto gerado.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

O objetivo principal desta pesquisa é propor um modelo conceitual do comportamento de argamassas de cimento Portland quando produzidas com

resíduo de construção e demolição contaminado por diferentes teores de resíduo de gesso.

1.1.2 Objetivos específicos

Foram definidos os seguintes objetivos específicos:

- a) Analisar a influência da granulometria e composição do agregado reciclado, quando contaminados com gesso, nas propriedades no estado fresco (densidade de massa e calor de hidratação) e estado endurecido (resistência à compressão e tração, absorção por imersão e por capilaridade e variação dimensional) das argamassas.
- b) Estudar a influência do gesso, em função da faixa definida de adição (teores de 0% 1% e 3% de SO_3), no desempenho das argamassas, para melhor compreender a interação destes teores com os compostos do cimento.
- c) Investigar as alterações químicas, físicas e microestruturais em argamassas, em função da granulometria e tipologia do agregado de resíduo de construção e demolição contaminado com gesso e identificar onde e como os cristais de etringita secundária estão sendo formados como resultado destas interações.
- d) Avaliar a interação entre a formação dos cristais de etringita secundária, a formação do dano e a distribuição porosa do sistema.

1.2 JUSTIFICATIVA E CONTRIBUIÇÃO CIENTÍFICA

A durabilidade de argamassas e concretos está intrinsecamente ligada aos seus materiais constituintes e sua formulação. A necessidade e demanda de agregados alternativos mais sustentáveis para serem usados como material de construção vem aumentando e da mesma forma deve-se intensificar o controle tecnológico destes materiais.

Segundo Medeiros, Andrade e Helene (2011), para evitar o envelhecimento precoce da estrutura e atender às exigências de durabilidade alguns critérios devem ser observados, entre eles a garantia da qualidade apropriada do concreto e controle de fissuração das peças estruturais. Entre os mecanismos preponderantes de

deterioração relativos ao concreto, a NBR 6118 (ABNT, 2014a) e NBR 12655 (ABNT, 2015a) citam a expansão causada por sulfatos.

Nesta pesquisa foi utilizado agregado reciclado contaminado com teores de sulfato de cálcio dihidratado, ou seja, gesso reciclado, reproduzindo assim um cenário existente dentro do canteiro de obra, quando do gerenciamento de resíduos de construção. Este cenário está se tornando cada vez mais usual, pois a interação entre as etapas do processo construtivo e a composição de materiais de construção destas etapas, faz com que seja cada vez mais comum encontrar dentre os resíduos, agregados de construção contaminados com parcelas de gesso.

As normas nacionais e internacionais que dispõem sobre o controle tecnológico de agregados naturais e reciclado, mantêm padrões rigorosos com referência ao teor de material contaminante, que não condizem com a realidade dentro do canteiro de obras. Quando se referem ao teor de SO_3 permitido como material contaminante do agregado estes valores variam entre 0,15% e 1% em relação à massa de agregado (ABNT, 2021; ABNT, 2019a).

Trabalhos anteriores sobre o tema identificaram que um maior teor de sulfato (QUENNOZ; SCRIVENER, 2012; TAYLOR, 1998) e a forma do sulfato de cálcio (CaSO_4) adicionado (hemidrato ou dihidrato) no momento da mistura (POURCHET *et al.*, 2009), seja na primeira fase de hidratação ou na segunda, interferem na quantidade e tipologia dos cristais formados da reação com a fase C_3A disponível. Porém não está ainda consolidada qual a interferência que a granulometria e a tipologia do agregado reciclado somado às suas particularidades, têm sobre esta quantidade, tipologia e local de formação dos cristais e suas consequências nas propriedades das matrizes cimentícias.

A lacuna de conhecimento sobre o tema indica a necessidade de entendimento quanto à influência que o agregado reciclado de concreto e/ou misto contaminado com gesso terá sobre as propriedades físicas, químicas ou microestruturais de materiais cimentícios. Já é consenso que as características físicas e químicas do agregado interferem nas propriedades dos materiais compósitos (KATZ; KULISCH, 2017; LEITE, 2001; MEHTA; MONTEIRO, 2014), porém o quanto que o teor de gesso adicionado pode ser um agravante em função destas características ainda não está bem delimitado.

Alguns autores estudaram os efeitos do uso de agregado de RCD contaminado com gesso como material de base de pavimentos (AGRELA *et al.*,

2014; BARBUDO *et al.*, 2012; VEGAS *et al.*, 2011). Outros utilizam o gesso na fabricação de argamassas, mas em substituição a quantidade de aglomerante (BARDELLA, 2011; CAMARINI; PINHEIRO, 2014; FERREIRA *et al.*, 2015). Pesquisas que abordem especificamente o uso de agregado de RCD contaminado com gesso são escassas.

Aguiar (2004) estudou os efeitos do uso de agregados reciclados contaminados por baixos teores de gesso de construção, em argamassas de assentamento de alvenarias. Tovar-Rodrigues *et al.* (2013) avaliaram a expansividade de argamassas com agregados reciclados miúdos, variando o tipo de cimento Portland, a consistência e o equivalente do teor de sulfatos solúveis em ácido (SO_3). No estudo de Gallias (1998) foram analisados as resistências mecânicas, as medidas de expansão e os controles dos concretos preparados com agregados reciclados contaminados por gesso.

A presente pesquisa se insere neste contexto, aprofundando o conhecimento através de análise da matriz cimentícia na presença deste contaminante, em relação à quantidade, tipologia e local de formação dos cristais de etringita secundária. Os estudos indicam que a etringita secundária (formada através da reação do sulfato livre) pode ser a grande responsável pela expansão do material. Porém nem toda etringita formada causa expansão que gera tensões suficientes para vencer a tensão da matriz e provocar fissura. Este efeito depende da quantidade de etringita secundária formada, seu local de formação e sua tipologia. Também vai depender do ambiente de exposição dos corpos de prova e da cronologia, ou seja, da idade em que os dados estão sendo analisados.

Dependendo do local e do tamanho dos cristais formados pode ocorrer pressão de cristalização (crescimento do cristal) ou pressão de dilatação (adsorção de água pelo cristal). Se os cristais se formarem em espaços restritos de forma que a pressão de cristalização seja maior que a resistência à tração da matriz, podem gerar fissuras e interferir de forma negativa no desempenho das argamassas (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013). Caso os cristais formados se depositem em poros maiores, com espaço para crescimento, não causarão tensão e podem contribuir para a colmatação dos poros e melhora do desempenho das argamassas (PEREIRA, 2018).

A presente pesquisa estuda o potencial de formação de cristais de etringita secundária em função da utilização de agregados de RCD e o teor de contaminante

de resíduo de gesso. Analisando diferentes teores e os possíveis cenários onde a etringita secundária formada pode ser causa de danos devido ao efeito do ataque interno por sulfato. Analisa também a influência da granulometria e da tipologia do agregado de RCD os estágios de formação de cristais de etringita ao longo do tempo associado a estes cenários.

1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

O presente trabalho está dividido em oito capítulos, sendo o primeiro uma introdução à temática, apresentação de objetivos e justificativas. No segundo capítulo, é apresentada a revisão da literatura sobre os agregados de resíduos de construção e demolição, química do cimento e microestrutura de compósitos cimentícios e ataque interno por sulfato, produzindo-se um levantamento do estado da arte sobre o tema.

O terceiro capítulo apresenta o programa experimental utilizado na pesquisa, apresentando as variáveis de estudo, o planejamento experimental e os parâmetros para definição do traço da argamassa. O quarto capítulo inicia com a parte experimental relacionada à caracterização dos materiais utilizados na pesquisa. Apresenta a forma de obtenção e preparação dos materiais, suas características físicas, químicas e microestruturais.

O quinto capítulo apresenta a abordagem dada para a análise do comportamento das argamassas em função das características físicas dos agregados, principalmente a granulometria e a tipologia. O sexto e o sétimo capítulos apresentam a abordagem dada para o estudo do ataque por sulfato interno em argamassas produzidas com agregados de resíduo de construção contaminados com gesso. O sexto capítulo utiliza-se o agregado de resíduo de concreto (ARC) e o sétimo capítulo estuda o agregado de resíduo misto (ARM). O oitavo capítulo é destinado às principais conclusões extraídas da pesquisa realizada.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 AGREGADO DE RESÍDUO DE CONSTRUÇÃO E DEMOLIÇÃO (RCD)

2.1.1 Propriedades específicas dos agregados de RCD

Os agregados de RCD podem ter granulometria, forma, textura e composição mineralógica diferenciada em função de seu material de origem e devido ao processo de beneficiamento. Estas características são relevantes para o entendimento do comportamento destes agregados e sua influência na produção de argamassas e concretos. Entre as principais propriedades analisadas nos agregados de RCD e que interferem nas propriedades dos materiais compósitos produzidos pode-se elencar a absorção, massa específica, massa unitária, material pulverulento, forma e distribuição granulométrica (ALMEIDA SILVA; LUNA DE MELO, 2020; CAMPOS, 2017; LEITE, 2001; PETROUNIAS *et al.*, 2018).

Para o processamento do RCD utiliza-se o processo de britagem, sendo que o tipo de britador utilizado irá influenciar em suas características físicas. Estes processos de britagem influenciam também na quantidade de argamassa aderida dos agregados de RCD, camada esta que é responsável pela alta porosidade, alta absorção e menor massa específica do agregado (BUTTLER, 2003; SALESA *et al.*, 2017).

A heterogeneidade da composição mineralógica dos grãos de agregados de RCD e a distribuição aleatória nas faixas granulométrica não permitem uma análise genérica das características dos agregados e sua influência sobre as propriedades das argamassas e concretos, pois os fatores que podem influenciar diretamente são variáveis em quantidade e tipologia. Entre estes fatores é possível destacar a quantidade de argamassa aderida ao grão e partículas de cerâmica, que são materiais mais porosos e friáveis, que vão influenciar na trabalhabilidade em função da porosidade e superfície específica ou na resistência mecânica em função da menor densidade (AGRELA *et al.*, 2011; ALMEIDA SILVA; LUNA DE MELO, 2020; KATZ; KULISCH, 2017).

Quanto menor a granulometria do agregado reciclado de concreto maior a quantidade de argamassa aderida e maior será a absorção de água pelo grão (GÜNEYISI *et al.*, 2014; ISMAIL; RAMLI, 2013; JUAN; GUTIÉRREZ, 2009;

PADMINI; RAMAMURTHY; MATHEWS, 2009; ZHAO *et al.*, 2013). Segundo Juan e Gutiérrez (2004), as principais propriedades desfavoráveis afetadas pelo teor de argamassa no agregado são absorção, densidade, abrasão maior de sulfato e álcalis. Ferreira *et al.* (2019) associa a menor resistência à compressão devido à presença de argamassa mais antiga aderida aos grãos, constituindo uma zona de transição interfacial (ZTI) pré-existente, mais frágil.

Segundo Gonçalves, Esteves e Vieira (2004) a permeabilidade do agregado natural é menor que a da pasta de cimento, porém em argamassas e concretos esta permeabilidade aumenta devido às microfissuras existentes na zona de transição pasta/agregado. A porosidade do agregado afeta negativamente a resistência à compressão, resistência à abrasão, absorção e módulo de elasticidade dos concretos (CAMPOS, 2017; SANTOS; SILVA; BRITO, 2017).

Quanto à textura e forma dos grãos, o agregado de RCD possui forma mais irregular e textura mais rugosa que os agregados naturais (FERREIRA *et al.*, 2019; LEITE, 2001). A forma e a textura superficial das partículas dos agregados influenciam principalmente as propriedades do concreto no estado fresco. Comparadas às partículas lisas e arredondadas, as partículas de textura áspera, angulosas e alongadas necessitam de mais pasta de cimento para produzir misturas de concreto trabalháveis (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Os agregados de RCD possuem, de forma geral, características diferentes dos agregados naturais, tais como maior absorção de água e menor massa específica absoluta (CABRAL; SCHALCH; DAL MOLIN, 2010; CAMPOS, 2017; LEITE, 2001; LOVATO, 2007; RODRIGUEZ *et al.*, 2016; SALESA *et al.*, 2017). Segundo o estudo de Lye, Dhir e Ghataora (2016) a absorção de água encontrada foi entre 3,0 e 5,9%. Quanto maior o teor de material cerâmico no agregado de RCD menor é a densidade e maior a absorção de água (AGRELA *et al.*, 2011; LEVY, 2001), pois o agregado cerâmico apresenta maior porosidade do que o agregado proveniente de britagem de concreto que possui em sua constituição fragmentos de rocha (CABRAL *et al.*, 2008).

Segundo Liu *et al.* (2017), o agregado de resíduo misto (ARM), em função da parcela cerâmica constituinte a alta absorção normalmente obtida, apresenta uma capacidade de reserva de água que pode causar o efeito de cura interna, reduzindo a retração autógena e por consequência, reduzindo o aparecimento de fissuras. Além do procedimento de cura interna, pode ocorrer a macro-ancoragem

em decorrência da textura rugosa do agregado cerâmico e a micro-ancoragem devido à entrada dos produtos hidratados (SENISSE, 2015).

Alguns autores atribuíram o bom desempenho dos materiais compósitos produzidos com ARM ao potencial pozolânico deste material (BÖKE; AKKURT; ELIF, 2006; GESOGLU *et al.*, 2015; KATHIB, 2005; MATIAS; FARIA; TORRES, 2014; SCHACKOW *et al.*, 2015).

No Quadro 1 é apresentado um levantamento de trabalhos sobre absorção de agregados reciclados. É possível observar que em muitos casos, o agregado reciclado atinge 80% do seu potencial de absorção de água nos primeiros dez minutos de ensaio. Esta informação corrobora com o especificado NBR 15.116 (ABNT, 2021) que orienta a pré-molhagem de agregados reciclados antes de sua utilização na preparação de concretos. Esta mesma norma cita que a prática tem mostrado ser adequado o uso de valores em torno de 80% do teor de absorção.

Quadro 1 – Teor de absorção (em porcentagem) de agregado de RCD em pesquisas anteriores

AUTOR	ANO	TEMPO DE SATURAÇÃO	% DE ABSORÇÃO
CABRAL	2007	10 min	80%
ETXEBERRIA <i>et al.</i>	2007	24 horas	80%
AGRELA <i>et al.</i>	2011	10 min	80%
MALTA <i>et al.</i>	2014	10 min	40%
KATZ; KULISCH	2017	3 min	100%
FRANCISCO, SOUZA e TEIXEIRA	2019	24 horas	95%

Fonte: A autora, 2021

Agregados maiores tendem a formar uma zona de transição na interface mais fraca, contendo mais microfissuras (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Segundo Saiz-Martínez, Gonzalez-Cortina e Fernández-Martínez (2015), o desempenho mecânico dos agregados reciclados em termos de resistência à compressão é inferior quando comparado com o agregado natural e maior quando analisada a resistência à flexão.

Outra característica do agregado de resíduo de construção é o alto teor de material pulverulento (CARASEK *et al.*, 2018; FERREIRA *et al.* 2019; KRUGER *et al.*, 2020), classificado como o material passante na peneira de abertura de malha 75 µm. Essa característica é proveniente do processo de beneficiamento do RCD, que constitui em britagem de material de maior granulometria para a transformação em agregados com granulometria entre 0,15 mm e 50 mm, usualmente. A presença

excessiva de material pulverulento pode afetar a trabalhabilidade e provocar fissuração no concreto, aumentando o consumo de água por metro cúbico (BRAGA; BRITO; VEIGA, 2012; SILVA; BRITO; DHIR, 2016).

Segundo a norma para agregados britados NBR 7211 (ABNT, 2019a), este índice pode ser admitido no valor de 10 e 12% quando usados para confecção de concretos submetidos ou protegidos do desgaste superficial, respectivamente. Porém, a norma específica para agregado reciclado NBR 15116 (ABNT, 2021) admite valores maiores que os citados anteriormente, permitindo teores de 15 e 20% de material passante na peneira de 75 μm , para agregados miúdos de ARC e ARM, respectivamente. Os teores de material pulverulento relatados em trabalhos sobre o tema indicam o uso de agregados em teores que podem chegar a 30%, conforme exposto no Quadro 2.

Quadro 2 – Teores de material pulverulento de agregados de RCD em pesquisas anteriores.

AUTOR	ANO	COMPOSIÇÃO	MATERIAL PULVERULENTO (%)
SAIZ-MARTÍNEZ; GONZALEZ-CORTINA; FERNÁNDEZ-MARTÍNEZ	2015	Cerâmica; Concreto; Misto	4,53; 4,22; 3,91
MUÑOZ-RUIPEREZ et al.	2016	Concreto; Misto	4,71; 4,81
SAIZ-MARTÍNEZ et al.	2016	Cerâmico; Misto, Concreto	4,53; 4,13; 3,91
KATZ; KULISCH	2017	Misto	7,60; 18,20; 25,10
PAN et al.	2017	Concreto	14,20
CARASEK et al.	2018	Misto	6,58; 13,96; 17,6
FERREIRA et al.	2019	Misto	8,4; 22,6
KRUGER et al.	2020	Misto	0; 12; 20 30

Fonte: A autora, 2021

Através de trabalhos anteriores é possível ter um panorama do que vem sendo estudado sobre o tema da pesquisa e a quantidade de sulfato ou gesso encontrado em agregados reciclados (Quadro 3). De acordo com este levantamento verifica-se que os teores de contaminantes são maiores do que os permitidos por normas brasileiras (ABNT, 2019a).

Quadro 3 – Teores de sulfatos e/ou gesso em pesquisas anteriores.

AUTOR	ANO	TEOR DE SULFATO E/OU GESSO
BERNHOEFT	2010	Teores de 5 a 10% de gesso
BARBUDO et al.	2012	1 a 10% de gesso. Especial atenção para o teor de 4,4% gesso
TOVAR-RODRÍGUEZ et al.	2013	2,9% de SO ₃ em relação agregado e 4,3% em relação ao cimento
AGRELA et al.	2014	1 a 2,5% de gesso
GESOGLU et al.	2015	Teor de SO ₃ de 0,11%, 0,75%, 1,5%, 3% e 4,5%
CAPRARO	2016	0,5%; 1,0% e 5,0% de SO ₃
GESOGLU et al.	2016	Taxas de SO ₃ /cimento de 2,76%, 3,24%, 3,8%, 4,91%, 6,02%
ANTUNES et al.	2019	0%, 10%, 20% 30% de gesso em substituição ao agregado

Fonte: A autora, 2021

O Quadro 4 apresenta dados obtidos em normas nacionais e internacionais dos teores de sulfato admissíveis na constituição dos agregados de forma que possam ser usados como materiais de construção. Este panorama indica a necessidade de estudos sobre as faixas aceitáveis de sulfato no agregado, para que este se torne uma alternativa sustentável ao agregado natural.

Quadro 4 – Teores de sulfato segundo normas nacionais e internacionais

PAÍS	REFERÊNCIA	LIMITE DE SULFATO	
		VALOR	FORMA DE EXPRESSÃO
Brasil	ABNT NBR 7211 (2009)	0,2% da massa total da mistura	SO ₄
Brasil	ABNT NBR 15116 (2004)	1,0% em massa de agregado	SO ₄
França	AFNOR - NF 18540 (1997)	1% massa de agregado	SO ₃
França	AFNOR - NF 18541 (1994)	0,15% massa de agregado	SO ₄
França	RILEM - TC 121 DRG (1994)	1% massa de agregado	SO ₃
EUA	ACI 201.2R-01 (1991)	0,5% massa de agregado	SO ₃
EUA	ASTM C 1038 (2004)	Expansão inferior a 0,02% aos 14 dias	SO ₃
Inglaterra	BS 1047 (1983)	0,7% massa de agregados	SO ₃
Inglaterra	BS 8500-2 (2006)	1% agregado miúdo	SO ₃
Portugal	RBLH-dec. 404/71 (1971)	0,2% massa do cimento	sulfeto
Espanha	UNE EM 1744-1 (1999)	1% da amostra de concreto	SO ₃
Iraque	IQS 45 (1984)	0,5% e 1% em agregado miúdo e graúdo	SO ₃
Alemanha	DIN 4226-100 (2002)	600 MG/l	SO ₄
Japão	ASD - Especification 378 (2004)	1% massa de agregado	SO ₃
Holanda	NEN 5936 (1990)	1% massa de agregado	SO ₃
Itália	UNI 8520-2 (1999)	0,20%	SO ₃

Fonte: Adaptado de: AGUIAR (2004)

2.1.2 Influência do agregado de RCD nas propriedades de argamassas e concretos

Os agregados e suas propriedades específicas influenciam nas propriedades dos materiais compostos por eles, tais como argamassas e concretos. Da mesma forma ocorre com os agregados reciclados e muitos estudos estão sendo feitos no sentido de compreender melhor esta influência e suas variáveis. O agregado reciclado pode ser utilizado sob a forma de agregado miúdo ou graúdo, com composição de resíduo de concreto, cerâmico ou misto (concreto e cerâmico) e com a finalidade de uso como agregado em base e sub-base de pavimento e em argamassas e concretos. Estas formas de composição e granulometria interferem de forma diferenciada nas propriedades no estado fresco e estado endurecido dos materiais compósitos à base de cimento (CAMPOS, 2017; KATZ; KULISCH, 2017; KUSTER JUNIOR, 2018; MANZI; MAZZOTTI; BIGNOZZI, 2017; SALESA *et al.* 2017; SANTOS; SILVA; BRITO, 2017; SILVA *et al.*, 2016).

No estado fresco, as principais propriedades abordadas nos trabalhos científicos pesquisados foram a trabalhabilidade (muito relacionada ao abatimento) e a densidade da mistura. No Quadro 5 é possível observar o levantamento de dados feito a partir do ano de 2011 (últimos 10 anos) e todos os estudos indicam uma diminuição da trabalhabilidade das argamassas e concretos quando utilizado agregado reciclado.

Quadro 5 - Influência do agregado de RCD na trabalhabilidade em argamassas e concretos

AUTOR	ANO	AGREGADO			
		MIÚDO		GRAÚDO	
		ARC	ARM	ARC	ARM
AGRELA <i>et al.</i>	2011	-	diminui	-	diminui
JIMINEZ <i>et al.</i>	2012	-	diminui	-	-
MALTA <i>et al.</i>	2014	diminui		-	-
STEFANIDOU; ANASTASIOU; GEORDIADIS FILIKAS	2014	diminui		-	-
GÜNEYISI <i>et al.</i>	2016	diminui	-	diminui	-
SAIZ-MARTINEZ <i>et al.</i>	2016	diminui		-	-
SILVA, BRITO, DHIR	2016	diminui		-	-
BREITENBACH <i>et al.</i>	2017	diminui		-	-
KATZ; KULISCH	2017	diminui		-	-
SALESA <i>et al.</i>	2017	-	-	diminui	-
TAHAR <i>et al.</i>	2017	diminui	-	diminui	-
KUSTER JUNIOR	2018	diminui	-	-	diminui

Fonte: A autora, 2021

A consistência em argamassas e concretos utilizando agregado de britagem é influenciada pela superfície específica, granulometria, absorção, formato mais anguloso, textura rugosa e material pulverulento (CAMPOS, 2017; KATZ; KULISCH, 2017; KUSTER JUNIOR, 2018; SALESA *et al.*, 2017; SILVA *et al.*, 2016). Quanto maior a peneira de corte e quanto menor o teor de material pulverulento, maior é o espalhamento observado para as argamassas. O mesmo acontece para a forma dos grãos, onde as areias com grãos mais esféricos, que possuem menor superfície específica, proporcionam maior fluidez às argamassas, independente do teor de material pulverulento ou granulometria (WEIDMANN, 2008). Em argamassas com agregados de RCD, agregados mais porosos (argamassa aderida e cerâmica vermelha) podem comprometer a trabalhabilidade, devido à maior demanda de água da mistura (KATZ; KULISCH, 2017; KUSTER JUNIOR, 2018)

Quanto à densidade da mistura (Quadro 6) observou-se que para todas as composições, independentemente do tipo de material ou granulometria, quando utilizado agregado de RCD em substituição ao agregado natural ocorreu uma redução na densidade do produto final. Exceção a este resultado encontrado foi o trabalho de Cuenca-Moyano *et al.* (2014) que utilizaram agregado miúdo misto em argamassa e houve um aumento na densidade da mistura.

Quadro 6 - Influência do agregado de RCD na densidade de argamassas e concretos

quadro 6 - incidência do agregado de RCD na densidade de argamassas e concretos

AUTOR	ANO	AGREGADO			
		MIÚDO		GRAÚDO	
		ARC	ARM	ARC	ARM
TORKITTIKUL; CHAIPANICH	2010	-	diminui	-	-
AGRELA <i>et al.</i>	2011	-	-	diminui	
JIMENEZ <i>et al.</i>	2012	-	diminui	-	-
LEIVA <i>et al.</i>	2013	diminui			
CUENCA-MOYANO <i>et al.</i>	2014	aumenta		-	-
MEDINA <i>et al.</i>	2014	-	-	diminui	
BRAVO <i>et al.</i>	2015	diminui			
CARTUXO <i>et al.</i>	2015	diminui	-	-	-
LEDESMA <i>et al.</i>	2015	-	diminui	-	-
GÜNEYISI <i>et al.</i>	2016	diminui	-	diminui	-
MUÑOZ-RUIPEREZ <i>et al.</i>	2016	diminui		-	-
BREITENBACH <i>et al.</i>	2017	diminui		-	-
GONZALES <i>et al.</i>	2017	-	diminui	-	diminui
KATZ; KULISCH	2017	diminui		-	-
TAHAR <i>et al.</i>	2017	diminui	-	diminui	-
CARASEK <i>et al.</i>	2018	diminui		-	-

Fonte: A autora, 2021

A redução da densidade é consequência das propriedades intrínsecas do agregado reciclado, maior absorção, menor resistência mecânica e massa específica (CAMPOS, 2017) e diminui devido a presença de argamassa aderida no agregado reciclado devido à maior porosidade e menor densidade se comparado ao agregado natural (SALESA *et al.*, 2017).

No estado endurecido se intensificou o estudo das propriedades de argamassas e concretos produzidos com agregados de RCD. As propriedades mais citadas em estudos anteriores foram resistência à compressão, resistência à tração, porosidade/permeabilidade e retração. Outras propriedades também foram estudadas, porém em menor escala, tais como resistência à flexão, módulo de deformação, absorção por capilaridade, aderência a arrancamento, resistência à abrasão e teor de ar incorporado.

Sabe-se que há uma relação inversa entre porosidade e resistência nos sólidos. A resistência se encontra na parte sólida de um material; assim, vazios são prejudiciais à resistência. O volume de vazios capilares na pasta de cimento hidratada depende da quantidade de água de mistura adicionada ao cimento no início da hidratação e do grau de hidratação do cimento (MEHTA; MONTEIRO, 2014). A redução da resistência mecânica de materiais compósitos está diretamente ligada à porosidade da matriz (MANZI; MAZZOTTI; BIGNOZZI, 2017) e propriedades intrínsecas do agregado reciclado como maior absorção, menor resistência mecânica e massa específica (CAMPOS, 2017) principalmente relacionada à argamassa aderida ao agregado (SANTOS; SILVA; BRITO, 2017).

O Quadro 7 apresenta trabalhos que estudaram a resistência à compressão de argamassas e concretos produzidos com agregados reciclados. Diferentemente das propriedades anteriores não é possível observar uma tendência única nos resultados apresentados, sendo que foi observado que a resistência à compressão das misturas pode variar independente da composição e granulometria utilizada.

Quadro 7 - Influência do agregado de RCD na resistência à compressão de argamassas e concretos

AUTOR	ANO	AGREGADO			
		MIÚDO		GRAÚDO	
		ARC	ARM	ARC	ARM
PACHECO-TORGAL; JALALI	2010	-	aumenta	-	aumenta
TORKITTIKUL; CHAIPANICH	2010	-	aumenta	-	-
LAPA	2011	aumenta	-	-	-
LEIVA <i>et al.</i>	2013	diminui			
MARTINEZ <i>et al.</i>	2013	diminui			
ALVES <i>et al.</i>	2014	-	diminui	-	-
CUENCA-MOYANO <i>et al.</i>	2014	aumenta		-	-
GONZALES-COROMINAS; EXTEBERRIA	2014	-	aumenta	-	diminui
MALTA <i>et al.</i>	2014	diminui		-	-
MEDINA <i>et al.</i>	2014	-	-	diminui	
PEDRO; BRITO; EVANGELISTA	2014	-	-	diminui	-
STEFANIDOU <i>et al.</i>	2014	diminui		-	-
BRAVO <i>et al.</i>	2015	diminui			
CARTUXO <i>et al.</i>	2015	diminui	-	-	-
LEDESMA <i>et al.</i>	2015	-	diminui	-	-
SAIZ-MARTINEZ <i>et al.</i>	2015	diminui		-	-
SAMIEI <i>et al.</i>	2015	diminui		-	-
ZHAO <i>et al.</i>	2015	diminui	-	-	-
ANDERSON; SMITH; AU	2016	-	-	-	aumenta
AWOYERA <i>et al.</i>	2016	-	aumenta	-	aumenta
LYE; DHIR; GHATAORA	2016	diminui	-	diminui	-
RODRIGUEZ <i>et al.</i>	2016	-	diminui	-	diminui
SAIZ-MARTINEZ <i>et al.</i>	2016	diminui		-	-
SILVA, BRITO, DHIR	2016	diminui		-	-
BREITENBACH <i>et al.</i>	2017	aumenta		-	-
GONZALES <i>et al.</i>	2017	-	diminui	-	diminui
KATZ; KULISCH	2017	diminui		-	-
SALESA <i>et al.</i>	2017	-	-	aumenta	-
TAHAR <i>et al.</i>	2017	diminui	-	diminui	-
CARASEK <i>et al.</i>	2018	diminui		-	-
FRANCISCO; SOUZA; TEIXEIRA	2019	diminui		-	-

Fonte: A autora, 2021

A distribuição granulométrica também possibilita a maior resistência à compressão da argamassa, devido ao melhor empacotamento dos grãos (CARASEK *et al.* 2016; CORREA; PEREIRA; RÊGO, 2020; LONDERO *et al.*, 2017). Agregado com curva granulométrica uniforme apresenta maior teor de ar incorporado e conseqüentemente menor resistência, além das menores densidades nos estados fresco e endurecido (LONDERO *et al.*, 2017).

No Quadro 8 são apresentados alguns trabalhos que estudaram a resistência à tração. É possível verificar que o número de trabalhos é bem menor do que os que abordam resistência à compressão. Porém de uma forma geral pode-se verificar que na sua maioria, argamassas e concretos produzidos com agregados reciclados não apresentaram resultados melhores que os produzidos com agregados naturais. Exceção a este resultado é o trabalho de Kou e Poon (2015) que estudaram concretos produzidos com agregados graúdos de concreto com 45 e 100 MPa e verificou que a resistência à tração dos concretos novos aumentou com relação ao concreto de referência.

Quadro 8 - Influência do agregado de RCD na resistência à tração de argamassas e concretos

AUTOR	ANO	AGREGADO			
		MIÚDO		GRAÚDO	
		ARC	ARM	ARC	ARM
ALVES et al.	2014	-	diminui	-	-
KOU E POON	2015	-	-	aumenta	-
SILVA; BRITO; DHIR	2015	diminui			
ANDERSON; SMITH; AU	2016	-	-	-	aumenta
AWOYERA et al.	2016	-	aumenta	-	aumenta
SILVA, BRITO, DHIR	2016	diminui		-	-
BREITENBACH et al.	2017	aumenta		-	-
GONZALES et al.	2017	-	diminui	-	diminui
CARASEK et al.	2018	diminui		-	-

Fonte: A autora, 2021

Outros trabalhos que estudaram agregados de resíduo cerâmico e misto, tais como Anderson; Smith; Au (2016) e Awoyera *et al.* (2016) obtiveram concretos com a resistência à tração maior que o concreto de referência. O diferencial nestes trabalhos foi que o agregado utilizado foi produzido com resíduo de lajota cerâmica, material com menor porosidade do que o tijolo cerâmico usualmente utilizado.

A propriedade de resistência mecânica dos concretos está relacionada à porosidade dos mesmos. Quando se estuda a porosidade dos concretos e argamassas produzidos com agregados reciclados pode-se observar uma tendência destes serem mais porosos que os concretos de referência (Quadro 9). Outra análise a se extrair deste levantamento é que os estudos se concentraram mais nos agregados de constituição mista ou cerâmica.

Foram poucos os trabalhos nos quais a porosidade do concreto com agregado reciclado teve sua porosidade reduzida em relação ao concreto de

referência, sendo que a similaridade encontrada entre eles foi o uso de agregado misto, mais especificamente o agregado miúdo (GONZALES-COROMINAS; EXTEBERRIA, 2014; JIMINEZ *et al.*, 2012; PACHECO-TORGAL; JALALI, 2010).

Quadro 9 - Influência do agregado de RCD na porosidade de argamassas e concretos

3 2	ANO	AGREGADO			
		MIÚDO		GRAÚDO	
		ARC	ARM	ARC	ARM
PACHECO-TORGAL; JALALI	2010	-	diminui	-	diminui
JIMENEZ <i>et al.</i>	2012	-	diminui	-	-
TENÓRIO <i>et al.</i>	2012	aumenta			
MARTINEZ <i>et al.</i>	2013	aumenta			
GONZALES-COROMINAS; EXTEBERRIA	2014	-	diminui	-	aumenta
PEDRO; BRITO; EVANGELISTA	2014	-	-	aumenta	-
BRAVO <i>et al.</i>	2015	aumenta			
LEDESMA <i>et al.</i>	2015	-	aumenta	-	-
SAMIEI <i>et al.</i>	2015	aumenta		-	-
MUNOZ-RUIPEREZ <i>et al.</i>	2016	aumenta		-	-
RODRIGUEZ <i>et al.</i>	2016	-	aumenta	-	aumenta
GONZALES <i>et al.</i>	2017	-	aumenta	-	aumenta
FRANCISCO; SOUZA; TEIXEIRA	2019	aumenta		-	-

Fonte: A autora, 2021

Agregados de RCD possuem em sua constituição materiais com maior porosidade (argamassa e cerâmica), que por sua vez proporcionam uma maior absorção de água (AGRELA *et al.*, 2011; SAIZ MARTÍNEZ *et al.*, 2016). Aumento da absorção de água por imersão, índice de vazios e absorção capilar está relacionado à maior capacidade de absorção do agregado, tornando a estrutura mais porosa dos compósitos e, portanto mais suscetível a ação de agentes externos (CAMPOS, 2017)

O Quadro 10 apresenta o levantamento feito com relação à propriedade de retração das argamassas e concretos produzidos com agregados reciclados. Na maioria dos estudos a retração aumentou quando comparado à mistura de referência, porém independentemente da composição ou granulometria foram observados estudos onde a retração diminuiu. Outra informação relevante é que entre todos os trabalhos levantados, não se obteve análise quanto à retração de concretos produzidos com agregado graúdo misto. No estudo de Cabral, Schalch e Dal Molin (2010) foram verificados que a granulometria mais fina do agregado de concreto teve uma maior influência sobre a retração, enquanto que no estudo de

Kou e Poon (2015), quando utilizado agregados graúdos de concretos com resistência de 100 MPa, a retração tendeu a diminuir quando comparado ao concreto de referência.

Quadro 10 - Influência do agregado de RCD na retração de argamassas e concretos

AUTOR	ANO	AGREGADO			
		MIÚDO		GRAÚDO	
		ARC	ARM	ARC	ARM
CABRAL; SCHALCH; DAL MOLIN	2010	aumenta	-	aumenta	-
JIMENEZ <i>et al.</i>	2012	-	diminui	-	-
MARTINEZ <i>et al.</i>	2013	aumenta			
CARTUXO <i>et al.</i>	2015	aumenta	-	-	-
KOU E POON	2015	-	-	diminui	-
LEDESMA <i>et al.</i>	2015	-	aumenta	-	-
LYE; DHIR; GHATAORA	2016	aumenta	-	aumenta	-
MUNOZ-RUIPEREZ <i>et al.</i>	2016	diminui		-	-
SAIZ MARTINEZ <i>et al.</i>	2016	aumenta		-	-
SILVA, BRITO, DHIR	2016	aumenta		-	-
BREITENBACH <i>et al.</i>	2017	aumenta		-	-
CARASEK <i>et al.</i>	2018	aumenta		-	-

Fonte: A autora, 2021

Diante do levantamento realizado sobre a influência do agregado reciclado nas propriedades das argamassas e concretos com eles produzidos, foi possível verificar que no estado fresco há uma diminuição na trabalhabilidade e na densidade. A trabalhabilidade pode ser melhorada quando incorporado agregado miúdo na mistura e o estado menos favorável é quando utilizado agregado de resíduo cerâmico. A diminuição da densidade da mistura é mais significativa quando utilizado o agregado graúdo de resíduo.

Em relação às propriedades no estado endurecido das argamassas e concretos produzidos com agregados reciclados verificou-se que a resistência à compressão pode sofrer variações independentemente da composição e granulometria do agregado. Quanto à resistência à tração, a tendência é dos materiais produzidos com agregados reciclados não apresentarem resultados melhores que os constituídos por agregados naturais.

Quanto à porosidade de argamassas e concretos produzidos com agregado reciclado, verificou-se uma tendência destes serem mais porosos que os concretos

de referência. Quanto à retração, observou-se que não há uma tendência única, ocorrendo aumentos e diminuições de retração em relação à mistura de referência.

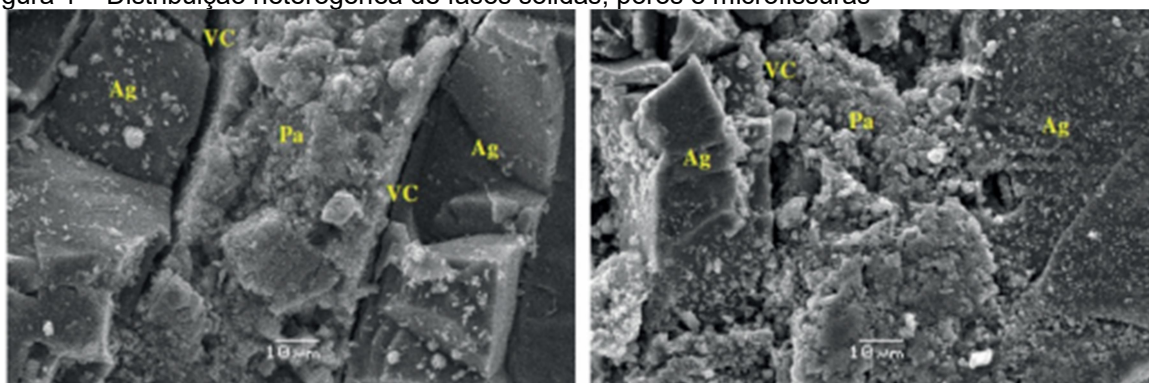
A partir do levantamento teórico realizado, se percebe que é limitada a abordagem sob a perspectiva da influência que o tamanho da partícula do agregado miúdo ou da parcela cerâmica do agregado misto terá sobre as propriedades de argamassas e concretos. Já é consenso que estas propriedades influenciam diretamente nas propriedades mecânicas e físicas, mas em sua grande maioria, os trabalhos não analisam de forma comparativa ou detalham a caracterização física e mineralógica dos agregados utilizados. Esta generalização que ocorre impede ou no mínimo dificulta o comparativo com pesquisas anteriores de forma a construir um conhecimento mais aprofundado sobre o uso de agregados reciclados como material de construção. A necessidade de detalhar e especificar de forma mais clara as características físicas do agregado, principalmente no que concerne o tamanho dos grãos e sua composição mineralógica é imprescindível para auxiliar a elaboração de normas mais específicas para agregados reciclados de construção e demolição.

2.2 QUÍMICA DO CIMENTO E MICROESTRUTURA DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

Os compósitos de cimento podem ser definidos como um material de duas ou três fases, dependendo se a análise é macroestrutural ou microestrutural, respectivamente. Quando se analisa macroestruturalmente o concreto, pode-se observar a fase agregado e a fase pasta, porém micro estruturalmente é possível acrescentar uma terceira fase, chamada fase de transição pasta/agregado ou zona de transição (ZT) (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Cada fase individualmente pode ser definida como multifásica se considerar que o agregado é constituído por vários minerais, microfissuras e poros; assim como na matriz cimentícia e zona de transição há uma distribuição heterogênea de fases sólidas, poros e microfissuras (Figura 1). Quando da análise da microestrutura do concreto, deve-se ressaltar que, diferentemente de outros materiais, não se pode avaliar apenas o material constituinte, pois tanto a pasta de cimento quanto a zona de interface estão sujeitas a alterações com o tempo, umidade e temperatura do ambiente (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Figura 1 – Distribuição heterogênea de fases sólidas, poros e microfissuras



Fonte: Adaptado de: CAMPOS; PAULON (2015)

Nota: Ag (Agregado); Pa (Pasta); VC (Vazios Capilares)

2.2.1 Produção do cimento e suas fases formadas

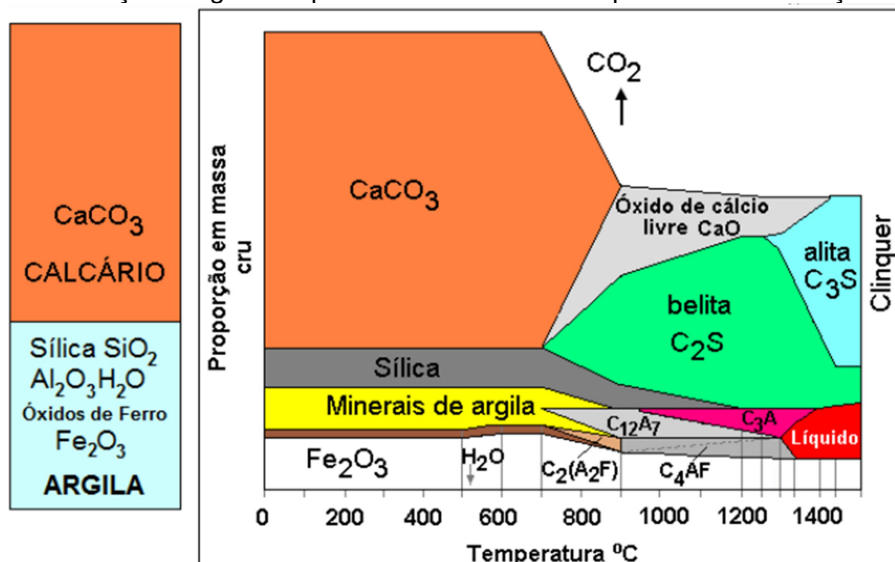
Os compósitos cimentícios são formados principalmente por aglomerantes, agregados e água, podendo ainda conter adições (cinzas volantes, sílica ativa, escória de alto-forno, cinzas de casca de arroz, metacaulim e fíler de calcário), aditivos (plastificante, retardador de pega, acelerador de pega, incorporador de ar, superplastificante), fibras entre outros. O aglomerante principal na produção de argamassas e concretos é o cimento Portland, material originado do processo de beneficiamento do clínquer através da moagem e adicionado em sua composição o sulfato de cálcio e adições minerais (escórias granuladas de alto-forno, materiais pozolânicos e materiais carbonáticos) (ABNT, 2018a).

O clínquer é uma mistura heterogênea de carbonatos de cálcio (CaCO_3), sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3) e óxido de ferro (Fe_2O_3) que passou pelo processo de clinquerização realizado em um forno rotativo. Desta interação são formados os principais compostos do cimento conhecidos como C_3S (silicato tricálcico – alita - $3\text{CaO}.\text{SiO}_2$), C_2S (silicato dicálcico – belita - $2\text{CaO}.\text{SiO}_2$), C_3A (aluminato tricálcico – $3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$) e C_4AF (ferroaluminato de tetracálcico – $4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$) (JACKSON, 1998).

Conforme pode ser observado pelo diagrama apresentado na Figura 2, entre 800° e 1200°C inicia-se a formação do C_2S ($2\text{CaO}.\text{SiO}_2$). O C_3A ($3\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3$) e C_4AF ($4\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$) começam a se formar entre as temperaturas de 1095° e 1205°C . A formação do C_3S a partir do C_2S com extinção de quase toda a parcela de cal livre (CaO) ocorre entre as temperaturas de 1260° a 1455°C . Após a temperatura

de 1455°C, ocorre o resfriamento (até 1300°C) e acontece a cristalização da fase líquida do C_3A e do C_4AF (SOUZA *et al.*, 2015).

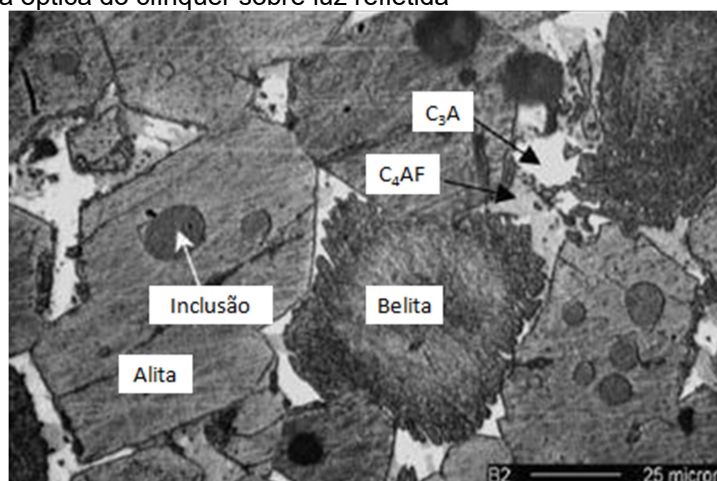
Figura 2 – Transformações originadas pela mistura de matérias-primas até a obtenção do clínquer



Fonte: JACKSON (1998).

A Figura 3 apresenta uma micrografia óptica do clínquer, na qual é possível observar que o C_3S aparece em forma de cristais maiores em placas hexagonais, o C_2S como grãos menores arredondados e o C_3A e o C_4AF como fases intersticiais (BALLIM; GRAHAM, 2004).

Figura 3 - Micrografia óptica do clínquer sobre luz refletida



Fonte: Adaptado de: BALLIM; GRAHAM (2004)

Após o beneficiamento do clínquer, este é resfriado bruscamente e moído até se transformar em um pó muito fino. Ainda no processo de produção do cimento

comercial, são adicionadas outras matérias-primas, como o sulfato de cálcio (CaSO_4) e adições minerais. A NBR 16697 (ABNT, 2018a) apresenta os teores admissíveis a serem adicionados destes materiais dependendo da classificação do cimento Portland produzido.

O sulfato de cálcio pode ser de origem natural ou industrial, encontrado sob as formas de gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), hemidrato ou bassanita ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) ou anidrita (CaSO_4). Tem como função principal controlar o tempo de pega, aumentando o tempo de trabalhabilidade dos compósitos cimentícios. Está presente em todos os tipos de cimento e a quantidade adicionada (em massa) é em geral inferior a 4,5% (ABNT, 2018a).

2.2.2 Influência do Sulfato de Cálcio adicionado ao clínquer

O teor de sulfato de cálcio exerce influência no tempo de pega da pasta de cimento, causando a redução na velocidade de endurecimento. Esta etapa de enrijecimento ou densificação da pasta é proveniente da alteração de uma massa fluida constituída por núcleos aglomerados que se transformam em uma estrutura sólida capaz de suportar, em pequeno espaço de tempo, tensões sem que haja deformações significativas (QUARCIONI, 2008).

As reações que ocorrem nos tempos iniciais de hidratação da pasta de cimento Portland são influenciadas pela taxa disponível de íons de Ca^{2+} e SO_3 fornecido pelo sulfato de cálcio e que se encontram na superfície dos grãos de clínquer. Isto ocorre mais especificamente nas fases aluminato e ferrita ($\text{Ca}_2(\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x})_2\text{O}_5$). Fases de sulfato de cálcio geralmente não são mais detectáveis após, no máximo, 24h, e as fases do clínquer são consumidas a taxas diferentes, sendo que o C_3S e fase de aluminato reagem mais rapidamente do que C_2S e ferrita (TAYLOR, 1998).

O sulfato de cálcio retarda a hidratação do C_3A em pastas de cimento e segundo Taylor (1998), isto é atribuído à ação protetora de uma camada de etringita ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$) e também a uma camada subjacente de alumina hidratada. O atraso também, segundo A autora, 2021 é atribuído ao bloqueio de locais ativos em uma superfície de C_3A modificada por íons de sulfato adsorvidos (TAYLOR, 1998).

Scrivener e Pratt (1984) citado por Bullard *et al.* (2011) discordam da hipótese da desaceleração da hidratação ser atribuída à camada de etringita devido a morfologia do cristal, que por possuir forma de cristais prismáticos se torna improvável fornecer uma barreira substancial ao transporte de íons. Esta camada de barreira seria uma camada mais ou menos permeável na superfície do C_3A que limitaria o transporte de água e íons (MINARD *et al.*, 2007).

Minard *et al.* (2007) acreditam que a desaceleração precoce da reação do C_3A é devido à adsorção de íons sulfato na superfície do C_3A . Em seu estudo observam que durante o período de reação lenta há uma variação linear constante da relação entre a formação de etringita e o consumo de sulfato. Esta dependência linear apoiaria a hipótese de que a redução na taxa é devida a alteração na taxa de dissolução e não a uma camada de barreira, pois neste caso se esperaria que a taxa diminuísse à medida que a quantidade de produtos de hidratação aumentasse.

Outra análise que apoia esta hipótese é que quando todo o sulfato de cálcio adicionado é consumido, ocorre a dessorção da rede de íons de sulfato da superfície do C_3A e na tentativa de restabelecer o equilíbrio dinâmico da solução ocorre um rápido aumento na taxa de dissolução. Neste caso a taxa de reação aumenta antes que a etringita comece a ser consumida pela reação. Por fim, verifica-se que a quantidade de etringita diminui de forma gradual em favor da fase monossulfato mais estável depois que os íons sulfatos são consumidos, enquanto a taxa de reação de C_3A acontece sobre um intervalo de tempo mais estreito (MINARD *et al.*, 2007).

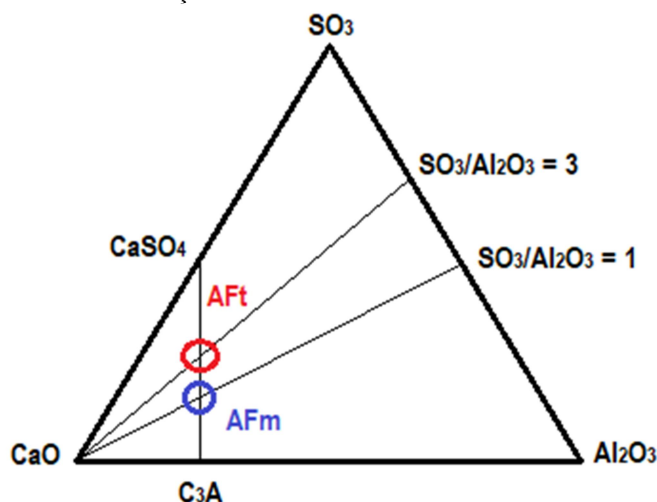
Ao ser adicionado, o sulfato de cálcio pode, em meio hidratado, ocasionar uma expansão progressiva se o teor de SO_3 não for controlado. Segundo Taylor (1998), esta taxa depende da composição do cimento e de sua finura, mas normalmente se encontra abaixo de 6%. Esta expansão sugere uma alteração na microestrutura que pode ser devido a mudanças na micromorfologia do C-S-H (sulfato de cálcio hidratado) ou por precipitação de etringita no gel. Se esta última hipótese acontece de forma limitada, pode até certo ponto, aumentar a resistência devido à diminuição da porosidade, porém se ocorre de forma mais intensa, diminui a resistência devido à concentração de fissura.

Taylor (1998) afirma que em compostos cimentícios, o sulfato adicionado ao processo de produção do cimento, e em função da concentração de C_3A , promove a formação de trissulfoaluminato de cálcio ou etringita ($3CaO.Al_2O_3.3CaSO_4.32H_2O$)

ou o monossulfoaluminato de cálcio hidratado ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$). Esta etringita formada nas primeiras horas de hidratação é a chamada de etringita primária. Os cristais possuem forma acicular de pequena proporção e em pequena quantidade, não apresentando efeitos negativos ao material compósito.

A Figura 4 apresenta a interação que ocorre em função da disponibilidade de sulfatos, aluminatos e óxidos de cálcio na matriz cimentícia e a formação de etringita (principal fase AFt) ou monossulfoaluminato (principal fase AFm).

Figura 4 - Diagrama de fases da formação do AFt e AFm



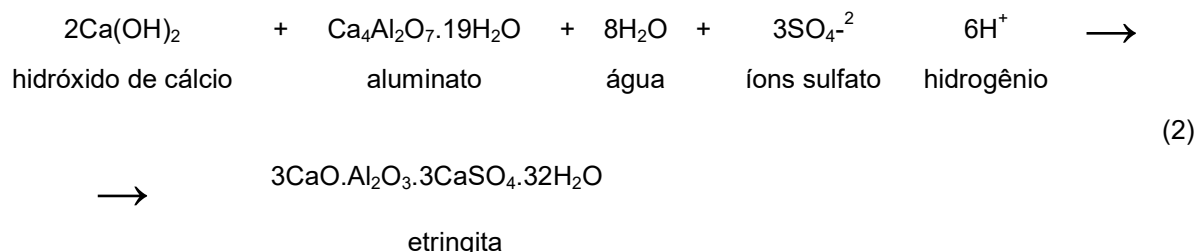
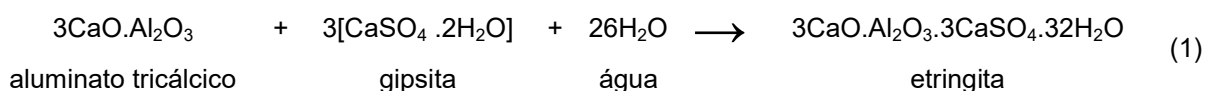
Fonte: Adaptado de: TAYLOR (1998)

Nota: AFt ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-tri}$) e AFm ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-mono}$)

Segundo Pourchet *et al.* (2009), a forma do sulfato de cálcio (CaSO_4) adicionado (hemidrato ou diidrato) afeta o período de precipitação de etringita. Se for hemidrato presente na suspensão, a etringita precipita mais rapidamente durante as primeiras horas de hidratação do $\text{C}_3\text{A-CaSO}_4$.

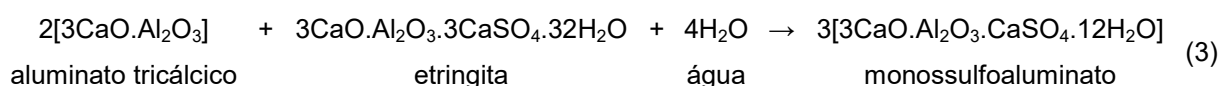
Neste cenário a frequência de nucleação de etringita deve ser acelerada antes da frequência de nucleação de monossulfatos. Porém na presença de diidrato este cenário é alterado, a frequência de nucleação de AFm é observada antes da etringita, pois embora seja menos solúvel, a etringita não tem tempo suficiente para nuclear (POURCHET *et al.*, 2009).

As reações químicas que podem representar a formação da etringita primária são apresentadas pela Equação 1 e Equação 2 (MEHTA; MONTEIRO, 2014).



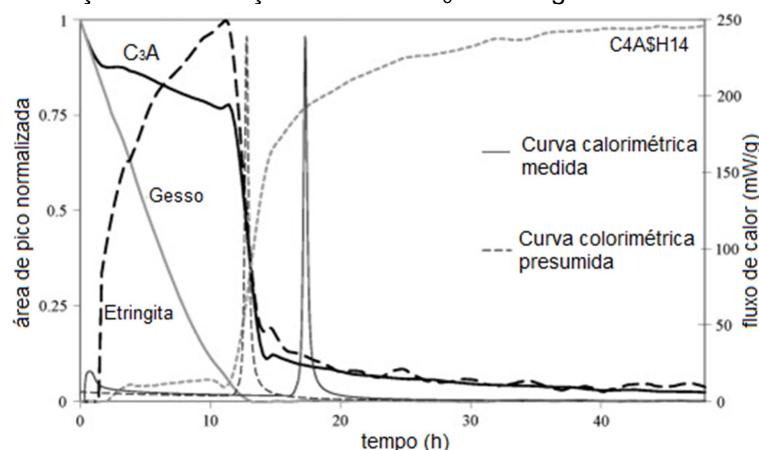
Esta formação de etringita primária que ocorre no estágio plástico da mistura de cimento com água, não produz tensões prejudiciais significativas ao compósito. Segundo Collepardi (2003), se esta etringita ocorrer posteriormente ao endurecimento da pasta, porém ocorrer de forma controlada e uniformemente distribuída pode causar uma expansão homogênea e inofensiva no concreto.

Quando o suprimento de íons sulfatos se esgota e o ambiente torna-se novamente rico em C_3A e C_4AF , a etringita primária torna-se instável e é convertida em monossulfoaluminato de cálcio (QUENNOZ; SCRINEVER, 2012; TAYLOR, 1998). A reação de conversão da etringita em monossulfoaluminato de cálcio está descrita na Equação 3 (MEHTA; MONTEIRO, 2014).



Neste segundo estágio de reação (após a depleção da fonte de sulfato disponível), o C_3A e a etringita se dissolvem rapidamente (Figura 5) e o controle da taxa de reação pode ser feita por três mecanismos: dissolução da etringita, dissolução do C_3A ou nucleação e crescimento da fase AFm (monossulfato AFm tipo 14).

Figura 5 - Cinética de reação de dissolução das fases C_3A e etringita



Fonte: Adaptado de: QUENNOZ; SCRIVENER (2012)

Se a dissolução de etringita for o mecanismo de controle, maiores taxas de reação devem ser observadas quanto maiores forem as quantidades de etringita presentes no sistema. No caso de a dissolução de C_3A ser o mecanismo estudado, pode-se esperar um aumento acentuado e uma taxa de reação razoavelmente constante. O terceiro mecanismo que aborda a nucleação e crescimento é um processo baseado na demanda, onde os núcleos crescem a uma taxa proporcional à sua área de superfície livre. Neste momento há uma aceleração da reação para depois desacelerar quando os núcleos individuais começam a colidir e ocorre a redução da área de superfície disponível. No estudo de Quennoz e Scrivener (2012), verifica-se o terceiro mecanismo onde se estuda a hipótese de ocorrer uma nucleação heterogênea de fases Afm nas partículas de C_3A a uma taxa proporcional à área de superfície disponível.

Tovar-Rodrigues *et al.* (2013) concluem em seu estudo sobre a hidratação do C_3A na presença de gesso, que dois hidratos são formados inicialmente, a etringita e a fase AFm. Segundo os autores a quantidade relativa de AFm e a taxa de formação de etringita dependem principalmente da superfície específica de C_3A .

Segundo o estudo de Quennoz e Scrivener (2012), devem-se considerar, a partir do aumento de teor de sulfato de cálcio, dois parâmetros que podem influenciar a taxa de reação. O primeiro seria a superfície específica das partículas de C_3A que fica menor com o maior grau de reação do C_3A , que leva a uma quantidade menor de superfície disponível para reação e consequentemente redução da taxa de reação. Outro parâmetro seria o espaço disponível para reação

que diminui devido à maior formação de etringita no primeiro estágio quanto maior for o teor de sulfato disponível.

2.2.3 Microestrutura da pasta de cimento hidratada

A pasta de cimento hidratada é formada pelas reações químicas dos compostos do cimento com a água. Após a mistura do cimento Portland com água, a dissolução das fases anidras C_3S , C_3A e C_4AF é iniciada dando origem a uma camada de gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) que reveste a superfície dos grãos anidros do clínquer. O produto oriundo da dissolução do C_3A e C_4AF reage com os íons de Ca^{2+} e SO_4^{-2} formando um gel amorfo e rico em aluminatos em torno de grãos de clínquer ou de cristais de etringita primária (QUARCIONI, 2008).

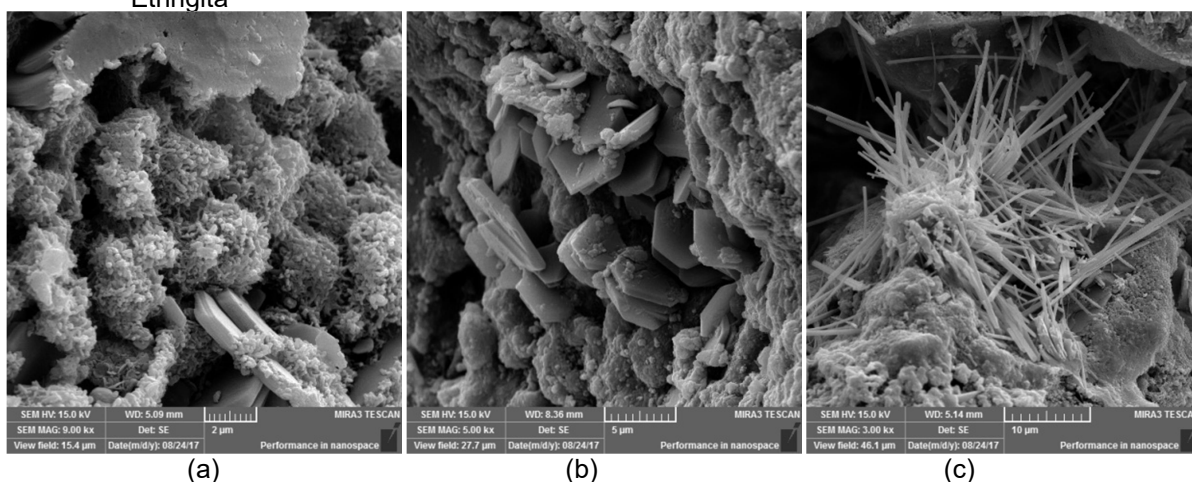
O silicato tricálcico - C_3S em contato com a água forma uma pasta pouco plástica, melhorada com adição de gipsita, influenciando a pega e a resistência até 28 dias de idade. O C_2S é estável e responsável pela resistência após os 28 dias, hidratando-se lentamente (KANNING, 2013). A relação entre C_2S e C_3S , portanto, aumenta de forma constante, e após cerca de 90 dias no máximo, pouca ou nenhuma fase de alumínio ou aluminato é normalmente detectável (TAYLOR, 1998).

O C_4AF possui pega rápida, porém não instantânea. Tem baixa resistência e o óxido de ferro, age como fundente e fixa a alumina que melhora a resistência ao ataque das águas sulfatadas (MEHTA; MONTEIRO, 2014). O C_3A reage com a água na presença de sulfato de cálcio em dois estágios exotérmicos. O primeiro estágio ocorre nos primeiros 30 minutos e produz a etringita, que posteriormente continua reagindo onde o C_4AH_{13} forma uma solução sólida com monossulfato. Segundo Taylor (1998), o íon sulfato é liberado rapidamente a partir do sulfato de cálcio, enquanto que $Al(OH)_4$ é liberado, principalmente a partir da fase de aluminato, mais lentamente. A alta proporção resultante de SO_4^{-2} disponível para $Al(OH)_4$ favorece a formação de etringita. Em torno de 24 horas todo o SO_4^{-2} foi liberado, e o fornecimento contínuo de $Al(OH)_4$ conduz à dissolução de etringita e precipitação de monossulfato.

Os principais cristais formados, produto da hidratação do cimento são os silicatos de cálcio hidratado, hidróxido de cálcio e sulfoaluminatos de cálcio. A fase silicato de cálcio hidratado (C-S-H) compõe em torno de 60% do volume sólido em uma pasta de cimento hidratada. A sua morfologia varia desde fibras pouco

cristalinas até redes reticulares com dimensão coloidal de 1 a 100 nm e espaço lamelar entre agregação de 0,5 a 3,0 nm (Figura 6a). Os cristais de hidróxido de cálcio ou Portlandita (Ca(OH)_2), constituem 20 a 25% do volume dos sólidos na pasta de cimento hidratada e possuem a morfologia de grandes cristais prismáticos hexagonais (Figura 6b) com larguras de 1 μm . Os cristais de sulfoaluminatos de cálcio ocupam em torno de 20% do volume de sólidos da pasta de cimento hidratada. Durante os estágios iniciais da hidratação a relação iônica sulfato/alumina favorece a formação de cristais prismáticos aciculares (Figura 6c) denominados de trissulfoaluminato de cálcio hidratado ou etringita. Na pasta de cimento puro, a etringita eventualmente se transforma em cristais de placas hexagonais denominados monossulfato hidratado. (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Figura 6 – Cristais formados – produtos de hidratação do cimento (a) C-S-H; (b) Portlandita; (c) Etringita



Fonte: A autora, 2021

Existem vazios na pasta de cimento que podem influenciar as propriedades da mesma. Os espaços interlamelares no C-S-H pode reter água através de pontes de hidrogênio e quando da sua remoção podem ocasionar retração por secagem e fluência. Os vazios capilares podem ter seu volume e tamanho variável em função da distância entre partículas de cimento anidro e de sua hidratação. Vazios capilares de maior dimensão, denominados macroporos ($>50\text{nm}$) têm maior influência na resistência e impermeabilidade, enquanto os microporos, vazios capilares menores que 50nm, são mais relevantes na análise da retração por secagem e fluência (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Além dos vazios citados anteriormente, há ainda que se analisar a influência que outros vazios de dimensões normalmente maiores, conhecidos como vazios de ar incorporado ou aprisionado. Estes podem afetar de forma negativa a resistência das pastas de cimento hidratada (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

De acordo com a tipologia do vazio encontrado na pasta, pode-se também associar a água incorporada na pasta de cimento hidratada. A água capilar, que pode ser encontrada nos macroporos é denominada água livre. A remoção desta água não causa alteração de volume. Outro tipo é a água encontrada nos microporos, que ao ser retirada, pode causar retração da pasta. A água adsorvida se encontra próxima à superfície do sólido e sua retirada pode ser responsável pela retração do sistema. Outro tipo de água encontrada é a interlamelar, que está associada com a estrutura do C-S-H, e que se retirada por forte secagem, provoca a retração da estrutura. Também há a água quimicamente combinada que integra a microestrutura de vários produtos de hidratação, e só é liberada quando os hidratos se decompõem por aquecimento (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

A porosidade da pasta de cimento no estado endurecido está associada ao empacotamento e ao grau de hidratação do cimento. Quanto menor a porosidade, maior é a densidade de empacotamento e menor é o grau de hidratação (AIQIN; CHENGZHI; NINGSHENG, 1997). Nas primeiras idades quando o grau de hidratação é baixo, a densidade de empacotamento é o fator preponderante, porém em idades mais avançadas e com grau de hidratação alto, tanto a densidade, quanto a hidratação do cimento são relevantes e influenciam a porosidade simultaneamente (AIQIN; CHENGZHI; NINGSHENG, 1999).

O volume dos poros está relacionado com a área superficial dos produtos da hidratação e a razão entre estes dois fatores pode ser indicativo de que está ocorrendo atividade de hidratação do material, ou seja, está ocorrendo o preenchimento destes espaços por partículas formadas por novos produtos. Com isso o diâmetro médio dos poros muda em função do tempo de cura e pode restringir a mobilidade da água nas pastas de cimento (DUREKOVIC, 1995).

2.3 ATAQUE INTERNO POR SULFATO

Baseado no conceito de sustentabilidade integrado ao uso de materiais de construção civil, utilizar agregados reciclados de construção e demolição como

material alternativo a agregados naturais é uma prática explorada nas pesquisas e trabalhos relatados na literatura. Sabendo-se que os agregados de RCD podem ter características específicas em função do processo produtivo, conforme relatado no item 2.1.1, nesta pesquisa é proposto um cenário em que o material de resíduo passou por processo construtivo no qual foi de alguma forma, contaminado por gesso quando do seu beneficiamento em agregado. Este cenário é bastante realista, uma vez que, a separação das frações de gesso provenientes de revestimentos, paredes de fechamento e forros, dificilmente ocorre de forma total em canteiros de obras quando do processo de desmonte ou demolição.

