



AVALIAÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA DE CONCRETOS DE ALTO
DESEMPENHO PRODUZIDOS COM CINZA DA CASCA DE ARROZ

Amanda Pereira Vieira

Dissertação de Mestrado 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 Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Rio de Janeiro

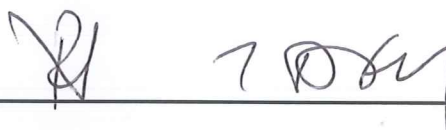
Março de 2018

AVALIAÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA DE CONCRETOS DE ALTO
DESEMPENHO PRODUZIDOS COM CINZA DA CASCA DE ARROZ

Amanda Pereira Vieira

DISSERTAÇÃO 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 MESTRE
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

Examinada por:



Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.



Prof. Guilherme Chagas Cordeiro, D.Sc.



Prof. Jorge Juan Payá Bernabeu, Ph.D.



Prof. Luís Marcelo Marques Tavares, Ph.D.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2018

Vieira, Amanda Pereira

Avaliação da Retração Autógena de Concretos de Alto Desempenho Produzidos com Cinza da Casca de Arroz / Amanda Pereira Vieira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2018.

XX, 163 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2018.

Referências Bibliográficas: p.5-21.

1. Concreto de Alto Desempenho. 2. Retração Autógena. 3. Cinza da Casca de Arroz. 4. Atividade Pozolânica 5. Caracterização Mecânica. I. Toledo Filho, Romildo Dias *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Civil. III. Título.

*“Não há comparação entre o que se perde por fracassar
e o que se perde por não tentar.”
Francis Bacon*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiro a Deus por tudo que aconteceu nesses dois anos de mestrado. Tudo na vida tem um propósito, independente do “bem” ou do “mal” que isso possa causar. No final ficam as experiências que nos ajudam a crescer e evoluir como pessoa. Tudo é perfeito do jeito que é.

Gostaria de agradecer à minha mãe, ao meu pai e à minha irmã pelo apoio e pedir desculpas pelos momentos em que não pude estar presente.

Gostaria de agradecer ao prof. Guilherme pelos primeiros ensinamentos, ainda na iniciação científica, tão fundamentais para a minha escolha profissional, pelo apoio, por tirar minhas dúvidas, pela amizade e por tudo.

Agradeço ao prof. Romildo por ter aceitado me orientar, pela atenção e pela experiência de desfrutar da estrutura dos laboratórios NUMATS/LABEST.

O meu muito obrigada aos técnicos e funcionários do NUMATS/LABEST. Adailton, Alessandro, Alex, Anderson, Luzidelle, Marcelo, Márcio e Rosângela foi muito bom trabalhar com vocês. A todos os colegas mestrando, doutorando e alunos de iniciação científica. Em especial gostaria de agradecer aos meus amigos mais próximos pela companhia e amizade construída - ao Bruno que me ajudou com os desenhos da dissertação, ao Pedro pelo suporte em Word e Excel, à Camila pela ajuda quando cheguei na COPPE, à Vivian e à Iolanda por terem sido tão atenciosas comigo sempre que precisei. Agradeço aos técnicos e chefes dos laboratórios que trabalhei: CETEM, NEXMAT e LTM. Em especial ao Rangler e ao Thiago do LTM, ao Fabricio mestrando da UENF e ao Gilvan do CETEM.

Gostaria de agradecer aos membros da banca pela presença, pelo tempo despendido na leitura do documento e pelas discussões geradas.

À CAPES pelo apoio financeiro.

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

AVALIAÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA EM CONCRETOS DE ALTO DESEMPENHO PRODUZIDOS COM CINZA DA CASCA DE ARROZ

Amanda Pereira Vieira

Março/2018

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Programa: Engenharia Civil

Estudos apontam que a estrutura celular da cinza da casca de arroz (CCA) é capaz de reter água em seu interior, reduzindo a auto dessecação de concretos. Entretanto, não são apontados quais seriam o tamanho mediano (D_{50}) de partícula e o teor de substituição ideais para reduzir a retração autógena, e se diferentes teores de carbono residual presentes na CCA influenciam nesses resultados. Para o presente estudo, foram produzidos concretos de classe de resistência à compressão de 65 MPa e duas etapas de pesquisa estabelecidas. Na primeira etapa, avaliou-se a influência do D_{50} e do teor de substituição por meio de um desenho de experimentos 2^2 com um ponto central. Foram selecionados teores de substituição de 8 a 12%, com D_{50} variando de 7 a 20 μm . Um concreto sem adição e outro com sílica ativa foram utilizados como referências. Na segunda etapa do estudo, avaliou-se a influência de teores de carbono iguais a 0,5, 6 e 12% na retração autógena do concreto contendo 12% de CCA com D_{50} igual a 20 μm . O resultado da análise fatorial indicou que para reduzir a retração autógena duas situações foram possíveis: (i) partículas ultrafinas devem ser usadas em teores baixos de substituição; (ii) cinzas com D_{50} maior que 14 μm podem substituir o cimento em teores maiores. O concreto com CCA 20 μm com 12% foi considerado como ótimo por apresentar maior teor de substituição. Ao comparar este resultado de retração com os obtidos para os concretos de referência, concluiu-se que, a CCA 20 μm foi capaz de mitigar a retração autógena dos concretos. Os estudos de caracterização da cinza e a medida do teor da umidade relativa interna dos concretos indicaram que o volume de mesoporos da CCA foi fundamental para reter água em seu interior e diminuir a autodessecação. A presença de altos teores de carbono residual das cinzas não influenciou os resultados de retração autógena em idades acima de 28 dias.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

EVALUATION OF AUTOGENOUS SHRINKAGE IN HIGH PERFORMANCE
CONCRETE PRODUCED WITH RICE HUSK ASH

Amanda Pereira Vieira

March/2018

Advisor: Romildo Dias Toledo Filho

Department: Civil Engineering

Some studies have attributed to the porous morphology structure of the rice husk ash (RHA) its capacity to retain water and reduce the self-desiccation of concrete. However, the ideal particle size (D_{50}) and the cement partial replacement level to reduce autogenous shrinkage are not well specified, and also if the different residual carbon contents present in the RHA can affect these results. In this study, a 65 MPa-compressive strength concrete was produced aiming the study of autogenous shrinkage. For this, two experimental stages were established. In the first stage, the influence of D_{50} and cement replacement by RHA was evaluated through a 2^2 -factorial design with a central point. The cement replacement levels varying from 8 to 12% and D_{50} ranging from 7 to 20 μm were selected. A concrete without mineral admixture and another with silica fume were used as references. In the second stage, the influence of 0.5, 6 and 12% of loss on ignition on RHA on autogenous shrinkage of concrete containing was evaluated. The results indicated two conditions for reducing concrete autogenous shrinkage: (i) ultrafine particles should be used at low replacement levels; (ii) ashes with D_{50} greater than 14 μm could replace the cement at high contents. The concrete with 12% of 20 μm -RHA was considered the optimal since this mixture presented the higher replacement content. The significant decrease in concrete self-desiccation was due to the pore structure of the 20 μm -RHA, especially the volume of mesopores. The presence of high levels of residual carbon from the ashes did not influence the results of autogenous shrinkage at ages above 28 days.

Índice

Lista de Figuras	xi
Lista de Tabelas	xvi
Lista de Símbolos	xviii
Capítulo 1. Introdução	1
1.1. Objetivos	3
1.2. Estrutura do trabalho	4
Capítulo 2. Revisão Bibliográfica	5
2.1 O Cimento Portland e os Mecanismos de Hidratação	5
2.2 As Pozolanas	8
2.3 A Cinza da Casca de Arroz	9
2.4 O Concreto de Alto Desempenho	13
2.5 A Retração Autógena	14
Capítulo 3. Programa Experimental	22
3.1 Materiais Utilizados	24
3.1.1 A Cinza da Casca de Arroz	24
3.1.2 O Cimento Portland de Alta Resistência Inicial	25
3.1.3 A Sílica Ativa	26
3.1.4 Os Agregados Naturais	30
3.1.5 O Superplastificante	32
3.1.6 A Água	32
3.2 Dosagem dos Concretos Utilizando o Modelo de Empacotamento Compressível	33
3.2.1 Resistência do Cimento Portland CP V ARI	33
3.2.2 Criação do Banco de Dados	34
3.2.3 Calibração dos Parâmetros “p” e “q”	34
Capítulo 4. Métodos Experimentais	38
4.1 Métodos para a Caracterização dos materiais	38
4.1.1 Classificação Granulométrica	38
4.1.2 Massa Específica	39
4.1.3 Adsorção de Gás: Superfície Específica e Porosidade	40
4.1.4 Composição de Óxidos e Perda ao Fogo	47
4.1.5 Difractometria de Raios X	48
4.1.6 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura	48

4.1.7 Atividade Pozolânica.....	49
4.1.8 Fração Solúvel de Sílica.....	50
4.1.9 Compacidade Experimental	51
4.1.10 Ponto de Saturação e Compatibilidade.....	53
4.2 Preparação dos Materiais	54
4.2.1 Homogeneização dos materiais.....	54
4.2.2 Requeima da cinza da casca de arroz.....	54
4.2.3 Moagem das cinzas da casca de arroz.....	55
4.3 Estudo da Hidratação em Pastas	56
4.3.1 Quantificação dos Produtos de Hidratação por Análise Termogravimétrica .	56
4.3.2 Calorimetria Isotérmica.....	61
4.3.3 Retração Química.....	63
4.4 Metodologia para a Produção dos Concretos	64
4.5 Estudo dos Concretos.....	67
4.5.1 Propriedades Mecânicas	67
4.5.2 Porosimetria por Intrusão de Mercúrio	68
4.5.3 Retração Autógena	70
4.5.4 Umidade Relativa Interna.....	74
4.6 Análise Estatística dos Resultados.....	75
4.6.1 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição de Cinza da Casca de Arroz	76
4.6.2 Influência do Teor de Carbono Residual da Cinza da Casca de Arroz.....	77
Capítulo 5. Resultados.....	78
5.1 Produção e Caracterização das CCA's	78
5.1.1 Cinza da Casca de Arroz com Diferentes Morfologias.....	78
5.1.1.1 Requeima da Cinza Residual da Casca de Arroz	78
5.1.1.2 Cinzas da Casca de Arroz de Diferentes Granulometrias.....	80
5.1.2 Cinza da Casca de Arroz com Diferentes Teores de Carbono	94
5.2 Estudo da hidratação em pastas com CCA	100
5.2.1 Influência do Tamanho e do Teor de substituição	100
5.2.1.1 Estudo da Cinética da Hidratação por Calorimetria isotérmica	100
5.2.1.2 Quantificação dos produtos de hidratação.....	108
5.2.2 Influência do Teor do Carbono Residual na Hidratação das Pastas.....	111
5.2.2.1 Estudo da Cinética de Hidratação por Calorimetria Isotérmica	111
5.2.2.2 Quantificação dos Produtos de Hidratação.....	112

5.3 Estudo dos Concretos de Alto Desempenho	114
5.3.1 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição no Comportamento sob Compressão Uniaxial	114
5.3.2 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição da Cinza da casca de arroz na Porosidade Total.....	122
5.3.3 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição na Retração Autógena ..	125
5.3.4 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição – Estudos Complementares	135
5.3.4.1 Retração Química	135
5.3.4.2 Umidade Relativa Interna	136
5.3.5 Influência do Teor de Carbono Residual no Comportamento sob Compressão Uniaxial	137
5.3.6 Influência do Teor de Carbono Residual na Retração Autógena	139
Capítulo 6. Conclusões	142
Capítulo 7. Sugestão para Trabalhos Futuros	145
Capítulo 8. Referências Bibliográficas	146
Capítulo 9. Anexos	156
9.1 Estudo da Influência do Tamanho Mediano de Partículas e Teor de Substituição das Cinzas da Casca de Arroz.....	156
9.1.1 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Resistência à Compressão	156
9.1.2 Análise Fatorial dos Resultados de Resistência à Compressão Uniaxial dos Concretos com Cinza da Casca de Arroz	158
9.1.3 Análise Fatorial da Retração Autógena dos Concretos com Cinza da Casca de Arroz.....	160
9.1.4 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autógena	160
9.2 Estudo da Influência do Teor de Carbono Residual das Cinzas da Casca de Arroz	161
9.1.1 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Resistência à Compressão	161
9.1.2 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autógena	162

Lista de Figuras

Figura 1: Coliseu Romano (a) (Historiazine, 2018); Panteão (b) (Janela Itália, 2018).	13
Figura 2: Taipei (a) (Cathaypacific, 2018), Viaduto Milau (b) (Megaengenharia, 2012).	14
Figura 3: Etapas do programa experimental utilizado.	22
Figura 4: Curva granulométrica do cimento Portland V.	26
Figura 5: Grãos de sílica aglomerados.	27
Figura 6: Curvas granulométricas da sílica ativa antes e após os procedimentos de diluição.	28
Figura 7: Imagem de microscopia eletrônica de varredura da sílica ativa.	29
Figura 8: DRX da sílica ativa.	29
Figura 9: Variação de condutividade elétrica após 2 minutos de ensaio.	30
Figura 10: Curvas granulométricas da brita 0 e areia natural.	30
Figura 11: Ponto de saturação e compatibilidade.	32
Figura 12: Programa <i>Betonlab Pro 8</i> : no quadrado vermelho estão os dados de partida; no quadrado amarelo as otimizações.	36
Figura 13: Peneirador vibratório Tyler Ro- Tap® 8”(a); detalhe do jogo de peneiras acopladas no peneirador (b).	38
Figura 14: Analisador de partículas a laser Malvern Mastersizer (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).	39
Figura 15: Picnômetro a gás hélio Accupyc – Micrometrics (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).	40
Figura 16: Três amostras de brita 0 em água conforme indicação das normas brasileiras (a); determinação da massa saturada superfície seca da areia natural (b).	40
Figura 17: Representação esquemática dos processos de adsorção de gás.	42
Figura 18: Isoterma de fisio-adsorção (IUPAC, 2014).	43
Figura 19: Tipos de histereses de adsorção de gás (IUPAC, 2014).	44
Figura 20: Forma esquemática para a obtenção do valor de raio do poro (Adaptado de Aligizaki, 2006).	46
Figura 21: Aparelho ASAP 2020 da marca Micromeritics (a); detalhe da amostra tratada (b) (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).	47
Figura 22: Equipamento Shimadzu EDX-720 (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).	47
Figura 23: Detalhe das cinzas da casca de arroz e sílica ativa dentro do porta amostra.	48
Figura 24: Microscópio de bancada Hitachi – TM 3000.	49
Figura 25: Ensaio de atividade pozolânica pelo método de Lúxan <i>et al.</i> (1989).	50
Figura 26: Ensaio de fração solúvel.	51
Figura 27: Compacidade experimental pelo método de demanda de água. Em detalhe é possível ver o surgimento das três folhas, indicando que o ponto de demanda de água foi atingido.	52
Figura 28: Ensaio de compacidade pelo método da compressão e vibração: detalhe do cilindro e do pistão (a); catetômetro (b).	52
Figura 29: Fases do ensaio de cone de Marsh: colocação do material cimentício no misturador (a); colocação da pasta dentro do funil de Marsh (b); pasta fluindo durante o ensaio (c); detalhe da pasta completando a proveta em 1000 ml.	53
Figura 30: Detalhe do processo de homogeneização dos materiais: pilha alongada da cinza da casca de arroz (a); pilha alongada da areia natural (b); pilha alongada da brita 0 (c).	54

