

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CINZA DE BAGAÇO DE CANA NA REAÇÃO ÁLCALI-SÍLICA

Marcia Ferreira Fortes Aguas

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil.

Orientadores: Eduardo de Moraes Rego Fairbairn Romildo Dias Toledo Filho

Rio de Janeiro Dezembro de 2014

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CINZA DE BAGAÇO DE CANA NA REAÇÃO ÁLCALI-SÍLICA

Marcia Ferreira Fortes Aguas

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

Examinada por:

Prof. Eduardo de Moraes Rego Fairbairn, Dr.Ing.

Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.

Prof.^a Nicole Pagan Hasparyk, D. Sc.

Prof. Holmer Salvastano Junior, D. Sc.

Prof. Guilherme Chagas Cordeiro, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL. DEZEMBRO DE 2014 Aguas, Marcia Ferreira Fortes

Influência da adição de cinza de bagaço de cana na reação álcali-sílica/ Marcia Ferreira Fortes Aguas. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2014.

XXI, 118 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Eduardo de Moraes Rego Fairbairn Romildo Dias Toledo Filho

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 107-115.

 Reação Álcali-Sílica. 2. Cinza de Bagaço de Cana de Açucar. 3. Expansão Volumétrica. I. Fairbairn, Eduardo *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Civil. III. Título.

Aos meus pais, João Francisco Fortes Aguas (in memoriam) e Ruth Ferreira Fortes Aguas, com amor e gratidão por tudo que sempre fizeram pela família.

Ao Almir, Fábio e Rodrigo por suas presenças em minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar as energias benéficas que estão presentes no mundo e em todos, com denominações diversas, que atuam favoravelmente nas boas intenções. Agradeço sentir e poder contar com a força que vêm destas energias.

Agradeço muito ao meu marido Almir pelo constante companheirismo e inesgotável paciência. Sem o seu apoio, carinho e amor teria sido impossível manter dedicação às atividades profissionais, familiar, pessoal e à pesquisa.

Agradeço a meus filhos, Fábio e Rodrigo, a minha nora Paula por entenderem a minha pouca disponibilidade em muitos momentos e por serem sempre atenciosos comigo, inclusive no auxílio à informática.

Agradeço à minha mãe, família e amigos pelo apoio, união e compreensão perante as horas difíceis e pela alegria e motivação nos demais momentos.

Agradeço ao amigo Celso J. Pires Filho e gestor da área de projetos de geotecnia e segurança de barragens de FURNAS por sua visão empreendedora, incentivo e apoio à minha pesquisa.

Agradeço às instituições, FURNAS CENTRAIS ELÉTRICAS S.A, COPPE-UFRJ, IEN, CETEM e HOLCIM pelo apoio dado a esta pesquisa.

Agradeço aos amigos e profissionais que compartilharam comigo seus conhecimentos, muitas vezes atuando lado a lado até que eu pudesse seguir adiante. Fazem parte desse grupo Walton Pacelli, Quintiliano M. Guedes, Nicole Hasparyk, Élcio Guerra, Heloisa Helena A. B. da Silva, Renato Oliveira, Celso J. Pires, José Luiz Mantovano, Rangler e Luiz Lima. Além do meu agradecimento registro minha admiração por esses profissionais competentes que com sua dedicação e esforço favorecem as pesquisas. Agradeço aos meus orientadores Eduardo Fairbairn e Romildo Toledo Filho por assumirem junto comigo esta jornada.

Agradecimentos especiais a Dr^a Nicole Hasparyk pela participação na análise microestrutural e no apoio técnico.

Agradeço aos gerentes, Letícia C. M. Leite e Ricardo A. Marques, junto com os funcionários da área de projetos civis e de tecnologia de materiais de Furnas Centrais Elétricas S.A pelo apoio à esta pesquisa.

Agradeço aos funcionários da COPPE, cujas presenças e ações diárias provêm o apoio que necessitamos para transformarmos planejamento experimental em resultados de pesquisas. Contei frequentemente com a colaboração de Luzidelle, Sandra, Paulinho, Jairo, Betty, Rosângela, Flávio Santos, Rogério, Hidelkel, Jô e nos ensaios com o auxílio de Flávio Costa, Clodoaldo, Sr. Júlio, Alessandro, Adailton, Renan, Rodrigo, Eduardo, Sr. Arnaldo e Marcio.

Agradeço aos amigos e colegas da COPPE que agregam, organizam, repartem, ensinam e alegram. Em especial aqueles que por diversas vezes me socorreram, Maria Rita, Silvoso, Reila, Gadéia, Samantha, Oscar, Dimas, Camila, Marcos, Tiago, Fabrício, Otávio e Vivian.

E finalmente, agradeço a minha amiga e fisioterapeuta Otacília pelo apoio dado de forma que eu pudesse ter condições físicas adequadas para assumir todas as minhas atividades.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CINZA DE BAGAÇO DE CANA NA REAÇÃO ÁLCALI-SÍLICA

Marcia Ferreira Fortes Aguas

Dezembro/2014

Orientadores: Eduardo de Moraes Rego Fairbairn Romildo Dias Toledo Filho

Programa: Engenharia Civil

A influência da substituição parcial do cimento por cinza de bagaço de cana de açúcar e por sílica ativa no desempenho de argamassas afetadas por reação álcali-sílica (RAS) são avaliadas e comparadas. A análise é conduzida a partir de testes não convencionais de expansão de longa duração, propriedades mecânicas em diversas idades e características microestruturais. Os testes de expansão foram realizados com a utilização de equipamento denominado robô, projetado e fabricado para proceder a leitura automática de deformações volumétricas, em ensaios de expansão livre de corpos de prova cilíndricos. A argamassa com substituição de 8% em massa do cimento por sílica ativa não apresentou expansões dos 45 dias em diante, enquanto misturas com 0%, 8% e 12% de substituição por cinza de bagaço de cana apresentaram expansão volumétrica média de 0,20%, 0,35% e 0,19% após 360 dias de ensaio. Os resultados indicaram que os teores estudados da cinza ultrafina de bagaço de cana não foram suficientes para mitigar a expansão da RAS, enquanto a sílica ativa foi eficiente.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

INFLUENCE OF THE ADDITION SUGARCANE BAGASSE ASH AND SILICA FUME IN ALKALI SILICA REACTION

Marcia Ferreira Fortes Aguas

December /2014

Advisors: Eduardo de Moraes Rego Fairbairn Romildo Dias Toledo Filho

Department: Civil Engineering

The influence of partial substitution of cement by sugar cane bagasse ash (SCBA) or by silica fume on the performance of mortars affected by alkali-silica reaction are evaluated and compared. The analysis is conducted from long-term unconventional expansion tests, mechanical properties in various ages and microstructural analysis. Expansion tests were carried out with robotic equipment, designed and manufactured to perform automatic readings of volumetric deformations in expansion free tests of cylindrical specimens. The mixture with a substitution of 8% in cement mass by silica fume did not present any expansion from 45 days onward, while the ones with 0%, 8% and 12% replacement by SCBA presented an average volumetric expansion of 0.20%, 0.35% and 0.19% during the 360 days of testing. The results indicated that for the contents studied the SCBA was not sufficient for ASR mitigation, while the silica fume was efficient.

LISTA	A DE FIGURASvi	i
LISTA	A DE TABELASxi	Ĺ
LISTA	A DE SÍMBOLOS E ABREVIAÇÕES xx	
1	INTRODUÇÃO	.1
1.1.	Objetivos	.5
1.2.	Estrutura do Trabalho	.6
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	.7
2.1.	Fatores determinantes na reação álcali-sílica	.7
2	2.1.1. Álcalis	.7
2	2.1.2. Agregados Reativos	.8
2	2.1.3. Umidade	10
2.2.	Mecanismos da Reação Álcali-sílica1	11
2.3.	Adições Minerais no Controle da RAS	12
2.4.	Ensaios de Expansão para Detecção da RAS1	19
3	PROGRAMA EXPERIMENTAL	25
3.1.	Metodologia dos Ensaios e análises	27
3	3.1.1. Caracterização Físico-Química dos Materiais	27
	3.1.1.1. Composição Química	27
	3.1.1.2. Perda ao Fogo	27

ÍNDICE

3.1.1.3. R	Resíduo Insolúvel	.28
3.1.1.4. N	Aassa Específica	.28
3.1.1.5. T	Feor de Álcalis	.28
3.1.1.6. S	Superfície Específica	.29
3.1.1.7. A	Análise Petrográfica e Reatividade Potencial do Agregado	.30
3.1.1.8. C	Curva Granulométrica	.31
3.1.1.9. C	Cristalografia por Difração de Raios X	.31
3.1.1.10. A	Atividade Pozolânica	.34
3.2. Materiais		.35
3.2.1. Agregad	o Classificado	.35
3.2.2. Cimento		.38
3.2.3. Sílica At	tiva	.39
3.2.4. Cinza de	Bagaço de Cana de Açúcar	.40
3.2.5. Água		.42
3.3. Misturas		.42
3.3.1. Produção	o, Cura e Armazenamento	.42
3.3.2. Estudo d	lo comportamento das Argamassas	.46
3.3.2.1. C	Comportamento sob Compressão Uniaxial	.46
3.3.2.2. C	Comportamento sob Tração na Flexão	.47
3.3.2.3. C	Comportamento na Expansão Livre	.48

3.3.2.4.	Comportamento na Absorção de Água por Imersão	.61
3.3.2.5.	Análise Microestrutural	.62
4 APRESEN	ΓΑÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS	.63
4.1. Comportam	ento das Argamassas afetadas por RAS	.63
4.1.1. Comp	ortamento em Ensaios de Expansão Livre	.64
4.1.1.1.	Deformações Longitudinais	.64
4.1.1.2.	Deformações Diametrais	.66
4.1.1.3.	Deformações Volumétricas	.68
4.1.2. Comp	ortamento na Compressão Axial	.72
4.1.2.1.	Avaliação após 28 dias	.72
4.1.2.2.	Avaliação após 90 dias	.74
4.1.2.3.	Avaliação após 180 dias	.76
4.1.2.4.	Avaliação após 360 dias	.77
4.1.2.5.	Evolução da Resistência à Compressão Axial	.79
4.1.2.6.	Evolução do Módulo de Elasticidade	.80
4.1.3. Comp	ortamento na Tração por Flexão	.84
4.1.3.1.	Avaliação após 28 dias	.84
4.1.3.2.	Avaliação após 90 dias	.85
4.1.3.3.	Avaliação após 180 dias	.86
4.1.3.4.	Avaliação após 360 dias	88

	4.1.3.5. Evolução da Resistência à Tração por Flexão
	4.1.4. Absorção de Água por Imersão90
	4.1.5. Análise Microestrutural94
	4.1.5.1. Observação com a Lupa Estereoscópica94
	4.1.5.2. Observação e Análise com o MEV97
5	CONCLUSÕES105
б	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS107
	ANEXO A116

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-1 Exsudação de gel do concreto de galeria de drenagem
Figura 3-1 Etapas do programa experimental
Figura 3-2 Material extraído da pedreira da UHE Hidrelétrica de Furnas
Figura 3-3 Expansões médias das barras de argamassas
Figura 3-4 Britadores utilizados na produção do agregado miúdo 38
Figura 3-5 Difratograma de Raios X da sílica ativa 40
Figura 3-6 Difratograma de Raios X da cinza de bagaço de cana de açúcar 41
Figura 3-7 Misturador planetário utilizado e a produção da argamassa de referência 43
Figura 3-8 Preparação dos corpos de prova para cada dosagem e mesa vibratória 44
Figura 3-9 Determinação do índice de consistência 44
Figura 3-10 Câmara climatizada a temperatura constante de 40+2°C para armazenamento de corpos de prova imersos em solução
Figura 3-11 Vista do robô extraída do projeto de fabricação, referente ao Relatório 2-
PEC 4693 (2009)
Figura 3-12 Sensor LVDT com acionamento pneumático
Figura 3-13 Robôs para medição de variação volumétrica
Figura 3-14 Visão do pórtico com LVDTs fixados lateralmente e no topo 51
Figura 3-15 Sistema de alimentação de ar comprimido para o robô 52
Figura 3-16 Mecanismo de Giro do Equipamento 52
Figura 3-17 Fontes de alimentação e botões de energização 53

Figura 3-18 Fotos do equipamento desenvolvido para leituras de expansão volumétrica (robô)
Figura 3-19 Painel do robô55
Figura 3-20 Esquema da metodologia adotada para a medição no robô 55
Figura 3-21 Visualização do Sistema para ajustes de repetibilidade 56
Figura 3-22 Visualização do Sistema para ajustes de centralização 57
Figura 3-23 Resultados de campanhas de aquisição de leituras no gabarito 57
Figura 3-24 Variação volumétrica do CP submetido à temperatura de 4ºC 59
Figura 3-25 Variação volumétrica do CP submetido à temperatura de 40°C 60
Figura 4-1 Evolução das médias das expansões longitudinais das misturas 64
Figura 4-2 Evolução da expansão longitudinal dos corpos de prova das misturas 66
Figura 4-3 Evolução das médias das expansões diametrais das misturas 67
Figura 4-4 Evolução da expansão diametral dos corpos de prova das misturas 68
Figura 4-5 Evolução das médias das expansões volumétricas das misturas 69
Figura 4-6 Evolução da expansão volumétrica dos corpos de prova das misturas 70
Figura 4-7 Curvas tensão versus-deformação típicas das misturas aos 28 dias de idade.
Figura 4-8 Curvas tensão versus-deformação típicas das misturas aos 90 dias de imersão em solução alcalina aos 40°C
Figura 4-9 Curvas tensão versus-deformação típicas das misturas aos 360 dias de imersão alcalina aos 40°C

Figura 4-10 Evolução da resistência à compressão axial das misturas e respectivos
desvios padrões
Figura 4-11 Evolução dos módulos de elasticidade das misturas e respectivos desvios padrões
Figura 4-12 Evolução das curvas tensão versus deformação para a mistura REFN 82
Figura 4-13 Evolução das curvas tensão versus deformação das misturas SI8N
Figura 4-14 Evolução da curvas tensão versus deformação para a mistura CB8N 83
Figura 4-15 Evolução das curvas tensão versus deformação da mistura CB12N 83
Figura 4-16 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 28 dias na câmara úmida aos 21°C
Figura 4-17 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 90 dias de imersão em solução alcalina a 40°C
Figura 4-18 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 180 dias de imersão em solução alcalina a 40°C
Figura 4-19 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 360 dias de imersão em solução alcalina a 40°C
Figura 4-20 Evolução dos módulos de ruptura das misturas e respectivos desvios padrões
Figura 4-21 Evolução da absorção (%) das misturas e respectivos desvios padrões 94
Figura 4-22 Vista geral da amostra de referência-REFN
Figura 4-23 Detalhe de poros revestidos por material esbranquiçado na amostra da REFN
Figura 4-24 Vista geral da amostra de referência-CB12N

Figura 4-25 Detalhe dos poros com revestimento branco (à esquerda) e vítreo (à direita) na CB12N
Figura 4-26 Na CB8N, imagem à esquerda, em destaque poro com revestimento branco, na imagem à direita, SI8N, em destaques ao centro poro totalmente preenchido e ao redor poros vazios
Figura 4-27 Zonas de transição entre agregado e pasta com falhas de aderência: (a) REFN e (b) CB12N; em destaque algumas microfissuras na pasta (c) CB8N e (d) SI8N.
Figura 4-28 Região do agregado fragmentado - REFN
Figura 4-29 Poros das argamassas REFN (a) e CB12N (b) revestidos por gel
Figura 4-30 Poros das argamassas CB8N (a) e SI8N (b) preenchidos por provável material aglomerado. Fissuras radiais indicadas em (a)
Figura 4-31 CB8N-produtos cristalizados típicos da RAS 101
Figura 4-32 Incidência de poros vazios na SI8N, (a) vista geral, (b) detalhe dos poros.
Figura 4-33 Detalhe do gel da RAS em destaque na Figura 4-29(a), REFN, e espectro indicando composição sílico-cálcico alcalina
Figura 4-34 Detalhe do gel em destaque na Figura 4-29(b), CB12N, e espectro indicando composição sílico-cálcico alcalina
Figura 4-35 Detalhe e espectro de gel observado na CB8N de composição sílico-cálcico alcalina
Figura 4-36 Espectro de produto sílico-alcalino em detalhe observado na SI8N (Ampliação da Figura 4-30 b) sugerindo aglomeração da sílica ativa

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1 Classificação dos materiais pozolânicos conforme a ABNT NBR-12653 14
Tabela 2-2 Classificação dos materiais pozolânicos conforme a ASTM C 618 14
Tabela 2-3 Exigências físicas e químicas estabelecidas pela NBR-12653 (2012) 16
Tabela 2-4 Frações granulométricas do agregado miúdo utilizado nos ensaios ASTM C227, ASTM C 1260, ASTM C 1567 e NBR 15567 (Partes 4 e 5).20
Tabela 3-1. Frações granulométricas do agregado miúdo
Tabela 3-2. Principais características químicas (% em massa) do cimento, cinza de bagaço de cana de açúcar e sílica ativa
Tabela 3-3. Composição das misturas (kg/m ³)
Tabela 3-4 Resultados obtidos para o índice de consistência normal
Tabela 4-1 Médias das expansões longitudinais das misturas após imersão na solução de NaOH
Tabela 4-2 Médias das expansões diametrais das misturas após imersão na solução de NaOH
Tabela 4-3 Médias das expansões volumétricas das misturas após período de imersão na solução de NaOH
Tabela 4-4 Relação entre expansão longitudinal e diametral 71
Tabela 4-5 Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo de elasticidade após 28 dias na câmara úmida. 73
Tabela 4-6.Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo deelasticidade após 90 dias de imersão na NaOH.74

Tabela 4-7.Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo deelasticidade e coeficiente de Poisson após 180 dias de imersão na NaOH76

Tabela 4-8.Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo deelasticidade após 360 dias de imersão na NaOH.78

Tabela 4-13 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica daargamassa REFN90

 Tabela 4-14 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica da argamassa SI8N
 91

 Tabela 4-15 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica da argamassa CB8N
 92

Tabela 4-16 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica daargamassa CB12N92

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIAÇÕES

- A absorção de água (%)
- REFN argamassa de referência, sem adição
- SI8N argamassa com substituição de 8% em massa do cimento por sílica ativa

Au - elemento ouro

- CBCA- cinza de bagaço de cana de açúcar
- CB8N argamassa com substituição de 8% em massa do cimento por CBCA
- CB12N argamassa com substituição de 12% em massa do cimento por CBCA

CP V - cimento Portland de alta resistência inicial

CV - coeficiente de variação (%)

CP - corpo de prova

- D50 Diâmetro médio de partículas
- E módulo de elasticidade da argamassa obtido pelo ensaio de compressão (GPa)
- EDX espectrometria por energia dispersiva de Raios X
- fc resistência à compressão, tensão última (MPa)
- I.V. índice de vazios (%)
- k permeabilidade (m/s)
- L distância dos vãos entre os apoios
- AMBT Método acelerado das barras de argamassa
- MEV microscópio eletrônico de varredura
- MBT Método das barras de argamassa
- mi massa da amostra saturada imersa em água
- ms massa da amostra seca em estufa
- msat massa da amostra saturada em água após a imersão
- NaOH hidróxido de sódio
- RAA reação álcali-agregado
- RAS reação álcali-sílica
- AS sílica ativa

- SE elétrons secundários
- α distância entre o apoio e a aplicação da carga
- ε deformação axial
- εa1 deformação axial no valor de 50με
- ϵ_{a_2} deformação axial produzida pela tensão σ_{c_2}
- σc_1 tensão de compressão correspondente a 40% de carga última
- σc_2 tensão de compressão correspondente a deformação axial ϵa_1 no valor de 50 $\mu\epsilon$
- ρ massa específica (g/cm³)

1 INTRODUÇÃO

A Reação Álcali-Agregado (RAA) é um fenômeno patológico que envolve aspectos físicos, químicos e mecânicos das propriedades reológicas do concreto, podendo afetar a durabilidade e o comportamento das estruturas. Esta reação química deletéria pode ser descrita como um ataque da solução alcalina dos poros da pasta de cimento a certos tipos de minerais presentes nos agregados. Sua ocorrência está condicionada à presença simultânea de três fatores: mineral reativo no agregado, umidade e teor de álcalis na solução dos poros.

A degradação de estruturas de concreto devido à reação álcali-agregado (RAA) é um fenômeno que foi reconhecido pela primeira vez em 1940 por STANTON.

GILLOTT (1973) sugeriu a primeira classificação sistemática da reação álcaliagregado em três categorias: reação álcali-sílica (RAS), reação álcali-silicato e reação álcali-carbonato.

A reação álcali-sílica (RAS) é a reação expansiva mais conhecida e que ocorre mais rapidamente como resultado da alta solubilidade da sílica reativa (amorfa e de formas desordenadas ou mal cristalizadas) em condições de pH alto. Normalmente envolve agregados cujos constituintes mineralógicos Constituem exemplos de sílica reativa: opala, calcedônia, cristobalita, tridimita, certos tipos de vidros naturais (vulcânicos) e artificiais. A reação álcali-silicato distingue-se da clássica RAS por ocorrer lentamente, uma vez que os minerais reativos estão mais disseminados na matriz. Segundo KIAHARA (1993), a reação álcali-silicato é a reação entre os álcalis disponíveis no cimento e determinados tipos de silicatos presentes em rochas sedimentares, rochas metamórficas e ígneas. A presença de quartzo intensamente deformado, quartzo microcristalino ou cristais de silicatos deformados são aspectos que tornam a rocha vulnerável aos ataques alcalinos PACELLI *et al.* (1997).

A reação álcali-carbonato está associada à presença de calcário dolomítico. Não faz parte do escopo desta pesquisa e, portanto, não será abordada.

Atualmente a reação álcali-silicato está classificada como um tipo de reação álcalisílica (RILEM-AAR-1, 2003; ABNT NBR 15577-1, 2014) e assim será designada nesta pesquisa.

A reação álcali-sílica induz a formação de gel no interior do concreto que através de absorção de água se expande preenchendo os poros do concreto, podendo causar pressão, processos de fissuração, expansão volumétrica anisotrópica, que resultam em problemas estruturais com onerosas manutenções e reparos ou até eventuais demolições. Estas fissuras podem apresentar exsudação de gel, como retratadas na Figura 1-1.