Diante do cenário proposto, o agregado contaminado com gesso se enquadra como um dos fatores responsáveis pela formação de etringita secundária segundo a visão holística do fenômeno de ataque por sulfato interno. O termo “ataque por sulfatos”, segundo Collepardi (2003), significa deterioração do concreto envolvendo qualquer tipo de interação do sulfato com a pasta de cimento, independentemente da temperatura de cura e da fonte de sulfato. A Figura 7 apresenta os três fatores necessários para que ocorra este fenômeno.

Figura 7 – Fatores necessários para que ocorra o fenômeno de ataque interno por sulfatos



Fonte: Adaptado de: COLLEPARDI (2003).

Nota: ISA (Internal Sulphate Attack) - o termo “Ataque Interno por Sulfato” normalmente é citado no texto através da sigla da tradução em inglês

Três mecanismos de deterioração podem ser atribuídos ao ataque interno por sulfatos. O primeiro está relacionado à decomposição térmica e recristalização da etringita em atmosfera saturada e temperatura ambiente. Este primeiro mecanismo ocorre em peças pré-fabricadas, pois o processo construtivo favorece este ambiente (COLLEPARDI, 2003).

O segundo mecanismo se apoia na hipótese de que a decomposição da etringita primária pela cura térmica com vapor em temperaturas elevadas (65°C) é seguida pela adsorção dos íons sulfatos pelo C-S-H. Posteriormente esses íons sulfatos são desorvidos lentamente e formam a etringita tardia ou secundária dentro dos produtos de hidratação (COLLEPARDI, 2003; MEHTA; MONTEIRO, 2014).

O terceiro mecanismo é o citado na Figura 7 e será o abordado nesta pesquisa, que pressupõe a existência de microfissuras no interior das pastas e argamassas estudadas, com liberação tardia de sulfatos constituintes do agregado reciclado contaminado por gesso.

Agregados contaminados com gesso podem liberar na pasta de cimento endurecida teores de sulfato que vão reagir com íons Ca^{+2} e aluminatos e através de microfissuras existentes podem propiciar a deposição de cristais de etringita secundária em poros saturados de água, favorecendo assim a difusão de SO_4^{-2} (COLLEPARDI, 2003).

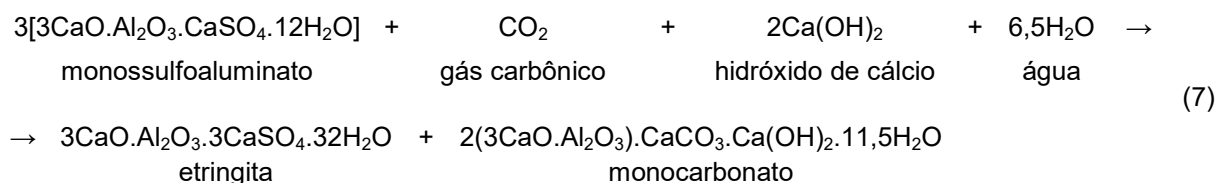
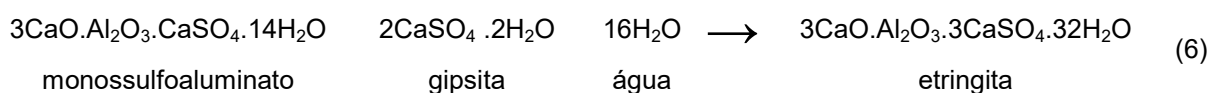
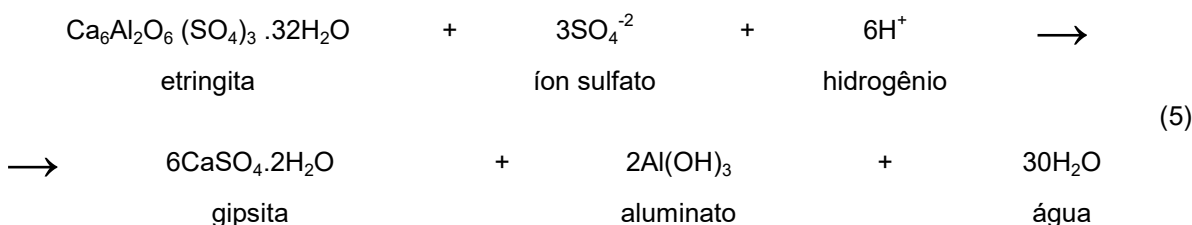
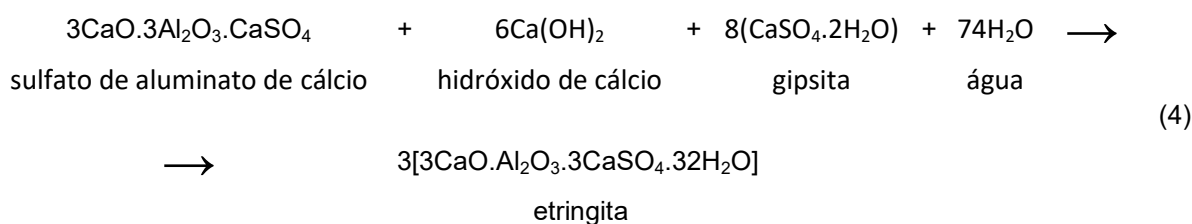
No presente estudo a fase estudada é a Gipsita ou Gesso, também chamado de gesso dihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), obtido do beneficiamento do resíduo de gesso gerado do processo construtivo, durante a etapa de revestimento.

Pesquisas anteriores (IKUMI *et al.*, 2016; MASSAAD *et al.*, 2017; TENNICH; OUEZDOU; KALLEL, 2017; YU; ZHANG, 2018) abordam com maior frequência o ataque por sulfatos de origem externa devido à exposição do material compósito a um ambiente ou solo contaminado por sulfato ou águas agressivas contendo este material. Recentemente é que as pesquisas começaram a explorar o mecanismo de ataque interno por sulfato de cálcio em argamassas e concretos. O uso de agregado contaminado com gesso promove um ambiente interno com excesso de sulfato disponível para formação de etringita secundária, gipsita ou outros cristais.

Segundo Irassar (1990), existem três etapas de ataque por sulfatos sendo que este pode ser por difusão de íons sulfato na matriz, ou o íon sulfato reage com C-S-H, CH, C_3A e CSH_{18} em compostos expansivos formadores de sólidos hidratados ou ainda quando a matriz fissa causando a perda de resistência. Segundo A autora, 2021, acredita-se que a expansão causada pela fissuração da matriz é a principal razão de degradação do comportamento mecânico.

Quando utilizado agregado contaminado com sulfato na produção de compósitos cimentícios, fica disponível como parte constituinte da pasta de cimento

uma quantidade de íons SO_4^{-2} no sistema. Quando da interação entre os íons sulfatos disponíveis e a pasta de cimento hidratada pode-se observar reações que podem estar associadas ao ataque interno por sulfatos. Segundo Collepardi (2003) pode ocorrer uma reação entre sulfato de aluminato de cálcio com hidróxido de cálcio e gipsita para a formação de etringita uniformemente distribuída com expansão homogênea em poucos dias (Equação 4). No estudo de Ayora *et al.* (1998) se observou que em um sistema com pH de 10,7, a etringita pode se dissolver e formar gipsita conforme observado na Equação 5. Em idades posteriores pode ainda se observar a formação de etringita secundária da interação do monossulfoaluminato (fonte de Al^{3+}) com a gipsita (Equação 6) e também com hidróxido de cálcio e gás carbônico (Equação 7), sendo que neste caso também pode ocorrer a carbonatação com a formação de monocarbonatos (KUZEL, 1996).



A etringita secundária formada na pasta endurecida e em idades mais avançadas pode ocorrer meses ou até anos depois da produção do material

(COLLEPARDI, 2003). Este cristal expande de forma heterogênea em um concreto já endurecido e devido à rigidez do material pode causar fissuras ou lascamentos, ou seja, deterioração progressiva (AGUIAR, 2004).

2.4 PRESSÃO DE CRISTALIZAÇÃO

Entre as teorias que exploram as causas das expansões observadas no ataque interno por sulfato, podem-se citar duas que consideram que a principal causa seria a formação de produtos expansivos durante o processo de ataque. A primeira apoia a abordagem de que as expansões são resultado do aumento do volume gerado pelos produtos expansivos e a segunda teoria afirma que as expansões são causadas pela pressão de cristalização exercida nas paredes de poros, devido à formação de etringita (FLATT; SCHERER, 2008; FU *et al.*, 1994; IKUMI; SEGURA, 2019; MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013; SCHERER, 2004; TOSUN; BARADAN, 2010; YU; SUN; SCRIVENER, 2013).

A força expansiva desenvolvida durante o ataque por sulfato é determinada principalmente pelos locais de crescimento da etringita na microestrutura e não somente pelo volume total de etringita formada. Para que ocorra a expansão devido à pressão de cristalização são necessárias duas condições: o cristal de etringita deve formar-se a partir de uma solução supersaturada; e este crescimento deve ocorrer em condições confinadas, de modo que as forças expansivas nas paredes do poro consigam converter energia química em trabalho mecânico (IKUMI; SEGURA, 2019; YU; SUN; SCRIVENER, 2013). Em situação onde o fornecimento de sulfato não seja restrito, pequenos cristais geram maiores pressões de cristalização em relação aos grandes cristais (IKUMI; SEGURA, 2019). Existe uma relação inversa entre a pressão exercida pelo cristal e o tamanho do poro, então os cristais que crescem em poros pequenos (da ordem de dezenas de nanômetros) geram pressões expansivas mais significativas (YU; SUN; SCRIVENER, 2013).

Segundo Müllauer, Beddoe e Heinz (2013), a pressão em um único poro não é suficiente para gerar a propagação de fissuras internas. Os cristais devem exercer pressão dentro de um volume grande o suficiente de poros de forma que se propaguem pela rede de poros. Outra observação feita pelos autores é que a força exercida dependerá da orientação dos cristais em relação a parede dos poros. Para que haja tensão de expansão suficiente para criar fissuras no interior do material, é

necessário que os cristais possuam um alto ângulo de contato com a parede de poro. Outros fatores influenciam na intensidade da pressão de cristalização: cristais formados em poros cilíndricos requerem pressões de cristalização mais altas do que aqueles em poros maiores com pequenas entradas; a tensão necessária para propagar as falhas diminui à medida que o tamanho da falha aumenta; a tensão de tração hidrostática depende não apenas da pressão de cristalização, mas também da quantidade de etringita que exerce essa pressão na escala dos poros (FLATT; SCHERER, 2008).

Quando em uma solução altamente saturada, o cristal dentro de grandes poros crescerá e danos podem ocorrer caso este poro fique completamente preenchido e o filme líquido entre o cristal e a parede do poro permaneça supersaturado. As limitações de transporte podem impedir que o sistema alcance esta situação imediatamente e isto pode explicar o efeito da pressão de cristalização sem que a etringita tenha conseguido preencher totalmente os poros grandes da amostra.

Para que ocorra a fissuração da matriz devido à formação de cristais de etringita secundária, é preciso que a tensão exercida pelo cristal sobre a parede do poro seja em torno de 8 MPa, que é maior que a resistência de tração da matriz (3 a 4 MPa). Isto pode ocorrer devido à pressão de cristalização (crescimento do cristal de etringita) e pela pressão de dilatação (elevada adsorção de água e estado de microcristalização). Se estes poros forem menores que 10 a 50 nm, os cristais podem causar tensão devido à pressão de cristalização e se esta tensão for maior que a resistência à tração da matriz, pode gerar fissura (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013).

Calcula-se que argamassas contendo menos de 3,5% de etringita confinada e supersaturada por volume não apresentassem danos, porém se essa quantidade aumentar para cerca de 5,5%, o dano é esperado. Se esta etringita for formada em poros com entrada menor que 4 nm e raios internos maiores que 20 nm, pode ocorrer o surgimento de tensões prejudiciais. Flatt e Scherer (2008) indicam que a ausência de cristais de etringita nestas teorias expansivas podem estar relacionados a sensibilidade de detecção dos cristais por técnicas convencionais, como o DRX e não necessariamente pela ausência destes compostos na microestrutura.

O papel expansivo da etringita secundária também foi relacionado com a morfologia destes cristais, sendo que a longo prazo o aglomerado de etringita (não

expansivas) é convertido em etringita do tipo massivo (expansivas). Esta conversão ocorre quando a forma do espaço disponível for estreita (microfissuras pré-formadas) apresentando como resultado final a expansão. Caso o espaço disponível for esférico (vazio de ar aprisionado), o aglomerado de etringita preserva sua forma inicial e não causam expansão (TOSUN; BARADAN, 2010).

O efeito de expansão vai depender também da quantidade e tamanho dos poros dentro da matriz cimentícia. Se os poros do concreto forem suficientes para que os produtos da reação de ataque por sulfatos sejam alocados em seus interiores, ocorrerá a colmatação dos poros e não serão observadas expansões. Se não forem suficientes, ocorrerá o preenchimento do poro com cristais, gerando tensões nas paredes, podendo com isso causar fissuras e por fim a desagregação do concreto (PEREIRA, 2015).

Cristais formados em poros cilíndricos requerem pressões de cristalização mais altas do que aqueles em poros maiores com pequenas entradas; a tensão necessária para propagar as falhas diminui à medida que o tamanho da falha aumenta; a tensão de tração hidrostática depende não apenas da pressão de cristalização, mas também da quantidade de etringita que exerce essa pressão na escala dos poros (FLATT; SCHERER, 2008).

Para que ocorra a fissuração da matriz devido à formação de cristais de etringita secundária, é preciso que a tensão exercida pelo cristal sobre a parede do poro seja superior à resistência de tração da matriz. Isto pode ocorrer devido à pressão de cristalização (crescimento do cristal de etringita) e pela pressão de dilatação (elevada adsorção de água e estado de microcristalização). Calcula-se que argamassas contendo menos de 3,5% de etringita confinada e supersaturada por volume não apresentassem danos, porém se essa quantidade aumentar para cerca de 5,5%, o dano é esperado. Se esta etringita for formada em poros com entrada menor que 4 nm e raios internos maiores que 20 nm, pode ocorrer o surgimento de tensões prejudiciais. Flatt e Scherer (2008) indicam que a ausência de cristais de etringita nestas teorias expansivas podem estar relacionados a sensibilidade de detecção dos cristais por técnicas convencionais, como o DRX e não necessariamente pela ausência destes compostos na microestrutura.

Quando ocorre o relaxamento da pressão de cristalização, os cristais de etringita secundária se deslocam dos poros menores para os poros maiores. Os cristais menores se dissolvem em favor dos cristais maiores, pois são mais solúveis.

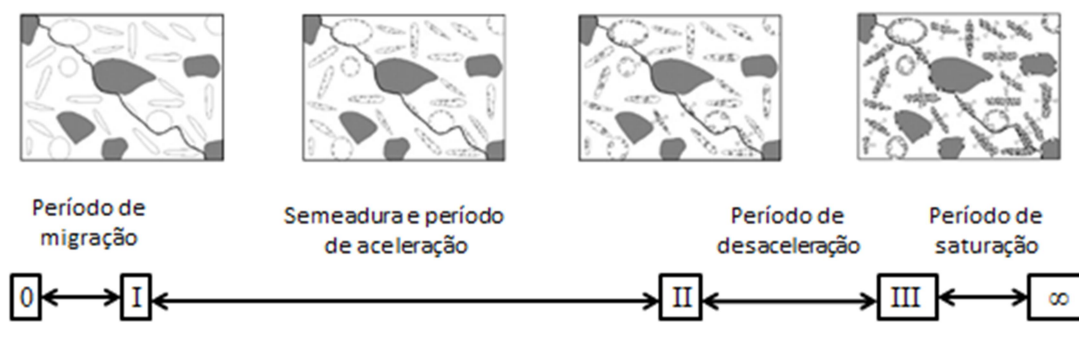
A concentração de soluto dentro do poro menor fica maior que a concentração de soluto do poro maior. Para tentar manter uma situação de equilíbrio, o soluto se difunde para o poro maior, assim o cristal menor se dissolve e o cristal maior cresce (SCHERER, 2004). Cristais maiores em espaços menos restritos ou no interior do poro, não causam tensão e muitas vezes contribuem para a colmatação dos poros.

Cristais formados em poros maiores, muitas vezes não crescem o suficiente para causar tensão nas paredes e existem dois fatores limitantes a esta tensão. O primeiro fator é a resistência ao escoamento, pois se o cristal ceder, se espalhará lateralmente no poro. E o segundo é a tendência à deformação, caso o cristal não ceda, ele pode apresentar flambagem, entortando para melhor se acomodar (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013). O crescimento dos cristais de etringita secundária dentro dos poros maiores gera uma tensão de cristalização menor, insuficiente para gerar fissuras e ainda proporcionam a colmatação dos poros com consequente aumento da resistência e redução da absorção (PEREIRA, 2018).

Na pesquisa desenvolvida por Pereira (2018), A autora, 2021 constatou através de estudo sobre o refinamento dos poros, o ganho e perda de resistência mecânica devido à colmatação de poros e posterior surgimento de fissuras devido à presença de sais de sulfatos. Com a colmatação dos poros há a densificação da matriz nas primeiras idades, porém depois, com o crescimento dos cristais, começa a ocorrer o surgimento de fissuras e aumento destes poros. Este processo apresentou um ciclo de variação do volume e tamanho dos poros dentro da matriz cimentícia.

Quando a nucleação e crescimento do cristal de etringita ocorrem na zona da ponta da trinca, que é um espaço limitado, provavelmente ocorrerá uma fonte de pressão de cristalização. A trinca cresce quando ocorre uma tensão na ponta que excede o valor crítico e a largura da rachadura aumenta com o crescimento dos cristais. Sítios de nucleação adicionais se formarão na nova zona de ponta de trinca e o contínuo crescimento da fissura por este mecanismo será mantido enquanto houver a supersaturação. A Figura 8 apresenta o mecanismo de comportamento da expansão e está dividido em quatro estágios críticos: período de migração (inicial) (0 – I), período de semeadura seguido de aceleração da taxa de expansão (I – II), período de desaceleração (da taxa de expansão) (II – III) e finalmente o período de saturação (III – ∞) (FU *et al.*, 1994).

Figura 8 – Mecanismo de expansão em função da formação de cristais de etringita



Fonte: Adaptado de: FU *et al.* (1994)

No período de migração ocorre a decomposição de etringita e absorção de sulfatos e aluminatos pelo gel de CSH e formação de monossulfoaluminato para depois ocorrer a migração destes elementos e a decomposição parcial de monossulfato. No período de semeadura e aceleração observa-se a formação de fases ricas em aluminatos em todos os espaços disponíveis que podem ser aceitos como núcleos de aglomerados de etringita. Observa a formação de aglomerados de etringita devido à incorporação de sulfato e cálcio da solução de poro e posteriormente a conversão deste aglomerado para o tipo massivo em locais estreitos. Ocorre o início da expansão da argamassa e a propagação da etringita massiva para a pasta e fissuras pré-existentes na zona interfacial por meio de mecanismos de solução. No período de desaceleração observa a redução da taxa de expansão devido ao consumo das fontes de sulfatos e aluminatos e no período final de saturação, devido a uma quantidade constante remanescente de aglomerado de etringitas e etringita massiva, observa o fim da expansão.

2.5 ATAQUE INTERNO POR SULFATO EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM AGREGADOS DE RCD

No estudo de Andrade (2008) se observou que são dois os principais efeitos que modificam a cinética de hidratação de argamassas produzidas com agregados reciclados, que teriam o potencial de contribuir com pontos extras de nucleação, pela presença de material cimentício da argamassa aderida e de uma possível retomada da hidratação de alguma parcela cimentícia anidra. Segundo Vieira *et al.* (2016), pode ocorrer o aumento do volume das fases sólidas formadas (C-S-H, etringita, monossulfatos e outras fases AFm).

Segundo Munoz-Ruiperez *et al.* (2016), a etringita pode ser formada por reação de sulfato interno ou externos com aluminatos anidros ou hidratados e tem caráter expansivo. Segundo Ferreira *et al.* (2019), o alumínio pode ainda estar associado aos sulfoaluminatos de cálcio presentes em compostos cimentícios hidratados presentes na argamassa aderida ao grão do ARC.

Segundo Betioli *et al.* (2020), a quantidade de material mais poroso (argamassa antiga) e uma maior superfície específica de agregados mais finos, acarretam uma menor quantidade de água livre. Segundo Malta *et al.* (2014), a presença de água livre associada à núcleos de hidratação retardados e hidratos desconectados pode gerar maior volume de poros desconectados que contribuiriam para a redução da resistência à compressão. Andrade (2008) indica menor quantidade de água livre corresponde a uma menor relação água/sólidos, ou seja, menor distanciamento entre partículas.

Poon, Kou e Lam (2002) relacionam a retração por secagem com a quantidade de água livre na mistura, sendo que quanto maior a quantidade de água disponível, maior a probabilidade de ocorrer aumento da retração da argamassa. Nunes e Figueiredo (2007) relacionam a retração por secagem não somente à perda de água livre para o meio, mas também à perda de água dos vazios capilares e a remoção da água adsorvida pela pasta.

Além da retração por secagem, as argamassas podem apresentar retração autógena. Enquanto a retração por secagem é um fenômeno físico que consiste na perda de água livre para o ambiente, a retração autógena é um fenômeno químico que ocorre pelo consumo de água evaporável pelas reações de hidratação. Na retração autógena pode-se ainda observar uma reação físico-química chamada auto-secagem ou autodessecação, que consiste na redução de água livre dos poros que será adsorvida pela superfície de contato do cristal recém-formado (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Segundo Zhang, Tam e Leow (2003), a retração pode ser restringida pelo maior consumo de hidróxido de cálcio atribuído ao potencial pozolânico do material cerâmico. O estudo de Brekailo, Pereira e Pereira (2019) observou que o pó de cerâmica atendeu aos requisitos apresentados pela NBR 12653 (ABNT, 2014b) para pozolanas e indicou ser um material de baixa reatividade. Segundo Breitenbach *et al.* (2017), a retração também se dá por carbonatação em que a cal hidratada reage

com o gás carbônico presente no ar, formando carbonato de cálcio. Esta reação é acompanhada de redução de volume.

Segundo Kazmierczak, Kulakowski e Werle (2011) há uma tendência de aumento na velocidade de carbonatação devido à presença de partículas mais porosas que facilitam a passagem do CO₂ para o interior da argamassa. No estudo de Vieira *et al.* (2016) a incorporação de parcela cerâmica no agregado, resultou uma progressão de carbonatação mais rápida devido ao aumento de atividade pozolânica e também à maior porosidade deste agregado.

Segundo Levy (2001), o aumento do teor de agregado reciclado pode conduzir simultaneamente ao aumento da absorção de água e redução da frente de carbonatação. Os produtos químicos formados nas reações de carbonatação atuam de alguma forma como agentes retardadores da frente de carbonatação. Segundo A autora, 2021, o agregado com maior absorção, com maior superfície porosa, condiciona uma maior quantidade de grãos de cimento a se manterem aderidos à superfície, permitindo penetração de maior quantidade de pasta pelos poros. Isto faz com que aumente a aderência da interface, formando uma camada de blindagem em volta do agregado, reduzindo a permeabilidade, aumentando a reserva alcalina e dificultando o avanço da frente de carbonatação.

O estudo sobre o efeito da etringita secundária em concretos com agregados convencionais vem sendo realizado por outros pesquisadores, entre eles pode-se citar o trabalho de Adamapoulou *et al.* (2011), no qual foram analisadas amostras curadas em temperatura elevada com e sem a presença de sulfato. A formação de dois tipos de etringita secundária foi observada, sendo um primeiro tipo formado por cristais longos e de dimensões entre 10 a 100 µm, classificada como não expansiva e um segundo tipo, formada por cristais em forma de bastão e de comprimento entre 1 a 2 µm. O segundo tipo de cristais de etringita foi observado principalmente na presença de sulfatos e os cristais formados causaram alta expansão.

Colleparidi (2003) cita que a formação de etringita que ocorre no estado fresco do concreto não produz nenhuma expansão prejudicial, porém a etringita formada tardiamente no concreto endurecido pode produzir fissuras e fragmentação. No estudo de Taylor, Famy e Scrinever (2001) definiu-se que a taxa e a extensão final da expansão são influenciadas por três fatores: químico, que determina a quantidade de etringita que pode ser formada; microestrutura da pasta, que

determina as tensões produzidas por sua formação; e microestrutura do concreto ou argamassa, que determina a resposta do material a essas tensões.

Existem trabalhos que estudaram o agregado de RCD contaminado com sulfato, porém as pesquisas estão voltadas para o uso deste agregado como material de base para pavimentação (AGRELA *et al.*, 2014; BARBUDO *et al.*, 2012; VEGAS *et al.*, 2011).

O gesso também está sendo estudado como material reciclado na fabricação de argamassas, porém como material substituto aos aglomerantes atualmente utilizados, como podem ser observados nos trabalhos de Bardella (2011), Camarini e Pinheiro (2014) e Ferreira *et al.* (2015). Sobre o uso específico de agregados de RCD contaminados com sulfato como material constituinte de argamassas e concretos foram encontrados poucos trabalhos, podendo citar entre eles, Aguiar (2004), Colman *et al.* (2020), Colman *et al.* (2021) e Tovar-Rodrigues *et al.* (2013), nos quais os trabalhos eram específicos sobre argamassas e ABID *et al.* (2018) e Gallias (1998) que abordavam o uso deste material na fabricação de concretos.

Aguiar (2004) estudou os efeitos do uso de agregados reciclados contaminados por baixos teores de gesso de construção, em argamassas de assentamento de alvenarias. A metodologia empregada no trabalho estava baseada no envelhecimento acelerado das argamassas e realização da caracterização quanto à resistência à tração na flexão, resistência à compressão, módulos de elasticidade estático e dinâmico, e ensaios complementares de termogravimetria e análise química quantitativa de sulfatos solúveis e de sais solúveis totais nas argamassas. O estudo de caso em questão concluiu que agregados contaminados com baixos teores de gesso já foram suficientes para produzir alterações significativas no desempenho mecânico das argamassas e nos seus níveis de sulfatos solúveis. Como conclusão, recomendou-se um limite máximo de sulfatos solúveis na faixa de 0,1% a 0,2% sobre a massa de agregados reciclados.

Colman *et al.* (2020) realizaram estudos em argamassas produzidas com agregados reciclados fino (fração 0/4 mm) contaminados com gesso (teores de 0,47% e 3,08% de sulfato). As amostras de agregados reciclados eram provenientes de usinas (denominadas de resíduo misto) e uma amostra produzida em laboratório (resíduo de concreto), utilizada como referência. As amostras da usina foram recompostas para que a distribuição de tamanho de partículas coincidissem com o

reciclado de referência. Foi analisada a expansão através da análise da variação dimensional, de massa e frequência de ressonância, assim como caracterizadas quanto à resistência à flexão e compressão, nas idades 7, 28 e 180 dias. Os testes demonstraram que não ocorreu expansão prejudicial quando o agregado reciclado foi incorporado, sendo necessárias quantidades exageradas de sulfato incorporado, para apresentar expansão. Argamassas produzidas com teores de sulfato de até 0,6% não apresentaram reação de deterioração significativa.

Em outro estudo, Colman *et al.* (2021) analisaram argamassas produzidas com agregado fino reciclado produzido em laboratório contaminado com dois teores de sulfato (0,47% e 3,08%). As análises macroestruturais (variação dimensional, resistência à compressão e porosidade por intrusão de mercúrio) foram realizadas aos 7, 28, 90 e 180 dias. Análise microestrutural complementar foi realizada com microscopia eletrônica de varredura aos 90 dias para estudo da estrutura de poros e depósitos de etringita. A resistência à compressão aumentou ao longo do tempo, mas segundo os autores não apresentou correlação com a expansão correspondente, mas atribuíram ao teor de ar no interior da matriz. Quanto ao teor de sulfato, nenhum dano significativo foi observado pela análise da variação dimensional e a resistência à compressão em idades mais avançadas foi menor para as argamassas com menor teor de sulfato.

Tovar-Rodrigues *et al.* (2013) avaliaram a expansividade de argamassas de agregados reciclados miúdos, variando o tipo de cimento Portland, a consistência e o equivalente do teor de sulfatos solúveis em ácido (SO_3). A metodologia empregada foi análise das pastas de cimento através de difração de raios-X, a fim de analisar os compostos hidratados formados ao longo do tempo e análise em argamassas para avaliar as propriedades físicas e mecânicas, bem como a expansão ao longo do tempo. Neste estudo verificou que teores de SO_3 em massa de agregado de até 2,9% não comprometeram as propriedades relacionadas a durabilidade das argamassas. Observou-se também que argamassas produzidas com cimentos com conteúdo de C_3A limitado, não apresentaram melhoria dos resultados obtidos, sugerindo que a restrição de C_3A no estudo em questão não foi o suficiente para garantir resultados mais favoráveis à durabilidade.

No estudo de Abid *et al.* (2018), foi utilizada a substituição parcial e total de agregados reciclados miúdos e graúdos, contaminados por gesso, na fabricação dos concretos. As propriedades analisadas foram as resistências mecânicas e a

deformação por expansão. Os resultados demonstraram que quanto maior o percentual de agregados reciclados contaminados, menor foi a resistência e maior a expansão. Observou-se também maior influência nas propriedades quando a substituição de agregados envolvia parcelas miúdas e graúdas ao mesmo tempo.

No estudo de Gallias (1998) foram analisadas as resistências mecânicas, as medidas de expansão e os controles dos concretos preparados com agregados reciclados contaminados por gesso, e comparados com concreto de agregado natural. A metodologia aplicada está baseada na análise das propriedades mecânicas a nível macroestrutural. Os resultados obtidos mostram que quando o teor de gesso dos agregados reciclados é maior que 1% de SO_3 em massa de agregado, a resistência mecânica diminui. Porém, quando estudada a expansão das argamassas, esta se torna crítica com teores de adição de sulfato menores, em torno de 0,5% em massa. Quando o cimento Portland contendo menores quantidades de C_3A é utilizado na mistura, o teor adicional de sulfato no agregado reciclado pode exceder 1,2% de SO_3 em massa para expansão crítica.

Ao se fazer o levantamento de dados para elaboração do referencial teórico desta pesquisa, percebeu-se que em função da grande heterogeneidade de materiais que constituem os agregados reciclados há uma maior dificuldade em se fazer estudos comparativos. Outro ponto está relacionado à caracterização física do agregado reciclado que deveria seguir uma normativa específica que considerasse suas características particulares, podendo-se citar como exemplo a definição de curvas granulométricas diferenciadas dos agregados naturais.

Ainda é limitada a poucos trabalhos científicos a discussão do mecanismo de expansão para os compósitos cimentícios produzidos com agregados reciclados e ainda mais escassos quando se analisa a influência da granulometria, tipologia, ambiente de exposição e cronologia. Muitos dos estudos desenvolvidos restringiram a análise dos resultados a idades inferiores há 180 dias, sendo que uma faixa maior de tempo deve ser contemplada para verificar o comportamento das argamassas em idades mais avançadas.

Por fim, não foram encontrados trabalhos que detalhassem o mecanismo de expansão dos cristais formados no interior da argamassa, de forma que considerassem individualmente a influência das variáveis relacionadas as particularidades dos agregados reciclados, tais como granulometria e tipologia. Da mesma forma percebe-se uma lacuna de conhecimento quando se analisa o ataque

por sulfato interno em argamassas de agregado reciclado contaminados com gesso, principalmente em idades mais avançadas e em ambientes de exposição diferentes.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental foi elaborado com os seguintes objetivos: Avaliar a interação entre os compostos do cimento e dos resíduos de construção constituintes do agregado reciclado ao ser contaminado com diferentes teores de sulfato de cálcio adicionado e verificar se esta interação contribui para o ataque interno por sulfato em argamassas de cimento Portland. Neste capítulo, serão apresentadas as variáveis de estudo e o planejamento experimental.

3.1 VARIÁVEIS DE ESTUDO

As variáveis de estudo podem ser divididas em independentes, aquelas que não apresentam perturbações por qualquer outro fator, e variáveis dependentes ou variáveis de resposta, que apresentam variação em função das variáveis independentes, que na prática, são as leituras obtidas nos ensaios realizados. A seguir estão dispostas as variáveis do estudo:

3.1.1 Variáveis independentes

Para a presente pesquisa foram definidos quatro grupos de variáveis independentes que estão descritos a seguir:

- a) Composição mineralógica do agregado miúdo (2 (duas)): agregado de resíduo de construção e demolição, sendo um definido como ARC (agregado reciclado de concreto) e outro como ARM (agregado reciclado misto). Esta variável foi definida de forma a permitir a análise da interação entre o resíduo de gesso e os resíduos de construção com diferentes composições, destacando a parcela cerâmica como diferencial entre as duas composições.
- b) Composição granulométrica do agregado miúdo (3 (três)): foram utilizadas três curvas granulométricas para o agregado miúdo sendo uma enquadrada dentro da zona ótima (DZO), outra dentro da zona utilizável superior (DZUS) (NBR 7211 (ABNT, 2019a)) e uma terceira curva enquadrada acima da zona utilizável superior (AZUS). Esta variável foi definida de forma a permitir a análise do comportamento das argamassas

com agregados de diferentes granulometrias e a influência da distribuição do tamanho das partículas nas propriedades das argamassas.

- c) Porcentagem de contaminante de sulfato de cálcio (3 (três)): foram utilizadas três porcentagens de contaminante (teor de SO_3), sendo 0% (referência), 1% (limite de norma – NBR 15.116 (ABNT, 2021)) e 3% (valor de norma extrapolado). Esse teor corresponde à porcentagem em relação à massa de agregado. Esta variável foi definida de forma a permitir a análise da influência do teor de gesso como contaminante.
- d) Idades de controle (7 (sete)): 3, 7, 28, 180, 360, 540 e 720 dias.

Durante, aproximadamente 720 dias foram realizados ensaios periódicos de caracterização buscando monitorar as propriedades e as alterações nas argamassas. No Quadro 11 estão apresentados os traços resultantes em função do tipo de agregado, curva granulométrica e teor de contaminante.

Quadro 11– Tratamentos propostos na pesquisa em função das variáveis independentes

Traço	Tipologia do agregado	Curva Granulométrica	Teor de contaminante (SO_3)
1	ARC	DZO	0%
2	ARC	DZO	1%
3	ARC	DZO	3%
4	ARC	DZUS	0%
5	ARC	DZUS	1%
6	ARC	DZUS	3%
7	ARC	AZUS	0%
8	ARC	AZUS	1%
9	ARC	AZUS	3%
10	ARM	DZO	0%
11	ARM	DZO	1%
12	ARM	DZO	3%
13	ARM	DZUS	0%
14	ARM	DZUS	1%
15	ARM	DZUS	3%
16	ARM	AZUS	0%
17	ARM	AZUS	1%
18	ARM	AZUS	3%

Fonte: A autora, 2021

3.1.2 Variáveis dependentes

Para a presente pesquisa foram definidas as variáveis dependentes que estão descritos a seguir:

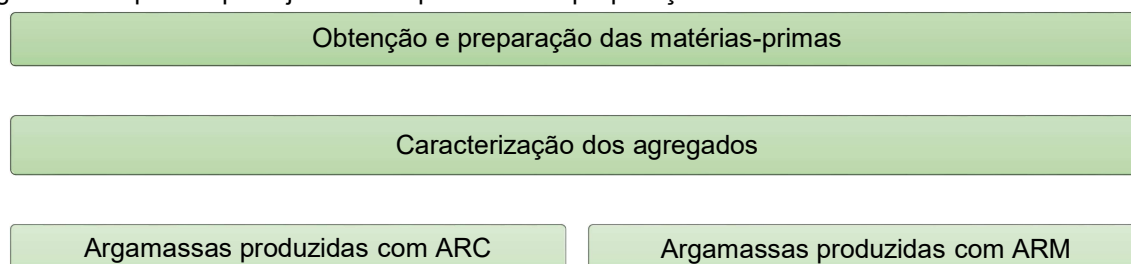
- a) Variação dimensional de barras de argamassa;
- b) Resistência à compressão axial;
- c) Resistência à tração por compressão diametral;
- d) Absorção por capilaridade e por imersão;
- e) Alterações microestruturais: tipologia dos cristais e classificação.

Quanto à tipologia dos cristais de etringita, fez-se o uso de micrografias e difratometrias para determinar a fase observada e então as mesmas foram classificadas quanto à dimensão do cristal, local de formação, intensidade de pico (concentração de cristais) e sua contribuição no efeito expansivo das argamassas. Para análise de propriedades físicas e mecânicas das argamassas foram moldados cinco corpos de prova para cada traço e por idade de avaliação dos resultados. Para o ensaio de variação dimensional foram produzidos prismas de argamassa com dimensões de (25 x 25 x 285) mm e para os demais ensaios, corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura.

3.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

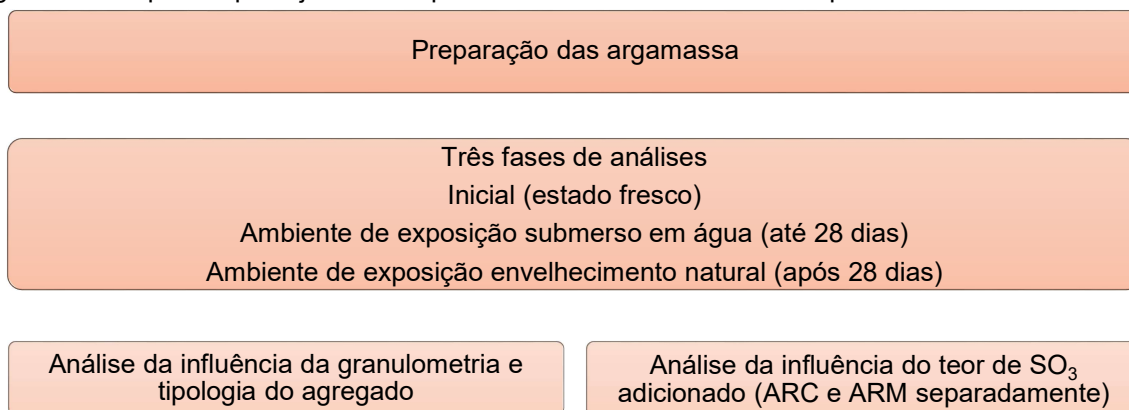
Para análise da durabilidade de argamassas produzidas com agregado reciclado contaminado com gesso, foi desenvolvido o planejamento experimental que contemplou as variáveis dependentes e independentes como a sequência de atividades a serem desenvolvidas. Na Figura 9 e Figura 10 estão apresentadas as etapas do planejamento experimental.

Figura 9 - Etapas do planejamento experimental – preparação dos materiais



Fonte: A autora, 2021

Figura 10 - Etapas do planejamento experimental – desenvolvimento do processo de análise



Fonte: A autora, 2021

A pesquisa foi dividida em duas etapas sendo que a primeira se referiu à etapa de caracterização dos materiais, constituída de sub-etapas de aquisição e preparação dos materiais e sua caracterização física e química, descrita no Capítulo 4. A segunda etapa abrangeu a produção das argamassas e análise da influência da granulometria, tipologia e do teor de SO_3 adicionado como contaminante de agregados de RCD. O Capítulo 5 abordou a análise do comportamento das argamassas em função das características dos agregados. O capítulo 6 abordou o estudo do ataque por sulfato interno em argamassas produzidas com ARC e o capítulo 7 teve este mesmo estudo para argamassa com ARM.

No agregado miúdo de resíduo, após estar na sua composição definida para cada curva granulométrica e constituição como ARC e ARM, foram feitas as seguintes análises: massa específica NBR NM 52 (ABNT, 2009a), massa unitária NBR NM 45 (ABNT, 2006), índice de vazios NBR NM 45 (ABNT, 2006), absorção NBR NM 30 (ABNT, 2001), reação álcali-agregado NBR 15577-4 (ABNT, 2018b), fluorescência de raios-X (FRX-WDS), difração de raios-X (DRX) e teor de argamassa aderida. Cabe ressaltar que a granulometria (seção 4.1.3) e porcentagem de material pulverulento (seção 3.3.3) foram previamente definidos não necessitando assim nova caracterização.

O ensaio de FRX por WDS foi realizado em um espectrômetro modelo Rigaku ZSX Primus II, instalado no Complexo de Laboratório Multiusuário (C-LABMU) da UEPG. O ensaio de DRX foi realizado em um difratômetro Rigaku Ultima IV, instalado no C-LABMU-UEPG. O passo adotado no ensaio foi de $0,02^\circ$ e tempo por passo de 1 s, o intervalo de varredura foi de 5° e 75° (2θ). Utilizou-se a radiação Cu-K α (40 kV, 30 mA) e uma fenda divergente de 1° . As fases químicas minerais

foram identificadas por comparação com os padrões do ICDD (*International Centre for Diffraction Data*).

O procedimento de ensaio para determinação do teor de argamassa aderida consiste na dissolução da pasta de cimento aderida quando o agregado reciclado é imerso em uma solução de ácido clorídrico (TAM; TAM; LE, 2007; ISMAIL; RAMLI, 2013). As amostras inicialmente foram secas em estufa por 24 horas e depois foram submersas em solução de HCl de molaridade igual a 0,5 por 72 horas. Após o tempo de imersão, as amostras foram lavadas e posteriormente secas novamente em estufa por 24 horas. Após a secagem as amostras foram peneiradas e o resíduo retido foi pesado para determinação do percentual de argamassa aderida. O ensaio precisou ser adaptado para realização com agregado miúdo para que não ocorresse perda de material no processo, esta adaptação está descrita no Apêndice A.

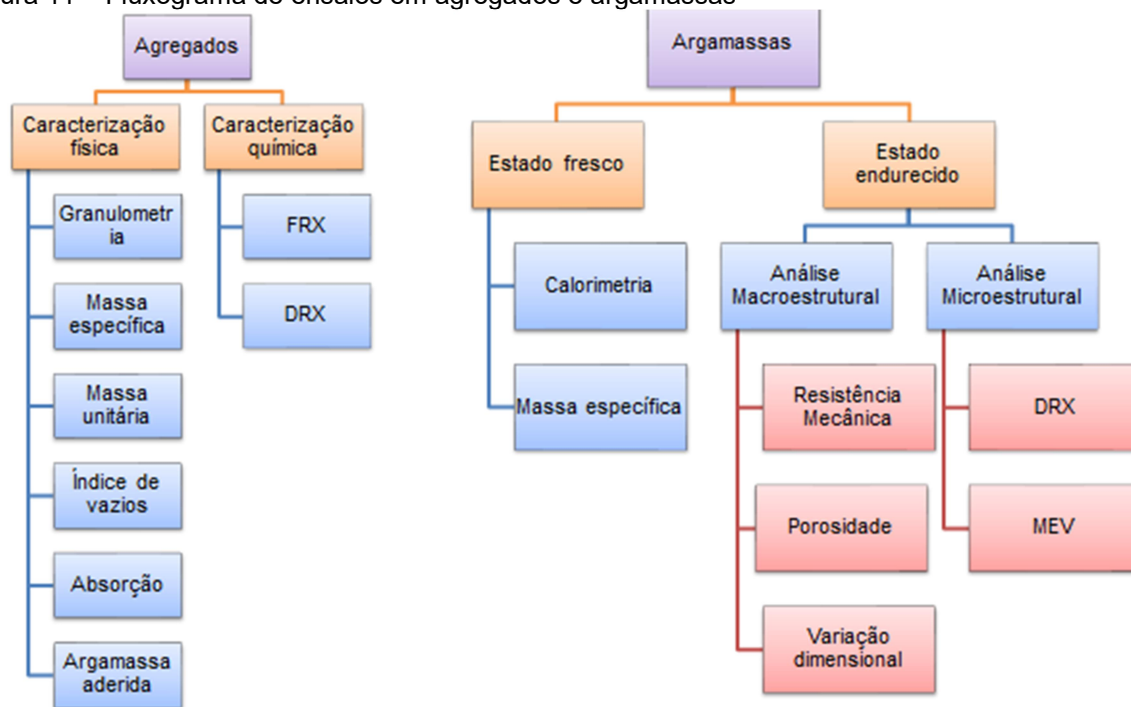
O pó de resíduo de concreto e cerâmico utilizado como parcela de finos na constituição do agregado, o cimento e o pó de gesso hidratado, também tiveram suas caracterizações realizadas. Para este caso foi feita a preparação do material por meio de peneiramento até a obtenção de um pó com granulometria passante na peneira de 75µm. Os ensaios de caracterização físico-química nesta fase foram: granulometria a laser, FRX, DRX, massa específica absoluta pelo método de picnometria com gás hélio e área específica pelo método de permeabilidade ao ar de Blaine (ABNT, 2015b).

Para o ensaio de granulometria a laser utilizou-se o granulômetro a laser modelo CILAS 920, com faixa de medição de 0,03-400 µm. No presente estudo foi usado como meio dispersante o álcool isopropílico. O ensaio de massa específica foi realizado pelo método de picnometria com gás hélio no equipamento Ultrapycnometer 1000 da marca Quantachrome instruments.

Para a análise em argamassas, foram realizados estudos (Figura 11) no estado fresco analisando a densidade de massa NBR 13278 (ABNT, 2005a) e o calor de hidratação. No estado endurecido da argamassa foram realizados os ensaios de variação dimensional NBR 15261 (ABNT, 2005b), absorção por imersão NBR 9778 (ABNT, 2009b) e por capilaridade NBR 9779 (ABNT, 2012), resistência à compressão axial NBR 7215 (ABNT, 2019b) e resistência à tração por compressão diametral NBR 7222 (ABNT, 2011). Para complementar as análises, as argamassas

no estado endurecido também foram caracterizadas por DRX e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

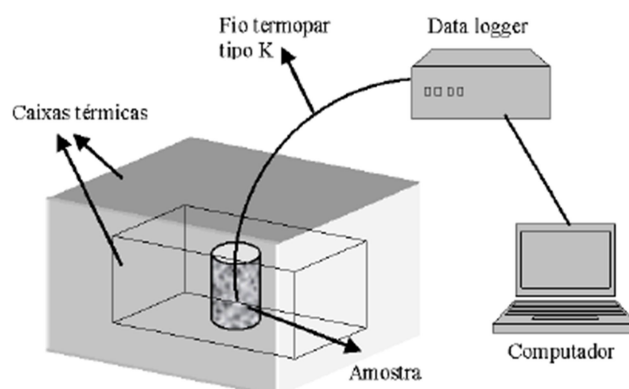
Figura 11 – Fluxograma de ensaios em agregados e argamassas



Fonte: A autora, 2021

A medição da evolução de calor foi realizada utilizando um calorímetro semi-adiabático tipo Langavant (Figura 12). As leituras da temperatura dos corpos de prova foram obtidas utilizando sensores termopares ligados a um dispositivo eletrônico. Os corpos de prova foram colocados em recipientes adequados para controle de temperatura, para que ocorra redução ao máximo de fluxo de ar entre a amostra e o recipiente.

Figura 12 - Calorímetro semi-adiabático para medição da evolução de calor de hidratação



Fonte: Adaptado de: ANDRADE (2008).

Ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) foram realizados para todas as argamassas. As imagens em microscopia foram obtidas com o uso de um microscópio FEG SEM, Tescan, Mira 3, com detectores SE, BSE e microsonda analítica de raios X Oxford X-Maxn 50 (EDS), instalado no C-LABMU da UEPG, com metalização superficial das amostras em ouro.

Para a avaliação da resistência à compressão axial e tração por compressão diametral foi utilizada uma prensa marca SOLOCAP, Modelo CI de 100 toneladas-força de capacidade, com controle de velocidade de aplicação de carga.

Todos os corpos de prova, sejam cilíndricos ou prismáticos, foram submetidos à cura úmida por 28 dias após a desmoldagem. Finalizado o prazo de 28 dias, as amostras foram deixadas em ambiente externo expostas ao envelhecimento natural até a data de realização dos ensaios. Para evitar que a situação de saturação do corpo de prova fosse uma variável no ensaio de resistência à compressão, todas as amostras foram submetidas novamente a imersão em água por 72 horas antes do ensaio. Este procedimento foi definido para que as amostras com datas superiores aos 28 dias estivessem no mesmo estágio de saturação que as amostras que estavam constantemente em cura úmida até a data de ensaio (datas de 3, 7 e 28 dias).

Para analisar se o procedimento de cura escolhido teve influência sobre os resultados na faixa de idade entre 28 e 180 dias, foram realizados ensaios de variação dimensional para outros dois tipos de cura. Para a segunda situação de cura foi utilizado ciclos de molhagem e secagem, onde as barras de argamassa ficaram submersas por 3 dias em água à temperatura ambiente e depois por processo de secagem em estufa à temperatura de 40°C pelo período de 4 dias, sendo este ciclo repetido pelo tempo de 180 dias. A terceira situação de cura foi realizada com os corpos de prova totalmente submersos pelo tempo de 180 dias. O objetivo desta terceira situação foi verificar se o período de cura no qual as argamassas ficam submersas interfere de maneira mais significativa na variação dimensional das barras.

Para a análise estatística dos dados foi aplicada a Análise de Variância (ANOVA) e utilizado o Teste de Tukey com 5% de probabilidade de erro.

3.3 DEFINIÇÃO DO TRAÇO DA ARGAMASSA

Foi definido um traço padrão que foi mantido constante para todas as argamassas moldadas na pesquisa, sendo 1 (uma) parte de cimento para 3,2 partes de agregado miúdo (sem considerar o teor de material pulverulento), e relação água/cimento de 0,60 (sem considerar a água de pré-umedecimento). A consistência das argamassas neste trabalho foi mantida constante, com índice de consistência médio de $250\text{mm} \pm 5\text{mm}$. Para obtenção deste índice constante, sem alteração da relação água-cimento, foi feita a dosagem de aditivo superplastificante de policarboxilato necessário em cada traço produzido.

3.3.1 Processo de produção das argamassas

A produção das argamassas foi seguindo o procedimento de mistura citado na NBR 7215 (ABNT, 2019b) e a ordem de preparação e colocação dos materiais será descrito a seguir.

Preparação dos agregados: foi realizada a homogeneização do agregado e da parcela fina ($<75\ \mu\text{m}$) de resíduo correspondente (material pulverulento). Após a homogeneização foi adicionada a quantidade de água de pré-umedecimento e feita a mistura durante dois minutos para eliminação de grumos de agregados. Este procedimento ocorreu 10 minutos antes do momento em que o cimento entrou em contato com a água do processo de mistura dos materiais.

Aditivo: o aditivo foi adicionado à água de amassamento.

Resíduo de gesso: o resíduo de gesso foi misturado e homogeneizado com a parcela cimentícia, com o objetivo de melhor distribuição das partículas na pasta de cimento antes da colocação dos agregados na mistura.

3.3.2 Água de pré-umedecimento

A NBR 15.116 (ABNT, 2021) recomenda a etapa de pré-umedecimento do agregado de resíduo de construção para melhor desempenho na etapa de preparo das misturas. Esta etapa visa preparar o agregado, saturando superficialmente os poros existentes, de forma que a água destinada para a mistura e hidratação do cimento não seja comprometida.

A partir da metodologia de ensaio de absorção de agregados (ABNT, 2001) foi calculada a absorção para 10 minutos de imersão, que é o tempo, segundo a literatura (Quadro 1), estipulado para que o agregado atinja uma absorção em torno de 70% do total esperado para o ARC e para o ARM. Para o ARC a quantidade de água de pré-umedecimento foi de 4,1% em relação à massa total de agregado (agregado + material pulverulento) e para o ARM foi de 5% em relação à massa total de agregado.

3.3.3 Material pulverulento

Complementando a composição da curva granulométrica dos agregados foi estipulada a porcentagem de material pulverulento (partículas menores que 75 μm) em 10% da massa total de agregado miúdo (frações acima de 75 μm). A definição deste teor está embasada em pesquisas anteriores, analisando a curva granulométrica de agregados reciclados e os teores de material pulverulento encontrados. Este levantamento foi apresentado no Quadro 2 onde foi possível observar que os valores se encontram na faixa entre 1% e 14% para ARC e 2% e 25% para ARM, sendo que o valor escolhido de 10% se encontra dentro das duas faixas.

3.3.4 Teor de gesso adicionado como contaminante

Para a determinação do teor de gesso a ser adicionado como contaminante no agregado de RCD, primeiramente pesquisou-se normas nacionais e internacionais (Quadro 4) e estudos anteriores relacionados ao tema (Quadro 3), onde se obteve os principais teores de SO_3 permitidos como parcela constituinte de agregados utilizados na produção de argamassas e concretos.

Para produção das argamassas foi necessária a transformação do teor de SO_3 em teor de gesso dihidratado, pois este foi o material adicionado efetivamente. Através de cálculo estequiométrico (Equação 8) foi possível determinar as porcentagens dos teores de CaO , SO_3 e H_2O e então obter a porcentagem correspondente a cada um dos elementos constituintes da gipsita. Estes dados estão apresentados na Tabela 1.

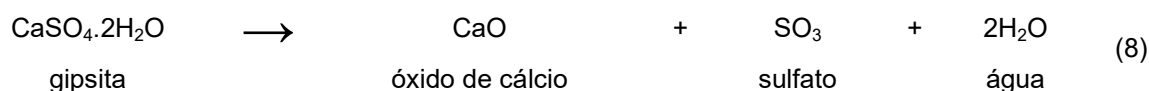


Tabela 1 – Porcentagem correspondente do composto em relação a gipsita

Composto	% Correspondente
CaO	32,57
SO ₃	46,50
2.H ₂ O	20,93

Fonte: A autora, 2021

As argamassas de referência têm 0% de teor de SO₃ em sua constituição, sendo este o primeiro teor considerado para a pesquisa. O segundo teor de SO₃ definido para a argamassa foi baseado em limite de normas nacionais e internacionais. Estes limites estão enquadrados na faixa entre 0,15% e 1% da massa total de agregado conforme pode ser observado no Quadro 4. Então se definiu o valor de 1% de SO₃ para o segundo teor utilizado na pesquisa.

Para definição do terceiro teor de SO₃ foi realizado o ensaio de consistência e foi sendo adicionados teores de gesso até que ocorresse a perda de trabalhabilidade e respeitando o limite máximo de aditivo recomendado pelo fabricante. A partir da análise dos resultados obtidos nesta etapa é que foi extraído o valor do terceiro teor de SO₃ a ser utilizado na produção das argamassas, sendo escolhido o teor de 3% de SO₃.

Este valor de teor escolhido (3%) atende aos seguintes requisitos: a) teor acima do valor limite citado em normativas; b) argamassa com trabalhabilidade adequada dentro da faixa de estudo; e, c) demanda da quantidade de aditivo enquadrado na faixa definida pelo fabricante. A Tabela 2 apresenta o resumo dos teores de SO₃ e teor de gesso correspondente utilizados na pesquisa em relação à massa total de agregados.

Tabela 2 – Valores de teor de SO₃ e o teor correspondente de gesso

% SO ₃	% Gesso hidratado
0	0,00
1	2,15
3	6,45

Fonte: A autora, 2021

Somando-se o teor de pó do agregado e o teor de resíduo de gesso hidratado obtém-se um valor total de finos inferior ao definido pela norma NBR 15.116 que é de 20% no caso mais crítico estudado (ABNT, 2021). Desta forma mantém-se o teor total de material passante na peneira de malha 75 μm dentro dos limites de norma para agregado de RCD.

3.3.5 Aditivo Superplastificante de Policarboxilato

A Tabela 3 mostra os teores em relação à massa de cimento do aditivo superplastificante de policarboxilato utilizado na produção das argamassas estudadas, apresentando a variação do teor de aditivo em função do teor de SO_3 adicionado para cada argamassa de acordo com a tipologia e granulometria do agregado.

Tabela 3 – Teor de aditivo superplastificante (%)

Tipologia	Argamassa								
	DZO 0% SO_3	DZO 1% SO_3	DZO 3% SO_3	DZUS 0% SO_3	DZUS 1% SO_3	DZUS 3% SO_3	AZUS 0% SO_3	AZUS 1% SO_3	AZUS 3% SO_3
ARC	2,00	2,40	3,40	2,00	2,30	3,20	2,05	2,35	3,20
ARM	2,60	2,80	3,40	2,50	2,50	3,30	2,10	2,00	2,90

Fonte: A autora, 2021

3.3.6 Teor de ar aprisionado

Para o cálculo do teor de ar aprisionado e rendimento foi utilizada a NBR 9833 (ABNT, 2008) para todas as argamassas e estão apresentados na Tabela 4 para os tratamentos com ARC e Tabela 5 para os tratamentos com ARM.

Tabela 4 – Rendimento e teor de ar para as argamassas com ARC (NBR 9833:2008)

Propriedade	Unidade	Argamassa								
		DZO 0%	DZO 1%	DZO 3%	DZUS 0%	DZUS 1%	DZUS 3%	AZUS 0%	AZUS 1%	AZUS 3%
Rendimento	m^3	0,0026	0,0037	0,0027	0,0026	0,0026	0,0026	0,0025	0,0026	0,0026
Teor de ar	%	5,3	7,4	5,1	7,0	5,6	4,9	3,7	3,8	2,5

Fonte: A autora, 2021

Tabela 5 - Rendimento e teor de ar para as argamassas com ARM (NBR 9833:2008)

Propriedade	Unidade	Argamassa								
		DZO 0%	DZO 1%	DZO 3%	DZUS 0%	DZUS 1%	DZUS 3%	AZUS 0%	AZUS 1%	AZUS 3%
Rendimento	m³	0,0026	0,0027	0,0027	0,0026	0,0026	0,0027	0,0026	0,0026	0,0026
Teor de ar	%	6,4	7,1	4,8	6,8	6,6	5,2	4,9	4,2	2,7

Fonte: A autora, 2021

3.3.7 Consumo de material por metro cúbico de argamassa

O consumo de materiais para um metro cúbico de argamassa, considerando o teor de ar aprisionado, está disposto na Tabela 6 para ARC e Tabela 7 para ARM.

Tabela 6 – Consumo de materiais - argamassas produzidas com ARC, em kg/m³

Materiais (kg/m³)	Argamassa								
	DZO 0%	DZO 1%	DZO 3%	DZUS 0%	DZUS 1%	DZUS 3%	AZUS 0%	AZUS 1%	AZUS 3%
Cimento CP-II F*	369,39	348,15	356,03	358,51	364,36	360,16	380,31	375,27	375,88
Agregado	1300,26	1225,48	1253,24	1261,94	1282,55	1267,76	1338,68	1320,96	1323,10
Gesso	0,00	23,95	73,49	0,00	25,07	74,34	0,00	25,82	77,58
Água (a/c)	221,64	208,89	213,62	215,10	218,62	216,10	228,18	225,16	225,53
Água de umedecimento	53,78	50,69	51,84	52,20	53,05	52,44	55,37	54,64	54,73
Aditivo	7,39	8,36	12,11	7,17	8,38	11,89	7,80	8,82	12,03

Fonte: A autora, 2021

Nota: (*) no cálculo do consumo de cimento já foi descontado o volume correspondente ao teor de ar aprisionado na argamassa, apresentado na Tabela 4.

Tabela 7 - Consumo de materiais - argamassas produzidas com ARM, em kg/m³

Materiais (kg/m³)	Argamassa								
	DZO 0%	DZO 1%	DZO 3%	DZUS 0%	DZUS 1%	DZUS 3%	AZUS 0%	AZUS 1%	AZUS 3%
Cimento CP-II F*	356,61	346,23	354,29	356,37	354,12	355,06	367,45	369,04	370,51
Agregado	1255,28	1218,73	1247,10	1254,41	1246,49	1249,83	1293,42	1299,03	1304,19
Gesso	0,00	23,82	73,13	0,00	24,36	73,29	0,00	25,39	76,47
Água (a/c)	213,97	207,74	212,57	213,82	212,47	213,04	220,47	221,43	222,30
Água de umedecimento	62,17	60,36	61,77	62,13	61,74	61,9	64,06	64,34	64,59
Aditivo	9,27	9,69	12,05	8,91	8,85	12,07	7,72	7,38	10,74

Fonte: A autora, 2021

Nota: (*) no cálculo do consumo de cimento já foi descontado o volume correspondente ao teor de ar aprisionado na argamassa, apresentado na Tabela 5.

4 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

4.1 OBTENÇÃO E PREPARAÇÃO DOS MATERIAIS

4.1.1 Cimento

O cimento utilizado foi o CP II F – 32, obtido comercialmente em loja de material de construção. Este tipo de cimento foi escolhido por conter somente adição de fíler, que devido à dimensão dos seus grãos pode funcionar como um lubrificante pelo alojamento destas partículas entre os grãos de cimento. Esta adição é a que menor interferência pode ter sobre a análise da influência do gesso na cinética de hidratação do cimento.

4.1.2 Aditivo

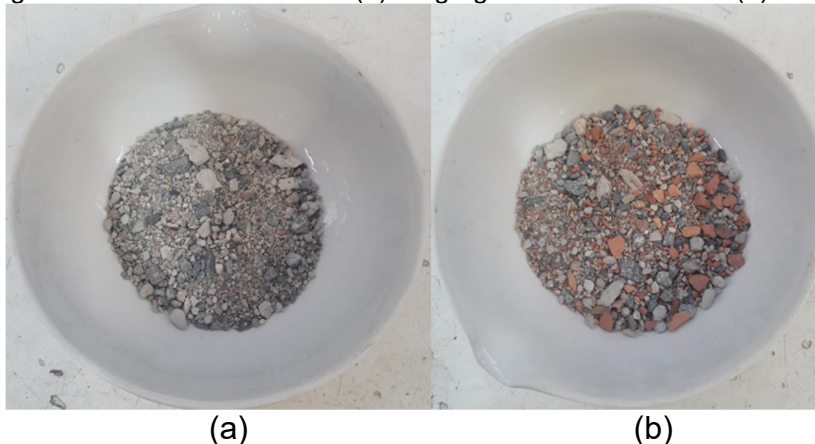
A argamassa produzida nesta pesquisa tem em sua constituição alto teor de finos (material passante na peneira de malha 75 μm) devido ao pó dos resíduos de construção e ao contaminante gesso hidratado. Para que fosse possível manter uma boa trabalhabilidade da argamassa para todos os teores ensaiados, sem que houvesse o comprometimento da relação água/cimento, considerado constante nesta pesquisa, foi necessária a utilização de aditivo superplastificante. O aditivo utilizado nesta pesquisa foi o superplastificante sintético de alto desempenho de polímero policarboxilato - MC-Power Flow 1180.

4.1.3 Agregado

O agregado que foi utilizado na pesquisa é classificado segundo a NBR 15.116 (ABNT, 2021) e foi obtido através de britagem de resíduo de construção. Foram utilizados na pesquisa dois tipos de agregados reciclados, um definido como Agregado Reciclado de Concreto (ARC) proveniente somente de resíduos de concreto (Figura 13a) e outro como Agregado Reciclado Misto (ARM) que contém além do resíduo de concreto, uma parcela de resíduo cerâmico. Pela norma, para ser classificado como resíduo misto, o agregado deve possuir em sua constituição

um teor de material cerâmico superior a 10%. Para a presente pesquisa definiu-se como teor a ser trabalhado, 20% como parcela cerâmica no ARM (Figura 13b).

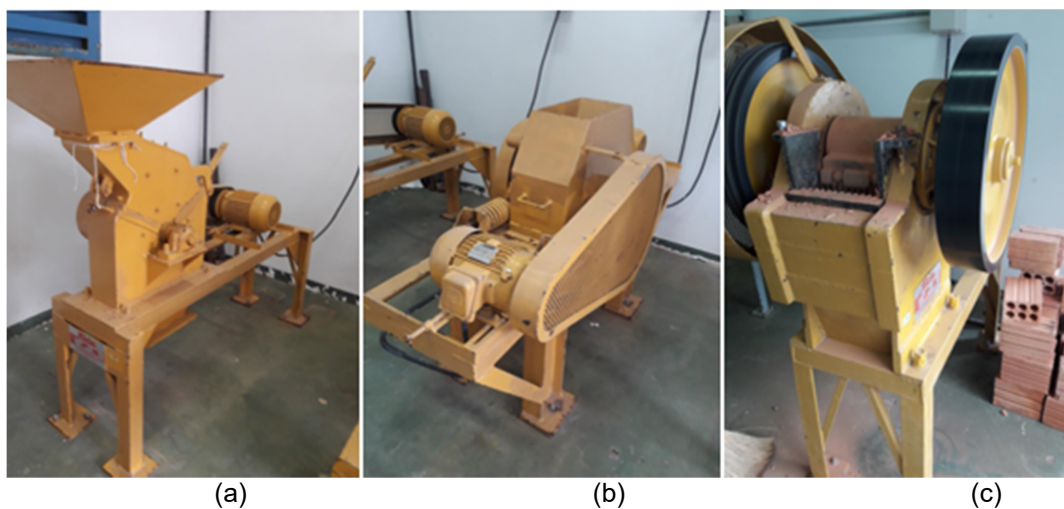
Figura 13 – Agregado Reciclado de Concreto (a) e Agregado Reciclado Misto (b)



Fonte: A autora, 2021

O ARC utilizado nesta pesquisa foi adquirido de empresa de reciclagem de resíduos de concreto. O ARM foi produzido em laboratório, onde primeiramente foi feita a britagem de material cerâmico (tijolos) para a obtenção da parcela cerâmica do ARM. Esta etapa foi desenvolvida nos laboratórios do SENAI – Ponta Grossa, através de britadores de martelo, rolo e mandíbulas da marca Furlan (Figura 14). Foi necessária a utilização destes diferentes tipos de britadores para obtenção de partículas nas granulometrias que seriam trabalhadas na pesquisa. Após a britagem do material cerâmico, este foi incorporado ao ARC citado anteriormente, compondo assim 20% de agregado cerâmico e 80% de agregado de concreto.

Figura 14 – Britadores de martelo (a), de rolo (b) e de mandíbula (c)



Fonte: A autora, 2021

Para que o presente estudo tenha maior repetitividade em trabalhos futuros, optou-se pela definição de algumas curvas granulométricas baseada na classificação apresentada pela NBR 7211 (ABNT, 2019a) e de informações extraídas da literatura. Para embasar esta decisão, foram pesquisados em bases literárias (artigos, dissertações e teses), estudos desenvolvidos com agregados de RCD e suas características quanto ao módulo de finura e classificação de acordo com as zonas granulométricas definidas pela norma. Foram mais de 200 trabalhos pesquisados entre dissertações, teses e artigos nacionais e internacionais. O Quadro 12 apresenta uma amostra do levantamento realizado que serviu de referência para definição das faixas granulométricas a serem trabalhadas na presente pesquisa.

Quadro 12– Levantamento de pesquisas com RCD - classificação quanto à zona granulométrica.