Figura 31: Carcaça de porcelana (a); corpos moedores utilizados na moagem (b)..	55
Figura 32: Moinho vibratório (a); detalhe dos corpos moedores e da cinza da casca de arroz dentro do moinho (b).	56
Figura 33: Termograma (TGA) e curva da derivada da perda de massa (DTG) (Adaptado de Scrivener <i>et al.</i> , 2016).	57
Figura 34: Equipamento SDT Q600 TGA/DTA/DSC Simultâneo da TA Instruments.	58
Figura 35: Etapas da preparação das amostras de análise térmica: pasta sendo inserida dentro do saco plástico com o auxílio de seringa (a); primeiro processo de vedação com o plástico filme (b); segundo processo de vedação com fita de alumínio (c); amostras quebradas para serem trituradas na idade de cura desejada (d); com o auxílio do almofariz as amostras são moídas com álcool isopropílico (e); amostras no final do processo (f); amostras dentro do tubo plástico com álcool (g); amostras dentro do dessecador (h).	60
Figura 36: Estágios de hidratação de uma pasta de cimento (Vieira, 2018).	61
Figura 37: Etapas do ensaio de retração química: pesagem da pasta (a); ampolas seladas (b); início do ensaio (c).	64
Figura 38: Abatimento do tronco de cone (a); aparência da consistência vista lateral (b); vista superior(c).	65
Figura 39: Detalhe do molde cilíndrico com concreto recém-lançado (a); concreto desmoldados, alguns apresentam seu topo faceado (b).	67
Figura 40: Detalhes do ensaio de resistência à compressão: preparação do corpo de prova para o início de ensaio (a); início do ensaio de resistência à compressão uniaxial com aquisição de dados (b).	68
Figura 41: Detalhe para a obtenção das amostras para o ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio: corpo de prova 7,5 ϕ x 15 cm (a); disco extraído da região central do corpo de prova (b); cubos de 1cm ³ (c).	70
Figura 42: Etapas do ensaio de retração autógena.	73
Figura 43: Etapas do ensaio de retração: corpo de prova sela (a); leitura na vertical (b); pesagem do corpo de prova (c).	74
Figura 44: Sonda capacitativa (a); <i>set up</i> do ensaio de umidade interna (b).	75
Figura 45: Detalhe da mudança de coloração da cinza da casca de arroz: Cinza da casca de arroz antes da queima (a); cinza da casca de arroz após a queima (b).	78
Figura 46: Difratogramas da CCA residual e da CCA 600.	79
Figura 47: Ensaio de condutividade elétrica – pelo método desenvolvido por Lúxan <i>et al.</i> (1989).	80
Figura 48: Curvas granulométricas da cinza da casca de arroz submetida à moagem no moinho de bolas (os tempos indicados na legenda indicam a duração das moagens).	81
Figura 49: Curva da CCA 600 obtidas por diferentes tempos de moagem em moinho vibratório (os tempos indicados na legenda indicam a duração das moagens).	82
Figura 50: Curva granulométrica das diferentes cinzas que serão usadas nesse estudo e o cimento Portland V.	83
Figura 51: Aspecto geral da cinza da casca de arroz: CCA alto C (a); CCA 600 (b) e aspecto morfológico da epiderme externa: CCA alto C (c); CCA 600 (d).	84
Figura 52: Seção transversal da cinza com detalhes morfológicos da epiderme externa e porosidade da cinza (a); detalhe da estrutura externa da cinza bem característica da cinza com alguns poros (b); partícula de formato côncavo (c); visão geral dos poros presentes na cinza da casca de arroz (d); detalhes da estrutura porosa da cinza (e) e (f).	86

Figura 53: MEV da CCA 20: detalhe de duas partículas com sua estrutura celular parcialmente colapsada e com os poros preenchidos de partículas menores (a) e (b); detalhe de uma epiderme externa que foi rompida após a moagem e em seu entorno algumas partículas menores (c); detalhe geral da morfologia da cinza após a moagem (d).	87
Figura 54: MEV da CCA 14: detalhe de duas partículas com sua estrutura celular colapsada e com os poros preenchidos de partículas menores (a), (b) e (c); detalhe geral da morfologia da cinza após a moagem (d).	88
Figura 55: MEV da CCA 7: detalhe de uma das poucas estruturas de epiderme externa encontradas bem mais colapsada que as cinzas anteriores (a); detalhe para a rede porosa da estrutura da figura anterior (b); detalhe de várias partículas micrométricas sobre uma estrutura maior (c); detalhe geral da morfologia da cinza após a moagem (d).	89
Figura 56: Cinza da casca de arroz não moída (a); cinza da casca de arroz moída – CCA20 (b).	90
Figura 57: Isoterma de adsorção de gás: CCA não moída (a); CCA20 (b); CCA14(c); CCA7(d).	91
Figura 58: Isotermas de adsorção de gás das cinzas da casca de arroz estudadas....	92
Figura 59: Distribuição do diâmetro dos poros das cinzas da casca de arroz: CCA não moída, CCA20, CCA14 e CCA7.	93
Figura 60: Ensaio de condutividade elétrica – pelo método desenvolvido por Lúxan <i>et al.</i> (1989).	93
Figura 61: Curva granulométrica da CCA20 e da CCA altoC 20 μm	95
Figura 62: Difrátogramas de CCA-0,5%C, CCA-6%C e CCA-12%C.	96
Figura 63: Variação da condutividade elétrica após os 2 minutos de adição da cinza.	96
Figura 64: CCA0,5%C: imagem geral das partículas (a); detalhe em uma partícula maior encoberta por partículas menores (b), CCA6%C: imagem geral das partículas (c); detalhe em uma partícula maior encoberta por partículas menores (d), CCA12%C: imagem geral das partículas (e); detalhe de uma partícula preenchida por partículas menores (f).	98
Figura 65: Isoterma das cinzas da casca de arroz com diferentes teores de carbono.	99
Figura 66: Distribuição do tamanho dos poros das cinzas com diferentes teores de carbono.	99
Figura 67: Fluxo de calor das pastas com CCA7 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.	102
Figura 68: Fluxo de calor das pastas com CCA14 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.	102
Figura 69: Fluxo de calor das pastas com CCA20 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.	102
Figura 70: Calor acumulado das pastas com CCA7 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.	104
Figura 71: Calor acumulado das pastas com CCA14 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.	104
Figura 72: Calor acumulado das pastas com CCA20 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.	104
Figura 73: Detalhe do fluxo de calor para as pastas com CCA com 8% de substituição.	107

Figura 74: Detalhe do fluxo de calor para as pastas com CCA com 12% de substituição.	107
Figura 75: Consumo de CH para as idades estudadas em função das idades.	110
Figura 76: Teor de CH para as pastas com CCA7, CCA14 e CCA20 com 12% de substituição.	110
Figura 77: Fluxo de calor das pastas com CCA de diferentes teores de carbono (a); Calor total acumulado das pastas com CCA de diferentes teores de carbono(b).	112
Figura 78: Curvas típicas tensão-deformação dos seguintes concretos: C-REF (a); C-SA-8% (b); C-CCA7-8% (c); C-CCA7-12% (d); C-CCA20-8% (e); C-CCA20-12% (f); C-CCA14-10% (g).	115
Figura 79: Ruptura do tipo cisalhante em um dos corpos de prova de resistência à compressão.	116
Figura 80: Curvas de nível para os resultados de resistência à compressão: 3 dias (a); 7 dias (b); 28 dias (c) e 91 dias (d).	121
Figura 81: Superfície de resposta para os resultados de resistência à compressão: 3 dias (a); 7 dias (b); 28 dias (c) e 91 dias (d).	122
Figura 82: Distribuição do tamanho dos poros para os concretos produzidos com a distribuição de faixas de tamanho de poros.	123
Figura 83: Relação entre Porosidade total e D_{50}	124
Figura 84: Perda de massa durante o ensaio de retração autógena.	126
Figura 85: Curva média de retração autógena até os 100 dias para todos os concretos estudados.	127
Figura 86: Retração autógena nas primeiras idades.	128
Figura 87: Curvas de nível: aos 28 dias (a); 100 dias (b).	132
Figura 88: Retração autógena dos concretos: sem adição (C-REF), com sílica ativa (C-SA-8%) e com CCA20-12% (C-CCA20-12%).	133
Figura 89: Distribuição do tamanho dos poros para os concretos produzidos com a distribuição de faixas de tamanho de poros.	134
Figura 90: Curvas médias de retração química das pastas.	135
Figura 91: Variação da umidade interna dos concretos: sem adição (C-REF), com sílica ativa (C-SA-8%) e com CCA20-12% (C-CCA20-12%) até os 22 dias.	136
Figura 92: Curvas típicas tensão-deformação dos concretos: C-CCA0,5%C (a); C-CCA6%C (b); C-CCA 12%C (c).	138
Figura 93: Resultados médios de retração autógena dos concretos com cinza da casca de arroz até os 100 dias.	140
Figura 94: Análise de variância (<i>ONE WAY – ANOVA</i>) dos resultados de resistência à compressão aos 3 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).	156
Figura 95: Análise de variância (<i>ONE WAY – ANOVA</i>) dos resultados de resistência à compressão aos 7 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).	157
Figura 96: Análise de variância (<i>ONE WAY – ANOVA</i>) dos resultados de resistência à compressão aos 28 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).	157
Figura 97: Análise de variância (<i>ONE WAY – ANOVA</i>) dos resultados de resistência à compressão aos 91 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).	158
Figura 98: Tabela das estimativas dos efeitos geradas pelo programa <i>Statistica</i> : resistência à compressão aos 3 dias (a); resistência à compressão aos 7 dias (b); resistência à compressão aos 3 dias (d); resistência à compressão aos 3 dias (d).	159
Figura 99: Tabela da estimativa dos efeitos gerada pelo programa <i>Statistica</i> : Retração autógena aos 28 dias (a); Retração autógena aos 100 dias (b).	160
Figura 100: Análise de variância e teste de Tukey para a idade de 28 dias	161

Figura 101: Análise de variância e teste de Tukey para os resultados de resistência à compressão: 3 dias (a); 7 dias (b); 28 dias (c); 91 dias (d).....	162
Figura 102: Análise de variância e teste de Tukey para os resultados de retração autógena: 1 dias (a); 3 dias (b); 7 dias (c); 28 dias (d); 100 dias (e).	163

Lista de Tabelas

Tabela 1: Abreviatura dos óxidos presentes no cimento Portland (Ollivier e Vichot, 2014).....	5
Tabela 2: Composição do cimento Portland CP V ARI.....	26
Tabela 3: Propriedades físicas do cimento Portland CP V ARI.....	26
Tabela 4: D ₁₀ , D ₅₀ e D ₉₀ do cimento Portland V.....	26
Tabela 5: Composição de óxidos e massa específica da sílica ativa.....	27
Tabela 6: Distribuição granulométrica da sílica ativa antes e após os procedimentos de diluição.....	28
Tabela 7: Característica granulométrica da brita 0.....	31
Tabela 8: Característica granulométrica da areia natural.....	31
Tabela 9: Propriedades físicas da areia.....	31
Tabela 10: Propriedades físicas da brita 0.....	31
Tabela 11: Propriedades físicas do superplastificante.....	32
Tabela 12: Resistência do cimento Portland para as idades de 1, 3, 7, 28 e 90 dias.....	34
Tabela 13: Consumo dos materiais em kg/m ³ para os concretos de calibração.....	36
Tabela 14: Resistência dos concretos de calibração nas idades de 3,7 e 28 dias.....	37
Tabela 15: Classificação da atividade pozolânica conforme o Método de Lúxan <i>et al.</i> (1989).....	49
Tabela 16: Consumo dos materiais utilizados em cada um dos concretos no estudo para determinação do tamanho médio de partículas e teor de substituição ótimo.....	65
Tabela 17: Consumo dos materiais utilizados no estudo da influência do teor de carbono residual nas cinzas da casca de arroz.....	66
Tabela 18: Classificação da distribuição dos poros em uma matriz cimentícia (Taylor, 1987; Mehta e Monteiro, 2014).....	69
Tabela 19: Composição de óxidos da CCA alto C e da CCA 600.....	79
Tabela 20: Variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.....	80
Tabela 21: Estudo de moagem realizado no moinho de bolas.....	81
Tabela 22: Estudo de moagem realizado no moinho vibratório.....	82
Tabela 23: Superfície específica, volume médio dos poros, diâmetro médio dos poros e largura média dos poros.....	90
Tabela 24: Variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.....	94
Tabela 25: Resultados de fração solúvel.....	94
Tabela 26: Composição de óxidos e perda ao fogo das cinzas com diferentes teores de carbono.....	95
Tabela 27: Variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.....	96
Tabela 28: Superfície específica, volume médio dos poros, diâmetro médio dos poros e largura média dos poros.....	99
Tabela 29: Dados do fluxo de calor e calor total acumulado para as pastas produzidas.....	106
Tabela 30: Teor de água combinada encontrado para as pastas produzidas (%).....	108
Tabela 31: Teor de hidróxido de cálcio das pastas (%).....	109
Tabela 32: Teor de carbonato das amostras.....	111
Tabela 33: Dados do fluxo de calor e calor total acumulado para as pastas produzidas.....	112

Tabela 34: Teor de água combinada (%) presente nas pastas com CCA de diferentes teores de carbono.....	113
Tabela 35: Teor de hidróxido (%) presente nas pastas com CCA de diferentes teores de carbono.....	113
Tabela 36: Teor de carbonatação da amostra	113
Tabela 37: Valores médios de resistência à compressão em MPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	117
Tabela 38: Valores médios de módulo de elasticidade em GPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	118
Tabela 39: Valores médios de deformação de pico em $\mu\epsilon$ com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	118
Tabela 40: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 3 dias.....	119
Tabela 41: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 7 dias.....	119
Tabela 42: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 28 dias.....	120
Tabela 43: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 91 dias.....	121
Tabela 44: Classificação da porosidade dos concretos em função do diâmetro dos poros.	123
Tabela 45: Porosidade total em função do tamanho médio das partículas e da superfície específica do cimento e das adições minerais.....	124
Tabela 46: Tamanho de poro crítico.....	125
Tabela 47: Variação da perda de massa de água (%) aos 100 dias.	126
Tabela 48: Resultados médios de retração autógena ($\times 10^{-6}$) em diversas idades para os concretos moldados com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	127
Tabela 49: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial para os resultados de retração autógena aos 28 dias.	131
Tabela 50: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial dos resultados de retração autógena aos 100 dias.	132
Tabela 51: Classificação da porosidade dos concretos em função do diâmetro dos poros.	135
Tabela 52: Valores médios de resistência à compressão em MPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	138
Tabela 53: Valores médios de módulo de elasticidade em GPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	139
Tabela 54: Valores médios de deformação de pico em $\mu\epsilon$ com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	139
Tabela 55: Resultados médios de retração autógena ($\times 10^{-6}$) em diversas idades para os concretos moldados com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %)......	141