Obras de concreto (armadas ou não), como barragens, pontes e fundações são estruturas mais sujeitas a esta deterioração, que tem sido observada em diversas partes do mundo.

Há relatos publicados de agregados reativos nos Estados Unidos, Canadá, África do Sul, Noruega, França, Portugal, Inglaterra e Brasil (PACELLI *et al.*, 1997). PRISZKULNIK (2005) menciona citação com base na "Second International Conference on Alkali-Aggregate Reactions in Hydroeletrics Plants and Dams", realizada em 1995, apontando casos relatados de ocorrência de reação álcali-agregado em 25 obras nos Estados Unidos da América, 23 no Canadá, 12 na África do Sul, 6 na Noruega, 5 no Reino Unido, 5 na França, 3 na Espanha, 3 no Brasil, 2 na Índia, 2 em Portugal, 2 no Paquistão e uma em cada um dos seguintes países: Argentina, Áustria, Ghana, Ilhas Jersey, Kenya, Moçambique, Nigéria, Suíça e Zâmbia/Zimbawe. O registro de 3 obras no Brasil só considerava as obras de Apolônio Sales (Moxotó), Peti e Billings-Pedras, porém foram detectadas diversas outras ocorrências, tais como: as Barragens de Joanes, Paulo Afonso I, II, III e IV, Ilha dos Pombos, Pedro-Beicht, Furnas, Mascarenhas de Morais, Estreito (L.C.Barreto), Jaguara, Porto Colômbia (PACELLI *et al*,1997; HASPARYK, 1999). MUNHOZ (2007) relata sobre a constatação em 2005 da RAA em blocos de fundação de edifícios urbanos da região de Recife/PE.





Figura 1-1 Exsudação de gel do concreto de galeria de drenagem.

A limitação do teor de álcalis do cimento e o uso de pozolonas em substituição ao cimento podem reduzir ou eliminar as expansões devido a RAS.

O primeiro estudo desenvolvido no Brasil onde se adotou adição de pozolana para mitigação da reação álcali-agregado foi na Barragem de Jupiá, em 1963 (PACELLI *et al.*, 1997),

Pozolanas são materiais inorgânicos, naturais ou artificiais, silicosos ou aluminosilicosos que podem apresentar propriedades aglomerantes quando finamente moídas e em presença de água e hidróxido de cálcio. Atualmente, é reconhecido que o uso de uma quantidade adequada de materiais cimentícios suplementares, tais como cinza volante ou sílica ativa entre outros, é uma das medidas preventivas mais eficientes para controlar a expansão quando um agregado reativo deletério é usado no concreto.

Nos últimos anos, a cinza de bagaço de cana de açúcar (CBCA) tem merecido a atenção de grupos de pesquisa no Brasil e no exterior na possibilidade de ser empregada como adição mineral. Quando utilizada com cimento Portland apresenta atividade pozolânica, desde que as partículas da cinza apresentem tamanho micrométrico (CORDEIRO *et al.*, 2010).

A utilização de materiais pozolânicos em substituição parcial do cimento Portland gera significante redução de emissão de CO₂ por tonelada de material cimentício (LOTHENBACH *et al.*, 2011), já que seu preparo emprega menor quantidade de energia comparada ao processo de clinquerização e a possibilidade de utilizar subprodutos do processo de fabricação industrial.

FAIRBAIRN *et al.* (2010) mostra o benefício da redução de produção de clínquer com o uso de substituição parcial do cimento por cinza de bagaço de cana e obtém em simulação elaborada para a região sul-leste do Brasil uma redução estimada de emissão de CO₂ de cerca de 519 kton/ano.

Estudos de produção de concreto e argamassa buscando aproveitamento de resíduos agroindustriais para redução do consumo de cimento têm comprovado a eficiência da cinza de bagaço de cana como material cimentício suplementar (CORDEIRO, 2006; GOYAL *et al.*, 2007; FRIAS *et al.*, 2007; FRIAS *et al.*, 2011).

Muito são os ensaios normalizados em vários países para detectar o potencial reativo álcali-sílica de agregados em argamassas ou concretos e na avaliação da eficiência

de materiais pozolânicos. No entanto, vários pesquisadores (THOMAS, 2011; LINDGARD *et al.*, 2012; LINDGARD *et al.*, 2013) concluem que esses métodos não atendem a um teste de desempenho ideal. THOMAS (2011) ressalta que embora o método de ensaio para determinar o potencial reativo álcali-sílica da combinação de materiais cimentícios com agregados, ASTM C1567, seja o mais amplamente utilizado, não atende à estudos fenomenológicos.

A proposta deste trabalho enquadra-se nesse tema, o de investigar a influência da substituição parcial do cimento por cinza de bagaço de cana de açúcar (CBCA) em argamassas afetadas por reação álcali-sílica, adotando ensaios de expansão não padronizados e equipamentos desenvolvidos em projeto de pesquisa e desenvolvimento de Furnas (PEC 4963, 2006) para medição de expansão da reação álcali-agregado.

1.1.OBJETIVOS

O objetivo geral da pesquisa é desenvolver equipamento automatizado (robô) para medição de deformações volumétricas de longo termo, tendo em vista o caráter não isotrópico destes fenômenos. Além disso, dar uma contribuição aos estudos em cinzas do bagaço de cana de açúcar enquanto resíduo pozolânico substituto do cimento.

Para o alcance do objetivo principal foram definidos objetivos específicos, que consistem em:

(i) avaliar a eficiência da substituição parcial de cimento por CBCA enquanto mitigador da expansão originada por RAS. Comparar esta expansão com referências sem adição pozolânica e com adição de sílica ativa;

(ii) verificar o comportamento ortotrópico dos corpos de prova expansivos correspondentes à presente pesquisa;

(iii) adaptar testes convencionais às condições laboratoriais específicas da mitigação de RAS com CBCA.

1.2.ESTRUTURA DO TRABALHO

O trabalho está estruturado em seis capítulos. No primeiro capítulo está apresentada a introdução, a relevância do assunto, os objetivos da pesquisa e a distribuição dos tópicos ao longo do trabalho.

No segundo capítulo, a revisão bibliográfica do tema onde o fenômeno da reação álcali-sílica é descrito abordando aspectos como: os fatores necessários para sua ocorrência; parâmetros que influenciam na reação; processos químico-mecânicos da reação, incluídos os mecanismos de formação e expansão do gel produzido e a influência da adição de pozolanas. Os métodos de ensaios para avaliar o agregado e misturas perante a reação álcali- sílica com base na evolução de expansões também estão descritos.

O programa experimental está detalhado no terceiro capítulo, abrangendo a caracterização dos materiais empregados, a produção das misturas, os métodos de ensaios, de armazenamento e equipamentos utilizados, incluindo descrição e procedimentos de utilização do robô de medições volumétricas.

No quarto capítulo são apresentadas as análises dos resultados obtidos e suas correlações, fazendo sempre que possível confronto com a literatura.

As conclusões finais estão presentes no quinto capítulo.

As referências bibliográficas utilizadas no trabalho constam do sexto capítulo.

Por fim em anexo são apresentados os cálculos do refinamento de Rietveld para a cinza de bagaço de cana de açúcar.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. FATORES DETERMINANTES NA REAÇÃO ÁLCALI-SÍLICA

Há três condições simultâneas e indispensáveis ao desenvolvimento da reação álcali-sílica no concreto: a presença de álcalis, de mineral reativo e de umidade suficientemente elevada.

2.1.1. Álcalis

Os álcalis são, sob o ponto de vista químico, os elementos que ocupam a primeira coluna da tabela periódica, mas apenas o sódio (Na) e o potássio (K) provenientes da fabricação do clínquer estão presentes em quantidades significativas no cimento, podendo variar entre 0,3 a 1,5% (WEST, 1996).

O termo álcalis, usado em relação à reação álcali-agregado está correlacionado a quantidade total de álcalis presentes representados por Na₂O e K₂O e nominalmente representada através do teor equivalente alcalino em sódio (Na₂Oeq =Na₂O+ 0,658 K₂O).

O cimento Portland é a principal fonte de álcalis no concreto, porém outros constituintes como agregados, adições minerais e aditivos também podem contribuir. Com

a mistura do cimento e água, álcalis são liberados a taxas variáveis para a solução nos poros.

Considerava-se até a alguns anos, que não haveria riscos de expansão do concreto com a utilização de cimentos com teor equivalente alcalino em sódio limitado a 0,6%. Atualmente, sabe-se que apenas esta limitação não é suficiente para impedir a expansão do concreto por RAA. Várias pesquisas mostram a importância de impor que o teor alcalino ativo não passe de 3 kg por m³ de concreto para impedir o desenvolvimento da reação álcali- agregado (RIVARD et al, 2004).

Os agregados também podem contribuir com álcalis adicionais. Neste caso o álcali não está numa forma livre, mas combinado com silicatos (por exemplo, feldspato, micas) e pode ser gradualmente liberado (CASTRO, 2012).

As condições de exposição da superfície do concreto ou argamassa também podem causar variações locais da concentração alcalina.

2.1.2. Agregados Reativos

A sílica reativa está presente em agregados de diversas fontes cujas origens envolvam: (i) uma estrutura mal organizada, encontrada na opala amorfa e vidros vulcânicos, (ii) uma estrutura alterada, encontrada no quartzo com o retículo cristalino deformado por tensões de origem tectônica ou por processos mecânicos ou químicos, (iii) uma textura muito fina, caracterizada pela presença de quartzo criptocristalino à microcristalino.

Em geral, podem-se destacar as rochas silicosas com estruturas amorfas e desordenadas, como a opala e a obsidiana (vidro natural altamente silicoso), como sendo particularmente suscetíveis ao ataque dos álcalis (KURTIS *et al.*, 2002). Deve-se chamar a atenção para o fato que sílicas cristalinas polimorfas como a cristobalita e a tridimita também possuem elevado potencial reativo (ABNT NBR 15577-1). KURTIS *et al.* (2002)

preconizam que qualquer agregado contendo sílica tem potencial para participar da reação álcali-sílica. Estes autores citam o quartzo como exemplo, uma vez que, embora altamente cristalino, ele possui em sua superfície ligações Si-O polarizadas negativamente, tornando possível a ocorrência da reação. Segundo PETTERSON *et al.* (2000) a suscetibilidade à reação álcali-agregado está relacionada à quantidade de pontos disponíveis para ocorrer o ataque da hidroxila. De acordo com os autores, a reação tem mais chance de ocorrer em agregados com estruturas cristalinas pobres por existirem mais pontos expostos ao ataque dos íons hidroxila. Dessa forma, os agregados com estruturas bem cristalizadas são menos reativos.

FORAY *et al.* (2004), através de estudo experimental, confirmaram a forte influência que os parâmetros de caracterização dos agregados, distribuição granulométrica e dimensão, têm na deformação advinda da reação álcali-sílica.

HOBBS (1988) introduziu o conceito de péssima proporção do agregado, que consiste em uma porcentagem de agregado reativo que leva à máxima expansão quando exposto ao ambiente alcalino. Se esta proporção péssima for excedida, os álcalis são bem absorvidos pelo agregado fazendo que a concentração de hidroxila seja reduzida.

MAAS *et al.* (2007) relatam ocorrência de efeito similar ao péssimo onde mistura com adição de sílica ativa no teor de 4% apresenta maior pico de expansão que a mistura de controle e as misturas com teores superiores. Neste relato citam outros pesquisadores que obtiveram resultados semelhantes. HASPARYK (1999) verificou esta mesma inversão na mitigação da RAS com adição de cinza de casca de arroz no teor de 4%.

QINGHAN *et al.* (1996) e POYET *et al.* (2003) abordam a influência do tamanho dos grãos reativos na amplitude da expansão, sendo que partículas muito finas tendem a reduzir este processo. Por esta razão, adições minerais como sílica ativa, em certos casos reduzem o efeito da reação álcali-agregado. Porém, estudo experimental efetuado por HOBB *et al.* (1979) com agregado reativo a base de opala mostrou comportamento oposto.

Desta forma, ressalta-se a importância do desenvolvimento de estudo experimental com o agregado reativo e suas características para a obtenção de resultados que reproduzam adequadamente o comportamento da RAS nas estruturas afetadas.

2.1.3. Umidade

Diversos trabalhos (MULTON, 2004; LARIVE, 1997; CAPRA *et al.*, 1995; SELLIER *et al.*, 1995) confirmam que a presença da água é um requisito indispensável para a ocorrência da reação álcali-agregado. Nas pesquisas em laboratório como também nas estruturas observadas, a influência da presença da água tem sido constatada na expansão do concreto afetado pela RAS.

A água atua na RAS como meio de transporte para o álcalis e íons hidróxidos e também podendo ser absorvida pelo gel. Há um consenso de que é necessário haver um mínimo de umidade relativa para que a expansão seja significativa.

Segundo CAPRA (1995), a umidade relativa deve ser no mínimo de cerca de 85% para que a reação se desencadeie. OLAFSSON (1986) verificou esta condição abaixo de cerca de 80% de umidade relativa e temperatura de 20°C, já KURIHARA *et al.* (1989), verificaram a existência de expansões abaixo de cerca de 90% de umidade relativa e temperatura de 40°C. BAZANT *et al.* (2000) consideram que uma umidade relativa no concreto de 85% no mínimo deve existir para que ocorra a reação. Já LÉGER *et al.* (1996) preconizam 75% de umidade relativa como restrição à expansão.

Os resultados apresentados por LARIVE (1997) e por MULTON *et al.* (2004) evidenciam que a exposição do concreto reativo a condições de umidade elevada só provoca a expansão enquanto a reação ainda estiver em andamento. Portiechertanto, a influência da água sobre a amplitude das deformações é limitada pelo processo de formação dos produtos da reação.

2.2. MECANISMOS DA REAÇÃO ÁLCALI-SÍLICA

A reação álcali-agregado consiste em uma reação química entre constituintes dos agregados e os hidróxidos alcalinos que estão dissolvidos na solução do concreto ou argamassa. O cimento é um aglomerante hidráulico constituído de cinco fases: silicato tricálcico (3CaO.SiO2), silicato bicálcico (2CaO.SiO2), aluminato tricálcico (3CaO.Al2O3), ferro-aluminato tetracálcico (4CaO.Al2O3.Fe2O3) e sulfato de cálcio. A presença da água no sistema provoca a dissolução parcial dessas cinco fases causando a precipitação dos hidratos, formação de portlandita e geração de calor. Os agregados, sejam eles naturais ou artificiais, provém de maciços rochosos constituídos frequentemente de sílica.

O mecanismo químico da reação álcali-sílica tem início na penetração dos íons hidroxilas, presentes em grande concentração na solução dos poros da pasta cimentícia, conduzindo uma quebra na estrutura desordenada das espécies de sílica disseminada nos agregados (HOBBS, 1988; TAYLOR, 1997; THOMAS, 2011). Os íons hidroxilas também atacam os terminais do grupo silanol e promovem a liberação de água. Ao mesmo tempo os metais alcalinos sódio e potássio (Na+, K+), existentes principalmente no cimento, migram para a estrutura da sílica e neutralizam os ânions negativos para a formação de gel silicato alcalino. Quanto maior a quantidade de Na+ e K+ maior é a dissolução de íons hidroxilas do hidróxido de cálcio (Ca(OH)²) (LINDGARD *et al.*, 2012). A grande quantidade de hidróxido de cálcio presente na pasta de cimento hidratada e o teor de álcalis no cimento proporcionam uma solução fortemente alcalina nos poros (pH elevado).

A sílica amorfa no agregado é sensível ao meio alcalino e tende a se dissolver em pH entre 12 e 14 (LOTHENBACH *et al.*, 2011). A extensão ou a razão de dissolução é controlada pela alcalinidade da solução e pela estrutura da sílica (THOMAS, 2011).

De acordo com KNUDSEN *et al.* (1975), TAYLOR (1997), GLASSER (1992), o gel silicato alcalino formadona RAS pode incorporar os íons Ca²⁺, podendo adquirir

composição química variável. A composição química do gel pode variar amplamente estando diretamente relacionada com a sua fluidez, mobilidade e capacidade de expansão (HOBBS, 1988).

O gel silicato alcalino formado é hidrófilo e quando absorve água a partir da solução dos poros circundantes aumenta de volume, causando expansão volumétrica o que pode levar a ocorrência de fissuras. Há um consenso geral que o aumento de volume do gel cause pressão no concreto e conseqüente fissuração, porém o mecanismo de expansão está envolto na discussão de várias teorias, bem sintetizadas por CASTRO (2012). A magnitude da expansão e dos danos causados no concreto afetado por reação álcali-sílica depende de vários fatores como a disponibilidade de álcalis no sistema, da natureza e quantidade da sílica reativa no agregado, condições de exposição (temperatura e umidade) e grau de restrição interna ou externa ao movimento (THOMAS, 2011).

LARIVE (1997) concluiu que a expansão decorrente da RAS torna-se anisotrópica a partir da ocorrência de fissuras e atribui a orientação preferencial das fissuras na direção perpendicular a moldagem dos espécimes. A expansão volumétrica dispõe de poucas pesquisas e pode residir numa modificação dos impactos microestruturais da reação álcali-sílica (GIORLA *et al.*, 2012).

A limitação do teor de álcalis do cimento e o uso de pozolonas em substituição ao cimento podem reduzir ou eliminar as expansões devido a RAS.

2.3. ADIÇÕES MINERAIS NO CONTROLE DA RAS

Na presença de constituintes reativos no agregado com a possibilidade de ocorrência de reação álcali agregado cabe fazer uso de medidas mitigadoras como a substituição parcial do cimento por materiais pozolânicos ou adições minerais (ABNT NBR 15577-1, 2008).

As adições minerais são materiais silicosos finamente divididos, que podem ser incorporados ao concreto em substituição parcial do cimento ou como adição, normalmente em quantidades que variam de 8 a 65 % por massa do material cimentício total. O teor de adição varia em função do tipo e grau de reatividade do agregado sendo necessária a investigação experimental com o cimento que será utilizado, levando em conta o teor péssimo e a distribuição granulométrica do agregado. Há adições minerais que desenvolvem apenas atividade cimentante enquanto outras associam a atividade pozôlanica.

As adições minerais podem ser classificadas quanto a sua atividade em função da sua composição química e mineralógica (RILEM, 1988), em: i) Cimentante: escória granulada de alto-forno; ii) cimentante e pozolânico: cinzas volantes com alto teor de óxido de cálcio (CaO > 10%); iii) pozolanas comuns: cinzas volantes de baixo teor de cálcio (CaO < 10%) e materiais naturais; iv) altamente pozolânico, tendo como representantes atuais sílica ativa, na forma amorfa, cinza de casca de arroz produzida por combustão controlada e metacaulim; v) outras: consistem essencialmente de silicatos cristalinos e reduzida quantidade de material não-cristalino, quando finamente moídos desenvolvem atividade pozolânica.

A atividade pozolânica de uma adição mineral pode ser classificada em termo de propriedades químicas, físicas e mecânicas, sendo que os resultados dos diferentes métodos têm pouca correlação. A atividade pozolânica pelos métodos mecânicos é expressa em termos de resistência mecânica. A química, através da determinação da cal consumida pelas pozolanas e a física por ensaios de difração de raios x e termogravimetria, que calcula a quantidade de cal da mistura (COOK, 1986).

A ABNT NBR 12653(2012), bem como a ASTM C 618 (2012), classifica os materiais pozolânicos em três grupos, conforme apresentados na Tabela 2-1 e Tabela 2-2. Esta classificação baseia-se exclusivamente na origem dos materiais.

Classes	Materiais que atendem o requisito
Ν	Pozolanas naturais, materiais vulcânicos, terras diatomáceas, argilas calcinadas.
С	Cinza proveniente da queima de carvão betuminoso.
Е	Cinza proveniente da queima de carvão sub- betuminoso e qualquer material que difere das classes anteriores

Tabela 2-1 Classificação dos materiais pozolânicos conforme a ABNT NBR-12653.

Tabela 2-2 Classificação dos materiais pozolânicos conforme a ASTM C 618.

Classes	Materiais que atendem o requisito
N	Pozolanas cruas ou calcinadas, oriundas de terras diatomáceas, quartzo de opalina e xistos; turfos vulcânicos e argilas.
С	Cinza volante produzida pela incineração de carvão betuminoso ou antracito, tendo atividade pozolânica.
E	Cinza oriunda de carvão betuminoso ou lignina, apresentado propriedades pozolânicas e cimentantes. Algumas cinzas volantes de classe C podem apresentar porcentagens de cal superiores a 10%.

Considera-se pozolânico todo "material natural ou artificial, silicoso ou sílicoaluminoso, que por si só não possui nenhuma atividade hidráulica, mas que, quando finamente moído e na presença de água, reage com hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes" (ABNT NBR 12653, 2012).

As pozolanas se solubilizam em meio alcalino e reagem em solução com os íons Ca²⁺, levando à precipitação de silicatos de cálcio hidratados. Esta reação pode ser expressa de forma simplificada (SILVA, 2007) pela equação a seguir:

$$x SiO_2 + y CaO + zH_2O \longrightarrow x CaO.y SiO_2.z H_2O$$

O principal produto dessa reação é o silicato de cálcio hidratado, mas também podem ser formados aluminatos e sílico-aluminatos, em função da composição química das pozolanas.

URHAN (1987) relata que tanto nas reações álcali- sílica quanto nas pozolânicas a adsorção de íons hidroxilas provoca a dissolução de átomos de sílica na superfície do agregado. Os íons Ca²⁺ são rapidamente adsorvidos formando cristais de C-S-H. Se a taxa de cristalização for superior à de dissolução da sílica os cristais de C-S-H que se formarem na superfície impedem a dissolução. Caso contrário, a dissolução da sílica continua, permitindo a penetração dos íons Na⁺, K⁺ podendo levar a formação de gel silicatos alcalinos.

O efeito químico das adições minerais na microestrutura está associado à capacidade de reação com o hidróxido de cálcio Ca(OH)₂, formado durante a hidratação do cimento Portland, para formar silicato de cálcio hidratado -C-S-H- adicional (DAL MOLIN, 2005).