Zona Granulométrica	MF	Tipo de Publicação	Quantidade	Total	Autor (Data)
Abaixo ZUI	< 1,55	Nacional	1	2	MIRANDA; SELMO (2006)
		Internacional	1		KATZ; KULISCH (2017)
		Tese/dissertação	0		
ZUI	1,55 - 2,20	Nacionais	3	5	ALENCAR; CABRAL (2013) - MIRANDA; SELMO (2006) - TAVEIRA (2010)
		Internacionais	0		
		Tese/dissertação	2		AGUIAR (2004) - MIRANDA (2005)
ZO	2,20 - 2,90	Nacionais	6	17	LINTZ ET AL (2012) - LYRA; ASSIS; VIEIRA (2013) - MALTA ET AL (2014) - SIMELI ET AL (2007) - TENÓRIO ET AL (2012) - VIEIRA; DAL MOLIN; LIMA (2004)
		Internacionais	6		CUENCA-MOYANO ET AL (2014) - EVANGELISTA; BRITO (2007) - KATZ; KULISCH (2017) - MARTINEZ ET AL (2013) - MUÑOZ-RUIPEREZ ET AL (2016) - PAN ET AL (2017)
		Tese/dissertação	5		CABRAL (2007) - LAPA (2011) - LEITE (2001) - PEDROZO (2008) - PRADO (2006)
ZUS	2,90 - 3,50	Nacionais	2	13	COSTA; SANTOS (2013) - SANTOS; SANTOS; ALBUQUERQUE (2013)
		Internacionais	5		GÜNEYIS ET AL (2016) - KATZ; KULISCH (2017) - KUMAR; ANANTHAN; BALAJI (2017) - MARTINEZ ET AL (2013) - MUÑOZ-RUIPEREZ ET AL (2016)
		Tese/dissertação	6		GONÇALVES (2001) - HOOD (2006) - JOCHEM (2012) - LEVY (2001) - LOVATO (2007) - PERIUS (2009)
Acima ZUS	> 3,50	Nacionais	0	7	
		Internacionais	6		GÓMEZ-SOBERÓN (2002) - KHATIB (2005) - LEDESMA (2015) - SAIZ-MARTINEZ; GONZALEZ-CORTINA; FERNANDEZ-MARTINEZ (2015) - SAIZ-MARTINEZ ET AL (2016) - STEFANIDOU; ANASTASIOU; GEORGIADIS FILIKAS (2014)
		Tese/dissertação	1		LEVY (2001)

Fonte: A autora, 2021

Nota: ZUI (Zona Utilizável Inferior); ZO (Zona Ótima); ZUS (Zona Utilizável Superior) – NBR 7211 (ABNT, 2009a).

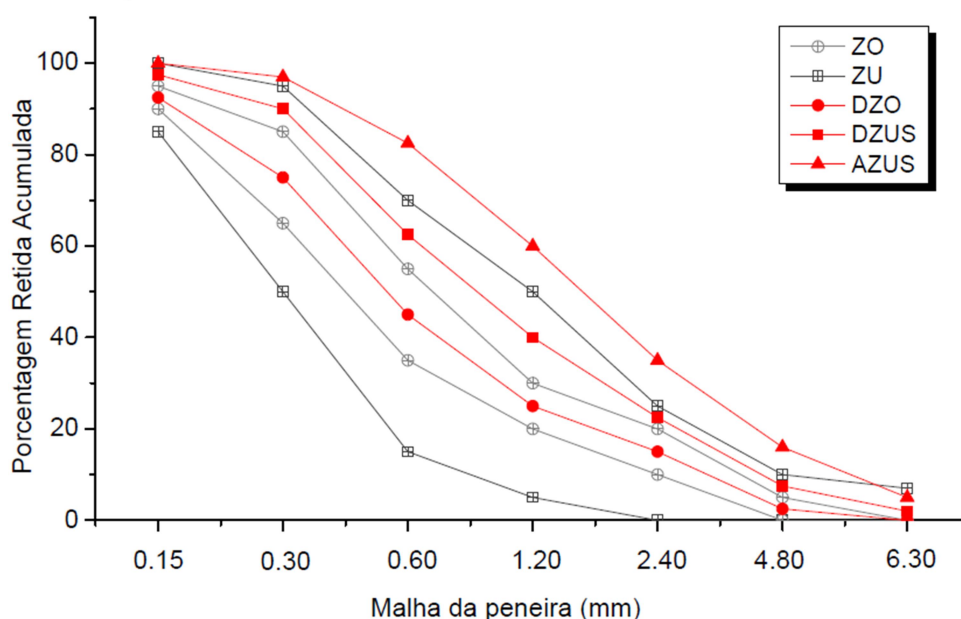
Pelo levantamento elaborado ficou evidente que duas curvas estariam dentro do proposto pela norma e deveriam ser utilizadas para retratar a realidade

encontrada no cenário nacional e internacional. Então inicialmente definiu-se utilizar um agregado que se enquadrasse dentro da Zona Ótima (DZO) e outro que se enquadrasse dentro da Zona Utilizável Superior (DZUS). Como observado no Quadro 12, são poucos os trabalhos que utilizaram agregados reciclados com sua composição granulométrica enquadrada na Zona Utilizável Inferior ou abaixo desta. Provavelmente este cenário se deve ao processo de beneficiamento do resíduo que acaba produzindo um material de granulometria mais grossa.

Deve-se também considerar que quanto mais fino for o agregado, maior será sua área específica e maior será a parcela de material cerâmico e argamassa aderida devido à maior facilidade destes materiais serem reduzidos a partículas menores. Estes fatores influenciam de forma considerável na quantidade de água a ser adicionada à mistura para manter boa trabalhabilidade, agindo diretamente na porosidade, absorção e massa específica destes agregados (BUTTLER, 2003; MEHTA; MONTEIRO, 2014; WEIDMANN, 2008). Esses materiais são mais porosos e conseqüentemente menos resistentes. Então, com base no Quadro 12 e outros estudos anteriores, optou-se por excluir do presente estudo agregados reciclados que se encontrassem na Zona Utilizável Inferior (ZUI) ou abaixo desta.

Porém o estudo sobre curvas granulométricas apresentou outro cenário importante, mostrando um diferencial quando relacionado ao estudo de agregados naturais. Observou-se que muitas pesquisas anteriores (GÓMEZ-SOBERÓN, 2002; KHATIB, 2005; LEDESMA, 2015; SAIZ-MARTINEZ; GONZALEZ-CORTINA; FERNANDEZ-MARTINEZ, 2015; SAIZ-MARTINEZ *et al.*, 2016 STEFANIDOU; ANASTASIOU; GEORGIADIS FILIKAS, 2014) classificaram os agregados utilizados como pertencentes a uma zona granulométrica acima da apresentada na NBR 7211 (ABNT, 2019a), ou seja, agregados que se classificaram acima da Zona Utilizável Superior (AZUS). Assim, ficou definido que o terceiro agregado utilizado na pesquisa estaria enquadrado fora do limite de norma para agregados naturais, porém de acordo com o cenário apresentado pela pesquisa em trabalhos anteriores (Quadro 12). Estes três agregados que foram estudados na presente pesquisa têm suas curvas granulométricas apresentadas na Figura 15.

Figura 15 – Curvas granulométricas definidas para a pesquisa.



Fonte: A autora, 2021

Nota: ZU (Zona Utilizável, ABNT, 2009a); ZO (Zona Ótima, ABNT, 2009a); DZO (Dentro da Zona Ótima); DZUS (Dentro da Zona Utilizável Superior); AZUS (Acima da Zona Utilizável Superior)

Para preparar o agregado miúdo reciclado nas respectivas curvas, foi necessário o peneiramento para separação de cada fração granulométrica, sendo utilizado peneiramento mecânico. As frações foram lavadas e secas para retirada de pó aderido as partículas. Posteriormente foi preparado o agregado em laboratório compondo a porcentagem correspondente de cada fração segundo demonstrado na Tabela 8, para então acrescentar a porcentagem de material pulverulento e as porcentagens de contaminante de gesso hidratado. Isto foi feito tanto para o ARC, quanto para o ARM.

Tabela 8 – Porcentagem retida acumulada em cada peneira

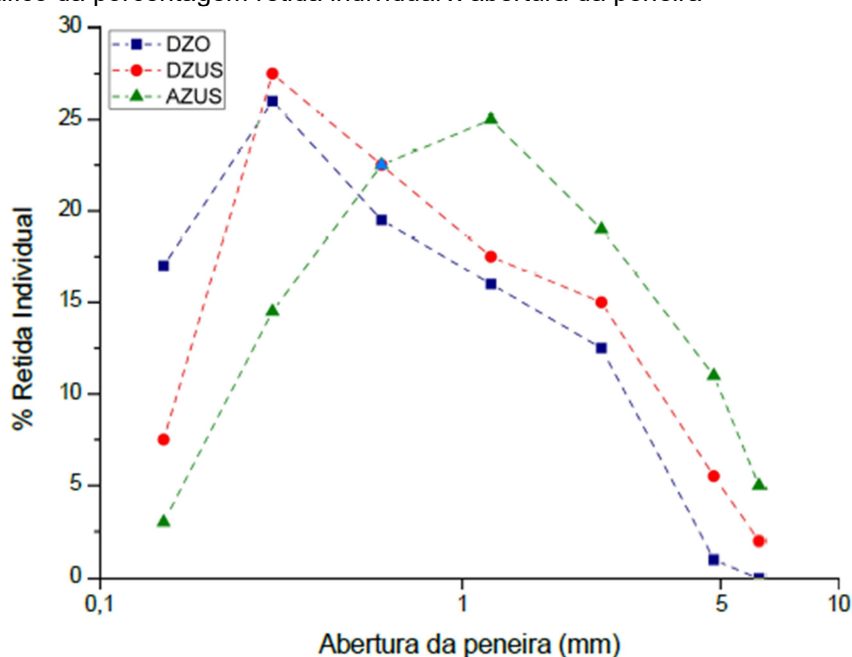
Peneiras (mm)	Porcentagem retida acumulada (%)		
	Dentro da Zona Ótima DZO	Dentro da Zona Utilizável Superior DZUS	Acima da Zona Utilizável Superior AZUS
6,3	0,0	2,0	5,00
4,8	1,0	7,5	16,00
2,4	13,5	22,5	35,00
1,2	29,5	40,0	60,00
0,6	49,0	62,5	82,50
0,3	75,0	90,0	97,00
0,15	92,0	97,5	100,00

Fonte: A autora, 2021

Cabe ressaltar que a Tabela 8 apresenta os dados de porcentagem retida acumulada em cada peneira definido para o ARC. Quando da preparação do ARM, cada porcentagem citada nas respectivas peneiras foi dividida na proporção de 80% de ARC e 20% de material cerâmico britado. Esta mistura foi feita de forma proporcional, ou seja, uma quantidade correspondente a 20% em cada fração granulométrica.

Na Figura 16 é apresentado o gráfico que correlaciona a porcentagem retida individual dos agregados e as aberturas das peneiras. Neste gráfico é possível observar que o agregado enquadrado na DZUS apresenta maior quantidade de partículas de fração 0,3 mm e 0,6mm, enquanto o agregado enquadrado na AZUS apresenta maior quantidade de partículas com granulometrias acima da fração 1,2mm. Materiais mais frágeis britam de forma mais fácil e se concentram em frações de menor dimensão. Esses materiais normalmente são compostos por materiais mais porosos, como argamassa aderida ou cerâmica.

Figura 16 – Gráfico da porcentagem retida individual x abertura da peneira



Fonte: A autora, 2021

Os dados de Dimensão Máxima Característica (DMC) e Módulo de Finura (MF) da composição granulométrica dos agregados utilizados na pesquisa, após a adequação da distribuição granulométrica demonstrado nesta seção, estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 – Granulometria dos agregados

Curva Granulométrica	DMC (mm)	MF
DZO	4,8	2,55
DZUS	6,3	3,22
AZUS	6,3	3,96

Fonte: A autora, 2021

4.1.4 Gesso reciclado

Na presente pesquisa a adição de gesso não é em relação à substituição de fração do agregado, mas sim como um material contaminante do agregado, onde se pretende estudar o efeito sobre a hidratação dos componentes do cimento. Dentro deste contexto optou-se por incluir o material na granulometria de pó ($<75\ \mu\text{m}$), de acordo com outros autores que também estudaram o comportamento dos compósitos cimentícios e o efeito do gesso sobre as propriedades dos materiais constituintes (BERGER *et al.*, 2011; BERNHOFT, 2010; COLMAN *et al.*, 2021; MARDANI-AGHABAGLOU, *et al.*, 2017; TOVAR-RODRIGUES *et al.*, 2013; WINNEFELD *et al.*, 2017).

Para a obtenção do gesso reciclado (di-hidrato), adquiriu-se o gesso comercial (hemi-hidrato) em pacotes de 40 kg e posteriormente, em laboratório, fez-se a hidratação do mesmo, numa proporção de 750 g de água para 1000g de gesso (especificação do fabricante). Após a mistura, despejou-se a massa líquida em recipientes prismáticos formando uma camada fina, em torno de 2mm.

A secagem foi feita por um período de uma semana, em temperatura ambiente, para garantir a secagem, sem perda da água constituinte do dihidrato. Após a secagem, esta película de pasta de gesso endurecida passou pelo processo de cominuição até atingir a granulometria desejada, passante na peneira de $75\ \mu\text{m}$. O moinho de bolas utilizado foi do tipo planetário da marca Servitech – Moinho CT 242, sendo que as bolas eram de alumina e utilizadas numa proporção de bola:material de 2:1 para produção de gesso, ou seja, duas porções de bolas para uma porção de material. O tempo de moagem foi de 5 minutos e após o término da moagem, o material passava pelo processo de peneiramento para que fosse obtidas partículas com granulometria menor que $75\ \mu\text{m}$.

4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS MATERIAIS

Os agregados utilizados neste trabalho são de origem de resíduo de construção e demolição. As composições de resíduos, curvas granulométricas e quantidade de material pulverulento foram pré-definidas para controle de algumas características físicas dos agregados de RCD. Desta forma foi necessária a complementação de alguns ensaios para determinar outras características físicas relevantes dos agregados e dos materiais finos, como massa unitária (MU), massa específica (ME), índice de vazios e absorção, para posterior auxílio nas análises feitas nas argamassas do estudo (Tabela 10 e Tabela 11).

Tabela 10 – Propriedades físicas dos agregados reciclados de concreto

Agregado	Curva Granulométrica	MU (g/cm ³)	ME (g/cm ³)	Índice de vazios (%)	Absorção (%)
ARC	DZO	1,39 ^b	2,38 ^a	41,80 ^a	6,05 ^b
	DZUS	1,38 ^b	2,38 ^a	41,87 ^a	10,88 ^a
	AZUS	1,45 ^a	2,41 ^a	39,79 ^b	8,16 ^b

Fonte: A autora, 2021

Nota: Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferem estatisticamente no Teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

Tabela 11 - Propriedades físicas dos agregados reciclados misto

Agregado	Curva Granulométrica	MU (g/cm ³)	ME (g/cm ³)	Índice de vazios (%)	Absorção (%)
ARM	DZO	1,36 ^a	2,44 ^a	44,02 ^a	7,66 ^b
	DZUS	1,37 ^a	2,38 ^b	42,19 ^b	11,87 ^a
	AZUS	1,36 ^a	2,38 ^b	42,73 ^{ab}	9,43 ^{ab}

Fonte: A autora, 2021

Nota: Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferem estatisticamente no Teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

Quando analisada as características físicas dos agregados reciclados, a distribuição granulométrica e tipologia são fatores que podem interferir na massa específica dos mesmos, pois dependendo de sua composição, pode ocorrer uma distribuição distinta de partículas de densidades diferentes em cada faixa granulométrica (CORREA; PEREIRA; RÊGO, 2020; FRANCISCO; SOUZA; TEIXEIRA, 2019).

Analisando primeiramente o ARC, segundo dados da Tabela 10, verificou-se que os agregados não apresentaram diferença estatística entre os valores de massa específica, indicando que a granulometria não é um fator que afete a densidade dos

agregados de resíduo de concreto estudados na pesquisa. Porém quanto ao empacotamento de partículas, foi possível observar que agregados de maior granulometria enquadrados na curva AZUS apresentaram maior massa unitária e menor índice de vazios, indicando um melhor empacotamento dos grãos.

A distribuição das partículas de parcela cerâmica do ARM fez com que os resultados obtidos apresentassem um cenário diferente do observado no ARC (Tabela 11). Primeiramente, o ARM não apresentou diferença estatística na massa unitária em função das diferentes granulometrias, indicando que não houve diferença no empacotamento dos grãos. Então a análise a ser feita com relação ao maior valor de massa específica do agregado de menor granulometria (DZO), não está na distribuição dos grãos, mas sim no tamanho dos grãos constituintes nas diversas peneiras. Quanto maior a granulometria maior também será a incidência de grãos de cerâmica e argamassa (grãos menos densos) com dimensões maiores. Esse fator pode causar a redução da densidade do conjunto de grãos constituintes da distribuição granulométrica.

O estudo da massa específica de agregados reciclados difere do estudo do agregado natural por não ser constituído por um único mineral e sim pela composição de materiais com densidades diferentes em proporções diferentes. Então a mudança de distribuição granulométrica de um agregado reciclado é suficiente para alterar sua massa específica (CORREA; PEREIRA; RÊGO, 2020; FRANCISCO; SOUZA; TEIXEIRA, 2019; LOPES; PEÇANHA; CASTRO, 2020).

Com relação à absorção do agregado verificou-se que a tipologia teve influência sobre estas propriedades, onde o ARM apresentou um valor maior de absorção quando comparado ao ARC, provavelmente em função da parcela cerâmica constituinte. A granulometria também influenciou na taxa de absorção e isto pode estar relacionado ao observado no gráfico de porcentagem retida individual apresentado anteriormente na Figura 16 foi, onde foi possível observar que a curva DZUS apresentou maior quantidade de partículas entre 0,3 e 0,6mm. Partículas mais frágeis e mais porosas são mais facilmente britadas e se concentram em frações de granulometrias menores.

O teor de argamassa aderida nos agregados de resíduo de concreto foi determinado e o resultado do teor de argamassa aderida por faixa de fração está apresentado na Tabela 12 e o resultado do teor de argamassa aderida para a curva granulométrica está apresentado na Tabela 13.

Tabela 12 – Teor de argamassa aderida (TAA) em cada fração granulométrica

Peneira (mm)	0,15	0,3	0,6	1,2	2,4	4,8	6,3	9,5
TAA (%)	27,3	38,9	32,7	36,4	15,2	7,9	2,0	2,8

Fonte: A autora, 2021

Analisando por faixa de frações granulométricas, observou que quanto menor o tamanho da partícula, maior é o teor de argamassa aderida, dados que estão de acordo com a teoria apresentada na revisão da literatura. Os dados demonstram que as frações na faixa de 0,5-1,2mm possuem a maior concentração de argamassa aderida, sendo que a média de valores ficou próxima a 34%. As frações na faixa de 1,2-4,8 mm apresentaram média de valores próxima a 11% e as frações acima de 4,8 apresentaram menor valor de teor de argamassa aderida, com média de 2,4%.

Se analisado o conjunto de frações, ou seja, a curva granulométrica dos agregados utilizados na pesquisa (Tabela 13), observou que os agregados enquadrados na DZO e DZUS apresentaram teor de argamassa aderida bastante similares e que o agregado enquadrado na AZUS apresentou o menor valor entre os três agregados analisados, confirmando também o citado na literatura, onde afirma que agregados de maior granulometria apresentam menor teor de argamassa aderida.

Tabela 13 – Teor de argamassa aderida em função da curva granulométrica

Curva Granulométrica	Teor de argamassa aderida (%)
DZO	28,7
DZUS	28,9
AZUS	26,5

Fonte: A autora, 2021

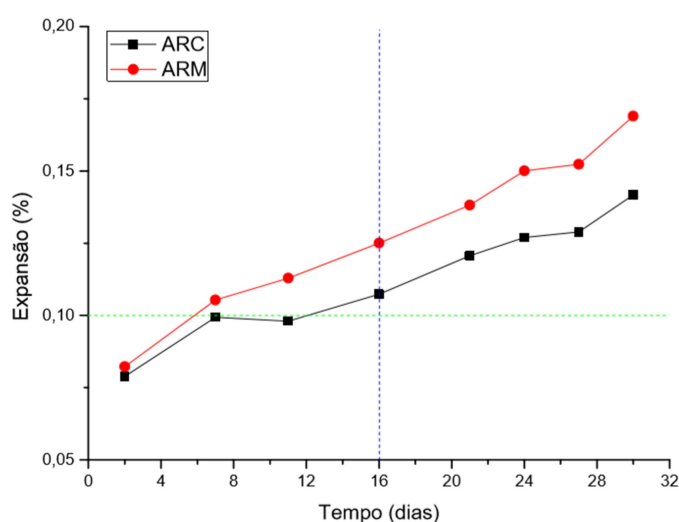
A reatividade álcali-agregado (RAA) dos agregados foi determinada e os resultados obtidos (Figura 17) foram comparados aos limites de expansão segundo a ASTM C-1260 (ASTM, 2014):

- a) expansões inferiores a 0,10% aos 16 dias indicam um comportamento inócuo na maior parte dos casos;
- b) expansões superiores a 0,20% aos 16 dias indicam expansão potencialmente deletéria;

- c) expansões entre 0,10 e 0,20% aos 16 dias indicam possibilidade do agregado possuir comportamento tanto inócuo como deletério.

Observa-se que aos 16 dias as barras de argamassa apresentaram expansão entre 0,10 e 0,20% indicando a possibilidade do agregado possuir comportamento que pode ser considerado tanto inócuo, quanto deletério. Observa-se também que o agregado misto, devido a sua parcela cerâmica apresentou comportamento levemente mais expansivo que o agregado de concreto.

Figura 17 – Expansão dos agregados – ensaio de RAA



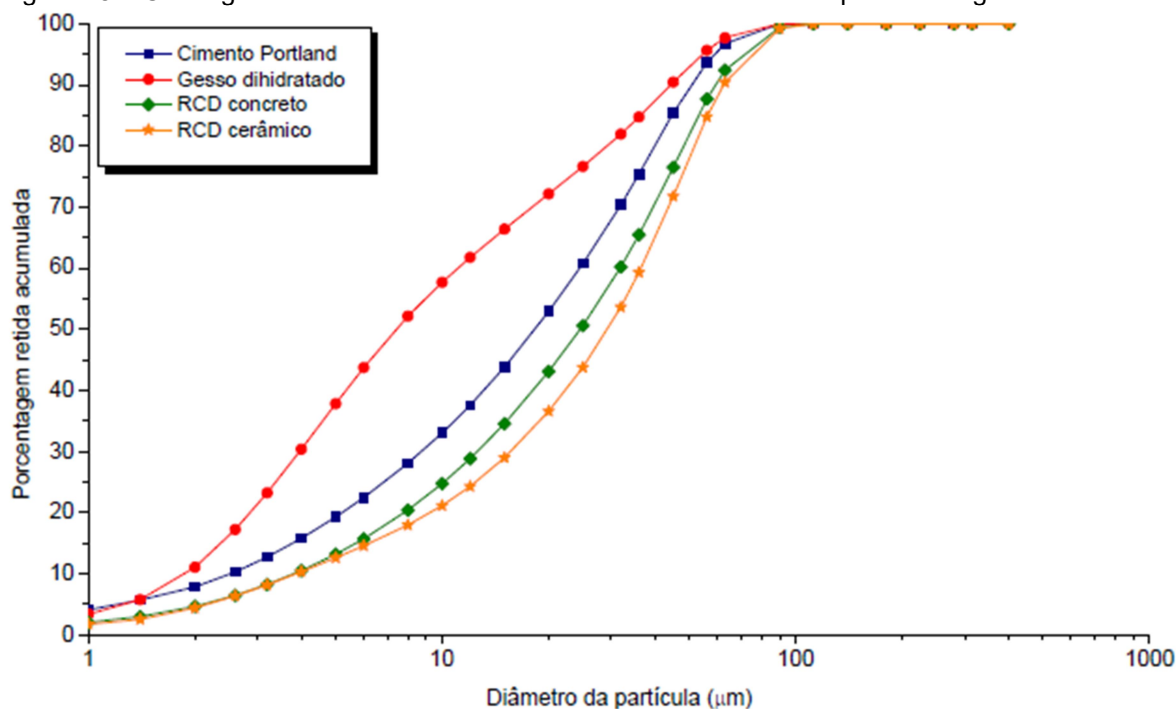
Fonte: A autora, 2021

4.2.1 Caracterização física dos materiais finos (<75 μm)

No presente estudo, diversas etapas utilizaram material fino passante na peneira de 75 μm , sendo necessária a sua correta caracterização para posterior análise da influência de suas propriedades na produção de argamassas. Os materiais estudados foram o cimento, gesso hidratado, resíduo de concreto e resíduo cerâmico (parcela constituinte do resíduo misto), preparados previamente tendo sua granulometria reduzida a pó passante na peneira de malha de 75 μm . Exceção a esta regra foi o ensaio de granulometria a laser do cimento, que foi utilizado na granulometria obtida comercialmente. Para a caracterização física dos materiais finos foram realizados os ensaios de granulometria a laser, massa específica e área específica.

Na Figura 18 estão apresentadas as curvas granulométricas dos materiais finos utilizados na produção das pastas e argamassas: cimento, gesso dihidratado, RCD concreto e RCD cerâmico (parcela constituinte do RCD misto).

Figura 18 – Curva granulométrica dos materiais finos constituintes das pastas e argamassas



Fonte: A autora, 2021

Analisando a Figura 18 pode-se observar que o pó de gesso dihidratado tem uma granulometria mais fina que os demais materiais. Pode-se observar que, quanto à granulometria o pó de resíduo de concreto e o pó de resíduo cerâmico possuem a curva granulométrica muito parecida, o que permite uma análise comparativa quanto à distribuição granulométrica e ao empacotamento de partículas do material.

Analisando os valores obtidos no ensaio de massa específica (Tabela 14) foi possível observar que entre os materiais estudados o cimento é o de composição mais densa e o gesso hidratado apresentou a menor densidade.

Tabela 14 – Caracterização física dos materiais finos (menor que 75 μm)

Material	Massa específica absoluta (g/cm^3)	Superfície específica (cm^2/g)
Cimento Portland	3,109	4.423,94
Gesso hidratado	2,390	10.946,13
RCD concreto	2,370	6.591,71
RCD cerâmico	2,682	3.696,78

Fonte: A autora, 2021

O gesso hidratado também apresentou a maior superfície específica que, somado ao resultado obtido na granulometria a laser confirma ser o material mais fino entre os que foram utilizados na pesquisa. Segundo esta mesma análise verifica-se que o resíduo fino de cerâmica é o material com maior tamanho de partículas.

4.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURAL DOS MATERIAIS

Nesta etapa foram analisados os materiais de forma separada em função de suas origens mineralógicas, sendo eles, cimento, concreto, cerâmica (parcela constituinte do resíduo misto) e gesso. Foram realizados os ensaios de Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX) e Difração de Raios X (DRX).

4.3.1 Cimento Portland CP II – 32 F

O cimento possui em sua constituição química maior concentração de óxido de cálcio e sílica segundo o ensaio de FRX (Tabela 15). Contém ainda teores de alumina e sulfato que se estiverem disponíveis e reativos podem contribuir pra formação de etringita numa fase de hidratação inicial.

Tabela 15 – FRX do Cimento Portland (teor em %)

Óxidos/materiais	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Outros teores*
Cimento	14,50	3,55	2,64	68,90	4,82	3,81	1,78

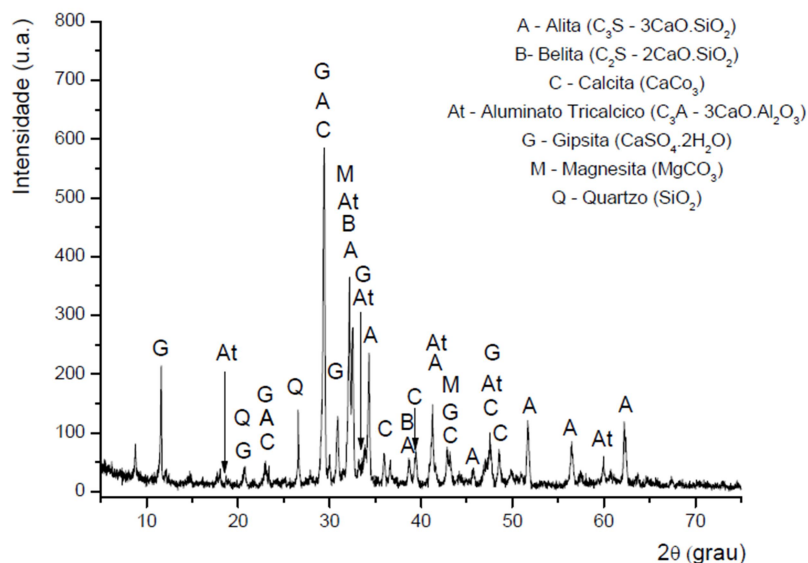
Fonte: A autora, 2021

Nota: óxidos com teores inferiores a 1%

Para identificar as fases cristalinas presentes no cimento, foi aplicada a técnica de DRX, sendo apresentado o respectivo difratômetro na Figura 19. O

difratograma do cimento apresentou picos de difração predominantes das fases alita (C_3S), belita (C_2S), calcita ($CaCO_3$), aluminato tricálcico (C_3A), quartzo (SiO_2), gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) e periclásio (MgO). Fazendo uma análise combinada do FRX e DRX foi possível verificar que há um alto teor de óxido de cálcio e sílica, responsáveis pela formação dos compostos C_2S e C_3S .

Figura 19 – DRX do cimento Portland



Fonte: A autora, 2021

4.3.2 Resíduo de concreto

O resíduo de concreto possui em sua constituição química maior concentração de óxido de cálcio e sílica, segundo o resultado do ensaio de FRX (Tabela 16). Contém ainda teores de alumina, óxido de magnésio, óxido de ferro e sulfato. Se comparado com o FRX do cimento Portland pode-se observar uma similaridade na distribuição dos teores destes materiais.

Tabela 16 – FRX do resíduo de concreto (teor em %)

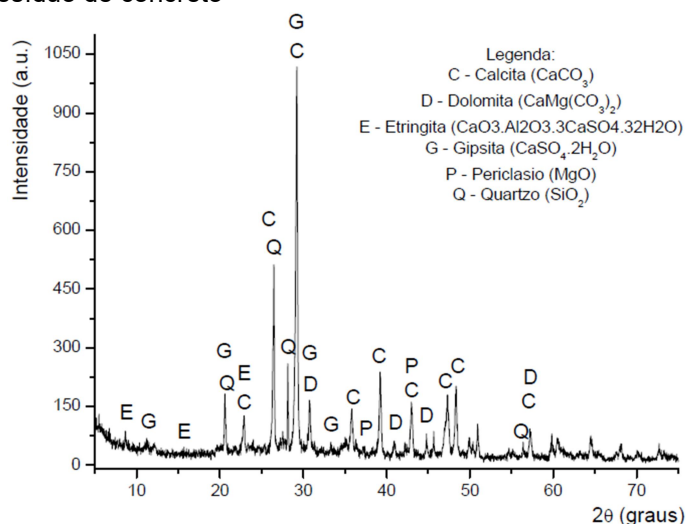
Óxidos/materiais	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Outros teores*
RCD concreto	24,40	8,25	3,01	57,60	3,75	0,87	2,12

Fonte: A autora, 2021

Nota: óxidos com teores inferiores a 1%, com exceção neste caso do SO_3 , por entender que é uma informação relevante para este material.

O difratograma do RCD de concreto (Figura 20) apresentou picos predominantes de calcita e quartzo. Também apresentou picos de dolomita, periclásio, gipsita e etringita.

Figura 20 – DRX do resíduo de concreto



Fonte: A autora, 2021

4.3.3 Resíduo de cerâmica

O resíduo de cerâmica é composto em grande parte por sílica e alumina segundo o ensaio de FRX (Tabela 17). Contém ainda teores de óxido de cálcio, óxido de ferro e óxido de magnésio.

Tabela 17 – FRX do resíduo cerâmico (teor em %)

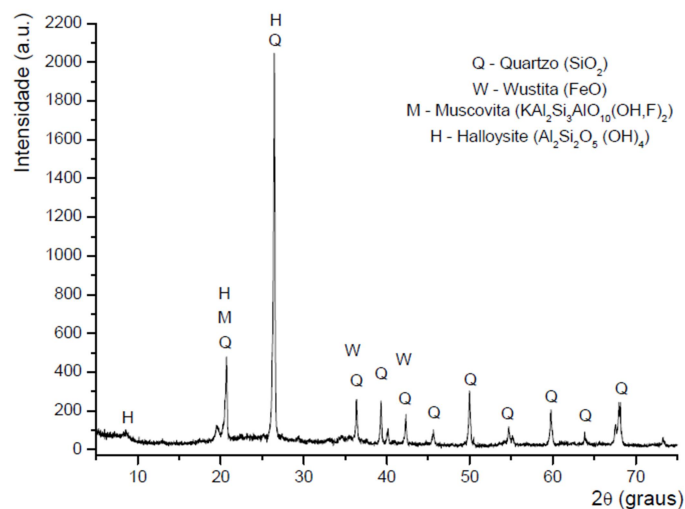
Óxidos/materiais	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Outros teores*
RCD cerâmica	61,90	21,10	4,90	7,85	1,24	3,01

Fonte: A autora, 2021

Nota: óxidos com teores inferiores a 1%

O difratograma do resíduo cerâmico (Figura 21) apresentou picos predominantes de quartzo, wustita, muscovita e halloysite.

Figura 21 – DRX do resíduo cerâmico



Fonte: A autora, 2021

4.3.4 Resíduo de gesso

O resíduo de gesso é composto basicamente por óxido de cálcio e sulfato segundo o ensaio de FRX (Tabela 18).

Tabela 18 - FRX do resíduo de gesso (teor em %)

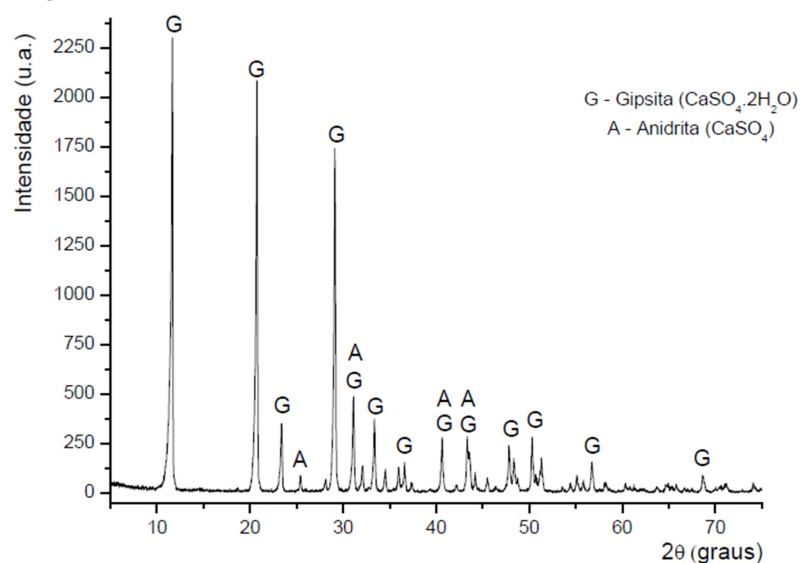
Óxidos/materiais	CaO	SO ₃	Outros teores*
Gesso Hidratado	46,09	52,30	1,61

Fonte: A autora, 2021

Nota: óxidos com teores inferiores a 1%

O difratograma do gesso reciclado (Figura 22) utilizado na pesquisa apresentou picos predominantes de gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e anidrita (CaSO_4). O sulfato de cálcio dihidratado é o material de maior proporção do gesso reciclado, teores de fases $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ podem ser encontradas, como foi o caso da anidrita.

Figura 22 – DRX do gesso hidratado



Fonte: A autora, 2021

Pesquisas anteriores associaram a formação de etringita secundária à reação entre sulfatos internos com aluminatos anidros ou hidratados (MUNOZ-RUIPEREZ *et al.*, 2016) ou com o alumínio que pode estar associado aos sulfoaluminato de cálcio presentes em compostos cimentícios hidratados presentes na argamassa aderida ao grão de ARC (FERREIRA *et al.*, 2019). Para identificar as possíveis fontes de aluminatos e sulfatos disponíveis nas argamassas produzidas nesta pesquisa e que podem ser responsáveis pela formação da etringita secundária, utilizou os dados dos percentuais dos óxidos que compõem cada material através dos resultados de FRX (Tabela 15, Tabela 16, Tabela 17, Tabela 18) e aplicou sobre o consumo de material por metro cúbico para cada tratamento (Tabela 6 e Tabela 7).

A Tabela 19 apresenta o resumo do potencial aluminatos e sulfatos que estão presentes nos materiais, sendo que uma parcela pode estar disponível no sistema para promover as reações químicas e formação de cristais de etringita. Os dados são apresentados em função dos tratamentos trabalhados na pesquisa considerando as diferentes tipologias do agregado utilizado e teores de resíduo de gesso adicionado como contaminante.

Tabela 19 – Potencial de sulfato e aluminato presente nos materiais que compõem as argamassas

Tratamentos	Percentual de óxidos por m ³ de argamassa	
	Aluminatos (Al ₂ O ₃)	Sulfatos (SO ₃)
ARC – 0% SO ₃	7,21	1,52
ARC – 1% SO ₃	7,10	2,28
ARC – 3% SO ₃	6,90	3,74
ARM – 0% SO ₃	8,74	1,42
ARM – 1% SO ₃	8,61	2,18
ARM – 3% SO ₃	8,36	3,64

Fonte: A autora, 2021

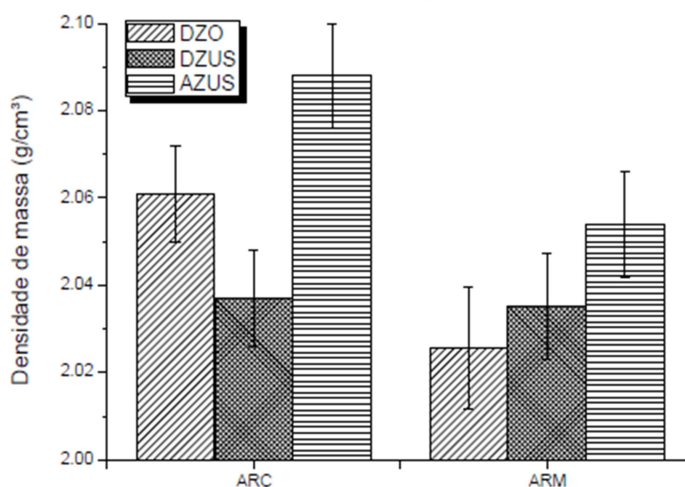
Os resultados demonstram que todos os tratamentos podem conter aluminatos e sulfatos disponíveis para a formação de etringita, mesmo os tratamentos sem adição de resíduo de gesso. Os sulfatos disponíveis podem estar associados ao gesso incorporado ao cimento no processo de fabricação ou aos compostos cimentícios hidratados presentes na argamassa aderida ao grão de ARC.

5 ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS ARGAMASSAS BASEADO NA GRANULOMETRIA E TIPOLOGIA DO AGREGADO

Neste capítulo foi analisado o comportamento das argamassas produzidas com agregado reciclado de concreto (ARC) e com agregado reciclado misto (ARM) e a influência que a granulometria e tipologia do agregado teve sobre as propriedades das argamassas no estado fresco e no estado endurecido. Para analisar o efeito da granulometria nas propriedades das argamassas foram selecionados os dados obtidos para os tratamentos que não continham adição de teores de SO_3 e analisadas argamassas produzidas com agregados enquadradas em três curvas granulométricas nominadas como DZO (dentro da zona ótima e $\text{MF}=2,55$) DZUS (dentro da zona utilizável superior e $\text{MF}= 3,22$) de AZUS (acima da zona utilizável superior e $\text{MF} = 3,96$).

As argamassas apresentaram diferentes densidades de massa no estado fresco em função da granulometria e tipologia do agregado (Figura 23). Foi possível observar que as argamassas produzidas com agregados enquadrados como DZO e AZUS apresentaram maiores valores de densidade quando produzidas com ARC enquanto as argamassas produzidas com grãos DZUS não apresentaram diferença estatística. Os agregados enquadrados nas curvas DZO e AZUS apresentaram menor índice de vazios para o ARC em relação ao ARM, o que influenciou diretamente no valor da densidade de massa, conforme resultados apresentados na Tabela 10 e Tabela 11.

Figura 23 – Densidade de massa no estado fresco das argamassas

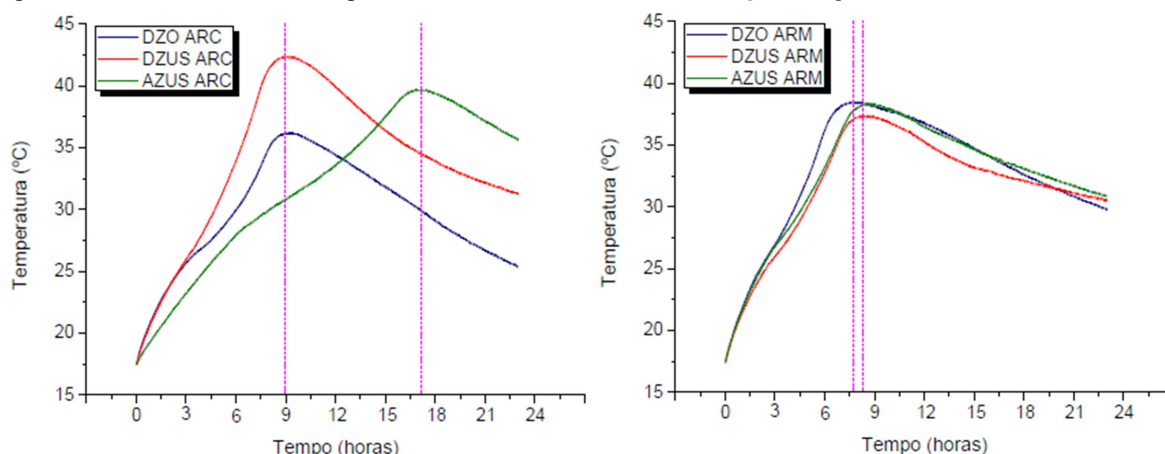


Fonte: A autora, 2021

As argamassas produzidas com ARC, enquadrados na curva de maior granulometria (AZUS), apresentaram maior densidade de massa, devido ao melhor empacotamento de partículas apresentada por este agregado e confirmado pelos ensaios de caracterização, nos quais o agregado apresentou maior massa unitária e menor índice de vazios (Tabela 10). Entre as argamassas produzidas com ARM, a densidade não apresentou diferença estatística, indicando similaridade no empacotamento de partículas entre as curvas analisadas.

A Figura 24 apresenta o resultado do ensaio de calorimetria das argamassas no qual foi possível observar que a granulometria afeta o tempo de máximo pico de calor e o máximo calor gerado para as argamassas produzidas com ARC. O mesmo não se observou para as argamassas produzidas com ARM. A principal diferença entre o ARC e o ARM é uma maior parcela de argamassa aderida ou parcela de resíduo de argamassa na constituição do ARC.

Figura 24 – Calorimetria de argamassas de ARC e ARM em função da granulometria

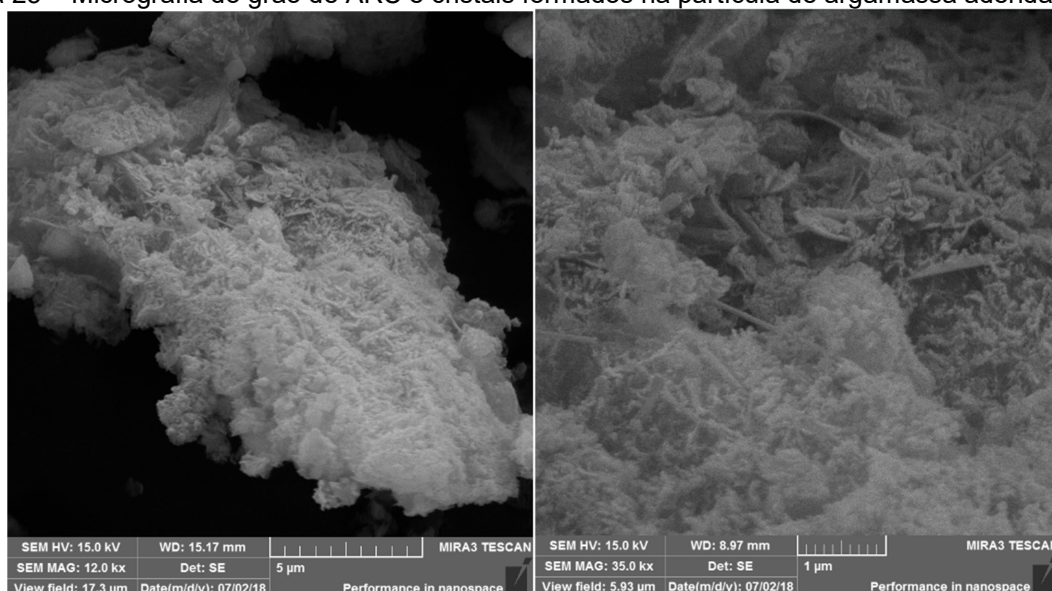


Fonte: A autora, 2021

Para as misturas com ARC, foi possível ainda observar que quanto menor a granulometria, menor foi o tempo para atingir o pico máximo de calor e menor foi o máximo calor gerado. Segundo Juan e Gutiérrez (2009), quanto menor a granulometria do agregado reciclado de concreto maior a quantidade de argamassa aderida. No estudo de Andrade (2008) se observou que são dois os principais efeitos que modificam a cinética de hidratação de argamassas produzidas com agregados reciclados, que seriam o potencial de contribuir com pontos extras de nucleação, pela presença de material cimentício da argamassa aderida e de uma possível retomada da hidratação de alguma parcela cimentícia anidra.

Segundo Betioli *et al.* (2020), a quantidade de material mais poroso (argamassa antiga) e uma maior superfície específica de agregados mais finos, acarretam uma menor quantidade de água livre. Andrade (2008) indica que a menor quantidade de água livre corresponde a uma menor relação água/sólidos, ou seja, menor distanciamento entre partículas. Isso faz com que seja menor o tempo para enrijecimento dos produtos de hidratação, acelerando as reações, reduzindo o tempo de pega e diminuindo o tempo para atingir o pico de máximo calor. A Figura 25 apresenta micrografias do ARC nas quais é possível ver cristais formados na partícula de argamassa aderida antiga do grão.

Figura 25 – Micrografia do grão de ARC e cristais formados na partícula de argamassa aderida antiga

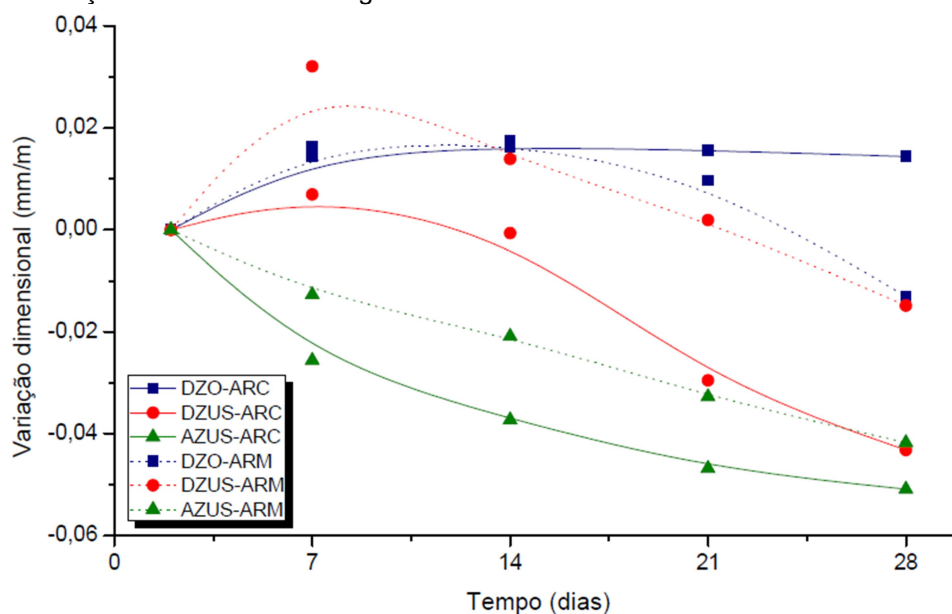


Fonte: A autora, 2021

Com o estudo das propriedades da argamassa no estado fresco foi possível observar que tanto a granulometria quanto a tipologia do agregado tiveram influência sobre o comportamento obtido. Este comportamento é atribuído à quantidade de água livre na mistura e à quantidade de núcleos de hidratação existentes na argamassa aderida. A maior quantidade de água livre pode ser resultado tanto da menor superfície específica de agregados de maior granulometria, quanto da menor absorção do ARC em relação ao ARM.

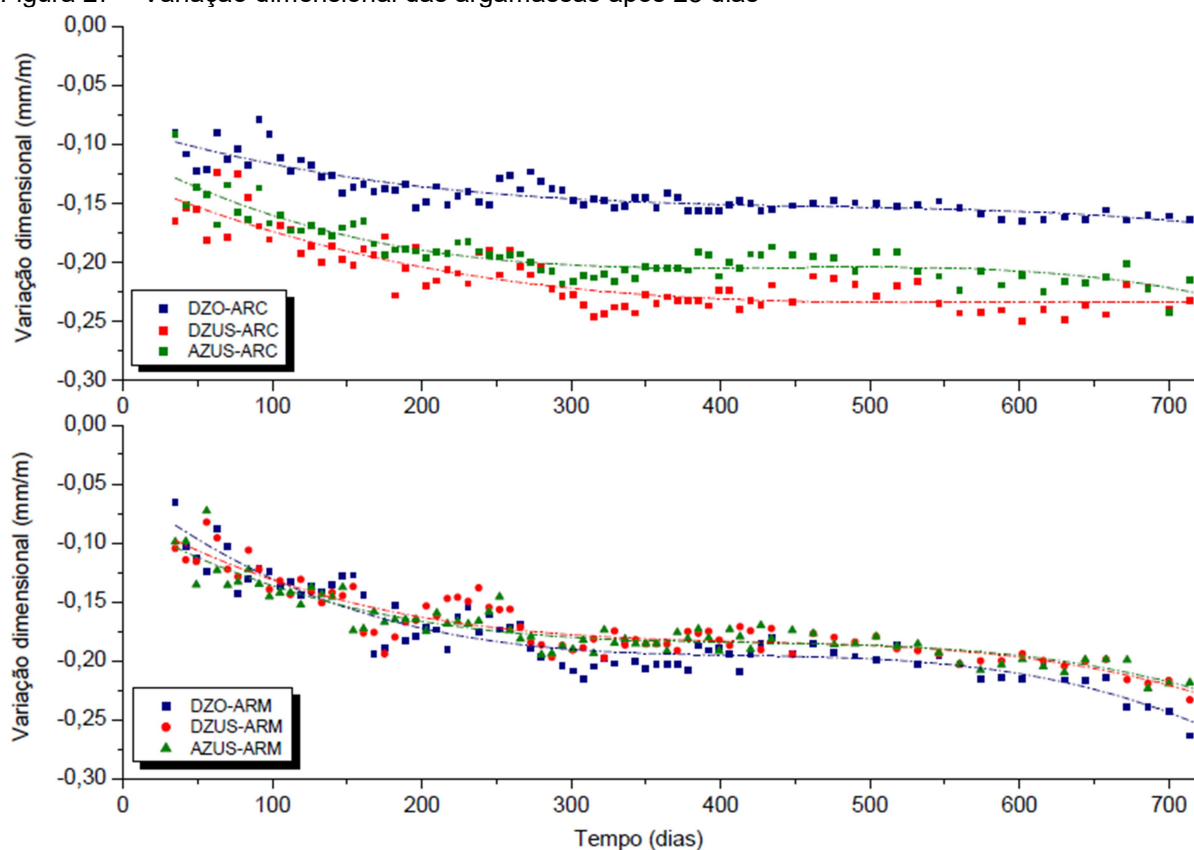
No estado endurecido foi analisada a variação dimensional de barras de argamassas e para melhor interpretação dos resultados, os dados foram divididos em duas figuras, nas quais primeiramente se analisa as idades anteriores aos 28 dias (Figura 26) e posteriormente com análises entre 28 e 720 dias (Figura 27).

Figura 26 – Variação dimensional das argamassas até 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Figura 27 – Variação dimensional das argamassas após 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Observou-se que a granulometria teve influência sobre a variação dimensional, porém o comportamento apresenta mudanças após os 28 dias. Cabe ressaltar que houve uma mudança de ambiente de exposição aos 28 dias, sendo

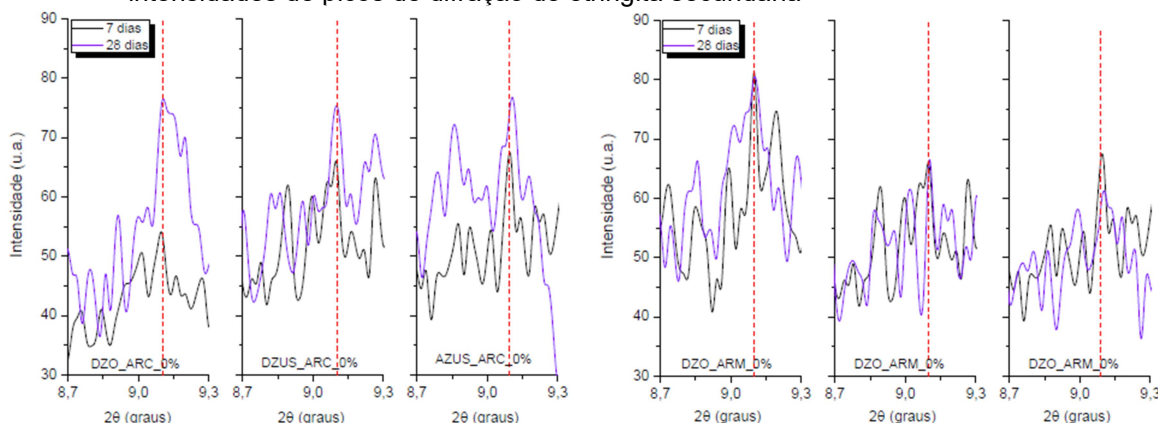
que anteriormente as barras se encontravam submersas em água e após esta data ficaram expostas em ambiente natural.

Nas primeiras idades se observa que o efeito de expansão ocorre apenas nas argamassas produzidas com agregados de granulometria mais fina. Segundo Ismail e Ramli (2013), quanto menor a granulometria, maior a quantidade de argamassa aderida e maior será a absorção de água pelo grão. A argamassa aderida pode conter núcleos de hidratação retardados e hidratos desconectados e segundo Vieira *et al.* (2016) pode aumentar o volume das fases sólidas formadas (C-S-H, etringita, monossulfatos e outras fases AFm). A absorção de água pelo grão, quando da formação de novos cristais pode influenciar no aumento de volume e por consequência, na expansão das argamassas.

À medida que a granulometria do agregado aumenta, a expansão observada reduz e inicia-se a retração. Também foi possível observar que o efeito de retração foi menor para as argamassas produzidas com ARM. No estudo de Senisse (2015) foi possível observar que o procedimento de cura interna de agregados mais porosos faz a mitigação do fenômeno de retração que ocorre principalmente nas primeiras idades devido à autodessecação ou retração autógena. A cura interna é um procedimento que libera água necessária para a hidratação do cimento ou para a reposição de umidade perdida.

A Figura 28 apresenta os difratogramas das argamassas de ARC e ARM aos 7 e 28 dias, com 2θ variando de $8,7^\circ$ e $9,3^\circ$. É possível observar que entre 7 e 28 dias houve aumento na intensidade de picos de difração da etringita secundária ($2\theta = 9,10^\circ$) apenas para os tratamentos com ARC. A maior diferença entre a intensidade de pico de etringita foi observada para o tratamento produzido com agregado enquadrado DZO. Como não ocorre aumento de expansão ou conversão em retração, pode-se supor que esta quantidade maior de etringita não causou tensões internas ou danos à matriz.

Figura 28 – Difratoograma das argamassas de ARC e ARM aos 7 e 28 dias, mostrando as intensidades de picos de difração de etringita secundária



Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita secundária ($2\theta = 9,10^\circ$)

Na teoria clássica, nas primeiras horas de hidratação, a fase aquosa apresenta alta relação sulfato /aluminato e os íons sulfato (SO_4^{2-}) do sulfato de cálcio e a fase aluminato da concentração C_3A , forma a etringita primária (TAYLOR, 1998). Quando a concentração de aluminatos se eleva devido à renovação de hidratação de C_3A e C_4AF , ou seja, diminui a relação sulfato/aluminato, a etringita se torna instável e é convertida em monossulfoaluminato de cálcio (QUENNOZ; SCRINEVER, 2012; TAYLOR, 1998). A hidratação da fase ferrita (C_4AF) ocorre paralelamente à fase C_3A , porém as reações da fase C_4AF são mais lentas (MEHTA; MONTEIRO, 2014).

Quando ocorre a disponibilização de sulfato na matriz, proveniente de meio externo ou interno, promove novamente o desequilíbrio da relação sulfato/aluminato e nesse caso pode ocorrer a transformação do monossulfoaluminato em etringita (TAYLOR, 1998). Mas a etringita formada em idade mais avançada pode também ser proveniente da interação entre sulfato de aluminato de cálcio com hidróxido de cálcio e gipsita (COLLEPARDI, 2003), ou pode ser resultado da interação do monossulfoaluminato com gipsita e ainda da interação com hidróxido de cálcio e gás carbônico, sendo neste caso formado também monocarbonatos (KUZEL, 1996).

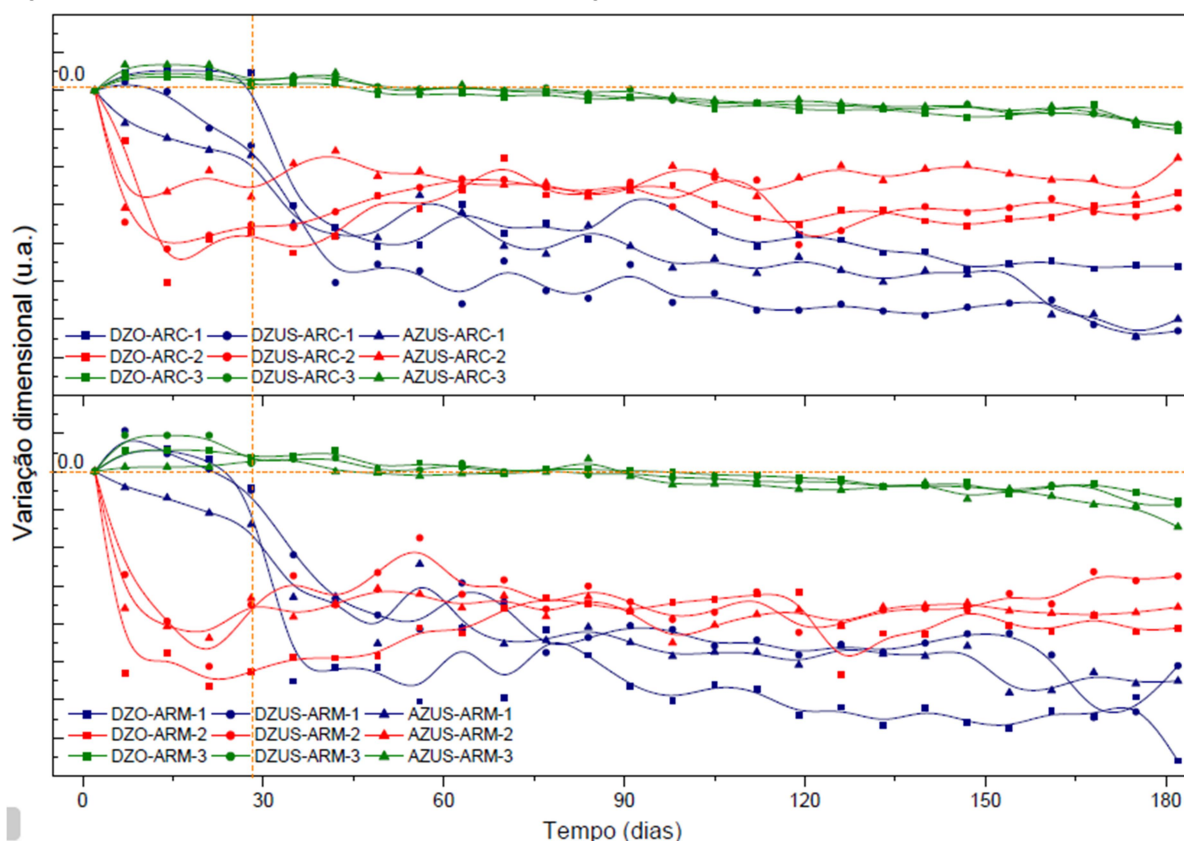
Para que ocorra a formação de etringita secundária precisa ter fonte de aluminatos e sulfatos disponível no sistema e na presente pesquisa se observou pelos dados da Tabela 19 que tanto o cimento quanto os agregados são fontes potenciais de aluminatos, enquanto que o sulfato pode estar presente em fases anidras do agregado de concreto quanto no resíduo de gesso adicionado.

A Figura 27 apresentou os resultados de variação dimensional das argamassas para idades superiores aos 28 dias. Neste período se observou três comportamentos diferentes a serem explorados: a retração observada entre 28 e 180 dias, diferença de comportamento das argamassas em função da tipologia e aumento da retração para os tratamentos com ARM aos 540 dias após um período de estabilidade.

Observa-se que todas as argamassas apresentaram retração após a data de 28 dias, sendo mais acentuada no período entre 28 e 180 dias. A retração observada nesta fase pode ser considerada retração por secagem, pois após a idade de 28 dias, as argamassas saíram de um ambiente submerso e foram expostas à umidade ambiente, inferior a 100% da UR e então começaram a perder água e retrair.

Para embasar a hipótese da interferência de mudança do ambiente de exposição na variação dimensional, foram realizados outros procedimentos de situação de cura e analisados ao longo de 180 dias, a fim de investigar se ocorreriam mudanças no comportamento da variação dimensional das barras de argamassa. A primeira situação de cura analisada foi realizada por meio da submersão de barras de argamassa nos primeiros 28 dias com posterior mudança para ambiente natural (apresentada na Figura 26 e Figura 27). Na segunda situação aplicou-se ciclos de molhagem e secagem (3 dias submerso e 4 dias em estufa) e a terceira situação manteve as barras de argamassa totalmente submersa ao longo do tempo de estudo. A Figura 29 apresenta o comportamento da variação dimensional das barras de argamassa separadas pela tipologia do agregado utilizadas e agrupada por tipo de situação de cura.

Figura 29 – Variação dimensional de barras de argamassa em função da situação de cura



Fonte: A autora, 2021

Nota: (1) primeira situação de cura; (2) segunda situação de cura; (3) terceira situação de cura.

De forma geral, foi possível observar que independentemente da tipologia ou granulometria do agregado utilizado, a variação dimensional das barras de argamassa apresentou diferentes comportamentos em função do tipo de cura, principalmente nos primeiros 28 dias de idade. Isto é um Indicativo de que o processo de cura adotado para os ensaios tem interferência nos valores obtidos no ensaio de variação dimensional, o que pode contribuir para mudanças observadas também em outras propriedades. A maior retração observada foi para a situação que ocorreu a mudança de ambiente saturado para ambiente natural aos 28 dias, situação esta usada na presente pesquisa.

Após a perda de água por secagem ocorrida nos dias seguintes à alteração da situação de cura, as argamassas com ARC apresentaram maior retração em função do aumento da granulometria do agregado. Güneyisi *et al.* (2014) afirmam que agregados de concreto com maior granulometria têm menor quantidade de argamassa aderida. Betioli *et al.* (2008) associa a quantidade de água livre à porosidade do agregado (quantidade argamassa aderida) e a superfície específica dos agregados. Em resumo, agregados de maior granulometria terão menor

absorção e menor adsorção de água, resultando em uma maior quantidade de água livre.

Poon, Kou e Lam (2002) relacionam a retração por secagem com a quantidade de água livre na mistura, sendo que quanto maior a quantidade de água disponível, maior a probabilidade de ocorrer aumento da retração da argamassa. Nunes e Figueiredo (2007) relacionam a retração por secagem não somente à perda de água livre para o meio, mas também à perda de água dos vazios capilares e a remoção da água adsorvida pela pasta.

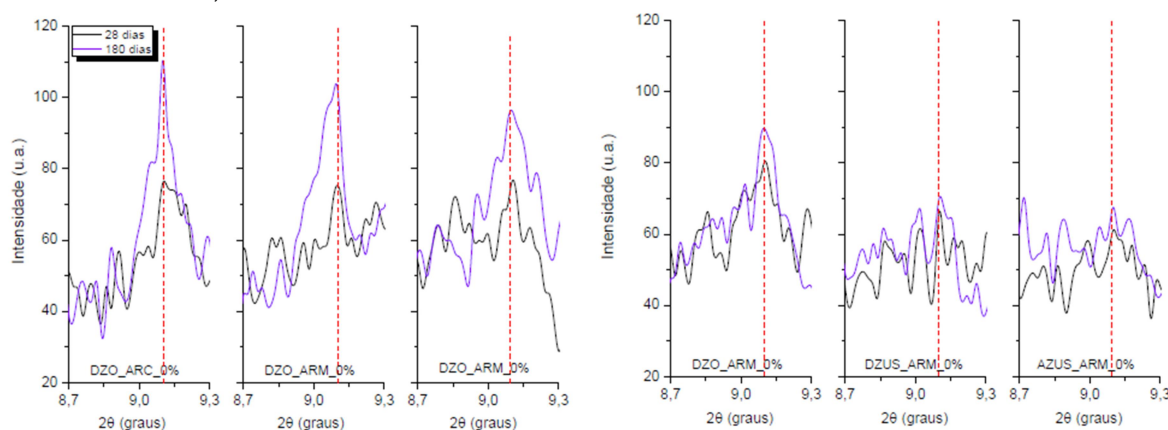
De forma geral, pode-se dizer que a retração por secagem é análoga à retração autógena, pois ambos os fenômenos ocorrem com a diminuição da umidade relativa interna do material. A diferença reside na origem desta diminuição. O mecanismo básico de retração por secagem é a evaporação da água da rede de capilares da argamassa que estão expostos ao ar com umidade relativa menor que a observada dentro dos poros capilares. A magnitude da perda de água é influenciada pela porosidade do sistema e pelas características da rede de poros capilares (dimensões, forma e continuidade). São três tipos de água dos poros capilares que podem sair e gerar retração por secagem: água dos poros capilares, água adsorvida (externa) e água dos microporos (inter-folhas). Já na retração autógena se observa a diminuição da umidade relativa devido a autodessecação da pasta de cimento e ao consumo da água evaporável nas reações de hidratação durante o processo de hidratação (SILVA, 2007). Segundo Mehta e Monteiro (2014), podem ser retidas fisicamente até seis camadas moleculares de água por pontes de hidrogênio.

Para as argamassas produzidas com ARM não se observou diferença significativa entre os valores de variação dimensional, fator este que pode estar associado à parcela cerâmica constituinte e a sua maior porosidade. Segundo Liu *et al.* (2017), a porosidade do agregado pode interferir na retração autógena, sendo que agregados com maior porosidade podem absorver maior quantidade de água em seu interior e funcionar com um agente de cura interna, reduzindo a autodessecação da argamassa. Segundo Zhang, Tam e Leow (2003), a retração pode ser restringida pelo maior consumo de hidróxido de cálcio atribuído ao potencial pozolânico do material cerâmico. Neste sentido, os estudos de Brekailo, Pereira e Pereira (2019) indicaram que o pó de cerâmica, obtido de resíduos de

cerâmica vermelha analisada, possuía características de pozolanicidade similar a pozonalas de baixa reatividade.

Outro fator que pode explicar a diferença de comportamento entre as argamassas produzidas com ARC e ARM e relacionado com a variação dimensional é a quantidade de cristais de etringita secundária existentes nesta fase de estudo. Analisando os difratogramas das argamassas produzidas com ARC e ARM (Figura 30) foi possível observar um aumento da intensidade de pico de difração de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) para argamassas produzidas com ARC entre as idades de 28 e 180 dias. Para as argamassas produzidas com ARM foi observada uma menor intensidade dos picos de difração de etringita secundária, sem diferença significativa em função da granulometria ou temporalidade.