Lista de Símbolos

A_e	Área do cilindro
A	Al_2O_3
ASTM	<i>American Society of Testing and Materials</i>
ARI	Alta Resistência Inicial
CAD	Concreto de Alta Resistência
CCA	Cinza da Casca de Arroz
B.E.T	Superfície específica B.E.T (Brunauer, Emmet e Teller)
$C_4\overline{AS}_3H_{18}$	Monossulfato
$C_6\overline{AS}_3H_{32}$	Etringita
C	CaO
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
$C\overline{SH}_2$	$CaSO_4.2H_2O$
C	Compacidade;
C_2S	$2CaO.SiO_2$
C_3A	$3CaO.Al_2O_3$
C_3S	$3CaO.SiO_2$
$C_3S_2H_3$	$3CaO.2SiO_2.3H_2O$
$C_4A_3\overline{S}$	$4CaO.Al_2O_3.SO_3$
C_4AF	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$
CCT	Centro de Ciência e Tecnologia
CH	Hidróxido de cálcio
CNTP	Condições normais de temperatura e pressão
C_{nu}	Coefficiente de não uniformidade
CONAB	Companhia Nacional de Abastecimento
COPPE	Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós- Graduação e Pesquisa de Engenharia
CP V ARI	Cimento Portland de alta resistência inicial
D_{10}	Tamanho abaixo do qual se encontra 10% da massa de material
D_{50}	Tamanho abaixo do qual se encontra 50% da massa de material
D_{60}	Tamanho abaixo do qual se encontra 60% da massa de material
D_{90}	Tamanho abaixo do qual se encontra 90% da massa de material

DTG	Derivada da perda de massa
DRX	Difratometria de raios X
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
F	Fe ₂ O ₃
f _{cg}	Resistência à compressão da rocha
f _{cM}	Resistência à compressão da matriz
f _{cp}	Resistência à compressão da pasta de cimento
H	H ₂ O
h _c	Altura da camada de material ao final do ensaio
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
Labest	Laboratório de Estruturas e Materiais
LCPC	<i>Laboratoire Central des Ponts et Chaussées</i>
LTM	Laboratório de Tecnologia Mineral
M	Massa da amostra na temperatura em que houve a calcinação
M	MgO
M1	Massa inicial de pozolana utilizada
m ₁₁₀	Massa da amostra seca em estufa a 110°C ±10°C
M ₂	Massa após a filtragem do material
m ₉₅₀	Massa da amostra calcinada a 950°C ±5°C
M _{bc}	Porcentagem de massa na temperatura em que houve calcinação
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
M _i	Massa inicial de amostra
NBR	Norma Brasileira Registrada
NBR NM	Norma Brasileira Registrada – Norma Mercosul
NEXMAT	Núcleo de Excelência em Materiais Cimentícios
NUMATS	Núcleo de Ensino e Pesquisa em Materiais e Tecnologias de Baixo Impacto Ambiental na Construção Sustentável
ONU	Organização das Nações Unidas
P.F.	Perda ao fogo
P/P ₀	Pressão relativa
P1	Pico 1
P2	Pico 2
P3	Pico 3
P4	Pico 4

PA	Pró-análise
pH	Potencial hidrogeniônico
“p”	Aderência desenvolvida entre a pasta de cimento Portland com o agregado
“q”	Resistência do agregado
RPM	Rotações por minuto
\bar{S}	SO ₃
r _k	Raio de Kelvin (Å)
t	Espessura do filme (Å)
TGA	Termogravimetria
LVDT	Transdutores de deslocamento
UENF	Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro
δ	Massa específica do material
ΔC	Varição da condutividade elétrica
με	Micro strain

Capítulo 1. Introdução

Em 2014, o consumo mundial de concreto de cimento Portland foi da ordem de 4,1 bilhões de toneladas. O Brasil foi o quarto maior consumidor ficando atrás da China, Índia e Estados Unidos (Universo Concreto, 2016). As principais razões que favorecem o uso tão massivo do concreto são o seu baixo custo e a disponibilidade de materiais. No entanto, a produção das matérias-primas para fazer o concreto causa grandes danos ao meio ambiente. A utilização dos agregados naturais explora grandes jazidas, extraíndo recursos naturais não renováveis causando assim, impactos ao meio ambiente. A fabricação de cimento, por sua vez, apresenta um consumo energético altíssimo. Estima-se que cerca de 2% de toda a energia global seja consumida nas cimenteiras e que além disso, 5% das emissões totais de dióxido de carbono são gerados na produção de cimento (eCycle, 2017).

Dados fornecidos pela Organização das Nações Unidas mostram que a emissão de gases intensificadores do efeito estufa é a grande responsável pelo aquecimento global e pelas mudanças climáticas que vem ocorrendo no nosso planeta. Até 2030 serão lançadas à atmosfera cerca de 56 giga toneladas de dióxido de carbono (ONU, 2016). Por essa razão, o grande desafio da indústria cimenteira em todo mundo é desenvolver estratégias para mitigar a produção mundial de cimento Portland. Malhotra e Mehta (2004) apontam as pozolanas como uma alternativa para a substituição parcial do cimento. Consequentemente, seu uso ocasionaria uma redução da produção de cimento.

As pozolanas são materiais sílico-aluminosos que reagem com o hidróxido de cálcio produzindo silicatos hidratados, e assim, proporcionam ganhos nas propriedades mecânicas e durabilidade do concreto (Mehta e Monteiro, 2014). Por essa razão, pozolanas são quase sempre utilizadas na produção de concretos de alto desempenho. No entanto, os concretos de alto desempenho são extremamente suscetíveis a variações volumétricas endógenas que, quando restritas, podem produzir fissuras no concreto. Uma dessas deformações, que ocorre pela perda de água exclusivamente em decorrência das reações de hidratação, recebe o nome de retração autógena (Holt, 2001).

Uma pozolana de alta reatividade que é comumente usada para produzir concretos de alto desempenho e que está associada a aumentos na retração autógena é a sílica ativa (Zhang *et al.*, 2003 e Yang *et al.*, 2005). De acordo com Malhotra e Mehta (2004), a cinza da casca de arroz, subproduto da queima da casca de arroz, pode ser uma substituta direta da sílica ativa já que ambas apresentam altos teores de sílica reativa. Elas possuem, no entanto, diferenças consideráveis na sua estrutura morfológica. Enquanto a cinza da casca de arroz apresenta uma estrutura celular, a sílica ativa apresenta uma morfologia esférica e não porosa. Essas diferenças podem permitir a obtenção de concretos de alto desempenho com comportamento mecânico muito similares, mas com retrações autógenas distintas, já que a cinza da casca de arroz pode funcionar como agente de cura interna com potencial de mitigar a retração autógena.

A construção civil já faz uso de agentes de cura interna (ex.: argilas expandidas, pedras pomes e polímeros superabsorventes) capazes de funcionar como reservatório de água que pode ser liberada durante o processo de hidratação reduzindo, dessa maneira, a retração autógena do concreto de alto desempenho. Entretanto, são normalmente registradas perdas significativas de resistência com o uso desses materiais (Igarashi e Watanabe, 2006, Byard e Schindler, 2010, Sensale e Goncalves, 2014, Liu *et al.* 2017).

Espera-se que o uso da cinza da casca de arroz em concretos de alto desempenho resulte na redução da retração autógena, mantendo a classe de resistência do concreto. Estudos realizados por Sensale *et al.* (2008), Van *et al.* (2010), Nguyen *et al.*, (2011) e Van *et al.* (2014a), Van *et al.* (2014b) já indicaram essa potencialidade. No entanto, pouco se sabe sobre qual seria o tamanho médio ideal de partículas e o teor ótimo de substituição que resultasse em reduções significativas da retração autógena do CAD. Além disso, como as cinzas da casca do arroz são, em geral, produzidas de forma não controlada, o teor de carbono na sua composição pode ser alto, o que afeta diretamente a reatividade das cinzas (Cordeiro *et al.*, 2009a), comprometendo não apenas a reologia e o desenvolvimento da resistência mecânica das misturas, mas também sua retração autógena. Assim, o presente estudo foi estabelecido para preencher essas lacunas do conhecimento conforme descrito a seguir.

1.1. Objetivos

O objetivo deste trabalho é avaliar a retração autógena um concreto de alto desempenho (Classe C65) produzido com cinza da casca de arroz. O estudo foi dividido em duas etapas com os seguintes objetivos específicos:

- A primeira etapa do estudo teve como objetivo principal avaliar como diferentes tamanhos medianos de partícula (superfície específica e volume de poros) e diferentes teores de substituição da cinza da casca de arroz podem influenciar a retração autógena do concreto;
- Na segunda etapa do estudo avaliou-se como diferentes teores de carbono residual presente em uma cinza da casca de arroz estudada afeta a retração autógena.

1.2. Estrutura do trabalho

Esse trabalho está organizado em 9 capítulos. O capítulo 1 apresenta uma breve introdução ao tema apontando os principais objetivos a serem alcançados. O capítulo 2 trata da revisão bibliográfica de todos os temas inerentes ao assunto: o cimento Portland e os mecanismos de hidratação, as pozolanas, a cinza da casca de arroz, o concreto de alto desempenho, a relação entre o concreto de alto desempenho e retração autógena, mecanismos que regem a retração autógena e a retração química, e também como os materiais utilizados nos concretos podem influenciar na retração autógena. Na sequência, o capítulo 3 apresenta o programa experimental, com a apresentação dos materiais que foram utilizados e a justificativa para o seu uso, além de uma breve explicação sobre o modelo do empacotamento compressível de partículas.

O capítulo 4 apresenta todos os métodos experimentais que envolvem:

- Os métodos utilizados para a caracterização dos materiais;
- A preparação inicial para cada um dos materiais antes dos mesmos serem aplicados nesse estudo;
- Os ensaios realizados para o estudo da hidratação em pastas; a metodologia utilizada na produção dos concretos, e por fim;
- Os ensaios para o estudo em concreto: resistência à compressão, porosimetria por intrusão de mercúrio, retração autógena e umidade interna;
- A análise estatística dos resultados.

O capítulo 5 trata sobre os resultados experimentais de: caracterização das cinzas da casca de arroz, estudo da hidratação, resistência à compressão e retração autógena. No capítulo 6, são apresentadas as conclusões sobre os estudos realizado, e os capítulos 7 e 8 apresentam respectivamente as sugestões para trabalhos futuros e as referências bibliográficas. O capítulo 9 é um capítulo de anexos que apresenta os resultados gerados pelos programas *Origin Pro 8* e *Statistica 10*.

Capítulo 2. Revisão Bibliográfica

2.1 O Cimento Portland e os Mecanismos de Hidratação

O cimento Portland é um ligante hidráulico ativo, ou seja, endurece em contato com a água e é o principal constituinte do concreto. De acordo com a Cimento.Org (2018), em 2017, as vendas de cimento no Brasil foram da ordem de 53,8 milhões de toneladas.

O cimento Portland é produzido pela pulverização de clínquer, que é obtido pela calcinação de uma mistura homogênea de calcário e argila e eventualmente outros materiais complementares. Após a queima, o material obtido é moído até atingir partículas de diâmetro médio entre 10 e 15 μm . Com o objetivo de controlar o início das reações de hidratação do cimento Portland, a gipsita é adicionada durante o processo de moagem (Mehta e Monteiro, 2014).

Dessa forma, o cimento Portland é constituído de vários compostos de cálcio que são, por costume, expressos pela química do cimento na forma de óxidos individuais. Os símbolos químicos tradicionais não são utilizados, mas sim uma representação própria, como indica a Tabela 1 (Ollivier e Vichot, 2014).

Tabela 1: Abreviatura dos óxidos presentes no cimento Portland (Ollivier e Vichot, 2014).

Óxido	Abreviatura do óxido	Composto	Abreviação
CaO	C	3CaO.SiO ₂	C ₃ S
SiO ₂	S	2CaO.SiO ₂	C ₂ S
Al ₂ O ₃	A	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A
Fe ₂ O ₃	F	4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF
MgO	M	4CaO.3Al ₂ O ₃ .SO ₃	C ₄ A ₃ \bar{S}
SO ₃	\bar{S}	3CaO.2SiO ₂ .3H ₂ O	C ₃ S ₂ H ₃
H ₂ O	H	CaSO ₄ .2H ₂ O	C \bar{S} H ₂

De acordo com Neville e Brooks (2010), com base na porcentagem dos principais óxidos presentes no cimento é possível determinar a sua composição potencial utilizando um conjunto de equações denominadas ‘Composição de Bogue’ (Equações 1, 2, 3 e 4).

$$C_3S = 4,07x(CaO) - 7,60x(SiO_2) - 6,72x(Al_2O_3) - 2,85x(SO_3) \quad (1)$$

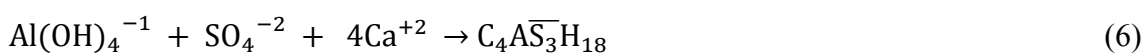
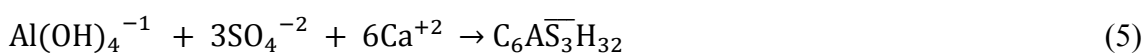
$$C_2S = 2,87x(SiO_2) - 0,754x(3CaO.SiO_2) \quad (2)$$

$$C_3A = 2,65x(Al_2O_3) - 1,69x(Fe_2O_3) \quad (3)$$

$$C_4AF = 3,04x(Fe_2O_3) \quad (4)$$

O cimento Portland reage com a água resultando em produtos de hidratação que possuem características de pega e endurecimento, ou seja, são os produtos que apresentam características cimentantes. De acordo com Mehta e Monteiro (2014), durante a hidratação do cimento ocorrem dois mecanismos: o primeiro deles é a dissolução dos compostos anidros em constituintes iônicos, o que resulta em uma solução saturada; o segundo mecanismo é chamado de hidratação no estado sólido ou topoquímico do cimento. Esse último estágio ocorre em um momento posterior ao primeiro, quando a mobilidade iônica na solução se torna restrita e ocorrem reações simultâneas entre os compostos anidros presentes. Entretanto, esses compostos não hidratam na mesma velocidade; os aluminatos hidratam mais rápido que os silicatos.

Para simplificar os mecanismos das reações de hidratação dos aluminatos será abordada somente a hidratação do C_3A , uma vez que, a reação de hidratação dos aluminatos se aplica tanto à fase C_3A quanto à fase ferrita do cimento. A hidratação dos aluminatos tende a ser imediata, o que tornaria a aplicação do cimento Portland inviável na maioria das construções. Com o objetivo de resolver o problema, uma quantidade de gipsita é adicionada durante o processo de produção (Mehta e Monteiro, 2014). A gipsita reage com o C_3A em temperatura ambiente devido à alta relação sulfato/aluminato e, como produto da reação, é formada a etringita. A etringita é conhecida por apresentar a forma de pequenas agulhas prismáticas, por contribuir para o enrijecimento, pega e desenvolvimento inicial da resistência. Com o passar do tempo, ocorre uma diminuição da concentração dos sulfatos, e como a etringita é instável reage com o íon aluminato ($Al(OH_4)^{-2}$) produzindo o monossulfato (Kurdowski, 2014). Essas reações químicas podem ser expressas pelas Equações 5 e 6.