METHA *et al.* (2008) ressaltam a diferença entre as reações de formação do C-S-H no cimento Portland e no cimento Portland pozolânico. No primeiro a reação é rápida e a chamada reação pozolânica é lenta, assim, as taxas de liberação de calor e desenvolvimento de resistência também são lentas. A reação pozolânica consome hidróxido de cálcio ao invés de produzi-lo, além dos produtos da reação serem eficientes em preencher espaços capilares, melhorando a resistência e a impermeabilidade do sistema. TAYLOR (1997) evidencia que a reação pozolânica é muito similar à da reação álcali-sílica, porém reage mais rapidamente com os hidróxidos alcalinos da solução dos poros, formando um gel contendo pequenas quantidades de cálcio

Segundo a ABNT NBR 12653 (2012) os materiais pozolânicos devem estar de acordo com as exigências físicas e químicas indicadas na Tabela 2-3.

Exigências Físicas para as Classes	Ν	С	Е
Material retido na peneira de 45 µm (%,	34	34	34
máximo)			
Índice de atividade pozolânica:			
• com cimento Portland aos 28 dias, em	75	75	75
relação ao controle (% mínima)			
• com cal aos 7 dias (MPa, mínima)	6,0	6,0	6,0
• água requerida (% máxima)	115	110	110
Exigências Químicas para as Classes	Ν	С	E
$SiO_2 + Al_2O_3 + Fe_2O_3$ (% mínima)	7,0	70	50
SO ₃ (% máxima)	4,0	5,0	5,0
Teor de umidade (% máxima)	3,0	3,0	3,0
Perda ao fogo (% máxima)	10,0	6,0	6,0
Álcalis disponíveis, em Na2O (% máxima)	1,5	1,5	1,5

Tabela 2-3 Exigências físicas e químicas estabelecidas pela NBR-12653 (2012).

As pozolanas são principalmente constituídas por óxido de silício, oxido de alumínio, óxido de ferro, óxido de cálcio e anidrido sulfúrico. O teor de anidrido sulfúrico (SO₃) deve ser menor ou igual a 5% para evitar expansão pela formação de etringita já nas primeiras horas de hidratação (NEVILLE, 1982). A presença de Na e K em teor elevado é, muitas vezes, indesejável por favorecer o aparecimento de eflorescências ou a ocorrência de reação álcali-agregado. O teor máximo de álcalis recomendável (em equivalente de Na₂O) é 1,5%. O teor de carbono pode interferir no processo da reação pozolânica e aumentar a demanda de água de amassamento, sendo assim, METHA *et al.* (2006) recomendam teor máximo de 5% e NEVILLE (1997) considera tolerável até 12%.

A reatividade de uma pozolana é muito influenciada pelo seu teor de vidro, que pode ser avaliado pela difração de raios-X ou por contagem por meio de microscópio ótico. As principais fases cristalinas presentes nas pozolanas são o quartzo e o feldspato, A sílica ativa e a cinza de casca de arroz, ambas extremamente reativas, podem apresentar 98% de SiO₂. Materiais contendo vidro silicoso apresentam um halo centrado em torno de 22° 20.
A esse halo podem estar sobrepostos picos de diferentes formas cristalinas de sílica, como o quartzo (26,6° e 20,8° 2 Θ), cristobalita (21,9°2 Θ), mulita e tridimita (SILVA, 2007).

A finura das pozolanas exerce influência nas propriedades das pastas, concretos e argamassa, pois quanto mais finas as cinzas maiores são as suas atividades pozolânicas, porém, tal material, por ser fino, e quando mal dosado, pode provocar a retração em argamassa, aumentando à medida que a quantidade de finos aumenta (SHANNAG *et al.*, 1995).

Os materiais cimentícios suplementares controlam as expansões da reação álcalisílica principalmente pela capacidade de reduzir a alcalinidade da solução dos poros ligando álcalis nos produtos de hidratação (LINDGARD *et al.*, 2012).

SEIDLER (1999) realizou programa experimental onde comparou misturas com até 30% de sílica ativa, de cinza de casca de arroz e de cinza volante, com a mistura sem o uso de pozolana e concluiu que o uso destas adições minerais resulta numa diminuição máxima do pH do concreto de 13 para 12.

A sílica ativa, escórias e pozolanas também contribuem com a alumina reativa, que na presença de hidróxido de cálcio e íons sulfato do sistema produzem compostos cimentantes. O uso de adições minerais, particularmente de materiais pozôlanicos, altera os álcalis disponíveis no sistema e podem produzir efeitos químicos e físicos na microestrutura da mistura.

Os benefícios a serem obtidos com o uso de suplementos ou adições minerais incluem melhor resistência à fissuração térmica devido ao baixo calor de hidratação, aumento da resistência final e impermeabilidade devido ao refinamento dos poros, fortalecimento da zona de transição na interface, e durabilidade maior no que diz respeito ao ataque por sulfato e à expansão pela reação álcali-agregado.

Nos primeiros instantes de mistura dos componentes dos concretos e argamassas a pozolana atua como material de preenchimento. Ao longo do processo de hidratação do cimento, as partículas de pozolana reagem removendo o excesso de hidróxido de cálcio da pasta de cimento, conferindo à mesma mais homogeneidade.

A adição de quantidades adequadas de cinza volante, escória de alto-forno, metacaulim e sílica ativa, estão dentre as medidas preventivas mais eficientes para controlar a expansão da RAS quando um agregado reativo é usado no concreto (THOMAS *et al.*, 2008).

A eficiência de adições minerais depende de sua mineralogia e composição química, do percentual utilizado como substituição ao cimento, do agregado reativo e do conteúdo alcalino do concreto (DUCHESNE, 2006). A sílica ativa é o material pozolânico que com menores teores de reposição produz maior redução na alcalinidade da solução dos poros. A sílica ativa nos percentuais de 8 a 10% em substituição ao cimento tem apresentado redução expressiva ou mesmo eliminação da expansão de argamassas ou concretos afetados por reação alcalí-sílica (LINDGARD *et al.*, 2012).

HASPARYK *et al.* (2000) constataram que a adição de 12% de sílica ativa foi suficiente para reduzir expansões para níveis inferiores a 0,10% aos 14 dias de cura em solução alcalina, utilizando agregados quartzíticos reativos e superplastificante na mistura.

As pesquisas disponíveis sobre utilização da cinza de bagaço de cana como adição em argamassas mostram a variabilidade de composição química do material e diferenciados potenciais como pozolana, dependendo do local de coleta e condições de queima e moagem (CORDEIRO, 2006; GOYAL *et al.*, 2007; FRÍAS *et al.*, 2007; FRÍAS *et al.*, 2011; MACEDO, 2009). O número de pesquisas ainda é reduzido, mas alguns pesquisadores desenvolveram programas experimentais utilizando cinza de bagaço de cana como adição no cimento. PAULA *et al.* (2009), após análises de propriedades mecânicas e físicas em argamassas com substituição do cimento por cinza de bagaço, concluiram que teores de até

20% em massa não prejudicaram a resistência à compressão, já GOYAL *et al.* (2007) considera que teores de até 15% proporcionam ganhos nas resistências mecânicas dessas argamassas. SINGH *et al.* (2000) consideram o teor de 10% como limite ótimo de adição de cinzas, tomando como base os ganhos de resistência à compressão alcançados em relação a argamassas controle para todas as idades testadas.

A única referência bibliográfica encontrada sobre a utilização de CBCA como mitigador de RAA é de MACEDO (2009). O programa experimental desenvolvido na pesquisa de MACEDO (2009) contempla coleta, caracterização e processos de moagem da cinza de bagaço de cana para utilização em argamassas como substituição parcial ao agregado miúdo. Para a caracterização dos materiais foram realizados ensaios de reatividade potencial dos agregados (ABNT NBR 15577-5, 2008) com substituição do cimento CP V ARI nos teores de 0%, 5% e 10% em volume por cinza de bagaço de cana. As argamassas foram consideradas potencialmente reativas, entretanto aos 30 dias as duas misturas com adição de cinza de bagaço de cana obtiveram redução da ordem de 15% nas expansões em relação à mistura controle.

2.4. ENSAIOS DE EXPANSÃO PARA DETECÇÃO DA RAS

Muitos são os testes normalizados em vários países para determinação da potencialidade da reação álcali-sílica em argamassas ou concretos e na avaliação da eficiência de materiais pozolânicos. Dentre esses testes alguns focam na investigação do próprio agregado, enquanto outros no desempenho da mistura a partir de testes de expansão. Esta pesquisa se restringe aos estudos que contemplam o desempenho das misturas e forneçam dados que possam vir a ser correlacionados ao comportamento das estruturas, projetadas em alguns casos para uma expectativa de vida útil de 100 anos. Os testes de expansão contemplam dois grupos, os que fazem uso de argamassas e os que ensaiam concretos.

O objetivo de melhorar o desempenho de teste de expansão da RAS ou desenvolver testes alternativos tem sido freqüente na atuação de pesquisadores, criando-se inclusive comitê técnico com esta finalidade, como o RILEM TC 219-ACS.

Os ensaios padronizados com moldagem de barras de argamassa fornecem dados sobre a probabilidade de uma combinação de cimento e agregados seja potencialmente capaz de apresentar manifestações patológicas devido à reatividade álcali-agregado com conseqüente expansão deletéria do concreto.

O MBT, ensaio de barras de argamassa, cuja metodologia é descrita na norma ASTM C-227 (2010), tem por objetivo investigar a reação álcali-sílica por meio do estudo da variação de comprimento de barras de argamassa estocadas em recipiente hermeticamente fechado, com atmosfera saturada de vapor d'água a uma temperatura de aproximadamente 38°C. São preparadas quatro barras de argamassa nas dimensões de 25 mm x 25 mm x 285 mm na relação cimento: agregado 1:2,25, utilizando-se um cimento com elevado equivalente alcalino ou o cimento a ser utilizado na obra. A água de mistura é definida e deve corresponder a um índice de consistência entre 105 % e 120 %. O agregado empregado deve ser preparado segundo as frações granulométricas descritas na Tabela 2-4 abaixo.

Material retido entre as peneiras normais	Teor (% em massa)
4,75 mm e 2,36 mm	10
2,36 mm e 1,18 mm	25
1,18 mm e 600 μm	25
600 µm e 300 µm	25
300 μm e 150μm	15

Tabela 2-4 Frações granulométricas do agregado miúdo utilizado nos ensaios ASTM C 227, ASTM C 1260, ASTM C 1567 e NBR 15567 (Partes 4 e 5).

As barras são medidas periodicamente e a primeira leitura de comprimento é feita após o desmolde, em 24 horas e a segunda aos 14 dias de idade. As leituras subseqüentes são feitas nas idades de 1, 2, 3, 4, 6, 9 e 12 meses, podendo estender o ensaio com leituras a cada 6 meses. Os resultados são expressos em porcentagem de expansão, representado a diferença entre o comprimento na idade considerada e o comprimento inicial em relação ao comprimento efetivo. É feita a média das quatro barras de ensaio.

Segundo a ASTM C-33 (2013) - Standard Specification for Concrete Aggregates, enquanto não se esclarece uma faixa entre combinações reativas ou não reativas, expansões que excederem 0,05 % aos 3 (três) meses ou 0,10 % aos 6 (seis) meses são consideradas excessivas, podendo produzir reações deletérias. Existe volumosa quantidade de literatura sobre a inadequação deste método, alguns artigos mencionam que os procedimentos de armazenamento levam a lixiviação alcalina e resultados enganosos (TOUMA, 2000). Alguns agregados reativos como certos tipos de gnaisses, argilitos, quartzitos, grauvacas não reagem nas condições impostas pelo método ASTM C-227 (THOMAS *et al.*, 2006)

Atualmente o método mais utilizado no mundo para triagem de agregados é o AMBT, método acelerado de barras de argamassa, que foi padronizado em vários países, sendo a norma americana ASTM C 1260 a mais difundida. No Brasil a ABNT NBR 15577-4 (2008) trata especificamente desse ensaio, mas a NBR 15577-1(2008) prescreve os requisitos para avaliação da reatividade potencial álcali- sílica, indicando a metodologia para aplicação dos ensaios e a interpretação dos resultados.

O ensaio acelerado de barras de argamassa (ASTM C 1260, 2014) permite uma avaliação rápida do comportamento de um agregado face a uma reação álcali-sílica. Sua metodologia é baseada no método Acelerado Sul Africano NBRI - National Building Research Institute, desenvolvido por OBERHOLSTER *et al.* (1986).

Possuindo o mesmo princípio do método das barras (ASTM C-227, 2010), torna-se acelerado quando após 24 horas de imersão em água a 80°C, as barras são imersas em solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 1N a uma temperatura de 80°C por 16 dias.

Entretanto, é de praxe levar o ensaio até a idade de 30 dias uma vez que foi constatado um comportamento lento em certos agregados.

O método de ensaio acelerado prescrito pela ASTM C-1260 (2014), semelhante a ABNT NBR 15577-4 (2008), prescreve a moldagem de três barras de argamassa nas dimensões de 25mm x 25mm x 285mm, relação cimento: agregado igual a 1:2,25 e relação água/cimento de 0,47 (em massa). Após moldagem das barras, as mesmas são curadas por 24 horas em câmara úmida seguidas por 24 horas de imersão em água a 80°C; após este período as barras são imersas em solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 1N, e temperatura de 80°C. As barras são medidas periodicamente e os resultados expressos em porcentagem de expansão, correspondendo a média das três barras. O período de leituras estipulado pela norma é de 16 dias. Os limites foram estabelecidos a partir de correlação entre o método MBT e o NBRI (OBERHOLSTER *et al*, 1986).

Segundo a ASTM C-33 (2013) para ensaios pela ASTM C-1260 (2014) expansões inferiores 0,10 % aos 16 dias indicam um comportamento inócuo na maioria dos casos, expansões superiores a 0,20 % aos 16 dias são indicativas de expansão potencialmente deletéria; expansões com valores entre 0,10 % e 0,20 % aos 16 dias indicam a possibilidade da presença de agregados tanto com comportamento inócuo como deletério. Este ensaio não reproduz as condições as quais os agregados serão submetidos no campo. Alguns agregados foram identificados como reativos utilizando ensaios pela ASTM C 1260, mas demonstraram bom desempenho no campo durante 30 anos, enquanto outros tidos como inócuos reagiram com cimentos de baixa alcalinidade no campo (TOUMA, 2000).

A avaliação acelerada da eficiência de materiais pozolânicos, preconizada pela ASTM - C 1567 (2013) trata-se do mesmo procedimento operacional que o método acelerado de barras de argamassa, contudo pode ser adicionada às barras de argamassa material pozôlanicos. O método de prismas de concreto, prescrito pela ASTM C-1293 (2008) (semelhante a ABNT NBR 15577-6), é utilizado para prever a reatividade de um agregado ou de combinação de agregado com pozolana ou escória em ambiente alcalino de 5,25 Kg/m³. São moldados quatro prismas de concreto nas dimensões de 75 mm x 75 mm x 285 mm. Após 24 horas da moldagem, os prismas são retirados da câmara úmida, sendo realizada a primeira leitura de referência. Posteriormente, os prismas são estocados em um recipiente com fechamento hermético de forma a manter uma elevada umidade interna. Os recipientes ficam mantidos em sala climatizada, com temperatura igual a 38°C \pm 2°C. São realizadas leituras de comprimento nas idades de 7 dias, 28 dias e a partir dessa idade, leituras mensais até o ensaio completar um ano. Os resultados são expressos em porcentagem de expansão. O limite prescrito pelas normas ASTM C-33 (2013) e ABNT NBR 15577-1 (2008) para identificar agregados reativos é de 0,040% em 1 ano e o mesmo limite em 2 anos para qualificar medidas preventivas.

As principais deficiências do método de prisma de concreto para avaliar a eficiência de materiais cimentícios suplementares são o período longo de 2 anos e não definir o mínimo teor de substituição requerido desde que é adicionado álcalis para combater a lixiviação (THOMAS, 2006).

Vários pesquisadores (THOMAS, 2011; LINDGARD, 2012; LINDGARD, 2013) concluem que esses métodos não atendem a um teste de desempenho ideal, já que entre outras deficiências apresentam excessiva lixiviação dos álcalis, impossibilidade de reprodução da real granulometria dos agregados, resultados contraditórios entre laboratório e campo com dois tipos de erro, falso positivo ou falso negativo.

No sentido de avançar nesses aspectos, o presente trabalho utilizou ensaios de expansão não normatizados, fazendo uma adaptação aos ensaios já existentes e desenvolvendo procedimentos laboratoriais que preconizam corpos de prova cilíndricos de 147 mm de diâmetro e 298 mm de altura, condições passíveis de reproduzir de forma mais adequada a real granulometria de agregados, reduzir a lixiviação e incorporar a seção

transversal nas medições. Todos os espécimes foram mantidos imersos em solução de hidróxido de sódio a 1N na temperatura de 40° + 2°C, com o intuito de evitar lixiviação e acelerar o processo da reação a partir dos 28 dias de idade.

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental da presente pesquisa produz argamassas afetadas por RAS, com substituição de cimento nos teores em massa de 0%, 8% e 12% de cinza de bagaço de cana de açúcar (CBCA) e 8 % de sílica ativa (SA), que após os 28 dias de idade são imersas em solução de hidróxido de sódio a 1N e expostas a temperatura de 40° C com o objetivo de:

(i) analisar a ocorrência de mitigação da expansão volumétrica devido à RAS nas misturas produzidas com SA e CBCA, quando submetidas a ensaios de expansão livre;

(ii) analisar o efeito da substituição do cimento por CBCA e SA nas propriedades mecânicas de resistências à compressão, à tração e módulo de elasticidade das misturas;

(iii) analisar o efeito da substituição do cimento por CBCA e SA nas propriedades físicas de massa específica, absorção de água e índice de vazios das misturas;

(iv) analisar a alteração das características microestruturais das misturas, tais como a presença de produtos da reação álcali-agregado e fissuração.

Para a medição de deformação volumétrica das misturas nos ensaios de expansão livre foi utilizado um equipamento denominado robô (FAIRBAIRN *et al*, 2006), descrito no item 3.1.13, desenvolvido numa parceria entre a empresa de energia FURNAS Centrais

Elétricas S.A e o Instituto de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE –UFRJ), através do programa de pesquisa e desenvolvimento (P&D) da Agência Nacional de Energia – ANEEL.

O programa experimental consiste nas 5 etapas apresentadas na Figura 3-1.

1- Coleta e preparação dos materiais:		3-Ensaios de caracterização da CBCA, SA e CP:		5-Demais ensaios com espécimes após os 28 dias de idade mantidos em imersão de solução alcalina	
	Extração da rocha da pedreira da UHE Furnas.		Composição química. Perda ao fogo	۹)	NaOH) a 40°C:
	Britagem e peneiramento do		Resíduo insolúvel.	À	Expansão livre dos 28 dias de idade aos 425
>	agregado miúdo Coleta e moagem da		Massa especifica. Curva granulométrica	A	dias de imersão. Propriedades físicas aos
CBCA da Usina de Barcelos em circuito fechado-escala industrial		Cristalografia por difração de raios X.		28 dias de idade e aos 90, 180 e 360 dias de	
	(Cordeiro, 2006) Sílica Ativa		Teor de sílica amorfa da CBCA		imersao – Absorçao, índice de vazios e massa específica.
	Cimento Portland	A	Atividade Pozolânica da CBCA (Cordeiro, 2006)	A	Propriedades mecânicas aos 28 dias de idade e aos 90, 180 e 360 dias
2-Ensaio de caracterização da rocha e do agregado:		4- Moldagem, cura e armazenamento das			de imersão – Resistência à compressão axial e à tração por flexão.
A	Anàlise petrográfica Reatividade potencial do agregado.	misturas com substituição de cimento nos teores de 0%, 8% e 12% em massa por CBCA e no teor de 8% por		A	Análise Microestrutural aos 360 dias de imersão.

Figura 3-1 Etapas do programa experimental

A metodologia das análises e ensaios realizados, como também os equipamentos utilizados estão detalhados no item 3.1.

3.1.METODOLOGIA DOS ENSAIOS E ANÁLISES

3.1.1. Caracterização Físico-Química dos Materiais

3.1.1.1. Composição Química

A composição química dos materiais foi determinada por espectroscopia de fluorescência de energia dispersiva de raios X. O equipamento de fluorescência de raios X permite analisar uma amostra, como a de cimento, por exemplo, das formas: qualitativa/semiquantiva e quantitativa. Na análise qualitativa/semiquantitativa, o equipamento identifica os picos dos elementos químicos, apresentando percentuais estimados, sem padrões, e levando em consideração a massa total da amostra preparada. Neste tipo de análise, portanto, pode-se ter apenas uma idéia das proporções entre os elementos químicos presentes na amostra preparada, porém sem dados quantitativos reais da amostra. Já na análise quantitativa, o equipamento identifica o pico dos elementos relacionando-os a um padrão, para tanto, no percentual apresentado é considerada apenas a massa da amostra. O equipamento do Laboratório de Química de Furnas Centrais Elétricas S.A utilizado foi o Espectrômetro de Fluorescência de Raios X, modelo XRF-1500 do fabricante Shimadzu.

3.1.1.2. Perda ao Fogo

O ensaio de Perda ao Fogo determina a perda percentual de massa de um material quando submetido a temperaturas entre 900 a 1000°C, em uma mufla, seguindo os procedimentos estabelecidos na ABNT NBR NM 18 (2012b). Consiste na calcinação de uma amostra de massa conhecida e serve principalmente para eliminar os compostos voláteis, notadamente o anidrido carbônico e a água em suas diversas combinações.

3.1.1.3. Resíduo Insolúvel

O ensaio de resíduo insolúvel visa determinar o teor de material que não se solubiliza, quando submetido ao ataque por ácido clorídrico. Segue o preconizado pela ABNT NBR NM 22(2012c) e o resultado serve como parâmetro para quantificar a presença de contaminantes ou falhas no processo de clinquerização no caso do cimento.

3.1.1.4. Massa Específica

As massas específicas dos materiais granulares foram determinadas por ensaios realizados no Laboratório de Estruturas e Materiais (LABEST) da COPPE-UFRJ em Picnômetro a gás AccuPyc 1340 do fabricante Micromeritics. O método consiste na determinação do volume de uma massa de amostra conhecida por meio da variação da pressão do gás em um volume previamente calibrado.