Figura 30 – Intensidade de picos de difração de etringita secundária para argamassas de ARC e ARM aos 28, 180 dias



Fonte: A autora, 2021

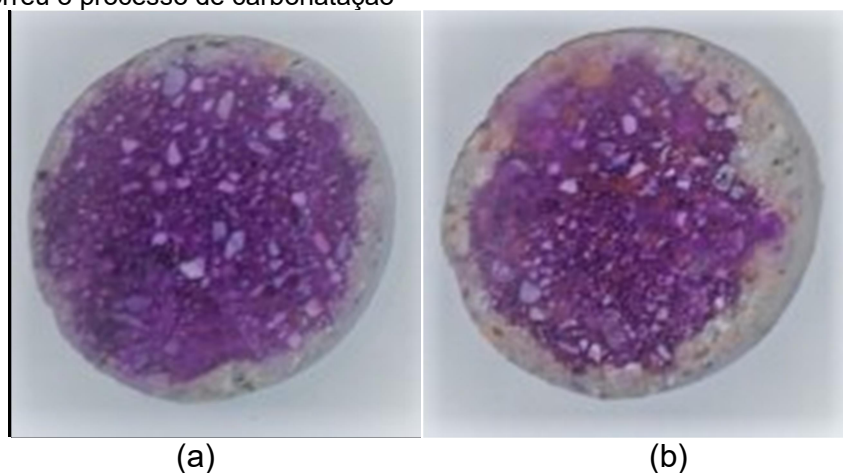
Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita secundária ($2\theta = 9,10^\circ$)

Ainda analisando a variação dimensional em idades mais avançadas, foi possível observar mudança de comportamento das argamassas. Observou-se primeiramente um platô entre 250 a 540 dias de idade, onde não há alteração da variação dimensional. A partir desta data as argamassas produzidas com ARM voltaram a apresentar mudança da variação dimensional (aumento da retração). Segundo Breitenbach *et al.* (2017), a retração também se dá por carbonatação em que a cal hidratada reage com o gás carbônico presente no ar, formando carbonato de cálcio. Esta reação é acompanhada de redução de volume.

Segundo Kaliyavaradhan e Ling (2017), os agregados de resíduo de concreto derivados do RCD representam uma fonte potencial de alcalinidade (ex: portlandita) para a formação de minerais carbonáticos termodinamicamente

estáveis. A Figura 31 apresenta os corpos de prova de argamassa nos quais foi possível observar uma espessa camada de área carbonatada. Pode-se verificar pela imagem que a espessura da camada é maior para argamassa produzida com ARM. Segundo Kazmierczak, Kulakowski e Werle (2011) há uma tendência de aumento na velocidade de carbonatação devido à presença de partículas mais porosas que facilitam a passagem do CO_2 para o interior da argamassa. No estudo de Vieira *et al.* (2016) a incorporação de parcela cerâmica no agregado, resultou uma progressão de carbonatação mais rápida devido ao aumento de atividade pozolânica e também à maior porosidade deste agregado.

Figura 31 – Imagem da seção do corpo de prova produzido com ARC (a) e ARM (b) e a camada onde ocorreu o processo de carbonatação



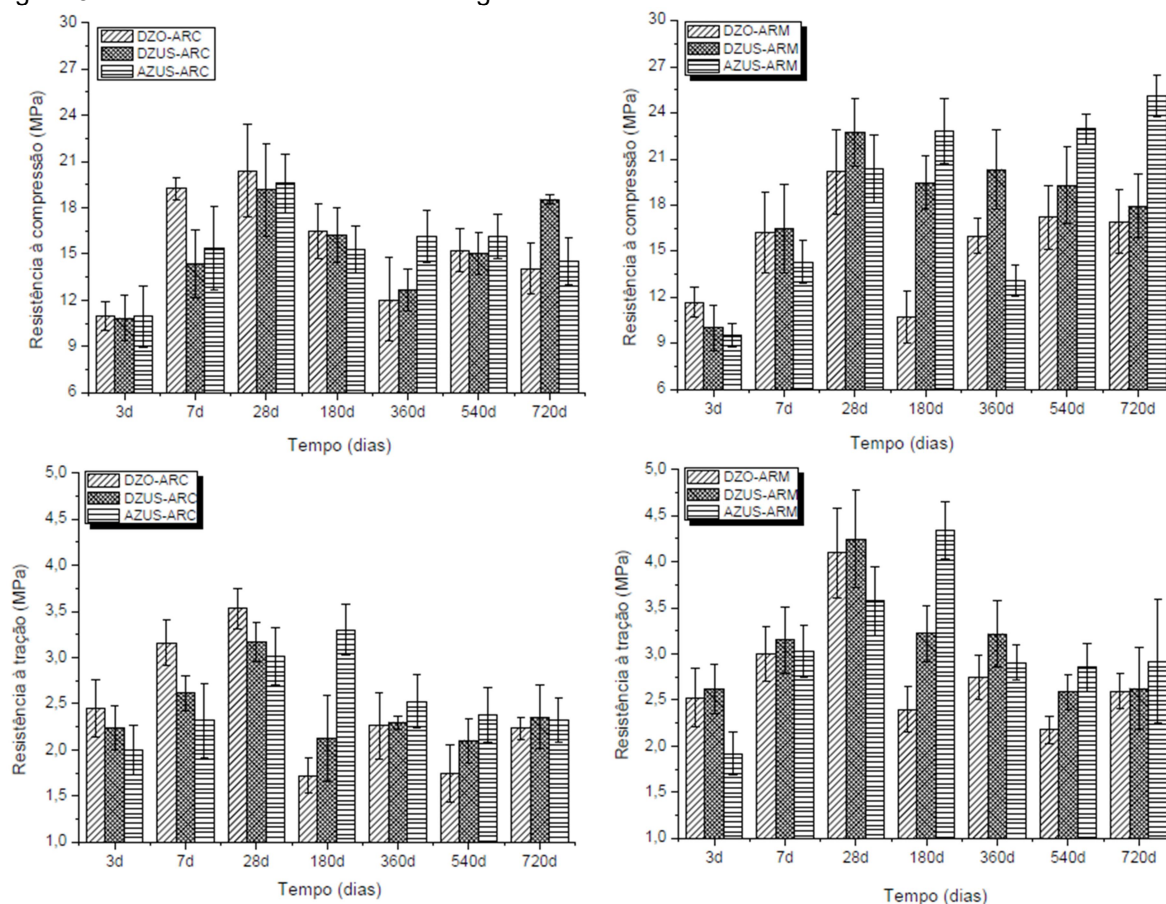
Fonte: A autora, 2021

Segundo Levy (2001), o aumento do teor de agregado reciclado pode conduzir simultaneamente ao aumento da absorção de água e redução da frente de carbonatação. Os produtos químicos formados nas reações de carbonatação atuam de alguma forma como agentes retardadores da frente de carbonatação. Segundo A autora, 2021, o agregado com maior absorção, com maior superfície porosa, condiciona uma maior quantidade de grãos de cimento a se manterem aderidos à superfície, permitindo penetração de maior quantidade de pasta pelos poros. Isto faz com que aumente a aderência da interface, formando uma camada de blindagem em volta do agregado, reduzindo a permeabilidade, aumentando a reserva alcalina e dificultando o avanço da frente de carbonatação.

A seguir são apresentados os resultados de resistência mecânica e absorção das argamassas e a partir destes resultados, foram propostas algumas hipóteses baseadas nos mecanismos de expansão. A Figura 32 apresenta valores

de resistência à compressão e tração das argamassas produzidas em função da tipologia e granulometria do agregado.

Figura 32 – Resistência mecânica das argamassas



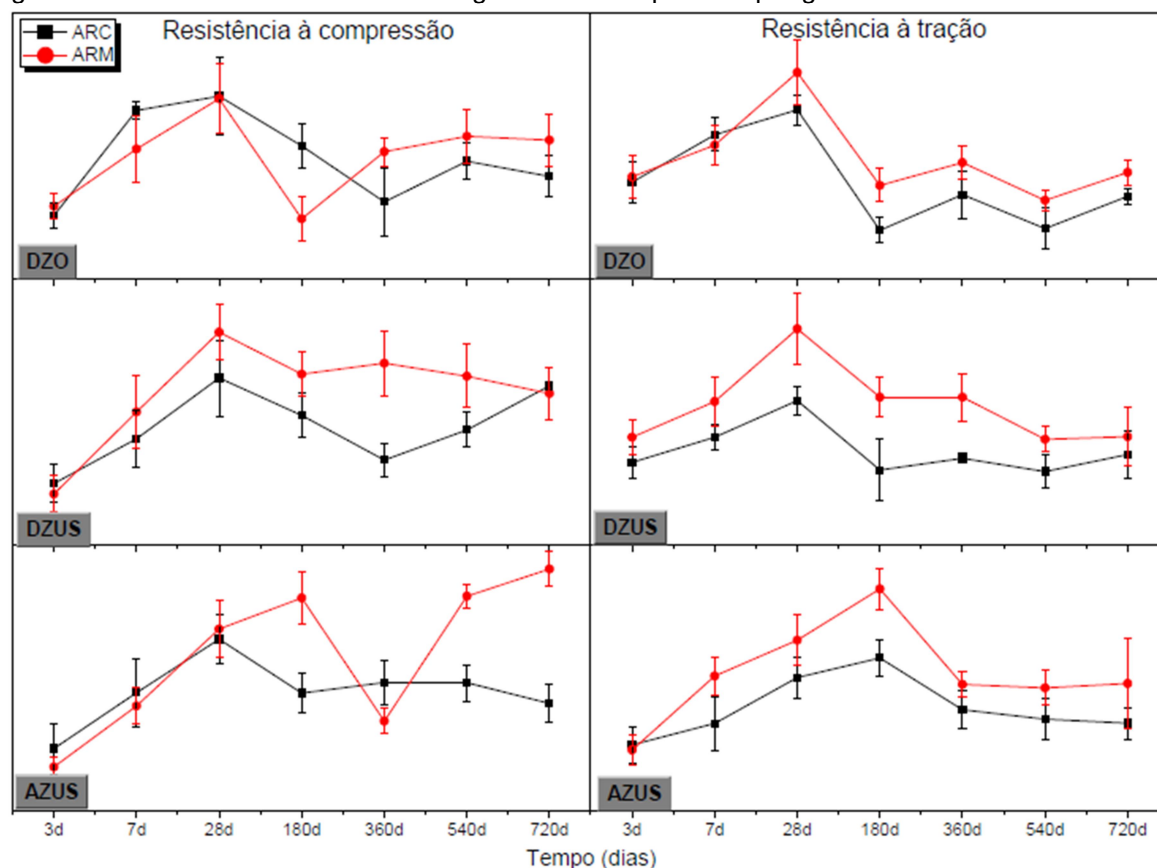
Fonte: A autora, 2021

Analisando os dados agrupados por data de análise, percebe-se que a granulometria teve influência sobre a resistência mecânica. Nas primeiras idades (até 28 dias), observou-se que quanto maior a granulometria do agregado utilizado, menor é a resistência mecânica. Após a idade de 28 dias ocorre uma inversão deste comportamento, sendo que argamassas produzidas com agregados de maior granulometria apresentaram maiores valores de resistência.

Para melhor compreensão da influência da tipologia do agregado sobre a resistência mecânica das argamassas e o comportamento destas ao longo do tempo, reorganizou-se a apresentação dos dados analisados (Figura 33). Primeiramente quanto à tipologia do agregado, observou-se diferente comportamento entre as argamassas produzidas com ARC e ARM, sendo que as

argamassas produzidas com ARC apresentaram menores valores de resistência em comparação com as argamassas produzidas com ARM.

Figura 33 – Resistência mecânica das argamassas – separadas por granulometria



Fonte: A autora, 2021

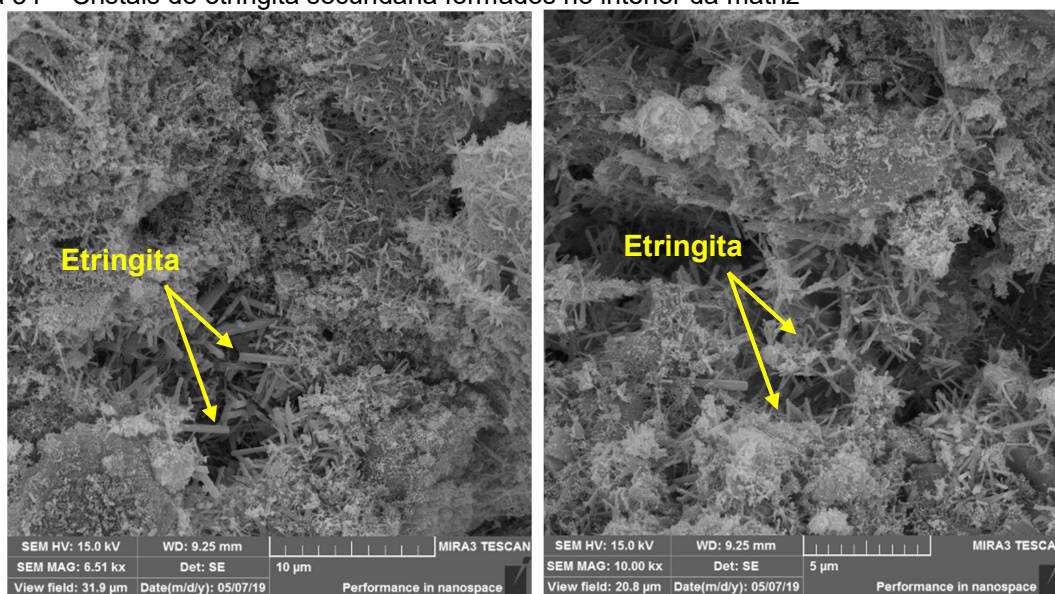
Quanto à temporalidade, observou-se que nas primeiras idades (até 28 dias) o valor de resistência foi evoluindo de forma gradativa para todos os tratamentos. Este comportamento é esperado devido à formação de cristais que densificam a matriz e que são formados pela hidratação dos compostos do cimento. Após 28 dias, ocorre mudança de ambiente de exposição e com isso se observa queda de resistência, muito provavelmente devido à retração.

Quando ocorre a secagem (UR local abaixo de 100 %), um menisco se forma em cada poro e diminui a pressão capilar do líquido nos poros. O líquido diminui primeiro nos poros maiores para depois ser eliminado dos poros menores, então é mais provável que os cristais de etringita secundária formados se precipitem nos poros menores (SCHERER, 2004). Para que ocorra a fissuração da matriz devido à formação de cristais de etringita secundária, é preciso que a tensão exercida pelo cristal sobre a parede do poro seja em torno de 8 MPa, que é maior

que a resistência de tração da matriz (3 a 4 MPa). Isto pode ocorrer devido à pressão de cristalização (crescimento do cristal de etringita secundária) e pela pressão de dilatação (elevada adsorção de água e estado de microcristalização). Em ambos os casos é mais provável que ocorra a formação de fissuras com perda de resistência se pequenos cristais de etringita secundária se formarem em espaços restritos, como poros menores que 10 a 50 nm ou na pasta (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013).

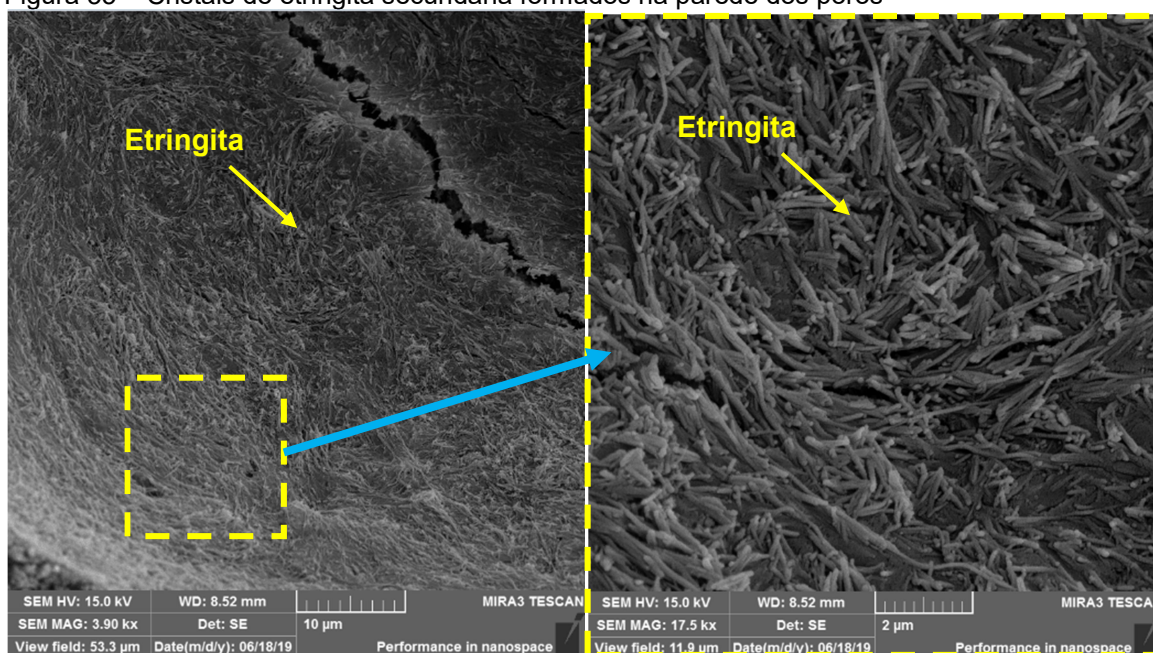
A Figura 34 apresenta a formação de cristais nas pastas e a Figura 35 apresenta a formação de grande quantidade de cristais nas paredes dos poros. Nestes casos observados, não ocorre o preenchimento de pequenos poros, mas sim a formação de cristais dentro da matriz, que devido à pressão de cristalização e dilatação podem causar fissuras que afetam a resistência mecânica das argamassas.

Figura 34 – Cristais de etringita secundária formados no interior da matriz



Fonte: A autora, 2021

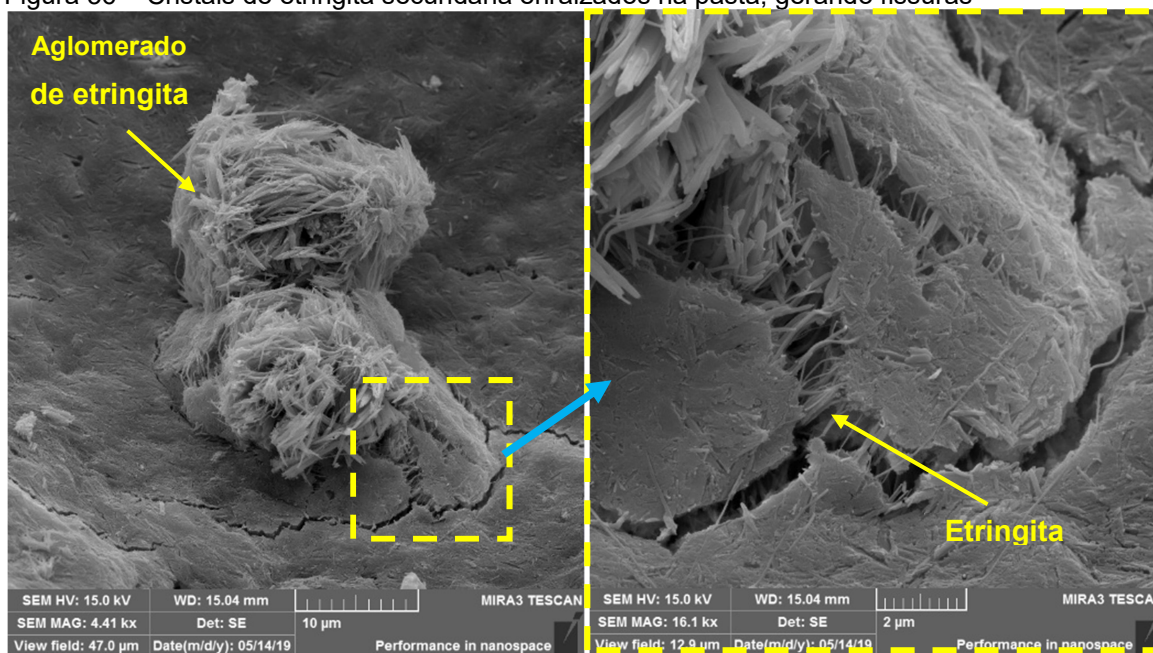
Figura 35 – Cristais de etringita secundária formados na parede dos poros



Fonte: A autora, 2021

A Figura 36 apresenta micrografia de aglomerado de etringita secundária na parede do poro onde é possível observar que os cristais estão enraizados na pasta e devido à pressão exercida estão gerando tensões internas e fissuras.

Figura 36 – Cristais de etringita secundária enraizados na pasta, gerando fissuras



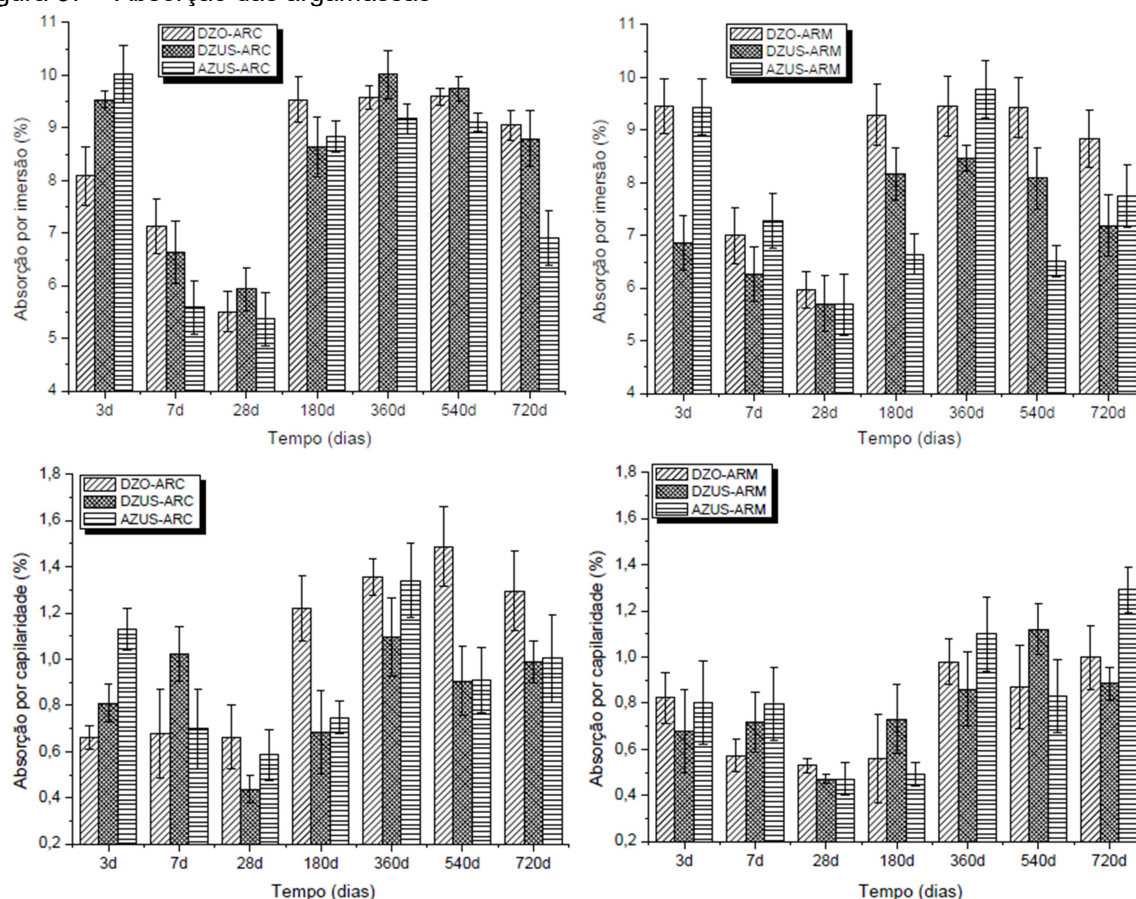
Fonte: A autora, 2021

A partir de 540, dias a resistência mecânica se manteve constante ou apresentou crescimento, pois ocorre o relaxamento da pressão de cristalização e os

cristais de etringita secundária se deslocam dos poros menores para os poros maiores. Há uma força motriz para que os cristais menores se dissolvam em favor dos maiores, porque os cristais menores são mais solúveis. Em decorrência disto, a concentração de soluto no interior do poro de menor dimensão fica maior e irá incitar o deslocamento deste soluto para o interior do poro de maior dimensão, com o objetivo de manter o equilíbrio químico (SCHERER, 2004). Cristais maiores em espaços menos restritos ou no interior do poro, não causam tensão e muitas vezes contribuem para a colmatação dos poros.

A Figura 37 apresenta valores de absorção de água das argamassas produzidas em função da tipologia e granulometria do agregado. Analisando os dados agrupados por data de análise, observou-se que a granulometria do agregado teve influência na absorção por imersão e por capilaridade.

Figura 37 – Absorção das argamassas



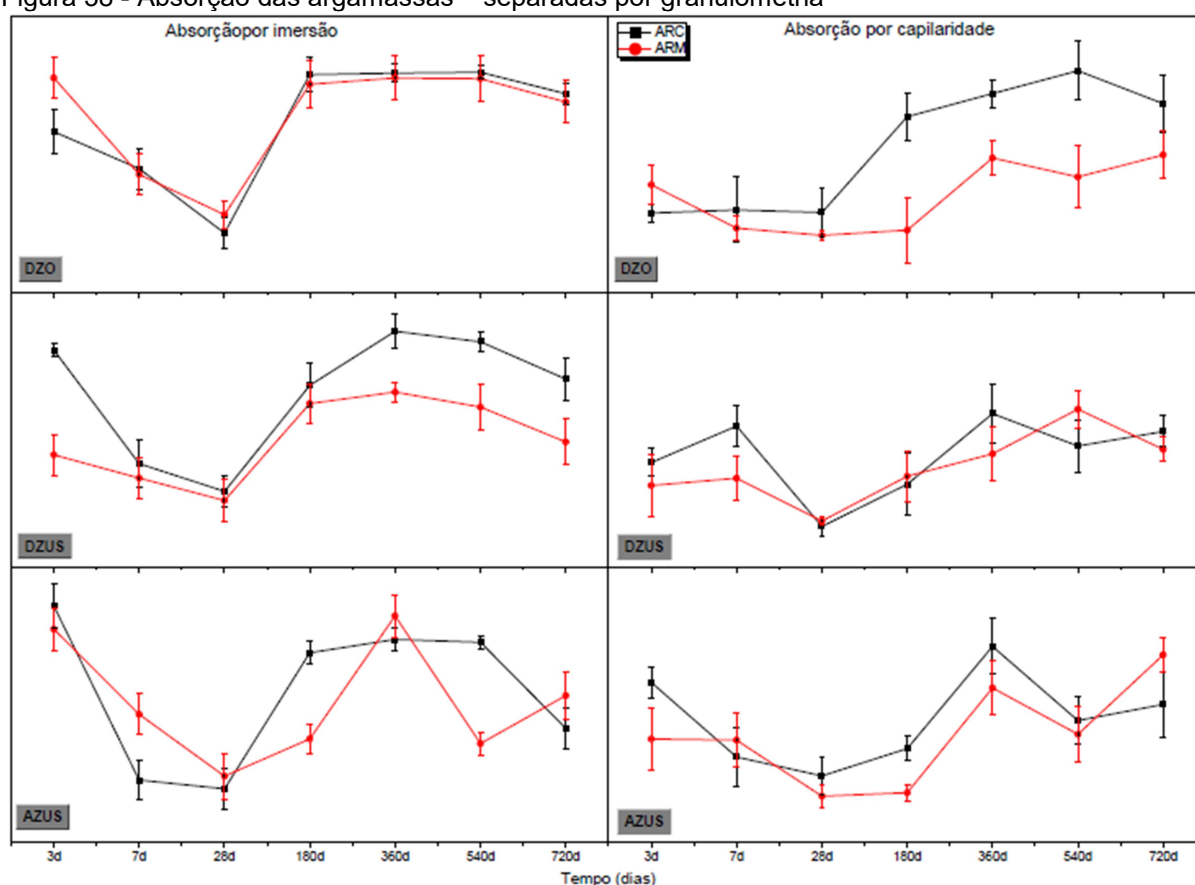
Fonte: A autora, 2021

Para a absorção por imersão e por capilaridade, não foi possível identificar um padrão único de comportamento em função da granulometria. Apesar disto, as

análises estatísticas apresentam diferenças significativas entre os valores, indicando influência da granulometria sobre esta propriedade. Segundo Bravo *et al.* (2016), a absorção por capilaridade é influenciada pela capacidade de ligação do agregado à pasta de cimento e da quantidade de água efetiva da mistura. Os autores também observaram que misturas com agregados mais finos apresentaram maior porosidade da matriz e que a parcela cerâmica tem melhor ligação com a pasta de cimento. Segundo Santos, Fontes e Lima (2017), quanto menor for o diâmetro dos poros ou tubos capilares, maior será a sucção capilar, o que explicaria o aumento da absorção por capilaridade.

Para melhor compreensão da influência da tipologia do agregado sobre a absorção das argamassas e o comportamento destas ao longo do tempo, reorganizou-se a apresentação dos dados analisados (Figura 38). De forma geral, quanto à tipologia, as argamassas produzidas com ARC apresentaram maior tendência à absorção do que as produzidas com ARM.

Figura 38 - Absorção das argamassas – separadas por granulometria



Fonte: A autora, 2021

Quanto à temporalidade, observou que nas primeiras idades (até 28 dias) o valor de absorção foi diminuindo de forma gradativa para todos os tratamentos, confirmando o esperado em função da análise da resistência, pois com a densificação da matriz, ocorre a redução da porosidade. A partir dos 28 dias, houve aumento da absorção, em função da formação de fissuras causadas pela retração. Aos 540 dias, observou-se que a absorção se manteve constante ou apresentou redução, pois conforme foi visto nas análises anteriores, neste período ocorreu a carbonatação dos corpos de prova, reduzindo a permeabilidade da água externa.

5.1 CONSIDERAÇÕES PARCIAIS SOBRE O CAPÍTULO

Com os resultados obtidos das propriedades das argamassas no estado endurecido foi possível observar alguns padrões, que sugerem hipóteses sobre o comportamento das argamassas em função da tipologia e granulometria do agregado. Estas hipóteses se baseiam no mecanismo de expansão e características físicas dos agregados.

5.1.1 Primeira hipótese

De forma geral, a argamassa produzida com ARC, em comparação à argamassa produzida com ARM, apresentou menor resistência mecânica, maior absorção e maior retração. Analisando comparativamente o comportamento das argamassas produzidas com ARC e ARM, se faz necessário destacar que o grande diferencial entre os agregados utilizados é uma menor proporção de resíduo de concreto e argamassa no ARM que acarreta em uma menor quantidade de argamassa aderida à brita ou resíduo de argamassa na sua constituição. Segundo Juan e Gutiérrez (2004), as principais propriedades desfavoráveis afetadas pelo teor de argamassa no agregado são absorção, densidade e abrasão. Segundo os autores, outras propriedades como maior teor de sulfato e álcalis estão relacionadas aos agregados com maior teor de argamassa. Segundo Malta *et al.* (2014), a presença de água livre associada a núcleos de hidratação retardados e hidratos desconectados pode gerar maior volume de poros desconectados que contribuiriam para a redução da resistência à compressão.

Ferreira *et al.* (2019) associam a menor resistência à compressão de argamassas produzidas com agregados de concreto, devido à presença de argamassa mais antiga aderida aos grãos, constituindo uma zona de transição interfacial (ZTI) pré-existente mais frágil e que afeta as propriedades desses materiais. Segundo estudo de Le *et al.* (2017), a resistência à compressão dos compósitos cimentícios podem depender de três tipos de ZTI que são: antiga ZTI dentro do ARC, nova ZTI entre a velha pasta e a nova pasta de cimento ou ainda entre a nova pasta de cimento e o agregado natural. Os autores apontam outros fatores relacionados à qualidade da ZTI que pode afetar as propriedades das argamassas e concretos produzidos com ARC e que dependem das características da superfície das partículas do agregado, ligação química, absorção e estado de saturação do agregado.

O ARM também pode ter a vantagem sobre o ARC em virtude da parcela cerâmica constituinte, que pode ser responsável por algumas reações pozolânicas, além de que sua capacidade de reserva de água pode causar efeito de cura interna. Segundo o estudo realizado por Gonzales-Corominas e Etxeberria (2014), concretos produzidos com até 30% de agregados cerâmicos finos apresentaram melhora de desempenho. Foi observado na pesquisa destes autores que houve redução do volume permeável e da absorção de água nos concretos e aumento das propriedades mecânicas.

Outros autores identificaram em seus estudos a melhoria da resistência mecânica dos materiais compósitos em função da adição de parcela cerâmica e atribuíram esta melhoria ao potencial pozolânico deste material (BOKÊ; AKKURT; ELIF, 2006; GE *et al.*, 2015; PACHECO-TORGAL; JALALI, 2011; KATHIB, 2005; MATIAS; FARIA; TORRES, 2014; SCHACKOW *et al.*, 2015).

No presente estudo a tipologia do agregado influenciou nas propriedades das argamassas em função da maior quantidade de argamassa aderida do ARC, que acarreta em maior absorção, maior teor de sulfato, maior quantidade de núcleos de hidratação retardados e maior incidência de ZTI mais frágil e também na melhoria do ARM em função da parcela cerâmica constituinte e a possível reação pozolânica e cura interna.

5.1.2 Segunda hipótese

Para UR 100%, quanto maior a granulometria do agregado, menor a resistência mecânica, menor absorção e maior retração. A segunda hipótese traz a relação entre a granulometria do agregado utilizado e as propriedades no estado endurecido das argamassas nos primeiros dias e em ambiente de cura submerso. Desta forma, a análise está fundamentada na intensidade de saturação dos poros, na morfologia do cristal de etringita secundária e local onde se precipita. Foi observado que quanto maior a granulometria do agregado, menor foi a resistência mecânica e absorção das argamassas, porém maior foi a retração.

Segundo Juan e Gutiérrez (2009), quanto maior a granulometria, menor a quantidade de argamassa aderida, menor será a absorção de água pelo grão. Segundo Munoz-Ruiperez *et al.* (2016), a etringita secundária pode ser formada por reação de sulfato interno ou externos com aluminatos anidros ou hidratados e tem caráter expansivo. Segundo Ferreira *et al.* (2019), o alumínio pode ainda estar associado aos sulfoaluminatos de cálcio presentes em compostos cimentícios hidratados presentes na argamassa aderida ao grão do ARC.

Segundo Vieira *et al.* (2016), grande quantidade de água é consumida para a formação da etringita secundária e por conta disso pode ocorrer maior tensão nos poros capilares, aumentando a retração autógena da argamassa. Segundo os autores, o aumento de volume das fases sólidas formadas (CSH, etringita, monossulfatos e outras fases AFm) fazem com que o sistema de poros capilares diminua de volume e com isso diminua a absorção por capilaridade.

Segundo Min e Mingshu (1994), quanto maior a quantidade de água livre, menor é a saturação da solução e quanto menor a quantidade de argamassa aderida, menor serão os pontos de nucleação com sulfoaluminatos anidros ou hidratados. Neste cenário, os cristais podem ser formados tanto na pasta quanto no poro e possuem maior dimensão. No caso destes cristais maiores serem formados em espaços restritos, como pequenos poros capilares, ou na própria pasta, podem causar tensão interna maior que a resistência à tração da matriz cimentícia, aumentando a probabilidade de fissura e redução da resistência mecânica (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013).

No presente estudo, as argamassas ficaram expostas a situação de cura submersa nos primeiros 28 dias, criando um ambiente menos saturado na solução

no interior dos poros. Devido a um ambiente menos saturado, os cristais formados são maiores e podem se localizar tanto nos poros quanto no interior da pasta. As argamassas produzidas com agregados de maior granulometria apresentaram menor quantidade de argamassa aderida e por consequência uma solução menos saturada. Isto ocasionou na formação de cristais maiores em espaços mais restritos, que causaram tensões internas, que causaram fissuras e queda de resistência mecânica. Assim como o aumento de volume das fases sólidas formadas causaram a redução da absorção de água por capilaridade.

5.1.3 Terceira hipótese

Para $UR < 100\%$, quanto maior a granulometria, maior a resistência mecânica, menor a absorção e o efeito da retração foi maior para argamassa produzida com ARC. Na terceira hipótese, muda o ambiente de exposição, sendo que os corpos de prova passam a ser submetidos à cura em ambiente natural. A análise é feita ao longo do tempo entre a idade de 28 dias e 720 dias. Nesta fase a UR é menor que 100% permitindo que ocorra a perda de água do interior da argamassa por evaporação. Com isso a solução fica mais saturada e confinada no interior dos poros.

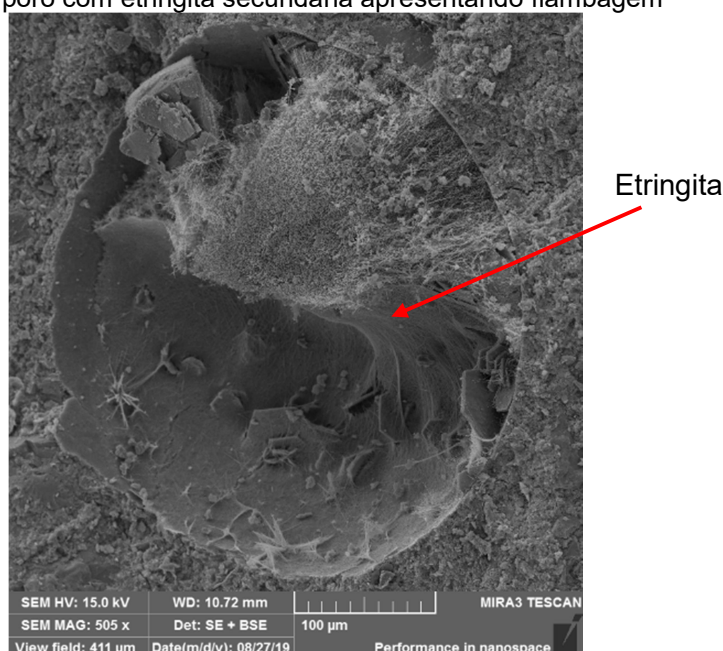
Quanto maior a granulometria do agregado, maior a quantidade de água livre (seja pela menor superfície específica ou pela menor absorção), criando um ambiente propício à formação de um número maior de poros na matriz que podem ser de diversos tamanhos, interconectados ou não. Ao ocorrer a secagem, primeiramente diminui o líquido de poros maiores e depois de poros menores, então é mais provável que os cristais se precipitem nos poros menores. Se estes poros forem menores que 10 a 50nm, os cristais podem causar tensão devido à pressão de cristalização e se esta tensão for maior que a resistência à tração da matriz, pode gerar fissura (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013).

Segundo o estudo de Scherer (2004), os poros ficam supersaturados e os cristais de etringita penetram em qualquer poro com raio superior a 0,15 nm. Pode haver inicialmente maior tensão transitória da pressão de cristalização, enquanto os cristais crescem em função de uma supersaturação em poros menores. Porém em seguida pode ocorrer o relaxamento da pressão de cristalização, quando ocorre o deslocamento de cristais do poro menor para o maior.

Estes pequenos cristais, em um ambiente supersaturado, começam a crescer e a supersaturação é reduzida. A concentração de soluto aumenta no poro com menor dimensão e para manter uma situação de equilíbrio, esta concentração mais saturada tende a se difundir para o poro maior, fazendo com que o cristal menor se dissolva e o cristal maior cresça. Quando os cristais de etringita secundária se deslocam dos poros menores para os poros maiores ocorre o relaxamento da pressão de cristalização (SCHERER, 2004).

Cristais formados em poros maiores, muitas vezes não crescem o suficiente para causar tensão nas paredes e existem dois fatores limitantes a esta tensão. O primeiro fator é a resistência ao escoamento, pois se o cristal ceder, se espalhara lateralmente no poro. E o segundo é a tendência à deformação, caso o cristal não ceda, ele pode apresentar flambagem (Figura 39), curvando para melhor se acomodar (SCHERER, 2004).

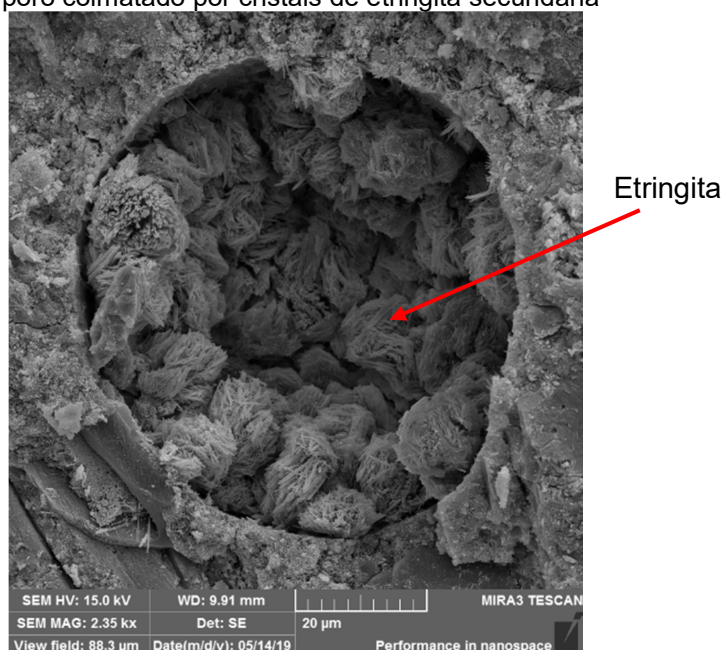
Figura 39 - Micrografia de poro com etringita secundária apresentando flambagem



Fonte: A autora, 2021

O crescimento dos cristais de etringita secundária dentro dos poros maiores gera uma tensão de cristalização menor, insuficiente para gerar fissuras e ainda proporcionam a colmatção dos poros (Figura 40), com consequente aumento da resistência e redução da absorção (PEREIRA, 2018).

Figura 40 - Micrografia do poro colmatado por cristais de etringita secundária



Fonte: A autora, 2021

No presente estudo, em um ambiente de exposição menor que 100% da UR, ocorre a secagem de água no interior dos poros, sendo que quanto maior a granulometria, maior será a quantidade de espaços vazios de diferentes tamanhos. Com a evaporação da água dos poros, a solução fica mais saturada e ocorre a formação de cristais dentro dos poros. Estes cristais normalmente se precipitam em poros menores, para depois se dissolverem e difundirem para poros maiores, criando um relaxamento da pressão de cristalização. Estes cristais crescem em poros maiores sem causar tensão interna, reduzindo a absorção de água e aumentando a resistência.

5.2 CONCLUSÃO SOBRE O CAPÍTULO

A granulometria e a tipologia do agregado tiveram influência sobre as propriedades das argamassas tanto no estado fresco, quanto no estado endurecido. O fator preponderante foi relacionado à quantidade de argamassa aderida, que pode vir a interferir na quantidade de água livre e na quantidade de núcleos de hidratação existentes na argamassa antiga. O ambiente de exposição (submerso e ambiente natural) afeta de forma diferente as propriedades das argamassas e em função da saturação da solução e o nível de saturação podem ter influência sobre a quantidade

de cristais de etringita secundária formados, sobre sua morfologia e local de formação.

Quanto menor a saturação da solução, os cristais formados são maiores e, se formados em espaços mais restritos, podem causar tensões internas e fissuras devido à pressão de cristalização e de dilatação. Quanto a UR fica menor que 100%, a saturação aumenta, os cristais formados são menores e formados em poros menores. Porém estes se dissolvem em favor de cristais maiores e então ocorre o relaxamento da pressão de cristalização. Neste momento ocorre o aumento da resistência e redução da absorção.

6 INFLUÊNCIA DO SULFATO DE CÁLCIO NA CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM AGREGADOS DE RESÍDUO DE CONCRETO (ARC) E O DESENVOLVIMENTO DAS REAÇÕES

Para análise do ataque interno por sulfato nas argamassas produzidas com resíduo de concreto, foi analisado o comportamento do material no estado fresco e endurecido. Foi procedida análise comparativa entre os tratamentos com diferentes teores de SO_3 , sendo eles 0%, 1% e 3%. Estes teores foram adicionados sob a forma de sulfato de cálcio dihidratado, (gesso reciclado) e para determinar a porcentagem correta foi utilizado cálculo estequiométrico com base na massa atômica dos elementos.

Com as argamassas produzidas, no estado fresco foi analisada a densidade de massa e verificou-se que para as argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 ocorreu um pequeno aumento da densidade (Tabela 20). Por se tratar de material fino, o gesso adicionado proporcionou o preenchimento dos vazios existentes entre as partículas do agregado (efeito fíler), melhorando o empacotamento e diminuindo o volume de vazios do conjunto.

Tabela 20 – Densidade de massa no estado fresco das argamassas em função do teor de SO_3

Teor de SO_3	0%	1%	3%
Densidade de massa (g/cm ³)	2,06 ^a	2,06 ^a	2,09 ^b

Fonte: A autora, 2021

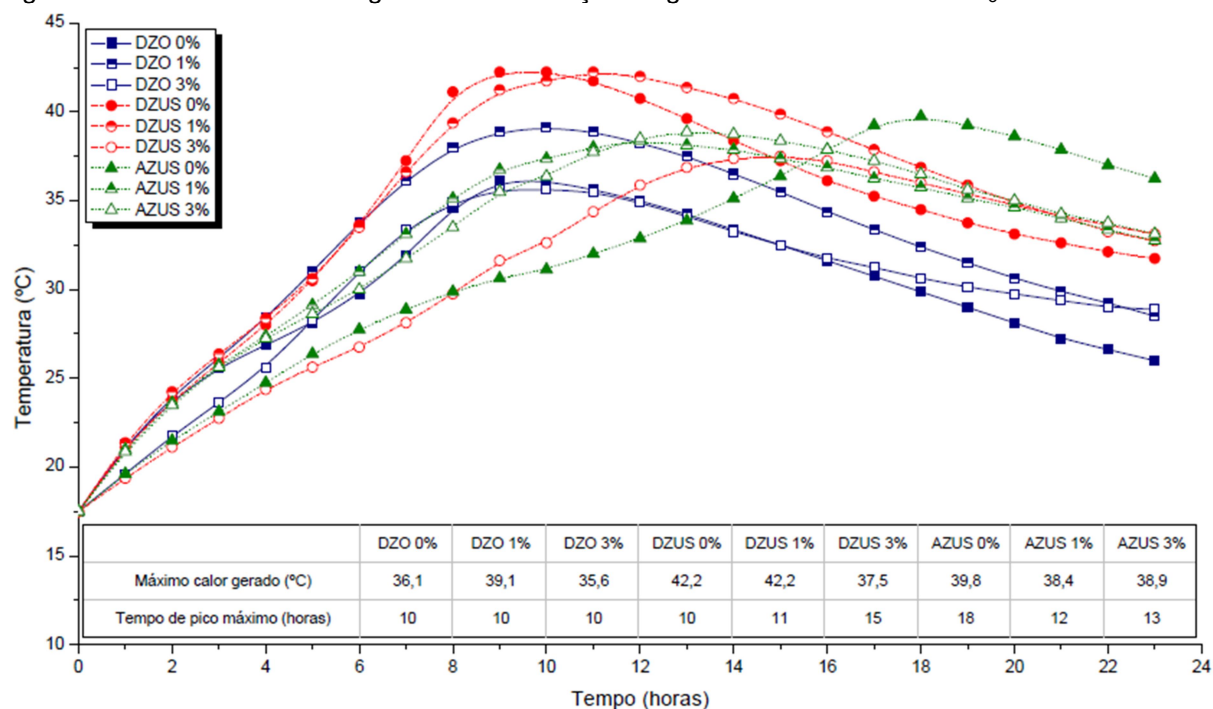
Nota: Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente no Teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

Os resultados do ensaio de calorimetria variam em função do teor de SO_3 , e também apresentaram comportamento diferenciado em função da granulometria do agregado. Desta forma, para melhor interpretação dos resultados foi necessário separar os dados em três grupos, analisando a influência de cada teor de contaminante.

Na Figura 41 está apresentado o resultado do ensaio de calorimetria das argamassas onde é possível observar que para cada granulometria o comportamento em relação ao teor de sulfato adicionado foi diferente. Quennoz e Scrivener (2012) afirmam que além da disponibilidade de compostos reativos e íons sulfato livre precisa haver na fase líquida e na matriz cimentícia, espaço disponível

para novas reações para o desenvolvimento e crescimento de cristais de etringita. Então quando há excesso de íons sulfatos disponíveis, mas o meio onde se encontram não é propício a formação de cristais, este teor fica disponível na matriz.

Figura 41 – Calorimetria das argamassas em função da granulometria e teor de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Como já citado no capítulo 5, a granulometria do agregado afeta a quantidade máxima de calor gerado e o tempo para atingir o pico máximo, em função da quantidade de argamassa aderida e quantidade de água disponível. No presente capítulo, a adição de teor de sulfato permitiu uma maior saturação da fase líquida. Havendo condições para ocorrer à formação de cristais de etringita, o sistema apresenta maior calor gerado e reações mais rápidas, porém caso o ambiente se torne muito saturado, dificultando a nucleação e crescimento de novos cristais, as reações ficam mais lentas e menos intensas.

Argamassas produzidas com agregados enquadrados DZO (granulometria mais fina) têm menor quantidade de água livre, então se observou que para teores de até 1% de SO_3 ocorreu aumento do calor gerado, porém com 3%, o meio ficou muito saturado e reduziu a intensidade de pico máximo de calor. Neste caso não se observou mudança para atingir o tempo de máximo pico.

Argamassas produzidas com agregados enquadrados DZUS (granulometria intermediária) apresentaram maior quantidade de água livre que as enquadradas

DZO. Neste caso o comportamento das argamassas com 0% e 1% foi similar, porém ao se adicionar maior teor de sulfato (3%), ocorreu desaceleração das reações de hidratação, apresentando redução do máximo calor gerado e prolongamento do tempo para atingir o tempo de máximo pico.

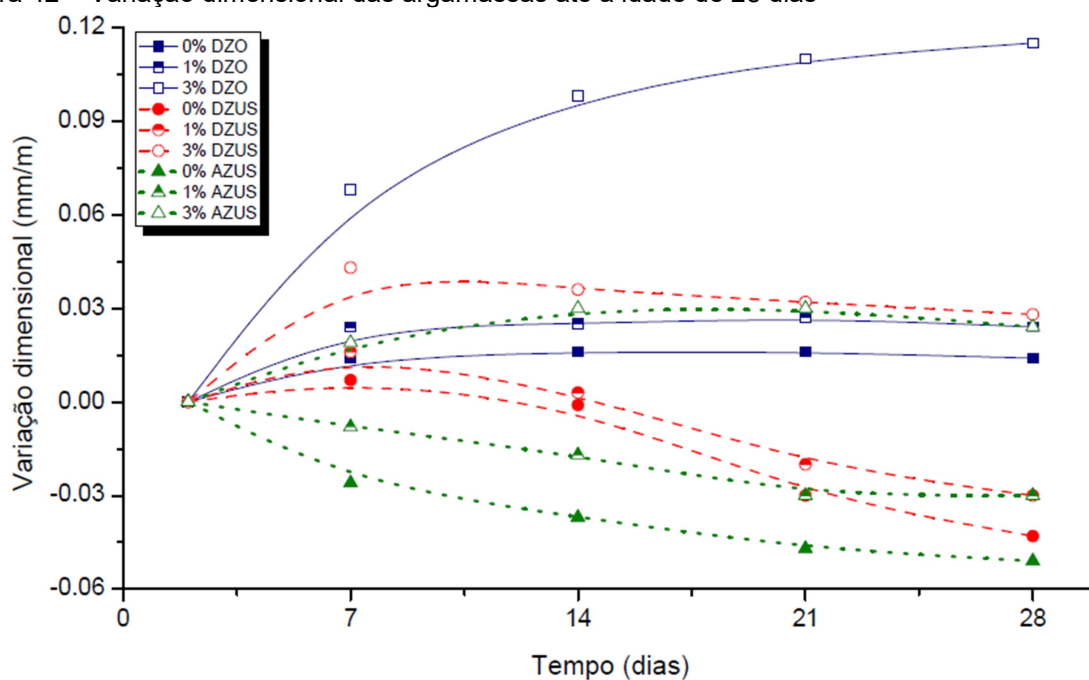
Argamassas produzidas com agregados enquadrado na curva AZUS (granulometria mais grossa) apresentam maior quantidade de água livre em relação aos demais tratamentos. Observou-se que para este ambiente, em teores de 1% e 3%, o comportamento foi muito similar, sendo que independentemente da quantidade de SO_3 adicionado, ocorreu a redução do máximo calor gerado e redução do tempo de pico máximo.

Taylor (1996) demonstrou que o sulfato de cálcio adicionado aos compósitos cimentícios reage principalmente com o composto C_3A e forma cristais de etringita, que nesta fase inicial possuem formato acicular e com menor dimensão. Sabe-se também que este composto, ao ser hidratado, apresenta maior calor gerado em função de suas reações químicas. Minard *et al.* (2007) acreditam que pode ocorrer desaceleração da reação de C_3A devido à adsorção de íons sulfato na sua superfície. Também citam que à medida que o sulfato de cálcio disponível na fase líquida é consumido, começa a dessorção da rede de íons sulfatos que estavam na superfície do C_3A , na tentativa de restabelecer o equilíbrio dinâmico da solução.

Em resumo, o teor de sulfato adicionado às argamassas influenciou as propriedades no estado fresco, sendo que quanto maior o teor de SO_3 adicionado, maior foi a densidade de massa. Quanto ao ensaio de calorimetria, observou-se que o teor de sulfato combinado com a granulometria do agregado influenciou de forma diferente as reações de hidratação. Quando o meio ficou mais saturado, diminui a relação água/sólidos e com isso diminuiu o distanciamento entre partículas, acelerando as reações e reduzindo o tempo para atingir o máximo pico de calor gerado. Houve também a redução da quantidade de água livre acarretando em menor quantidade de calor gerado.

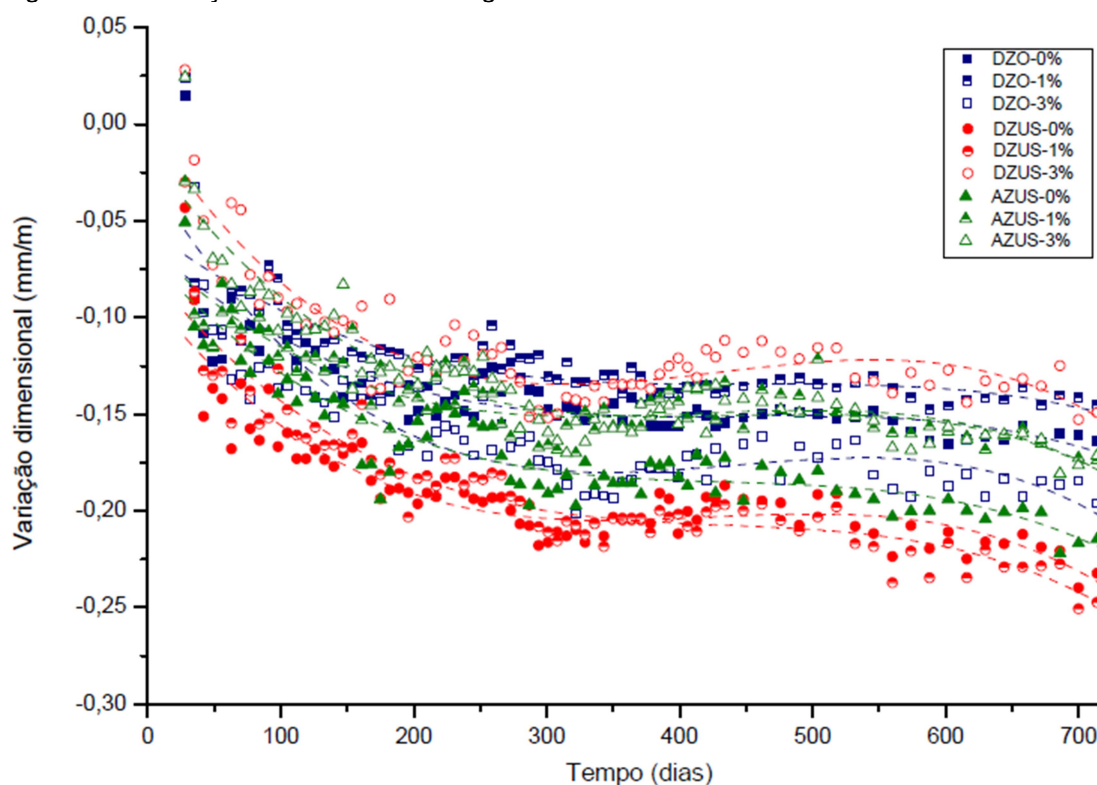
A Figura 42 apresenta a variação dimensional das barras. Apesar das particularidades observadas para cada granulometria e a diferença nos valores observados, de forma geral pode-se constatar que o comportamento das argamassas até os 28 dias de idade apresenta um mesmo padrão para os teores de 0% e 1% e diferente para o teor de 3% de SO_3 . A Figura 43 apresenta os dados de análise entre os 28 e 720 dias.

Figura 42 – Variação dimensional das argamassas até a idade de 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Figura 43 – Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias



Fonte: A autora, 2021

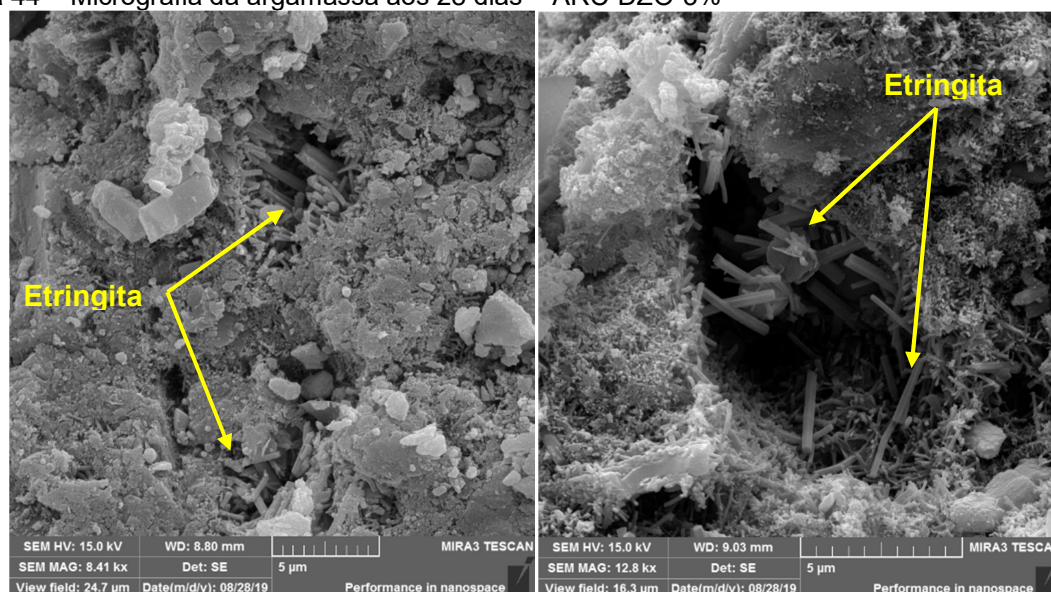
Nas primeiras idades e para teores de 0% e 1% a variação dimensional se manteve com pequena expansão para argamassas produzidas com agregados de granulometria mais fina. Com o aumento da granulometria, para estes mesmos

teores, começou a ocorrer a inversão de expansão para retração (DZUS) ou somente retração (AZUS). Como visto no capítulo 5, a retração pode estar relacionada com a quantidade de água livre na mistura, sendo que, quanto maior a granulometria, maior a quantidade de água livre e maior a retração.

Para o teor de contaminante de 3% de SO_3 ocorreu comportamento diferente dos outros teores, pois as argamassas apresentaram expansão, independentemente da granulometria do agregado. Segundo Feng *et al.* (2018), a concentração de sulfatos dentro da matriz, influencia na formação de etringita, sendo que quanto maior a concentração, maior a velocidade de precipitação e maior a expansão observada. A maior expansão foi para a argamassa produzida com ARC-DZO, que por ter menor granulometria, tem maior disponibilidade de argamassa aderida que contém núcleos de hidratação retardados e hidratos conectados, levando a uma solução mais saturada de íons sulfato.

Quanto maior a supersaturação, maior a probabilidade de formação de pequenos cristais de etringita secundária em poros menores (pressão de cristalização). Outro efeito que pode estar ocorrendo é o aumento de volume ocupado pelos novos cristais em relação aos compostos de origem e aumento da adsorção de água entre os cristais (pressão de dilatação), causando assim o efeito de expansão. A Figura 44 apresenta micrografias do tratamento ARC-DZO-3% aos 28 dias, que mostra a formação de cristais de etringita secundária no interior da pasta.

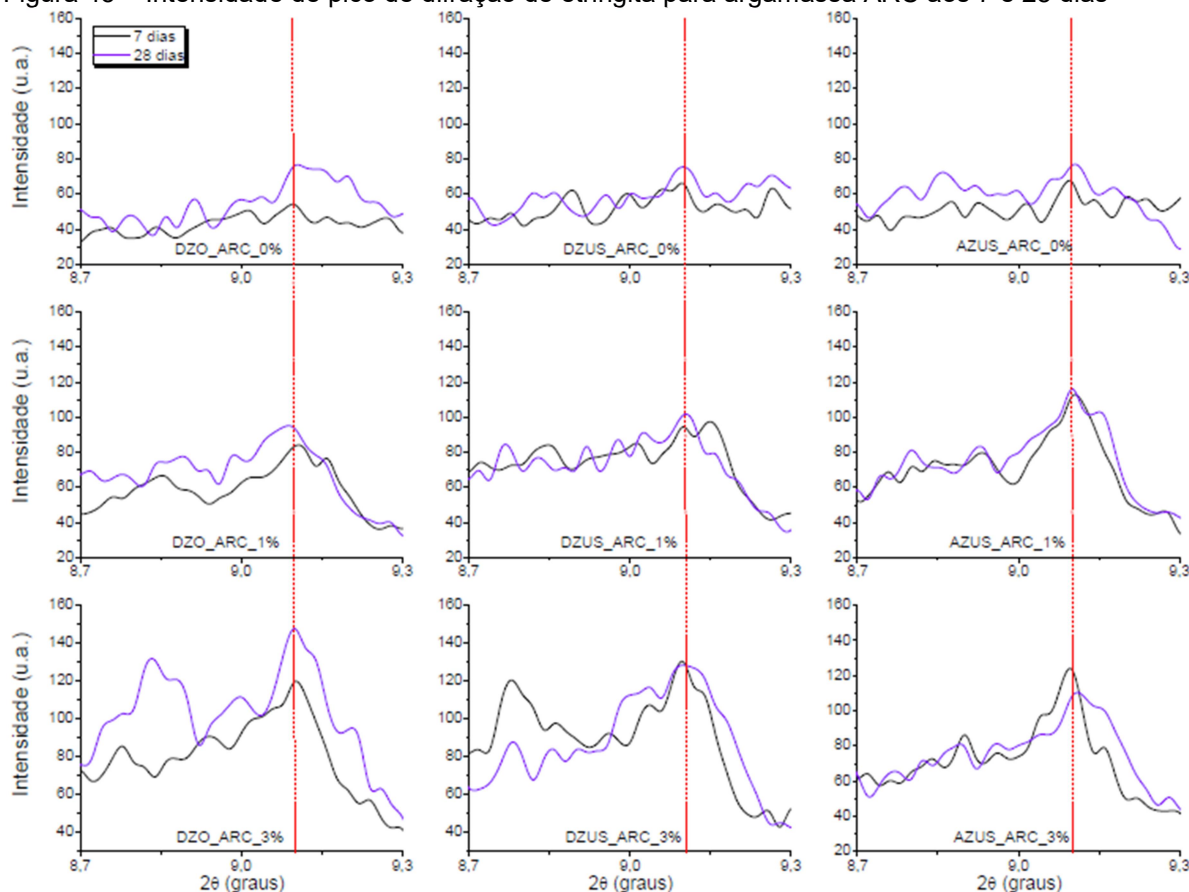
Figura 44 – Micrografia da argamassa aos 28 dias – ARC-DZO-3%



Fonte: A autora, 2021

A Figura 45 apresenta a intensidade de pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) nas idades de 7 e 28 dias, para os tratamentos analisados. À medida que o teor de SO_3 aumenta, também ocorre o aumento a intensidade de pico. Verificou-se também que a intensidade de pico de etringita aumenta de forma mais significativa de 7 para 28 dias, para as argamassas produzidas com agregado enquadrado da curva DZO.

Figura 45 – Intensidade de pico de difração de etringita para argamassa ARC aos 7 e 28 dias

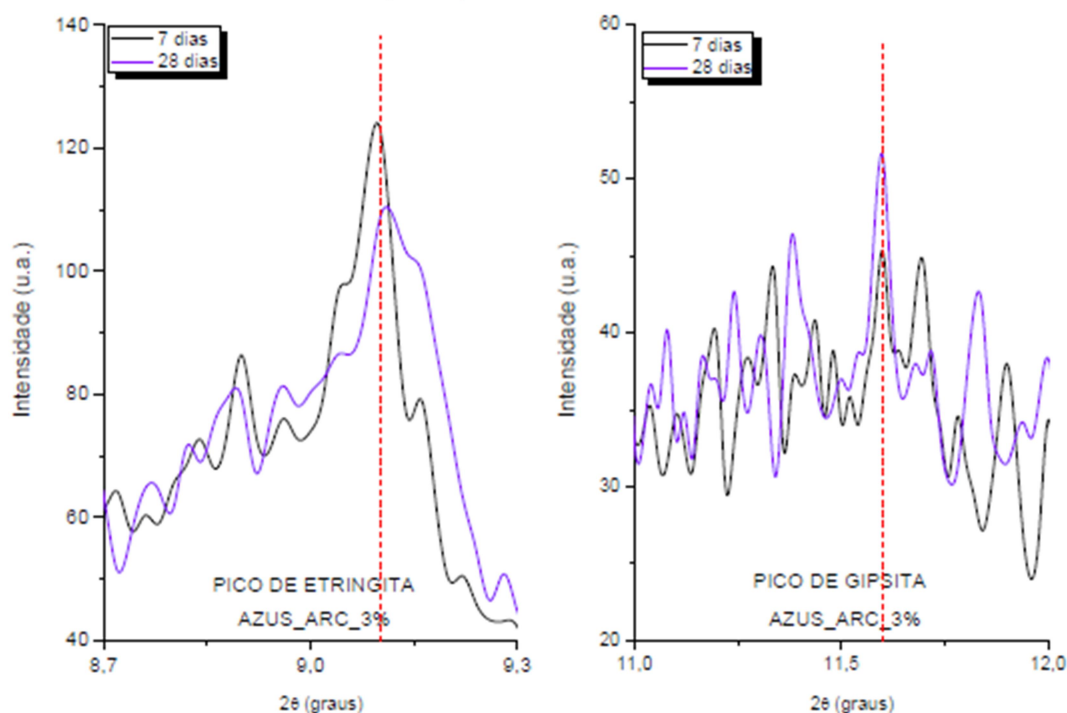


Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

Para o tratamento ARC-AZUS-3% há uma redução da intensidade de pico de etringita de 7 para 28 dias. Esse comportamento pode estar associado a formação de gipsita dentro da matriz, conforme observado pelo difratograma da Figura 46 que mostra a intensidade de pico de difração de gipsita ($2\theta = 11,6^\circ$) para este mesmo tratamento.