Os silicatos de cálcio são os principais compostos do cimento e são conhecidos pelos nomes de alita (C_3S) e belita (C_2S). Na fase de hidratação, o C_3S gera como

produto da sua reação o C-S-H e $\text{Ca}(\text{OH})_2$ na sua fase cristalina. A belita se comporta de maneira semelhante. As Equação 7 e Equação 8 apresentam as reações simplificadas da alita e da belita. É importante mencionar que o silicato de cálcio hidratado, por não apresentar estequiometria definida, é apresentado como C-S-H (Neville e Brooks, 2010).



De acordo com Mehta e Monteiro (2014), as principais diferenças entre o silicato de cálcio hidratado formado por essas duas reações é a relação cálcio/sílica e o teor de água quimicamente combinada. Através de cálculos estequiométricos é possível constatar que a hidratação do C_3S produz 61% de silicatos e 39% de hidróxido de cálcio, enquanto a hidratação do C_2S gera 82% de C-S-H e 18% de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

As principais características básicas de uma pasta de cimento hidratado se devem basicamente ao C-S-H, dessa forma é possível esperar que um cimento que contenha teor maior de C_2S apresentará uma resistência final superior (Kurdowski, 2014). O hidróxido de cálcio contribui pouco para o aumento da resistência quando comparado ao C-S-H, devido à baixa área superficial dos cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Mehta e Monteiro, 2014).

De acordo com Mehta e Monteiro (2014), a durabilidade de pastas de cimento Portland endurecidas pode ser comprometida devido à presença de hidróxido de cálcio quando submetidas a ataques ácidos e por sulfatos. Para melhorar a resistência dessas pastas frente a esses ataques químicos, uma das recomendações é a substituição parcial de cimento por pozolanas. Além disso, a utilização das pozolanas é uma alternativa adotada para mitigar a emissão de CO_2 para a atmosfera. Durante o processo de clínquerização, a quantidade de CO_2 emitida para a atmosfera é grande, pois cerca de um quilograma de clínquer gera aproximadamente um quilograma de CO_2 . Dessa forma, ao substituir parte do clínquer ou do cimento por pozolanas é possível reduzir a emissão dos gases intensificadores do efeito estufa (Ollivier e Vichot, 2014). Atualmente, existe no comércio nacional o cimento Portland pozolânico (CP IV), que apresenta teores entre 15 e 30% de pozolana em sua constituição.

2.2 As Pozolanas

O termo pozolana foi utilizado pela primeira vez na Itália para descrever uma cinza vulcânica encontrada em Pozzuoli, uma vila perto de Nápoles. Na época, foi possível observar que essa cinza natural tinha as mesmas características que outra cinza vulcânica usada para fazer pastas em 1500 a.C. na Grécia. O que indica que as pozolanas são utilizadas há bastante tempo (Malhotra e Mehta, 2004).

As pozolanas são materiais silicosos ou sílico-aluminosos que, ao serem finamente moídos, reagem com o hidróxido de cálcio na presença de água produzindo compostos cimentantes (Malhotra e Metha, 2004). Os materiais pozolânicos apresentam uma baixa concentração de óxido de cálcio e, por essa razão, são pouco solúveis em água. Entretanto, quando a sílica se dissolve em uma solução rica em hidróxido de cálcio ocorre a precipitação dos silicatos de cálcio hidratados; essa reação recebe o nome de reação pozolânica (Ollivier e Vichot, 2014) e está apresentada na Equação 9.



A utilização das pozolanas promove uma densificação da matriz cimentícia, contribuindo para aumentar a resistência e a durabilidade dos concretos por meio dos efeitos físico-químicos. Existem três efeitos físicos principais. O primeiro é o efeito de diluição que ocorre por consequência direta da substituição de cimento por pozolanas e que resulta em uma diminuição da quantidade de cimento e aumenta a relação água-cimento efetiva (Lawrence *et al.*, 2003). O efeito da nucleação heterogênea é o segundo efeito físico e leva a uma ativação química das reações de hidratação pela inclusão da pozolanas. Segundo Lawrence *et al.* (2003), as partículas menores, que apresentam uma alta superfície específica, irão nuclear em torno das partículas de cimento (maiores e com uma menor superfície específica), atuando com sítios de deposição de hidratos. O terceiro e último efeito físico relacionado ao uso de pozolanas é o efeito filler, que consiste na ação de grãos menores da pozolanas refinarem a rede porosa do concreto (Scrivener *et al.*, 2015).

O efeito químico ocorre em decorrência das reações pozolânicas que, ao consumirem o hidróxido de cálcio disponível, produzem silicatos de cálcio hidratados, contribuindo para ganhos mecânicos e de durabilidade (Mehta e Monteiro, 2014).

Historicamente, a cinza volante e a sílica ativa são as pozolanas mais utilizadas em todo o mundo. Enquanto a cinza volante é obtida pela queima de carvão mineral, a sílica ativa é obtida durante a produção de ferro-silício. De acordo com Malhotra e Mehta (2004), essas pozolanas têm sido gradativamente substituídas por pozolanas naturais e argilas calcinadas. As mudanças dos processos de geração de energia e, sobretudo, a mitigação do impacto ambiental pela reintrodução no ciclo da cadeia produtiva de materiais que seriam descartados, contribuíram para que surgissem estudos sobre o emprego das cinzas da casca de arroz e de bagaço da cana de açúcar como pozolanas. Nestes casos, o elevado teor de sílica presente na composição química das cinzas viabiliza o uso como pozolana.

2.3 A Cinza da Casca de Arroz

O arroz é uma planta da família das gramíneas e é constituído por vinte espécies, sendo a *Oryza sativa* a mais cultivada (Juliano, 1993). É um dos produtos de maior importância para a economia de muitos países em desenvolvimento e faz parte da dieta básica de 2,4 bilhões de pessoas. Dessa forma, o arroz desempenha um papel estratégico tanto em nível econômico quanto social. É uma planta capaz de se adaptar a diferentes condições de solo e clima, e por isso, é cultivada e consumida em todos os continentes (EMBRAPA, 2017). De acordo com Pereira (2002), é impossível determinar com exatidão o início do cultivo do arroz e, além disso, a sua importância é marcante para a história da própria sociedade. EMBRAPA (2017) cita a importância do arroz para algumas culturas. Por exemplo, na cultura árabe a origem do arroz está atribuída a uma gota de suor de Maomé. Na Índia, durante os funerais era comum alimentar corvos com arroz para transmitir paz à alma de um ente falecido. Os siameses “ofereciam” arroz para as árvores antes de derrubá-las em forma de respeito e os malaios faziam grandes festas durante as colheitas do arroz para celebrar o acontecimento. Alguns historiados e cientistas apontam que o arroz era cultivado por volta do ano 3.000 a.C. no sudeste da Ásia e na África Ocidental (EMBRAPA, 2017).

No Brasil, esse cereal foi trazido pela frota de Pedro Álvares Cabral, porém o seu cultivo só foi relatado após 1530. A cultura do arroz se espalhou por todo o litoral, mas sempre em pequenas lavouras de subsistência. A primeira lavoura empresarial irrigada surgiu em Pelotas, no Rio Grande do Sul, em 1904. Atualmente o arroz é plantado em

todas as regiões brasileiras, merecendo destaque o Rio Grande do Sul, Mato Grosso, Santa Catarina, Maranhão e Pará (CONAB, 2015).

No ponto de vista de produção, de acordo com o último levantamento da Companhia Nacional de Abastecimento realizado em 2016, foram produzidos cerca de 10 milhões de toneladas de arroz (CONAB, 2016). O arroz passa por um processo de classificação após a colheita, que o divide em dois grupos. O primeiro é o arroz com casca, que é um produto que não passa por nenhum preparo industrial ou processo tecnológico; o segundo grupo é o arroz beneficiado, onde o arroz passa por algum processo para ficar desprovido da casca (CONAB, 2015).

Após a produção do arroz sem casca são gerados três subprodutos: os grãos fragmentados, o farelo e a casca de arroz. Os grãos fragmentados são utilizados pela indústria cervejeira e para a produção de farinha de arroz, ração animal e leite de arroz. O farelo é utilizado na produção de alimento animal, na indústria de cosméticos e farmacêuticos. A casca, por sua vez, é um subproduto de baixo valor nutritivo e é utilizado em processos de cogeração de energia (Cordeiro, 2006). Estima-se que 3 toneladas de casca de arroz sejam capazes de gerar 1MWh. Atualmente, no Rio Grande do Sul são gerados em média 8 MWh a partir da queima da casca de arroz. Dada a oferta de matéria-prima, o potencial de geração poderia ser ainda maior, em torno de 250 MWh (Planeta Arroz, 2006).

A cinza da casca de arroz é gerada após a queima da casca de arroz. De acordo com Mehta (1977), a cinza da casca do arroz contém um alto teor de sílica altamente reativa na presença de hidróxido de cálcio, o que faz dela um aditivo mineral em potencial. Além disso, os concretos produzidos com cinza da casca de arroz apresentam alta resistência inicial, durabilidade superior em longo prazo e uma maior resistência final quando comparados a concretos de cimento Portland comum (Cordeiro *et al.*, 2008; Habeeb e Mahmud, 2010; Chanu e Devi, 2013; Fapohunda *et al.*, 2017).

Do ponto de vista morfológico, a casca de arroz é um material fibroso que após a queima, na forma de cinza, apresenta alta porosidade (James e Subba Rao, 1986). Chanu e Devi (2013), afirmam que a cinza da casca de arroz, por conter entre 85 e 90% de sílica na sua composição, pode atuar como uma alternativa mais econômica para substituir a sílica ativa na produção de concretos de alta resistência.

Diversos estudos apontam que a reatividade da cinza da casca de arroz está intimamente ligada às suas condições de queima e moagem. No que diz respeito à temperatura de queima, Ibrahim e El-Hemaly (1979) concluíram que quando a casca de arroz é queimada em temperaturas até 800°C não são observadas transformações das fases amorfas da sílica em fases cristalinas porém, o mesmo não foi observado em temperaturas acima de 900°C. Os autores também verificaram que o início do processo de nucleação, com pequenas formações de cristobalita, foi observado quando a temperatura de queima atingiu 900°C. Além disso, a formação de cristobalita ficou ainda mais pronunciada em temperaturas acima de 1000°C.

James e Subba Rao (1986) também constataram que a reatividade das cinzas da casca de arroz está fortemente ligada à temperatura em que a casca de arroz é queimada. No estudo desenvolvido pelos pesquisadores, as cinzas da casca de arroz foram queimadas em temperaturas de 400, 500, 600, 700, 800 e 900°C e, foi observado que, temperaturas de queima acima de 500°C foram mais eficientes para produzir cinzas livres de impurezas e mais reativas. De acordo com Salas *et al.* (1986), a sílica permanece amorfa em uma temperatura superior a 450°C e inferior a 700°C, em períodos de residência entre 3 e 4 horas.

Cordeiro (2006) também observou que as queimas conduzidas a 900°C promoveram a transformação de sílica amorfa em cristobalita, e ainda, que o tempo de residência foi um fator preponderante para a formação de picos mais acentuados deste mineral.

Além de condições adequadas de queima, o tamanho, a forma e a textura das partículas podem afetar diretamente as propriedades do concreto no estado fresco e endurecido. A demanda de água e a trabalhabilidade são fortemente influenciadas pela distribuição granulométrica, empacotamento e textura da superfície da adição mineral. Enquanto que o desenvolvimento da resistência mecânica e a permeabilidade do concreto com adição mineral são fortemente influenciados pelo tamanho das partículas e pela superfície específica do aditivo em questão (Malhotra e Mehta, 2004).

Portanto, a obtenção das condições de moagem adequadas é fundamental para viabilizar o emprego da cinza da casca de arroz como pozolana. Em geral, o tamanho

médio das partículas da cinza da casca de arroz varia entre 5 a 10 μm e a sua superfície específica varia entre 20 e 50 m^2/g (Zhang *et al.*, 1996).

Al-Khalaf e Yousift (1984) observaram que, ao aumentar a temperatura de queima da casca de arroz e submeter as cinzas obtidas ao mesmo procedimento de moagem, reduções ocorreram na superfície específica da cinza da casca do arroz. Esses resultados indicam que a temperatura de queima influencia na morfologia da cinza.

Em um estudo realizado por Cordeiro *et al.* (2009), a utilização de condições específicas de moagem ultrafina possibilitou minimizar o efeito do carbono residual e da cristobalita presentes na cinza da casca de arroz e, dessa forma, aumentou a reatividade da cinza. Além disso, constatou-se que a cinza da casca do arroz apresenta partículas porosas que justificam a sua alta superfície específica.

Van *et al.* (2013) constataram que quando a cinza da casca de arroz é produzida em condições controladas de queima é possível gerar cinzas com mesoporos. Essa estrutura morfológica das cinzas da casca do arroz pode colapsar em decorrência das condições de moagem adotadas e, dessa forma, reduzir a sua superfície específica. Ao comparar pastas com sílica ativa com pastas com cinza da casca de arroz, notou-se que para atingir valores de resistência à compressão iguais aos obtidos para pasta produzidas com sílica ativa, as partículas de cinza da casca de arroz deveriam apresentar tamanho médio igual a 7,4 μm .

Do ponto de vista morfológico, quando a cinza da casca de arroz é comparada à sílica ativa, a existência da rede de mesoporos da primeira pode aumentar a sua atividade pozolânica. Isso ocorre porque os mesoporos aumentam a superfície específica da cinza da casca do arroz e, conseqüentemente, aumenta a atividade pozolânica (Van *et al.*, 2014)

A estrutura morfológica da cinza da casca de arroz é composta de mesoporos, que são capazes de absorver uma quantidade maior de água, e atuam no mecanismo de hidratação da pasta de cimento Portland produzida com esse aditivo mineral. De acordo com Van *et al.* (2010b), essa água absorvida nos poros é liberada progressivamente dentro da pasta, funcionando como um agente de cura interna. Materiais com a característica de agente de cura interna atuam como verdadeiros reservatórios de água porque incorporam água em seu interior e a liberam aos poucos durante a hidratação do

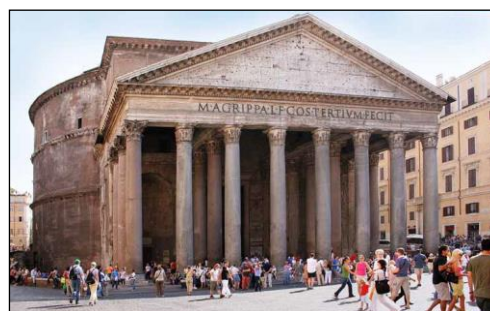
cimento. A argila expandida e os polímeros superabsorventes são exemplos desses materiais e são utilizados para reduzir o fenômeno da retração autógena em concretos de alto desempenho (Mehta e Monteiro, 2014).