3.1.1.5. Teor de Álcalis

A quantificação dos teores de álcalis solúveis e disponíveis foi realizada no Laboratório de Furnas Centrais Elétricas S.A, empregando a técnica de espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente. Uma quantidade da amostra é colocada em contato com água destilada e após filtragem, acidificação e diluição a um volume conhecido, são efetuadas as leituras para sódio e potássio É uma técnica de análise química instrumental que faz uso de uma fonte de excitação de plasma de argônio à alta temperatura (7.000 - 10.000 K) para produzir em uma amostra, introduzida sob forma de neblina no centro do plasma, átomos excitados que emitem radiação em comprimentos de onda na faixa de 125 a 950 nm, característicos dos elementos nela presentes. As radiações emitidas, após conveniente separação de seus comprimentos de onda por sistemas ópticos, têm suas intensidades respectivas medidas por meios de detectores de radiação específicos (fotomultiplicadores - PMT ou detectores de estado sólido - CCD ou CID) e correlacionadas às concentrações correspondentes através de curvas de calibração obtidas

pela medição prévia de Padrões Certificados de Referência (CRM -Certificate Reference Material).Essa técnica é também conhecida como ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry), ou em português, Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente. O espectrômetro de Plasma Induzido por Argônio (ICP) utilizado foi o modelo Optima 700DV do fabricante PerkinElmer.

3.1.1.6. Superfície Específica

É uma medida da razão entre a área superficial e a unidade de massa do material e normalmente é expressa em m²/kg.

A superfície específica do cimento foi determinada através do método de permeabilidade ao ar (método de Blaine), de acordo com a norma ABNT NBR NM 76 (1998).

Este método é utilizado para determinação da superfície específica de material granular, pela comparação ao tempo no qual certa quantidade de ar atravessa a camada de material compactado com porosidade uma amostra padrão de cimento de referência

O método de permeabilidade ao ar pode não fornecer resultados significativos para cimentos contendo materiais ultrafinos e não é recomendado para materiais com partículas lamelares, fibrosas, ou material com granulometria muito fina (como sílica ativa). Nestes casos o equipamento ideal é o Analisador de Área Superficial Específica por B.E.T. que realiza medidas através da técnica de adsorção física de nitrogênio (determinação do volume de gás adsorvido pela amostra) obtida através do método de cálculo de B.E.T. (BRUNAUER *et al.*, 1938).

As superfícies específicas da sílica ativa e da cinza de bagaço de cana foram determinadas pelo método B.E.T. em equipamento Gemini 2375 V. 5,0.

3.1.1.7. Análise Petrográfica e Reatividade Potencial do Agregado

A investigação da reatividade potencial do agregado do presente estudo foi realizada no Laboratório de Furnas Centrais Elétricas S.A., através dos ensaios de análise petrográfica por microscopia ótica de luz transmitida, de acordo com a ABNT NBR 15577-3 (2008), e do ensaio de expansão em barras de argamassas, conforme a ABNT NBR 15577-4 (2008), equivalente a ASTM C-1260 (2014).

A análise petrográfica investiga formato e textura das partículas, tamanho e empacotamento dos grãos, redes de poros e cimentação entre os grãos, cor, composição mineralógica, a presença de heterogeneidades significativas, condição física geral, presença de encrustamentos, presença de constituintes conhecidos por causar reação química deletéria no concreto. O estudo de petrografia para identificação mineralógica e classificação da rocha foi realizado por luz transmitida no microscópio Leitz, modelo ORTHOLUX – II POL – BK. O estudo de microscopia ótica para investigação de sulfetos foi realizado sob luz refletida em microscópio ZEISS, modelo Axioskop 40, com aumento máximo de 500 vezes. Utilizou-se para captura de imagens o software Leica Qwin V3.2.

De acordo com a NBR 15577-1 (2008), o limite de expansão aos 30 dias é de 0,19%, acima do qual o agregado é considerado potencialmente reativo na presença de um cimento padrão. Para um cimento ser considerado padrão, este deverá seguir alguns critérios, a saber: O cimento Portland não poderá conter adições, e deve satisfazer os requisitos da ABNT NBR 5732 e/ou ABNT NBR 5733, além de possuir finura de (4 900 \pm 200) cm²/g determinada de acordo com a NBR NM 76, o equivalente alcalino total expresso em Na₂O_{eq} (0,658K₂O+Na₂O) de (0,90 \pm 0,10%), determinado de acordo com a NBR NM17 e expansão em autoclave inferior a 0,20%, determinada pelo método prescrito pela ASTM C 151 (2009). Caso o cimento não se enquadre nestes requisitos, ou contenha adições, o limite passa a ser de 0,10% aos 16 dias.

3.1.1.8. Curva Granulométrica

As curvas granulométricas dos agregados miúdos foram obtidas por peneiramento, seguindo as recomendações da NBR NM 248 (2003), com as peneiras da série normal em peneirador elétrico do laboratório de estruturas e materiais da COPPE.

As classificações granulométricas da sílica ativa, da cinza de bagaço de cana e do cimento foram realizadas utilizando um analisador de partículas a laser, Malvern Mastersizer.

3.1.1.9. Cristalografia por Difração de Raios X

A difração de Raios-X é uma das técnicas mais indicadas e importantes na identificação das fases cristalinas presentes em materiais por meio das distâncias interplanares mantidas pelos íons ou átomos formadores dos cristais. Essa técnica segue a Lei de Bragg e faz o uso dos raios X produzidos por um tubo de cobre, no presente caso. É normalmente utilizada para avaliações qualitativas, podendo também ser quantitativa.

As análises de cristalografias da cinza de bagaço de cana e da sílica ativa foram realizadas no laboratório de Difração de Raios X de Furnas Centrais Elétricas S.A, em um difratômetro da marca Siemens, modelo D5000. As amostras por difração foram analisadas sob voltagem 40KV e amperagem de 30 mA, variando-se o 2 Θ de 3° a 70°. Foram feitas 2 análises seqüenciais, a saber: em sistema $\Theta/2\Theta$, com velocidade de varredura de 0,05°/seg, com passo de 1 segundo; em sistema $\Theta/2\Theta$, com velocidade de varredura de 0,03°/seg, com passo de 2 segundos. A fonte de energia é um filamento de tungstênio (catodo) e o tubo de raios X é de cobre (anodo), cujos comprimentos de onda (λ) são: K α 1,5418 Å e K β 1 1,3922 Å. As interpretações foram realizadas em computador, acoplado ao difratômetro, utilizando-se software para captura de dados Diffrac Plus versão 2,3, atualizado em 2009.

As amostras secas foram submetidas à desagregação com o uso de moinho orbital até obtenção de 100% do material passante na peneira de 325 mesh Tyler (0,043mm).

Concluída esta etapa, parte do material foi analisada no Difratômetro de Raios X pelo Método do Pó Não Orientado (Análise Integral). O limite de detecção do método, nas condições usuais de trabalho, é de 5%, ou seja, constituintes que ocorram na amostra abaixo deste limite provavelmente não são captados.

Para quantificar o total de sílica amorfa presente na cinza de bagaço de cana utilizou-se o método de Rietveld, em conjunto com o método do padrão interno, ensaio de composição química e perda ao fogo. O difratograma foi coletado em um equipamento Brunker D8 FOCUS, do LABEST/COPPE-UFRJ, equipado com espelho de Goebel para feixe paralelo de raios X, nas seguintes condições de operação (análise qualitativa): radiação Co K α (35 kV/40 mA), velocidade do goniômetro de 0,05° 2 θ por passo com tempo de contagem de 1 segundo por passo, com intervalo de coleta de 8 a 80° 2 θ . A interpretação qualitativa de espectro foi efetuada pelo software Diffracplus Basic Evaluation Package – EVA 13 da Bruker.

O método de Rietveld baseia-se no cálculo de um difratograma digital a partir do difratograma da amostra com todas as suas fases pré-determinadas. O refinamento por Rietveld consiste na aproximação do difratograma calculado ao difratograma observado através do método dos mínimos quadrados (LIMA, 2010). A quantificação pelo método de Rietveld baseia-se em três considerações iniciais (PHILIPPO *et al*, 1997): cada estrutura cristalina tem seu próprio espectro de difração caracterizado pelas posições e intensidades de cada pico de difração; a superposição dos espectros de difração faz-se por simples adição, sem interferência; e a integral da superfície do espectro de cada fase é proporcional à porcentagem da fase na mistura.

Os dados quantitativos são deduzidos de fatores de escala, após a superposição e minimização de diferenças de espectros medido e calculado, este obtido a partir de modelamento de cada fase na mistura. Três grupos de parâmetros devem ser incluídos no modelamento: parâmetros instrumentais (correção do zero do equipamento); parâmetros estruturais, como grupo espacial, parâmetros de cela unitária, posições dos átomos no

retículo e sua ocupação, absorção e fatores térmicos; parâmetros de cristalinidade, como assimetria dos picos, orientação preferencial, largura a meia-altura e forma dos picos (NEUMANN *et al*, 2004).

A avaliação dos refinamentos é realizada por meio de parâmetros, quando esses não variam mais a função minimização atingiu o valor mínimo. A convergência deve ser acompanhada através de alguns índices que são calculados ao final de cada ciclo de refinamento, e que fornecem um subsídio ao usuário para tomar decisões sobre dar prosseguimento, parar ou finalizar o refinamento. Esses índices são o R ponderado (Rwp), índice de Bragg (Rp) e o índice esperado (Rexp). Quando o refinamento obtém valores de Rwp e Rexp próximos, significa que os mesmos apresentam uma tendência, sendo assim é possível considerar como satisfatório o refinamento. Por fim, será considerado satisfatório o refinamento cujo goodness-of-fit (GOF), valor equivalente da relação entre Rwp e Rexp, for menor que 1,7. Na prática valores inferiores a 5 já refletem um refinamento otimizado (CORDEIRO, 2009). Além desses parâmetros numéricos, também deve ser feita a avaliação visual do ajuste gráfico dos difratogramas, visto que a linha do difratograma calculado deve se sobrepor a do difratograma observado, e a linha que representa a diferença entre eles (resíduo da análise) deve ser aproximadamente uma reta (GOBBO, 2009).

Os programas utilizados no método de Rietveld comparam o desvio padrão de cada parâmetro com a variação desse parâmetro após cada ciclo de refinamento. Para determinar a fração de amorfo em um material faz-se uso de um padrão interno. O padrão interno deve ser perfeitamente cristalino, não estar entre as fases identificadas na amostra original, e de preferência ser de fácil refinamento Como o padrão interno é introduzido em uma quantidade conhecida, os cálculos são realizados de forma a fornecer essa mesma quantidade no final de cada ciclo do refinamento.

Definiu-se a fluorita (CaF₂) como padrão interno de análise pois tem arranjo cúbico, com poucos picos difratados, mas tem fortes clivagens que acabam lhe conferindo um pouco de orientação preferencial, que foi considerada no refinamento. Foram utilizados difratogramas da cinza de bagaço de cana e da mistura da cinza com a fluorita. A quantidade de fluorita nas amostras foi de aproximadamente 20% (adição em massa).

Para a mistura de cinza com fluorita foi realizada varredura com as seguintes condições de operação (análise quantitativa): radiação Co Ka (40 kV/40 mA) com velocidade do goniômetro de 0,02° 20 por passo com tempo de contagem de 30,0 segundo por passo, com intervalo de coleta de 8 a 80° 20. Os difratogramas foram interpretados com o software TOPAS R. da Bruker, onde os parâmetros de cada mineral anteriormente identificado, juntamente com o da fluorita foram inseridos, e parâmetros de refinamento foram estipulados. Posteriormente a quantidade de fluorita realmente colocada nas amostras foi fixada na análise e o teor de material amorfo foi determinado. Para a determinação da quantidade de sílica amorfa foram seguidas as seguintes etapas: extração do teor de fluorita dos resultados quantitativos por Rietveld; determinação da composição química com os resultados incluindo o teor de cinzas; determinação da quantidade de sílica cristalina em cada mineral quantificado por Rietveld, levando em consideração a fórmula química de cada fase e sua molecular total; cálculo da quantidade de sílica amorfa como sendo a subtração da quantidade de sílica cristalina da sílica determinada pela composição química; cálculo da quantidade de material amorfo restante, sendo a subtração de quantidade de sílica amorfa reativa da quantidade de material amorfo determinado por Rietveld,

3.1.1.10. Atividade Pozolânica

O índice de atividade pozolânica com o cimento Portland foi determinado por CORDEIRO (2006) e calculado através da relação entre as resistências à compressão de argamassa com pozolana e argamassa composta apenas por cimento, areia e água, conforme ABNT NBR 5752 (1992) e a equação seguinte:

IAP (%) = (fcp / fc) * 100

Onde:

IAP: índice de atividade pozolânica com cimento Portland;

fcp: resistência média à compressão, aos 28 dias, dos corpos-de-prova moldados com cimento Portland e material pozolânico (substituição de 35% do volume de cimento);

fc: resistência média à compressão, aos 28 dias, dos corpos-de-prova moldados somente com cimento Portland como material cimentício.

As argamassas são confeccionadas com relação cimento-areia de 1:3 (em massa), contendo areia normalizada (ABNT NBR 7214, 1982) e água necessária para a obtenção de índices de consistência na faixa de $225 \pm 5 \text{ mm}$ (ABNT NBR 7215, 1996).

3.2.MATERIAIS

3.2.1. Agregado Classificado

Para produzir o agregado utilizado nesta pesquisa foi necessária a extração da rocha de pedreira da Usina Hidrelétrica de Furnas, cujo concreto é afetado por reação álcalisilicato. A Usina Hidrelétrica de Furnas fica situada no Rio Grande, em Minas Gerais. A Figura 3-2 mostra foto do material extraído da pedreira.

Tendo como referência o exame macroscópico, o agregado apresenta coloração cinza claro a branca com estrutura orientada. No exame microscópico, feito a partir de lâmina delgada, foi investigada a composição mineralógica principal presente, além dos minerais potencialmente reativos que podem participar da reação álcali-agregado.

A caracterização mineralógica do agregado teve como base as investigações petrográficas realizadas via microscopia ótica de luz transmitida. O agregado utilizado provém de rocha de natureza metamórfica, sendo classificado como quartzito.



Figura 3-2 Material extraído da pedreira da UHE Hidrelétrica de Furnas.

A investigação da reatividade do quartzito foi realizada através de análises petrográficas e pelo método acelerado (ABNT 15577, 2008).

A análise petrográfica observou que o agregado possui granulação fina e é constituído prioritariamente por quartzo (> 98%), porém de forma restrita estão presentes a mica sericita e os opacos (<2%), Foram verificadas características importantes de potencialidade reativa como freqüente extinção ondulante dos grãos de quartzo (~20°), em praticamente a sua totalidade (~100%).

Foram realizados ensaios de reatividade potencial do agregado pelo método acelerado em barras de argamassa com dois tipos de cimento, o padrão e o CP V ARI. As expansões e leituras de variação do comprimento apresentaram comportamentos semelhantes, atingindo valores próximos a 0,80% aos 30 dias, apresentados no gráfico da Figura 3-3. Aos 16 dias as expansões são elevadas e iguais a 0,51% para os dois cimentos. Resultam no indicativo de expansão potencialmente deletéria, ou seja, apresentam expansões acima de 0,20% aos 16 dias, conforme prescrições contidas na ABNT NBR15577-1(2008) ou ASTM C33 (2003).



Figura 3-3 Expansões médias das barras de argamassas

A massa específica do agregado miúdo produzido com o quartzito é de 2,64g/cm³ e sua distribuição granulométrica está em conformidade com a ABNT NBR15577-4 (2008), apresentada na Tabela 3-1. A Figura 3-4 apresenta os britadores empregados na produção da granulometria adequada para o agregado miúdo.

Tabela 3-1. Frações granulométricas do agregado miúdo.

Material retido entre as peneiras normais	Teor (% em massa)
4,75 mm e 2,36 mm	10
2,36 mm e 1,18 mm	25
1,18 mm e 600 μm	25
600 µm e 300 µm	25
300 µm e 150µm	15



Figura 3-4 Britadores utilizados na produção do agregado miúdo

3.2.2. Cimento

Foi utilizado cimento Portland de alta resistência inicial CP V - ARI (similar ao tipo III da ASTM), com massa específica de 3,07 g/cm³, superfície específica de 4640 cm²/g e dimensão média, D_{50} , de 10,45 µm.

A composição química do cimento está apresentada na Tabela 3-2, onde também estão apresentadas as composições químicas das adições minerais, cinza de bagaço de cana de açúcar (CBCA) e sílica ativa (SA), objetivando facilitar a comparação dos teores (% em massa) de cada composto presente nas amostras dos materiais. Ressalta-se os teores de álcalis solúveis presentes (K₂O e Na₂O), nominalmente representado pelo teor equivalente em sódio (Na₂Oeq) de 0,49%.

Compostos	Cimento	CBCA	Sílica Ativa
SiO ₂	19,96	80,99	96,77
Al ₂ O ₃	4,81	3,76	-
Fe ₂ O ₃	2,23	2,44	0,25
CaO	63,9	2,51	0,41
K2O	0,76	3,99	0,67
Na ₂ O	0,15	0,29	0,25
TiO ₂	_	-	-
MgO	_	2,74	0,42
SO ₃	2,69	_	-
Cal livre	2,29	-	_
Perda ao fogo	4.33	0,84	2.21
Resíduo insolúvel	1,02	-	_
Na2Oeq	0,65	2,92	0,69
	Álcalis Solúveis	Álcalis Di	sponíveis
K ₂ O	0,59	2,58	0,11
Na ₂ O	0,10	0,001	0,10
Na ₂ Oeq	0,49	1,7	0,17
Na2Oeq = 0.658 K2O + Na2O			

Tabela 3-2. Principais características químicas (% em massa) do cimento, cinza de bagaço de cana de açúcar e sílica ativa.

3.2.3. Sílica Ativa

Este rejeito das indústrias de ferrosilício e silício-metálico recebeu várias denominações, como microssílica e fumo de sílica, contudo, a NBR 13956 (2012) estabeleceu-se como sílica ativa a denominação padrão a ser dada a este rejeito no Brasil.

A sílica ativa empregada como adição possui massa específica de 2,04 g/cm³ e superfície específica (B.E.T.) de 200844 cm²/g. Sua composição química está apresentada na Tabela 3-2 e a cristalografia no difratograma da Figura 3-5. A análise por difração de raios X mostra que a amostra é constituída essencialmente de material amorfo. A

especificação técnica do produto utilizado, SILMIX, informa que o teor de sílica amorfa é maior ou igual a 85% e o diâmetro médio das partículas, D_{50} , é de 0,45 µm.



Figura 3-5 Difratograma de Raios X da sílica ativa

3.2.4. Cinza de Bagaço de Cana de Açúcar

A cinza residual de bagaço de cana foi coletada em unidade sucroalcooleira de indústria localizada no Estado do Rio de Janeiro, Brasil. A cinza utilizada como adição foi obtida com a moagem da cinza residual do bagaço de cana em moinho de martelos, com operação a seco em circuito fechado com aeroclassificador. A cinza cominuida possui massa específica de 2,68 g/cm³, superfície específica (B.E.T.) de 5230 cm²/g, D_{50} de 13,9 µm e apresentou índice de atividade pozolânica com cimento de 91% (CORDEIRO, 2006). O índice de atividade pozolânica com cimento Portland é um importante parâmetro para avaliação da reatividade da cinza de bagaço de cana de açúcar para aplicação como aditivo

mineral (CORDEIRO, 2006), porém o difratograma apresentado na Figura 3-6 sugere baixa reatividade do material pela ausência de banda amorfa e presença de várias fases cristalinas encontradas. O teor de sílica amorfa quantificada por meio do refinamento de Rietveld é de 7,8%. O anexo A apresenta as análises por difração de raios X e os cálculos do Refinamento de Rietveld para as amostras produzidas para este fim. As principais fases de compostos cristalinos detectadas pela análise por difração de raios X foram o quartzo, a cristobalita e o óxido de silício.



Figura 3-6 Difratograma de Raios X da cinza de bagaço de cana de açúcar.

A composição química da CBCA está apresentada na Tabela 3 1, mostrando o alto teor de álcalis disponível presente (K₂O) no material e por conseguinte o teor equivalente em sódio (Na₂Oeq) de 1,7%, bem superior ao do cimento.

3.2.5. Água

A água utilizada na produção dos concretos foi proveniente do sistema de abastecimento do Rio de Janeiro, passando por processo de deionização.

3.3.MISTURAS

3.3.1. Produção, Cura e Armazenamento

Foram produzidas quatro misturas: as argamassas com substituição de percentuais de 0%, 8% e 12% da massa do cimento por CBCA e com substituição do percentual de 8% da massa do cimento por sílica ativa, designadas sucessivamente por REFN, CB8N, CB12N e SI8N. A argamassa de referência REFN foi produzida com o traço de cimento e areia de 1:2,25 e relação água-cimento de 0,47, conforme prescrições contidas na ABNT NBR 15577-4 (2008), equivalente a ASTM C 1260 (1997). Para não incluir mais uma variável passível de influenciar a reação álcali-sílica optou-se por não usar superplastificante na argamassa com adição de sílica ativa (SI8N), mesmo considerando o risco de problemas de dispersão com conseqüente formação de grumos de sílica na mistura.

As argamassas foram produzidas em misturador planetário com capacidade de 200 litros, realizando a homogeneização das frações do agregado por 1 minuto, adição do cimento ou do cimento homogeneizado com sílica ou com a cinza de bagaço de cana durante 30 segundos, adição da água durante 30 segundos. Os materiais foram misturados por mais 2 minutos com parada para raspagem dos resíduos da argamassa nas paredes do misturador por 2 ou 3 minutos. Os materiais foram misturados por mais 1 minuto. As fotos da Figura 3-7 mostram o misturador planetário utilizado e a produção da argamassa de referência



Figura 3-7 Misturador planetário utilizado e a produção da argamassa de referência

A moldagem em formas cilíndricas de aproximadamente 15 cm de diâmetro por 30 cm de altura foi processada em três camadas, com tempo de vibração por camada de 30 segundos. As demais formas, cilíndricas de 5 cm de diâmetro por 10 com de altura, prismáticas com 2,5 cm por 2, 5cm de seção transversal e 28,5 cm de comprimento e cúbicas de 5 cm de aresta, foram processadas em 2 camadas.

A Tabela 3-3 apresenta as dosagens das argamassas produzidas para a pesquisa.

Mistura	Cimento	CBC	Sílica Ativa	Agregado	Água
REF	607,6	-	-	1367,0	285,6
SI8N	592,2		51,5	1332,5	278,3
CB8N	595,8	51,8		1340,6	280,0
CB12N	589,3	80,3		1326,0	277,0

Tabela 3-3. Composição das misturas (kg/m³).