Figura 46 – Picos de difração de etringita e gipsita para o tratamento AZUS-ARC-3% aos 7 e 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) e gipsita ($2\theta = 11,6^\circ$)

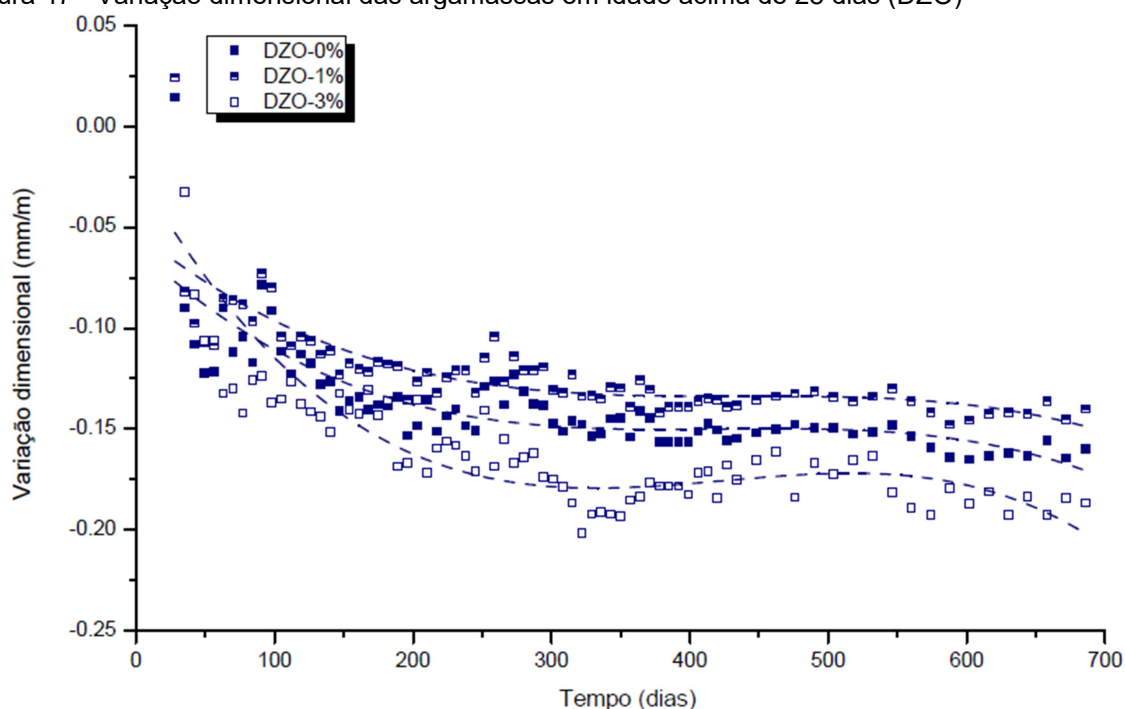
A Figura 43 apresentou os resultados de variação dimensional das argamassas para idades superiores aos 28 dias. Neste período observaram-se três comportamentos diferentes a serem explorados: a alta retração observada entre 28 e 180 dias, aumento da retração das argamassas aos 540 dias após um período de estabilidade e diferença de comportamento das argamassas em função da “granulometria x teor de SO_3 ”.

Seguindo o mesmo padrão de análise realizada no capítulo 5, todas as argamassas produzidas com ARC apresentaram retração após a data de 28 dias, sendo mais acentuada no período entre 28 e 180 dias. A retração observada nesta fase pode ser considerada como retração por secagem, devida à perda de água dos poros capilares da argamassa, pois após a idade de 28 dias, as argamassas saíram de um ambiente submerso e foram expostas à umidade ambiente, inferior a 100% da UR e então começaram a perder água e retrain.

As argamassas também apresentaram o mesmo padrão de comportamento a partir dos 540 dias de idade, com aumento da retração, como foi observado no capítulo 5. Esta reação pode da mesma forma, ser associada à carbonatação, que vem acompanhada da redução de volume.

Para análise da influência do teor de sulfato na variação dimensional em função da granulometria do agregado utilizado na produção da argamassa, separou-se os resultados apresentados na Figura 43 para melhor compreensão. Esta nova apresentação de dados separa os resultados de variação dimensional das barras de argamassas produzidas com agregados enquadrados na curva DZO (Figura 47), DZUS (Figura 50) e AZUS (Figura 54).

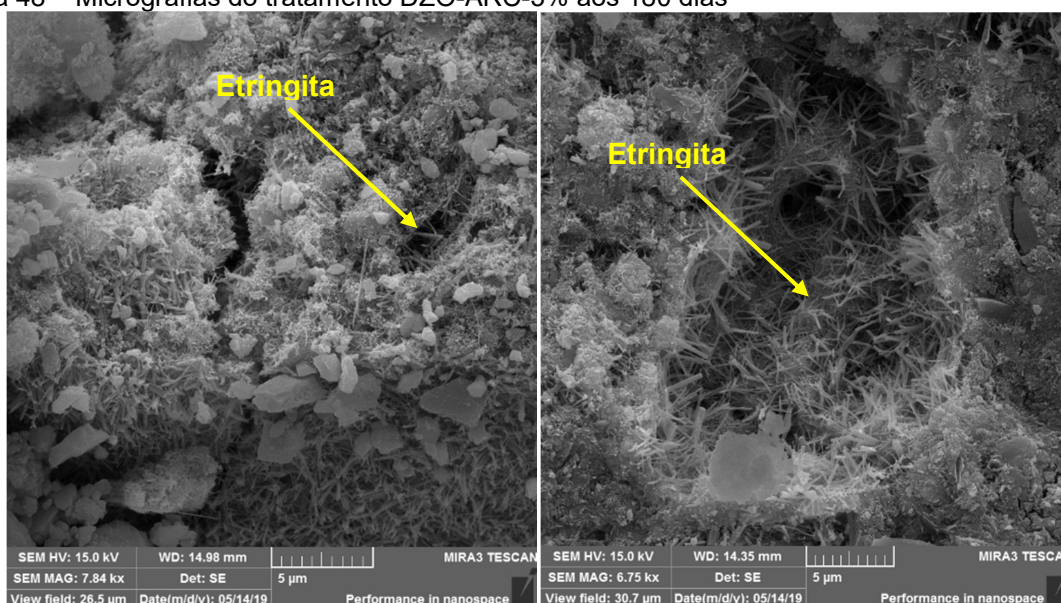
Figura 47 - Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias (DZO)



Fonte: A autora, 2021

Na Figura 47, observa-se que o tratamento com 3% de SO_3 , apresentou maior expansão aos 28 dias e após a mudança de ambiente de exposição mostrou inversão acentuada de expansão para retração. Aos 180 dias, a retração do tratamento com 3% de SO_3 já foi maior do que o observado para os tratamentos com 0% e 1% de SO_3 . A maior expansão aos 28 dias foi devido à quantidade de cristais de etringita secundária formados no interior da argamassa. Ao ocorrer à perda de água da argamassa, também ocorreu a perda de água adsorvida por estes cristais, intensificando assim a retração. A Figura 48 apresenta micrografias do tratamento DZO-ARC-3% aos 180 dias e comparando com a micrografia do tratamento ARC-DZO-3% aos 28 dias (Figura 44) é possível observar que a matriz apresenta uma maior concentração de cristais de etringita secundária aos 180 dias.

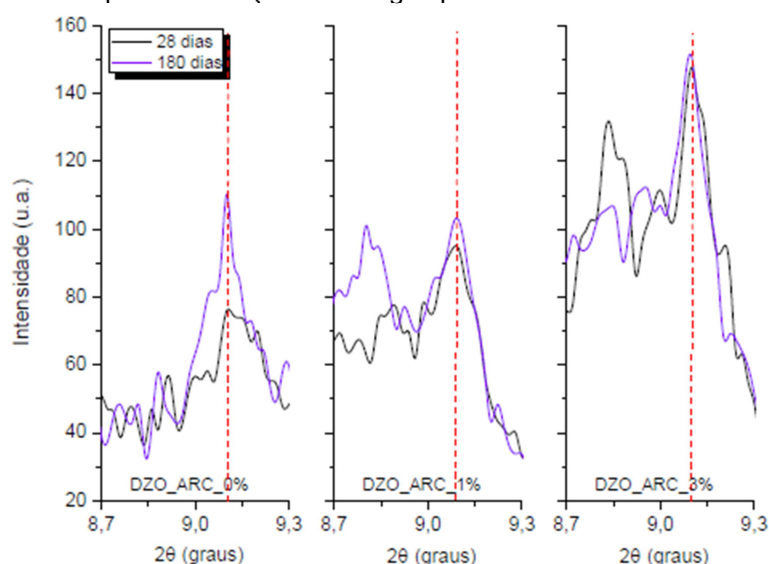
Figura 48 – Micrografias do tratamento DZO-ARC-3% aos 180 dias



Fonte: A autora, 2021

A Figura 49 apresenta a intensidade de pico de difração de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) para os tratamentos da curva DZO entre 28 e 180 dias. É possível observar que aos 180 dias, a intensidade de pico de etringita ficou igual para 0% e 1% e maior para teor de 3%. Para o tratamento com 0% de SO_3 , observou-se também que houve aumento da intensidade de pico de 28 para 180 dias.

Figura 49 – Intensidade de pico de difração de etringita para tratamentos com a curva DZO



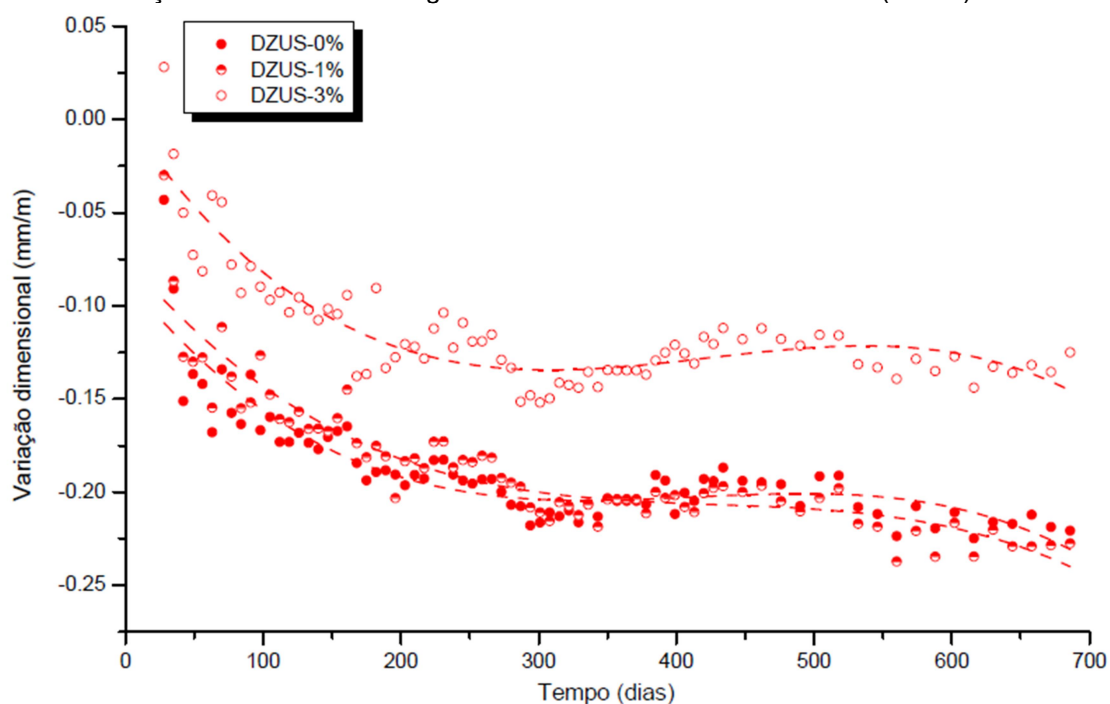
Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

As argamassas produzidas com agregados enquadrados na DZUS (Figura 50), após a retração decorrente da mudança de ambiente de exposição, mantiveram

um comportamento estável sendo que o teor de 3% apresentou menor retração que os demais tratamentos ao longo do tempo.

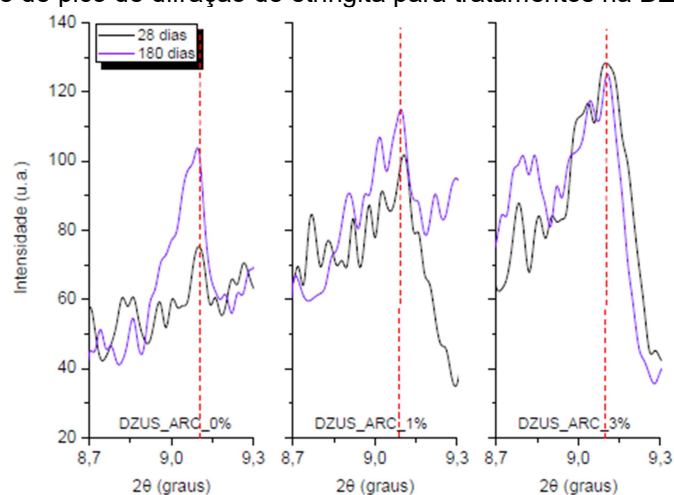
Figura 50 - Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias (DZUS)



Fonte: A autora, 2021

A Figura 51 apresenta a intensidade de pico de difração de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) para os tratamentos da curva DZUS entre 28 e 180 dias. Aos 180 dias, a intensidade de pico de etringita foi aumentando à medida que o teor de SO_3 aumentava. Também foi possível perceber que ocorreu aumento entre as intensidades de pico de 28 para 180 dias para o tratamento que não continha teor de SO_3 .

Figura 51 – Intensidade de pico de difração de etringita para tratamentos na DZUS-ARC aos 180 dias

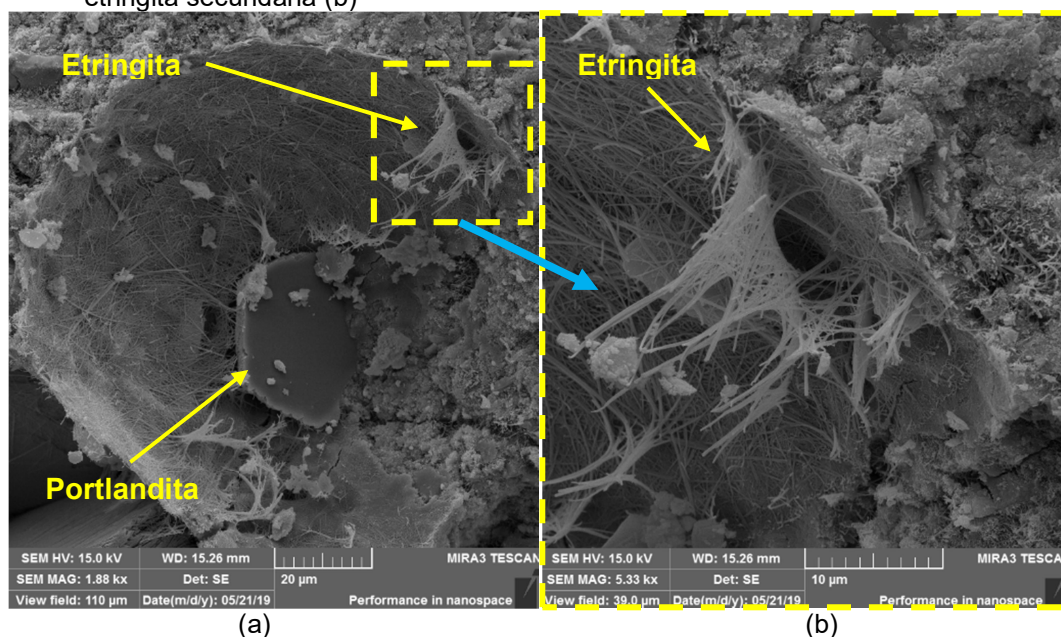


Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

As micrografias apresentadas na Figura 52a mostram o interior das argamassas do tratamento DZUS-ARC-0% aos 180 dias nas quais se observa cristais de etringita secundária formados dentro dos poros, junto a cristais de portlandita. Os cristais de etringita secundária têm formato mais alongado, com dimensões acima de $10\ \mu\text{m}$ e estão enraizados à parede do poro (Figura 52b).

Figura 52 – Micrografias do tratamento DZUS-ARC-0% aos 180 dias (a) e detalhe dos cristais de etringita secundária (b)

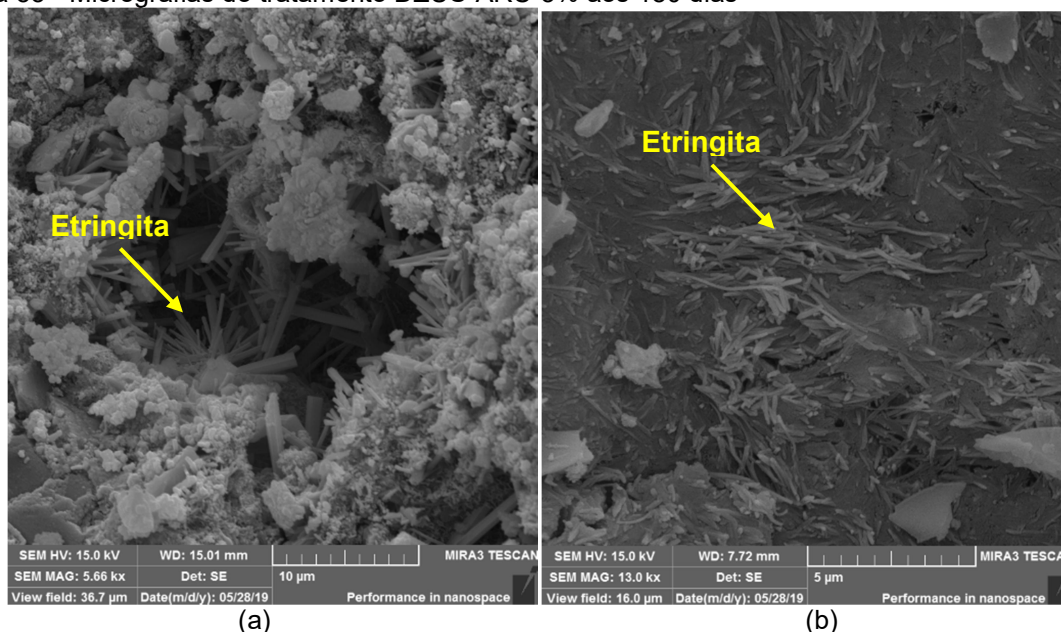


Fonte: A autora, 2021

Na Figura 53 apresenta-se a micrografia de argamassas do tratamento DZUS-ARC-3% na qual se observa que os cristais de etringita secundária são

menores ($< 5 \mu\text{m}$) e se localizam em espaços mais restritos (Figura 53a) ou enraizados na matriz (Figura 53b). Em ambos os tratamentos se observa a presença de cristais de etringita secundária, porém o formato e localização destes cristais são diferentes e isto pode afetar as propriedades das argamassas em relação às propriedades mecânicas e absorção.

Figura 53 - Micrografias do tratamento DZUS-ARC-3% aos 180 dias

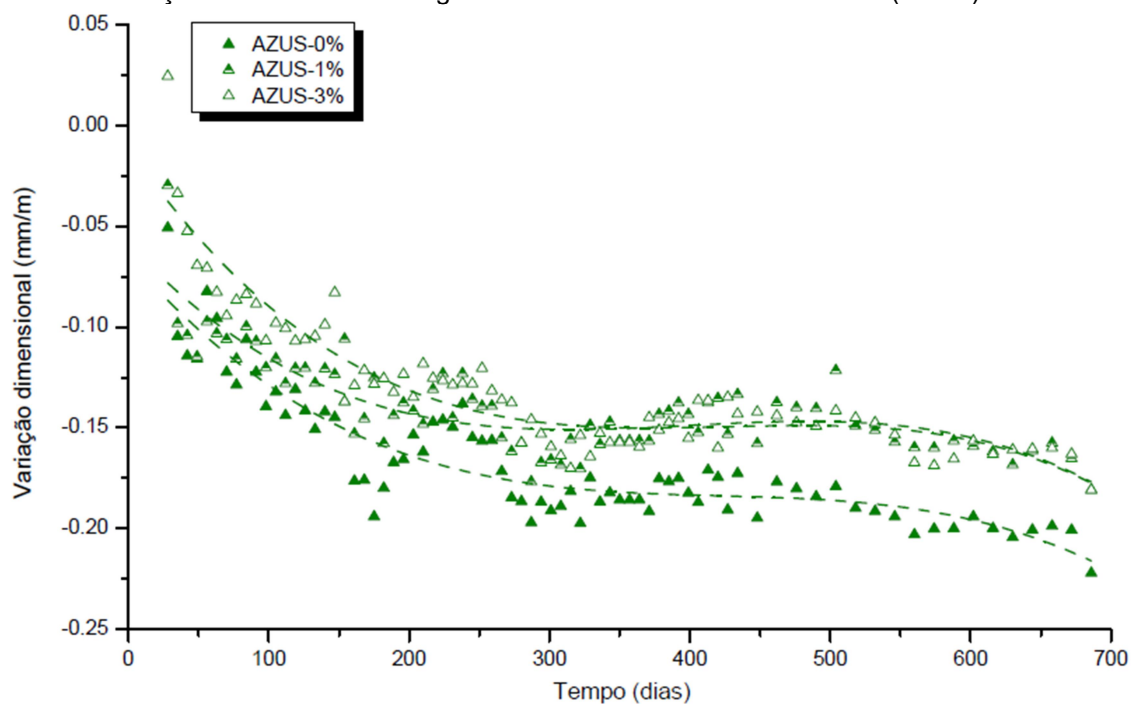


Fonte: A autora, 2021

Nota: Cristais de etringita secundária em espaços restritos (a) e cristais de etringita secundária enraizados na matriz (b)

As argamassas produzidas com agregados enquadrados AZUS (Figura 54) continuaram apresentando retração após os 28 dias, da mesma forma que os tratamentos citados anteriormente e seguindo o comportamento observado antes de 28 dias. As argamassas com teor de 1% de SO_3 apresentaram o aumento menos intenso da retração em relação aos tratamentos com 0% e 3%, sendo que, próximo a 360 dias, se equiparou ao observado para o tratamento com 3% de SO_3 .

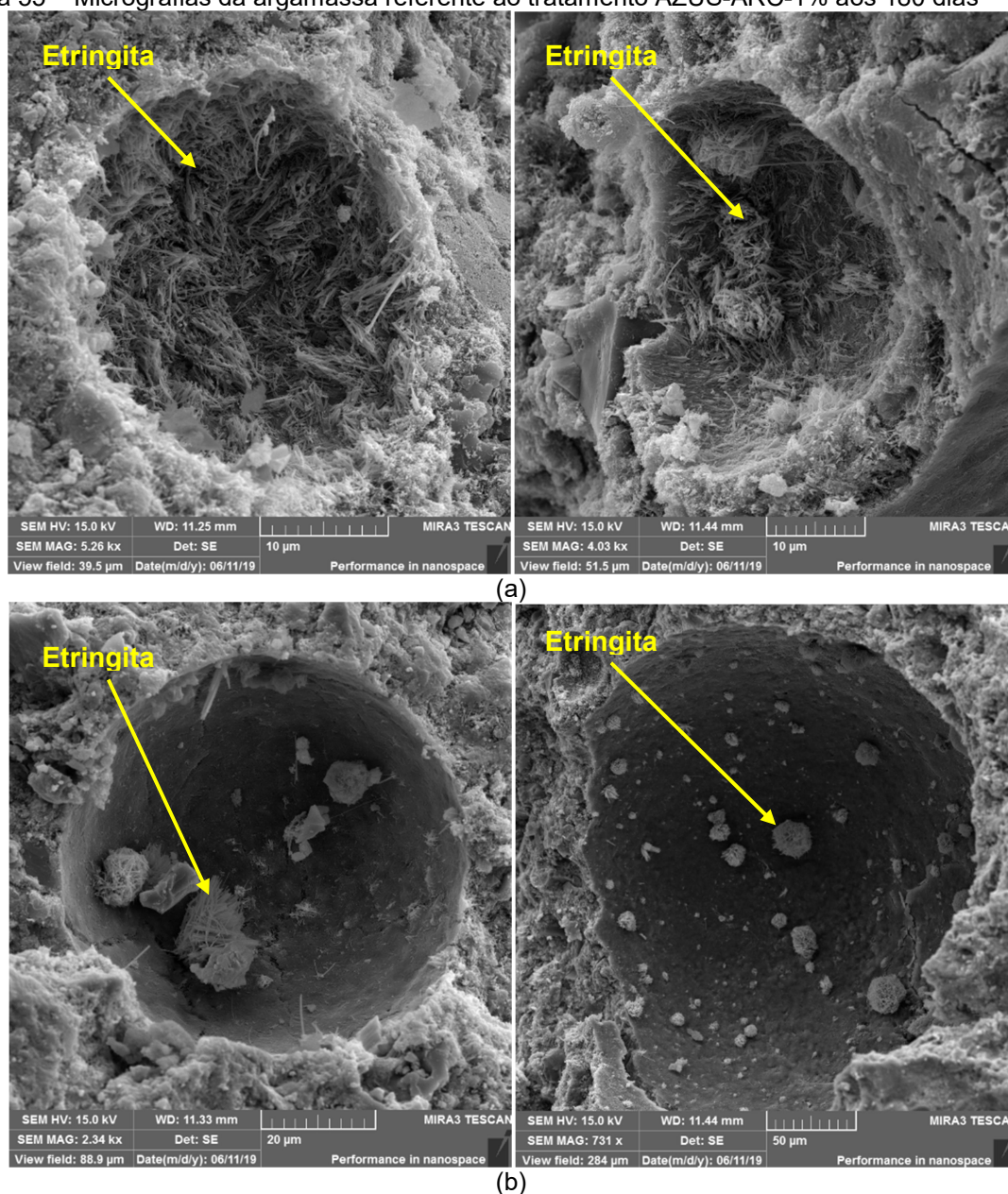
Figura 54 - Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias (AZUS)



Fonte: A autora, 2021

As micrografias apresentadas na Figura 55 são referentes ao tratamento ARC-AZUS-1%. As micrografias da Figura 55a apresentam poros menores que 50 μm cheios de cristais de etringita secundária e as micrografias da Figura 55b apresentam poros maiores que 50 μm com alguns pontos de aglomerados de cristais de etringita secundária. Isto indica que há grande quantidade de cristais de etringita secundária formados em poros de menor dimensão que podem ser responsáveis pela mudança da estrutura de rede de poros formados.

Figura 55 – Micrografias da argamassa referente ao tratamento AZUS-ARC-1% aos 180 dias

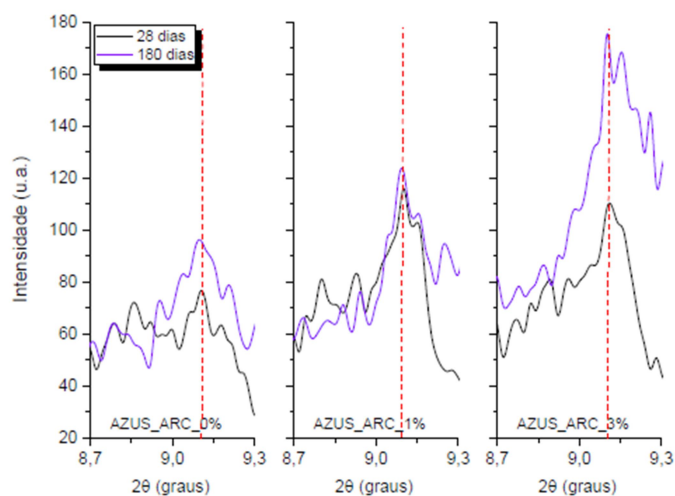


Fonte: A autora, 2021

Nota: (a) poros menores que 50 µm com muitos cristais de etringita secundária e (b) poros maiores 50 µm com alguns aglomerados de cristais de etringita secundária

A Figura 56 apresenta os picos de difração da etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) para os tratamentos da curva AZUS entre 28 e 180 dias. É possível observar que aos 180 dias, a intensidade de pico de etringita foi aumentando à medida que o teor de SO_3 aumentava. Para a curva AZUS observou-se que as argamassas com maior teor de sulfato (3%) apresentaram um aumento significativo na intensidade de pico de etringita de 28 para 180 dias. A Figura 57 apresenta micrografias, deste tratamento, nas quais se podem observar poros totalmente preenchidos por cristais de etringita secundária.

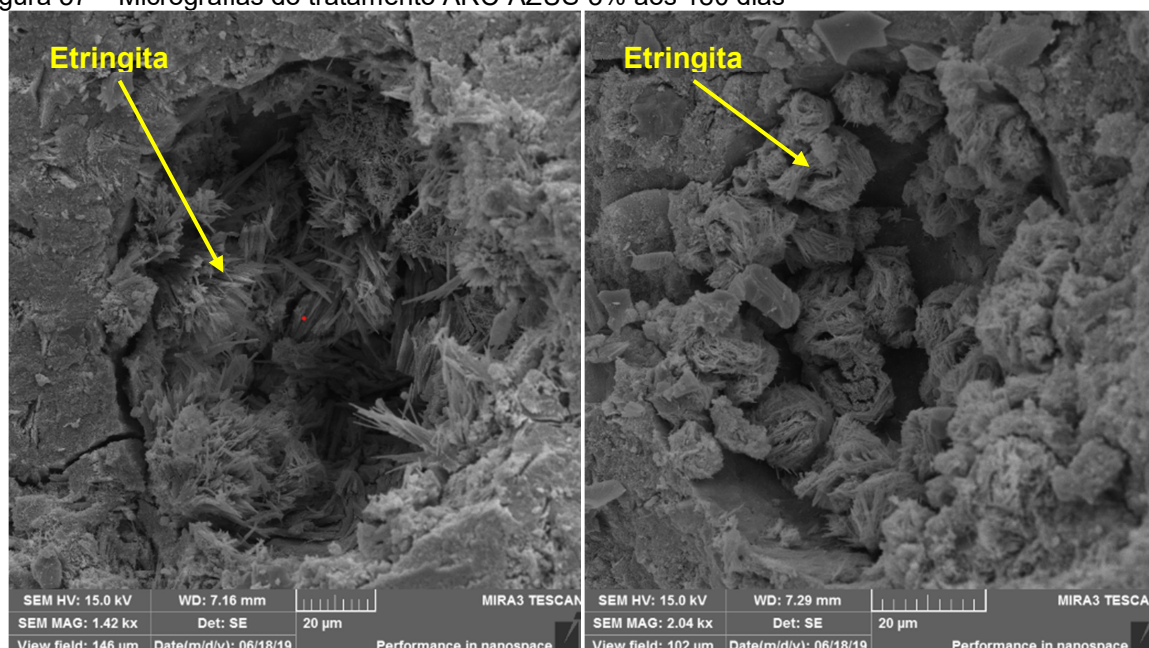
Figura 56 – Intensidade de picos de difração de etringita para os tratamentos ARC-AZUS aos 28 e 180 dias



Obs: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

Fonte: A autora, 2021

Figura 57 – Micrografias do tratamento ARC-AZUS-3% aos 180 dias



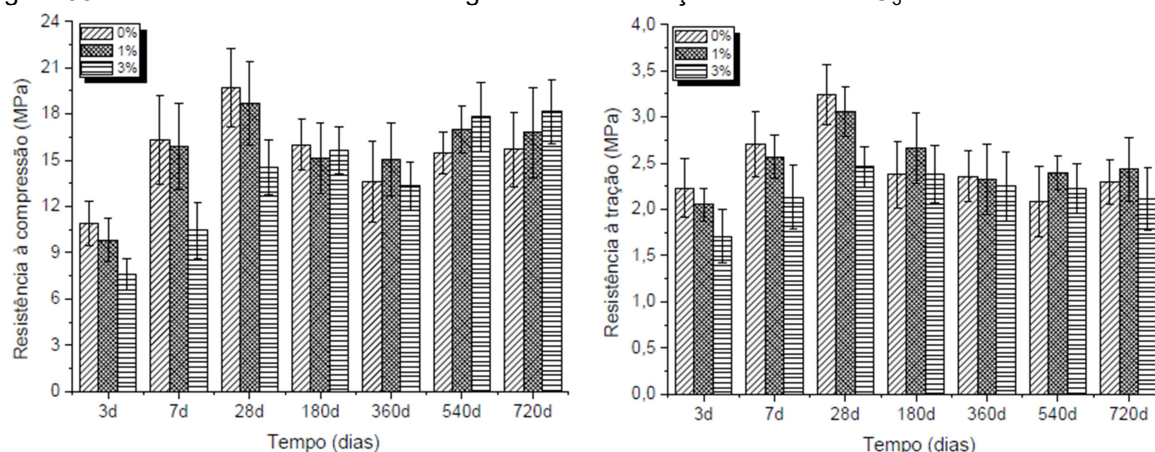
Fonte: A autora, 2021

Analisando a propriedade de resistência mecânica e a influência do teor de SO_3 sobre os resultados obtidos (Figura 58) foram propostas hipóteses baseadas no mecanismo de expansão de argamassas e ataque por sulfato interno:

- maior influência do teor de 3% de SO_3 para as argamassas nos primeiros 28 dias de idade e em ambiente de exposição submerso;
- aumento da resistência mecânica até 28 dias de idade; após esta idade, redução para os teores de 0% e 1% de SO_3 , de forma a não apresentar diferença significativa em relação ao teor de 3% de SO_3 ;

- c) retomada do aumento da resistência à compressão aos 540 dias para o tratamento com 3% de SO_3 .

Figura 58 – Resistência mecânica das argamassas em função do teor de SO_3



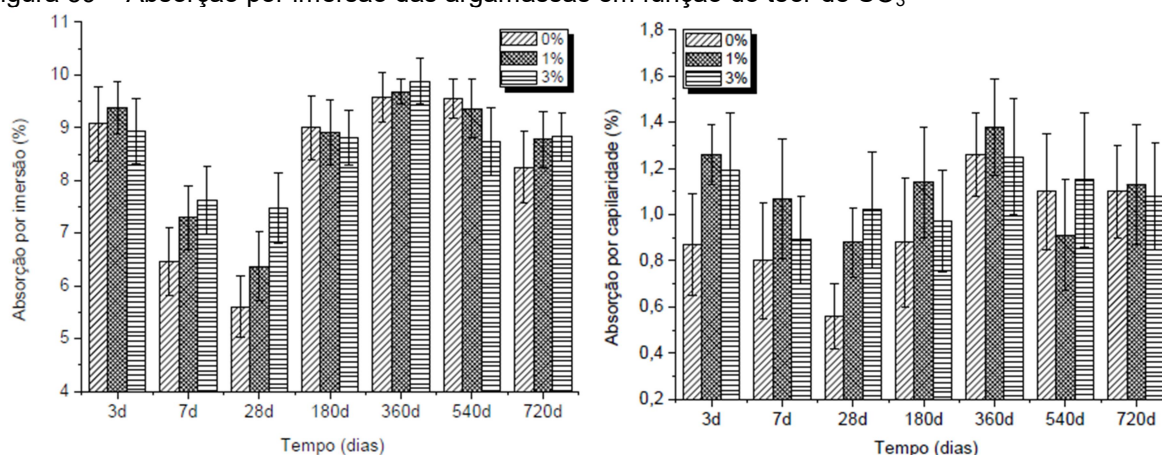
Fonte: A autora, 2021

Quanto à absorção das argamassas em função do teor de SO_3 adicionado, observou-se que o comportamento foi diferente quando analisado a absorção por imersão e absorção por capilaridade.

Analisando a propriedade de absorção e a influência do teor de SO_3 sobre os resultados obtidos podem-se destacar alguns comportamentos (Figura 59):

- maior influência do teor de SO_3 para as argamassas nos primeiros 28 dias de idade e ambiente de exposição submerso;
- redução da absorção por imersão até 28 dias de idade, após esta data, aumento da absorção; o alto desvio padrão observado para os resultados de absorção por capilaridade interferem na análise comparativa de resultados;
- retomada da redução da absorção por imersão aos 540 dias para o tratamento com 3% de SO_3 .

Figura 59 – Absorção por imersão das argamassas em função do teor de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Para melhor compreensão do comportamento das argamassas em relação aos dados experimentais macroestruturais e microestruturais obtidos, foi necessária a sistematização e a análise destes dados. Assim os comportamentos que serão abordados na sequência são:

- Maior influência do teor de 3% de SO_3 nas propriedades mecânicas das argamassas nos primeiros 28 dias e para UR de 100%;
- Influência de teores de SO_3 (1% e 3%) na absorção das argamassas nos primeiros 28 dias e para UR de 100%;
- Mudança de comportamento das propriedades mecânicas e físicas das argamassas após a idade de 28 dias e para a UR < 100%;
- Mudança de comportamento das propriedades mecânicas e físicas das argamassas com 3% de SO_3 após a idade de 540 dias

6.1.1 Primeira hipótese

Maior influência do teor de 3% de SO_3 nas propriedades mecânicas das argamassas nos primeiros 28 dias e para UR de 100%. Como observado no capítulo 5, as argamassas apresentam comportamento diferente em função do ambiente de exposição que se encontram. Nos primeiros 28 dias a situação de cura submersa cria um ambiente menos saturado e os cristais formados são maiores podendo se localizar nos poros ou no interior da pasta. Neste capítulo, com a adição de SO_3 , a solução no interior do poro vai se tornando mais saturada de íons sulfato e cria um ambiente mais propenso à formação de etringita secundária em função dos hidratos

desconectados ou núcleos de hidratação retardados associados à argamassa aderida.

Nas primeiras idades observou-se que o comportamento das argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 diferiu em relação aos demais tratamentos, com menores valores de resistência à compressão e tração e também apresentando expansão ao invés de retração. A relação entre a resistência à compressão e o preenchimento de poros por cristais de etringita foi discutido por muitos autores (MÜLLAUER; BEDDOE; HEINZ, 2013; PEREIRA, 2015; PEREIRA, 2018). De acordo com estes estudos, para que haja tensão de expansão suficiente para criar fissuras no interior da matriz, é necessário que os cristais possuam alto ângulo de contato com a parede do poro. Isto vai depender da quantidade e tamanho dos poros, pois se tiverem espaço suficiente para alocar os produtos de reação de ataque por sulfatos, ocorrerá a colmatação e não serão observadas tensões que causem fissuras.

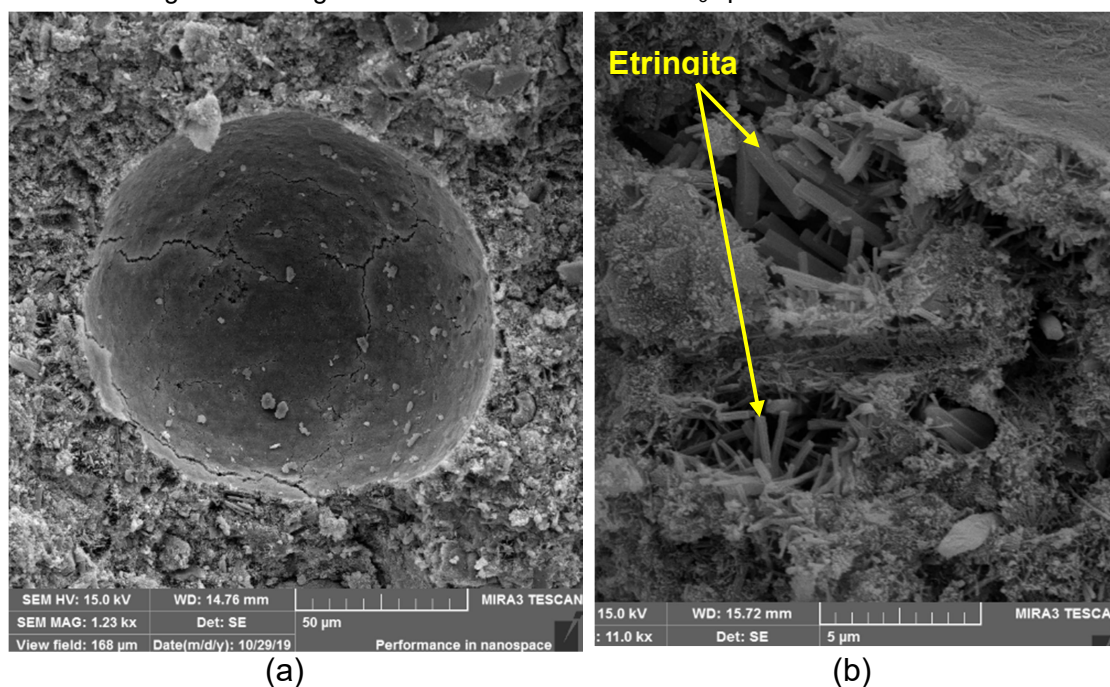
Segundo Min e Mingshu (1994), a expansão está associada à etringita, porém nem toda expansão causa fissura, pois vai depender do tamanho, quantidade e distribuição do cristal dentro da pasta de cimento. A formação de cristais de etringita segue dois processos, nucleação e crescimento do cristal, sendo que a expansão resulta da ação simultânea da pressão de cristalização (crescimento do cristal) e pressão de dilatação (absorção de moléculas de água).

De acordo com Müllauer, Beddoe e Heinz (2013), a expansão em função da pressão de crescimento do cristal, depende da supersaturação da solução de poro. A formação de etringita secundária em poros pequenos ou espaços restritos pode gerar uma tensão maior que a resistência à tração da matriz do ligante, sendo assim responsável pela expansão ou danos. Se a etringita secundária se formar em poros maiores, também contribui para expansão, porém o dano é desprezível, pois a pressão gerada é insuficiente. Tousey e Baradan (2010) relacionou a variabilidade na morfologia da etringita com a quantidade de sulfato em sua composição, sendo que este teor é significativamente maior para a etringita com morfologia massiva.

Até a idade de 28 dias não houve queda de resistência, porém houve um menor ganho de resistência para as argamassas produzidas com o teor de 3% de SO_3 . A principal diferença observada entre os tratamentos foi a localização da formação dos cristais de etringita secundária dentro da matriz cimentícia. A Figura 60 apresenta micrografias de argamassa com teor de 3% de SO_3 . A Figura 60a

apresenta imagem de um poro grande ($> 50 \mu\text{m}$) com ausência de cristais de etringita secundária e a Figura 60b apresenta a formação de cristais de etringita secundária em espaços restritos ($< 5 \mu\text{m}$) dentro da matriz.

Figura 60 - Micrografias de argamassa com teor de 3% de SO_3 apresentando

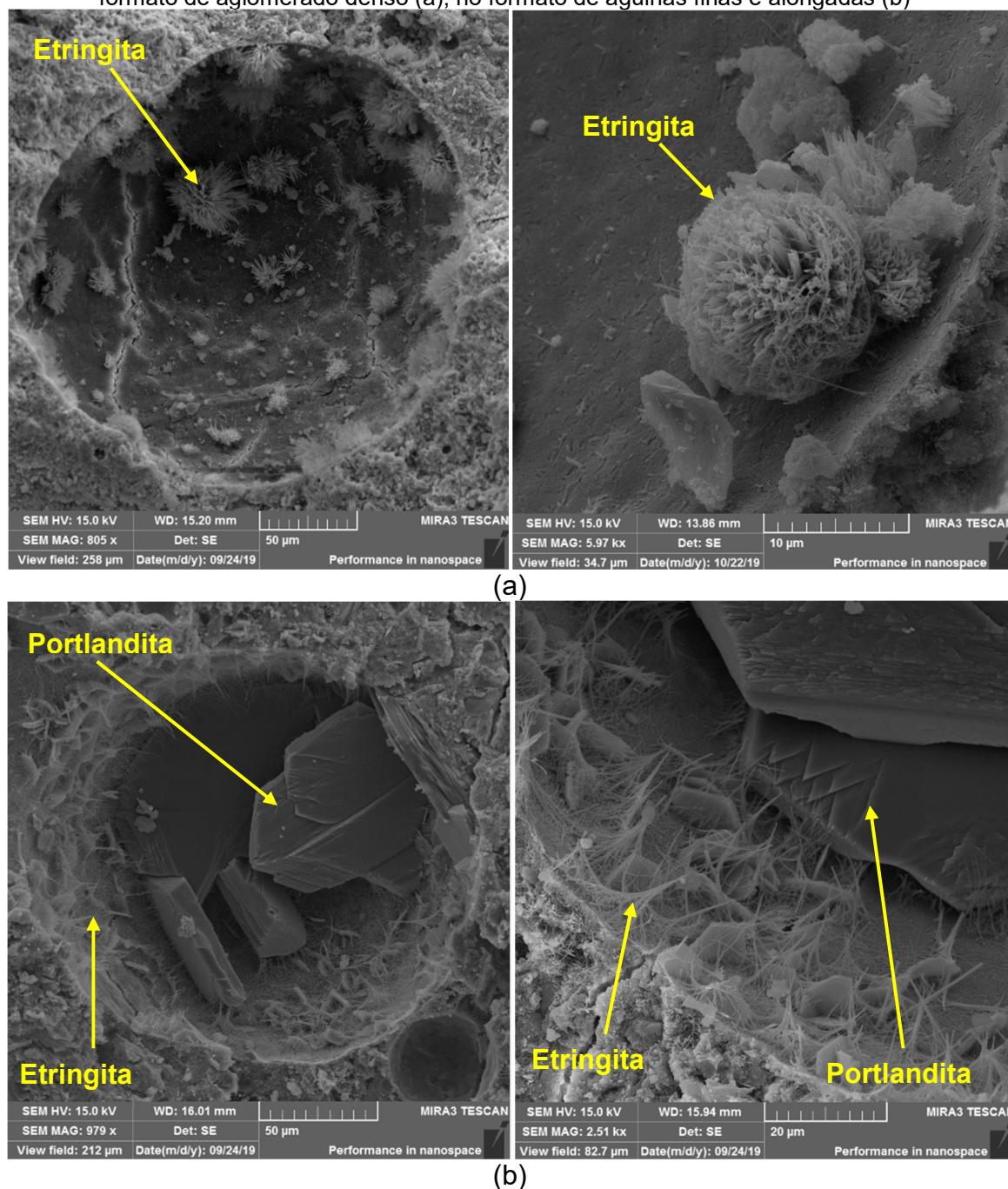


Fonte: A autora, 2021

Nota: (a) poro $> 50 \mu\text{m}$ sem presença de cristais de etringita secundária; (b) formação de cristais de etringita secundária na matriz em espaços $< 5 \mu\text{m}$

Para as argamassas produzidas com teores de até 1% de SO_3 , a formação de cristais de etringita secundária se concentrou no interior dos poros, porém com morfologias diferentes em função da presença de outros cristais. Nos poros que não continham portlandita, a etringita secundária apresentou um formato de aglomerado denso, como apresentado na Figura 61a. Já em poros que continham portlandita, a etringita secundária apresentou formato de agulhas finas e alongadas (Figura 61b).

Figura 61 – Cristais de etringita secundária no interior de poros com teor de até 1% de SO_3 : no formato de aglomerado denso (a); no formato de agulhas finas e alongadas (b)

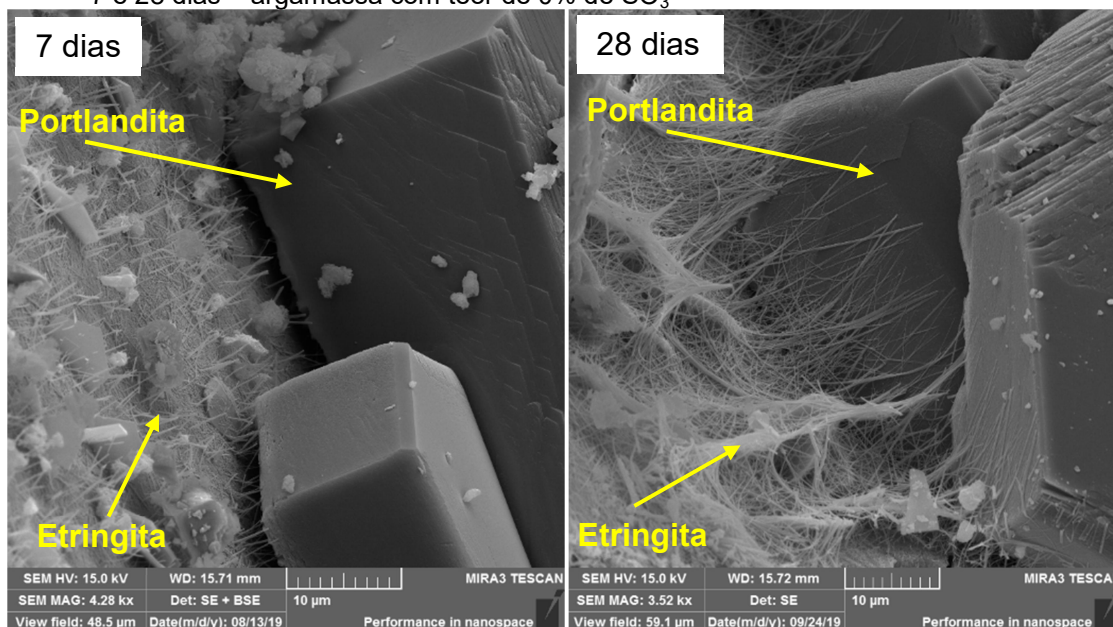


Fonte: A autora, 2021

A formação de cristais de etringita secundária ocorre em torno da portlandita e com o passar do tempo, o comprimento dos cristais aciculares foi aumentando conforme pode ser visualizado nas micrografias da Figura 62, referente a uma argamassa com teor de 0% de SO_3 . Apesar destes tratamentos não conterem adição de teores de resíduo de gesso como contaminante, foi possível observar através dos ensaios de caracterização física dos materiais (Tabela 19) que tanto o

cimento quanto o agregado de concreto podem conter teores de sulfato disponível para a formação de cristais de etringita.

Figura 62 - Cristais de etringita secundária formados ao redor de cristais de portlandita nas idades de 7 e 28 dias – argamassa com teor de 0% de SO_3

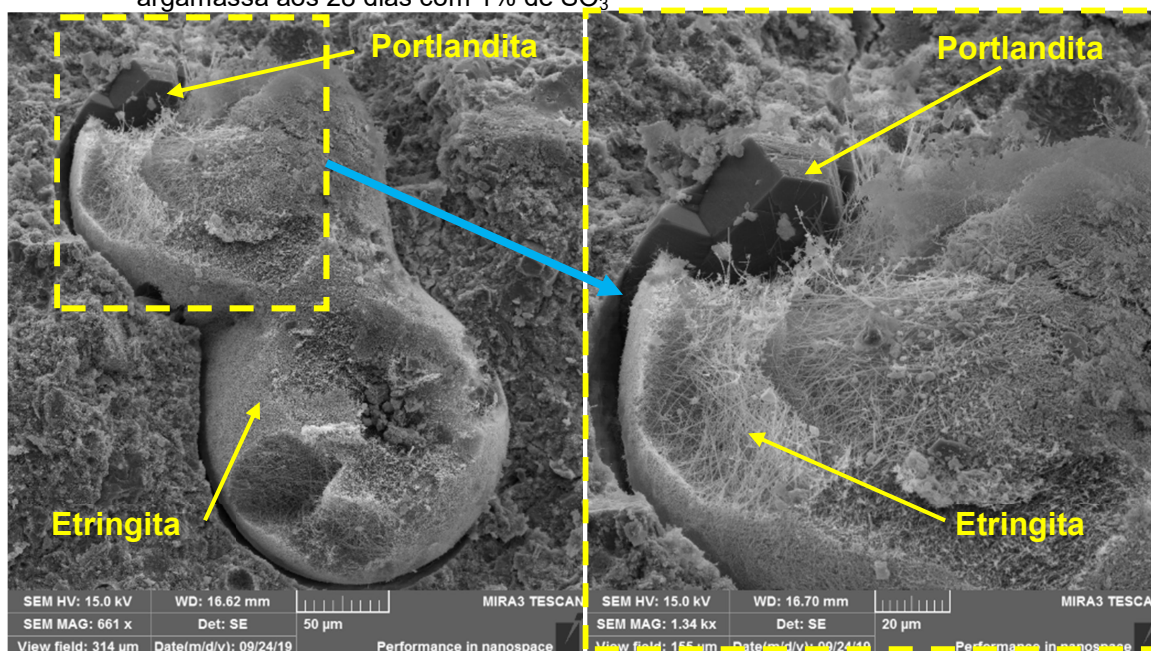


Fonte: A autora, 2021

Estes cristais continuam crescendo até preencher todo o poro, formando um invólucro, porém estes cristais não se apresentam enraizados na pasta de cimento. A Figura 63 apresenta a micrografia de uma argamassa aos 28 dias com teor de 1% de SO_3 , na qual a etringita secundária formou um invólucro no interior do poro e não causou tensões ou fissuras aparentes. Possivelmente, a etringita está contribuindo com o preenchimento do poro, melhorando a resistência à compressão.

Diante do exposto pode-se concluir que quando as argamassas estão expostas em ambiente com UR de 100%, a solução no interior dos poros tem a sua saturação associada à quantidade de teor de SO_3 adicionado, criando então o ambiente propício à formação de etringita secundária, porém com diferenças entre o tamanho do cristal e o local de nucleação e crescimento. Quanto maior o teor de SO_3 , menor a quantidade de água livre e menor será o tamanho do cristal.

Figura 63 – Poros de argamassa totalmente preenchidos por cristais de etringita secundária – argamassa aos 28 dias com 1% de SO_3



Fonte: A autora, 2021

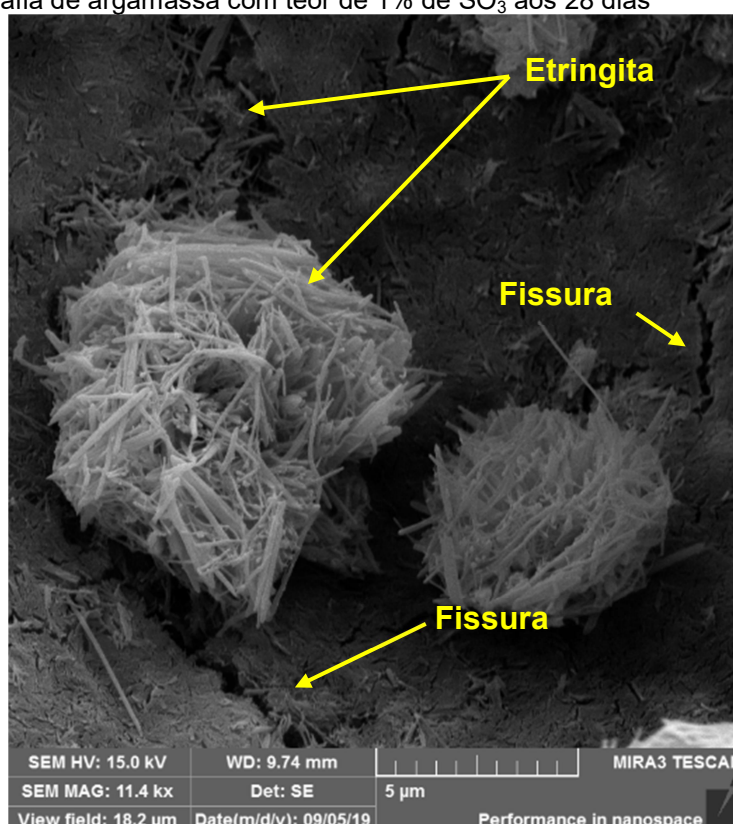
Com teores de até 1% de SO_3 , os cristais se formam dentro da solução nos poros, e quanto maior a quantidade de íons sulfato na solução maior a quantidade de cristais de etringitas secundárias formadas. Os cristais crescem livremente dentro dos poros até quase a completa colmatação, porém sem gerar tensões internas que causem fissuras, pelo contrário, afetam positivamente a resistência à compressão, deixando a matriz mais densa e aumentando a resistência. Para teores de 3% de SO_3 a nucleação ocorre de forma mais efetiva em espaços menores dentro da pasta de cimento, gerando tensões de expansão nas argamassas, mas que não chegam a criar fissuras e queda de resistência.

6.1.2 Segunda hipótese

Influência de teores de SO_3 (1% e 3%) na absorção das argamassas nos primeiros 28 dias e para UR de 100%. Na presente pesquisa observou-se que argamassas com adição de sulfato apresentaram maior absorção nos primeiros 28 dias, indicando que a formação de etringita secundária, fruto da combinação entre o teor de sulfato e os hidratos do cimento influenciam na quantidade de água absorvida pela argamassa.

Em solução mais saturada de íons sulfato, foi observado que o ambiente favorece a formação de cristais menores de etringita secundária, porém em maior quantidade. Isto resulta em uma maior demanda de água adsorvida pelos cristais de etringita secundária, aumentando o volume de água absorvida pela argamassa. Os cristais menores e massivos, muitas vezes se formam em espaços mais restritos e estão sujeitos a causar pequenas tensões internas. Estas tensões acarretam em pequenas fissuras que podem influenciar na absorção, sem necessariamente afetar a resistência mecânica (Figura 64).

Figura 64 – Micrografia de argamassa com teor de 1% de SO_3 aos 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Em resumo, quando as condições de exposição, cura e teor de contaminante permitiram a formação de grandes quantidades de etringita secundária de menor dimensão, criam um cenário para o qual a absorção da argamassa pode ser influenciada pela demanda de água adsorvida pelos cristais e pelo aumento de permeabilidade, fruto de microfissuras internas na pasta.

6.1.3 Terceira hipótese

Mudança de comportamento das propriedades mecânicas e físicas das argamassas após a idade de 28 dias e para a UR < 100%. Analisando o comportamento das argamassas após a idade de 28 dias foi observada que, em idades mais avançadas, maiores que a idade comumente utilizada em ensaios de caracterização (28 dias), o comportamento de argamassas de RCD difere das argamassas convencionais. Esta mudança de comportamento está relacionada em grande parte à alteração do ambiente de exposição, onde os corpos de prova saíram de um ambiente submerso, para um ambiente de envelhecimento natural.

Duas situações precisam ser compreendidas neste cenário, a primeira seria a queda de resistência mecânica e aumento da absorção para as argamassas produzidas com teores de 0% e 1% de SO₃ após a idade de 28 dias. A segunda situação é a análise da estabilização da resistência mecânica para as argamassas com 3% de SO₃, mesmo tendo aumentado a absorção.

A redução de desempenho das argamassas está em parte associada à retração que ocorreu com a alteração do ambiente de cura de totalmente submerso para ambiente natural. Esse fenômeno já foi verificado e relatado quando analisado o efeito da granulometria sobre as propriedades mecânicas da argamassa no capítulo 5. Além da retração por secagem, as argamassas trabalhadas nesta pesquisa podem ter sua retração atribuída a dessorção de água pelos cristais de etringita secundária, e também pela retração de auto-secagem ocasionada pela redução da água de cristalização na estrutura destes cristais.

Este efeito de retração observado gerou tensão interna e provocou o surgimento de fissuras, que ocasionaram o aumento da rede de poros conectados e consequentemente, aumento da absorção de água das argamassas. O aumento de fissuras internas, explicaria a redução da resistência mecânica observada para as argamassas produzidas com teores de 0% e 1% de SO₃.

Outro fator que pode explicar a mudança de comportamento para argamassa com menores teores de sulfato adicionado é a formação de cristais de etringita secundária não somente no interior dos poros como apresentado na hipótese 1, mas também na pasta de cimento, o que levaria a um cenário mais propício a expansão devido à pressão de cristalização. No estudo de Matschei, Bellmann e Stark (2005) foi verificado que a perda de resistência está diretamente

relacionada ao pH do meio reacional, que define a localização da precipitação de etringita secundária. Os autores observaram que quando ocorria redução de íons de hidróxido, aumentava a concentração de íons sulfato em solução localizada dentro dos poros para que ocorresse o equilíbrio das cargas de íons alcalinos.

Segundo Kaliyavaradhan e Ling (2017), os agregados de resíduo de concreto derivados do RCD representam uma fonte potencial de alcalinidade (ex: portlandita) para a formação de minerais carbonáticos termodinamicamente estáveis. A Figura 65 apresenta os corpos de prova de argamassa produzida com ARC analisados aos 180 dias de idade, nos quais foi possível observar uma espessa camada de área carbonatada.

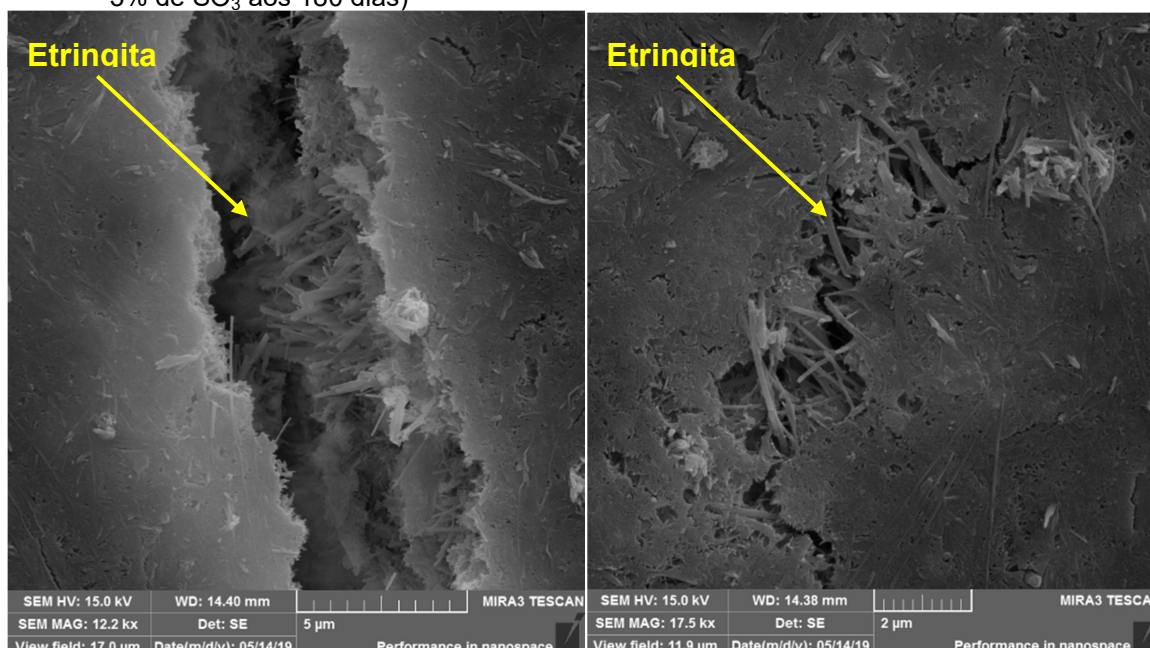
Figura 65 - Corpo de prova e a camada onde ocorreu o processo de carbonatação – tratamento com ARC aos 180 dias com 1% e 3% de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Matschei, Bellmann e Stark (2005) observaram que, em pastas com baixo teor alcalino, a etringita secundária é precipitada em poros maiores, enquanto que com alto teor alcalino e com elevada concentração de sulfatos, os cristais de etringita secundária precipitam na superfície dos grãos hidratados, impedindo a migração de íons de alumínio para a solução no interior dos poros. Este cenário acarreta na formação de cristais de etringita secundária na região da pasta de cimento da argamassa nas microfissuras existentes. Os cristais de etringita secundária se desenvolvem nestes meios restritos e o seu crescimento causa tensões internas que podem provocar fissuras e queda de resistência mecânica e/ou aumento da absorção (Figura 66).

Figura 66 - Formação de cristais nas microfissuras no interior da pasta de cimento (tratamento com 3% de SO_3 aos 180 dias)



Fonte: A autora, 2021

Porém para as argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 , mesmo apresentando retração e cristais de etringita secundária na pasta, como os demais tratamentos, não se observou queda de resistência mecânica, mesmo observando o aumento da absorção.

Segundo Mehta e Monteiro (2014), é consenso que as expansões no concreto relacionadas ao sulfato são associadas à etringita, no entanto, os mecanismos pelos quais a formação de etringita causa expansão representam ainda um tema controverso. No estudo de Pereira (2018) foi verificado que em função do teor de sulfato disponível, bem como da presença de água e espaço disponível para desenvolvimento dos produtos de reação, pode ocorrer o ganho ou perda de resistência mecânica devido à colmatação de poros e posterior surgimento de fissuras devido à presença de sais de sulfatos.

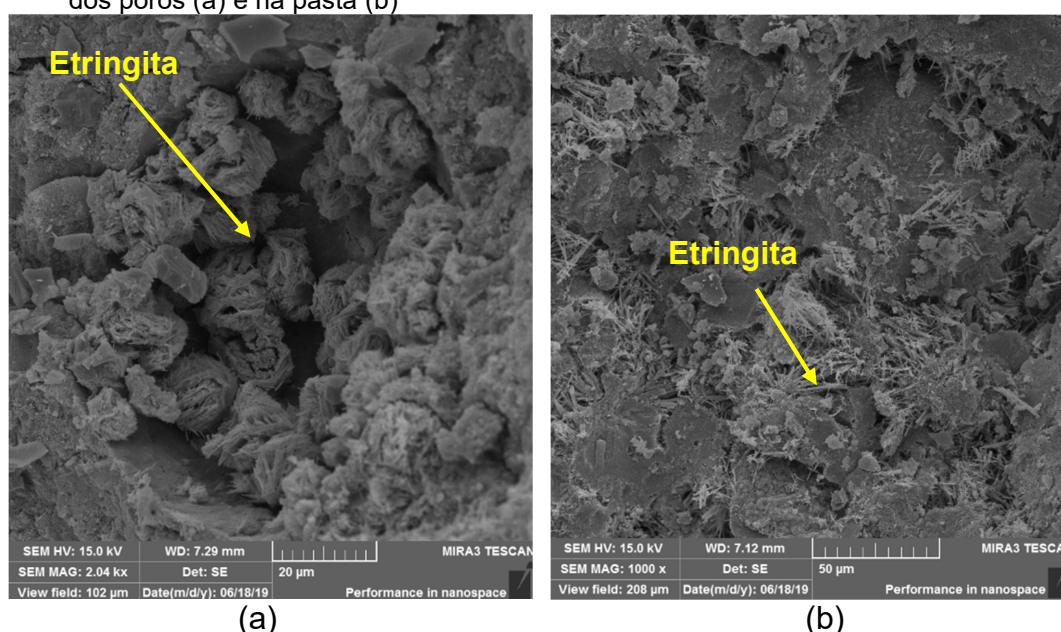
Um maior teor de SO_3 produziu argamassas com maiores quantidades de etringita secundária, como constatada nas análises de DRX. As micrografias realizadas nas argamassas com 3% de teor de contaminante e ensaiadas aos 28 e 180 dias apresentaram maior concentração de cristais de etringita secundária em espaços mais restritos (poros menores ou microfissuras da pasta), bem como, foram observados grandes poros sem cristais formados. Ao ocorrer a secagem das

argamassas, primeiramente, diminui o líquido de poros maiores e com isso favorece a precipitação de cristais em poros menores.

A concentração do soluto do poro menor é maior que a concentração do soluto do poro maior e há uma força motriz que faz com que os cristais menores se dissolvam em favor dos cristais maiores. Este soluto tende a se difundir para o poro maior, fazendo com que cristais menores se dissolvam e cristais maiores cresçam, ocorrendo assim o relaxamento da pressão de cristalização (SCHERER, 2004).

Segundo Ikumi, Cavalaro e Segura (2019) ocorrem dois estágios de deposição de cristais de etringita secundária na matriz cimentícia. No primeiro estágio ocorre rápido aumento do teor de sulfato na rede de poros, causando precipitação precoce das fases expansivas. Neste primeiro estágio pode ocorrer a primeira fase do ataque por sulfatos devido à alta concentração de sulfatos e aumento da pressão de cristalização. O segundo estágio ocorre devido a uma menor taxa de penetração causada pelo efeito de preenchimento dos poros, no qual o excesso de íons sulfatos pode ser alocado para outras regiões da matriz, diminuindo a pressão de cristalização. Neste segundo estágio pode ocorrer uma redução da taxa de expansão e degradação. Na Figura 67 podem ser observadas micrografias da região interna dos poros (Figura 67a) e da região da pasta (Figura 67b), a qual mostra a presença de cristais de etringita secundária sendo formados.