2.4 O Concreto de Alto Desempenho

Segundo relatos históricos, os romanos foram os primeiros a utilizar concreto como material de construção. Os antigos romanos utilizavam um cimento hidráulico, que por não sofrer alterações químicas pela exposição à água ao longo do tempo, contribuiu para difundir o concreto como material de construção. Eles utilizaram uma mistura de cimento hidráulico, cal e cinza vulcânica em construções como o Coliseu Romano (Figura 1-a) e o Panteão (Figura 1-b). Em 1824, o cimento moderno foi patenteado por Joseph Aspdin e recebeu o nome de cimento Portland (Neville e Brooks, 2010).



(a)



(b)

Figura 1: Coliseu Romano (a) (Historiazine, 2018); Panteão (b) (Janela Itália, 2018).

Visando atender novas demandas, avanços na tecnologia do concreto possibilitaram o desenvolvimento de tipos especiais de concreto. Como destaque podem ser citados o concreto projetado em 1966, o concreto auto adensável em 1980 e o concreto compactado a rodo em 1982 (Mehta e Monteiro, 2014). Em 1998, a ACI definiu pela primeira vez o concreto de alto desempenho como um concreto que além de apresentar alta resistência é capaz de atender requisitos de aplicação e desempenho específicos (ACI Technical Activities Committee, 1999).

De acordo com Mehta e Monteiro (2014), desde 1970 a utilização de adições minerais e aditivos redutores de água proporcionou a obtenção de concretos capazes de atingir valores de resistência à compressão entre 40 e 120 MPa. Surgiam assim os concretos de alta resistência e os concretos de alto desempenho, que são geralmente

utilizados em estruturas como a do Taipei (Figura 2-a) ou do viaduto Milau (Figura 2-b).



Figura 2: Taipei (a) (Cathaypacific, 2018), Viaduto Milau (b) (Megaengenharia, 2012).

É importante mencionar que o termo concreto de alta resistência não é sinônimo para concreto de alto desempenho. O termo concreto de alta resistência se refere apenas a resistência à compressão em uma determinada idade. O termo de alto desempenho, no entanto, se refere a um concreto capaz de atender a uma combinação entre desempenho e requisitos de uniformidade que não pode ser atingida com uso de componentes não convencionais e práticas normais de mistura, lançamento e cura (ACI Technical Activities Committee, 1999).

De acordo com Mehta e Monteiro (2014), concretos de alto desempenho são produzidos para atender certas características de aplicação e desempenho, como por exemplo, auto adensamento sem segregação, alta resistência nas primeiras idades ou longa vida útil em ambientes agressivos.

Concretos de alto desempenho, diferente dos concretos comuns, tendem a apresentar uma alta retração autógena. Quando restritas, as variações volumétricas, em virtude da retração autógena, podem resultar em fissuras. Dessa forma, determinar com exatidão a tensão e a deformação produzidas pelas variações volumétricas que têm origem por retração autógena é extremamente importante (Yang *et al.*, 2005).

2.5 A Retração Autógena

A retração autógena é definida como uma variação do volume sem perda de umidade para o ambiente sendo, portanto, de natureza exclusivamente química (em decorrência das reações de hidratação do cimento Portland). Os concretos tradicionais

de cimento Portland apresentam retração autógena vista como insignificante, o mesmo não é observado com os concretos de alto desempenho. O uso de uma grande diversidade de aditivos químicos para reduzir o teor de água e, assim, atingir valores de resistência cada vez maiores, criou as condições necessárias para que a retração autógena se tornasse mais acentuada nessa classe de concreto (Holt, 2001).

A baixa relação água-material cimentício, que é típica de concretos de alto desempenho e alta resistência, está intimamente ligada à retração autógena. Durante o processo de hidratação, a água é consumida desde os poros maiores até os mais refinados e, dessa maneira, os concretos com baixa relação água-material cimentício tendem a apresentar uma autodessecação maior (Sensale *et al.*, 2008).

A autodessecação é o fenômeno físico-químico observado durante a retração autógena e ocorre devido à redução da água livre para as reações de hidratação, gerando a formação de meniscos capilares cuja tensão superficial faz contrair a pasta (Nunes e Figueiredo, 2007). De acordo com Yang *et al.* (2005), a pressão negativa devido ao processo de autodessecação é influenciada pela umidade e pelo tamanho e distribuição dos poros.

Para diferenciar os fenômenos de retração autógena e retração por secagem é importante diferenciar a autodessecação da secagem propriamente dita. A autodessecação ocorre pelo consumo da água evaporável pelas reações de hidratação, enquanto a secagem ocorre pela perda de água para o ambiente. A perda de umidade para o meio é o fenômeno físico que rege a retração por secagem e não tem natureza química, como é o caso da retração autógena (Ollivier e Vichot, 2014).

A variação do volume em decorrência das reações de hidratação tem início no momento em que a água é adicionada ao cimento, entretanto essas variações volumétricas se processam de forma diferente. De acordo com Mehta e Monteiro (2014), no momento em que a água é adicionada ao cimento ocorre a dispersão dos grãos de cimento, o material se comporta como um fluido e não apresenta rigidez. Após alguns minutos começa a ocorrer a solidificação da pasta de cimento, em virtude do desenvolvimento das reações de hidratação. Essa variação do comportamento da pasta de cimento Portland de suspensão para sólido recebe o nome de pega. O início da pega

representa o tempo em que o concreto não apresenta trabalhabilidade, ou seja, não pode ser lançado e nem compactado.

Quando uma pasta de cimento se comporta como um fluido, a redução de volume externo é chamada de contração Le Chatelier, que recebe esse nome porque foi Le Chatelier o primeiro a estudar os meios para medir essa contração. Ele assumiu que esse fenômeno ocorria devido à contração da pasta como um resultado das reações entre cimento e água, o que ocasiona uma redução do volume. A redução é consequência do menor volume dos compostos hidratados em comparação com o volume de cimento anidro e água somados. No início da hidratação os grãos do cimento estão isolados e envoltos por uma fase líquida contínua. A pressão atmosférica faz com que a pasta de cimento se adapte a forma do molde onde está inserida. Como o material ainda se comporta como um fluido, as variações de volume não geram fissuras (Holt, 2001).

A contração Le Chatelier, também conhecida como retração química, é um primeiro estágio da deformação volumétrica em decorrência das reações químicas. À medida que as reações de hidratação vão ocorrendo ocorre um aumento do volume de sólidos e, em certo momento, ocorre a formação de um esqueleto sólido, conhecido como patamar de percolação. A partir desse momento o material se torna suficientemente rígido e tem início o mecanismo de autodessecação e, por consequência, a retração autógena (Silva, 2007).

A diferença entre retração autógena e retração química está no conhecimento de dois conceitos importantes: volume aparente e volume absoluto. De acordo com Boivin *et al.* (1999), o volume aparente representa a soma dos volumes dos vazios, fases líquidas e sólidas. O segundo conceito é definido como a soma das fases líquidas e sólidas. A redução do volume absoluto influencia diretamente na redução do volume aparente. A retração química ocorre pela redução do volume absoluto, enquanto a retração autógena ocorre pela redução do volume aparente. Enquanto o material é fluido, a pasta não apresenta rigidez e os vazios internos criados pela retração química fazem com que a pasta retraia. Quando o primeiro caminho sólido é formado e o material se torna um sólido, a rigidez faz com que as bolhas de ar comecem a nuclear fazendo surgir os poros (Boivin *et al.*, 1999).

De acordo com Silva (2007), o termo patamar de percolação (ou tempo zero) marca o início da retração autógena e é definido como o intervalo de tempo após a adição de água para que seja formada a primeira estrutura rígida na pasta de cimento Portland. De acordo com Tazawa (1998), o início do tempo de pega marca o início da retração autógena. Ao correlacionar vários estudos (Tazawa, 1998; Holt, 2005; Barcelo *et al.*, 2005; Silva, 2007; Wu *et al.*, 2017) foi possível concluir que o tempo de início de pega e a formação do patamar de percolação ocorrem em tempos muito próximos.

Vários fatores podem influenciar a retração autógena, como por exemplo, a finura dos grãos de cimento, a presença de agregados e o uso de adições minerais. De acordo com Bullard *et al.* (2011), quanto mais fino e maior for a superfície específica dos grãos de cimento, menor será a umidade interna e maior será a retração autógena. Justnes *et al.* (1999) observaram que o aumento da finura e dos teores de C₃S e C₃A contribuiu para o aumento da retração nas primeiras idades. Os autores explicam que cimentos mais finos apresentam um período de dormência menor e são mais reativos e, desta forma, contribuem para o aumento da retração autógena. Tazawa e Miyazawa (1995) observaram que para um cimento com finura Blaine igual a 5570 cm²/g a retração autógena nas primeiras 24 horas foi igual a cerca de 1200 µε.

A presença dos agregados também exerce influência na retração autógena. Os agregados funcionam como uma restrição durante a retração porque na interface agregado-pasta é formada uma pressão de sentido contrário ao encolhimento da pasta (Wu *et al.*, 2017). De acordo com Holt (2005), determinados concretos apresentaram uma variação volumétrica de 37%, enquanto as pastas chegaram a variar 57%. A diferença observada foi justificada pelo efeito de restrição que os agregados conferiram ao sistema cimentício. A utilização de agregados leves também promove uma diminuição da retração autógena. Entretanto, os agregados leves funcionam de uma maneira diferente. Este tipo de agregado é poroso e pode absorver água em seu interior funcionando como um agente de cura interna capaz de reduzir a auto dessecação dos concretos (Liu *et al.* 2017; Byard e Schindler, 2010). Zhutovshk *et al.* (2001) observaram que agregados menores são mais eficientes para reduzir a retração autógena. De acordo com os autores, quanto menor é o agregado, menor é a distância entre os mesmos, facilitando a difusão da água absorvida nos poros dos agregados. Além dos agregados leves, os polímeros superabsorventes também tem a capacidade de funcionar como agente de cura interna. Em alguns casos, dependendo do volume de material

utilizado, é possível anular totalmente a retração autógena (Song *et al.*, 2016; Igarashi e Watanabe, 2006; Liu *et al.*, 2017). É importante mencionar que o uso destes dois materiais está relacionado a uma diminuição da resistência (Igarashi e Watanabe, 2006; Byard e Schindler, 2010). Sensale e Goncalves (2014) observaram que o aumento dos teores de agregados leves e de polímeros superabsorventes causaram reduções na resistência à compressão de todas as idades estudadas. Byard e Schindler (2010) registraram quedas de 13 a 19% nos valores de resistência à compressão de concretos com agregados leves em relação a um concreto com agregados naturais.

Tazawa e Miyazawa (1995) observaram que o uso de diferentes teores de superplastificante reduziu proporcionalmente a retração autógena; esse resultado foi atribuído ao leve efeito que o uso do superplastificante gera nas reações de hidratação. Holt (2005) observou que para uma relação fixa de água-material cimentício igual a 0,3, um concreto com 1% de superplastificante apresentou uma retração autógena 30% maior que a observada para um concreto sem superplastificante. Esse aumento da retração autógena foi atribuído à melhora da dispersão das partículas de cimento e aumento da taxa de reação de hidratação na matriz cimentícia. Por outro lado, a baixa retração autógena dos concretos sem superplastificante é justificada pela alta heterogeneidade na matriz cimentícia.

De uma forma geral, o uso de adições minerais causa um aumento na retração autógena. A densificação refina os poros da matriz cimentícia que, por sua vez, aumenta as tensões capilares, o que ocasiona em uma maior autodessecação. Além disso, o hidróxido de cálcio tem um efeito similar aos agregados, ou seja, restringe a retração. Desta forma, quando o hidróxido é consumido pelas pozolanas, além do refinamento da matriz, ocorre a perda do “elemento restritor”. Por isso, concretos com pozolanas apresentam uma maior retração.

Em estudos realizados com sílica ativa, Zhang *et al.* (2003) observaram que a retração autógena aumentou com a diminuição da relação água-material cimentício e, também, com o aumento dos teores de substituição de cimento Portland por sílica ativa. Aos 98 dias, com uma relação água-material cimentício de 0,35, foi observado uma retração autógena de 251×10^{-6} para concretos contendo 10% de sílica ativa. Foi observado que cerca de 60% ou mais da retração autógena aconteceu nas duas primeiras semanas após a moldagem. Yang *et al.* (2005) também observaram que o aumento da

retração autógena está relacionado à diminuição da relação água-material cimentício, e que o aumento dos teores de substituição de cimento Portland por sílica ativa gera aumentos consideráveis de retração. Ao realizar testes em condições não seladas, os autores puderam constatar que, em idades iniciais, a retração autógena corresponde a 70% da retração total observada em concretos com uma baixa relação água-material cimentício. Para uma relação água-material cimentício maior que 0,35, por sua vez, a retração por secagem demonstrou ser o fenômeno dominante na retração dos corpos de prova.

Brooks e Megat Johari (2001) produziram concretos de alto desempenho com substituições de cimento Portland comum por metacaulinita em teores de 5, 10 e 20%. Em idades iniciais (15 horas), observou-se que o uso de metacaulinita reduziu a retração autógena em relação ao concreto de referência (0% de substituição). Em longas idades (200 dias), os autores concluíram que foi possível reduzir a retração autógena em 6% e 27% ao utilizarem teores de substituição de 10% e 15%, respectivamente. Em outro estudo, também utilizando metacaulinita, Gleize *et al.* (2007) produziram pastas com teores de substituição de 5, 10, 15 e 20% e também observaram diminuição na retração autógena para teores altos de substituição. Esse efeito foi atribuído à atividade pozolânica da metacaulinita.

Outra adição mineral que tem seu uso relacionando a redução da retração autógena é a cinza volante. De acordo com Aïtcin (2003), Tangtermisirikul (1999) e Akkaya *et al.* (2007), o uso da cinza volante é capaz de reduzir a retração autógena. Entretanto, quando a cinza volante apresenta partículas menores que o cimento é observado um efeito contrário. Ou seja, quando partículas muito finas de cinza volante são adicionadas à matriz cimentícia, observa-se um efeito similar ao efeito provocado pela adição de sílica ativa. Mehta (2004) observou que concretos com mais de 50% (em substituição) de cinza volante apresentaram uma maior estabilidade dimensional e uma menor retração autógena.

Em alguns casos, quando se deseja produzir concretos de alto desempenho são utilizadas mais de uma adição mineral. Por isso, Zhao *et al.* (2017) estudaram o efeito combinado da cinza volante e da escória granular de alto forno na retração autógena. Foram utilizados teores de substituição de 30, 40 e 50%, com relação cinza volante/escória de alto forno de 1:2, 2:3 e 1:1. Os autores observaram que, em relação

ao concreto sem adição mineral, todos os concretos contendo as adições minerais apresentam retração autógena superior e que quanto maior era o teor de cinza volante menor era a retração autógena. Esse resultado foi atribuído ao fato de que as partículas de cinza volante apresentam um formato esférico, incapaz de absorver água contribuindo para mais água livre disponível. A segunda suposição está no fato de que a cinza volante apresenta teor mais elevado de SO_3 o que contribui na maior produção de etringita que, por ser expansiva, compensa a retração autógena. A terceira e última razão está no efeito mais lento das reações pozolânicas da cinza volante. Por outro lado, a presença da escória de alto forno acelera as reações de hidratação, densificando a matriz cimentícia, o que causa aumento da retração autógena. Hu *et al.* (2017) também observaram a diminuição da retração autógena com o aumento do teor de cinza volante em um sistema ternário de cimento Portland-cinza volante-escória de alto forno.