O adensamento mecânico da argamassa foi realizado em mesa vibratória (68 Hz) e os corpos de prova permaneceram nos moldes por 24 h protegidos contra a perda de umidade em laboratório com temperatura controlada ($21^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$).

A quantidade e dimensões dos corpos de prova para cada dosagem foram definidas visando à caracterização das propriedades mecânicas e físicas das misturas, conforme descritos no item 3.3.2 e retratados na Figura 3-8.

Os ensaios de determinação do índice de consistência (ABNT NBR 7215, 1996) da argamassa no estágio fresco foram realizados imediatamente após a retirada das misturas do misturador planetário.



Figura 3-8 Preparação dos corpos de prova para cada dosagem e mesa vibratória

A Figura 3-9 ilustra a realização da leitura do espalhamento para a mistura de referência (REFN).



Figura 3-9 Determinação do índice de consistência.

Os índices de consistência obtidos para cada mistura estão apresentados na Tabela

3-4.

A norma (ABNT NBR 15577-5, 2008) recomenda o uso de um aditivo superplastificante no caso em que a consistência da argamassa com adições pozolânicas variar a mais ou a menos do que 7,5% da argamassa previamente preparada com o cimento original, ou seja, aproximadamente para valores acima de 285 mm e abaixo de 245 mm. Desta forma a recomendação é aplicável a argamassa com substituição parcial do cimento por sílica ativa. Porém, como anteriormente justificado não foi empregado aditivo dispersante na dosagem desta mistura, não apresentando aparentemente indicativo de impedimento no objetivo da pesquisa.

Mistura	Abatimento(mm)
REFN	265
SI8N	190
CB8N	240
CB12N	275

Tabela 3-4 Resultados obtidos para o índice de consistência normal

A cura das argamassas foi realizada em câmara úmida, com umidade relativa do ar de 100% e temperatura de 21°C \pm 2°C. Os corpos de prova permaneceram na câmara úmida até as idades de 28 dias. Posteriormente ficaram armazenados em caixas de polietileno, imersos em solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 1 N em câmara com temperatura de 40 \pm 2°C.

Na Figura 3-10 pode ser observada o armazenamento dos corpos de prova e a câmara de temperatura controlada.



Figura 3-10 Câmara climatizada a temperatura constante de 40<u>+</u>2°C para armazenamento de corpos de prova imersos em solução.

3.3.2. Estudo do comportamento das Argamassas

3.3.2.1. Comportamento sob Compressão Uniaxial

O ensaio de resistência à compressão axial das argamassas foi realizado em uma máquina Shimadzu com capacidade de carga de 1000 kN, servo-controlada, com controle de deformação axial a uma taxa de 0,1 mm/min em corpos de prova cilíndricos nas dimensões de (50 x 100) mm, conforme procedimentos sugeridos pela NBR 5739 (2007).

A resistência à compressão das misturas foi determinada através da média de valores obtidos em 3 corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. Através dos ensaios de resistência à compressão foi possível a obtenção dos valores de módulo de elasticidade A deformação axial do corpo-de-prova foi registrada a partir da média fornecida por dois transdutores elétricos (LVDT's), acoplados por anéis metálicos posicionados na região central do corpo-de-prova. Os 3 corpos de prova foram faceados em um torno mecânico, visando à obtenção de uma superfície plana e paralela entre si.

Foram obtidos valores da resistência à compressão e do módulo de elasticidade das misturas aos 28 dias de idade e após os 90, 180 e 360 dias de imersão dos corpos de prova na solução de hidróxido de sódio (1N), mantidos em câmara com temperatura de $40\pm2^{\circ}$ C.

O módulo de elasticidade foi calculado a partir das curvas tensão-deformação, obtidas no ensaio de compressão, de acordo com a ASTM C-469 (2002) e apresentado abaixo pela equação.

$$E = \frac{(\sigma_{c2} - \sigma_{c1})}{(\varepsilon_{a2} - \varepsilon_{a1})}$$

Onde:

 $E = m \acute{o} du lo de elasticidade;$

 σ_{c2} = tensão de compressão correspondente a 40% da carga última;

 σ_{c1} = tensão de compressão correspondente a deformação axial ε_{a1} ;

 ε_{a1} = deformação axial igual a 0,000050;

 ε_{a2} = deformação axial produzida pela tensão σ_{c2} .

3.3.2.2. Comportamento sob Tração na Flexão

Os ensaios de resistência à tração na flexão foram realizados em corpos de prova prismáticos de (50 x 50 x 228) mm, conforme procedimentos sugeridos pela norma NBR NM 55 (1996). Os ensaios foram realizados na máquina de ensaio Shimadzu UH-F 1000 kN com o controle de deslocamento de travessão a uma taxa de 0,1 mm/min. Foi realizado o ensaio de flexão, com aplicação da carga no terço central do prisma, de acordo com a norma da ABNT para concreto, ABNT NBR 12142 (2010).

As curvas carga x deslocamento foram obtidas para os 28 dias de idade e após os 90, 180 e 360 dias de imersão dos corpos de prova na solução de hidróxido de sódio (1N), mantidos em câmara com temperatura de 40+2°C. Para cada período foram ensaiados 3

corpos de prova. As cargas e deslocamentos foram registrados utilizando-se sistemas de aquisições de dados ADS 2000, de 16 bits, da Lynx.

A resistência à tração na flexão (módulo de ruptura) foi calculada para a ocorrência da ruptura no terço médio do corpo de prova, conforme a equação a seguir:

$$\sigma_u = \frac{(Qu \times L)}{(b \times h^2)}$$

Onde:

 σ_u - Resistência à tração na flexão (MPa);

Qu – Carga de ruptura do corpo-de-prova (N);

L – Dimensão do vão entre os apoios (mm);

b – Largura da seção do corpo-de-prova (mm);

h – Altura da seção do corpo-de-prova (mm).

3.3.2.3. Comportamento na Expansão Livre

Os ensaios de expansão livre em argamassas afetadas por reação álcali agregado foram realizados em 3 corpos de prova cilíndricos para cada das misturas: referência (REFN), cinza de bagaço de cana a 8% (CBN8), cinza de bagaço de cana a 12% (CBN12) e sílica a 8% (SIN8).

Para a medição de deformação volumétrica das misturas produzidas foi utilizado o equipamento denominado robô, desenvolvido numa parceria entre a empresa geradora de energia FURNAS e COPPE-UFRJ (Instituto de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro), dentro de um projeto de P&D-ANEEL intitulado "Desenvolvimento de Equipamentos para Medição Experimental de Reação Álcali-Agregado".

Foi especificado e projetado um robô para leitura automática das deformações volumétricas. A Figura 3-11 mostra vista extraída do projeto do robô. A fabricação foi realizada com o auxílio da empresa NATEC Equipamentos para usinagem e confecção das partes mecânicas. Foram importados sensores LVDT com acionamento pneumático da Macro Sensors (GHSDR-750-050-A) para serem utilizados na a fabricação do robô. Uma fotografia de um destes sensores é mostrada na Figura 3-12. Foram fabricadas duas unidades deste equipamento, sendo apresentadas na Figura 3-13.

A finalidade do robô é medir a variação do volume de corpos de prova cilíndricos com cerca de 15 cm de diâmetro e 30 cm de altura, e permitir a estimação de sua expansão volumétrica ao longo do tempo.



Figura 3-11 Vista do robô extraída do projeto de fabricação, referente ao Relatório 2-PEC 4693 (2009).



Figura 3-12 Sensor LVDT com acionamento pneumático.

O robô permite a realização de leitura de deformações diametrais em uma seqüência de geratrizes designadas pelo usuário, sendo utilizados 6 sensores (diametralmente opostos) LVDT com acionamento pneumático, fixados nas laterais do pórtico metálico identificado no projeto como peça 4. As deformações verticais são realizadas nas mesmas geratrizes, através de um sensor LVDT com acionamento pneumático, fixado na parte superior do pórtico, peça 5 do projeto.

A Figura 3-14 apresenta uma visão do posicionamento dos LVDTs no pórtico do robô e a base de apoio para o gabarito ou para o disco do corpo de prova.

Todos os LVDTs empregados no robô possuem êmbolos retráteis que são impulsionados do interior do corpo do sensor no momento de cada leitura. Para tanto, eles necessitam de uma pressão interna provida por um compressor acoplado ao equipamento.

O sistema de alimentação do ar comprimido está retratado na Figura 3-15.



Figura 3-13 Robôs para medição de variação volumétrica.



Figura 3-14 Visão do pórtico com LVDTs fixados lateralmente e no topo.



Figura 3-15 Sistema de alimentação de ar comprimido para o robô.

Um motor, cujo movimento é controlado por um sensor ótico, gira a base em passos sucessivos. O sistema de giro baseia-se em diversas geratrizes pré-estabelecidas do cilindro. Este sistema permite que se alterne o número de geratrizes de maneira a alterar o passo do giro do motor. O sistema de giros é retratado na Figura 3-16.



Figura 3-16 Mecanismo de Giro do Equipamento.

As fontes de alimentação devem ser energizadas e no painel apresentado na Figura 3-17 deve ser verificado o registro da indicação correta de trabalho, 15 Volts.


Figura 3-17 Fontes de alimentação e botões de energização.

Antes de uma campanha de medição, um gabarito padrão de aço inox com diâmetro de 147 mm e 318 mm de comprimento é utilizado para a calibração das leituras. Um código computacional de controle e aquisição de dados gerencia todo o procedimento de medição.

Após a aquisição da leitura realizada no gabarito, realiza-se a leitura do corpo de prova, apoiado em um disco de 20 mm. Este disco é necessário para que a altura do corpo de prova possa ser comparada com a altura do gabarito padrão. Estas leituras são sempre relativas aos valores obtidos para o corpo de prova padrão. A Figura 3-18 mostra fotos do robô nos processos de centralização do gabarito e do corpo de prova.

Para proporcionar fiabilidade às medidas e contemplar a investigação da heterogeneidade e da anisotropia das expansões da mistura o sistema fornece as medidas de cada corpo de prova, estimadas com base em 45 medidas diametrais e 15 medidas longitudinais. Cada uma dessas medidas é obtida da média de 14 leituras aquisitadas por cada um dos sensores a partir de giros sucessivos automáticos no espécime.

A configuração da campanha de leitura mais rápida será de 4 passos, leituras aquisitadas em giros de 24 graus. As opções de 2 passos, com giros de 12 graus, ou de 1 passo, com giro de 6 graus, podem ser selecionadas.



Figura 3-18 Fotos do equipamento desenvolvido para leituras de expansão volumétrica (robô)

O painel do robô, retratado na Figura 3-19 mostra as chaves para escolha de número de passos, de leitura automática (padrão operação) ou manual (padrão manutenção), botões de acionamento de início do ciclo de leituras, luzes de identificação de energização, de sinalização de falha no controle de giros da base, de término do ciclo, de indicação do ponto zero de leituras e painel de indicação do ângulo de giro da base.

O modo de operação pode ser manual no caso de optar por verificar sensor (padrão manutenção), ou manter automático para medição No modo automático são executados passos e entre cada um destes passos, são executadas as leituras. No modo manual o operador é quem definirá o instante de aquisição.

Independentemente do modo de trabalho, sempre que o sistema pneumático for disparado, um sinal será emitido pelo equipamento, indicando que os sensores estão disponíveis para a leitura. Assim, um sistema de aquisição de dados, especialmente desenvolvido para trabalhar com este equipamento, pode efetuar a amostragem das grandezas medidas nos LVDTs e, consequentemente, inferir o volume do corpo de prova.



Figura 3-19 Painel do robô.

O esquema apresentado na Figura 3-20 mostra o posicionamento dos sensores (S1 a S7) e a metodologia adotada para a medição dos corpos de prova cilíndricos.



Figura 3-20 Esquema da metodologia adotada para a medição no robô.

Os sistemas de aquisição e análise, após efetuar a amostragem das grandezas medidas, infere o diâmetro médio, altura média do corpo de prova e respectivos desvios padrão e informa se as medidas estão dentro de valores limites pré-estabelecidos. Os limites adotados para centralização e repetibilidade são inseridos na sistema de análise das campanhas. Os sistema são interativos, apresentando telas de opções, possibilitando um bom entendimento para o usuário.

As telas do sistema apresentadas nas Figura 3-21 e Figura 3-22 mostram as opções de visualização para ajustes de repetibilidade e centralização (filtros inseridos de 3 desvios) e indica graficamente para as medida realizadas nos sensores o valor do desvio, limites superior e inferior estabelecido.



Figura 3-21 Visualização do Sistema para ajustes de repetibilidade.



Figura 3-22 Visualização do Sistema para ajustes de centralização.

A Figura 3-23 apresenta os resultados de campanhas realizadas no gabarito no início das medições dos corpos de prova e ao final do dia.

Arquivo Gabarito (21-07-2008 00:39)	Visualiz	a Arquivo					
Espécime	Medida 1-7	Medida 2-6	Medida 3-5	Média	Altura	Inclui	*
Gabarito (21-07-2008 00:39)	146.834 / 0.006	146.876 / 0.003	147.202 / 0.003	-	318.348 / 0.019	х	
Gabarito (21-07-2008 04:50)	146.839 / 0.004	146.860 / 0.002	147.212 / 0.003	-	318.346 / 0.019		
Média	146.834 / 0.006	146.876 / 0.003	147.202 / 0.003	-	318.348 / 0.019		
JI		1			1		4
Detalhe dos Lvdt "s				Ajusta Limites	Retor	nar	

Figura 3-23 Resultados de campanhas de aquisição de leituras no gabarito.

Para validar a realização de leituras pelo robô de pequenas variações de volume ao longo de um grande período de tempo com a precisão necessária para que os dados obtidos

sirvam como parâmetros de análise da expansão de RAA submeteu-se dois corpos de prova cilíndricos de concreto sob efeitos de variação de temperatura. As leituras iniciais foram realizadas com o gabarito e ambos os corpos-de-prova à temperatura da sala de ensaio de 26° C. Em seguida, um dos corpos de prova de concreto foi destinado a uma sala climatizada a uma temperatura de 4° C, enquanto que o segundo foi colocado em uma sala climatizada de 40° C. Os corpos de prova de concreto foram mantidos no local até que permanecessem com a temperatura da sala climatizada. O gabarito permaneceu à temperatura da sala de ensaio.

Após a estabilização da temperatura dos corpos de prova nas salas climatizadas, o corpo de prova devidamente isolado, para evitar a troca de calor com o ambiente, foi levado para a sala de ensaio para uma nova leitura. Após a leitura do gabarito, foram realizadas leituras do corpo de prova ao longo do tempo, em intervalos regulares, com o objetivo de avaliar a capacidade do robô de registrar as pequenas deformações do concreto ao voltar lentamente à temperatura da sala de ensaio. Os gráficos da Figura 3-24 apresentam as variações dimensionais do corpo de prova de concreto quanto submetido a uma temperatura de 4º C e em seguida quando retornou a temperatura ambiente.



(a) Variação do diâmetro médio.



(c) Variação do volume.

Figura 3-24 Variação volumétrica do CP submetido à temperatura de 4°C.

Os resultados obtidos nos gráficos indicam que a leitura 0 corresponde à leitura realizada no CP à temperatura da sala de ensaio. A leitura 1, por sua vez, corresponde à leitura do CP imediatamente após a retirada da sala climatizada de 4º C. Desta forma, foi observada a eficiência do robô na leitura da retração do CP quando submetido à uma temperatura inferior à temperatura da sala de ensaio. Depois da leitura 1, o CP permaneceu na sala de ensaio e a partir da leitura 2 até a leitura 6, observou-se dilatação nas medidas do CP enquanto se estabilizava à temperatura ambiente.

No caso do corpo de prova submetido à temperatura de 40° C (Figura 3-25), foi registrada a expansão entre a leitura 0 e a leitura 1, após a estabilização da temperatura do CP à 40° C. Entre a leitura 1 e a leitura 3, observa-se a retração do CP enquanto o corpo de prova se estabilizava à temperatura ambiente.





Figura 3-25 Variação volumétrica do CP submetido à temperatura de 40°C.

As medidas de variação volumétrica obtidas nos corpos de prova de concreto mostraram que o robô é um equipamento adequado a medição da RAS.

As medidas de variação volumétrica desta pesquisa, obtidas em corpos de prova cilíndricos com a utilização do robô, foram realizadas com periodicidade média quinzenal durante cerca de 425 dias a partir da idade de 28 dias.

3.3.2.4. Comportamento na Absorção de Água por Imersão

O ensaio de absorção de água por imersão foi realizado de acordo a norma NBR 9778 (2005), em 3 corpos de prova com dimensões de (50 x 50 x 50) mm, sendo feita uma adaptação e os mesmos ensaiados aos 28 dias de idade e após 90, 180 e 365 dias de imersão na solução de NaOH.

Para a determinação da absorção de água (A), do índice de vazios (Iv) e da massa específica da argamassa (ρ) emprega-se as seguintes equações:

$$A = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \times 100;$$

$$I_v = \frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \times 100;$$

$$\rho = \frac{m_s}{m_{sat} - m_i} \times 100;$$

Onde:

 $m_s = massa específica da amostra seca em estufa;$

m sat = massa específica da amostra saturada em água após a imersão;

 $m_i = massa da amostra saturada imersa em água após fervura.$

 ρ = massa específica real;

3.3.2.5. Análise Microestrutural

As amostras foram previamente submetidas a uma análise visual, através do uso de uma lupa estereoscópica para identificar os pontos de interesse (ASTM C-856, 2011). Para a execução das análises por MEV, as amostras foram fragmentadas com o uso de martelo, ponteira e talhadeira com o intuito de realizar uma inspeção visual inicialmente, localizar pontos de interesse e selecionar material suficiente e representativo para análise. Após a seleção do material, a superfície das amostras selecionadas recebeu a deposição de uma fina camada de material condutor (no presente caso, à base de ouro - Au) para que pudesse ser visível ao MEV. Desta forma, os espectros obtidos a partir das microanálises realizadas poderão conter o elemento ouro (Au), não fazendo parte da composição final das fases identificadas. Em seguida as amostras foram analisadas através do MEV utilizando em conjunto a técnica de espectrometria por energia dispersiva (EDX), possibilitando uma correlação entre as diversas morfologias características dos produtos encontrados e os seus componentes químicos (por microanálise).

O estudo microestrutural foi realizado em argamassas expostas às mesmas condições de imersão e temperatura que os demais corpos de prova ao longo de 360 dias. As análises realizadas no MEV foram executadas em superfícies de fratura, usando-se o detector de elétrons secundários. Por meio da análise de imagens no MEV, fazendo associação com a microanálise EDS, foi possível avaliar a estrutura interna dos materiais a nível micro estrutural e verificar as possíveis neoformações presentes.

Na análise das misturas REFN e CB12N foi empregado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) do Laboratório multiusuário de microscopia de Alta Resolução da UFG, de modelo JSM – 6610, marca JEOL, equipado com EDS, ThermoScientific NSS Spectral Imaging. Nas análises das misturas CB8N e SI8N o MEV utilizado foi da marca Zeiss, modelo Axioskop 40 Pol do laboratório da Eletrobras Furnas.

4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1.COMPORTAMENTO DAS ARGAMASSAS AFETADAS POR RAS

As análises do comportamento das argamassas afetadas por RAS sob compressão axial, na tração por flexão, na expansão livre, na absorção de água por imersão e no estudo microestrutural são apresentadas utilizando as designações REFN, CB8N, CB12N e SI8N, que correspondem sucessivamente as argamassas com substituição de percentuais de 0%, 8% e 12% da massa do cimento por CBCA e com substituição do percentual de 8% da massa do cimento por sílica ativa.

Para inferência estatística das médias de deformações por RAA, resistência à compressão, módulo de elasticidade, resistência à tração por flexão, absorção e índice de vazios foi utilizada a análise de variância (ANOVA) e pós-teste TUKEY, com nível de significância de 5%.

4.1.1. Comportamento em Ensaios de Expansão Livre

4.1.1.1. Deformações Longitudinais

A Figura 4-1 mostra a evolução da média e respectivos desvios das expansões longitudinais de cada mistura a partir dos 28 dias de idade aos 425 dias de imersão em NaOH.



Figura 4-1 Evolução das médias das expansões longitudinais das misturas.

A Tabela 4-1 apresenta os valores médios das expansões longitudinais (%) das misturas aos 275, 360 e 425 dias de imersão na solução alcalina a $40\pm2^{\circ}$ C.

Misturas	Média d	la Expansão Longitu	dinal (%)
Misturas	275 dias	360 dias	425 dias
REFN	0,051	0.089	0,133
SI8N	-0,063	0,05	-0,039
CB8N	0,080	0,125	0,139
CB12N	0,032	0,066	0,063

Tabela 4-1 Médias das expansões longitudinais das misturas após imersão na solução de NaOH.

Observando-se as médias das expansões longitudinais verifica-se que a mistura SI8N apresentou retrações e que as demais aos 425 dias de ensaio mostraram expansões de 0,06% na CB12N, de 0,13 % na REFN e 0,13% na CB8N.

A inferência estatística confirma que não há evidências de diferenças significativas das médias entre REFN e a CB8N para o período de 425 dias de ensaio. Atesta a diferença significativa a nível de 5% entre as expansões da SI8N e das demais mistura, como também entre a CB12N e a REFN e entre a CB12N e a CB8N.

As expansões longitudinais medidas na argamassa de referência, REFN, aos 360 de imersão em solução de hidróxido de sódio a 1 N em temperatura de 40°+ 2°C foram de 0,09%. Valor bem inferior ao obtido nesta pesquisa pelo método acelerado das barras de argamassa, ABNT NBR15577-4 (2008), que foi de 0,51% aos 16 dias e 0,80 % aos 30 dias.

Na comparação dos desempenhos das misturas com outras semelhantes disponíveis na literatura faz-se menção apenas as expansões longitudinais, já que o comprimento nesta dimensão é semelhante aos adotados nos ensaios ABNT NBR15577, ASTM-C1260 e ASTM-C1293. Os valores das expansões longitudinais determinadas são compatíveis com os obtidos por HASPARYK (2005) em ensaios pelo método de prismas de concreto ASTM-C1293, a partir de testemunhos extraídos de concreto da barragem de Furnas e de espécimes moldados com agregado graúdo quartzítico, proveniente do mesmo local que o agregado miúdo utilizado nesta pesquisa. No programa experimental desenvolvido por HASPARYK (2005) os ensaios nos espécimes de concreto moldados obtiveram como expansão média aos 365 dias o valor de 0,09% e nos espécimes extraídos de concreto as expansões residuais variaram entre 0,09 e 0,15%.