Figura 67 - Micrografia de argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 aos 180 dias: no interior dos poros (a) e na pasta (b)



Fonte: A autora, 2021

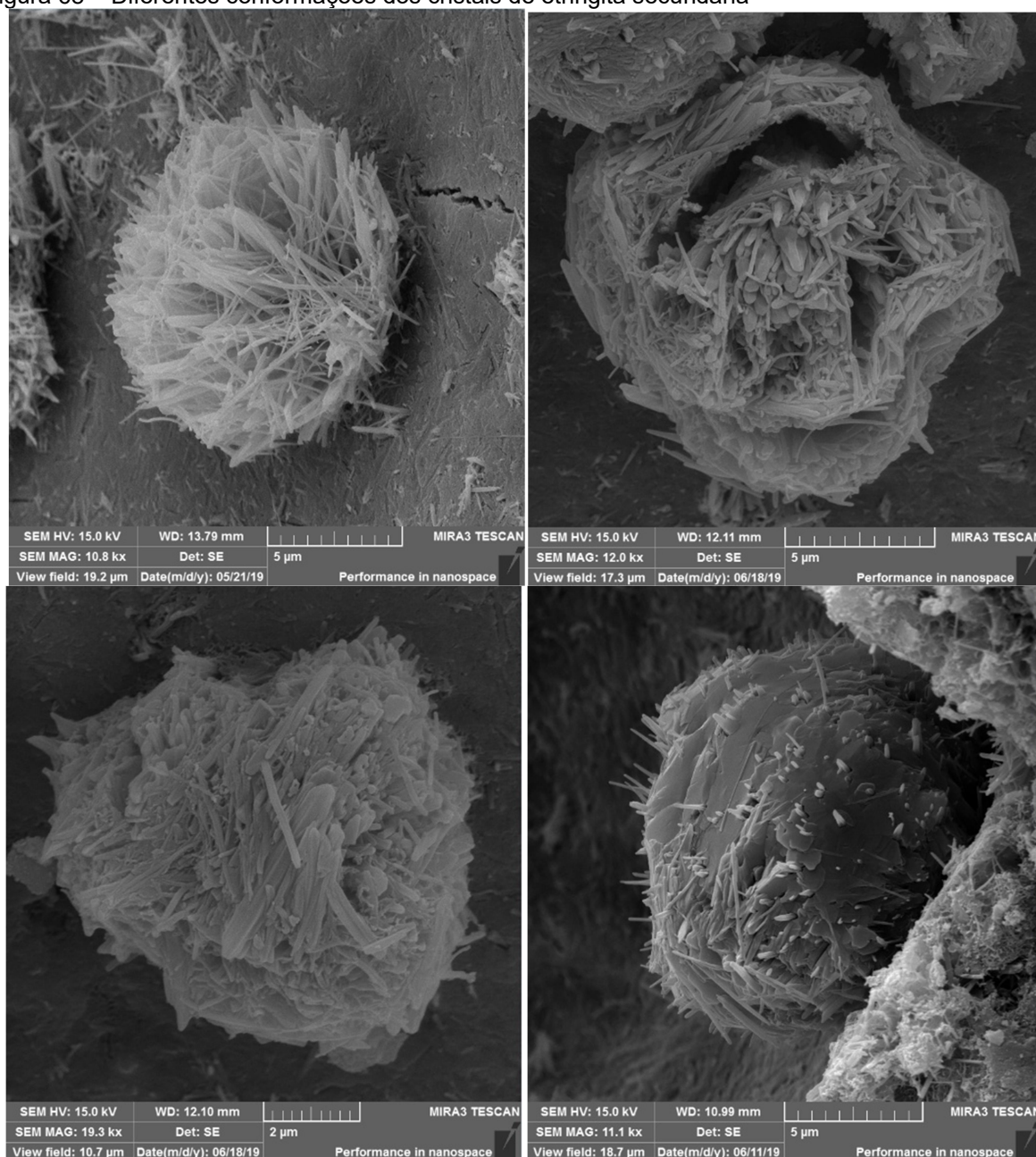
De forma geral, foi possível observar que a mudança de ambiente de exposição teve grande influência sobre as propriedades físicas e mecânicas das argamassas, porém também houve influência do teor de sulfato e a formação de etringita secundária em função deste teor. A morfologia e local de formação do cristal, bem como a saturação da solução dos poros influenciaram no comportamento das argamassas ao longo do tempo, quando em exposição em ambiente com UR menor que 100%. Com teores até 1% de SO_3 as argamassas apresentaram redução do desempenho mecânico e físico, enquanto que com teor de 3%, não foi observada queda de desempenho.

6.1.4 Quarta hipótese

Mudança de comportamento das propriedades mecânicas e físicas das argamassas com 3% de SO_3 após a idade de 540 dias. Com idades mais avançadas foi observada melhora no desempenho das argamassas através de estabilização da resistência à tração e da absorção por imersão, aumento da resistência à compressão e redução da absorção por capilaridade. Foram observados através da análise das micrografias das argamassas com idades acima de 540 dias, mudanças de comportamento que podem ser responsáveis pela redução da absorção, diminuindo a porosidade e melhorando a resistência mecânica.

Na Figura 68 é possível observar as diferentes conformações dos aglomerados de etringita secundária formados no interior dos poros, apresentando mudança de aspecto dos cristais de etringita secundária e apresentando uma camada externa mais densa nos aglomerados de etringita secundária.

Figura 68 – Diferentes conformações dos cristais de etringita secundária

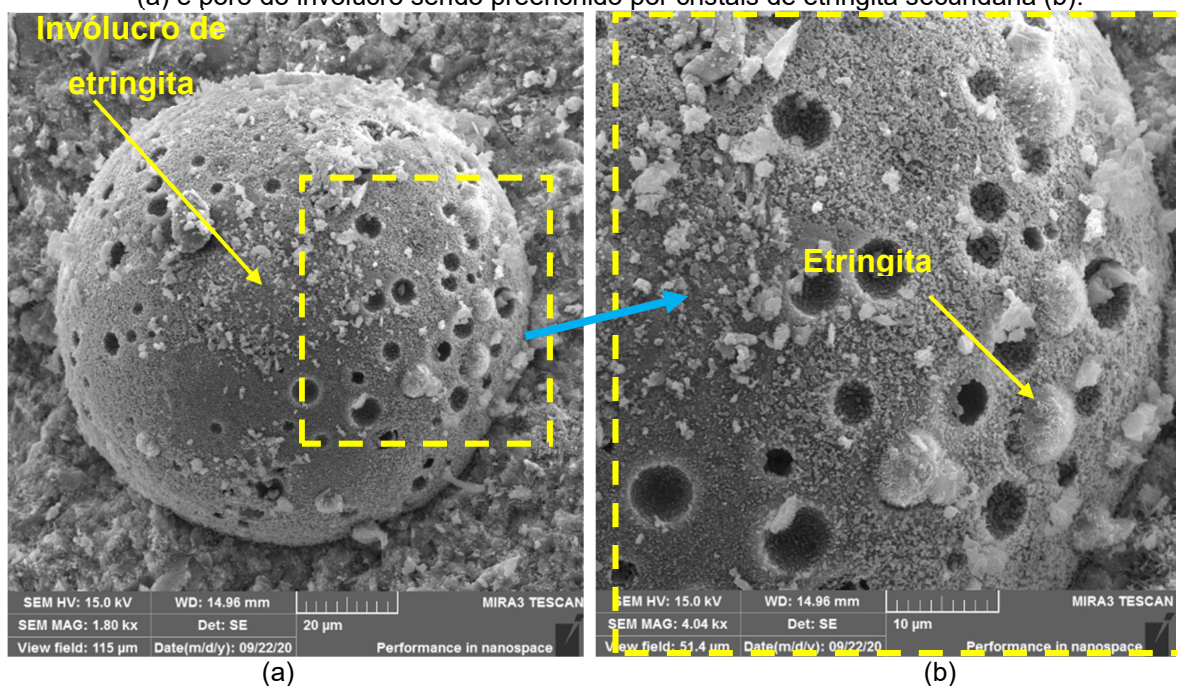


Fonte: A autora, 2021

Em idades anteriores, já era possível observar que os cristais de etringita secundária formados em poros que continham portlandita, têm formato de agulha fina e alongada. Estes cristais cresciam e ao invés de criar tensão na parede do poro, flambavam e formavam um invólucro que acabava por ocupar todo o interior do poro. Em idades mais avançadas este invólucro apresentou o mesmo fenômeno observado pelo aglomerado de etringita secundária mostrado na Figura 68, ou seja, apresentou uma camada mais densa, colmatando totalmente o poro, porém sem apresentar fissuras ao redor devido a tensões internas.

Na Figura 69 é possível verificar esse fenômeno ocorrendo em um poro de diâmetro maior que 50 μm . Ao se ampliar a imagem foi possível observar que os microporos deste invólucro também estão sendo preenchidos por cristais de etringita secundária.

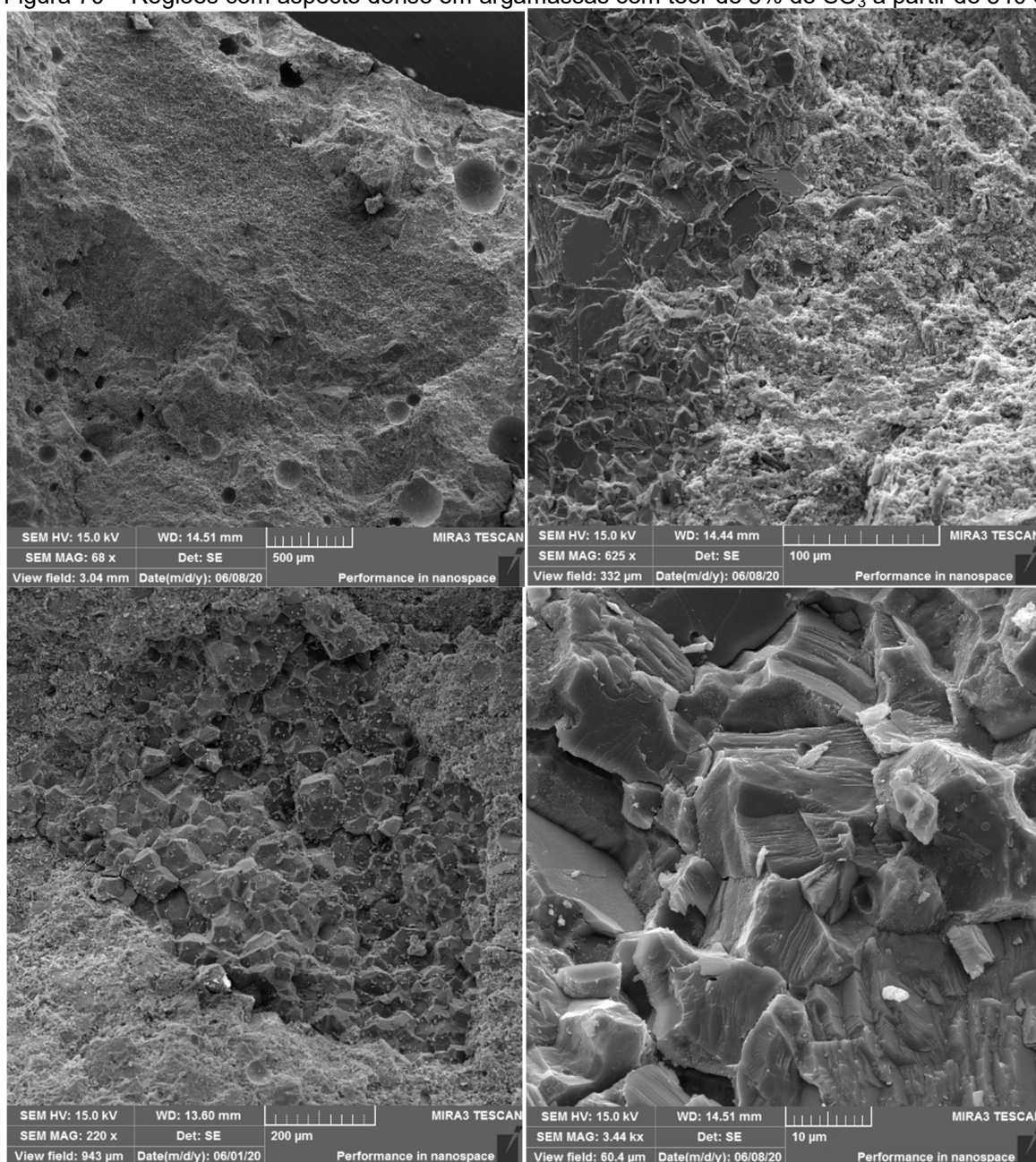
Figura 69 – Poro totalmente preenchido por cristais de etringita secundária, formando um invólucro (a) e poro do invólucro sendo preenchido por cristais de etringita secundária (b).



Fonte: A autora, 2021

Também foi observado nas micrografias das argamassas produzidas aos 540 e 720 dias, regiões com aspecto denso, como mostrado na Figura 70. Não foi encontrado na literatura micrografias de referências que auxiliem na identificação da composição desta forma massiva. Nas micrografias das argamassas realizadas nesta pesquisa, percebe-se um aspecto denso deste material.

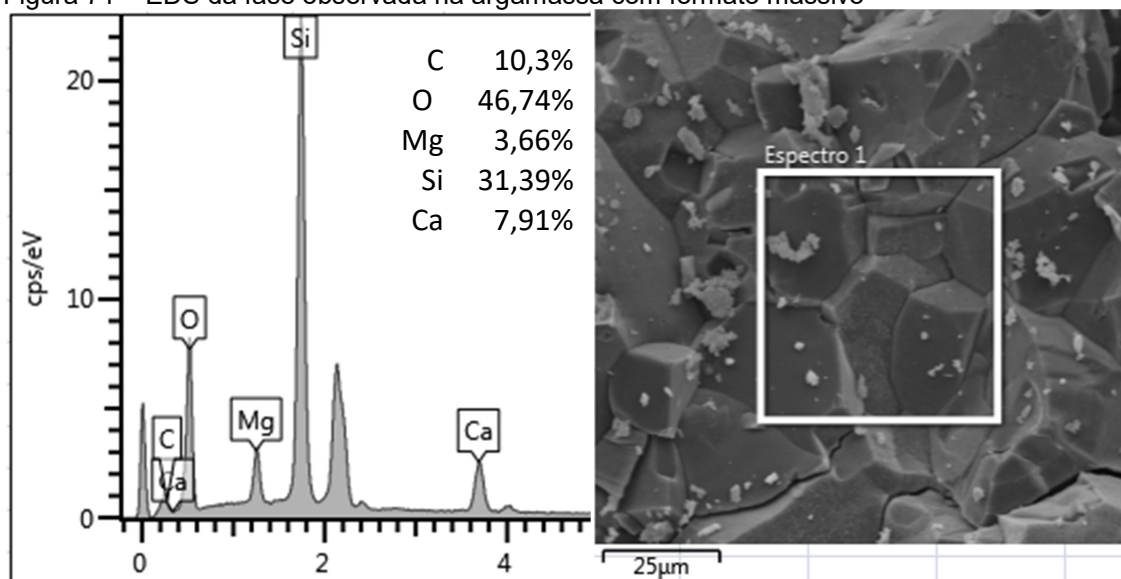
Figura 70 – Regiões com aspecto denso em argamassas com teor de 3% de SO_3 a partir de 540 dias



Fonte: A autora, 2021

A Figura 71 apresenta o resultado da Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) realizado. Pelos elementos apresentados no EDS, pode-se dizer que seria algum tipo de silicato de cálcio que foi formado dentro da matriz. No estudo de Thang *et al.* (2016) foi observada a formação de cristais de hidróxido de cálcio, gel de C-S-H e gismondina que é uma fase cristalina do hidrato de aluminossilicato de cálcio (CASH ou $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) e verificou-se que este conjunto melhorou o esqueleto da microestrutura da pasta. Uma hipótese seria a formação de gismondina que pode ser parcialmente responsável pela compactação da pasta.

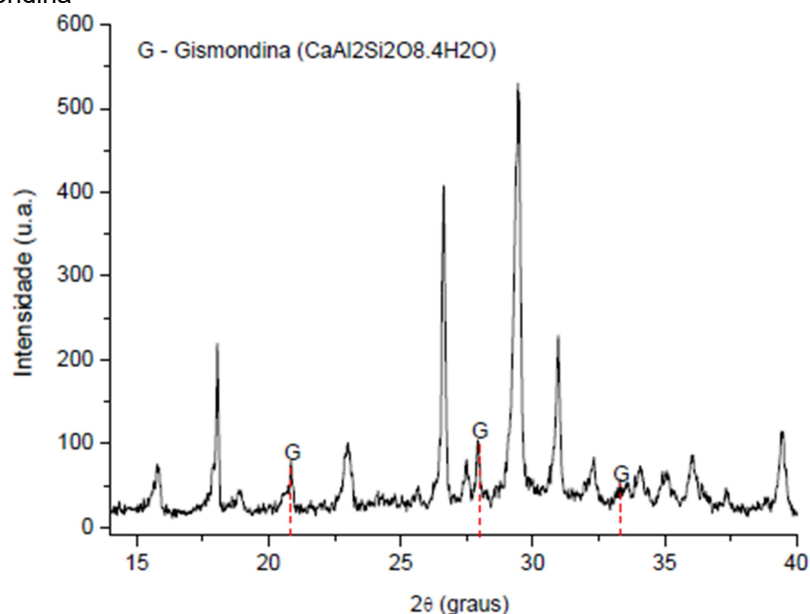
Figura 71 – EDS da fase observada na argamassa com formato massivo



Fonte: A autora, 2021

A Figura 72 apresenta o DRX do tratamento citado na Figura 70, referente à argamassa de ARC com 3% de SO_3 aos 540 dias. Neste DRX foi possível observar a presença dos picos de difração característicos da fase gismondina ($2\theta = 20,79^\circ$, $27,98^\circ$ e $33,24^\circ$).

Figura 72 – DRX do tratamento com ARC-3% SO_3 aos 540 dias de idade identificando a fase gismondina



Fonte: A autora, 2021

Em resumo, com idades mais avançadas, observa-se que os aglomerados de etringita secundária formados no interior dos poros da argamassa apresentam

uma camada mais densa, os poros se apresentam mais colmatados e surgem na matriz regiões de aparência mais densa de fase de formato massivo composto basicamente de silicato de cálcio. Este conjunto de fatores proporcionou às argamassas com maiores teores de SO_3 melhora no seu desempenho mecânico e físico.

6.2 CONCLUSÃO SOBRE O CAPÍTULO

O teor de sulfato afetou as propriedades das argamassas no estado fresco e estado endurecido, principalmente teores maiores de 3% de SO_3 . No estado fresco, quanto maior o teor de sulfato adicionado, maior foi a densidade de massa no estado fresco. A quantidade de sulfato interferiu na saturação da solução e isto influenciou no tempo de reação e na quantidade de calor gerado.

No estado endurecido, observou-se que a saturação da solução também interferiu nas propriedades em função da quantidade de água disponível e a quantidade de íons sulfato disponíveis para reagir com hidratos do cimento e de núcleos não hidratados da argamassa aderida. A saturação do meio influencia no tamanho do cristal, local de nucleação e quantidade de cristais formados.

Com UR de 100%, quanto maior a quantidade de SO_3 , maior a quantidade de etringita secundária formada, porém a nucleação ocorre em espaços mais restritos e a morfologia do cristal é massiva e de menor dimensão. Para teores menores, os cristais são maiores e se formam dentro de poros maiores. Em ambos os casos, não se observou tensões internas suficientes para causar fissuras e interferir de forma negativa no desempenho das argamassas.

Com UR < 100%, o primeiro efeito que se observa é alta retração para todos os tratamentos, que é uma combinação entre a retração por secagem e retração autógena. Porém em idades mais avançadas não se observa diminuição do desempenho físico ou mecânico das argamassas, sendo que para o teor de 3% de SO_3 ainda se observa melhora na resistência mecânica das argamassas. Esta melhora de desempenho se deve ao efeito combinado do relaxamento da pressão de cristalização e densificação de cristais dentro dos poros das argamassas.

7 INFLUÊNCIA DO SULFATO DE CÁLCIO NA CINÉTICA DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM AGREGADOS DE RESÍDUO DE MISTO (ARM) E O DESENVOLVIMENTO DAS REAÇÕES

Para análise do ataque interno por sulfato nas argamassas produzidas com agregado de resíduo misto (ARM) de concreto e cerâmica, foi analisado o comportamento no estado fresco e endurecido dos compósitos, comparando os tratamentos com diferentes teores de SO_3 , sendo eles 0%, 1% e 3%.

O diferencial entre o resíduo misto em relação ao resíduo de concreto citado no capítulo 6 é uma parcela de 20% de material cerâmico incorporado ao resíduo. Quando adicionada uma parcela cerâmica ao ARC para formação do ARM, foi introduzido partículas de diversos tamanhos, sendo que por se tratar de um material mais poroso, pode influenciar na quantidade de água absorvida pelo agregado seja pelo processo de mistura, seja pelo processo de pré-umedecimento do agregado. Também cabe comentar que as partículas $< 75 \mu\text{m}$ (material pulverulento) podem ter efeito combinado de pozolanicidade (em função de substâncias amorfas de aluminossilicatos) e fíler.

No presente estudo, efeitos que possam estar relacionados com a atividade pozolânica podem ser mais prováveis ao se comparar argamassas produzidas com ARC e ARM, pois somente ARM possui a parcela de material pulverulento de cerâmica adicionado. Porém, entre granulometrias com ARM, este efeito não deveria ser uma variável de análise, pois o teor de fino é o mesmo para todos os tratamentos.

O mecanismo responsável por manter a água presente no interior do agregado são as forças capilares, que devido à porosidade característica do grão, proporcionam armazenamento para o procedimento de cura interna (SENISSE, 2015). Segundo Khatib (2005) e Cachim (2009), as partículas de blocos de cerâmica vermelha (tijolos), em função de sua porosidade, podem reter quantidade de água da mistura por períodos mais longos e liberá-las para a hidratação do cimento em fases posteriores. A penetração de água pela cura externa está limitada à cadeia de poros interconectados da argamassa, enquanto pela cura interna pelo agregado, a água tem capacidade de se manter distribuída uniformemente na matriz cimentícia, auxiliando na eficiência da ocorrência das reações de hidratação, bem como na mitigação do fenômeno de retração, decorrente da variação de umidade interna no compósito cimentício (SENISSE, 2015).

Segundo Navrátilová e Rovnaníková (2016), a atividade pozolânica dos pós de tijolos depende principalmente de sua quantidade de fase amorfa, distribuição de tamanho de partículas e área de superfície específica.

De forma resumida, a reação pozolânica é um efeito químico decorrente da capacidade de reação entre uma adição mineral reativa (no caso o pó cerâmico) com o hidróxido de cálcio, para formar silicato de cálcio hidratado adicional. Segundo Garcia *et al.* (2015), o pó cerâmico também pode gerar efeitos físicos tais como efeito fíler, refinamento da estrutura de poros e alteração da microestrutura da zona de transição pasta/agregado.

No estudo de Pereira (2018) foi observado que pode ocorrer um efeito combinado de reação álcali agregado (RAA) e ataque interno por sulfato (ISA) nas argamassas, porém há condições que são indispensáveis para que estas reações ocorram. No caso da RAA, é necessário que haja concentrações de hidróxidos alcalinos na solução nos poros, agregados reativos e umidade suficiente. Para o ISA é demandado a presença de microfissuras, presença de água e liberação tardia de sulfato. No ensaio que avaliou a reação álcali agregado dos agregados reciclados utilizados nesta pesquisa, observou-se que o ARM, devido à sua parcela cerâmica apresentou comportamento levemente mais expansivo que o ARC. Os tratamentos estudados neste capítulo preenchem todos estes requisitos citados, estando então sujeitos a ambos os mecanismos de degradação.

Com as argamassas produzidas no estado fresco, foi analisada a densidade de massa e verificou-se que para as argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 ocorreu um pequeno aumento da densidade (Tabela 21). Por se tratar de material fino, o gesso adicionado proporcionou o preenchimento dos vazios existentes entre as partículas do agregado (efeito fíler), melhorando o empacotamento e diminuindo o volume de vazios do conjunto.

Tabela 21 – Densidade de massa no estado fresco das argamassas em função do teor de SO_3

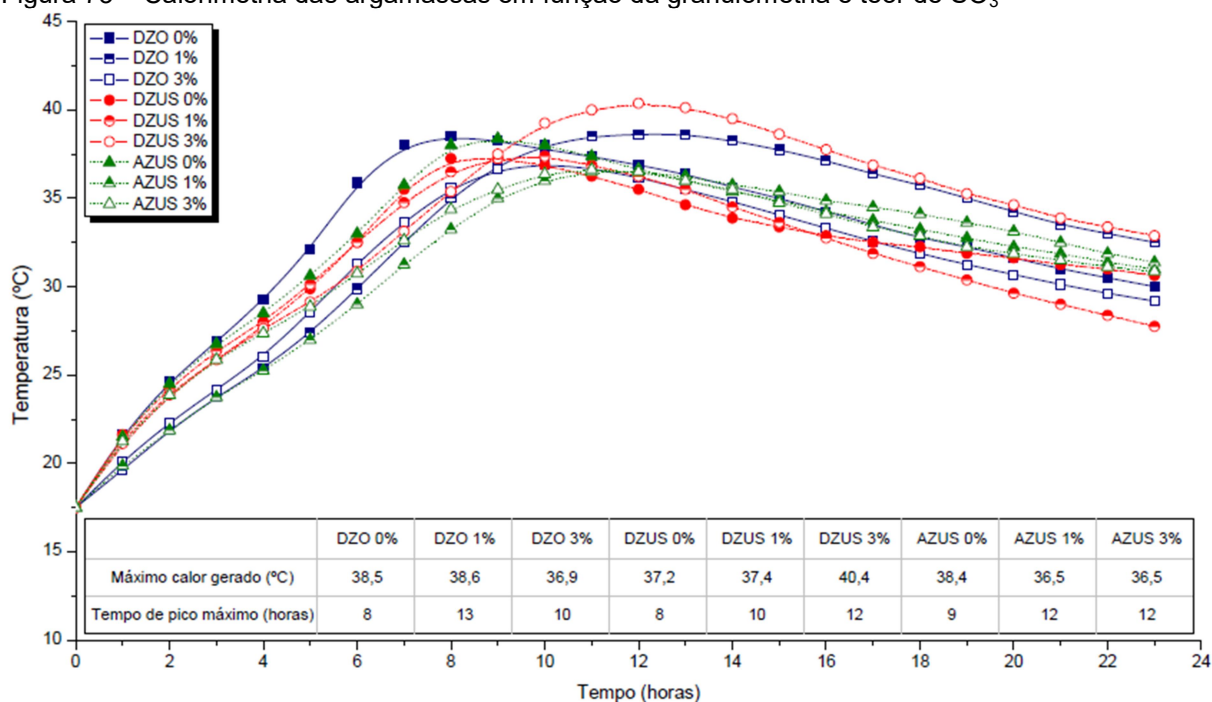
Teor de SO_3	0%	1%	3%
Densidade de massa (g/cm ³)	2,04 ^a	2,04 ^a	2,08 ^b

Fonte: A autora, 2021

Nota: Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente no Teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

O ensaio de calorimetria apresentou resultados que variam em função da granulometria apenas para os tratamentos com adição de sulfato (como já observado no Capítulo 5). A Figura 73 apresenta o resultado do ensaio de calorimetria das argamassas.

Figura 73 – Calorimetria das argamassas em função da granulometria e teor de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Argamassas produzidas com ARM enquadrados DZO (granulometria mais fina) têm menor quantidade de água livre. Argamassas com 0% e 1% de SO_3 apresentaram a mesma quantidade de calor gerado, porém as argamassas com 1% de SO_3 demandou maior tempo para atingir o pico de calor. Com maior teor (3%) houve menor quantidade de calor gerado e as reações ocorreram mais rapidamente do que com 1% SO_3 . O teor de 1% de SO_3 retardou as reações (comportamento esperado pela adição de sulfato), porém com 3% de SO_3 em meio mais saturado, houve menor quantidade de calor gerado, mas as reações ocorreram de forma mais acelerada.

Uma granulometria mais fina tem maior adsorção de água e menor quantidade de água livre, diminuindo o distanciamento entre partículas e acelerando as reações. Quennoz e Scrivener (2012) afirmam que, além da disponibilidade de compostos reativos e íons sulfato livre precisa haver na fase líquida e na matriz cimentícia espaço disponível para novas reações e para o desenvolvimento e

crescimento de cristais de etringita. Então, quando há excesso de íons sulfatos disponíveis, mas o meio onde se encontram não é propício à formação de cristais, este teor fica disponível na matriz até que o meio se torne favorável à formação e crescimento de novos cristais.

Argamassas produzidas com agregados enquadrados DZUS (granulometria intermediária) não apresentaram diferença de comportamento entre os tratamentos com 0% e 1% de SO_3 . Para o tratamento com 3% verificou-se aumento do calor gerado, porém com um maior tempo para atingir o pico de máximo de calor. O ARM enquadrado na curva DZUS possui maior absorção de água, então parte da água adsorvida pode ser liberada de forma gradual ao longo do tempo, permitindo um ambiente mais propício a continuidade das reações por mais tempo e com maior intensidade.

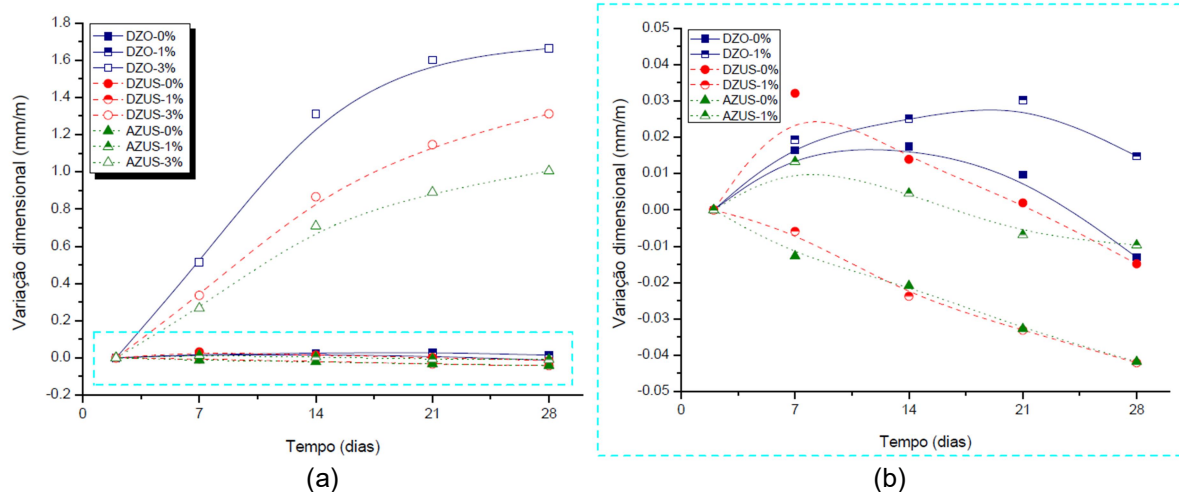
Argamassas produzidas com agregados enquadrados AZUS (granulometria mais grossa) apresentam maior quantidade de água livre em relação aos demais tratamentos. Observou-se que, para este ambiente, teores de 1% e 3% de SO_3 apresentaram comportamento muito similar, sendo que, independentemente da quantidade de SO_3 adicionado, houve redução do pico de máximo calor gerado e prolongamento do tempo para atingir este pico máximo. Quanto maior o teor de sulfato, mais saturado fica o meio líquido, acarretando menor quantidade de água livre e menor quantidade de calor gerado. Para este agregado com menor superfície específica, há mais água disponível do que os demais tratamentos, desta forma as reações de hidratação ocorreram de forma mais lenta.

Em resumo, as propriedades no estado fresco das argamassas produzidas com ARM tiveram maior influência quando adicionado teor de 3% SO_3 . O ensaio de calorimetria observou que a relação entre o teor de sulfato e a quantidade de água disponível não adsorvida ou absorvida pelo agregado influenciou as reações de hidratação. Quando o meio ficou mais saturado, inicialmente houve redução da quantidade de água livre, levando a uma menor quantidade de calor gerado. Quanto ao prolongamento do tempo para atingir o tempo de maior pico, pode ter sido influenciado pela liberação gradual da água absorvida pela parcela cerâmica.

Analisando a variação dimensional das barras, de forma geral, pode-se constatar que o comportamento das argamassas até os 28 dias de idade apresenta um mesmo padrão para os teores de 0% e 1% e é diferente para o teor de 3% de SO_3 . Para as argamassas com teores de 3% de SO_3 (Figura 74a), a expansão foi

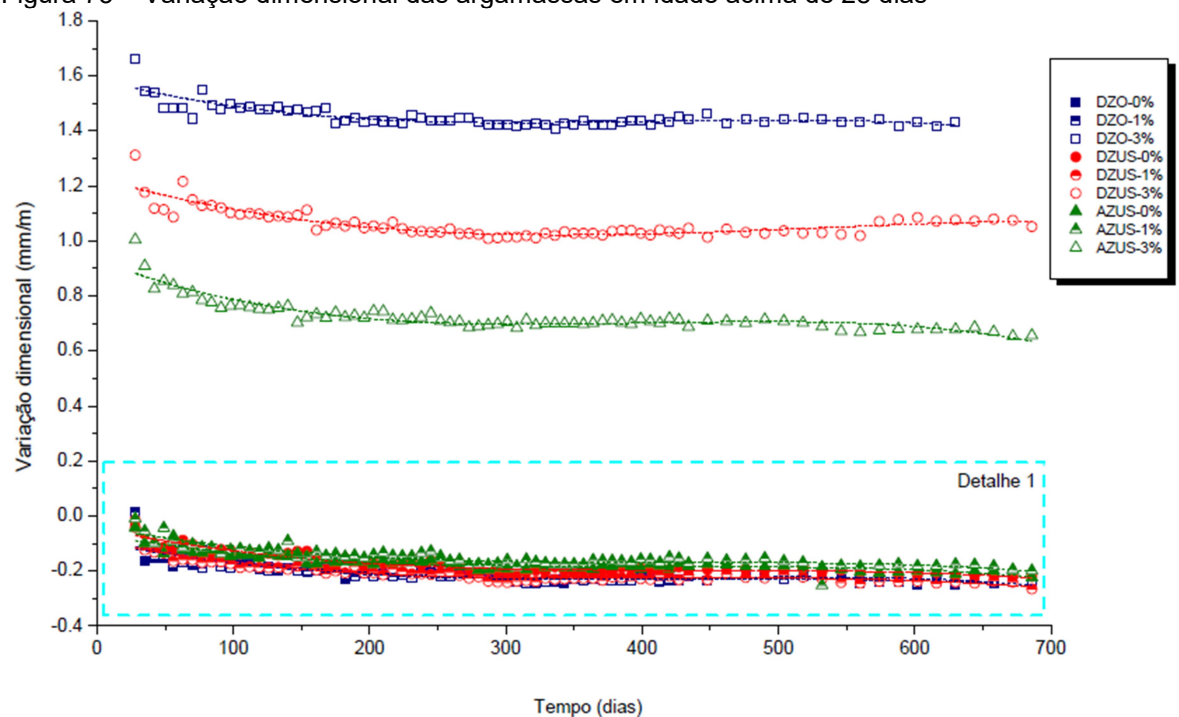
maior à medida que a granulometria do agregado diminuiu. Para melhor análise da variação dimensional dos teores de 0% e 1% foi necessário mudança de escala do gráfico devido ao alto valor de expansão observado. Este procedimento foi realizado para a análise até 28 dias (Figura 74b) e para o período entre 28 e 720 dias (Figura 75 e Figura 76).

Figura 74 – Variação dimensional das argamassas até a idade de 28 dias



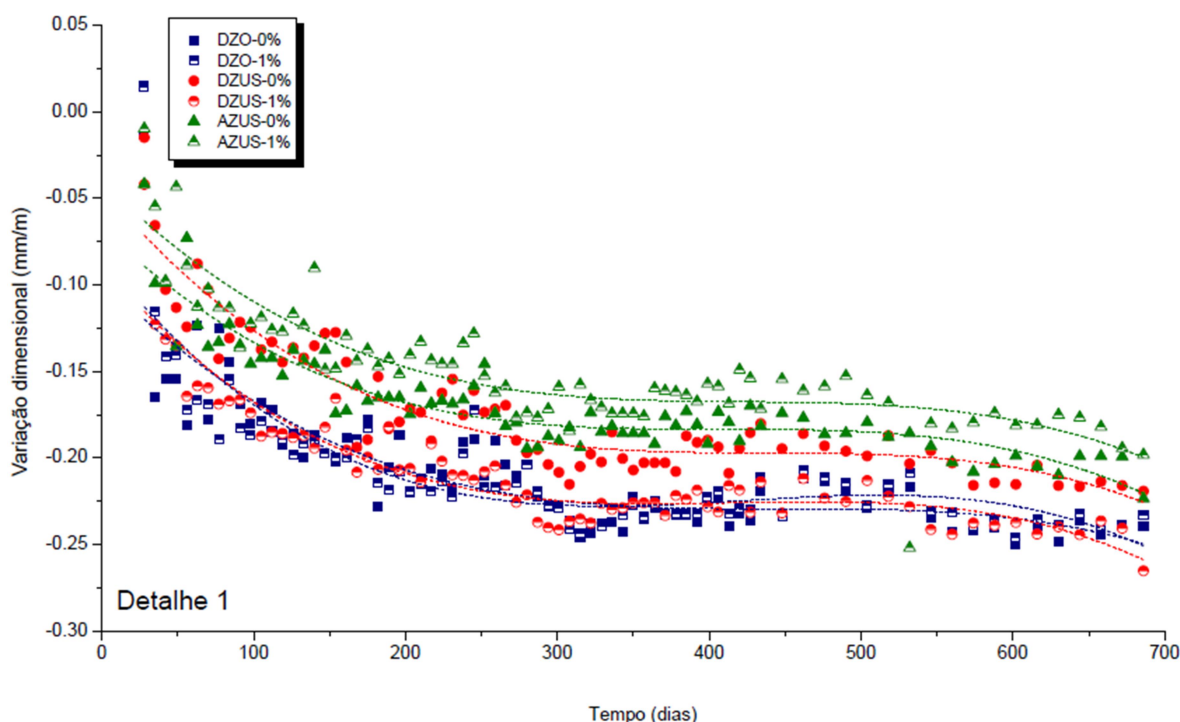
Fonte: A autora, 2021

Figura 75 – Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Figura 76– Variação dimensional das argamassas em idade acima de 28 dias para os tratamentos com 0% e 1% de SO_3

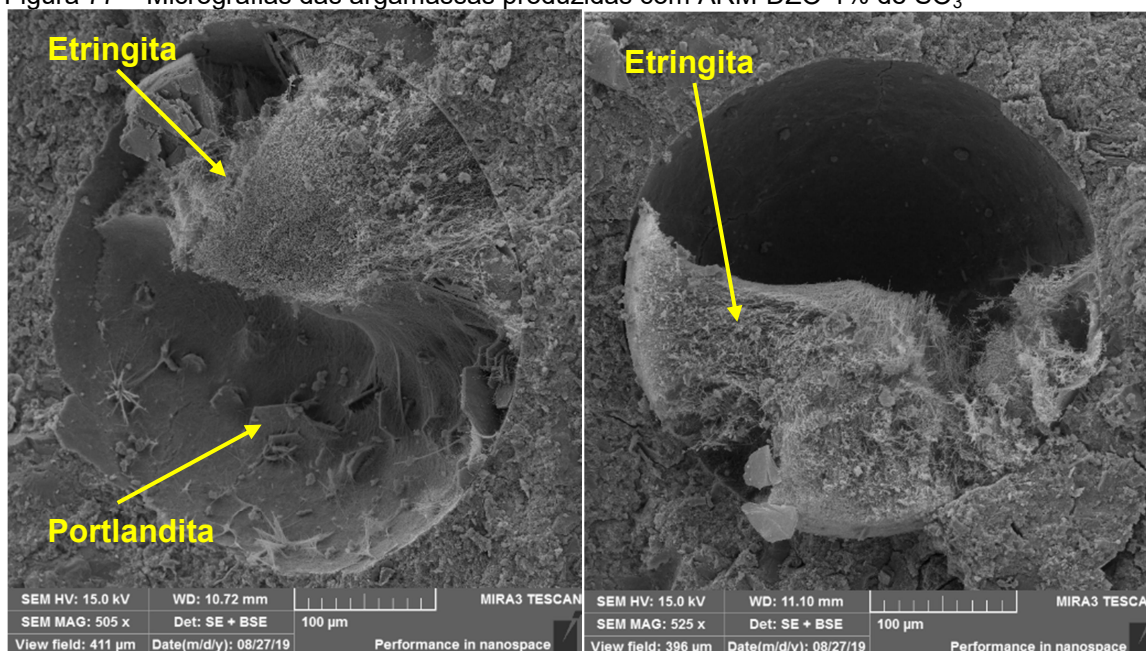


Fonte: A autora, 2021

Nas primeiras idades e para teores de 0%, a variação dimensional se manteve com pequena expansão para argamassas produzidas com agregados de granulometria mais fina. Com o aumento da granulometria, para estes mesmos teores, começou a ocorrer a inversão de expansão para retração (DZUS) ou somente retração (AZUS). Como visto no capítulo 5, a retração pode estar relacionada com a quantidade de água livre na mistura, sendo que quanto maior a granulometria, maior a quantidade de água livre, maior a retração.

Para o tratamento com 1% de SO_3 , o comportamento foi diferente para cada granulometria. As micrografias mostram que a expansão observada está relacionada à tipologia e quantidade de cristal formado no interior dos poros. Para o tratamento com ARM-DZO, observou-se maior período de expansão até os 21 dias, e as micrografias (Figura 77) mostraram a formação de grandes cristais aciculares de etringita secundária em poros maiores que 100 μm . Estes cristais absorvem grande quantidade de água para sua formação e crescimento, provocando o efeito de inchamento. Porém, estes cristais se formaram no interior de poros de grande dimensão, com espaço disponível para este crescimento, então a expansão não provocou tensões suficientes para gerar fissuras.

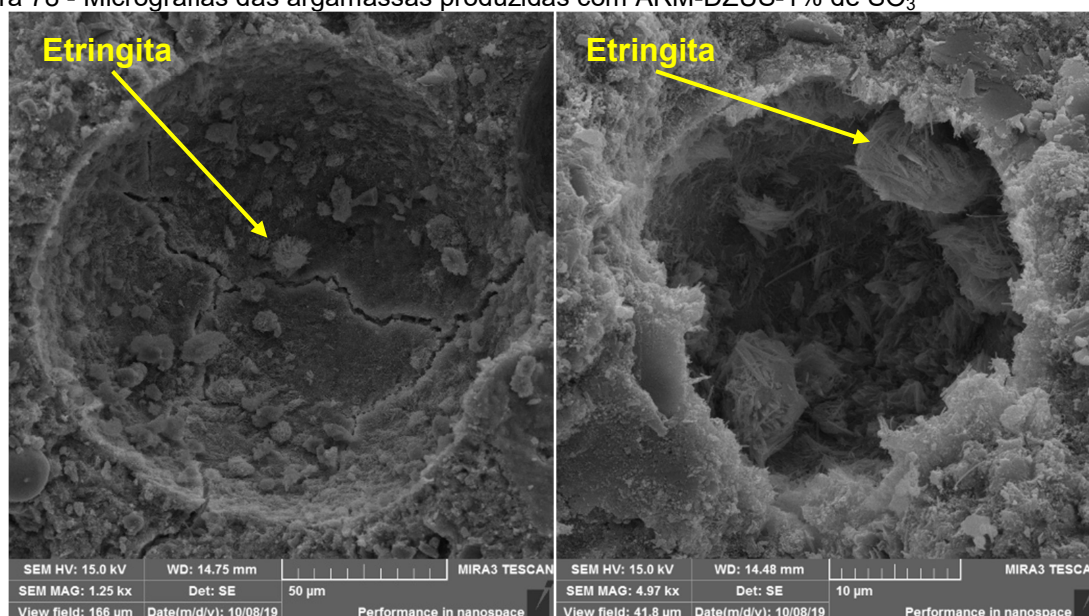
Figura 77 – Micrografias das argamassas produzidas com ARM-DZO-1% de SO_3



Fonte: A autora, 2021

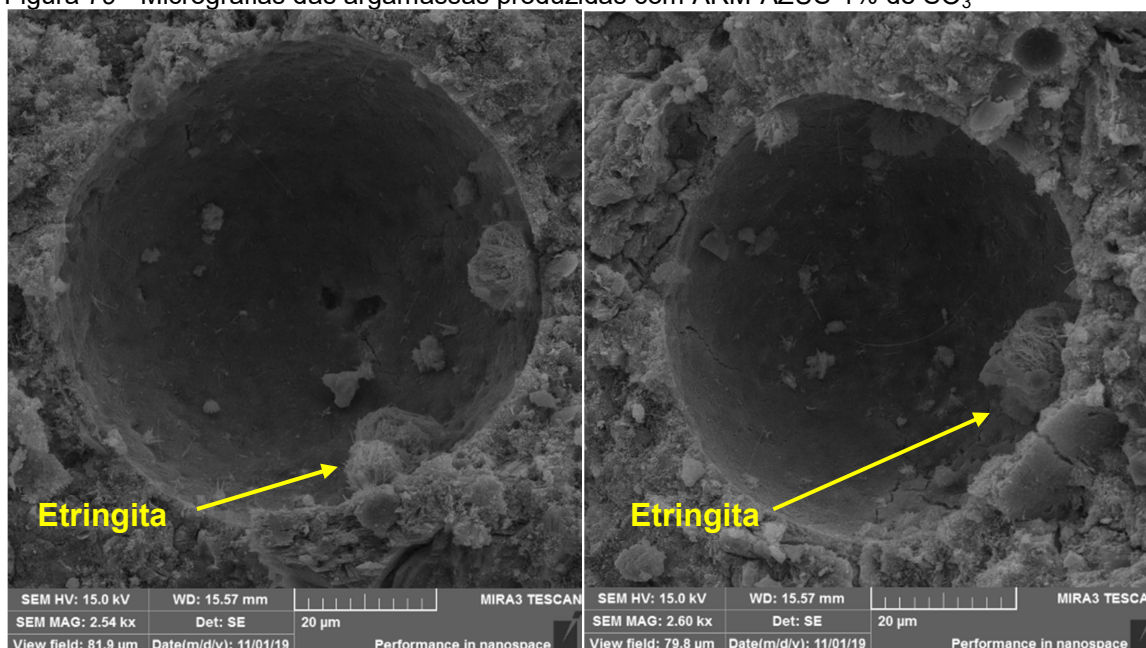
Para o tratamento ARM-DZUS e ARM-AZUS com 1% de SO_3 as micrografias (Figura 78 e Figura 79, respectivamente) mostraram a formação de cristais tipo aglomerados de etringita secundária em poros grandes ($> 50\mu\text{m}$) e poros pequenos ($< 50\mu\text{m}$). Porém como há bastante espaço disponível ainda no interior do poro para o crescimento do cristal, não provocaram tensões suficientes para gerar fissuras. Nestes casos a retração começou já com as primeiras idades.

Figura 78 - Micrografias das argamassas produzidas com ARM-DZUS-1% de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Figura 79 - Micrografias das argamassas produzidas com ARM-AZUS-1% de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Para o teor de contaminante de 3% de SO_3 ocorreu comportamento diferente dos demais tratamentos, pois as argamassas apresentaram elevada expansão, independentemente da granulometria do agregado. Segundo Feng *et al.* (2018), a concentração de sulfatos dentro da matriz influencia na formação de etringita secundária, sendo que quanto maior a concentração, maior a velocidade de precipitação e maior a expansão observada. Segundo Brekailo, Pereira e Pereira (2018), a maior porosidade observada para as argamassas em função da porosidade do agregado cerâmico influencia na capacidade de migração de íons pela matriz e a decomposição de portlandita anteriormente formada na solução nos poros, podendo acelerar a reação com sulfatos e formar cristais expansivos.

Para os tratamentos com ARM-3% de SO_3 foram observadas maiores expansões em relação aos demais tratamentos, e com tamanha intensidade que mesmo após a mudança de ambiente de exposição, não ocorreu reversão da expansão. Esta maior expansão está associada a uma maior quantidade de cristais formados nas primeiras idades, localizados tanto nos poros quanto no interior da pasta. Para este tratamento em específico houve a associação de duas variáveis: o maior teor de sulfato disponível e partículas de cerâmica na constituição do agregado.

Ao se fazer a junção destas duas variáveis, criou-se um ambiente mais propício para a formação de cristais expansivos, que pode estar associado a três

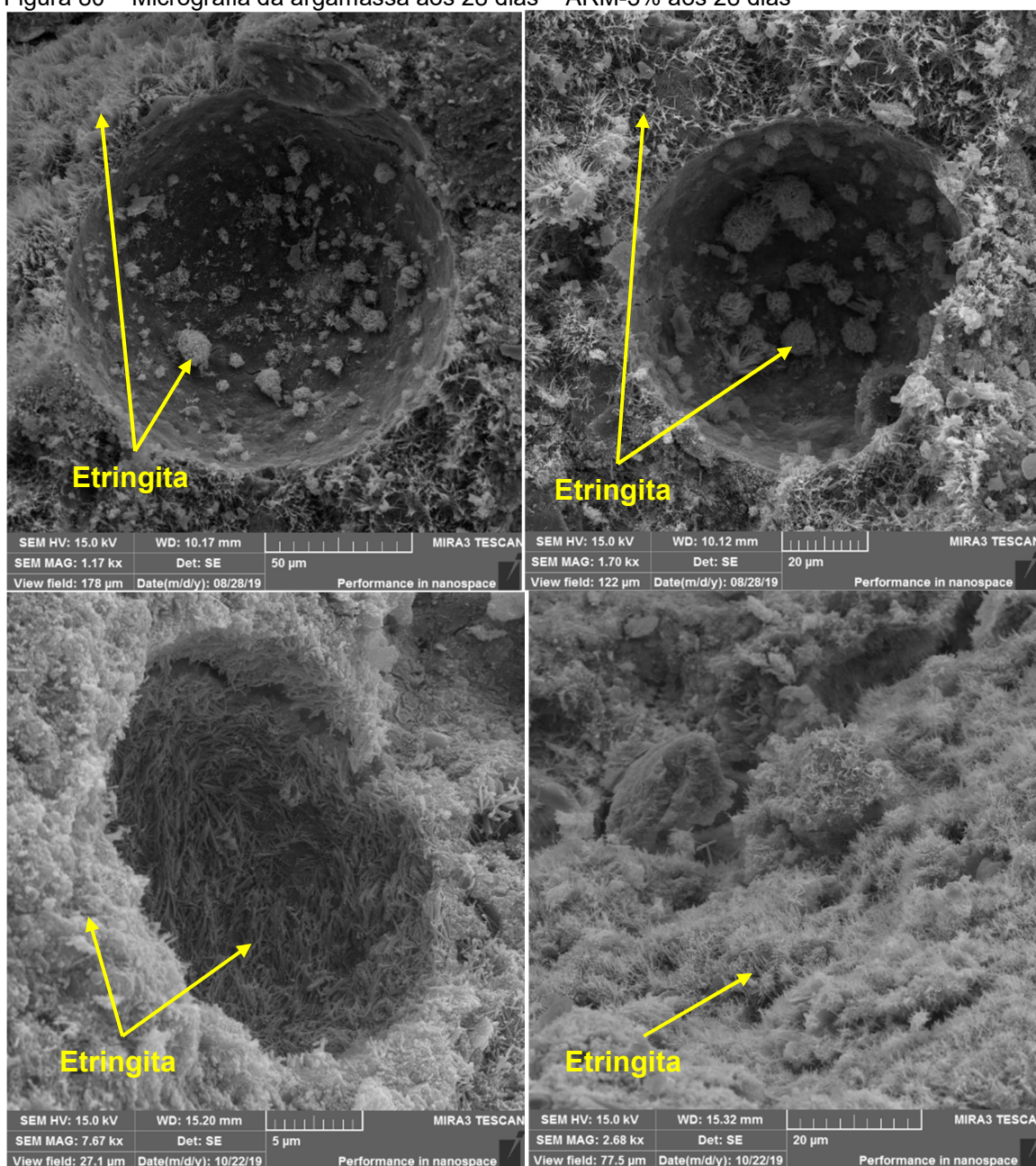
fatores: presença das partículas finas de pó cerâmico que podem apresentar atividade pozolânica e contribuir para um aumento da formação de cristais de CSH (NAVRÁTILOVÁ; ROVNANÍKOVA, 2016); influência da RAA observada no ensaio de caracterização do agregado ARM se apresentando mais expansivo que o ARC; maior absorção do grão, que devido à sua porosidade proporcionam armazenamento de água no interior dos poros da partícula que poderão ser liberados por períodos mais longos, promovendo o procedimento de cura interna (SENISSE, 2015).

A combinação de uma maior quantidade de hidratos e sulfatos disponíveis, possível reação pozolânica da partícula fina de cerâmica, reação expansiva do RAA do grão de cerâmica e liberação de água residual de forma gradativa por um maior período de tempo, permite que haja uma contínua formação de cristais dentro da matriz. Ressalta-se ainda o fato de que este cenário pode estar ocorrendo no interior da matriz, em locais onde não se observa uma rede de poros conectados à superfície do corpo de prova. Então numa situação em que normalmente não haveria o fator umidade, necessário para ocorrer as reações, tem-se a água estocada no interior dos poros do agregado para cumprir este papel no mecanismo de expansão.

Quanto maior a supersaturação, maior a probabilidade de formação de pequenos cristais de etringita secundária em poros menores ou espaços restritos (pressão de cristalização). Outro efeito que pode estar ocorrendo é o aumento de volume ocupado pelos novos cristais em relação aos compostos de origem e aumento da adsorção de água entre os cristais (pressão de dilatação), causando assim o efeito de expansão.

Apesar dos poros também conterem cristais tipo aglomerados de etringita secundária e ainda haver espaço disponível para o crescimento, como visto para os tratamentos com 1% de SO_3 , a diferença observada para os tratamentos com 3% de SO_3 é que a etringita secundária se espalha por toda a argamassa, não somente no interior dos poros. Nestes outros locais, a etringita secundária é do tipo acicular de pequena dimensão, porém por estar localizada em espaços restritos, não há espaço disponível para o seu crescimento, então causam expansão e provocam tensões internas que podem gerar fissuras e afetar a resistência mecânica. A Figura 80 apresenta micrografias do tratamento ARM-3%, aos 28 dias, e a formação de cristais de etringita secundária no interior da pasta.

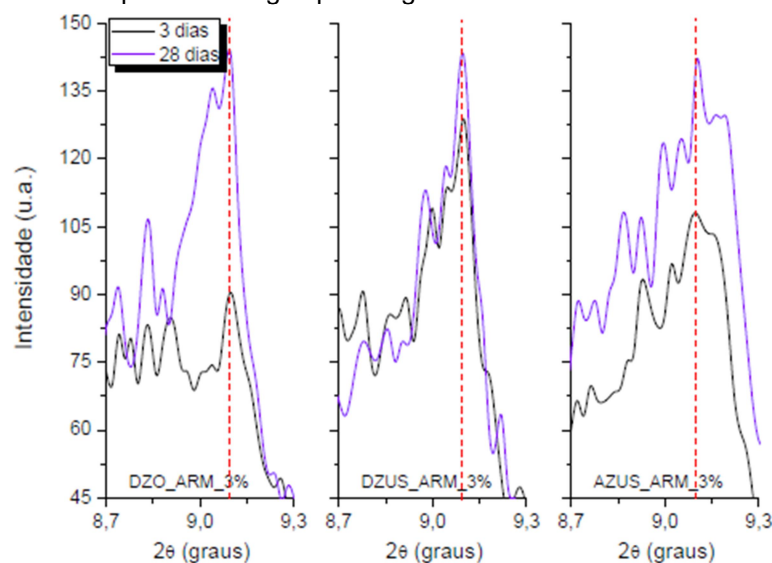
Figura 80 – Micrografia da argamassa aos 28 dias – ARM-3% aos 28 dias



Fonte: A autora, 2021

A Figura 81 apresenta a intensidade de pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) nas idades de 3 e 28 dias, para os tratamentos com 3% de SO_3 . Foi possível observar, que aos 28 dias a intensidade de pico de etringita foi muito similar para os três tratamentos, porém a diferença entre as intensidades dos picos de difração de etringita entre 3 e 28 dias são diferentes.

Figura 81 – Intensidade de pico de etringita para argamassa ARM-3% aos 3 e 28 dias



Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

O tratamento com ARM-3% enquadrado DZUS apresentou uma alta quantidade de etringita secundária formada já aos três dias de idade. Esta informação está de acordo com o que foi observado no ensaio de calorimetria, onde para este tratamento, se observou maior pico de calor gerado que os demais. Uma maior quantidade de calor gerada é indicativo de que está ocorrendo aumento das reações de hidratação, resultado da maior formação de cristais de etringita já nas primeiras horas. O ARM enquadrado na curva DZUS possui maior absorção de água, então parte da água absorvida pode ser liberada de forma gradual, permitindo um ambiente mais propício à continuidade das reações por mais tempo e com maior intensidade.

A mistura ARM-DZO-3% apresentou maior diferença entre as intensidades de picos de difração obtidos entre 3 e 28 dias, indicando que houve maior formação de cristais de etringita secundária neste período, o que justifica a maior expansão observada para este tratamento.

A Figura 75 apresentou os resultados de variação dimensional das argamassas para idades superiores aos 28 dias. Devido à alta expansão observada nos primeiros dias para os tratamentos com 3% de contaminante, a visualização dos dados para os demais tratamentos fica prejudicada, sendo necessário uma separação das informações destacadas no Detalhe 1. A Figura 76 apresenta em nova escala somente os valores para os tratamentos com 0% e 1% de SO_3 .

Em idades superiores a 28 dias observaram-se quatro comportamentos diferentes: alta retração observada entre 28 e 180 dias para os tratamentos com 0% e 1% de SO_3 ; redução da expansão para os tratamentos com 3% de SO_3 ; diferença de comportamento das argamassas em função da “granulometria x teor de SO_3 ” e aumento da retração das argamassas com 0% e 1% de SO_3 aos 540 dias após um período de estabilidade.

A alta retração observada para os tratamentos com 0% e 1% de SO_3 entre os períodos de 28 e 180 dias pode ser considerada como retração por secagem, devido à perda de água dos poros da argamassa, pois após a idade de 28 dias, as argamassas saíram de um ambiente submerso e foram expostas à umidade ambiente, UR inferior a 100% e então começaram a perder água e retrair. A redução da expansão observada para os tratamentos com 3% de SO_3 no mesmo período também pode ser resultado do mesmo efeito, porém como apresentaram valores altos de expansão até a idade de 28 dias, não chegou a causar retração. Destaque para o tratamento ARM-DZO-3% em que as barras apresentaram muitas fissuras (Figura 82), de modo que a leitura teve que ser interrompida aos 630 dias de idade, pois todas as barras se quebraram.

Figura 82 – Barras de argamassa do tratamento ARM-DZO-3% de SO_3



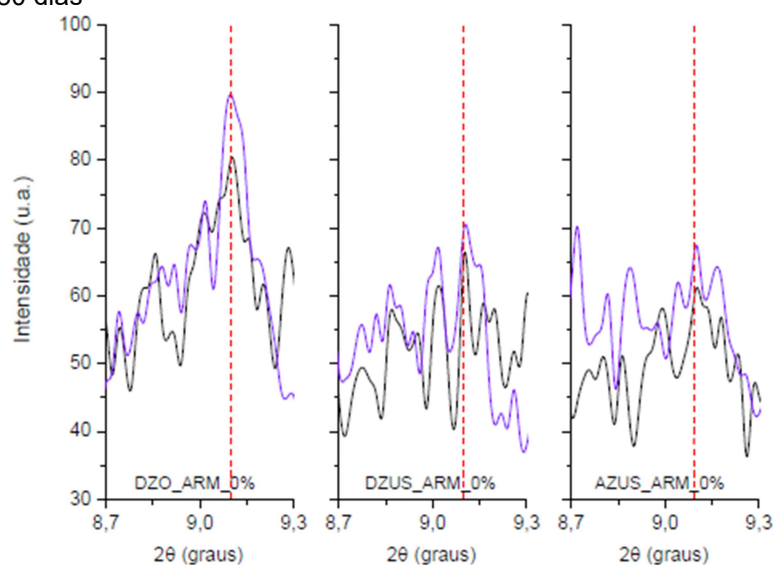
Fonte: A autora, 2021

Foi possível observar que quanto menor a granulometria, maior foi a retração. O aumento da retração também pode estar associado à retração autógena devida à formação de cristais de etringita e à adsorção de moléculas de água na superfície específica destes cristais. Para melhor entender o comportamento das

argamassas quanto à retração total observada entre 28 e 180 dias, analisou-se em conjunto o difratograma e micrografias nestas duas idades.

Para os tratamentos com 0% de SO_3 , observou-se o aumento da intensidade de pico de difração de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) para a argamassa produzida com ARM-DZO (Figura 83) sendo que, as outras curvas DZUS e AZUS não apresentaram diferença de intensidade entre as duas idades. Uma maior quantidade de etringita secundária aos 28 dias para a granulometria DZO também foi observada em relação aos demais tratamentos. A maior retração observada para o tratamento ARM-DZO-0% pode então ser explicada pela maior quantidade de etringita secundária existente aos 28 dias e pelo aumento da intensidade de pico de difração para este mesmo tratamento de 28 para 180 dias. Nestes dois casos ocorre a perda de água, seja pela retração autógena da água adsorvida pelos cristais ou pela redução dos capilares devido à formação de novos cristais na pasta.

Figura 83 – Intensidade de pico de etringita para as argamassas com 0% de SO_3 para as idades de 28 e 180 dias

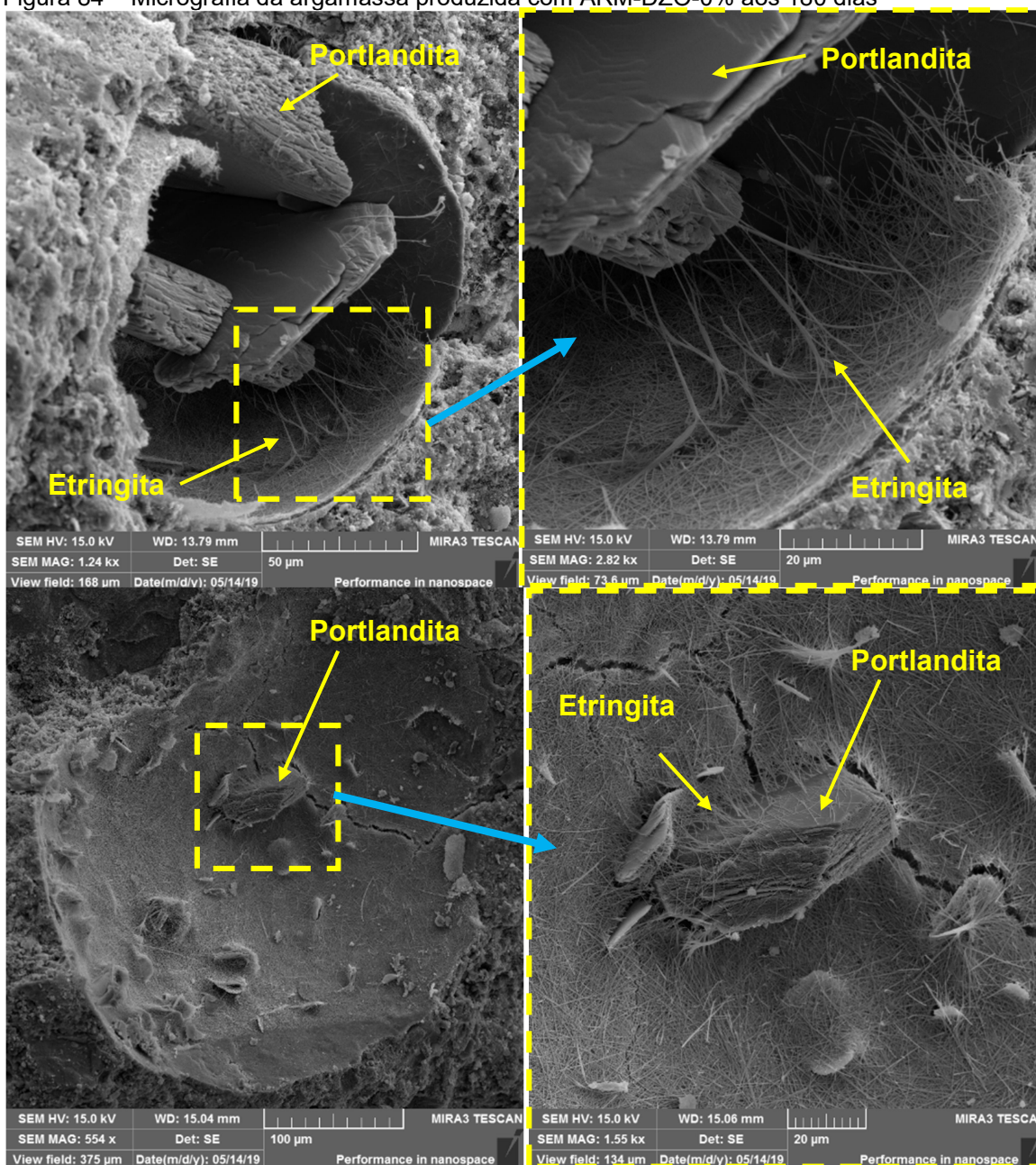


Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

Analisando as micrografias do tratamento ARM-DZO-0% observou-se que aos 180 dias a amostra apresentou cristais de etringita secundária e portlandita no interior de poros (Figura 84). Os cristais de etringita secundária possuem o formato acicular longo, distribuído na parede de grandes poros.

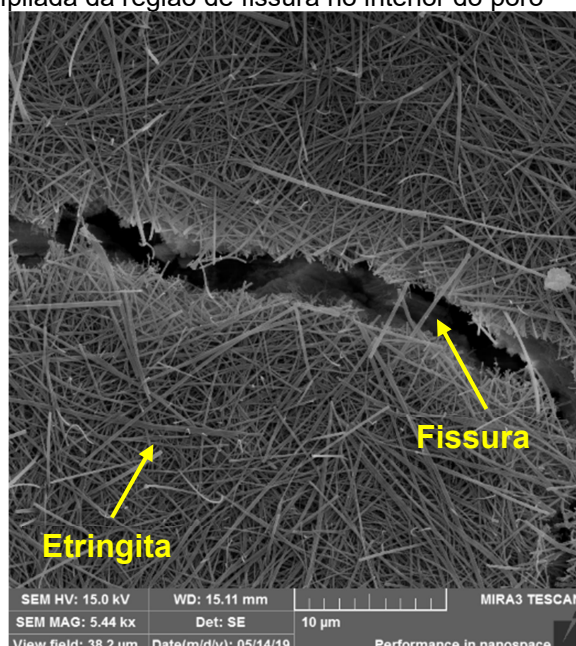
Figura 84 – Micrografia da argamassa produzida com ARM-DZO-0% aos 180 dias



Fonte: A autora, 2021

As imagens mostram fissuras no interior do poro, porém como há espaço disponível dentro dos poros para o crescimento dos cristais, não há indícios de que esta fissura seja devido à pressão de cristalização ou de dilatação, sendo mais provável que tenha ocorrido no processo de produção da amostra. A Figura 85 complementa esta informação, mostrando uma maior aproximação da fissura, na qual se observa que não há cristais de etringita secundária no seu interior que pudessem estar causando processo de expansão ou causando tensão interna.