Observa-se na literatura que o uso da escória granular de alto forno para produzir concretos de alto desempenho gera um aumento na retração autógena em relação a um concreto de referência. Lee *et al.* (2006) constataram que os concretos com 30 e 50% de escória granular de alto forno e relação água-material cimentício entre 0,27 e 0,42 apresentaram retração autógena superior em comparação com um concreto sem adição. Uma maior retração química e um maior refinamento da estrutura porosa dos concretos com escória foram as razões apontadas pelos autores para justificar tal fenômeno.

Estudos sobre o uso da cinza da casca de arroz no controle da retração autógena ainda são insuficientes. O que se sabe até agora é que somente a água presente nos poros maiores será liberada ao longo de idades avançadas, especialmente acima de 28 dias, quando a umidade relativa corresponde a 78% (Nguyen *et al.*, 2011). Sensale *et al.* (2008) observaram que substituições de cimento Portland por uma cinza da casca de arroz em proporções de 5% e 10% foram eficientes para reduzir a retração autógena em pastas. Os autores atribuem essa redução à estrutura celular da cinza da casca de arroz, que funciona como um reservatório interno de água. A cinza da casca de arroz utilizada apresentava D_{50} igual a 8 μm .

Van *et al.* (2010) observaram que concretos com cinza da casca de arroz apresentaram uma menor retração autógena que concretos com sílica ativa. Os autores explicaram que a água retida no interior dos poros da cinza da casca de arroz é liberada e, dessa maneira, a cinza funciona como um agente de cura interna. Os autores

observaram que houve um aumento da retração autógena com a diminuição do D_{50} das cinzas da casca de arroz utilizadas.

Capítulo 3. Programa Experimental

As etapas do programa experimental estabelecido para avaliação da retração autógena dos concretos de alto desempenho são apresentadas na Figura 3.

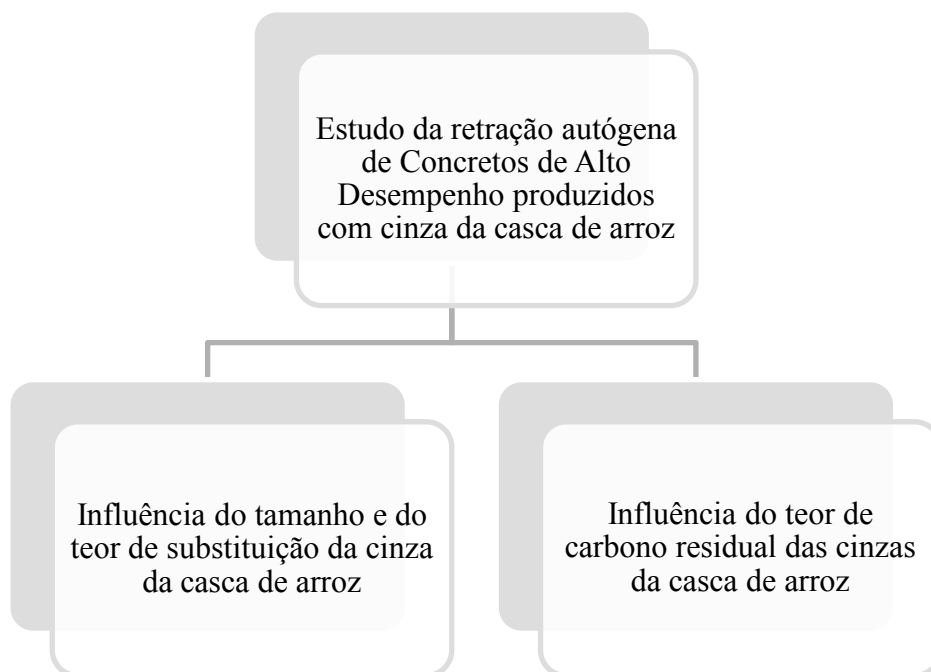


Figura 3: Etapas do programa experimental utilizado.

A primeira etapa teve como objetivo principal compreender como diferentes tamanhos de partículas e diferentes teores de substituição influenciaram a retração autógena de concretos de alto desempenho produzidos com cinza da casca de arroz, tendo como referência dois concretos distintos: um concreto sem adição e um concreto com sílica ativa.

A sílica ativa foi utilizada por ser uma adição mineral comumente empregada quando se deseja produzir concretos de alto desempenho. Além disso, a cinza da casca de arroz é apontada como uma alternativa para substituir a sílica ativa quando se deseja produzir concretos de alto desempenho (Mehta e Monteiro, 2014).

Sob o ponto de vista morfológico, a cinza da casca de arroz e a sílica ativa são completamente distintas. Enquanto a cinza da casca de arroz apresenta uma estrutura porosa capaz de reter e liberar água à medida que as reações de hidratação ocorrem, a sílica ativa apresenta uma morfologia esférica e não porosa. Por isso, ao comparar a retração autógena de um concreto com sílica ativa com um concreto com cinza da casca

de arroz seria possível avaliar o efeito da inclusão de um material com capacidade de funcionar como agente de cura interna, e que sob o ponto de vista pozolânico apresentam desempenhos similares.

Para avaliar o efeito do tamanho das partículas e o teor de substituição, o planejamento experimental dos concretos com cinza da casca de arroz foi realizado na forma de análise fatorial do tipo 2^2 com um ponto central. Em relação ao efeito do tamanho das partículas, foi utilizado como parâmetro o tamanho característico D_{50} do cimento utilizado nesse trabalho. Sendo assim, cinzas da casca do arroz com tamanho D_{50} maior, igual e menor que o D_{50} do cimento foram obtidas. Sabendo que a resistência à compressão influencia nos resultados de retração autógena, teores de substituição típicos de concretos de alto desempenho foram escolhidos. Neste ponto, tomou-se o cuidado na escolha de um teor máximo de 12% para que grandes alterações na resistência não fossem observadas. A intenção foi obter concretos de uma mesma classe de resistência, o que incluía também os concretos sem adição e com sílica ativa.

O programa *Statistica 10* foi utilizado para realizar a análise fatorial dos resultados de retração autógena e de resistência à compressão, nas idades de 3, 7, 28 e 91 dias. A análise fatorial apresentou como variáveis os valores de D_{50} da cinza e os teores de substituição de cimento nos concretos. Uma Análise de Variância (*One Way – ANOVA*) foi realizada para comparar os resultados de resistência à compressão dos concretos com cinza da casca de arroz com os resultados dos dois concretos de referência. Essa análise possibilitou verificar se os resultados de resistência à compressão encontrados para as quatro idades ensaiadas apresentavam diferenças significativas entre si. Quando diferenças significativas foram encontradas, o teste de Tukey foi realizado. O teste de Tukey realiza comparações múltiplas dos resultados e permite indicar quais resultados apresentam diferenças significativas entre si e quais não apresentam. Nas análises foi utilizado um nível de significância igual a 5%.

No caso da retração autógena, a interpretação da análise fatorial foi importante porque permitiu determinar o teor de substituição e o D_{50} que juntos proporcionaram uma maior mitigação da retração autógena. Com esse resultado foi possível comparar o desempenho do concreto com cinza da casca de arroz com o desempenho dos dois concretos de referência e, assim, avaliar o efeito da cinza da casca de arroz na retração autógena de concretos de alto desempenho. Para realizar essa verificação foi realizada

uma Análise de Variância (*One Way – ANOVA*) utilizando o programa *Origin Pro 8*. Para essa análise foram fornecidos ao programa os valores de retração autógena dos 3 corpos de prova moldados para cada uma das misturas.

Para melhor compreender os resultados obtidos, além do estudo de hidratação, foram realizados também os ensaios de porosimetria por intrusão de mercúrio e de umidade relativa interna. Além disso, estudos de hidratação em pastas por análise térmica, calorimetria isotérmica e retração química foram realizados.

Na segunda etapa avaliou-se como diferentes teores de carbono residual presente na cinza da casca de arroz poderiam afetar na retração autógena de concretos de alto desempenho. Esse estudo se justifica porque as cinzas da casca de arroz são, em geral, produzidas de forma não controlada, o que influencia no teor de carbono presente. A presença de carbono nas cinzas é capaz de influenciar na sua reatividade e nas propriedades mecânicas e reológicas. Por isso, deseja-se investigar se o carbono influencia também a retração autógena dos concretos. Também foram realizados ensaios de resistência à compressão e estudo de hidratação em pastas (por calorimetria isotérmica e termogravimetria).

Para avaliar a influência do teor de carbono presente nas cinzas da casca de arroz nos resultados de resistência à compressão e de retração autógena foi realizada uma análise estatística para cada uma das idades estudadas levando em consideração o resultado de todos os corpos de prova moldados.

3.1 Materiais Utilizados

Para o presente estudo foram utilizados: cinza da casca de arroz, cimento Portland de alta resistência inicial, sílica ativa, agregados miúdo e graúdo, aditivo superplastificante e água.

3.1.1 A Cinza da Casca de Arroz

A cinza da casca de arroz foi obtida junto à Indústria de Beneficiamento de Arroz Urbano Agroindustrial, sediada no município de Jaraguá do Sul, em Santa Catarina. A cinza apresentava uma coloração bem escura indicando a presença de grande quantidade de carbono residual, o que foi confirmado no ensaio de perda ao fogo (NBR 5743 - 1989). Com o objetivo de reduzir o teor de compostos orgânicos do material foi

realizado uma requeima. A cinza obtida da requeima, que apresentou baixo teor de carbono e boa pozolanicidade foi utilizada Para a etapa do estudo em que se deseja avaliar a influência do D_{50} das partículas e o teor de substituição.

Na segunda etapa da pesquisa, que investigou a influência do teor de carbono na retração autógena de concretos de alto desempenho, foram definidos os teores de 0,53, 6 e 12%. O primeiro teor representa um teor muito baixo de carbono. O teor de 6% foi escolhido por ser o limite máximo admitido pela NBR 12653 (1992) para perda ao fogo de pozolanas comerciais. O teor de 12%, por sua vez, representa o valor extremo superior para essa análise, sendo possível observar com clareza o efeito do aumento do carbono residual das cinzas da casca de arroz na retração autógena.

3.1.2 O Cimento Portland de Alta Resistência Inicial

O cimento Portland de alta resistência inicial (CP V ARI - Holcim) foi proveniente de um mesmo lote de produção. O CP V-ARI é o tipo de cimento mais fino dentre os produzidos no Brasil. Conforme apresentado na revisão bibliográfica, os cimentos mais finos tendem a apresentar uma retração autógena mais elevada, o que justificou a escolha pelo CP V na presente pesquisa.

A Tabela 2 apresenta a composição de óxidos de cimento realizada no equipamento Shimadzu EDX-720. As principais características físicas do cimento estão apresentadas na Tabela 3. O ensaio de compacidade por demanda d'água foi realizado com os procedimentos sugeridos por De Larrard (1999), que estão descritos detalhadamente no item 4.1.9 Compacidade Experimental. Os resultados foram expressos como a média de quatro ensaios.

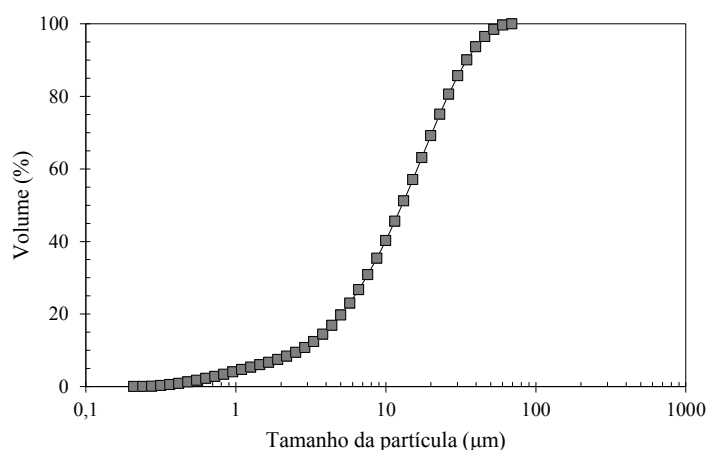
Tabela 2: Composição do cimento Portland CP V ARI.

Óxidos	Teor (%)
CaO	67,25
SiO ₂	15,25
Al ₂ O ₃	4,64
SO ₃	4,00
Fe ₂ O ₃	3,39
K ₂ O	0,98
MnO	0,13
ZnO	0,01
Perda ao fogo	4,35

Tabela 3: Propriedades físicas do cimento Portland CP V ARI.

Propriedades físicas	
Massa específica	3,17 g/cm ³
Compacidade	0,54
Superfície específica Blaine (m ² /kg)	49980

A Figura 4 apresenta a curva granulométrica e a Tabela 4 os valores de D₁₀, D₅₀ e D₉₀.

**Figura 4: Curva granulométrica do cimento Portland V.****Tabela 4: D₁₀, D₅₀ e D₉₀ do cimento Portland V.**

D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)
2,67	12,81	34,57

3.1.3 A Sílica Ativa

A sílica ativa utilizada foi da marca Silmix de um mesmo lote de produção. De acordo com Malhotra e Metha (2014), o teor ótimo de substituição de cimento Portland

por sílica ativa varia entre 7% e 10%, podendo, em algumas situações especiais, chegar a 15%. De acordo Aïtcin (1998), o teor ótimo pode variar de 8% a 10% da massa de cimento. Por isso, para esse trabalho, o teor de substituição de cimento Portland por sílica ativa foi fixado em 8%.

A Tabela 5 apresenta a composição química de óxidos realizada no equipamento Shimadzu EDX-720 e a massa específica da sílica ativa.

Tabela 5: Composição de óxidos e massa específica da sílica ativa.

Composto (%)	Sílica Ativa
SiO₂	96,49
SO₃	1,98
K₂O	0,95
CaO	0,56
ZnO	0,03
MnO	0,03
Perda ao fogo	0,06
Massa específica	2,37 g/cm ³

Visualmente notou-se que a sílica ativa apresentava grãos aglomerados, como mostrado na Figura 5. O ensaio de granulometria a laser indicou um D₅₀ igual a 37,3 µm para a sílica. Por esse motivo, com o objetivo de desaglomerar os grãos de sílica ativa foi realizado um procedimento de diluição da sílica em água no misturador Chandler.



Figura 5: Grãos de sílica aglomerados.

Foram utilizadas 100 g de sílica para cada 300 g de água. O primeiro teste foi realizado com o misturador operando na velocidade de 4000 RPM durante um tempo total de mistura de 3 minutos. Imediatamente após a diluição foi realizada a granulometria da suspensão e observou-se uma redução considerável do valor do D₅₀.