Observa-se no gráfico da Figura 4-1 que as médias das expansões longitudinais das misturas CB8N e CB12N apresentam o início de uma evolução crescente próximo aos 90 dias, enquanto na REFN esta condição ocorre a partir dos 200 dias. Esta antecipação no processo de expansão das misturas CB8N e CB12N ocorre, possivelmente, devido a maior

quantidade de álcalis presente na cinza de bagaço de cana (ver Tabela 3-2). Aos 275 dias a CB12N mostra uma redução na taxa de evolução das expansões, enquanto as CB8N e REFN evoluem até alcançarem valores próximos aos 425 dias de ensaio. A SI8N não apresentou expansões longitudinais durante todo o período de ensaio, e sim retrações.

A Figura 4-2 apresenta as expansões longitudinais medidas nos três corpos de prova de cada mistura a partir dos 28 dias de idade aos 425 dias de imersão em NaOH.



Figura 4-2 Evolução da expansão longitudinal dos corpos de prova das misturas.

4.1.1.2. Deformações Diametrais

A Tabela 4-2 apresenta os valores médios das expansões diametrais (%) das misturas aos 275, 360 e 425 dias de imersão na solução alcalina a $40\pm2^{\circ}$ C.

Observando-se as médias das expansões diametrais verifica-se que a partir dos 275 dias de ensaio a mistura SI8N apresentou retrações e que as demais até os 425 dias de ensaio mostraram expansões de 0,06 % na REFN, 0,07% na CB12N, e 0,14% na CB8N. Comparando-se estas expansões com as obtidas longitudinalmente aos 425 dias de ensaio, nota-se que as misturas com adição de cinza de bagaço de cana apresentaram diferenças mínimas, contudo a mistura de referência não tem o mesmo comportamento.

Mictures	Média da Expansão Diametral (%)						
wiisturas	275 dias	360 dias	425 dias				
REFN	0,038	0,055	0,060				
SI8N	-0,012	-0,013	-0,029				
CB8N	0,087	0,110	0,138				
CB12N	0,048	0,063	0,067				

Tabela 4-2 Médias das expansões diametrais das misturas após imersão na solução de NaOH.

A inferência estatística confirma a diferença significativa a nível de 5% entre as expansões da SI8N e das demais mistura para o período de 425 dias de ensaio. Atesta que não há evidências de diferenças significativas entre as médias da REFN e da CB12N, como também entre a da CB8N e estas duas.

A Figura 4-3 mostra a evolução da média e respectivos desvios das expansões diametrais de cada mistura a partir dos 28 dias de idade aos 425 dias de imersão em NaOH.



Figura 4-3 Evolução das médias das expansões diametrais das misturas.

A variabilidade entre os resultados obtidos nos três espécimes de cada mistura ressalta a heterogeneidade intrínseca existente na reação álcali-sílica, também verificada por LARIVE (1997) e HASPARYK (2005). Para dar destaque a esta heterogeneidade são apresentados gráficos das médias das expansões para cada mistura, como também os resultados dos três corpos de prova.

A Figura 4-4 apresenta as expansões diametrais medidas nos três corpos de prova de cada mistura a partir dos 28 dias de idade aos 425 dias de imersão em NaOH.



Figura 4-4 Evolução da expansão diametral dos corpos de prova das misturas.

4.1.1.3. Deformações Volumétricas

A Tabela 4-3 apresenta os valores médios das expansões volumétricas (%) das misturas aos 275, 360 e 425 dias de imersão na solução alcalina a $40\pm2^{\circ}$ C.

Observando-se as médias das expansões volumétricas verifica-se que nos 275 e 360 dias de ensaio a mistura CB12N apresenta valores equivalentes aos da REFN, contudo aos 425 dias o da REFN é 19% maior. A mistura CB8N apresentou valores de expansão maiores que a REFN durante todo o período do ensaio e a SI8N não apresentou expansões a partir dos 31 dias de imersão na solução alcalina.

A inferência estatística atesta não haver diferença significativa entre as médias das expansões volumétricas das misturas CB8N e REFN, como também entre as da CB12N e REFN com relação aos 360 e 425 dias de ensaio. Contudo, há diferença significativa à nível de 5% entre as deformações da SI8N e das demais misturas, como também entre as expansões das misturas CB12N e CB8N, tanto aos 360 quanto aos 425 dias de ensaio.

Mictures	Média da Expansão Volumétrica (%)					
wiisturas	275 dias	360 dias	425 dias			
REFN	0,127	0,199	0,235			
SI8N	-0,087	-0,076	-0,097			
CB8N	0,254	0,345	0,415			
CB12N	0,128	0,192	0,197			

Tabela 4-3 Médias das expansões volumétricas das misturas após período de imersão na solução de NaOH.

A Figura 4-5 mostra a evolução da média e respectivos desvios das expansões volumétricas de cada mistura a partir dos 28 dias de idade aos 425 dias de ensaio em imersão de solução alcalina.



Figura 4-5 Evolução das médias das expansões volumétricas das misturas.

As misturas REFN e CB12N apresentam desempenho muito semelhante. Nota-se, porém que os inícios das expansões das misturas CB12N e CB8N ocorrem em período antecipado à da mistura REFN, possivelmente devido a maior quantidade de álcalis proveniente da cinza de bagaço de cana.

As expansões apresentadas pela argamassa CB8N geram suspeitas da ocorrência de efeito péssimo neste estudo, mas para qualquer afirmação genérica seria necessário testar misturas com vários teores de cinza de bagaço de cana de açúcar e também analisar a variabilidade dos resultados, conforme ressaltado por MAAS *et al.* (2007). O efeito

péssimo tem sido observado em vários agregados. O efeito péssimo causado por um baixo teor de substituição de pozolana pode ser devido a um crescimento mais rápido da concentração de álcalis e do pH da solução dos poros causada pela adição, associada a um início retardado da reação pozolânica (HEWLETT, 2004). Uma tendência similar foi verificada por HASPARYK (1999), que constatou efeito similar para o teor de 4% com adição de sílica ativa.

A Figura 4-6 apresenta as expansões volumétricas medidas nos três corpos de prova de cada mistura a partir dos 28 dias de idade aos 425 dias de imersão em NaOH.



Figura 4-6 Evolução da expansão volumétrica dos corpos de prova das misturas

A observação dos gráficos de evolução das deformações volumétricas mostra que a substituições nos teores de 12% da massa do cimento por cinza de bagaço de cana de açúcar não propiciou mitigação significativa das expansões nas condições experimentais adotadas. A substituição de 8% da massa do cimento por sílica ativa mitigou as expansões da reação álcali-sílica.

A dispersão entre os resultados obtidos nos três espécimes de cada mistura ressalta a heterogeneidade intrínseca existente na reação álcali-sílica. LARIVE (1997) alerta sobre a distinção entre erro e heterogeneidade, já que esta surge a partir das diferenças da distribuição da sílica reativa no agregado.

A relação entre expansões longitudinais e diametrais medidas, denominada por LARIVE (1997) de fator de anisotropia, varia entre as argamassas produzidas e em função do tempo conforme apresentadas na Tabela 4-4. O comportamento anisotrópico das expansões pode ser constatado nesta pesquisa a partir de expansões maiores que 0,03%. O fator de anisotropia para a mistura REFN é crescente dos 360 dias para 425 dias de ensaio, enquanto as misturas CB8N e CB12N apontam redução.

Fator de Anisotropia (Longitudinal/Diametral)							
	28±360 dias	28±425 dias					
REFN	1,62	2,22					
CB8N	1,14	1,00					
CB12N	1,05	0,94					

Tabela 4-4 Relação entre expansão longitudinal e diametral

No amplo programa experimental desenvolvido por LARIVE (1997), que incluiu medições nas direções transversais e longitudinais de vários espécimes de concreto sujeitos a reação álcali-agregado, foi obtida como relação média entre as expansões longitudinais (na direção da moldagem) e transversais um valor próximo de 2. As relações determinadas variavam entre 1,3 e 2.8, sendo obtidas em ensaios de expansão livre e com as amostras armazenadas em câmara úmida à temperatura de 23°C e 38°C.

A partir dos procedimentos e equipamentos adotados nesta pesquisa para a medição de expansões de reação álcali-sílica envolvendo agregados lentamente reativos verificou-se que a substituição dos teores de 8% e 12% de massa do cimento por cinza de bagaço de cana de açúcar não proporcionaram redução das expansões. Já a mistura com substituição de 8% da massa do cimento por sílica ativa foi eficiente, não apresentando expansões deletérias.

4.1.2. Comportamento na Compressão Axial

4.1.2.1. Avaliação após 28 dias

A Figura 4-7 apresenta as curvas tensão versus deformação típicas para as misturas após 28 dias de cura na câmara úmida aos 21°C, obtidas sob cargas de compressão. Todos os ensaios foram iniciados com a deformação zero.



Figura 4-7 Curvas tensão versus-deformação típicas das misturas aos 28 dias de idade.

A Tabela 4-5 apresenta os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da resistência à compressão axial (fc), deformação axial na tensão do pico (ϵ_a), e módulo de elasticidade (E) para as misturas na idade de 28 dias.

Observa-se pelos resultados obtidos que aos 28 dias de idade as resistências médias à compressão das misturas REFN e CB12N são praticamente equivalentes, diferem apenas por uma redução de 4% para a CB12N. Já a adição de 8% de sílica ativa proporcionou um acréscimo da resistência à compressão na mistura SI8N de 30% em relação a da REFN e de 16% em relação a da CB8N. A adição de 8% de cinza de bagaço de cana gerou um acréscimo de 12% na resistência à compressão da CB8N em relação a REFN.

Mistrass	f_c	CV	εa	CV	Е	CV
Misturas	(MPa)	(%)	(με)	(%)	(GPa)	(%)
REFN	41,69	1,31	2373,25	9,99	26,00	6,18
SI8N	54,31	2,78	2488,20	8,11	27,67	0,83
CB8N	46,69	3,83	2731,32	2,70	27,69	2,31
CB12N	39,87	3,98	2579,75	3,29	24,98	2,72

Tabela 4-5 Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo de elasticidade após 28 dias na câmara úmida.

Estes resultados estão compatíveis com os obtidos por outros pesquisadores. PAULA *et al.* (2009) obteve para resistência média à compressão axial de argamassas aos 28 dias, produzidas com cimento CP-V ARI, relação a/c 0,48, substituição de cimento por CBCA nos teores de 0%, 10%, 20% e 30% os valores de 47,8 MPa, 48,0 MPa, 46,9 MPa e 40,7 MPa, respectivamente. Os autores concluem através de análise estatística não haver diferença na resistência obtida para os teores entre 0 e 20%. A partir da comparação das resistências obtidas nas idades de 7 e 28 dias, verificaram que os ganhos percentuais nos teores de 10% e 20% eram maiores que o da argamassa controle e constataram que a reação pozolânica tem início entre 7 e 15 dias após a mistura, quando a hidratação do cimento se apresenta já em estado avançado.

Considerando que todas as misturas testadas no presente estudo foram mantidas em cura úmida a 21°C por 28 dias e que essa temperatura não acelera a reação álcali-sílica, conclui-se que a substituição no teor de 8% tanto de sílica ativa quanto de cinza de bagaço de cana de açúcar contribuíram em muito com o aumento da resistência à compressão, enquanto o teor de 12% de CBC não acarretou perdas significativas.

A inferência estatística confirma que as médias das resistência à compressão das misturas REFN, SI8N, e CB8N diferem entre si à nível de 5% e que não há diferença significativa entre os valores obtidos para a REFN e CB12N. Os módulos de elasticidade e as deformações da tensão de pico de todas as misturas não diferem entre si estatisticamente.

Os módulos de elasticidade e as deformações da tensão de pico obtidos não apresentam variações significativas, mostrando comportamento similar entre as misturas.

4.1.2.2. Avaliação após 90 dias

A Figura 4-8 apresenta as curvas tensão versus deformação típicas para as misturas após 90 dias de imersão alcalina aos 40°C, obtidas sob cargas de compressão.

A Tabela 4-6 apresenta os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da resistência a compressão (fc), deformação axial na tensão do pico ((ϵ_a), e módulo de elasticidade(E) para as misturas após 28 dias de cura e 90 dias de imersão na solução alcalina a $40\pm2^{\circ}$ C.

Tabela 4-6.Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo de elasticidade após 90 dias de imersão na NaOH.

Minteres	f_c	CV	εa	CV	Е	CV
Misturas	(MPa)	(%)	(με)	(%)	(GPa)	(%)
REF	47,64	4,79	2445,48	4,59	28,46	0,67
SI8N	52,82	6,00	2384,44	6,46	29,68	1,31
CB8N	66,67	4,52	3746,54	5,29	25,42	5,29
CB12N	51,32	1,49	2506,35	5,90	23,57	2,12

Aos 90 dias de imersão na solução alcalina a 40°C as misturas CB8N e CB12N apresentaram expressiva elevação da resistência à compressão, alcançando cerca de 40% e 8%, respectivamente, a mais que a REFN no mesmo período. As misturas REFN, CB8N e CB12N obtiveram ganhos significativos de resistência de 14%, 43% e 29% em relação aos valores obtidos no período anterior. Assim como aumentou a resistência a compressão da CB8N a deformação correspondente a tensão de pico também foi muito superior as demais. Este fato indica que a microestrutura da CB8N sofreu alteração significativa no período proporcionado um comportamento menos frágil à ruptura que o das demais, como se constata observando a Figura 4-8.



Figura 4-8 Curvas tensão versus-deformação típicas das misturas aos 90 dias de imersão em solução alcalina aos 40°C.

Após 90 dias exposta a solução alcalina a 40°C a resistência à compressão da SI8N praticamente não sofreu alteração em relação à obtida aos 28 dias. A sílica ativa produz efeitos físicos e químicos rapidamente. Segundo MAAGE (1987), em temperatura de 20° C a reação pozolânica inicia por volta do sétimo dia, enquanto para temperaturas mais altas (35°C) a contribuição química já é observada aos dois dias de idade do concreto. MEHTA (1989) considera que a sílica ativa é capaz de contribuir para a resistência à compressão do concreto no período inicial da hidratação (1 a 3 dias), sendo que a contribuição mais significativa ocorre até os 28 dias de idade, a partir deste período é relativamente pequena. Considerando que a maioria dos efeitos físicos e químicos da sílica ativa se aplicam tanto no concreto quanto em argamassa, as observações de MAAGE (1987) e MEHTA (1989)

colaboram no entendimento do fato da SI8N não ter apresentado nesse período nenhum ganho de resistência.

A mistura SI8N apresentou acréscimo significativo de 7% no módulo de elasticidade em relação ao período anterior.

A diferença significativa a nível de 5% entre as médias da resistência à compressão da CB8N e as demais é confirmada pela ANOVA e TUCKEY. As médias das resistências à compressão das misturas REFN, CB12N e SI8N não diferem estatisticamente. As médias dos módulos de elasticidade das misturas REFN e SI8N não apresentam diferença significativa entre si, da mesma forma que entre as médias dos módulos da CB8N e CB12N. A inferência estatística confirma a evidente diferença entre os módulos de elasticidade das REFN e SI8N e dos obtidos para as CB8N e CB12N.

4.1.2.3. Avaliação após 180 dias.

A Tabela 4-7 apresenta os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da resistência à compressão axial (fc), deformação axial na tensão do pico (ϵ a), e módulo de elasticidade (E) para as misturas CB8N e CB12N após 28 dias de cura e 180 dias de imersão na solução alcalina a 40±2°C.

Tabela 4-7.Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson após 180 dias de imersão na NaOH

Misturas	f_c	CV	ε _a	CV	Е	CV
Wilsturas	(MPa)	(%)	(με)	(%)	(GPa)	(%)
CB8N	56,17	7,74	3800,46	22,61	17,69	10,42
CB12N	50,11	1,85	3470,87	4,50	17,25	4,04

Aos 180 dias de imersão na solução alcalina as misturas CB8N e CB12N apresentaram redução significativa dos módulos de elasticidade em relação aos valores obtidos aos 90 dias de ensaio. Também apresentaram um decréscimo das médias da resistência à compressão da CB8N entre esses mesmos períodos. O decréscimo da

resistência da CB8N foi de 16%, enquanto as quedas nos módulos das CB8N e CB12N foram de 30% e 27%, respectivamente.

4.1.2.4. Avaliação após 360 dias.

A Figura 4-9 apresenta as curvas tensão versus deformação típicas para as misturas após 360 dias de imersão na solução alcalina aos 40°C, obtidas sob cargas de compressão.



Figura 4-9 Curvas tensão versus-deformação típicas das misturas aos 360 dias de imersão alcalina aos 40°C.

A Tabela 4-8 apresenta os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da resistência à compressão axial (fc), deformação axial na tensão do pico (ϵ_a), e módulo de elasticidade(E) para as misturas após 28 dias de cura e 360 dias de imersão na solução alcalina a 40±2°C.

Mistures	f_c	CV	εa	CV	Е	CV
Misturas	(MPa)	(%)	(με)	(%)	(GPa)	(%)
REF	45,76	4,38	3437,30	9,05	16,54	0,770
SI8N	43,63	1,81	2932,74	3,37	15,29	4,44
CB8N	56,33	2,17	4110,82	10,24	14,51	10,67
CB12N	47,61	2,97	3366,67	3,57	16,06	1,54

Tabela 4-8.Valores médios de resistência à compressão, deformação axial, módulo de elasticidade após 360 dias de imersão na NaOH.

Aos 360 dias de imersão em solução alcalina a mistura CB8N apresenta média de resistência à compressão estatisticamente superior as das demais misturas. Entre os módulos de elasticidade não há diferença significativa. As deformações axiais da tensões no pico das misturas SI8N e CB8N diferem entre si a nível de 5%.

Aos 360 dias de imersão na solução alcalina aos 40°C as misturas CB8N e SI8N mostraram redução significativa de 15,5% e 17,4% nas médias de resistências à compressão em relação as obtidas no período de 90 dias, enquanto a REFN e CB12N não apresentaram diferença significativa para esse período.

Comparando-se as médias de resistência à compressão determinadas aos 360 dias de imersão com as dos 28 dias de idade para cada mistura, as CB8N e CB12N apresentaram valores superiores de 20,6% e 19,4%, respectivamente, nos 360 dias, enquanto a SI8N média inferior de 19,7% e a REFN não apresenta diferença significativa a nível de 5%.

Além disso, as médias de resistência à compressão da CB8N e CB12N determinadas aos 360 dias de ensaio são superiores as obtidas aos 28 dias de idade para a mistura REFN.

Aos 360 dias de ensaio todas as argamassas apresentaram redução significativa nos módulos de elasticidade em relação aos valores obtidos nos 28 dias de idade. As misturas CB8N, SI8N, obtiveram redução de cerca de 48% e 45%, respectivamente, e as REFN e CB12N de 36%.

4.1.2.5. Evolução da Resistência à Compressão Axial.

A Figura 4-10 apresenta graficamente a evolução das médias das resistências à compressão axial das argamassas a partir dos 28 dias de idade aos 360 dias de ensaio, submetidas à imersão na solução alcalina aos 40°C.

Observa-se no gráfico que aos 360 dias de ensaio de expansão as misturas CB8N e CB12N apresentaram resistências à compressão maiores que aos 28 dias de idade, mostrando que a cinza de bagaço de cana proporcionou um ganho de resistência significativo. A elevação da resistência à compressão das misturas CB8N e CB12N no período de 28+90 dias sugere ter suporte no preenchimento dos poros pelos produtos da reação álcali-sílica.



Figura 4-10 Evolução da resistência à compressão axial das misturas e respectivos desvios padrões.

A Figura 4-10 destaca o comportamento anômalo da mistura SI8N posterior os 28 dias de idade. Nesta pesquisa não foi utilizado dispersante associado a adição de sílica ativa

cuja ausência pode ter influência no desempenho da SI8N, fazendo com que grumos de sílica ativa possam funcionar como agregados reativos.

No estudo da evolução das propriedades mecânicas de concreto afetado por reação álcali-sílica LARIVE (1997) conclui que elevadas quedas de resistência podem ser provenientes de condições de armazenamento (lixiviação durante o armazenamento em imersão). Para amostras armazenadas em umidade ela não verificou nenhuma redução na resistência à compressão, apesar das deformações excederem 0,25% (2500 μ m / m).

HASPARYK (2005) também não verificou queda nas resistências à compressão determinadas aos 28, 90, 180 e 365 dias em corpos de provas de concreto mantidos em elevada umidade a 38° C.

MARZOUK *et al.* (2003) obteve redução de cerca de 24% na resistência a compressão em concretos preparados com agregados altamente reativos e expostos a solução de hidróxido de sódio em temperaturas de 80° C por 12 semanas.

4.1.2.6. Evolução do Módulo de Elasticidade.

A Figura 4-11 apresenta graficamente a evolução das médias dos módulos de elasticidade das argamassas a partir dos 28 dias de idade aos 360 dias imersão em solução alcalina aos 40°C.

O gráfico ressalta o processo diferenciado existente nos 90 dias entre o par de misturas REFN e SI8N e CB8N e CB12N. Aos 90 dias de imersão em solução alcalina a 40°C a mistura SI8N apresentou acréscimo significativo no módulo de elasticidade, o que não acontece com as demais misturas, cujos resultados de 28 e 90 dias são semelhantes. Aos 360 dias todos os módulos das misturas alcançaram valores próximos bem reduzidos. Esta alteração da rigidez é compatível com a degradação físico-química das misturas e com índices apresentados em outras pesquisas.



Figura 4-11 Evolução dos módulos de elasticidade das misturas e respectivos desvios padrões.

LARIVE(1997) verificou em seu programa experimental redução de 25% em relação ao módulo inicial em concretos afetados por reação álcali-sílica e cuja queda se estabiliza neste patamar.

HASPARYK (2005) obtém em concretos afetados por RAS, mantidos por 360 dias em ambiente úmido com temperatura de 38°C, 24% de redução nos valores dos módulos de elasticidade em relação aos de 28 dias.

MARZOUK *et al.* (2003) verificaram quedas de até 80% no módulo de elasticidade de concretos mantidos por 12 semanas em condições extremamente agressivas (NaOH e 80° C).