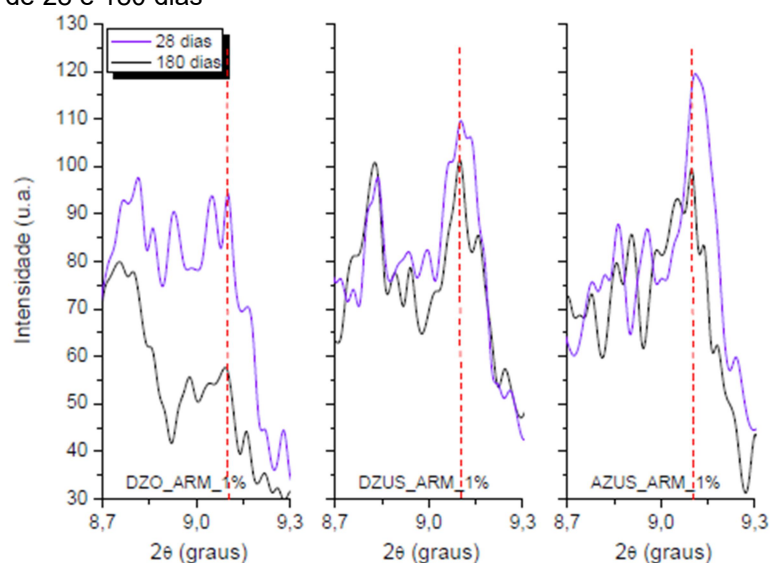
Figura 85 – Micrografia ampliada da região de fissura no interior do poro



Fonte: A autora, 2021

Para os tratamentos com 1% de SO_3 , observou-se o aumento da intensidade de pico de difração da etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) da data de 28 para 180 dias para o tratamento DZO, assim como se observa para a idade de 180 dias, um aumento da intensidade à medida que a granulometria aumenta (Figura 86).

Figura 86 - Intensidade de pico de difração da etringita para as argamassas com 1% de SO_3 para as idades de 28 e 180 dias



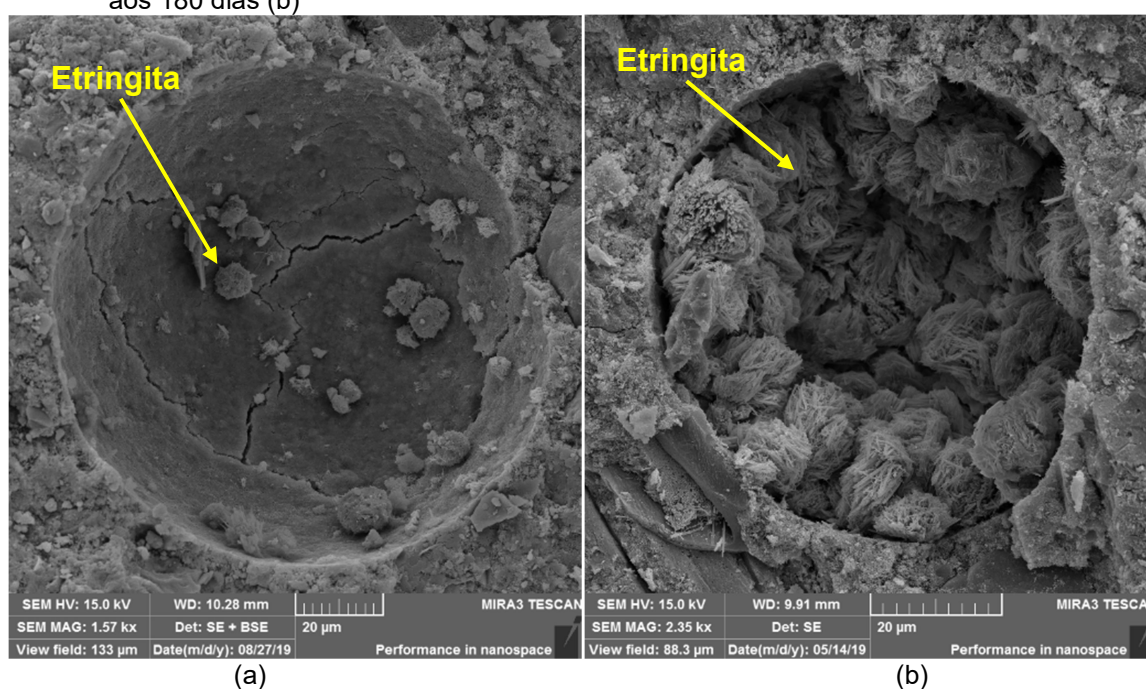
Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

O aumento da intensidade de pico de difração para o tratamento ARM-DZO-1% de 28 para 180 dias observado na Figura 86 pode ser facilmente justificado pela

análise das micrografias das argamassas. A Figura 87a apresenta um poro, aos 28 dias de idade, com a presença de aglomerados de etringita secundária, já a Figura 87b, que apresenta o poro aos 180 dias de idade, mostra que este processo foi intensificado e o poro encontra-se totalmente preenchido pelos aglomerados do mineral. O aumento da quantidade de etringita secundária pode ser devido ao meio mais saturado no interior dos poros, em função da redução da água livre, devido à maior superfície específica do agregado enquadrado na curva DZO.

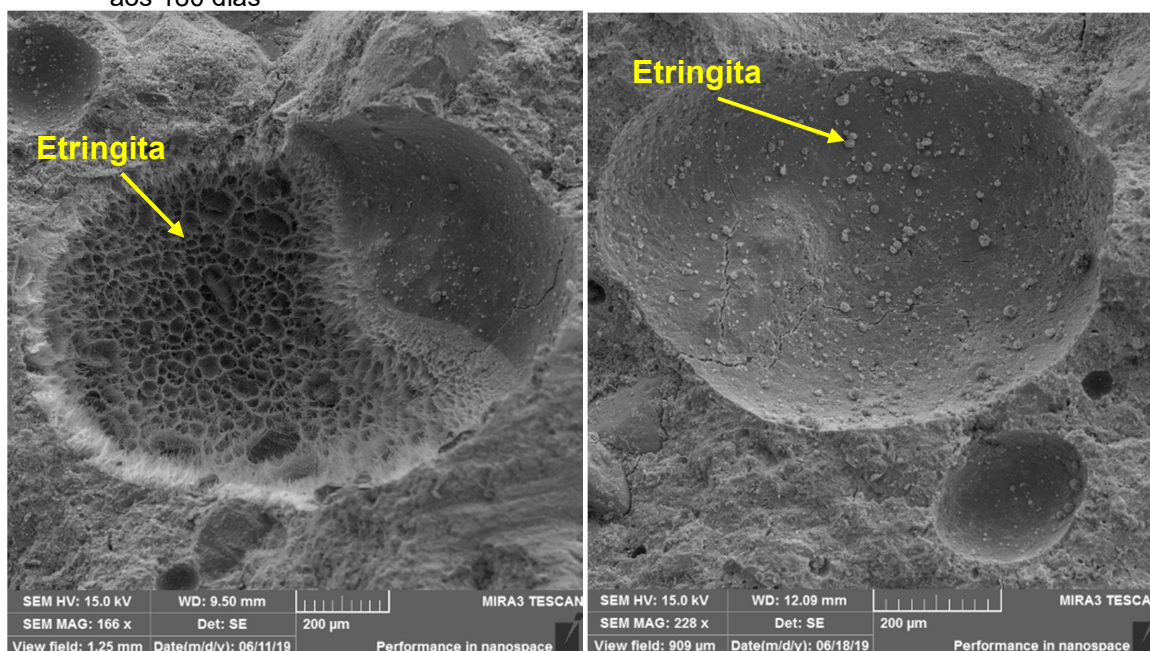
Figura 87 – Micrografias de argamassas referentes ao tratamento ARM-DZO-1% aos 28 dias (a) e aos 180 dias (b)



Fonte: A autora, 2021

À medida que a granulometria do agregado aumenta, ocorre também aumento da quantidade de água disponível nos poros, de forma que o meio fica menos saturado, permitindo que os cristais se formem mais livremente dentro dos poros. A partir da análise das micrografias (Figura 88) foi possível observar que os cristais não se formam apenas em poros pequenos, mas também aparecem distribuídos no interior de grandes poros ($> 500 \mu\text{m}$).

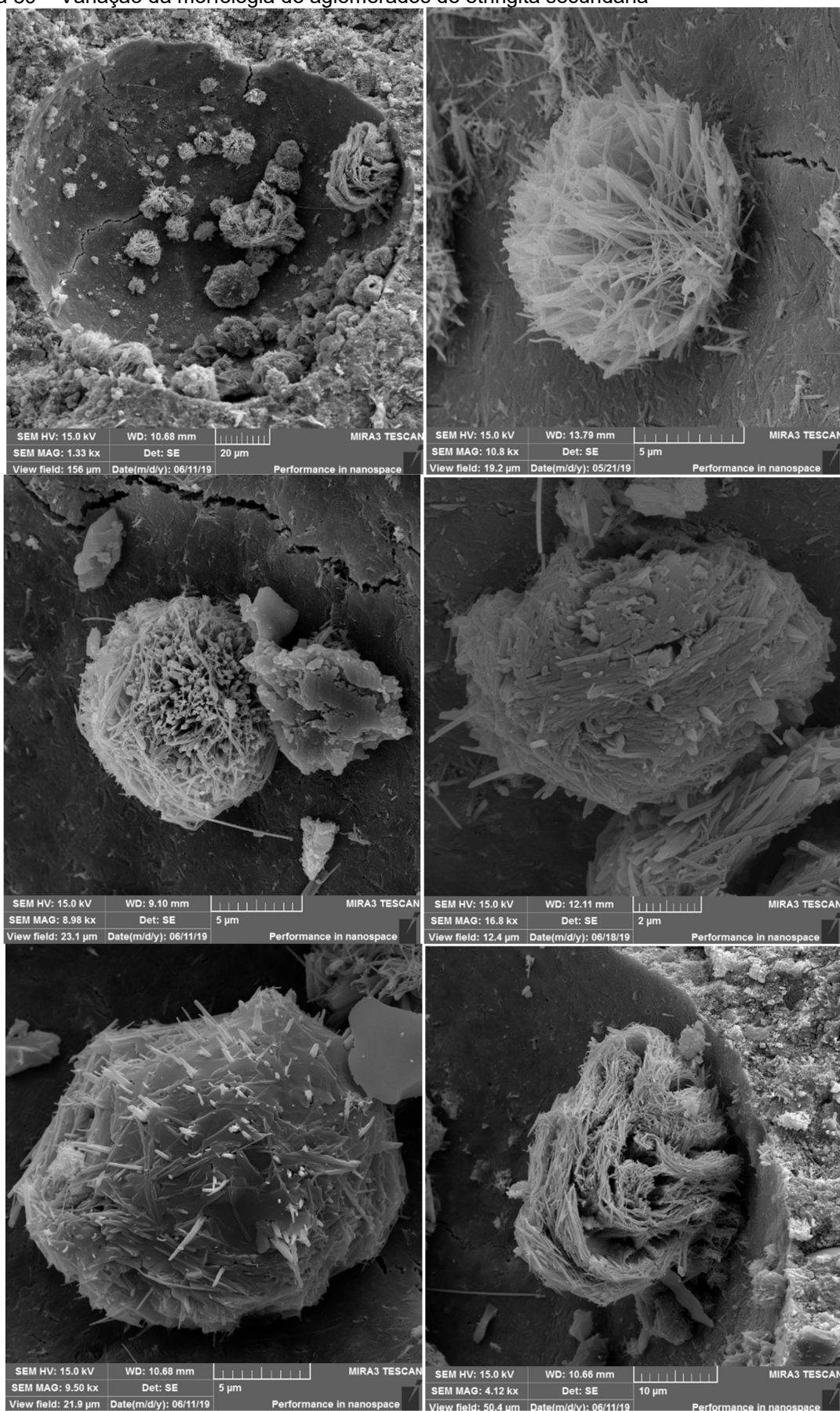
Figura 88 – Micrografia de argamassas referentes aos tratamentos ARM-DZUS-1% e ARM-AZUS-1% aos 180 dias



Fonte: A autora, 2021

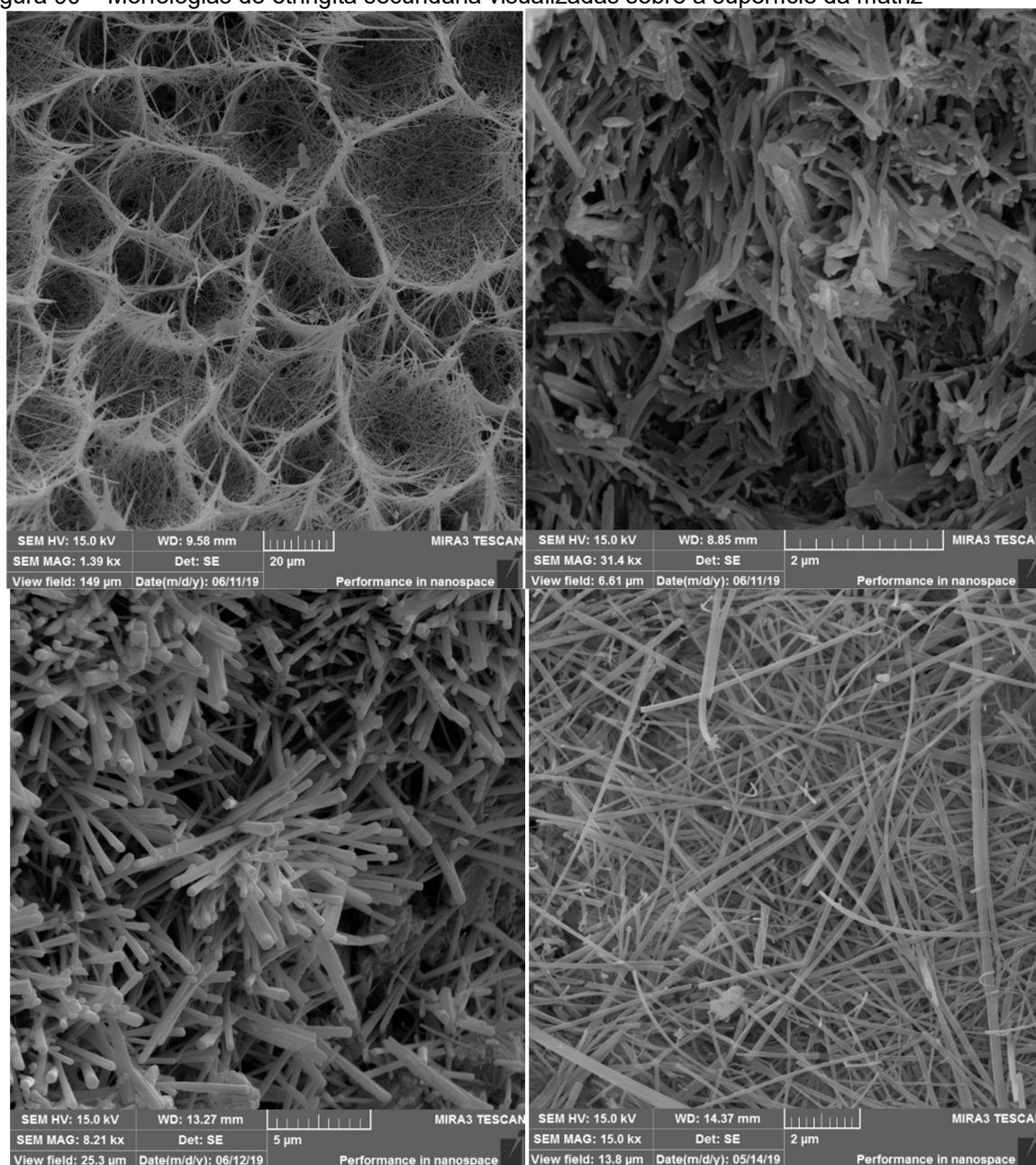
Nesta fase de análise, a partir de 180 dias de idade, foi possível observar que a etringita secundária pode ser formada tanto no interior da pasta, quanto nos poros e as micrografias apresentaram uma diversidade de morfologias para a etringita secundária formada tardiamente. Em alguns casos foi possível observar em um mesmo poro, a formação de etringita secundária do tipo aglomerado com morfologias diferentes (Figura 89). A Figura 90 apresenta outras configurações observadas para este cristal distribuído no interior da pasta.

Figura 89 – Variação da morfologia de aglomerados de etringita secundária



Fonte: A autora, 2021

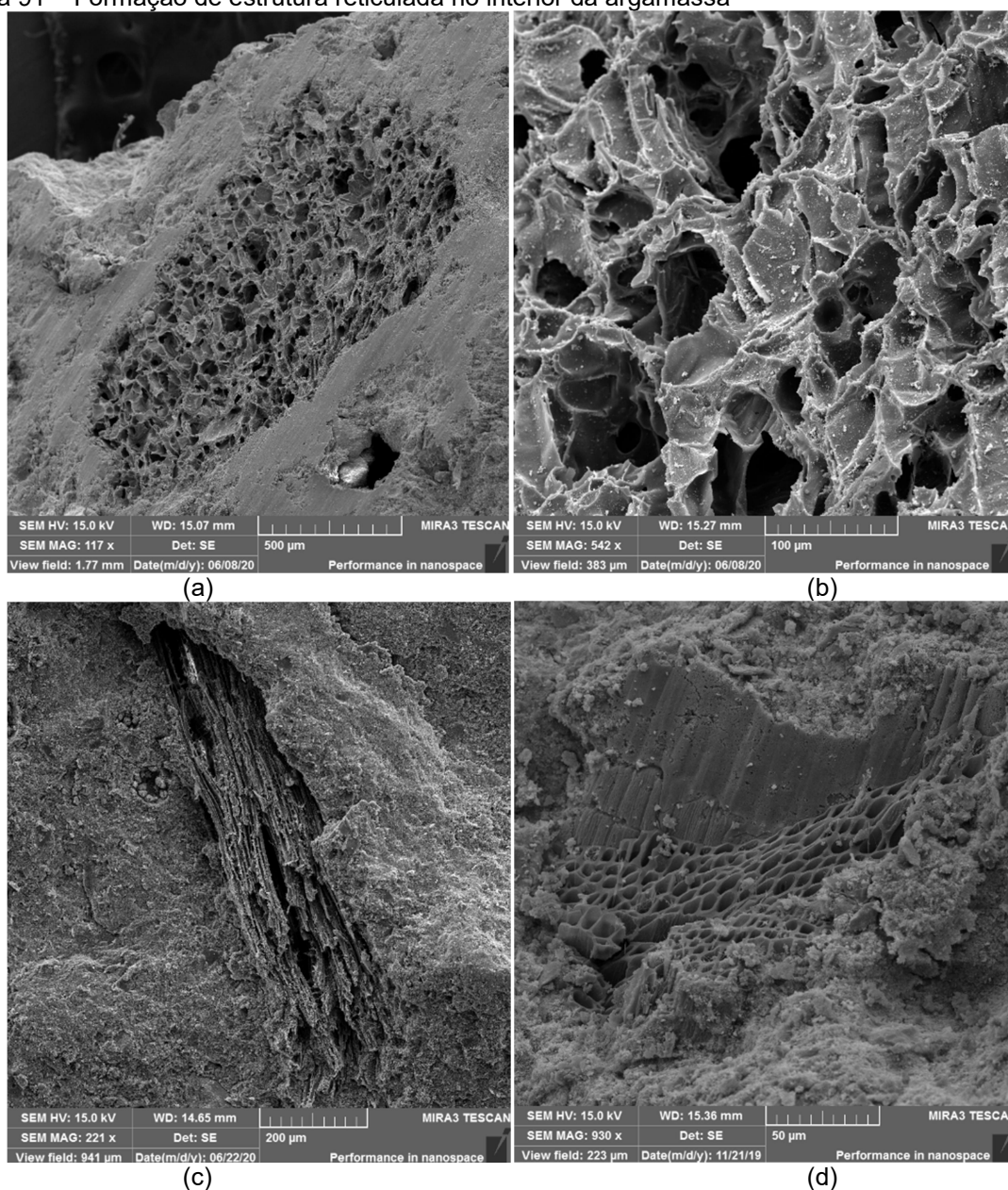
Figura 90 – Morfologias de etringita secundária visualizadas sobre a superfície da matriz



Fonte: A autora, 2021

As argamassas com teor de 0% e 1% apresentaram o mesmo padrão de comportamento já observado no capítulo 5 e capítulo 6, a partir dos 540 dias de idade, com aumento da retração. Porém, para os tratamentos utilizando ARM, se observou nas micrografias uma formação recorrente em diversos tratamentos, que pode estar influenciando neste aumento da retração. A Figura 91a e Figura 91b apresentam uma formação em forma de colmeia, com uma rede de poros interconectados e a Figura 91c e Figura 91d apresentam formações diferentes, porém também indicam uma rede de poros.

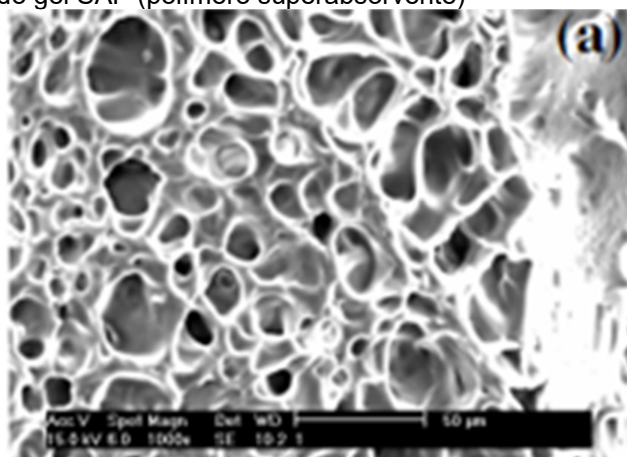
Figura 91 – Formação de estrutura reticulada no interior da argamassa



Fonte: A autora, 2021

Não foram identificados na bibliografia resultados de micrografias semelhantes que pudessem ser associados a este trabalho, relacionados a argamassas. Porém no estudo de Neto, Bezerra e Feitosa (2007) sobre a síntese e caracterização de hidrogéis superabsorventes de poliacrilamida e bentonita, as micrografias apresentadas se assemelhavam às imagens obtidas nesta pesquisa como pode ser observado na Figura 92.

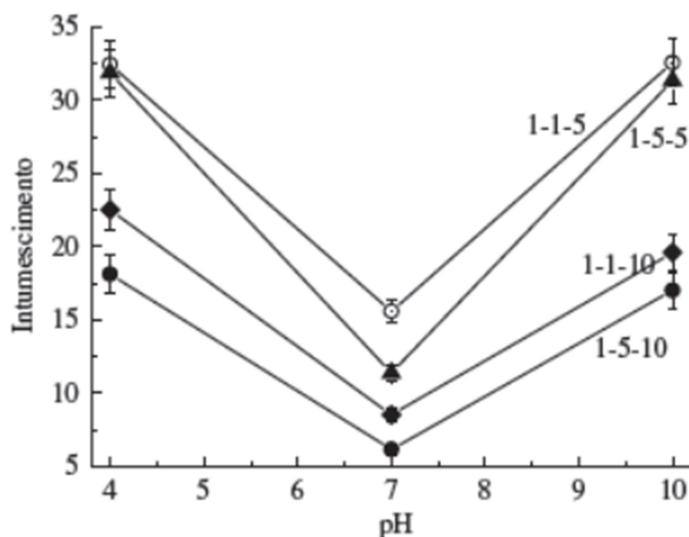
Figura 92 – Micrografia do gel SAP (polímero superabsorvente)



Fonte: Adaptado de: NETO; BEZERRA; FEITOSA (2007)

Neste estudo os autores observaram que a estrutura interna dos géis é composta por microporos interconectados que promovem uma rápida absorção de água devido à força de capilaridade. Também concluíram que quando estes géis eram formados com adição de argila apresentavam maior resistência mecânica e maior capacidade de absorção de água. Outro estudo realizado por Rubira *et al.* (2009), no qual os autores analisaram a morfologia de hidrogel, classificavam esta estrutura reticulada que pode absorver, intumescer e reter soluções aquosas com massa centena de vezes maiores que a sua. Também observaram que o intumescimento estava relacionado com o pH do meio onde se localiza este hidrogel, sendo que quanto mais próximo do pH neutro, menor é o intumescimento, como pode ser observado na Figura 93.

Figura 93 – Intumescimento do hidrogel em função do pH



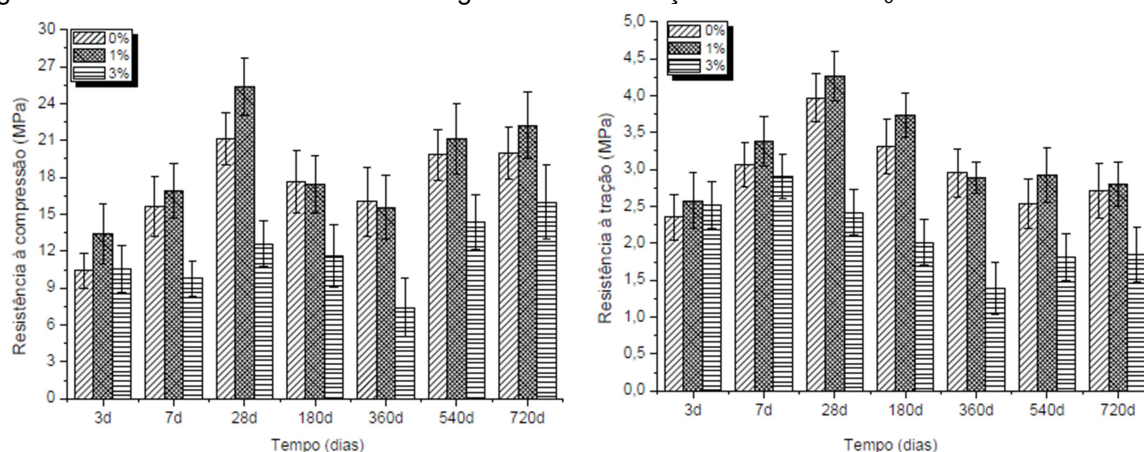
Fonte: Adaptado de: RUBIRA *et al.* (2009)

Com as análises de caracterização dos materiais feitas na presente pesquisa, não é possível afirmar que as formações observadas possam ter ligação com o hidrogel citado nas pesquisas dos autores citados. Porém, como a formação é muito similar, tratando-se de uma estrutura reticulada de poros interconectados, pode-se por associação, afirmar que as formações observadas na Figura 91 também promovam uma rápida capacidade de absorção de água devido à força de capilaridade e que isto pode estar relacionado ao aumento da retração das argamassas nesta idade.

Com os resultados relacionados às propriedades das argamassas no estado endurecido, foi analisada a resistência mecânica e absorção. A partir destes resultados, foram propostas algumas hipóteses baseadas no mecanismo de expansão e ataque por sulfato interno. Analisando a propriedade de resistência mecânica e a influência do teor de SO_3 sobre os resultados obtidos podem-se destacar alguns comportamentos (Figura 94):

- comportamento das argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 foi diferente das demais, apresentando valores menores e constantes de resistência entre as datas de 3 e 180 dias;
- argamassas com teor de 0% e 1% têm comportamento similar, indicando aumento da resistência mecânica até a idade de 28 dias com posterior redução;
- queda de resistência aos 360 dias para o tratamento com 3% de SO_3 ;
- retomada do aumento da resistência à compressão aos 540 dias para todos os tratamentos.

Figura 94 – Resistência mecânica das argamassas em função do teor de SO_3

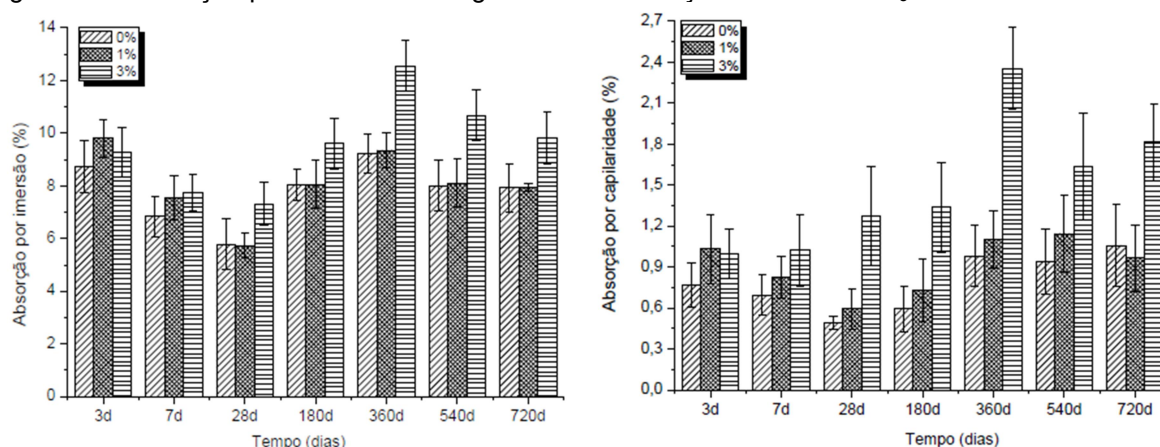


Fonte: A autora, 2021

Analisando a propriedade de absorção e a influência do teor de SO_3 sobre os resultados obtidos podem-se destacar alguns comportamentos (Figura 95):

- comportamento diferenciado para as argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 , com maiores valores de absorção para as argamassas a partir de 28 dias de idade;
- para as argamassas com 0% e 1% de SO_3 , observou-se redução da absorção até 28 dias de idade, após esta data, houve aumento da absorção;
- retomada da redução da absorção aos 540 dias para o tratamento com 3% de SO_3 .

Figura 95 – Absorção por imersão das argamassas em função do teor de SO_3



Fonte: A autora, 2021

Para melhor compreensão do comportamento das argamassas em relação aos dados experimentais macroestruturais e microestruturais obtidos, foi necessária a sistematização e a análise destes dados. Assim os comportamentos que serão abordados na sequência são:

- para as argamassas produzidas com teor de 0% e 1% de SO_3 , observa-se mudança de comportamento das propriedades mecânicas e físicas das argamassas após a idade de 28 dias e para a $\text{UR} < 100\%$;
- mudança de comportamento em relação à resistência mecânica e absorção das argamassas após a idade de 540 dias;
- argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 apresentaram menor desempenho que os demais tratamentos, apresentando menor resistência mecânica e maior absorção no período entre 3 e 180 dias; logo após esta

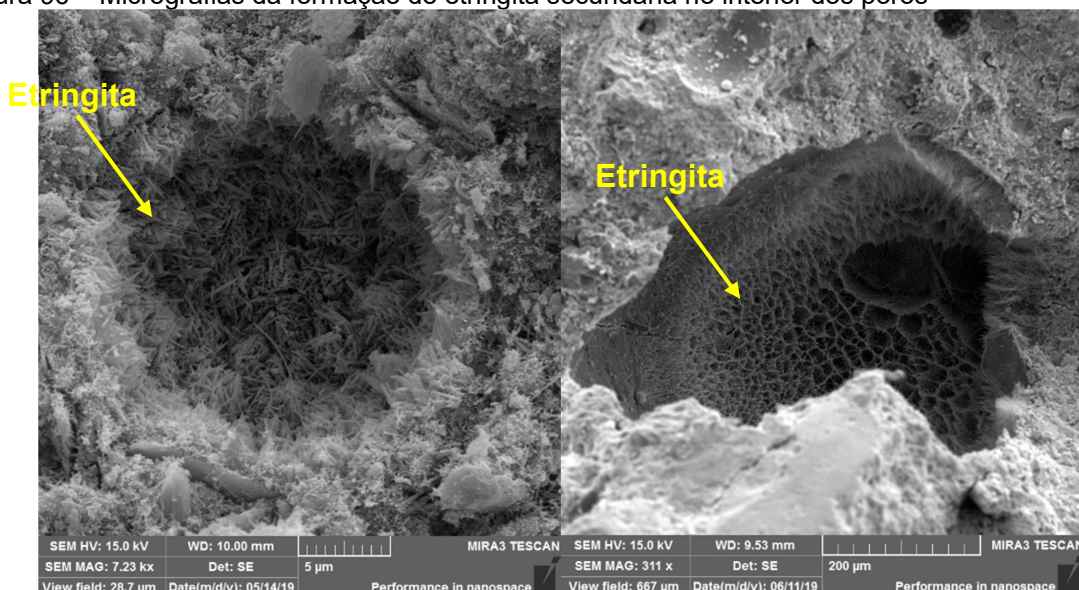
data (aos 360 dias), houve nova redução de desempenho com diminuição da resistência mecânica e aumento da absorção.

7.1.1 Primeira hipótese

Para as argamassas produzidas com teor de 0% e 1%, observou-se mudança de comportamento das propriedades mecânicas e físicas das argamassas após a idade de 28 dias e para a UR < 100%. Nos capítulos 5 e 6, já foi verificado este comportamento e relatada a análise dos mecanismos que estão afetando o comportamento das argamassas. De forma resumida, pode-se dizer que a alteração de ambiente de exposição que ocorre nesta fase é o principal responsável pela alta retração observada para as argamassas. Esta retração é uma combinação entre a retração por secagem e retração autógena, devido à mudança da UR.

Este efeito de retração observado gerou tensão interna e provocou o surgimento de fissuras, que ocasionaram o aumento da rede de poros (aumento da absorção) e a redução da resistência. Pode-se associar a queda de desempenho também à localização e morfologia dos cristais de etringita secundária, presentes dentro dos poros e na pasta de cimento (Figura 96).

Figura 96 – Micrografias da formação de etringita secundária no interior dos poros

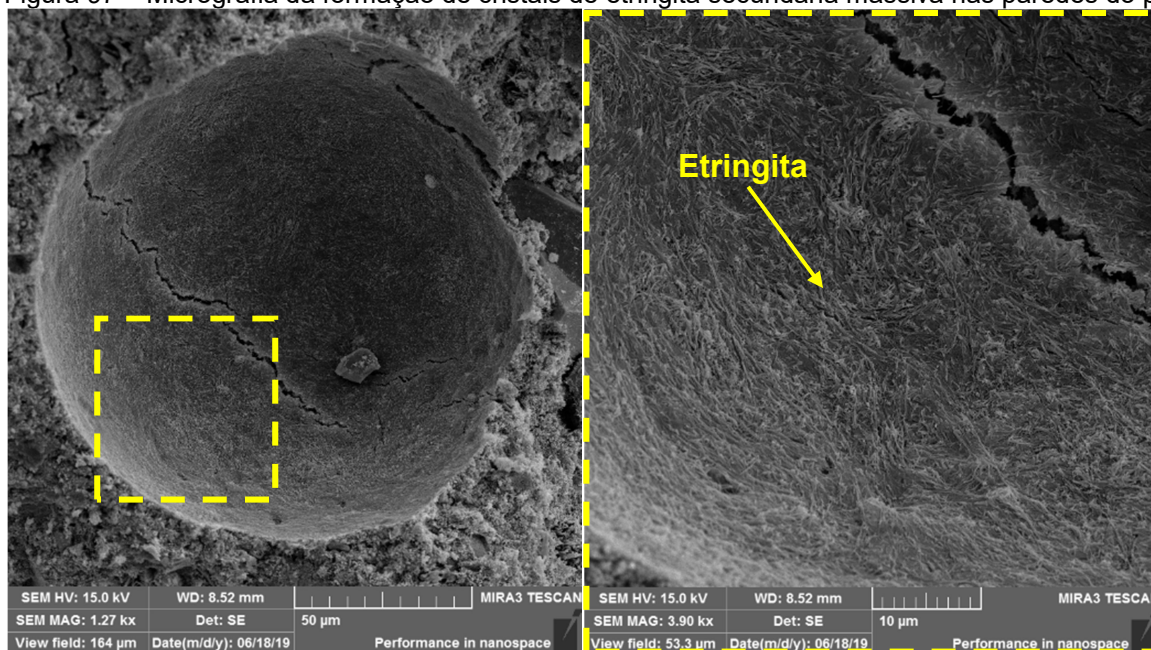


Fonte: A autora, 2021

Quando os cristais se localizam em espaços mais restritos, possuem menor dimensão e formato massivo, cenário propício a tensões internas devido à pressão

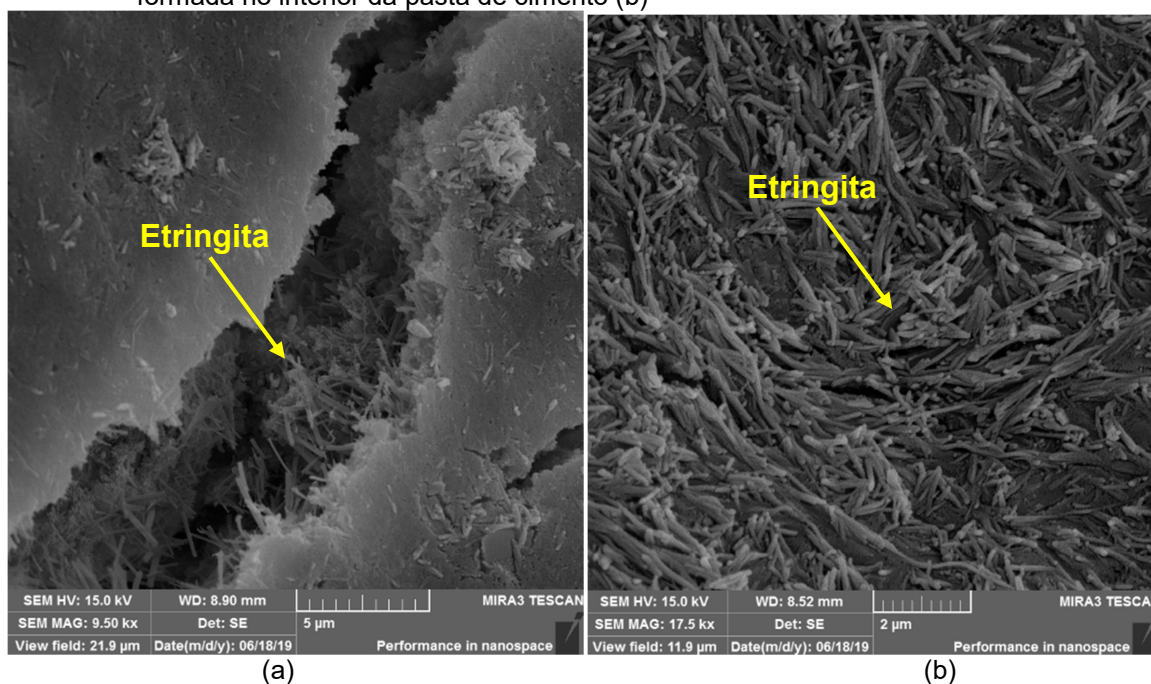
de cristalização (Figura 97). A Figura 97 apresenta micrografias do poro com etringita secundária massiva distribuída por toda a parede e a Figura 98 apresenta detalhe dos cristais de etringita secundária sendo formado no interior de fissuras e no interior da pasta.

Figura 97 – Micrografia da formação de cristais de etringita secundária massiva nas paredes do poro.



Fonte: A autora, 2021

Figura 98 - Etringita secundária sendo formada no interior das fissuras (a) e etringita secundária formada no interior da pasta de cimento (b)



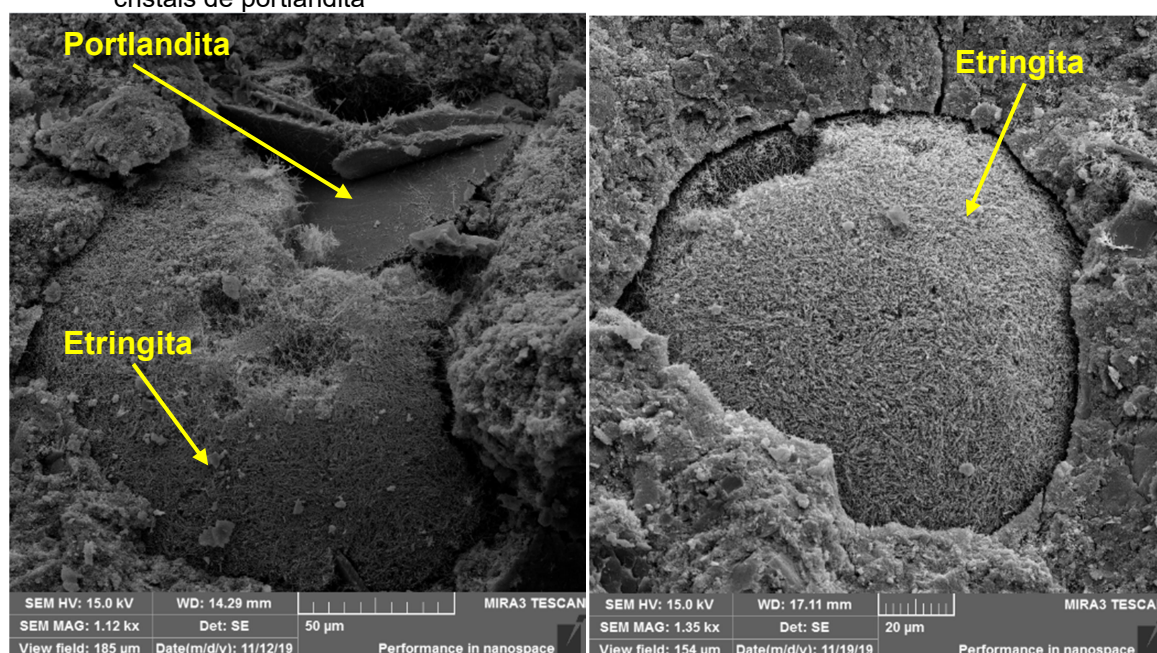
Fonte: A autora, 2021

Como a etringita secundária observada nestes tratamentos foi formada em grande quantidade no interior da pasta e fissuras existentes, causaram a redução de desempenho devido a tensões internas que propagaram as fissuras, reduzindo a resistência mecânica e aumentando a absorção.

7.1.2 Segunda hipótese

Mudança de comportamento em relação à resistência mecânica e absorção das argamassas após a idade de 540 dias. Como já observado no capítulo 6, em idades mais avançadas (540 dias) é observada melhoria no desempenho das argamassas, com o aumento da resistência mecânica e redução da absorção. Nos tratamentos com ARM, observou-se um aumento da quantidade de etringita secundária no interior dos poros e aos 540 dias. Foi possível verificar pelas micrografias que muitos poros foram totalmente colmatados e por consequência disto, deixaram a matriz cimentícia mais densa. Foi constatado ainda que poros que continham portlandita e etringita secundária em seu interior criavam um ambiente propício ao crescimento longitudinal das agulhas de etringita secundária até que formasse um invólucro, colmatando totalmente o poro, como é possível observar na Figura 99.

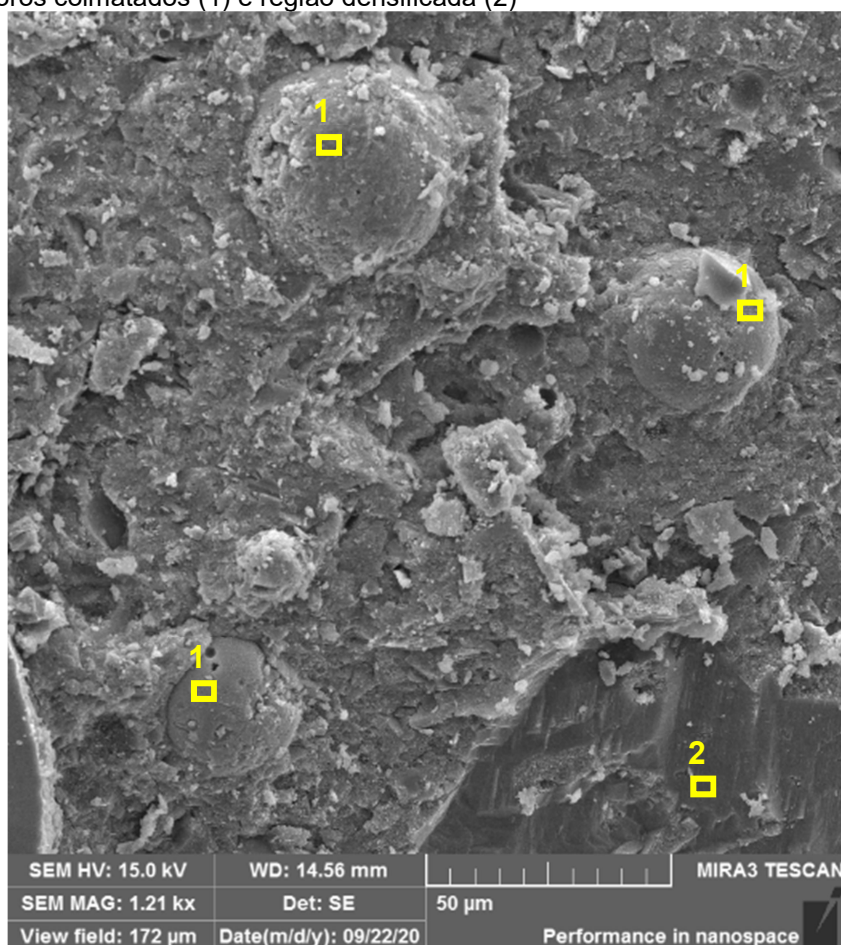
Figura 99 – Poros colmatados por cristais de etringita secundária formando um invólucro ao redor de cristais de portlandita



Fonte: A autora, 2021

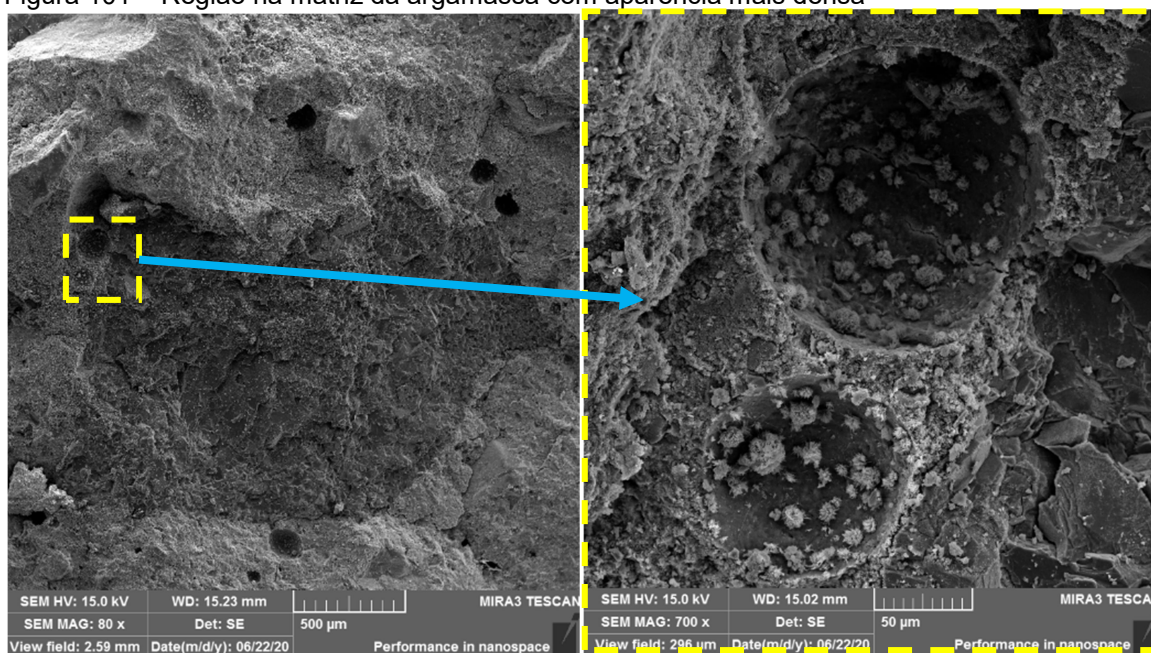
A Figura 100 apresenta uma área onde podem ser visualizados vários poros que se encontram colmatados e com uma aparência mais densa (marcados na micrografia como 1), que os observados no capítulo 6. Nesta mesma micrografia pode se observar uma área de coloração mais escura (marcado na micrografia como 2), que já foi verificada em micrografias anteriores e definida como uma região da pasta com maior densidade. Esta região mais escura é apresentada na Figura 101.

Figura 100 – Poros colmatados (1) e região densificada (2)



Fonte: A autora, 2021

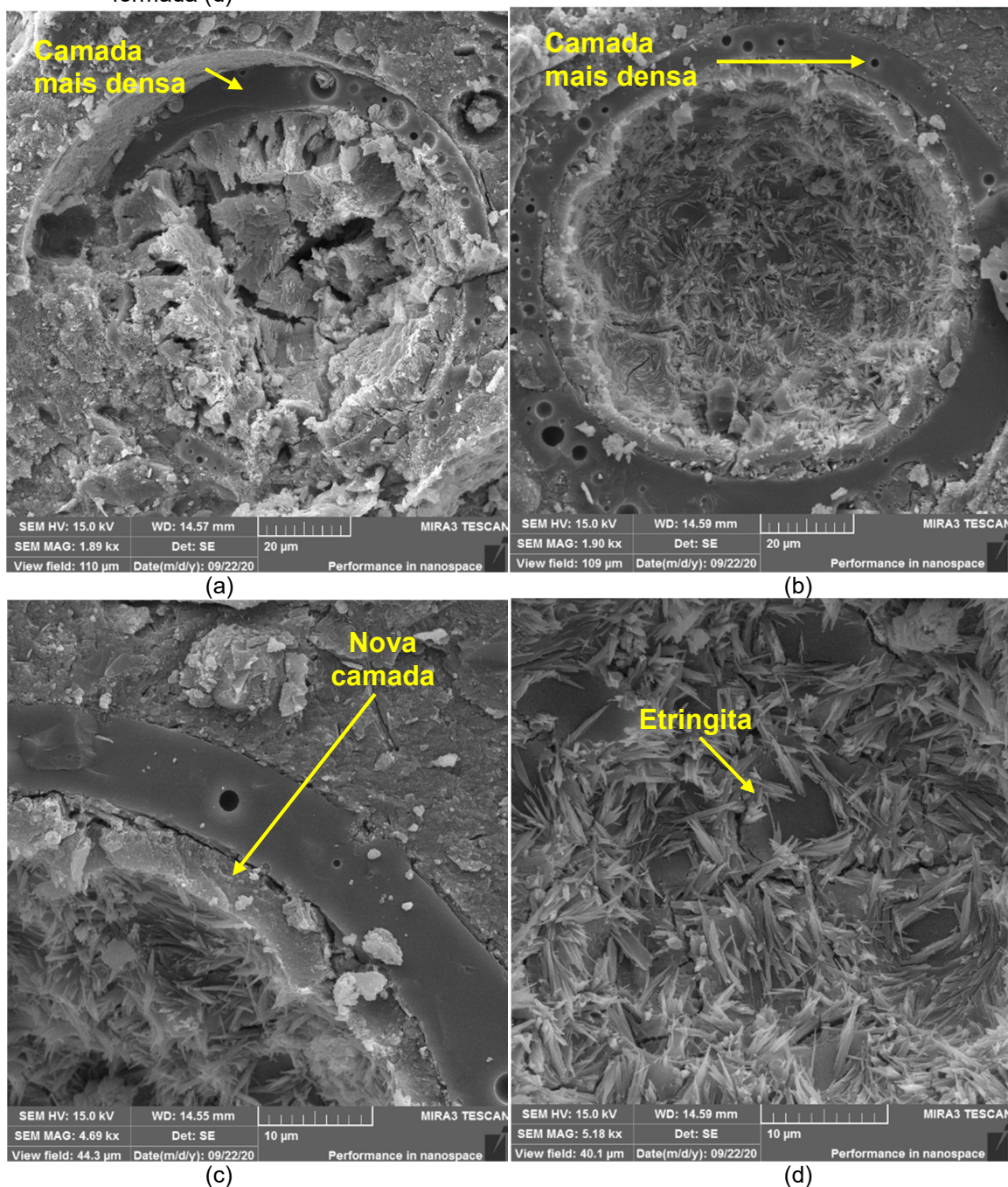
Figura 101 – Região na matriz da argamassa com aparência mais densa



Fonte: A autora, 2021

Nas Figura 102a e Figura 102b são apresentadas micrografias de poros colmatados, onde pode se observar uma camada de 5 a 10 μm de espessura mais denso que o interior do poro ou que a própria matriz, indicando que o processo de densificação pode ocorrer em idades mais avançadas. A Figura 102c mostra a formação de mais de uma camada com aparência mais densa e a Figura 102d apresenta imagem do interior do poro que mostra cristais de etringita secundária no formato massivo e também se densificando.

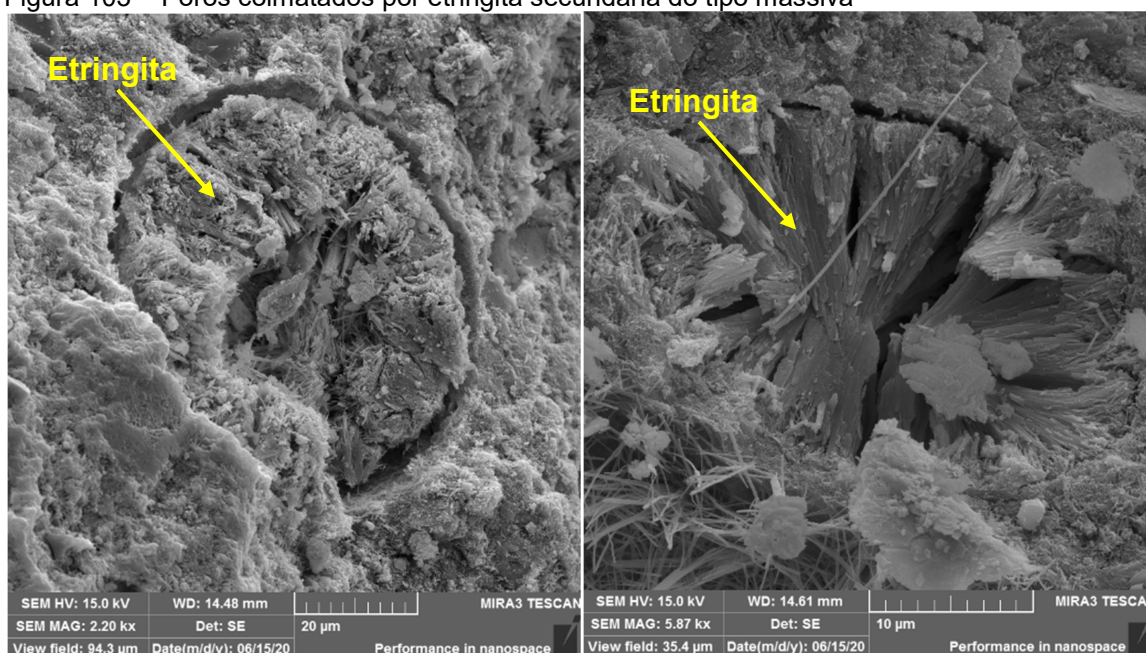
Figura 102 – Camada externa mais densa da região colmatada dentro do poro (a e b); nova camada densa sendo formada (c) região interna do poro mostrando etringita secundária massiva formada (d)



Fonte: A autora, 2021

Na Figura 103 é possível observar outra forma de colmatção dos poros por etringita secundária do tipo massiva que também contribui para redução da permeabilidade da argamassa e melhora da resistência mecânica.

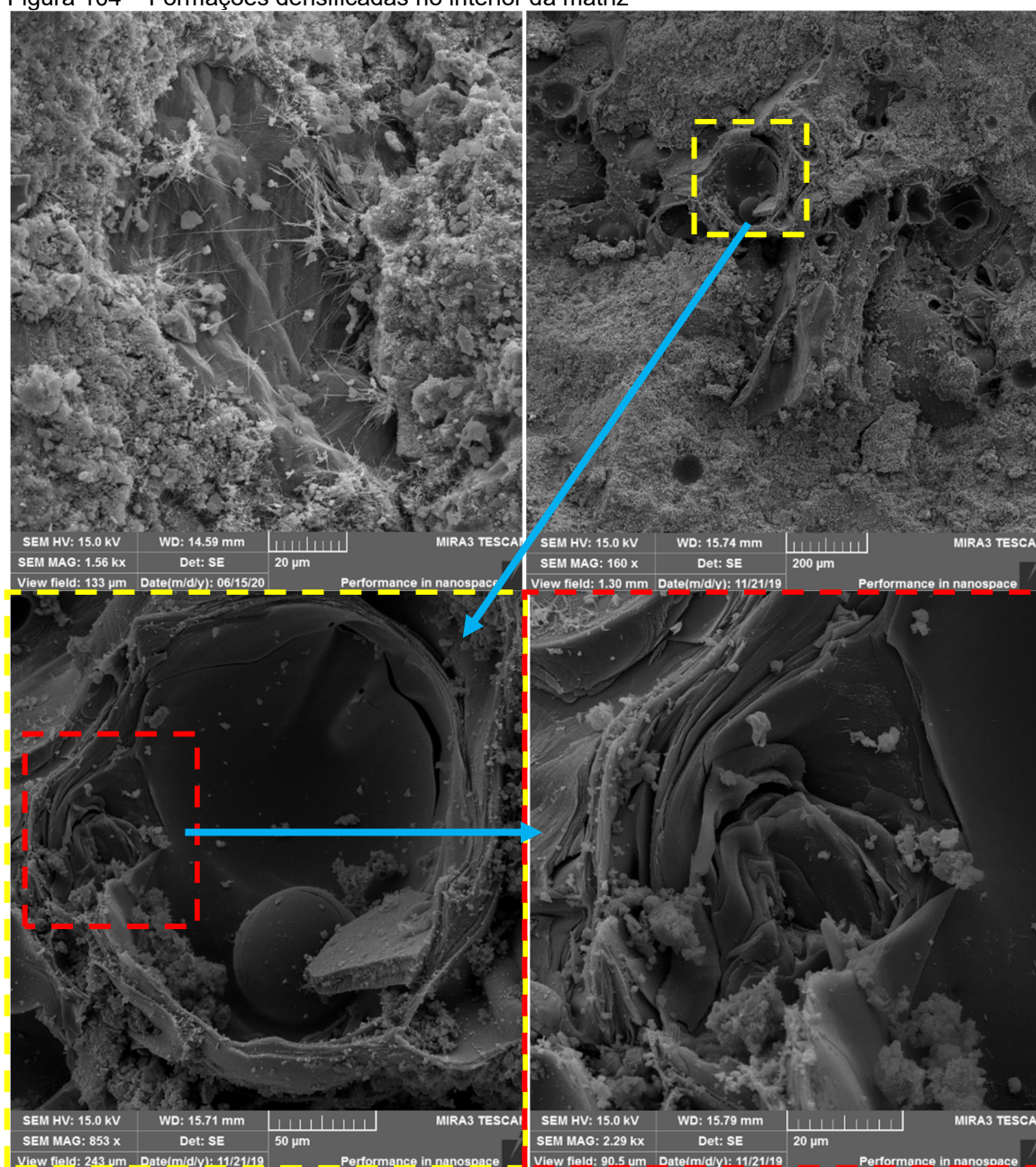
Figura 103 – Poros colmatados por etringita secundária do tipo massiva



Fonte: A autora, 2021

Além das formações que puderam ser identificadas como cristais de etringita secundária que estão formando invólucros ou conjunto massivo destes cristais, outros poros foram encontrados colmatados nas micrografias. Não foi possível através das micrografias, a identificação do tipo de cristal ou quais compósitos foram formados, porém acredita-se que estes também contribuem para a densificação da matriz. Estas formações podem ser observadas na Figura 104.

Figura 104 – Formações densificadas no interior da matriz



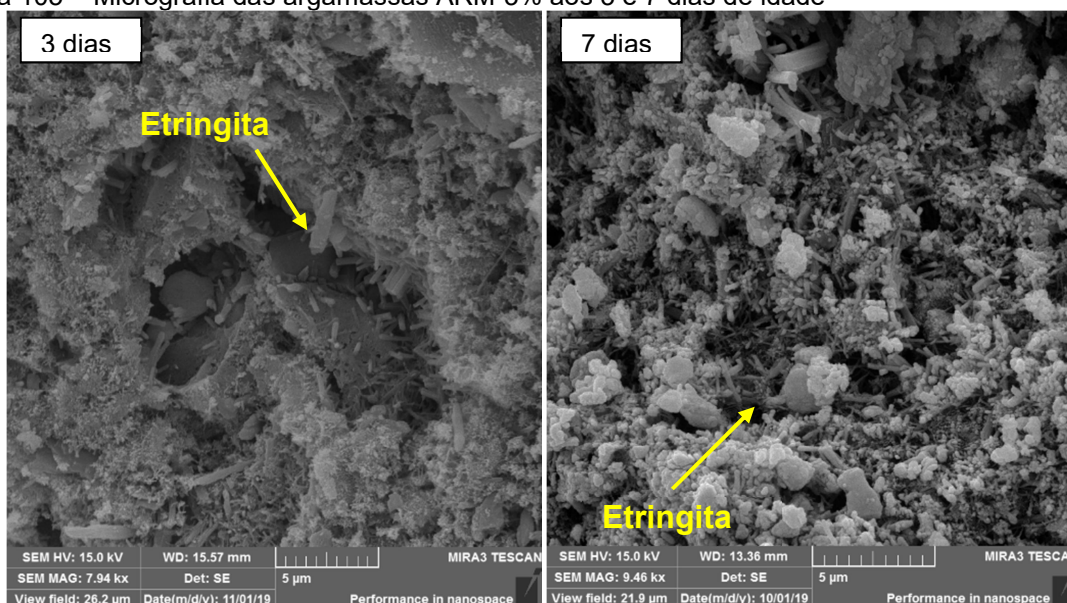
Fonte: A autora, 2021

Em resumo, com idades mais avançadas, foi observado que os aglomerados de etringita secundária no interior dos poros da argamassa apresentam uma camada mais densa, os poros se apresentam mais colmatados e surgem na matriz regiões de aparência mais densa de formato massivo composto basicamente de silicato de cálcio. Este conjunto de fatores proporcionou às argamassas com maiores teores de SO_3 , melhoria no desempenho mecânico e físico das argamassas, quando analisado em idades mais avançadas, salvo quando a argamassa teve um processo de deterioração avançado como o caso do tratamento ARM-DZO-3% de SO_3 .

7.1.3 Terceira hipótese

Argamassas produzidas com teor de 3% de SO_3 apresentaram menor desempenho que os demais tratamentos, apresentando menor resistência mecânica e maior absorção no período entre 3 e 180 dias; logo após esta data (aos 360 dias), houve nova redução de desempenho com diminuição da resistência mecânica e aumento da absorção. Pelas análises em microscopia e difratometria foi possível constatar um aumento na intensidade de pico de etringita secundária, bem como visualizar uma maior quantidade de cristais de etringita secundária formados, não somente nos poros, mas distribuídos por toda a matriz cimentícia. Os cristais formados são, em sua maior parte, de morfologia acicular de pequena dimensão e já começam a aparecer desde as primeiras idades, a partir dos 3 dias (Figura 105). Como já discutido em capítulos anteriores, quando o ambiente é muito saturado, os cristais se desenvolvem tanto nos poros, quanto nas pastas. E devido à capacidade de reserva de água pelo grão de cerâmica e ao mecanismo de cura interna, a água residual acaba sendo liberada gradativamente por maior período de tempo, aumentando a taxa de reação e formação de novos cristais.

Figura 105 – Micrografia das argamassas ARM-3% aos 3 e 7 dias de idade

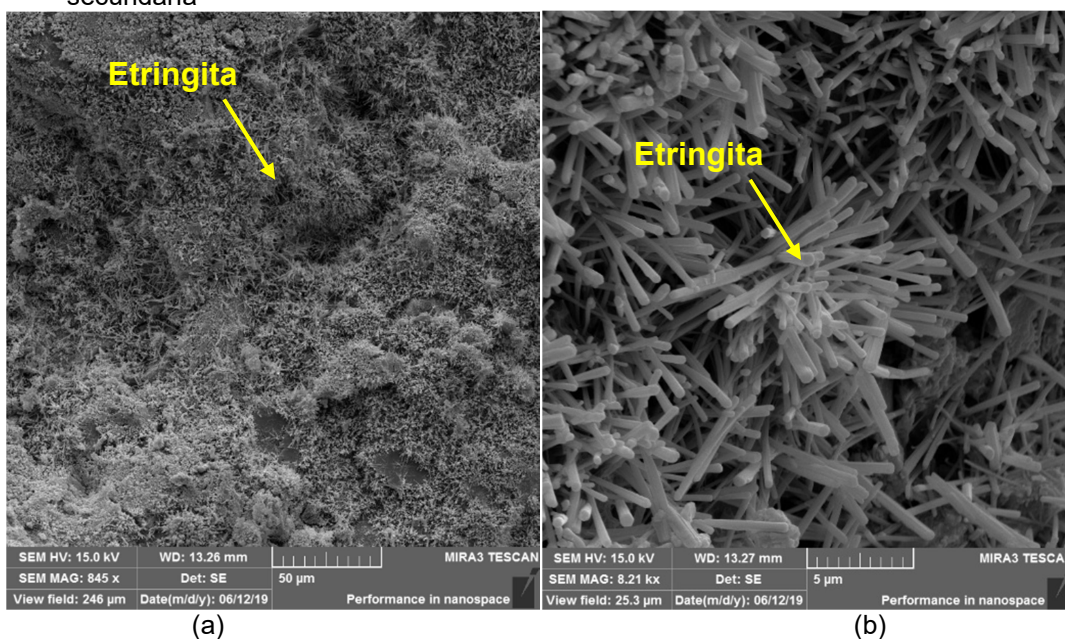


Fonte: A autora, 2021

Estes cristais pequenos depositados em espaços restritos vão ocasionar ao longo do tempo pressão de cristalização e dilatação em função do crescimento. Nos tratamentos com 3% de SO_3 , outro fator além do crescimento do cristal é o aumento

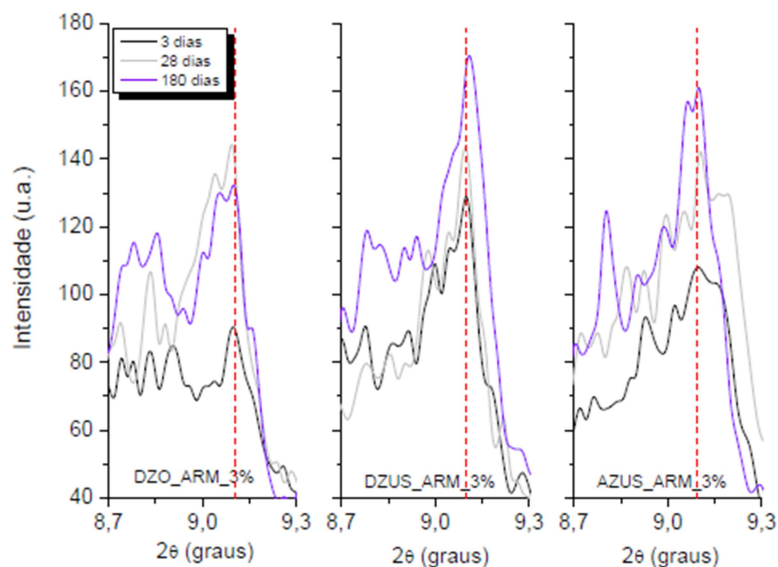
na quantidade de etringita secundária formada no interior da matriz (Figura 106). A Figura 107 apresenta o aumento da intensidade de pico de difração de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$) entre as idades de 3 a 180 dias.