Na sequência, esse procedimento foi repetido para a velocidade de 12000 RPM para os tempos de 3 minutos e 5 minutos. Para avaliar a eficiência desses procedimentos foram realizados ensaios de granulometria a laser.

A Figura 6 apresenta as curvas granulométricas da sílica ativa submetida aos três procedimentos de diluição apresentados que receberam a seguinte nomenclatura S. A 2, S. A.3, S. A 4 na sequência em que foram realizados conforme descrição do item 4.2.4. A sílica ativa que não foi submetida a nenhum procedimento de diluição recebeu o nome de S. A 1. A Tabela 6 apresenta os valores de D_{10} , D_{50} e D_{90} obtidos para os procedimentos de diluição utilizados.

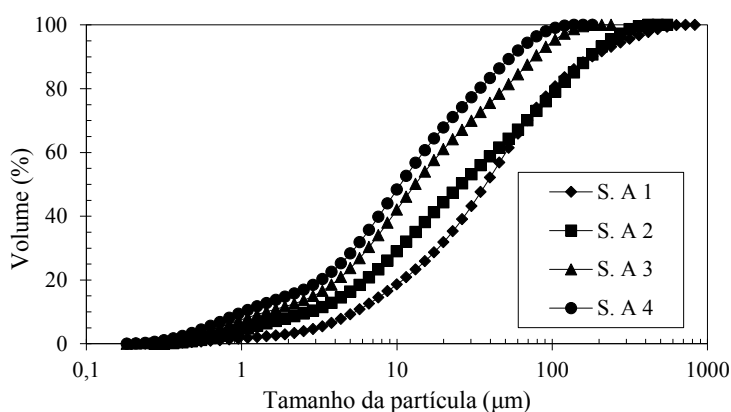


Figura 6: Curvas granulométricas da sílica ativa antes e após os procedimentos de diluição.

Tabela 6: Distribuição granulométrica da sílica ativa antes e após os procedimentos de diluição.

Amostra	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
S. A 1	5,37	37,33	180,48
S. A 2	2,73	25,95	175,53
S. A 3	1,44	13,13	77,81
S. A 4	1,03	10,55	54,49

Observou-se que o procedimento 3 desaglomerou bem as partículas de sílica ativa, por isso, foi utilizado ao longo dessa dissertação de mestrado. A Figura 7 apresenta uma imagem de microscopia obtida para a sílica ativa após a realização do procedimento. Para realizar as imagens, uma pequena amostra da sílica diluída foi mantida em estufa a 60°C por 24 horas, até completa evaporação da água. Em seguida, a amostra foi metalizada com ouro.

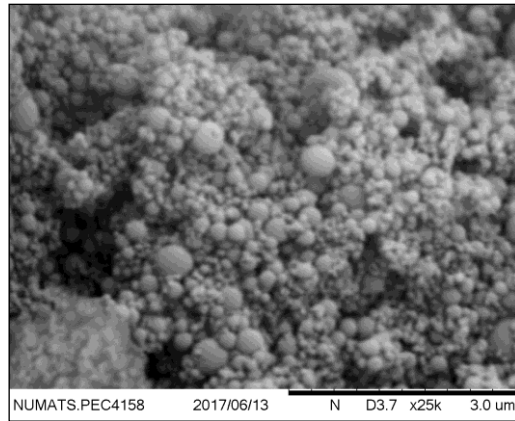


Figura 7: Imagem de microscopia eletrônica de varredura da sílica ativa.

A imagem de microscopia eletrônica de varredura indicou que o procedimento adotado não danificou a estrutura morfológica da sílica ativa, pois foi observado que as partículas esféricas da sílica ativa se mantiveram intactas.

A Figura 8 apresenta o difratograma de raios X (DRX) da sílica ativa utilizada nessa dissertação. Conforme esperado, o material apresenta um grande halo amorfo de sílica.

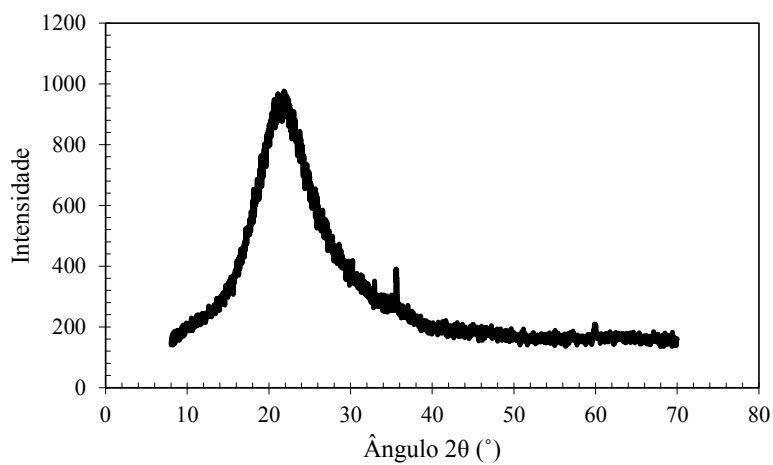


Figura 8: DRX da sílica ativa.

A Figura 9 apresenta a curva de variação de condutividade elétrica em função do tempo. A média de dois ensaios indicou que a sílica ativa utilizada foi classificada como de média pozolanicidade por apresentar variação de condutividade elétrica após 2 minutos de ensaio igual a 0,56 mS/cm.

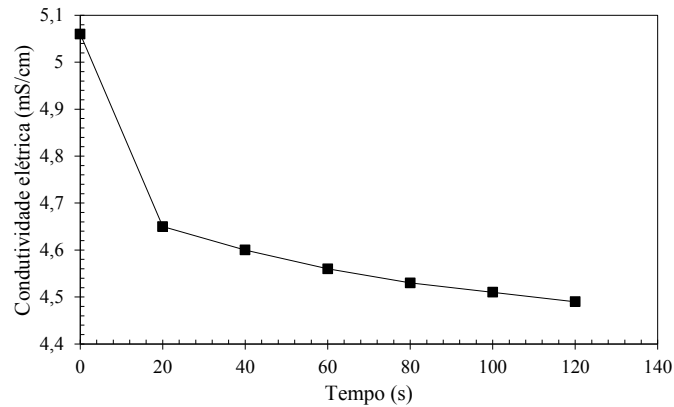


Figura 9: Variação de condutividade elétrica após 2 minutos de ensaio.

3.1.4 Os Agregados Naturais

Para produzir os concretos foram utilizados agregados naturais oriundos do comércio da região metropolitana da cidade do Rio de Janeiro. Uma areia natural quartzosa de leito do rio e uma brita zero granítica foram utilizadas. A Figura 10 apresenta suas curvas granulométricas.

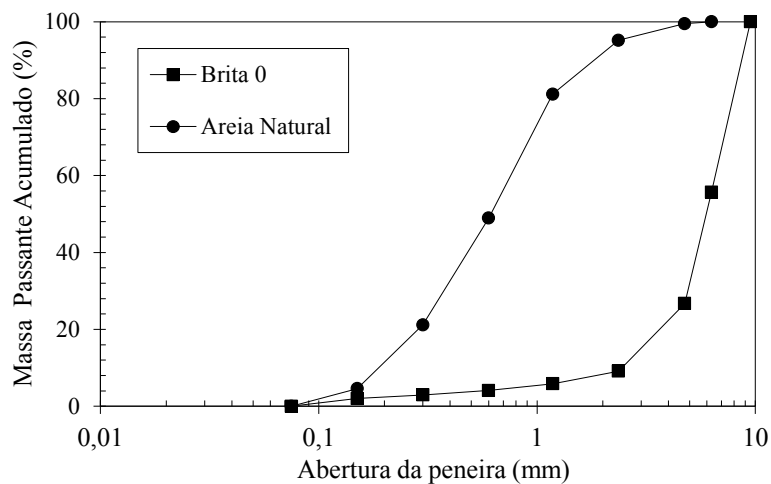


Figura 10: Curvas granulométricas da brita 0 e areia natural.

Na Tabela 7 e na Tabela 8 são observadas as características granulométricas da brita 0 e da areia, respectivamente.

Tabela 7: Característica granulométrica da brita 0.

Abertura da peneira (mm)	Percentual retido
6,3	44,05
4,75	26,78
2,36	17,47
1,18	3,81
0,6	2,35
0,3	1,60
0,15	1,29
Fundo	2,65
Módulo de finura	5,83

Tabela 8: Característica granulométrica da areia natural.

Abertura da peneira (mm)	Percentual retido
4,75	0,47
2,36	3,99
1,18	13,77
0,6	31,54
0,3	28,12
0,15	17,27
Fundo	4,84
Módulo de finura	2,46

A Tabela 9 e a Tabela 10 apresentam as características físicas da areia e da brita respectivamente.

Tabela 9: Propriedades físicas da areia.

Propriedades físicas	
Compacidade	0,674
Massa específica	2,52 g/cm ³
Absorção	0,55%

Tabela 10: Propriedades físicas da brita 0.

Propriedades físicas	
Compacidade	0,573
Massa específica	2,61 g/cm ³
Absorção	1,22%
Abrasão Los Angeles	39,27%

3.1.5 O Superplastificante

Neste estudo foi utilizado um aditivo superplastificante Glenium 51 (BASF), que é um aditivo de terceira geração com base em cadeia de éter carboxílico modificado. A Tabela 11 apresenta as principais características físicas do aditivo apresentadas pelo fabricante.

Tabela 11: Propriedades físicas do superplastificante.

Propriedades físicas	
Massa específica (kg/m ³)	1,210
Teor de sólidos	31,52%
Ph	6,2

A Figura 11 apresenta o resultado de compatibilidade e o ponto de saturação do superplastificante Glenium 51 com o cimento Portland ARI. Foi observado que os materiais são compatíveis entre si até 30 minutos, pois as curvas estão próximas uma das outras, e que o ponto de saturação da dosagem é de 0,30% de sólidos do dispersante em relação à massa de cimento. A não compatibilidade entre os dois materiais após uma hora de contato não foi um problema para esse estudo porque entre o tempo de mistura e a moldagem dos corpos de prova foi realizado em um tempo inferior a 15 minutos.

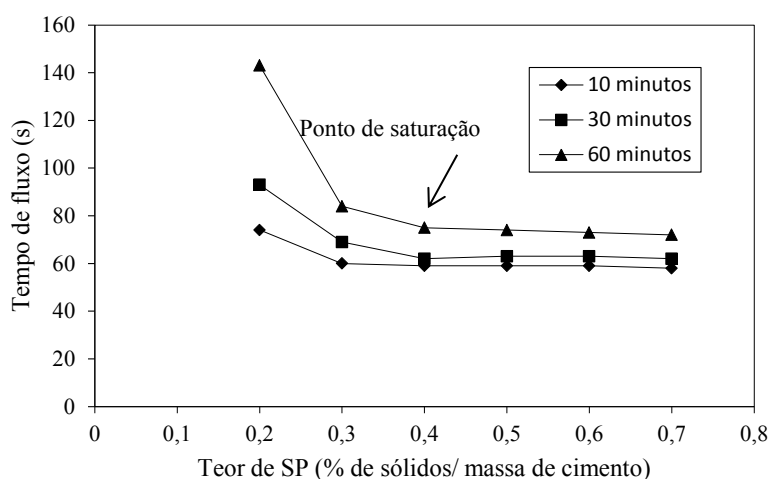


Figura 11: Ponto de saturação e compatibilidade.

3.1.6 A Água

A água utilizada para produzir os concretos foi proveniente do sistema de abastecimento da cidade do Rio de Janeiro. A relação água-material cimentício é um parâmetro importante para avaliar a retração autógena, e também a resistência à compressão. Por isso, uma relação fixa foi estabelecida para todos os concretos.

3.2 Dosagem dos Concretos Utilizando o Modelo de Empacotamento Compressível

Nesse trabalho, os concretos de alto desempenho foram dosados baseados no Modelo de Empacotamento Compressível (De Larrard, 1999) com o auxílio do programa computacional *Betonlab Pro 2*. O *Betonlab* foi desenvolvido pelo *Laboratoire Central des Ponts et Chaussées* (LCPC) e é capaz de simular diferentes composições de misturas que, após otimização, fornecem a proporção mais adequada de materiais para atender às propriedades mecânicas desejadas.

Para utilizar o *Betonlab Pro 2* e realizar a otimização da dosagem são necessárias três etapas. A primeira etapa consiste na criação de um banco de dados com as propriedades de todos os materiais que serão utilizados na dosagem e na calibração dos parâmetros “p” e “q”. A etapa seguinte consiste em definir a proporção dos agregados utilizados, o consumo de água e cimento e o teor de superplastificante que será utilizado. O programa calcula a primeira composição de materiais em kg/m^3 de concreto e as suas propriedades, como por exemplo, a resistência à compressão, abatimento e compactidade do esqueleto granular. Na terceira etapa é possível realizar otimizações na mistura, como por exemplo, ajustar o esqueleto granular para se obter uma maior compactidade ou ainda adequar a resistência à compressão para uma idade desejada.

Os concretos dessa dissertação são de alto desempenho e foram dosados para atingir resistência à compressão aos 28 dias em torno de 65 MPa (± 5 MPa). A seguir será detalhado o passo a passo na dosagem desses concretos.

3.2.1 Resistência do Cimento Portland CP V ARI

A resistência à compressão do cimento Portland é uma informação requerida pelo programa *Betonlab Pro 2* durante a criação do banco de dados. Para a sua determinação foi utilizada a NBR 7215 (1996). A Tabela 12 apresenta os valores obtidos para a resistência à compressão do cimento Portland V.

Tabela 12: Resistência do cimento Portland para as idades de 1, 3, 7, 28 e 90 dias.

Idade	Resistência à compressão
1 dia	24,3 MPa
3 dias	32,7 MPa
7 dias	35,4 MPa
28 dias	41,7 MPa

3.2.2 Criação do Banco de Dados

A criação do banco de dados é um processo simples onde são fornecidas informações sobre a caracterização experimental dos materiais que serão utilizados na dosagem. Para os agregados são fornecidas os valores de: massa específica, porosidade e absorção de água, granulometria, compactidade e parâmetros “p” e “q”. Os materiais cimentantes utilizados também são cadastrados no banco de dados com as seguintes propriedades: massa específica, granulometria, compactidade, composição de Bogue e resistência à compressão, os dois últimos se aplicam somente para o cimento. Em relação ao superplastificante são fornecidas os valores de massa específica, dosagem de saturação e teor de sólidos.

3.2.3 Calibração dos Parâmetros “p” e “q”

O modelo do empacotamento compressível prevê a utilização de dois parâmetros: “p” e “q”. O coeficiente “p” diz respeito à aderência desenvolvida entre a pasta de cimento Portland com o agregado e por esse motivo é extremamente sensível às variações de textura do agregado. O coeficiente “q” por sua vez está relacionado à resistência intrínseca do agregado, que pode limitar a resistência do concreto (De Larrard, 1999). A Equação 13 e a Equação 14 apresentam os cálculos para obter os parâmetros “p” e “q”, respectivamente.

$$p = \frac{1}{f_{cM} \left(\frac{1}{f_{cp}} - \frac{1}{2,14 f_{cg}} \right)} \quad (13)$$

$$q = \frac{p}{2f_{cg}} \quad (14)$$

Onde:

f_{cM} : é a resistência à compressão da matriz;

f_{cp} : é a resistência à compressão da pasta de cimento;

f_{cg} : é a resistência à compressão da rocha.