As Figura 4-12 a 4-15 mostram a evolução das curvas tensão versus deformação para todas as mistura a partir dos 28 dias de idade aos 360 dias de imersão em solução alcalina a 40°C. Observa-se que o comportamento de todas as misturas aos 360 dias de ensaio é mais linear e que as configurações das curvas ao longo do tempo mostram os decréscimos expressivos dos módulos de elasticidade dos 90 para os 360 dias de imersão. A

redução dos módulos de elasticidade ao longo do tempo podem ser explicados pela presença de fissuras na microestrutura das argamassas com ou sem adição.



Figura 4-12 Evolução das curvas tensão versus deformação para a mistura REFN.



Figura 4-13 Evolução das curvas tensão versus deformação das misturas SI8N.



Figura 4-14 Evolução da curvas tensão versus deformação para a mistura CB8N.



Figura 4-15 Evolução das curvas tensão versus deformação da mistura CB12N.

4.1.3. Comportamento na Tração por Flexão

4.1.3.1. Avaliação após 28 dias.

A Figura 4-16 apresenta as curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 28 dias na câmara úmida aos 21°C, referentes ao ensaio de tração na flexão.



Figura 4-16 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 28 dias na câmara úmida aos 21°C.

Os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da carga máxima atingida, da tensão de ruptura (σ_u) e do respectivo deslocamento (δu), alcançado pelas misturas no ensaio de tração na flexão estão apresentados na Tabela 4-9.

Aos 28 dias de idade todas as misturas apresentaram valores semelhantes de resistência à tração obtidos no ensaio de flexão a quatro pontos.

A inferência estatística confirma que os módulos de ruptura à flexão aos 28 dias das quatro argamassas não diferem entre si à nível de 5% de significância.

Mistures	Carga	CV	σ_{u}	CV	δ_{u}	CV
Misturas	(kN)	(%)	(MPa)	(%)	(mm)	(%)
REFN	4,30	10,88	6,19	10,88	0,043	7,20
SI8N	4,66	7,26	6,72	7,26	0,040	8,19
CB8N	4,74	14,96	6,82	14,96	0,041	15,43
CB12N	3,96	19,87	5,70	19,87	0,040	25,08

Tabela 4-9 Valores médios da carga máxima, tensão de ruptura e deslocamento determinados em ensaios de tração por flexão nas misturas após 28 dias de cura

4.1.3.2. Avaliação após 90 dias.

A Figura 4-17 apresenta as curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 90 dias na solução alcalina aos 40°C, referentes ao ensaio de flexão em 4 pontos.



Figura 4-17 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 90 dias de imersão em solução alcalina a 40°C

Os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da carga máxima atingida, da tensão de ruptura (σ_u) e do respectivo deslocamento (δu), alcançado pelas misturas em ensaio de tração na flexão após 90 dias de imersão na solução alcalina estão apresentados na Tabela 4-10.

Misturas	Carga (kN)	CV (%)	σ _u (MPa)	CV (%)	δ _u (mm)	CV (%)
REF	4,67	1,01	6,73	1,01	0,040	9,00
SI8N	5,39	16,93	7,76	16,93	0,039	21,40
CB8N	4,47	0,84	6,43	0,84	0,032	10,94
CB12N	5,28	21,56	7,60	21,56	0,048	15,87

Tabela 4-10 Valores médios da carga máxima, tensão de ruptura e deslocamento determinados em ensaios de tração por flexão nas misturas após 90 dias na solução alcalina aos 40°C

A inferência estatística conclui que os módulos de ruptura à flexão aos 90 dias das quatro argamassas não diferem entre si à nível de 5% de significância.

As médias dos módulos de ruptura aos 90 dias de imersão das quatro argamassas não diferem estatisticamente das respectivas médias aos 28 dias de idade.

4.1.3.3. Avaliação após 180 dias.

A Figura 4-18 apresenta as curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 180 dias de imersão na solução alcalina aos 40°C, referentes ao ensaio de flexão em 4 pontos.

Os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da carga máxima atingida, da tensão de ruptura (σ_u) e do respectivo deslocamento (δu), alcançado pelas misturas em ensaio de tração na flexão após 180 dias de imersão na solução alcalina estão apresentados na Tabela 4-11.



Figura 4-18 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 180 dias de imersão em solução alcalina a 40°C.

Tabela 4-11 Valores médios da carga máxima, tensão de ruptura e deslocamento determinados em ensaios de tração por flexão nas misturas após 180 dias na solução alcalina aos 40°C

Misturas	Carga (kN)	CV (%)	σ _u (MPa)	CV (%)	δ _u (mm)	CV (%)
REF	3,69	33,04	5,31	33,04	0,027	40,93
SI8N	4,79	33,50	6,90	33,50	0,022	32,03
CB8N	3,89	3,11	5,60	3,11	0,049	7,12
CB12N	4,35	1,88	6,27	1,88	0,042	59,22

A inferência estatística conclui que os módulos de ruptura à flexão das quatro argamassas, aos 180 dias de ensaio, não diferem entre si à nível de 5% de significância.

As médias dos módulos de ruptura aos 180 dias de imersão das quatro argamassas não diferem estatisticamente das respectivas médias aos 28 dias de idade e aos 90 dias de imersão.

4.1.3.4. Avaliação após 360 dias.

A Figura 4-19 apresenta as curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 360 dias na solução alcalina aos 40°C, referentes ao ensaio de flexão em 4 pontos.



Figura 4-19 Curvas cargas versus deslocamento típicas para as misturas após 360 dias de imersão em solução alcalina a 40°C.

Os valores médios e respectivos coeficientes de variação (CV) da carga máxima atingida, da tensão de ruptura (σ_u) e do respectivo deslocamento (δu), alcançado pelas misturas em ensaio de tração na flexão após 360 dias de imersão na solução alcalina estão apresentados na Tabela 4-12.

A inferência estatística atesta não haver diferença significativa à nível de 5% de significância entre as médias dos módulos de ruptura à flexão das quatro argamassas, aos 360 dias de imersão em solução alcalina.

Os módulos de ruptura à flexão aos 360 dias de ensaio das quatro argamassas não apresentam diferenças significativas a nível de 5% das respectivas médias determinadas aos 28 dias de idade, aos 90 e 180 dias de imersão.
Misturas	Carga (kN)	CV (%)	σ _u (MPa)	CV (%)	δ _u (mm)	CV (%)
REF	3,23	34,27	4,91	24,13	0,040	33,75
SI8N	3,43	20,12	4,94	20,12	0,044	23,38
CB8N	5,09	8,26	7,33	8,26	0,066	4,94
CB12N	4,92	2,72	7,09	2,72	0,067	14,58

Tabela 4-12 Valores médios da carga máxima, tensão de ruptura e deslocamento determinados em ensaios de tração por flexão nas misturas após 360 dias na solução alcalina aos 40°C.

4.1.3.5. Evolução da Resistência à Tração por Flexão.

A Figura 4-20 apresenta graficamente a evolução das médias dos módulos de ruptura de todas as misturas a partir dos 28 dias de idade aos 360 dias de imersão em solução alcalina aos 40°C.

O gráfico da evolução da resistência à tração das misturas indica um desempenho melhor das misturas CB8N e CB12N aos 360 dias de imersão, apresentando maiores valores de resistência à tração na flexão do que as demais misturas. Este indicativo não se confirma com diferenças significativas a nível de 5%, devido a variabilidade dos resultados obtidos nos ensaios. Supõe-se que esta variabilidade nos resultados dos ensaios podem ser justificados pela heterogeneidade intrínseca ao fenômeno da reação álcali-sílica.



Figura 4-20 Evolução dos módulos de ruptura das misturas e respectivos desvios padrões.

4.1.4. Absorção de Água por Imersão

Na Tabela 4-13 estão apresentados os resultados referentes aos ensaios de absorção de água por imersão (A), índice de vazios (I.V.) e massa específica da mistura (ρ) REFN aos 28 dias de idade e após 90, 180 e 360 dias de imersão na solução alcalina a temperatura de 40°C.

Misturas	A (%)	I.V. (%)	m s (g /cm ³)	m sat (g /cm ³)	ρ (g/cm ³)
REFN28	5,07	10,80	2,13	2,24	2,39
REFN90	3,90	8,44	2,16	2,25	2,36
REFN180	3,68	7,92	2,15	2,23	2,34
REFN360	3,05	6,62	2,17	2,24	2,33

Tabela 4-13 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica da argamassa REFN

Dos 28 dias de idade aos 360 dias de ensaio a mistura REFN apresentou redução de absorção de água, índice de vazios e massa específica. A absorção e índice de vazios obtidos aos 360 dias de ensaio são cerca de 60% dos valores referentes aos 28 dias. Supõe-

se que partir da hidratação do cimento a redução possa ser atribuída ao preenchimento dos poros da mistura por gel da reação álcali-sílica.

A inferência estatística confirma a diferença significativa à nível de 5% entre as medias aos 28 dias de idade e aos 360 dias de ensaio para a absorção de água, índice de vazios e massa específica.

Na Tabela 4-14 estão apresentados os resultados referentes aos ensaios de absorção de água por imersão (A), índice de vazios (I.V.) e massa específica da mistura (ρ) SI8N aos 28 dias de idade e após 90, 180 e 360 dias de imersão na solução alcalina a temperatura de 40°C.

Mistures	А	I.V,	m s	m sat	ρ
Misturas	(%)	(%)	(g/cm^3)	(g /cm ³)	(g/cm^3)
SI8N28	3,97	8,41	2,12	2,20	2,31
SI8N90	3,22	6,94	2,16	2,23	2,32
SI8N360	2,09	4,43	2,12	2,16	2,22

Tabela 4-14 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica da argamassa SI8N

A absorção e índice de vazios da mistura SI8N apresentaram declínios dos 28 dias de idade aos 360 dias de ensaio. A absorção e índice de vazios médios determinados aos 360 dias de ensaio são cerca de 53% dos valores desses mesmos índices na idade de 28 dias. Os reduzidos valores e decréscimos da absorção de água e índice de vazios dos 28 dias de idade aos 360 dias de ensaio podem ser atribuídos aos efeitos químicos e físicos da adição de sílica ativa.

A inferência estatística confirma a diferença significativa à nível de 5% entre os 28 dias de idade e os 360 dias de ensaio entre as médias da absorção de água, do índice de vazios e da massa específica.

Na Tabela 4-15 estão apresentados os resultados referentes aos ensaios de absorção de água por imersão (A), índice de vazios (I.V.) e massa específica da mistura (ρ) CB8N

aos 28 dias de idade e após 90, 180 e 360 dias de imersão na solução alcalina a temperatura de 40°C.

A absorção e índice de vazios da mistura CB8N apresentou comportamento semelhante ao da mistura SI8N, quanto às reduções, sendo que para esta mistura as quedas foram mais acentuadas, alcançando aos 360 dias valores na ordem de 21% dos valores iniciais, que podem ser atribuídas principalmente ao preenchimento dos poros da mistura por gel da reação álcali-sílica.

Mistures	А	I.V.	m s	m sat	ρ
wiisturas	(%)	(%)	(g/cm^3)	(g/cm^3)	(g/cm^3)
CB8N28	5,00	10,71	2,14	2,25	2,40
CB8N90	2,62	5,70	2,20	2,26	2,33
CB8N360	1,04	2,26	2,18	2,21	2,24

Tabela 4-15 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica da argamassa CB8N

A inferência estatística confirma a diferença significativa à nível de 5% entre os 28 dias de idade e os 360 dias de ensaio para a absorção, índice de vazios e massa específica.

Na Tabela 4-16 estão apresentados os resultados referentes aos ensaios de absorção de água por imersão (A), índice de vazios (I.V.) e massa específica da mistura (ρ) CB12N aos 28 dias de idade e após 90, 180 e 360 dias de imersão na solução alcalina a temperatura de 40°C.

Mistures	А	I.V.	m s	m sat	ρ
Misturas	(%)	(%)	(g/cm^3)	(g /cm ³)	(g/cm^3)
CB12N28	5,82	12,25	2,11	2,23	2,40
CB12N90	3,72	8,01	2,16	2,24	2,34
CB12N180	2,88	6,32	2,19	2,26	2,34
CB12N360	0,31	0,67	2,19	2,20	2,21

Tabela 4-16 Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica da argamassa CB12N

A mistura CB12N apresentou queda significativa na absorção, índice de vazios e massa específica. A absorção e índice de vazios médios determinados aos 360 dias de ensaio são 5,3% e 5,5%, respectivamente, dos valores desses mesmos índices na idade de 28 dias. Atribui-se como possível justificativa para tal redução o preenchimento dos poros pelo gel da reação álcali- sílica associado ao efeito químico da adição de cinza de bagaço de cana de açúcar.

A Figura 4-21 associa os resultados da absorção das misturas para cada período ensaiado.

Observa-se que aos 28 dias a REFN e a CB8N não apresentam diferença significativa à nível de 5% e que a CB12N, que difere das demais, apresenta um valor médio ligeiramente mais alto provavelmente devido às características higroscópicas da cinza de bagaço de cana de açúcar.

Aos 90 dias de ensaio as quatro misturas não são consideradas diferentes estatisticamente. O processo de hidratação e de formação dos produtos da reação álcaliagregado podem ter contribuído com o decréscimo da absorção das misturas, sendo compatível a CB8N apresentar a menor absorção, já que neste período produziu a maior expansão.



Figura 4-21 Evolução da absorção (%) das misturas e respectivos desvios padrões.

Aos 360 dias todas as misturas são consideradas estatisticamente diferentes, a maior absorção obtida foi a da REFN e a menor a da CB12N, que apresentam expansões volumétricas semelhantes no período. Considerando que o processo de colmatação dos poros pela presença de gel da reação álcali- sílica provavelmente ocorrido nestas duas misturas sejam semelhantes, supõe-se que a reação pozolânica possa estar contribuindo para a menor absorção da CB12N.

4.1.5. Análise Microestrutural

4.1.5.1. Observação com a Lupa Estereoscópica

As inspeções visuais e por meio de lupa que precederam as análises do microscópio eletrônico de varredura (MEV) e acompanham a preparação das amostras para o MEV indicaram nas amostras selecionadas alguns poros preenchidos ou revestidos por material esbranquiçado, sendo as vezes vítreo.

Nas Figura 4-22 a 4-25 estão registradas algumas dessas características observadas.



Figura 4-22 Vista geral da amostra de referência-REFN.



Figura 4-23 Detalhe de poros revestidos por material esbranquiçado na amostra da REFN.



Figura 4-24 Vista geral da amostra de referência-CB12N



Figura 4-25 Detalhe dos poros com revestimento branco (à esquerda) e vítreo (à direita) na CB12N.

O aspecto dos produtos observados nas imagens das misturas REFN e CB12N indicam semelhança.

A Figura 4-26 apresenta imagens, obtidas com a lupa, de poro parcialmente preenchido com material branco na mistura CB8N. Na SI8N observa-se um poro totalmente preenchido, além de vários poros vazios ao seu redor. As misturas CB8N e SI8N apresentaram nos testes de expansão comportamento opostos, a CB8N acusou expansões, já a SI8N não apresentou expansão. Estes comportamentos podem estar associados à incidência de produtos formados, bem como vazios na pasta, respectivamente.



Figura 4-26 Na CB8N, imagem à esquerda, em destaque poro com revestimento branco, na imagem à direita, SI8N, em destaques ao centro poro totalmente preenchido e ao redor poros vazios.

4.1.5.2. Observação e Análise com o MEV

O objetivo da análise com o microscópio eletrônico de varredura (MEV) foi verificar a presença de produtos de reação álcali-sílica e de microfissuração, buscando informações a nível microestrutural das misturas para auxiliar no entendimento dos comportamentos observados com os resultados obtidos na caracterização a nível macro.

As Figura 4-27 a 4-32 apresentam a microestrutura das argamassas após 360 dias de imersão em solução de hidróxido de sódio a 1 N em temperatura de $40 \pm 2^{\circ}$ C. As amostras analisadas se apresentaram bem semelhantes do ponto de vista microestrutural. Dentre as principais características observadas nas imagens, se encontram os poros (que na inspeção visual se apresentavam com deposições), contendo produtos sugestivos da reação álcali-agregado (RAA), e mais especificamente da reação álcali-sílica, na forma de gel maciço. Há a presença de poros revestidos e preenchidos, além da ocorrência de microfissuras na pasta e na zona de transição.

Todas amostras analisadas apresentaram alguma microfissuração na pasta e na zona de transição. A Figura 4-27 mostra micrografias das misturas REFN e CB12N, destacando o aspecto semelhante na zona de transição, que se apresenta prejudicada, com carência de aderência. A CB8N também apresentou microfissuração, porém esta parece estar concentrada também na pasta, da mesma forma que para a CB12N. A SI8N não indicou importantes perdas de aderência entre o agregado e a pasta, na região de transição e a incidência de microfissuração e produtos neoformados sugestivos da RAS foi pouco expressiva.



(a)





(c)

(d)



Além do exposto, a mistura REFN também apresenta importante incidência de fraturamento no agregado, em decorrência da RAA, conforme apresentado na Figura 4-28.



Figura 4-28 Região do agregado fragmentado - REFN

As Figura 4-29 mostra poros das argamassas REFN e CB12N revestido por gel maciço gretado típico da RAS. Detalhes químicos destes géis (em destaque nas imagens da Figura 4-29) obtidos por microanálise estão apresentados nas Figura 4-33 eFigura **4-34**.



Figura 4-29 Poros das argamassas REFN (a) e CB12N (b) revestidos por gel.

As micrografias da argamassas CB8N e SI8N, indicadas na Figura 4-30, favorecem a suspeita que as partículas das adições possam ter se aglomerado formando grumos reativos, porém no caso da sílica ativa não geraram géis expansivos. Foram observadas ainda

microfissuras radiais na argamassa CB8N, apontadas em destaque na Figura 4-30 e localizadas ao redor dos produtos da reação ao longo da pasta.



(a)

(b)

Figura 4-30 Poros das argamassas CB8N (a) e SI8N (b) preenchidos por provável material aglomerado. Fissuras radiais indicadas em (a).

Outra característica interessante verificada na CB8N, dentro de um poro, foi a presença de fases aciculares sílico-cálcico alcalinas sugestivas da RAS (Figura 4-31).

Espécies cristalizadas também foram verificadas por HASPARYK (1999) em argamassas atacadas por solução de NaOH no estudo da RAA, sendo confeccionadas com adições minerais.



Figura 4-31 CB8N-produtos cristalizados típicos da RAS.

Na argamassa SI8N foi observada incidência de alguns poros vazios, conforme registros na Figura 4-32.



Figura 4-32 Incidência de poros vazios na SI8N, (a) vista geral, (b) detalhe dos poros.

As análises qualitativas das composições químicas dos produtos observados, obtidas por microanálise através do MEV/ EDS, indicam a presença variada de sílica, cálcio e álcalis (sódio e potássio), conforme espectros apresentados nas. Outros elementos químicos podem estar presentes, porém em baixos teores (Al); o elemento ouro (Au) indicado nos

espectros se deve ao processo de metalização das amostras, não fazendo parte da composição final dos produtos identificados.



Figura 4-33 Detalhe do gel da RAS em destaque na Figura 4-29(a), REFN, e espectro indicando composição sílico-cálcico alcalina.



Figura 4-34 Detalhe do gel em destaque na Figura 4-29(b), CB12N, e espectro indicando composição sílico-cálcico alcalina.



Figura 4-35 Detalhe e espectro de gel observado na CB8N de composição sílico-cálcico alcalina.



Figura 4-36 Espectro de produto sílico-alcalino em detalhe observado na SI8N (Ampliação da Figura 4-30 b) sugerindo aglomeração da sílica ativa.

Estudos envolvendo adições para mitigar a RAA mostram que mesmo fazendo-se uso do material pozolânico é possível observar a formação de produtos semelhantes aos da RAA (HASPARYK, 1999), porém com diferentes capacidades de expandir, dependendo do tipo de adição, teor empregado e agregado reativo (HASPARYK, 1999; MUNHOZ, 2007). Portanto a questão neste caso pode não ser apenas a quantidade de produtos formados, mas a sua composição química (HASPARYK, 1999), com base na relação entre os seus elementos constituintes, de forma a gerar mais ou menos expansão, mesmo na presença de adições.

Outros pesquisadores, através de investigação microscópica, observaram a aglomeração de partículas de sílica ativa, formando grumos não reativos ou reativos. YAJUN et al. (2003) analisando os efeitos da sílica densificada na resistência à compressão de pastas cimentícias, não verificaram melhora da microestrutura e da propriedade mecânica devido a ocorrência de aglomerações esféricas de partículas, com tamanhos superiores a 100 µm. Na Figura 4-30 observam-se prováveis aglomerações de adição (CB8N e SI8N) em dimensões semelhantes. Por outro lado, MAAS et al. (2007) desenvolveram um programa experimental com ensaios de expansão (ASTM C1260 e ASTM C 227) e análises microscópicas de argamassas com agregados de diferentes níveis de reatividade (RAS). Fizeram uso de 3 tipos de sílica ativa com distribuição granulométrica diferenciadas, em substituição parcial do cimento nos teores de 2, 4, 6 e 10% em massa. Os pesquisadores concluíram que a ocorrência de aglomerações não é suficiente para condenar a sílica ativa como sendo propensa a desenvolver reação expansiva álcali-sílica. Neste sentido, observa-se que o comportamento da sílica ativa no presente estudo não foi expansivo, o que segue o comportamento do observado por MAAS et al.(2007)

5 CONCLUSÕES

A substituição nos teores de 8% e 12% de massa do cimento por cinza de bagaço de cana de açúcar na argamassa produzida com quartzito reativo não proporcionou redução das expansões, sendo que o teor de 8%, neste estudo, funcionou como um teor péssimo. A substituição de 8% em massa do cimento por sílica ativa foi a única condição capaz de eliminar as expansões da reação álcali-sílica nas condições testadas.

Com relação à mitigação de expansões provenientes da reação álcali-sílica, a diferença de comportamento entre as misturas com sílica ativa e cinza de bagaço de cana pode ser atribuída às características físico-químicas e cristalográficas das adições, ressaltando o maior efeito pozolânico da sílica ativa com teor de sílica amorfa maior que 85% e superfície específica B.E.T. de 20.000 m2/kg. O teor de sílica amorfa da CBCA utilizada na pesquisa e sua superfície específica são 7,8% e 523 m²/kg, respectivamente.