Figura 106 – Micrografia apresentando a formação de pequenos cristais de etringita secundária acicular por toda a matriz(a) e micrografia mostrando a morfologia do cristal de etringita secundária



Fonte: A autora, 2021

Figura 107 – Intensidade de picos de difração de etringita dos tratamentos ARM-3% entre as idades de 3 a 180 dias



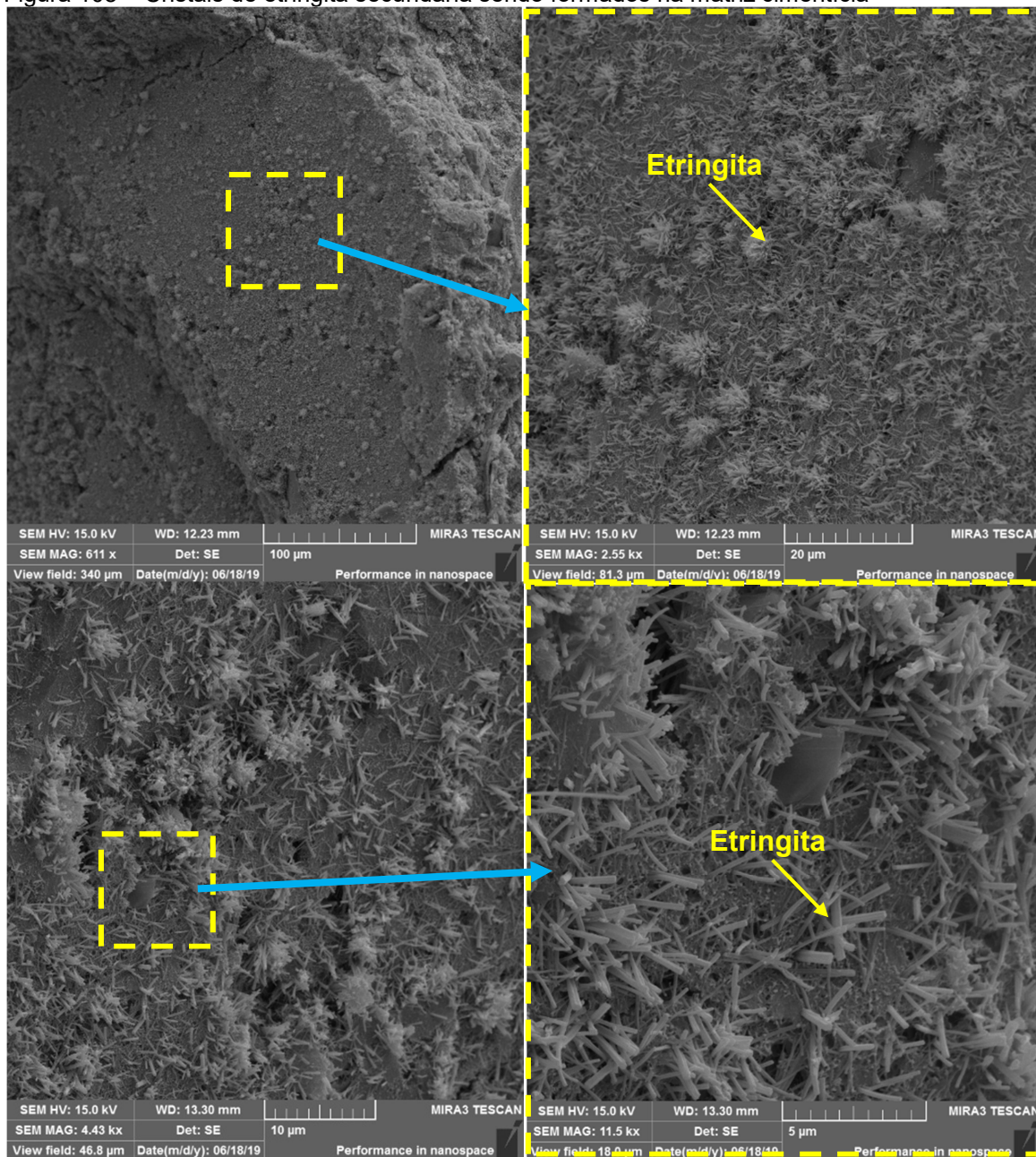
Fonte: A autora, 2021

Nota: linha tracejada vermelha indica a posição do pico de etringita ($2\theta = 9,10^\circ$)

A Figura 108 apresenta a micrografia de uma argamassa na qual a formação de cristais de etringita secundária se espalha por uma grande região, e pela

aparência da região pode ser uma zona de transição pasta/agregado, sugerindo uma ligação mais frágil de forma que contribuiria para a queda de desempenho.

Figura 108 – Cristais de etringita secundária sendo formados na matriz cimentícia

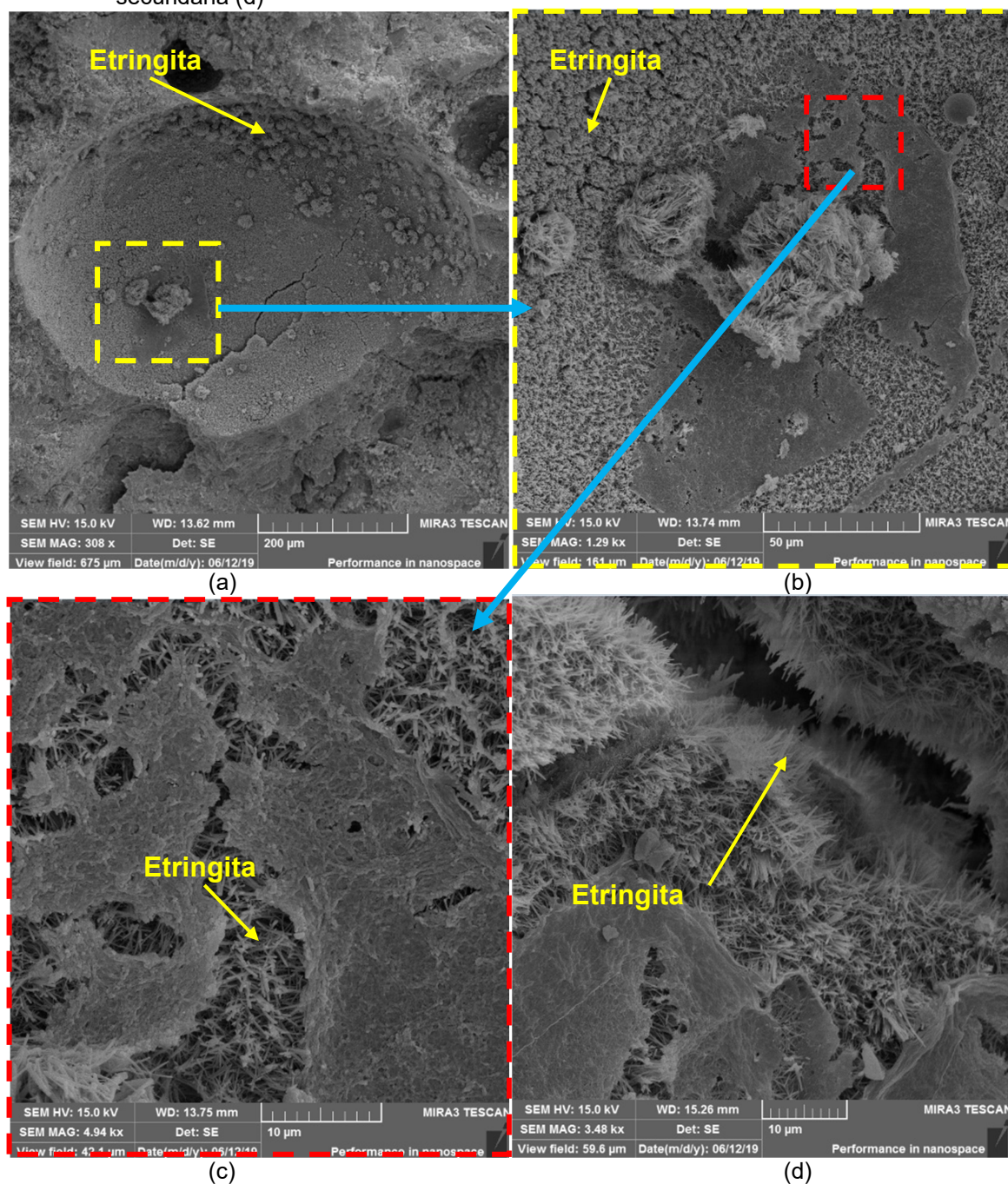


Fonte: A autora, 2021

A Figura 109 apresenta micrografias do interior de um poro, onde se pode observar a formação de cristais de etringita secundária tipo aglomerado (Figura 109a). Em maiores magnificações observa-se que a parede do poro está totalmente formada por pequenos cristais de etringita secundária no formato acicular (Figura 109b). Em algumas regiões não se observa a camada de pasta de cimento no

interior do poro, pois os cristais formados ocuparam este espaço (Figura 109c). Também se verifica que as fissuras existentes estão preenchidas por cristais o que pode ocasionar a propagação da fissura pela pasta (Figura 109d).

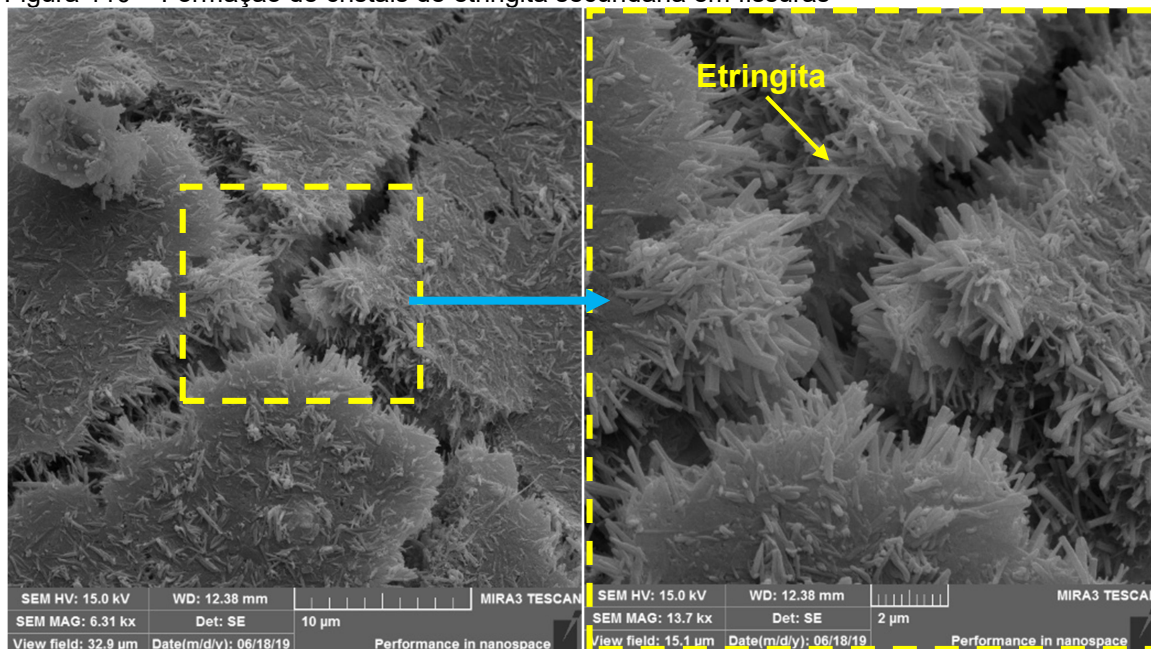
Figura 109 – Cristais de etringita secundária tipo aglomerado (a); cristal acicular formado no interior do poro (b); falha na camada de argamassa (c), fissuras com cristais de etringita secundária (d)



Fonte: A autora, 2021

Na Figura 110 é observado o efeito da formação de cristais de etringita secundária no interior das fissuras e a degradação ocasionada pela pressão de cristalização e pressão de dilatação.

Figura 110 – Formação de cristais de etringita secundária em fissuras

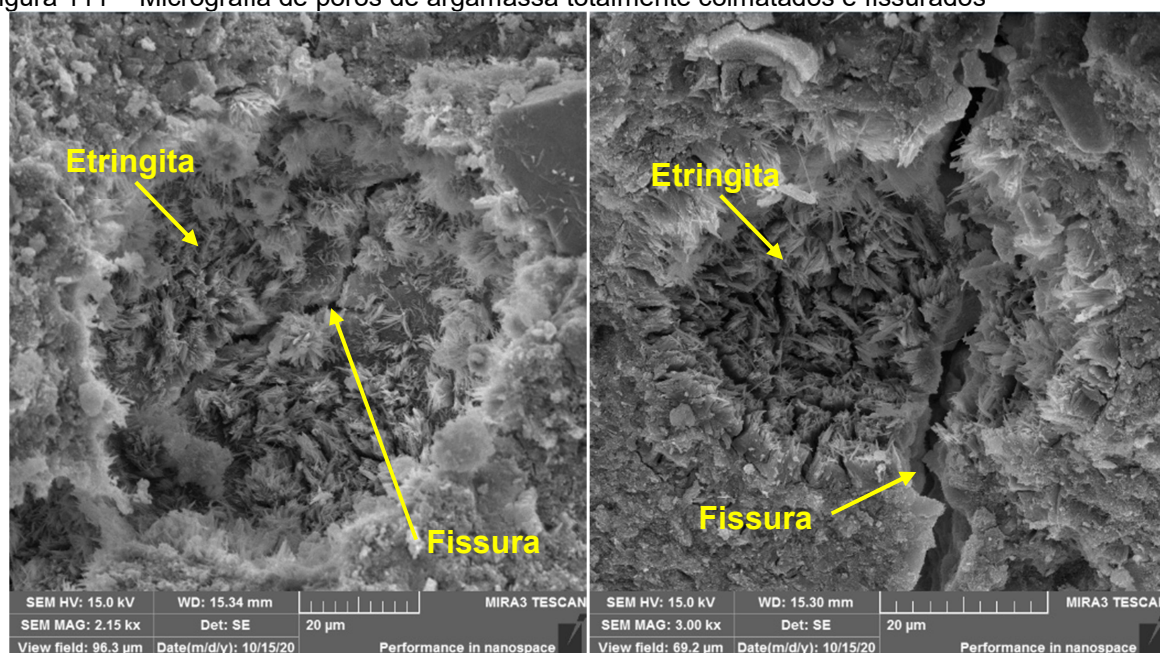


Fonte: A autora, 2021

Aos 360 dias de idade, observou-se queda da resistência e aumento da absorção, porém os difratogramas não apresentaram aumento da intensidade de pico de etringita. Analisando os corpos de prova (CP) ensaiados nesta fase, bem como as micrografias realizadas nestes tratamentos, foi possível observar que o tratamento ARM-DZO-3% de SO_3 apresentou maior degradação. Esta degradação já havia sido mencionada quando da análise da variação dimensional das barras de argamassa. Este resultado influenciou na análise global dos tratamentos com 3% de SO_3 , justificando assim a queda de desempenho nesta data em específico.

As micrografias na Figura 111 apresentam poros que já estavam colmatados nesta fase, porém apresentaram também fissuras, indicando que os cristais continuaram a se desenvolver no interior dos poros até que a resistência da matriz fosse superada pela pressão de cristalização e se rompesse.

Figura 111 – Micrografia de poros de argamassa totalmente colmatados e fissurados



Fonte: A autora, 2021

A Figura 112 mostra os corpos de prova e a visível degradação apresentada. Cabe ressaltar que os corpos de prova estavam expostos ao ambiente natural. Quando realizada a análise de carbonatação pela aspensão de fenolftaleína na argamassa, quase toda a área da seção estava comprometida pela degradação, mostrando apenas uma pequena região central que reagiu ao indicador de fenolftaleína.

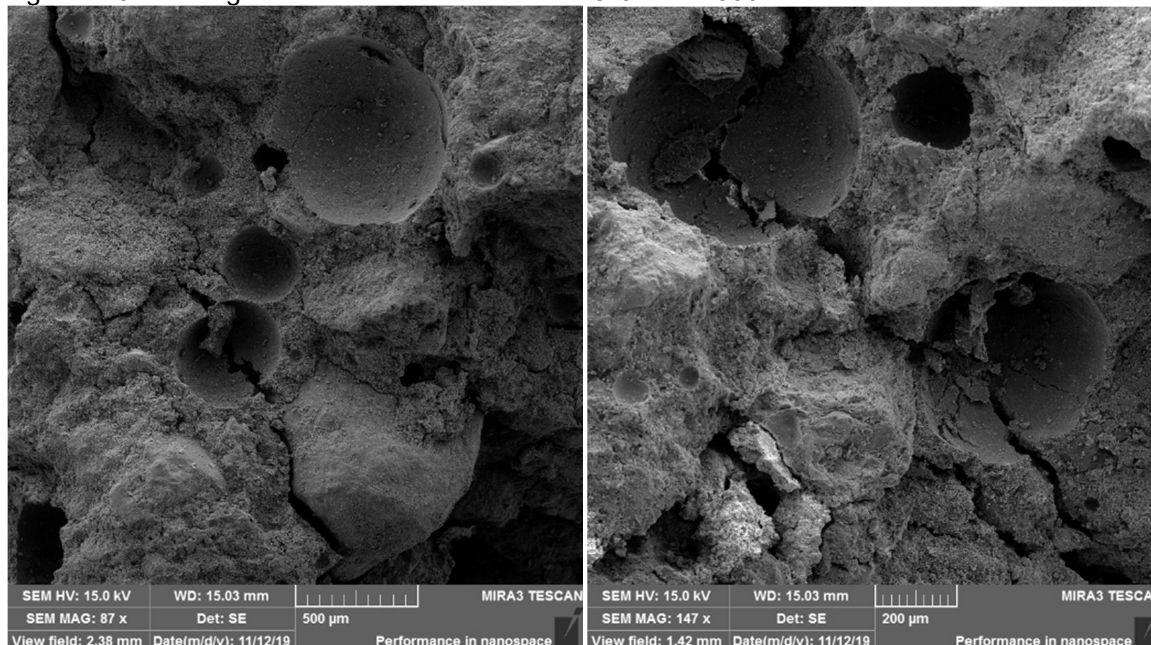
Figura 112 – Corpos de prova do tratamento ARM-DZO-3% de SO_3



Fonte: A autora, 2021

A Figura 113 mostra as micrografias realizadas nas argamassas com o tratamento ARM-DZO-3% onde é possível verificar a degradação do material.

Figura 113 – Micrografias do tratamento ARM-DZO-3% aos 360 dias



Fonte: A autora, 2021

Resumindo, os tratamentos produzidos com ARM e 3% de SO_3 apresentaram maior intensidade de cristais de etringita secundárias formados por toda a matriz (poros e pasta). Foi observado cristais de etringita secundária também na zona de interface pasta/agregado e interior de fissuras. Dentro dos poros, os cristais de etringita secundária consumiram a pasta de cimento. Desde as primeiras idades foi possível observar que esta acentuada quantidade de cristais formados foi responsável por uma elevada expansão. E por fim, verificou-se que o tratamento ARM-DZO-3% sofreu maior degradação, influenciando a análise global dos tratamentos com 3% de SO_3 .

7.2 CONCLUSÃO SOBRE O CAPÍTULO

O teor de sulfato afetou as propriedades das argamassas no estado fresco e estado endurecido, principalmente o teor de 3% de SO_3 . No estado fresco, quanto maior o teor de sulfato adicionado, maior a densidade de massa no estado fresco. A quantidade de sulfato interferiu na saturação da solução e isto influenciou no tempo de reação e na quantidade de calor gerado.

No estado endurecido, observou-se que a saturação da solução também interferiu nas propriedades em função da quantidade de água disponível e a quantidade de íons sulfatos para reagir com hidratos do cimento e de núcleos não hidratados da argamassa aderida. A saturação do meio influencia no tamanho do cristal, local de nucleação e quantidade de cristais formados. Outros fatores além do maior teor de sulfato, associados à partículas cerâmicas constituintes contribuem para a maior formação de cristais e interferem nas propriedades: presença das partículas finas de pó cerâmico que podem apresentar atividade pozolânica e contribuir para um aumento da formação de cristais de CSH e aumento da resistência, assim como uma maior absorção do grão que devido à sua porosidade que proporcionam armazenamento de água no interior dos poros da partícula promovendo a cura interna.

Com UR < 100%, o primeiro efeito que se observa é alta retração para todos os tratamentos, que é uma combinação entre a retração por secagem e retração autógena. Como a etringita secundária observada nestes tratamentos foi formada em grande quantidade no interior da pasta e fissuras existentes, causaram a redução de desempenho devido às tensões internas que propagaram as fissuras, reduzindo a resistência mecânica e aumentando a absorção.

Porém, em idades mais avançadas (acima de 540 dias), os poros se apresentam mais colmatados e surgem na matriz regiões densificadas que reduzem a permeabilidade da argamassa. Este conjunto de fatores proporcionou às argamassas com teores de 1% de SO₃, melhoria no desempenho mecânico e físico das argamassas, quando analisado em idades mais avançadas.

Os tratamentos produzidos com 3% de SO₃ apresentaram menor desempenho físico e mecânico devido à alta formação de cristais de etringita secundária por toda a matriz causando elevada expansão já nas primeiras idades e por fim maior degradação no tratamento que foi produzido com o agregado de menor granulometria.

8 CONCLUSÕES

Argamassas produzidas com agregados de RCD apresentam potencial para formação de etringita secundária e esta formação foi observada por todo o período de dois anos de análise.

Agregados constituídos de resíduo de concreto possuem teores de aluminatos e sulfatos disponíveis para a formação de etringita secundária. Quando incorporado um percentual de resíduo cerâmico observou melhora no desempenho devido ao efeito de cura interna.

Quando não há outra fonte de sulfato, a formação de etringita secundária não apresentou potencial para promover a deterioração da matriz devido ao ataque interno, pelo contrário, demonstrou que em idades mais avançadas houve a colmatação de poros por aglomerados de etringita que melhoram o desempenho da matriz, com ganho de resistência e redução da absorção.

Com a adição do resíduo de gesso nas argamassas produzidas com ARC, houve uma maior disponibilidade de sulfato no interior da matriz, favorecendo a formação de cristais de etringita secundária. Neste caso se observou dois estágios:

Primeiro, com o sistema mais saturado com íons sulfato, ocorreu a formação de cristais de morfologia massiva e de menor dimensão em poros e espaços restritos. Quando observada a formação de cristais em microfissuras pré-existentes devido ao efeito de retração, observou também uma redução da resistência e aumento da absorção.

Este comportamento se alterou em idades mais avançadas onde foi observado melhora do desempenho mecânico devido ao efeito combinado do relaxamento da pressão de cristalização pela alocação de íons sulfato no interior de poros e por consequência a colmatação dos mesmos, densificando a matriz.

Nas argamassas produzidas com ARM, estes dois estágios também foram observados, porém quando o sistema estava muito saturado por íons sulfatos foi observado elevada expansão nas primeiras idades. A parcela cerâmica do agregado funciona como um mecanismo de cura interna e a água residual retida acaba sendo liberada gradativamente por maior período de tempo, aumentando a taxa de reação e formação de novos cristais. Como o agregado cerâmico está distribuído por todo o interior da matriz, a água tem capacidade de se manter distribuída uniformemente, não ficando limitada a cadeia de poros interconectados.

Na presente pesquisa, o tratamento produzido com ARM com menor granulometria e com teor de 3% de sulfato, apresentou um cenário altamente suscetível a formação de etringita secundária de formato massivo distribuído por toda a matriz, de forma que afetou as propriedades físicas e mecânicas da argamassa que não puderam ser revertidas e desta forma causaram a deterioração da argamassa.

Diante do exposto sugere-se que ao se estudar o desempenho de argamassas ou concretos produzidos com RCD amplie o tempo de análise, não se restringindo aos 28 dias utilizados como tempo de análise padrão para concretos convencionais, pois devido à presença de aluminados e sulfatos disponíveis, as reações podem continuar ocorrendo por um maior período de tempo, mudando o cenário observado na microestrutura dos compósitos.

O gesso enquanto contaminante de RCD pode se tornar um limitador ao uso como agregado para base ou sub-base de pavimentação, preenchimento de valas ou reforço de aterros, assim como resíduo destinado a aterros, pois há a preocupação quanto ao alto nível de sulfato e os potenciais riscos de contaminação de solos ou águas subterrâneas. O ideal é que este resíduo seja confinado dentro de compósitos cimentícios. A preocupação normalmente é quanto à formação de cristais expansivos que podem vir formar fissuras e deterioração da matriz, mas como foi possível observar no estudo, este não foi o cenário geral apresentado.

O uso de RCD contaminado com teores de sulfato, desde que observado se a rede de poros existente dentro da matriz é suficiente para a acomodação e crescimento dos cristais de etringita secundária formados, se torna uma alternativa viável para a produção de artefatos de concreto. E observa-se também que poderia haver uma maior flexibilidade em relação aos limites estipulados por norma. Este fato é muito relevante quando se considera a necessidade de rever o valor agregado do resíduo de construção, principalmente o resíduo contaminado por gesso.

8.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Avaliar o efeito do ataque interno por sulfato em concretos produzidos com agregados de RCD e a influência da parcela graúda do agregado.

Alterar a quantidade de partículas $< 75 \mu\text{m}$ e analisar o efeito combinado de pozolanicidade e filler do fino de resíduo cerâmico na formação de cristais expansivos.

Analisar o efeito combinado de reação álcali agregado (RAA) e ataque interno por sulfato (ISA) nas argamassas mistas contendo parcelas de resíduo cerâmico.

Proposição de usos específicos para cada tipo de RCD e em função de teor de contaminante, baseado em análise de desempenho, para melhor enquadramento quanto ao valor agregado do resíduo.

Proposta normativa para definir teores de sulfato e faixas granulométricas para o uso de RCD.

Estudos de diferentes percentuais de combinação entre agregado de concreto e agregado cerâmico.

REFERÊNCIAS

- ABID, S.R.; NAHHAB, A.H.; AL-AAYEDI, H.K.; NUHAIR, A.M. Expansion and strength properties of concrete containing contaminated recycled concrete aggregate. **Case Studies in Construction Materials**, v. 9, p. e00201, 2018.
- ADAMOPOULOU, E.; PIPILIKAKI, P.; KASSIOTIS, M.S.; CHANIOTAKIS, M.; KATSIOTI, M. How sulfates and increased temperature affect delayed ettringite formation (DEF) in white cement mortars. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 8, p. 3583–3590, 2011.
- AGRELA, F.; CABRERA, M.; GALVIN, A.P.; BARBUDO, A.; RAMIREZ, A. Influence of the sulphate content of recycled aggregates on the properties of cement-treated granular materials using Sulphate-Resistant Portland Cement. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 127–134, 2014.
- AGRELA, F.; SANCHEZ de JUAN, M.; AYUSO, J.; GERALDES, V.L.; JIMENEZ, J.R. Limiting properties in the characterisation of mixed recycled aggregates for use in the manufacture of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 10, p. 3950–3955, 2011.
- AGUIAR, G. **Estudos de argamassas com agregados reciclados contaminados por gesso de construção**. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004.
- AIQIN, W.; CHENGZHI, Z.; NINGSHENG, Z. Study of the influence of the particle size distribution on the properties of cement. **Cement Concrete Resourch**, p. 685-695, 1997.
- AIQIN, W.; CHENGZHI, Z.; NINGSHENG, Z. The theoretic analysis of the influence of the particle size distribution of cement system on the property of cement. **Cement Concrete Resourch**, p. 1721-1726, 1999.
- ALMEIDA SILVA, D.; LUNA DE MELO, C.E. Processo de britagem e sua influência nas características físicas do agregado graúdo para concreto. **Paranoá: cadernos de arquitetura e urbanismo**, n. 26, p. 36–47, 2020.
- ALVES, A.V.; VIEIRA, T.F.; de BRITO, J.; CORREIA, J.R. Mechanical properties of structural concrete with fine recycled ceramic aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 64, p. 108-113, 2014.
- ANDERSON, D.J.; SMITH, S.T.; AU, F.T.K. Mechanical properties of concrete utilising waste ceramic as coarse aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 117, p. 20–28, 2016.
- ANDRADE, L. de B. **Análise da Influência da substituição do agregado miúdo natural por materiais granulares porosos residuais na fase plástica de concretos**. 2008. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.
- ANTUNES, M.L.P.; BOTIGNON DE SÁ, A.; OLIVEIRA, P.S.; RANGEL, E.C. Utilization of gypsum from construction and demolition waste in Portland cement mortar. **Cerâmica**, v. 65, suppl.1, p. 1-6, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C 1260: **Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Mortar-Bar Method)**. West Conshohocken, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6118: Projeto de Estruturas de Concreto – Procedimento**. Rio de Janeiro, 2014a. 238p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211: Agregados para concreto – especificação**. Rio de Janeiro, 2019a. 9p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7222: Concreto e argamassa – determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2011. 5p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215: Cimento Portland – determinação da resistência a compressão**. Rio de Janeiro, 2019b. 12p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, 2009b. 4p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9779: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por capilaridade**. Rio de Janeiro, 2012. 3p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9833: Concreto fresco – Determinação da massa específica, do rendimento e do teor de ar pelo método gravimétrico**. Rio de Janeiro, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653: Materiais Pozolânicos – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2014b. 6p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12655: Concreto de cimento Portland – Preparo, controle, recebimento e aceitação - Procedimento**. Rio de Janeiro, 2015a. 23p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13278: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e teor de ar incorporado**. Rio de Janeiro, 2005a. 8p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15116: Agregados reciclados de resíduos sólidos de construção civil. Utilização em pavimentação e preparo de concreto sem função estrutural - Requisitos**. Rio de Janeiro, 2021. 17p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15261: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da variação dimensional (retração ou expansão linear)**. Rio de Janeiro, 2005b. 10p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15577-4: Agregados – Reatividade álcali-agregado. Parte 4 – Determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado**. Rio de Janeiro, 2018b. 11p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16372: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine)**. Rio de Janeiro, 2015b. 11p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos**. Rio de Janeiro, 2018a. 16p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 30: Agregado miúdo – determinação da absorção de água**. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2001. 3 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 45: Agregados – Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2006. 8 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 52: Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente**. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2009a. 6 p.

AWOYERA, P.O.; NDAMBUKI, J.M.; AKINMUSURU, J.O.; OMOLE, D.O. Characterization of ceramic waste aggregate concrete. **HBRC Journal**, p. 1–6, 2016.

AYORA, C.; CHINCHÓN, S.; AGUADO, A.; GUIRADO, F. Weathering of iron sulfides and concrete alteration: thermodynamic model and observation in dams from central Pyrenees, Spain. **Cement and Concrete Research**, v. 28, n. 9, p. 1223–1235, 1998.

BALLIM, Y.; GRAHAM, P.C. Early-age heat evolution of clinker cements in relation to microstructure and composition: implications for temperature development in large concrete elements. **Cement and Concrete Composition**, v. 26, p. 417–426, 2004.

BARBUDO, A.; GALVIN, A.P.; AGRELA, F.; AYUSO, J.; JIMENEZ, J.R. Correlation analysis between sulphate content and leaching of sulphates in recycled aggregates from construction and demolition wastes. **Waste Management**, v. 32, n. 6, p. 1229–1235, 2012.

BARDELLA, P.S. **Análise das propriedades de pastas de gesso de construção reciclado**. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo, Campinas, 2011.

BERGER, S.; COUMES, C.C.D.; LE BESCOP, P.; DAMIDOT, D. Influence of a thermal cycle at early age on the hydration of calcium sulfoaluminate cements with variable gypsum contents. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 2, p. 149–160, 2011.

BERNHOEFT, L.F. **Caracterização de propriedades físicas e mecânicas de argamassa com gesso reciclado**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica de Pernambuco, Universidade de Pernambuco, Recife, 2010.

BETIOLI, A.M.; FORTUNATO, M.; MARTINS, B.R.; CASALI, J.M.; ROCHA, J.C.; COLLODETTI, G. Efeito da composição granulométrica e da área superficial específica de resíduos de polimento de porcelanato em argamassas autoadensáveis. **Ambiente Construído**, v. 20, n. 3, p. 385–402, 2020.

BÖKE, H.; AKKURT, S.; ELIF, U. Characteristics of brick used as aggregate in historic brick-lime mortars and plasters. **Cement and Concrete Research**, v. 36, p. 1115–1122, 2006.

BRAGA, M.; BRITO, J.; VEIGA, R. Incorporation of fine concrete aggregates in mortars. **Construction and Building Materials**, v. 36, p. 960–968, 2012.

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. **Economia Mineral do Brasil**, Brasília-DF, 2009.

BRAVO, M.; de BRITO, J.; PONTES, J.; EVANGELISTA, L. Mechanical performance of concrete made with aggregates from construction and demolition waste recycling plants. **Journal of Cleaner Production**, v. 99, p. 59–74, 2015.

BRAVO, M.; SANTOS SILVA, A.; de BRITO, J.; EVANGELISTA, L. Microstructure of concrete with aggregates from construction and demolition waste recycling plants. **Microscopy and Microanalysis**, v. 22, p. 149-167, 2016.

BREITENBACH, S. B.; SANTOS, O.C.; ANDRADE, J.C.S.; NASXIMENTO, R.M.; MARTINELLI, A.E. Adição de resíduo do polimento de porcelanato em argamassas de restauro à base de cal. **Cerâmica**, v. 63, n. 367, p. 395–401, 2017.

BREKAILO, F. PEREIRA E.; PEREIRA E.. Avaliação do potencial reativo de adições de resíduos de blocos de cerâmica vermelha e de concreto cominuído de RCD em matriz cimentícia. **Cerâmica**, v. 65, n. 375, p. 351–358, 2019.

BULLARD, J.W.; JENNINGS, H.M.; LIVINGSTON, R.A.; NONAT, A.; SCHERER, G.W.; SCHWEITZER, J.S.; SCRIVENER, K.L.; THOMAS, J.J. Mechanisms of cement hydration. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 12, p. 1208-1223, 2011.

BUTTLE, A.M. **Concreto com agregados graúdos reciclados de concreto - influência da idade de reciclagem nas propriedades dos agregados e concretos reciclados**. 2003. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

CABRAL, A.E.B. **Modelagem de propriedades mecânicas e de durabilidade de concretos produzidos com agregados reciclados, considerando-se a variabilidade da composição do RCD**. 2007. Tese (Doutorado em Ciências da Engenharia Ambiental) - Escola de Engenharia de São Carlos (EESC), Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

CABRAL, A.E.B.; SCHALCH, V.; DAL MOLIN, D.C.C.; RIBEIRO, J.L.D. Determinação da influência do tipo de agregado reciclado de resíduo de construção e demolição sobre o módulo de deformação de concretos produzidos com agregados reciclados. **Ibracon structures and materials journal**, v. 1, n. 2, p. 171-181, 2008.

CABRAL, A.E.B.; SCHALCH, V.; DAL MOLIN, D. Modelagem da retração por secagem de concretos produzidos com agregados reciclados. **Ibracon structures and materials journal**, v. 3, n. 1, p. 1–23, 2010.

CACHIM, P.B. Mechanical properties of brick aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 3, p. 1292–1297, 2009.

CAMARINI, G. PINHEIRO, S.M.M. Microstructure of Recycled Gypsum Plaster by SEM. **Advances Materials Research**, v. 912-914, p 243-246, 2014.

CAMPOS, M.A.; PAULON, V.A. Utilização de agregados alternativos de isoladores elétricos de porcelana em concretos. **Concreto y Cemento. Investigacion y Desarrollo**. v. 7, n. 1, p. 30-43, 2015.

CAMPOS, R.S. **Concreto autoadensável produzido com resíduos de construção e demolição: propriedades de construção e demolição: propriedades mecânicas e reológicas**. 2017. Dissertação (Mestrado em Sistemas de Infraestrutura Urbana) -

Centro de Ciências Exatas, Ambientais e Tecnologias, Pontifícia Universidade Católica de Campinas, Campinas, 2017.

CAPRARO, A.P.B. **Mudanças nas propriedades microestruturais e mecânicas de pastas e argamassas dosadas com diferentes teores de contaminação por sulfetos**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2016.

CARASEK, H.; GIRARDI, A.C.C.; ARAÚJO, R.C.; ANGELIM, R.; CASCUDO, O. Estudo e avaliação de agregados reciclados de resíduo de construção e demolição para argamassas de assentamento e de revestimento. **Cerâmica**, v. 64, n. 370, p. 288–300, 2018.

CARTUXO, F.; de BRITO, J.; EVANGELISTA, L.; JIMENEZ, J.R.; LEDESMA, E.F. Rheological behaviour of concrete made with fine recycled concrete aggregates--Influence of the superplasticizer. **Construction and Building Materials**, v. 89, p. 36–47, 2015.

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

COLMAN, C.; BULTEEL, D.; REMOND, S.; ZHAO, Z.; COURARD, L. Valorization of fine recycled aggregates contaminated with gypsum residues: Characterization and evaluation of the risk for secondary ettringite formation. **Materials**, v. 13, n. 21, p. 1–12, 2020.

COLMAN, C.; BULTEEL, D.; THIERY, V.; RÉMOND, S.; MICHEL, F.; COURARD, L. Internal sulfate attack in mortars containing contaminated fine recycled concrete aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 272, p. 121851, 2021.

CORREA, C.R.; PEREIRA, C.H.; RÊGO, J.H.S. Influência das frações granulométricas de agregados miúdos reciclados no comportamento de argamassas de cimento. **Ambiente Construído**, v.20, n.4, p. 305–317, 2020.

CUENCA-MOYANO, G.M.; MARTIN-MORALES, M.; VALVERDE-PALACIOS, I.; VALVERDE-ESPINOSA, I.; ZAMORANO, M. Study on the influence of moisture state in recycled fine aggregate on the properties of masonry mortars. **Construction and Building Materials**, v. 70, p. 71–79, 2014.

DUREKOVIC, A. Cement pastes of low water to solid ratio: an investigation of the porosity characteristics under the influence of a superplasticizer and silica fume. **Cement Concrete Research**, v. 25, n. 2, p. 365–375, 1995.

ETXEBERRIA, M.; VÁZQUEZ, E.; MARÍ, A.; BARRA, M. Influence of Amount of Recycled Coarse Aggregates and Production Process on Properties of Recycled Aggregate Concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 37, p. 735–742, 2007.

FENG, P.; LIU, J.; SHE, W.; HONG, J. A model investigation of the mechanisms of external sulfate attack on Portland cement binders. **Construction and Building Materials**, v. 175, p. 629–642, 2018.

FERREIRA, R.L.S.; ANJOS, M.A.S.; PEREIRA, J.E.S.; FONSECA, N.J.M.; NÓBREGA, A.K.C. Avaliação das propriedades físicas, químicas e mineralógicas da fração fina (<150 µm) do agregado reciclado de RCD. **Cerâmica**, v. 65, n. 373, p. 139–146, 2019.

FERREIRA, S.B.; DOMINGUES, P.C.; SOARES, S.M.; CAMARINI, G. Recycled Plaster and Red Ceramic Waste Based Mortars. **International Journal of Engineering and Technology**, v. 7, n. 3, p. 209–214, 2015.

FLATT, R.J.; SCHERER, G.W. Thermodynamics of crystallization stresses in DEF. **Cement and Concrete Research**. v. 38, p. 325–336, 2008.

FRANCISCO, J. T. M.; DE SOUZA, A. E.; TEIXEIRA, S. R. Construction and demolition waste in concrete: Property of pre-molded parts for paving. **Ceramica**, v. 65, p. 22–26, 2019.

FRASSON, S.A.; PASCHOALIN FILHO, J.A.; de FARIA, A.C. Estudo comparativo entre custos de utilização de agregado natural e reciclado na execução de rodovias. *In*: SIMPÓSIO INTERNACIONAL DE GESTÃO DE PROJETOS, INOVAÇÃO E SUSTENTABILIDADE, 2016, São Paulo. **Anais do V SINGEP**, São Paulo: 2016, ISSN: 2317-8302.

FU, Y.; XIE, P.; GU, P.; BEAUDOIN, J.J. Pergamon Crystal Nucleation in Cracks. **Cement and Concrete Research**. v. 24, n. 6, p. 1015–1024, 1994.

GALLIAS, J.L. Action of gypsum on recycled aggregate concrete. *In*: CIB WORLD BUILDING CONGRESS, [s.l.], 1998. **Proceedings: Materials And Technologies For Sustainable Construction**. Symposium A. [s.l.] CIB/RILEM, v. 1, p. 175–182, 1998.

GARCIA, E. et al. Avaliação da atividade pozzolânica dos resíduos de cerâmica vermelha produzidos nos principais polos ceramistas do Estado de S. Paulo. **Ceramica**, v. 61, n. 358, p. 251–258, 2015.

GE, Z.; WANG, Y.; SUN, R.; WU, X.; GUAN, Y. Influence of ground waste clay brick on properties of fresh and hardened concrete. **Construction and Building Materials**, v. 98, p. 128–136, 2015.

GESOGLU, M.; GÜNEYISI, E.; NAHHAB, A.H.; YAZICI, H. Properties of ultra-high performance fiber reinforced cementitious composites made with gypsum-contaminated aggregates and cured at normal and elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 93, p. 427–438, 2015.

GESOGLU, M.; GÜNEYISI, E.; NAHHAB, A.H.; YAZICI, H. The effect of aggregates with high gypsum content on the performance of ultra-high strength concretes and Portland cement mortars. **Construction and Building Materials**, v. 110, p. 346–354, 2016.

GÓMEZ-SOBERÓN, J.M.V. Porosity of recycled concrete with substitution of recycled concrete aggregate: An experimental study. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 8, p. 1301–1311, 2002.

GONÇALVES, A; ESTEVES, A.; VIEIRA, M. Influence of recycled concrete aggregates on concrete durability. **International RILEM Conference on the use of recycled materials in buildings and structures**, Espanha, 2004. p. 554-562.

GONZÁLEZ, J.S.; GAYARRE, F.L.; PEREZ, C.L.C.; ROS, P.S.; LOPEZ, M.A.S. Influence of recycled brick aggregates on properties of structural concrete for manufacturing precast prestressed beams. **Construction and Building Materials**, v. 149, p. 507–514, 2017.

GONZALEZ-COROMINAS, A.; ETXEBERRIA, M. Properties of high performance concrete made with recycled ceramic fine and coarse aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 618–626, 2014.

GÜNEYISI, E.; GESOGLU, M.; ALGIN, Z.; YAZICI, H. Effect of surface treatment methods on the properties of self-compacting concrete with recycled aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 64, p. 172–183, 2014.

GÜNEYISI, E.; GESOGLU, M.; ALGIN, Z.; YAZICI, H. Rheological and fresh properties of self-compacting concretes containing coarse and fine recycled concrete aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 113, p. 622–630, 2016.

IKUMI, T.; CAVALARO, S.H.P.; SEGURA, I.; la FUENTE, A.; AGUADO, A. Simplified methodology to evaluate the external sulfate attack in concrete structures. **Materials and Design**, v. 89, p. 1147–1160, 2016.

IKUMI, T.; CAVALARO, S.H.P.; SEGURA, I. The role of porosity in external sulphate attack. **Cement and Concrete Composites**, v. 97, p. 1–12, 2019

IKUMI, T.; SEGURA, I. Numerical assessment of external sulfate attack in concrete structures. A review. **Cement and Concrete Research**, v. 121, p. 91–105, 2019.

INSTITUTO DE PESQUISA ECONÔMICA APLICADA. **Infraestrutura Infraestrutura Social e Urbana no Brasil: subsídios para uma agenda de pesquisa e formulação de políticas públicas**. Livro 6, v. 2, 912p. Brasília, 2010, ISBN 978-85-7811-064-2.

IRASSAR, E.F. Prediction and Relation With Flexural Strength. **Cement and Concrete Research**, v. 20, p. 209–218, 1990.

ISMAIL, S.; RAMLI, M. Engineering properties of treated recycled concrete aggregate (RCA) for structural applications. **Construction and Building Materials**, v. 44, p. 464–476, 2013.

JACKSON, P.J. Portland cement: classification and manufacture. **Chapt. 2 Lea's Chemistry of Cement and Concrete**. Fourth Edt. Ed. By Peter C. Hewlett, Arnold, 1998.

JIMÉNEZ, J.R.; AYUSO, J.; GALVIN, A.P.; LOPEZ, M.; AGRELA, F. Use of mixed recycled aggregates with a low embodied energy from non-selected CDW in unpaved rural roads. **Construction and Building Materials**, v. 34, p. 34–43, 2012.

JUAN, M.S.; GUTIÉRREZ, P.A. Influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. **International RILEM Conference on the Use of Recycled Materials in Buildings and Structures**, Barcelona, Spain, 2004. p. 536–544.

JUAN, M.S.; GUTIÉRREZ, P.A. Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Construction and Build.* **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 2, p. 872–877, 2009.

KALIYAVARADHAN, S. K.; LING, T. C. Potential of CO₂ sequestration through construction and demolition (C&D) waste - An overview. **Journal of CO₂ Utilization**, v. 20, n. June, p. 234–242, 2017.

KANNING R.C. **Utilização da cinza de folha de bananeira como adição em argamassas de cimento Portland**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

KATZ, A.; KULISCH, D. Performance of mortars containing recycled fine aggregate from construction and demolition waste. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 50, n. 4, 2017.

KAZMIERCZAK, C. DE S.; KULAKOWSKI, M. P.; WERLE, A. P. Carbonatação em concretos com agregados reciclados de concreto. **Ambiente Construído**, v. 11, n. 2, p. 213–228, 2011.

KHATIB, J. M. Properties of concrete incorporating fine recycled aggregate. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 4, p. 763–769, 2005.

KIJJANAPANICH, P.; ANNACHHATRE, A.P.; ESPOSITO, G. VAN HULLEBUSCH, E.D.; LENS, P.N.L. Biological sulfate removal from gypsum contaminated construction and demolition debris. **Journal of Environmental Management**, v. 131, p. 82–91, 2013.

KOU, S.; POON, C. Effect of the quality of parent concrete on the properties of high performance recycled aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, v. 77, p. 501–508, 2015.

KUMAR, B.M.V.; ANANTHAN, H.; BALAJI, K.V.A. Experimental studies on utilization of coarse and finer fractions of recycled concrete aggregates in self compacting concrete mixes. **Journal of Building Engineering**, v. 9, n. December 2016, p. 100–108, 2017.

KUSTER JUNIOR, J.S. **Avaliação da incorporação de agregados reciclados na composição de concretos autoadensáveis**. 2018. Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2018.

KUZEL, H. Initial hydration reactions and mechanisms of delayed-ettringite formation in Portland Cements. **Cement and concrete composites**, v. 18, p. 195–203, 1996.

KRÜGER, P. KOSSUTE, A.F., CHINELATTO, A.S.A., PEREIRA, E. Influência do teor de material pulverulento (<75µm) do agregado miúdo de resíduos de construção e demolição em argamassas de cimento Portland. **Cerâmica**, v. 66, p. 507-515, 2020.

LAADILA, M.A.; LEBIHAN, Y.; CARON, R.F.; VANEECKHAUTE, C. Construction, renovation and demolition (CRD) wastes contaminated by gypsum residues: Characterization, treatment and valorization. **Waste Management**, v. 120, p. 125–135, 2021.

LAPA, J.S. **Estudo da viabilidade técnica de utilização em argamassa do resíduo de construção oriundo do próprio canteiro de obra**. 2011. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

LE, T.; LE SAOUT, G.; GARCIA-DIAZ, E.; BETRANCOURT, D.; RÉMOND, S. Hardened behavior of mortar based on recycled aggregate: Influence of saturation state at macro- and microscopic scales. **Construction and Building Materials**, v. 141, p. 479–490, 2017.

LEDESMA, E.F.; JIMENEZ J.R.; AYUSO, J.; FERNANDEZ, J.M.; de BRITO, J. Maximum feasible use of recycled sand from construction and demolition waste for eco-mortar production - Part-I: Ceramic masonry waste. **Journal of Cleaner Production**, v. 87, n. 1, p. 692–706, 2015.

LEITE, M.B. **Avaliação de propriedades mecânicas de concretos produzidos com agregados reciclados de resíduo de construção e demolição**. 2001. Tese (Doutorado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

LEIVA, C.; SOLIS-GUZMAN, J.; MARRERO, M.; ARENAS, C.G. Recycled blocks with improved sound and fire insulation containing construction and demolition waste. **Waste Management**, v. 33, n. 3, p. 663–671, 2013.

LEVY, S.M. **Contribuição ao estudo da durabilidade e concretos produzidos com resíduos de concreto e alvenaria**. 2001. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

LIU, J., SHI, C., MA, X., KHAYAT, K. H., JHANG, J., WANG, DEHUI, An overview on the effect of internal curing on shrinkage of high performance cement- based materials. **Construction and Building Materials**, v. 146, pp. 702-712, 2017.

LOPES, H.M.T.; PEÇANHA, A.C.C.; CASTRO, A.L. Considerations on the efficiency of Portland cement concrete mixtures based on the particle packing concept. **Revista Materia**, v. 25, n. 1, 2020.

LONDERO, C.; LENZ, L.A.; DOS SANTOS, I.M.R.; KLEIN, N.S. Determinação da densidade de empacotamento de sistemas granulares compostos a partir da areia normal do IPT: comparação entre modelos de otimização de distribuição granulométrica e composições aleatórias. **Cerâmica**, v. 63. p. 22-33, 2017.

LOVATO, P.S. **Verificação dos parâmetros de controle de agregados reciclados de resíduos de construção e demolição para utilização em concreto**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

LUZ, A.B.; ALMEIDA, S.L.M. Materiais Substitutivos (Alternativos). **Manual de Agregados para Construção Civil, CETEM**. 2ª Edição, Capítulo 16, p. 302-308, 2012.

LYE, C.; DHIR, R.K.; GHATAORA, G.S. Shrinkage of recycled aggregate concrete. **Structures and Buildings**, v. 169, p. 867-891, 2016.

MALTA, J.O.; SILVIERA, V.S.; GONÇALVES, J.P.; TOLEDO FILHO, R.D. Influência da pré-saturação do agregado miúdo reciclado na viscosidade e resistência à compressão de argamassas. **Ambiente Construído**, v. 14, n. 1, p. 85–98, 2014.

MANZI, S.; MAZZOTTI, C.; BIAGNOZZI, M. C. Self-compacting concrete with recycled concrete aggregate: tudy of the long-term properties. **Construction and building materials**, v. 157, p. 582-590, 2017.

MARDANI-AGHABAGLOU, A.; SON, A.E.; FELEKOGLU, B.; RAMYAR, K. Effect Of Cement Fineness On Properties Of Cementitious Materials Containing High Range Water Reducing Admixture. **Cement and Concrete Composites**, v. 12, n. 1, p. 142–167, 2017.

MARTÍNEZ, I.; EXTEBERRIA, M.; PAVON, E.; DIAZ, N. A comparative analysis of the properties of recycled and natural aggregate in masonry mortars. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 384–392, 2013.

MASSAAD, G.; ROZIÈRE, E.; LOUKILI, A.; IZORET, L. Do the geometry and aggregates size influence external sulfate attack mechanism? **Buildind Materials**, v. 157, p. 778-789, 2017.

- MATIAS, G.; FARIA, P.; TORRES, I. Lime mortars with heat treated clays and ceramic waste : A review. **Construction and Building Materials**, v. 73, p. 125–136, 2014.
- MATSCHEI, T.; BELLMANN, F.; STARK, J. Hydration behaviour of sulphate-activated slag cements. **Advances in Cement Research**, v. 17, p. 167-178, 2005
- MEDEIROS, M.H.F.; ANDRADE, J.J.O.; HELENE, P. Durabilidade e Vida Útil das Estruturas de Concreto. **Concreto: ciência e tecnologia**, v. 1, p. 773–808, 2011.
- MEDEIROS, M.H.F.; SOUZA, D.J.; HOPPE FILHO, J.; ADORNO, C.S.; QUARCIONI, V.A.; PEREIRA, E. Resíduo de cerâmica vermelha e filler calcário em compósito de cimento Portland : efeito no ataque por sulfatos e na reação álcali-sílica Red-clay waste and limestone filler added in Portland cement composite : effects on sulfate attack and alkali-silica. **Revista Matéria**. v. 21, n. 02. p. 282–300, 2016.
- MEDINA, C.; ZHU, W.; HOWIND, T.; de ROJAS, M.I.S.; FRIAS, M. Influence of mixed recycled aggregate on the physical – mechanical properties of recycled concrete. **Journal of Cleaner Production**, v. 68, p. 216–225, 2014.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais**. 3ª Edição. São Paulo: IBRACON, 2014.
- MIN, D; MINGSHU, T. Formation and expansion of ettringite crystals. **Cement Concrete Research**. v. 24, p. 119-126, 1994.
- MINARD, H; GARRAULT, S; REGNAUD, L; NONAT, A. Mechanisms and parameters controlling the tricalcium aluminate reactivity in the presence of gypsum. **Cement Concrete Research**. v. 37, p. 1418–1426, 2007.
- MÜLLAUER, W.; BEDDOE, R. E.; HEINZ, D. Sulfate attack expansion mechanisms. **Cement and Concrete Research**, v. 52, p. 208–215, 2013.
- MUÑOZ-RUIPEREZ, C.; RODRIGUEZ, A.; GUITIERREZ-GONZALEZ, S. CALDERON, V. Lightweight masonry mortars made with expanded clay and recycled aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 118, p. 139–145, 2016.
- NAVRÁTILOVÁ, E.; ROVNANÍKOVÁ, P. Pozzolan properties of brick powders and their effect on the properties of modified lime mortars. **Construction and Building Materials**, v. 120, p. 530–539, 2016.
- NETO, M.P.A.; BEZERRA, M.N.; FEITOSA, J.P.A. Síntese e caracterização de hidrogéis superabsorventes de poliacrilamida e bentonita. **Polímeros**, v. 17, n. 4, p. 1-10, 2007.
- NUNES, N. L., FIGUEIREDO, A. D., “Retração do concreto de cimento Portland”, **Boletim Técnico**, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Construção Civil, 59p., São Paulo, 2007
- PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Reusing ceramic wastes in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 5, p. 832–838, 2010.
- PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Compressive strength and durability properties of ceramic wastes based concrete. **Materials and Structures**, v. 44. p. 155–167, 2011.
- PADMINI, A.K.; RAMAMURTHY, K.; MATHEWS, M.S. Influence of parent concrete on the properties of recycled aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 2, p. 829–836, 2009.

PAN, G.; ZHAN, M.; FU, M.; WANG, Y.; LU, X. Effect of CO₂curing on demolition recycled fine aggregates enhanced by calcium hydroxide pre-soaking. **Construction and Building Materials**, v. 154, p. 810–818, 2017.

PEDRO, D.; DE BRITO, J.; EVANGELISTA, L. Influence of the use of recycled concrete aggregates from different sources on structural concrete. **Construction and Building Materials**, v. 71, n. Supplement C, p. 141–151, 2014.

PEREIRA, E. **Investigação e monitoramento do ataque por sulfatos de origem interna em concretos nas primeiras idades**. 2015. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.

PEREIRA, E. **Efeito da reação álcali-agregado (RAA) associada ao ataque interno por sulfato (ISA) na absorção e porosidade de composto de matriz cimentícia**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2018.

PETROUNIAS, P.; GIANNAKOPOULOU, P.; ROGKALA, A.; STAMATIS, P.M.; LAMPROPOULOU, P.; TSIKOURAS, B.; HATZIPANAGIOTOU, K. The effect of petrographic characteristics and physico-mechanical properties of aggregates on the quality of concrete. **Minerals**, v. 8, n. 12, p. 1–21, 2018.

POON, C. S.; KOU, S. C.; LAM, L. Use of recycled aggregates in molded concrete bricks and blocks. **Construction and Building Materials**, v. 16, p. 281–289, 2002.

POURCHET, S.; REGNAUD, L.; PEREZ, J.P.; NONAT, A. Early C₃A hydration in the presence of different kinds of calcium sulfate. **Cement and Concrete Research**, v. 39, p. 989–996, 2009.

QUARCIONI, V.A. **Influência da cal hidratada nas idades iniciais da hidratação do cimento Portland – Estudo em pasta**. 2008. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Construção Civil, São Paulo, 2008.

QUENNOZ, A.; SCRIVENER, K. L. Hydration of C₃A-gypsum systems. **Cement and Concrete Research**, v. 42, n. 7, p. 1032–1041, 2012.

RODRÍGUEZ, C.; PARRA, C.; CASADO, G.; MIÑANO, I.; ALBALADEJO, F.; BENITO, F.; SÁNCHEZ, I. The incorporation of construction and demolition wastes as recycled mixed aggregates in non-structural concrete precast pieces. **Journal of Cleaner Production**, v. 127, p. 152–161, 2016.

RUBIRA, A.F.; MUNIZ, E.C.; GUILHERME, M.R. PAULINO, A.T.; TAMBOURGI, E.B. Morfologia de hidrogéis-IPN termo-sensíveis e pH-responsivos para aplicação como biomaterial na cultura de células. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 19, n. 2, p. 105–110, 2009.

SAIZ-MARTÍNEZ, P.; GONZALEZ-CORTINA, M.; FERNÁNDEZ-MARTÍNEZ, F. Characterization and influence of fine recycled aggregates on masonry mortars properties. **Materiales de Construcción**, v. 65, n. 319, p. 1–10, 2015.

SAIZ-MARTINEZ, P.; GONZALEZ-CORTINA, M.; FERNANDEZ-MARTINEZ, F.; RODRIGUEZ-SANCHEZ, A. Comparative study of three types of fine recycled aggregates from construction and demolition waste (CDW), and their use in masonry mortar fabrication. **Journal of Cleaner Production**, v. 118, p. 162–169, 2016.

- SALESA, A.; PEREZ-BENEDICTO, J.A.; ESTEBAN, L.M.; VICENTE-VAZ, R.; ORNA-CARMONA, M. Physico-mechanical properties of multi-recycled self-compacting concrete prepared with precast concrete rejects. **Construction and Building Materials**, v. 153, p. 364–373, 2017.
- SAMIEI, R.R.; DANIOTTI, B.; PELOSATO, R.; DOTELLI, G. Properties of cement-lime mortars vs. cement mortars containing recycled concrete aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 84, p. 84–94, 2015.
- SANTOS, D. O. J.; FONTES, C. M. A.; LIMA, P. R. L. Uso de agregado miúdo reciclado em matrizes cimentícias para compósitos reforçados com fibras de sisal. **Revista Materia**, v. 22, n. 1, p. 1694–1709, 2017.
- SANTOS, S.A.; SILVA, P.R.; BRITO, J. Mechanical Performance Evaluation of Self-Compacting Concrete with Fine and Coarse Recycled Aggregates from the Precast Industry. **Materials**, v. 10, p. 1-15, 2017.
- SCHACKOW, A. STRINGARI, D.; SENFF, L; CORREIA, S.L.; SEGADÃES, A.M. Influence of fired clay brick waste additions on the durability of mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 62, p. 82–89, 2015.
- SCHERER, G. W. Stress from crystallization of salt. **Cement and Concrete Research**. v. 34, p. 1613–1624, 2004.
- SENISSE, J.A.L. **Estudo do efeito do agregado ceramic com diferentes propriedades no comportamento mecânico e de retração livre e restringida, visando o uso de residues de construção e demolição como agente de cura interna**. 2015. Tese (Doutorado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2015.
- SILVA, E. F. **Variações dimensionais em concretos de alto desempenho contendo aditivo redutor de retração**. 2007. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.
- SILVA, R.V; de BRITO, J. DHIR, R.K. Tensile strength behaviour of recycled aggregate concrete. **Construction and Building Materials**. v. 83, p. 108–118, 2015.
- SILVA, R.V.; DE BRITO, J.; DHIR, R.K. Performance of cementitious renderings and masonry mortars containing recycled aggregates from construction and demolition wastes. **Construction and Building Materials**, v. 105, p. 400–415, 2016.
- SILVA, Y. F.; ROBAYO, R. A.; MATTEY, P. E.; DELVASTO, S. Properties of self-compacting concrete on fresh and hardened with residue of masonry and recycled concrete. **Construction and Building Materials**, v. 124, p. 639-644, 2016.
- SOUZA, H.M.; SOARES JUNIOR, A.P.; COSTA JUNIOR, E.F.; COSTA, A.O.S. Predição da composição do clínquer industrial utilizando minimização da energia livre de Gibbs. **Cerâmica**, v. 61, p. 23-30, 2015.
- STEFANIDOU, M.; ANASTASIOU, E.; GEORGIADIS FILIKAS, K. Recycled sand in lime-based mortars. **Waste Management**, v. 34, n. 12, p. 2595–2602, 2014.
- TAHAR, Z.E.A.; NGO, T.T.; KADRI, E.H.; BOUVER, A.; DEBIEB, F.; AGGOUN, S. Effect of cement and admixture on the utilization of recycled aggregates in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 149, p. 91–102, 2017.

TAM, V.W.Y.; TAM, C.M.; LE, K.N. Removal of cement mortar remains from recycled aggregate using pre-soaking approaches. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 50, n. 1, p. 82–101, 2007.

TANG, S.W. CAI, X.H. HE, Z. SHAO, H.Y. LI, Z.J. CHEN, E. Hydration process of fly ash blended cement pastes by impedance measurement. **Construction and Building Materials**, v. 113, p. 939–950, 2016.

TAYLOR, H.F.W. **Cement Chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford, 459p. 1998.

TAYLOR, H.F.W.; FAMY, C.; SCRIVENER, K.L. Delayed ettringite formation. **Cement and Concrete Research**. v. 31, p. 683–693, 2001.

TENNICH, M.; OUEZDOU, M.B.; KALLEL, A. Behavior of self-compacting concrete made with marble and tile wastes exposed to external sulfate attack. **Construction and Building Materials**, v. 135, p. 335–342, 2017.

TENÓRIO, J.J.L.; GOMES, P.C.C.; RODRIGUES, C.C.; de ALENCAR, T.F.F. Concrete produced with recycled aggregates Concreto produzido com agregados reciclado. **Revista IBRACON de estruturas e materiais**, v. 5, n. 5, p. 692–701, 2012.

TENÓRIO, J.S.; SANTOS, W.C.A.S.; SILVA, R.H.R.; CALHEIROS, J.S.; SILVA, M.M.; GONZAGA, G.B.M.; SILVA, G.S. Gerenciamento dos resíduos do gesso da construção civil: uma análise sobre a cidade de Maceió. **Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 4, n. 1, p. 137–146, 2017.

TORKITTIKUL, P.; CHAIPANICH, A. Utilization of ceramic waste as fine aggregate within Portland cement and fly ash concretes. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 6, p. 440–449, 2010.

TORRES, L.G.L. A sustentabilidade da atividade de mineração: uma análise da compatibilização entre o desenvolvimento econômico e o equilíbrio ambiental. **Revista Âmbito Jurídico**, p. 1–9, 2019. Disponível em: www.ambito-juridico.com.br. Acesso em: 27 mar. 2019.

TOSUN, K.; BARADAN, B. Cement & Concrete Composites Effect of ettringite morphology on DEF-related expansion. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 4, p. 271–280, 2010.

TOVAR-RODRÍGUEZ, G.; BARRA, M.;PIALARISSI, S.; APONTE, D.; VAZQUEZ, E. Expansion of mortars with gypsum contaminated fine recycled aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 38, p. 1211–1220, 2013.

VEGAS, I.; IBANEZ, J.A.; LISBONA, A.; CORTAZAR, A.S.; FRIAS, M. Pre-normative research on the use of mixed recycled aggregates in unbound road sections. **Construction and Building Materials**, v. 25, p. 2674–2682, 2011.

VIEIRA, T.; ALVES, A.; BRITO, J.; CORREIA, J.R.; SILVA, R.V. Durability-related performance of concrete containing fine recycled aggregates from crushed bricks and sanitary ware. **Materials and Design**, v. 90, p. 767–776, 2016.

WEIDMANN, D.F. **Contribuição ao estudo da influência da forma e da composição granulométrica de agregados miúdos de britagem nas propriedades do concreto de cimento Portland**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

WINNEFELD, F.; MARTIN, L.H.J.; MÜLLER, C.J.; LOTHENBACH, B. Using gypsum to control hydration kinetics of CSA cements. **Construction and Building Materials**, v. 155, p. 154–163, 2017.

YU, C.; SUN, W.; SCRIVENER, K. Mechanism of expansion of mortars immersed in sodium sulfate solutions. **Cement and Concrete Research**, v. 43, n. 1, p. 105–111, 2013.

YU, Y.; ZHANG, Y.X. Numerical modelling of mechanical deterioration of cement mortar under sulfate attack. **Construction and Building Materials**, v. 158, p. 490–502, 2018.

ZHANG, M. H., TAM, C. T., LEOW M. P., Effect of water-to-cementitious materials ratio and silica fume on the autogenous shrinkage of concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 33, p. 1687–1694, 2003.

ZHAO, Z.; REMOND, S.; DAMIDOT, D.; XU, W. Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates. **Journal of Sustainable Cement-Based Materials**, v. 2, n. 3–4, p. 186–203, 2013.

ZHAO, Z.; REMOND, S.; DAMIDOT, D.; XU, W. Influence of fine recycled concrete aggregates on the properties of mortars. **Construction and Building Materials**, v. 81, p. 179–186, 2015.

APÊNDICE A - ADAPTAÇÃO DO MÉTODO DE ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ARGAMASSA ADERIDA PARA AGREGADOS MIÚDOS

Para a realização do ensaio fez-se a separação das frações e preparação de amostras com 50 gramas para cada fração. O ensaio foi realizado na fração separadamente e não na composição granulométrica da curva. Esta metodologia foi aplicada para que se pudesse primeiramente conhecer o teor de argamassa aderida em cada fração para então compor o agregado. Desta forma foi possível identificar com maior precisão o que estava sendo considerado como argamassa aderida para cada fração e não somente pasta aderida.

O procedimento inicial de realização do ensaio foi o mesmo para todas as frações, ou seja, a etapa de secagem das amostras, submersão em solução de HCl com molaridade de 0,5 por 72 horas, lavagem em peneira de 75 µm e secagem novamente. A partir daí ocorreu uma adaptação do método onde cada fração individualmente foi peneirada na peneira correspondente à fração e medida a massa retida e passante na peneira.

Importante salientar que quando o material foi lavado na peneira de 75 µm, ocorreu uma perda inicial de massa considerada como parcela de pasta de cimento aderida. Então após a secagem deste material foi feita a pesagem de cada fração para obtenção do teor de pasta aderida passante (Tabela 22).

Tabela 22 – Teor de pasta aderida em cada fração granulométrica do ARC

Peneira (mm)	0,15	0,3	0,6	1,2	2,4	4,8	6,3	9,5
Teor de pasta (%)	3,6	4,0	3,2	3,2	2,0	1,4	1,6	2,4

Fonte: A autora, 2021

Então a quantidade de teor de argamassa aderida total (TAAT) considerada na pesquisa é a somatória do teor de pasta passante na peneira de 75 µm e o teor de material passante na peneira correspondente à fração, considerado como teor de argamassa aderida (TAA) em cada fração (Tabela 23).

Tabela 23 – Teor de argamassa aderida total em cada fração granulométrica

Peneira (mm)	0,15	0,3	0,6	1,2	2,4	4,8	6,3	9,5
Teor de pasta (%)	3,6	4,0	3,2	3,2	2,0	1,4	1,6	2,4
TAA (%)	23,7	34,9	29,8	33,2	13,2	6,5	0,4	0,4
TAAT (%)	27,3	38,9	32,7	36,4	15,2	7,9	2,0	2,8

Fonte: A autora, 2021

Por fim, para o cálculo do teor de argamassa aderida para as curvas granulométricas utilizou a porcentagem retida individual de cada fração para cada curva em separado e o teor de argamassa aderida mais pasta em cada fração do agregado. Multiplicou este teor total de cada fração pela massa retida individual correspondente e depois fez a somatória dos valores obtidos (Tabela 24).

Tabela 24 – Teor de argamassa aderida para cada curva granulométrica

Peneira	TAAT (%)	TAAT para cada fração da Curva Granulométrica		
		DZO	DZUS	AZUS
0,15	27,34	4,65	2,05	0,82
0,3	38,93	10,12	10,71	5,64
0,6	32,66	6,37	7,35	7,35
1,2	36,38	5,82	6,37	9,10
2,4	15,23	1,90	2,29	2,89
4,8	7,87	0,08	0,43	0,87
6,3	2,01	0,00	0,04	0,10
Total		28,9	29,2	26,8

Fonte: A autora, 2021

Para validação dos dados, foi feita a repetição da metodologia citada e o resulta final obtido está apresentado na Tabela 25.

Tabela 25 – Dados obtidos pela repetição da metodologia para validação – Teor de argamassa aderida total (%)

Curva granulométrica	DZO	DZUS	AZUS
Amostra 1	28,9	29,2	26,8
Amostra 2	28,4	28,5	26,3
Média	28,7	28,9	26,5

Fonte: A autora, 2021