Os ensaios de expansão realizados nesta pesquisa mostraram que as expansões longitudinais e diametrais podem ter evoluções diferenciadas e que um equipamento que é capaz de medir deformações em direções ortogonais é adequado para medições volumétricas de longo prazo. A evolução das expansões das misturas revelaram a presença marcante da anisotropia na mistura sem adição e comportamento diferenciado relativo às com adição.

A heterogeneidade intrínseca da RAS impõe que a medição volumétrica contemple várias seções do espécime, além de uma série de observações sob condições de repetividade, para reduzir ao máximo os erros aleatórios, condições plenamente atendidas pelo robô.

As irregularidades presentes na superfície do espécime, que contribuem com a variabilidade das medidas, podem ser identificadas e corrigidas através de um sistema de aquisição e análise como o do robô.

A análise da substituição do cimento por cinza de bagaço de cana nas propriedades mecânicas e físicas, tais como resistência à compressão, resistência à tração e absorção mostram que os produtos da reação pozolânica densificam a microestrutura e o material fica mais resistente à fratura. Porém, deve-se considerar que os ganhos de resistência também ocorrem devido a densificação da matriz pelos produtos neoformados da RAS, que colmatam os poros. Esta condição afeta o módulo de elasticidade, que apresentou queda significativa para todas as misturas. O estudo microestrutural atestou a presença de microfissuração e produtos da reação álcali-sílica em todas as misturas, o que justifica a queda dos valores dos módulos de elasticidade.

A análise das propriedades mecânicas e físicas da mistura com substituição do cimento por sílica ativa, sem a utilização de dispersante, mostrou que a eficiência inicial da finura decresce devido ao fato de as partículas de elevada área superficial, tenderem a aglomeração, podendo formar grumos, que prejudicam o desempenho da mistura, conforme observado na análise com o microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Os resultados demonstram que é preciso avançar nas pesquisas medições de expansões volumétricas de longa duração para verificar de forma mais abrangente o comportamento das adições minerais na mitigação da reação álcali-sílica.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Concreto Determinação de massa específica, massa específica aparente e absorção de água: NBR NM 53, 2003.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Agregados Determinação da composição granulométrica: NBR NM 248, 2003.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Agregados-Reatividade álcali-agregado Parte 4: Determinação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado: NBR 15577-4, 2008.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Agregados-Reatividade álcali-agregado Parte1: Guia para avaliação da reatividade potencial e medidas preventivas para uso de agregados em concreto: NBR 15577-1, 2008.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Agregados-Reatividade álcali-agregado Parte 5: Determinação da mitigação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado: NBR 15577-5, 2008.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Argamassas e Concretos Endurecidos, Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica: NBR 9778, 2005.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Concreto Determinação da resistência a tração na flexão de corpos-de-prova prismáticos: *NBR NM 55*, 1996.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Determinação da resistência à compressão: NBR 7215, 1996.

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Sílica ativa para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta Parte 2: Ensaios químicos: NBR 13956, 2012.
- ASTM, Standard Practice for Petrographic Examination of Hardened Concrete, ASTM C-856, 2011.
- ASTM, Standard Specification for Concrete Aggregates, ASTM C-33, 1993.
- ASTM, Standard Test Method for determination of length change of concrete due alkalisilica reaction: ASTM C-1293, 2008.
- ASTM, Standard Test Method for Determining the Potential Alkali-Silica Reactivity of Combinations of Cementitious, Materials and Aggregate (Accelerated Mortar-Bar Method): ASTM C1567, 2013.
- ASTM, Standard test method for potential alkali reactivity of aggregates (mortarbar method): *ASTM C1260*, 2014.
- ASTM, Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Cement-Aggregate Combinations (Mortar Bar Method), ASTM C-227, 2010.
- ASTM, Standard test method for static modulus of elasticity and Poisson ratio of concrete in compression: *ASTM C469*, 1987.
- BAZANT, Z. P.; STEFFENS, A. "Mathematical model for kinetics of alkali-silica reaction in concrete", *Cement and Concrete Research*, v. 30, n. 3, pp. 419-428, 2000.
- BRUNAUER, S., EMMETT, P. H., TELLER, E., "Adsorption of gases in multimolecular layers", Journal of the American Chemical Society, v. 60, pp. 309-319, 1938.
- CAPRA, B., BOURNAZEL, J. P., BOURDAROT, E. (1995) "Modeling of Alkali-Aggregate Reaction Effects in Concrete Dams". In: Proceedings of the Second International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Hydroeletric Plants and Dams, USCOLD, pp. 441-455, Chatanooga, Tennessee, EUA, 1995.
- CASTRO, N. (2012), Study of the relationship between aggregate petrographic properties versus expansion tests, Thesis Department of Geology and Mineral Resources Engineering, Faculty of Engineering Science and Technology, Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, 164 pp.

- COOK, D. J. Natural pozzolanas. In: Swamy, R. N. (ed.), *Concrete technology and design. Cement replacement materials*, Vol.3. Blackie & Son Ltd, London, 1986.
- CORDEIRO G.C. (2006), Use of sugar cane bagasse ash and rice husk ashes as mineral admixture in concrete, Thesis Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 445 pp.
- CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIRN, E. M. R., "Caracterização de Cinza do Bagaço de Cana de Açúcar para Emprego como Pozolana em Materiais Cimentícios", *Química Nova*, Vol. 32, No 1, pp. 82-86, 2009.
- CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIRN, E. M. R., "Cinza ultrafina do Bagaço de Cana de Açúcar: material pozolânico de alto potencial para países tropicais", *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, Vol. 3, No. 1, pp. 50-67, 2010.
- CORDEIRO, L. N. P.(2009) Análise da variação do índice de amorfismo da cinza de casca de arroz sobre a atividade pozolânica. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre.
- DAL MOLIN, D.C.C., "Adições minerais para concreto estrutural", *Concreto-Ensino, Pesquisas e Realizações,* v.1, pp 345-379, 2005.
- DUCHESNE, J., "ASR Mitigation by the use of supplementary cementing materials:evaluation of the available alkali content". In: B. FOURNIER, ed. *Marc-André Bérubé symposium on alkali-aggregate reactivity in concrete, Montréal*, pp. 129-138, 2006.
- FAIRBAIRN EMR, AMERICANO BB, CORDEIRO GC, PAULA TP, TOLEDO FILHO RD, SILVOSO MM. "Cement replacement by sugar cane bagasse ash: CO2 emissions reduction and potential for carbon credits", *J. Environ. Manage* 91, pp. 1864-1871, 2010.
- FAIRBAIRN, E. M. R., TOLÊDO FILHO, R. D., RIBEIRO, F. L. B., SILVOSO, M. M., LOPES, L. E., AGUAS, M. F. F., GUEDES, Q. M., Análise Experimental e Modelagem Numérica para a Expansão por Reação Álcali-Agregado (RAA) em Estruturas de Concreto – Relatório no 2 – Ensaios para calibração de modelos – Revisão Bibliográfica, COPPETEC/UFRJ, 2002.
- FORAY, G., POYET, S., CAPRA, B., SELLIER, A., TORRENTI, J., TOURNIER, H., BOURDAROT, E., "Assessment at the laboratory scale of several factors affecting ASR reaction to build a model validation data base", Proceedings of 12th Int. Conf. On Alkali-Aggregate Reaction (ICAAR) in Concrete, 15-19, Beijing, China, 2004.

- FRÍAS, M., VILLAR, ERNESTO, SAVASTANO, HOLMER, "Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture", *Cement & Concrete Composites*, 33, pp. 490-496, 2011.
- FRÍAS, M., VILLAR-COCIÑA, E., VALENCIA-MORALES, E., "Characterisation of sugar cane straw waste as pozzolanic material for construction: Calcining temperature and kinetic", Waste Management, 27, pp. 533-538, 2007.
- GILLOTT, J., "Alkali-aggregate reaction in Nova Scotia IV. Character of the reaction", *Cement and Concrete Research*, 3, pp. 521-535, 1973.
- GIORLA, A., DUNANT, C., SCRIVENER, K., "Experimental and numerical study of alkali-silica reaction under multi-axial load", *Proceedings of the 14th Internacional Conference on the Alkali Aggregate Reaction*, Texas, 2012, 10 pp.
- GLASSER, F.P.," Introduction to alkali-aggregate reaction in concrete", In: R. N. SWAMY (ed.), *The alkali-silica reaction in concrete.* London: Blackie and Son Ltd., pp.30-53, 1992.
- GOBBO, L. A.(2009), Aplicação da difração de raios X e Método de Rietveld no estudo de cimento Portland. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. Instituto de Geociências. São Paulo.
- GOYAL AJAY, ANWAR, A.M., KUNIO, HIDEHIKO, H., O., "Properties of Sugarcane Bagasse Ash and its Potential as Cement – Pozzolana Binder", *Twelfth Internacional Colloquium on Structural and Geotechnical Engineering*, Cairo, 2007.
- HASPARYK N.P., MONTEIRO, P.J.M., CARASEK, H., "Effect of sílica fume and rice husk ash on the alkali-silica reaction", *Materials Journal*, 97, pp. 486-492, 2000.
- HASPARYK, N. P. (1999) Investigação dos Mecanismos da Reação Álcali-Agregado Efeito da Cinza de Casca de Arroz e da Sílica Ativa. Dissertação (Mestrado) - UFG, Escola de Engenharia Civil, Goiânia, 257 p.
- HASPARYK, N.P. (2005), Investigação de concretos afetados pela reação álcali-agregado e caracterização avançada do gel exsudado, Thesis Graduate Program in Civil Engineering, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 316 p.
- HEWLETT, P. C., *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*, fourth edition, Elsevier Science & Technology Books, India, 2004.

- HOBBS D.W, GUTTERIDGE W. A, "Particle size of aggregate and its influence upon the expansion caused by the alkali-silica reaction". *Magazine of Concrete Research*, Vol. 31, № 109, 1979.
- HOBBS. D. W., Alkali Silica Reaction in Concrete, Thomas Telford, London, 1988.
- KNUDSEN, T., THAULOW N., "Quantitative microanalyses of alkali-silica gel in concrete", *Cement and Concrete Research*, 5, 443-454, 1975.
- KURIHARA,T., KATAWAKI, K., "Effects of moisture control and inhibition on alkali silica reaction", *Proceedings of the 8th International Conference of the Alkali-Aggregate Reaction in Concrete*, Kyoto(Japan), pp. 629-634, 1989.
- KURTIS, K. E., COLLINS, C. L., MONTEIRO, P. J. M. "The Surface Chemistry of the Alkali-Silica Reaction: a Critical Evaluation and X-Ray Microscopy", *Concrete Science and Engineering*, v. 4, pp 2-11, 2002.
- LARIVE, C. (1997), Apports combinés de l'experimentation et de la modélisation à la compréhension de l'alcali-réation et des ses effects mécaniques, Thesis Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 327 p.
- LÉGER, P.; CÔTÉ, P.; TINAWI, R. "Finite element analysis of concrete swelling due to alkali aggregate reactions in dams", *Computers & Structures*, v. 60, n. 4, pp.601-611, Junho 1996.
- LIMA, S. P. B., "Quantificação de fases amorfas em pozolanas usando difratometria quantitativa" Método de Rietveld, Seminário de Físico-Química de Materiais Cimentícios, COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, 2010.
- LINDGÅRD (2013), Alkali–silica reactions (ASR)-Performance testing, PhD thesis, NTNU, Norwegian University of Science and Technology Trondheim, 272 p.
- LINDGARD J., THOMAS, M.D.A., SELLEVOLD, E.J., PEDERSEN, B., ANDIÇ-ÇAKIR,Ö., JUSTNES, H., RØNNING, T.F., , "Alkali-silica reactions(ASR) performance testing: Influence of specimen pre-treatment, exposure conditions and prism size on alkali leaching and prism expansion", *Cement and Concrete Research*, 53, pp.68-90, 2013.
- LINDGARD, J., ANDIÇ-ÇAKIR Ö., FERNANDES I., RØNNING, T.F., THOMAS, M. D. A., "Alkalisilica reactions(ASR): Literature review on parameters influencing laboratory performance testing", *Cement and Concrete Research*, 42, pp.223-243, 2012.

- LOTHENBACH, B., SCRIVENER K., HOOTON, R. D., "Supplementary cementitous materials", *Cement and Concrete Research*, 41, pp.217-229, 2011.
- MAAS A. J., IDEKER, J. H., JUENGER MARIA C.G.; "Alkali silica reactivity of agglomerated silica fume"; *Cement and Concrete Research*, 37, pp. 166–174, 2007.
- MACEDO, P.C. (2009), Avaliação do desempenho de argamassas com adição de cinza do bagaço de cana-de-açúcar, Dissertação (mestrado) da Universidade Estadual Paulista (Ilha Solteira), São Paulo, 116 p.
- MARZOUK, H., LANGDON S., "The effect of alkali-aggregate reactivity on the mechanical properties of high and normal strength concrete", *Cement & Concrete Composites* 25 (2003) 549–556.
- METHA, P. K., MONTEIRO P. J. M., (2008), *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*, 3 ed. São Paulo: Editora IBRACON, 674 p.
- MULTON, S., SEIGNOL J-F., TOUTLEMONDE, F., "Effects of late water supply on ASR progress in damaged structures", *Proceedings of 12th Int. Conf. On Alkali-Aggregate Reaction (ICAAR) in Concrete*, 15-19, Beijing, China, 2004.
- MULTON,S., (2004) Évaluation expérimentale et théorique des effets mécaniques de l'alcali-reaction sur des structures modèles, Laboratoire Central des Ponts et Chausses, Paris, France.
- MUNHOZ, F. A, (2007), Efeito das adições ativas na mitigação das reações álcali-sílica e álcali-silicato, Dissertação da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 166p.
- NEUMANN, R.; SCHENEIDER, C. L.; ALCOVER NETO, A. Caracterização Tecnológica de Minérios. Capítulo 3. CT2004-181-00 Comunicação Técnica elaborada para a 4ª Edição do Livro de Tratamento de Minérios, 55 -109, Rio de Janeiro, 2004.
- NEVILLE, A. M., Propriedades do Concreto. 2. ed. São Paulo: PINI, 1997.
- OBERHOLTER, R. E., DAVIES, G., "An accelerated method for testing the potential alkali reactivity of silicious aggregates", *Cement and Concrete Research*, 16, pp. 181-189, 1986.
- OLAFSSON, H., "The effect of relative humidity and temperature on alkali expansion of motar bars", Proceedings of the 7th International Conference of the Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Otawa (Canadá), 1986.

- PACELLI DE ANDRADE, W. e Equipe do Laboratório de Concreto de FURNAS, "CONCRETOS massa, estrutural, projetado e compactado com rolo Ensaios e Propriedades", 1 ed. São Paulo, PINI, 1997.
- PARK, S. B. & LEE, B. C. "Studies on Expansion Properties in Mortar Containing Waste Glass and Fibres", *Cement and Concrete Research*, v. 34, pp.1145-1152, 2004.
- PAULA, M.O., I.F.F TINOCO, C.S.RODRIGUES, E.N.DA SILVA, C.F.SOUZA, "Potencial da cinza do bagaço da cana-de-açúcar como material de substituição parcial de cimento Portland", *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambienta*, 13 (3), pp.353– 357; 2009.
- PEC 4963, PROJETO COPPETEC, Desenvolvimento de equipamentos para medição experimental de Reação Álcali-Agregado, Relatórios Técnicos, 2006.
- PETERSON, M. G., ULM, F-J, "Chemoplasticity of the Alkali-Silica Reaction in Concrete: Modeling of Stress-Induced Anisotropy", Report, Department of Civil & Enviromental Engineering - School of Engineering, Massachsetts, EUA, 2000.
- PHILIPPO, S., Naud, J. and Verkaeren, J.," Geochemical evaluation of the Lueshe niobium deposit (Zaire) by Rietveld quantitative X-ray diffraction", *Applied Geochemistry*, 12(2),pp. 175-180, 1997.
- POYET S., SELLIER A., CAPRA, B., THEVENIN G., TORRENTI J.-M., PRENE S., TOURNIER H.,, BOURDAROT, E. "An Homogenisation theory to study the aggregate size range effect on ASR swelling: Numerical implementation and experimental fitting". Proceedings of the 6th CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, Thessaloniki, Greece, ACI SP-210, 2003.
- PRISZKULNIK, S. Concreto: Ensino, Pesquisa e Realizações. 1 ed. São Paulo, G.C. Isaia, 2005.
- QINGHAN B., XUEQUAN W., MINGSHU T., "Effect of reactive aggregate powder on suppressing expansion due to Alkali-Silica reaction", *Proceedings of 10th Int. Conf. On Alkali-Aggregate Reaction (ICAAR) in Concrete*, Melbourne, Australian, 1996.
- RILEM TC 106-3, Detection of potential alkali-reactivity of aggregates Method for aggregate combinations using concrete prisms, 2000.
- RILEM Technical Reports, Final report on siliceous by-products for use in concrete, *Mater. Structure*, 21,121 p., 1988.

- RIVARD, P., BÉRUBÉ.,M.,OLLIVIER, J,BALLIVY,G; "Expression of concrete pore solution for assessing residual expansion of ASR- affected structures", *Proceedings of 12th Int. Conf. On Alkali-Aggregate Reaction (ICAAR) in Concrete,* Beijing, China, 2004.
- SEIDLER, N. Efeito de adições pozolânicas na alcalinidade e consumo do hidróxido de cálcio durante a hidratação e carbonatação de materiais cimentícios. Porto Alegre. Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da UFRGS, 135p., 1999.
- SELLIER, A. BOURNAZEL, J. P., MÉBARKI, A., "Une Modélisation de la Réaction Alcalis-Granulat Intégrant une Description des Phénomènes Aléatoires Locaux". *Materials and Structures*, v. 28, no 181, pp.373-383, 1995.
- SHANNAG, M. J. YEGINOBALI, A. "Properties of pastes, mortars and concretes containing natural pozzolan", *Cement and Concrete Research*, vol.25, n3, pp.647-657, 1995.
- SILVA, M.G, "Cimento Portland com Adições Minerais", *Materiais de Construção Civil e Princípios de ciência e engenharia de materiais*, São Paulo, IBRACON, 2007.
- SINGH, N. B.; SINGH, V. D.; RAI, S.," Hydration of bagasse ash-blended Portland cement", *Cement and Concrete Research*, 30, pp.1485-1488, 2000.
- STANTON, T. E, "Expansion of Concrete through Reaction between Cement and Aggregate". *Proceedings of the American Society of Civil Engineers*, v. 66, pp. 1781-1811, 1940.
- TAYLOR, H. F. W, Cement chemistry, second edition, Thomas Telford, London, 1997.
- THOMAS, M, "The effect of supplementary cementing materials on alkali-silica reaction: A review", Cement and Concrete Research 41, pp. 200-216, 2011.
- THOMAS, M.D.A., FOURNIER B., FOLLIARD, K., IDEKER J., SHEHATA, M, "Test Methods for evaluation preventive measures for controlling expansion due the alkali-sílica reaction in concrete", *Cement and Concrete Research*, pp.1842-1856, 2006.
- THOMAS,M.D.A., FOURNIER B., FOLLIARD, K.J., Report on determining the reactivity of Concrete aggregates and selecting appropriate measures appropriate measures for preventing deleterious expansion in new concrete construction, Federal Highways Administration, Report FHWA-HIF-09-001, National Research Council, Washington D.C, 2008.

- TOUMA, W. E., (2000), Alkali-silica reaction in Portland cement concrete testing methods and mitigation alternatives, University of Texas, Austin, 503 p.
- URHAN.S, "Alkali silica and pozzolanic reactions in concrete.Part1: Interpretation of published results and a hypothesis concerning the mechanism", *Cement and Concrete Research*, 1, pp.141-152, 1987.
- WEST, G, Alkali-aggregate reaction in concrete roads and bridges. Ed. Thomas Telford, London, 157p., 1996.

Cálculos do Refinamento de Rietveld para a Cinza de Bagaço de Cana de Açúcar

O anexo A apresenta as análises por difração de raio X e os cálculos do Refinamento de Rietveld para as amostras de cinza de bagaço de cana e cinza de bagaço de cana com fluorita no teor de 20%. Os resultados da composição química e de perda ao fogo estão apresentados na tabela a seguir:

Composto	Composição (%, em massa)
SiO ₂	80,99
Al_2O_3	3,76
K ₂ O	3,99
CaO	2,51
P_2O_5	-
MgO	2,74
Fe_2O_3	2,44
SO ₃	-
Na ₂ O	0,29
MnO	0,11
Perda ao fogo	0,84
TOTAL	97,56

Para os refinamentos foram levados em consideração alguns parâmetros que causavam o desvio dos picos, que interferem na intensidade desses picos, absorção dos raios X, interferência no background e orientação preferencial de alguns minerais como a Critobalite low, Mullite 2:1, Microcline intermediate1. Os difratogramas observados (picos em azul), calculados (picos em vermelho) e os resíduos gerados (picos em cinza) com os refinamentos são mostrados a seguir.



A avaliação dos refinamentos foi realizada por meio dos parâmetros Rp, Rwp, Rexp e GOF. O refinamento obteve uma convergência aceitável das intensidades calculadas para as intensidades observadas, pois os valores de Rwp e GOF são menores que 15 e 5, respectivamente.

Material	Limite de aceitação	CBC
Rp	-	6,93
Rwp	<15%	9,49
Rexp	-	3,03
GOF	<15%	3,13

As quantidades de minerais calculadas para cada amostra são mostradas na tabela.

Mineral	Composição (% em massa)		
Quartz	50,24		
Cristobalite low	16,41		
Albite	0,71		
Mullite 2:1	4,84		
Microcline intermediate 1	6,85		
Amorfo	20,95		
Total	100		

As fórmulas químicas, de cada mineral identificado nas amostras por Rietveld, usadas para a determinação da quantidade de sílica cristalina existente, estão dispostas na Tabela abaixo:

Mineral	Composição (% em massa)	
	,	
Quartz	$Si O_2$	
Cristobalite low	Si O ₂	
Albite	Na Al Si ₃ O ₈	
Mullite 2:1	Al4.985 Si 1.016 O9.508	
Microcline	V ALC: O	
intermediate 1	K AI S1 ₃ O ₈	

As fórmulas foram empregadas na determinação do peso molecular da amostra e nos valores percentuais de SiO2, sílica cristalina.

Material	CBC
Sílica cristalina (%)	72,50
Sílica amorfa (%)	7,81
Amorfo restante (%)	13,14
Outros minerais (%)	6,55
Total de material amorfo (%)	20,95