Para calibrar esses dois parâmetros é necessário produzir dois concretos com valor de resistência à compressão diferente: um concreto de alta e outro de baixa resistência à compressão para uma determinada idade desejada. Para que o programa calcule os valores de “p” e de “q” deve ser fornecido o consumo (kg/m^3) de cada material utilizado em cada um dos dois concretos e os seus respectivos valores de resistência alcançados.

Para que a resistência à compressão não fosse uma variável que influenciasse nos resultados de retração autógena, um dos objetivos centrais da dosagem foi o de obter concretos de uma mesma classe de resistência (65 MPa aos 28 dias). Com isso, seria interessante obter concretos de calibração com resistência à compressão aos 28 dias de 50 e 70 MPa. Esses concretos foram nomeados C-50 e C-70.

Dessa maneira, os concretos C-50 e C-70 foram dosados no *Betonlab* para tentar atingir os valores de resistência desejados. Para isso, primeiramente, o banco de dados foi alimentado com todas as informações necessárias sobre cada um dos materiais: cimento CP V - ARI, areia natural, brita zero e superplastificante (SP). Em virtude da similaridade dos materiais utilizados, nesse momento, foram inseridos manualmente os valores de “p” e de “q” obtidos por Silva (2007). É importante deixar claro que essa foi uma estratégia utilizada apenas para obter os concretos de calibração dos parâmetros “p” e “q”, uma vez que a intenção era obter valores de resistência à compressão bem próximos ao valor desejado (65 MPa).

De forma simplificada, o primeiro passo durante o processo de dosagem no *Betonlab* é fornecer uma dosagem de partida com consumo de cada material, relação água-cimento e proporção dos agregados. O programa apresenta um campo referente a entrada desses dados. A última etapa consiste na otimização da mistura. O programa permite realizar as otimizações de acordo com o desejado, como por exemplo, estabelecer um valor de resistência à compressão para uma determinada idade ou minimizar o índice K (parâmetro relativo a compactação do concreto). A Figura 12 apresenta uma imagem da janela de otimização do *Betonlab*. Do lado esquerdo é possível visualizar os dados de entrada e do lado direito algumas otimizações realizadas.

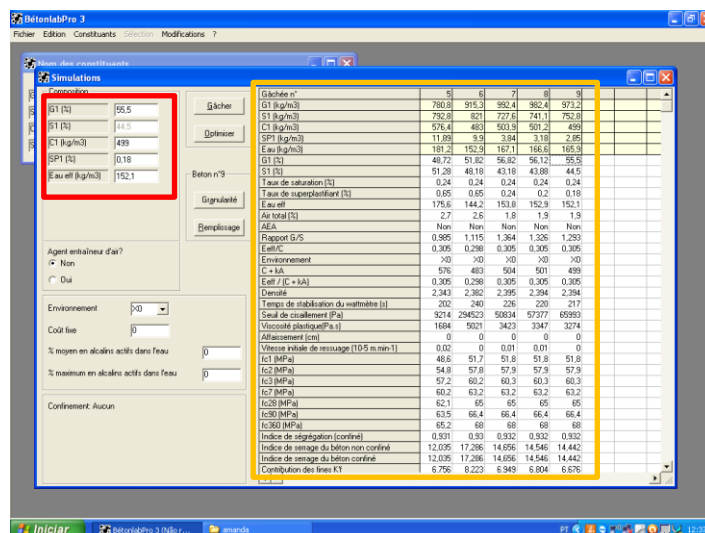


Figura 12: Programa *Betonlab Pro 3*: no quadrado vermelho estão os dados de partida; no quadrado amarelo as otimizações.

No caso dessa dissertação, para esses dois concretos, foram utilizados os mesmos dados de entrada, entretanto a otimização foi um pouco diferente. A proporção dos agregados foi mantida constante, enquanto a relação água-cimento e o consumo de cimento foram as variáveis utilizadas para obter a resistência à compressão desejada. Para o concreto C-50 foi utilizada uma relação água-cimento de 0,47 e um consumo de cimento igual a $373,6 \text{ kg/m}^3$. O concreto C-70 apresentou um consumo de cimento 54% maior que o primeiro e uma relação água-cimento de 0,32. A Tabela 13 apresenta o consumo dos materiais utilizados para as misturas C-50 e C-70.

Tabela 13: Consumo dos materiais em kg/m^3 para os concretos de calibração.

Concreto	Cimento	Areia	Brita 0	SP	Água	Abatimento (mm)
C-50	373,6	900,2	683,4	1,87	175,5	65
C-70	576,4	803,5	609,9	2,88	183,6	150

A seguinte metodologia de mistura foi utilizada: a brita 0 e a areia foram homogenizadas no misturador durante 1 minuto; adição de 70% da água e a betoneira foi ligada por mais um minuto; o cimento foi adicionado em seguida e mantido por agitação por mais 1 minuto; o restante da água foi adicionado com o superplastificante e mantido em agitação por mais 8 minutos.

Foram moldados 18 corpos de prova de 7,5 cm de diâmetro e 15 cm de altura. Após 24 horas, os concretos foram desmoldados, as faces foram retificadas em torno mecânico e levadas para a cura em câmara úmida. Os concretos foram ensaiados nas

idades de 3, 7 e 28 dias. A Tabela 14 apresenta a resistência à compressão obtida para os concretos nas respectivas idades. É possível observar, que o concreto C-70 apresentou resistência abaixo da previsão do *Betonlab Pro 8*, o que pode ser justificado pelo uso de valores de “p” e “q” do estudo desenvolvido por Silva (2007).

Tabela 14: Resistência dos concretos de calibração nas idades de 3,7 e 28 dias.

Idades	C-50	C-70
3 dias	40,5 MPa	54,8 MPa
7 dias	42,1 MPa	60,5 MPa
28 dias	51,1 MPa	62,2 MPa

Com esse resultado foi possível obter os parâmetros “p” (1,7298) e “q” (0,01568).

Capítulo 4. Métodos Experimentais

4.1 Métodos para a Caracterização dos materiais

4.1.1 Classificação Granulométrica

Para determinar a distribuição do tamanho das partículas foi necessário empregar duas técnicas: peneiramento mecânico à seco e granulometria a laser. Para a determinação da composição granulométrica dos agregados graúdos e miúdos foi executado peneiramento mecânico à seco de acordo com a NBR 248 (2003). Para o agregado graúdo foi utilizado um conjunto de peneiras com aberturas entre 9,5 mm e 150 μm , enquanto que para a areia natural foram utilizadas peneiras com aberturas entre 4,75 mm e 150 μm . O conjunto de peneiras foi acoplado a peneirador vibratório Tyler Ro-Tap® 8” e mantido por vibração durante 15 minutos. O peneiramento mecânico foi realizado no Laboratório de Tecnologia Mineral (LTM) da COPPE/UFRJ. Figura 13-a apresenta o peneirador mecânico que foi utilizado e a Figura 13-b o detalhe do jogo de peneiras acopladas no peneirador.



(a)



(b)

Figura 13: Peneirador vibratório Tyler Ro- Tap® 8”(a); detalhe do jogo de peneiras acopladas no peneirador (b).

A cinza da casca do arroz e o cimento Portland tiveram suas distribuições granulométricas obtidas via analisador de partículas à laser (Malvern Mastersizer) por via úmida (Figura 14). No caso do cimento foi utilizado álcool etílico P.A como meio dispersante e no caso da cinza da casca do arroz a água foi empregada com tal propósito. Cada material foi adicionado até atingir uma taxa de obscuração entre 11% e 15%. Ao atingir essa taxa, o material foi mantido em dispersão por 4 minutos, seguido de 1 minuto de ultrassom. A velocidade da bomba foi de 2000 RPM.



Figura 14: Analisador de partículas a laser Malvern Mastersizer (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).

Os materiais foram classificados com base nos parâmetros característicos de D_{10} , D_{50} e D_{90} , que representam respectivamente os tamanhos de partículas abaixo das quais se situam 10%, 50% e 90% da massa de material. No caso específico das cinzas da casca do arroz, foi avaliado o coeficiente de não uniformidade C_{nu} . De acordo com Cordeiro (2006), quanto maior a faixa de grãos presentes mais bem graduado é o material, e que para C_{nu} menor que 2 mais uniforme é o material. A Equação 11 apresenta como esse cálculo deve ser realizado.

$$C_{nu} = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad (11)$$

Onde:

D_{60} : tamanho abaixo do qual se encontra 60% da massa do material;

D_{10} : tamanho abaixo do qual se encontra 10% da massa de material.

4.1.2 Massa Específica

As massas específicas do cimento Portland e da cinza da casca do arroz foram determinadas através de picnômetro a gás hélio (Accupyc – Micromeritics - Figura 15). As amostras foram secas em estufa à temperatura de $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, por um período de uma hora e resfriadas em dessecador por um período de meia hora. As análises foram realizadas no NUMATS (COPPE/UFRJ).



Figura 15: Pícnômetro a gás hélio AccuPyc – Micrometrics (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).

Os agregados miúdo e graúdo tiveram suas massas específicas determinadas de acordo com as normas NBR NM 52 (2003) e NBR NM 53 (2002), respectivamente. Além disso, também foram determinados os teores de absorção de água dos agregados, sendo que para a areia foi utilizada a NBR NM 30 (2001) e para a brita 0 a NBR NM 53 (2002).

Para ambos os materiais foram realizados três ensaios e foi obtida a média aritmética para o cálculo da massa específica e da absorção de água dos agregados. A Figura 16-a apresenta três amostras de brita 0 imersas em água conforme indicação da norma, enquanto a Figura 16-b mostra o momento em que a areia foi submetida ao processo de compactação dentro do mini cone no ensaio de determinação da massa saturada superfície seca.



(a)



(b)

Figura 16: Três amostras de brita 0 em água conforme indicação das normas brasileiras (a); determinação da massa saturada superfície seca da areia natural (b).

4.1.3 Adsorção de Gás: Superfície Específica e Porosidade

A adsorção de gás é uma técnica bastante utilizada para caracterizar a estrutura porosa de materiais que apresentam microporos e mesoporos. O fenômeno de adsorção ocorre quando a superfície de um sólido é exposta a um gás sob incremento de pressão, onde as moléculas desse gás interagem com o material de forma física ou química, dependendo da natureza da interação entre o gás e o sólido. A grande maioria dos gases

pode ser removida da superfície do adsorvato, e essa evacuação recebe o nome de dessorção (Aligizaki, 2006).

A adsorção física é rápida, reversível e ocorre quando o gás (adsorvato) encontra-se ligado a superfície do material (adsorvente) por Forças de Van de Waal, resultando em uma adsorção em múltiplas camadas. A adsorção química resulta em uma adsorção em monocamada, em decorrência a um envolvimento de interação química onde há transferência de elétrons. Por essa razão, a adsorção física é utilizada para determinar a distribuição de poros dos materiais. É conveniente classificar os poros de acordo com o tamanho: (a) poros com largura superior a 50 nm (0,05 μm) são chamados de macroposo; (b) poros com larguras entre 2 nm e 50 nm são chamados mesoporos; e (c) poros com largura inferior a 2 nm são chamados microporos (IUPAC, 2014).

É muito importante ressaltar que o mecanismo de preenchimento dos poros está relacionado à forma dos poros e das interações entre adsorvente-adsorvato. De acordo com a IUPAC (2014), os microporos são preenchidos em um primeiro estágio com a formação de uma monocamada de gás, onde todas as moléculas do gás estão em contato com a superfície do adsorvente. O processo de fisissorção em mesoporos e macroporos ocorre em dois estágios distintos, seja pela adsorção de monocamada-multicamada ou por condensação capilar. A formação de multicamadas ocorre quando o espaço disponível no adsorvente acomoda mais de uma camada de adsorvato. Com isso, nem todas as moléculas do gás estão em contato com a superfície do sólido em questão. A condensação capilar ocorre após a adsorção em multicamadas, em que os espaços de poros até então não preenchidos são ocupados pela condensação de gás. A Figura 17 apresenta um esquema ilustrativo de como esses processos ocorrem.

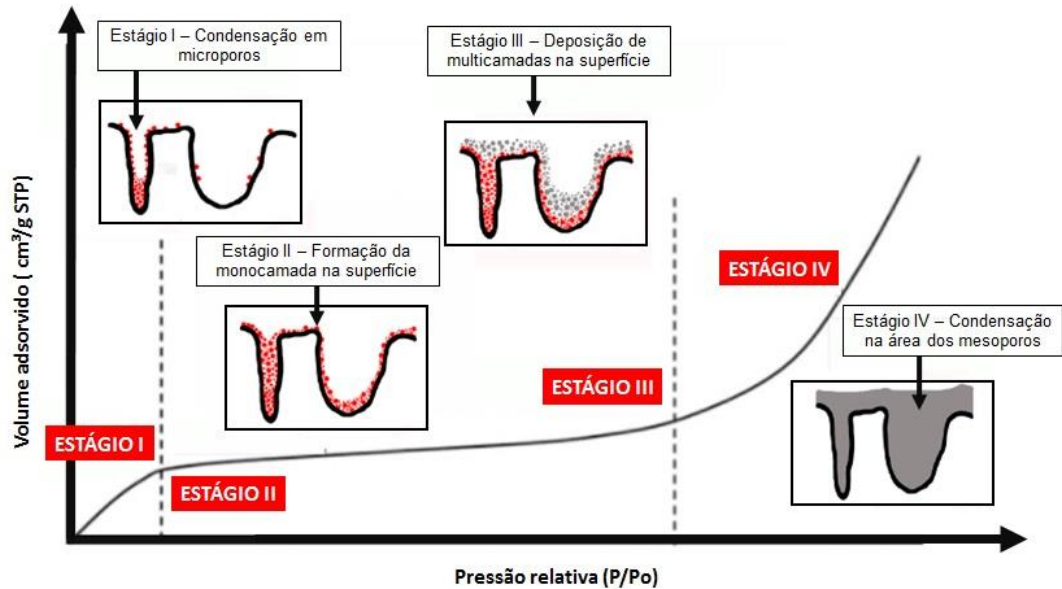


Figura 17: Representação esquemática dos processos de adsorção de gás.

De acordo com a IUPAC (2014), a isoterma de fisio-adsorção, obtida durante o ensaio de adsorção de gás, fornece informações importantes sobre os poros dos materiais. A isoterma de fisio-adsorção nada mais é que um gráfico de pressão relativa versus volume de gás adsorvido, em que a quantidade de gás adsorvido é medido para valores crescentes de pressão até ser atingido a pressão de saturação (P/P_0 igual a 1), onde ocorre toda a condensação do gás. Em seguida, ocorre o caminho inverso e a isoterma de dessorção é obtida. Ainda de acordo com a IUPAC (2014), os materiais podem ser classificados de acordo com oito isotermas, apresentadas na Figura 18.

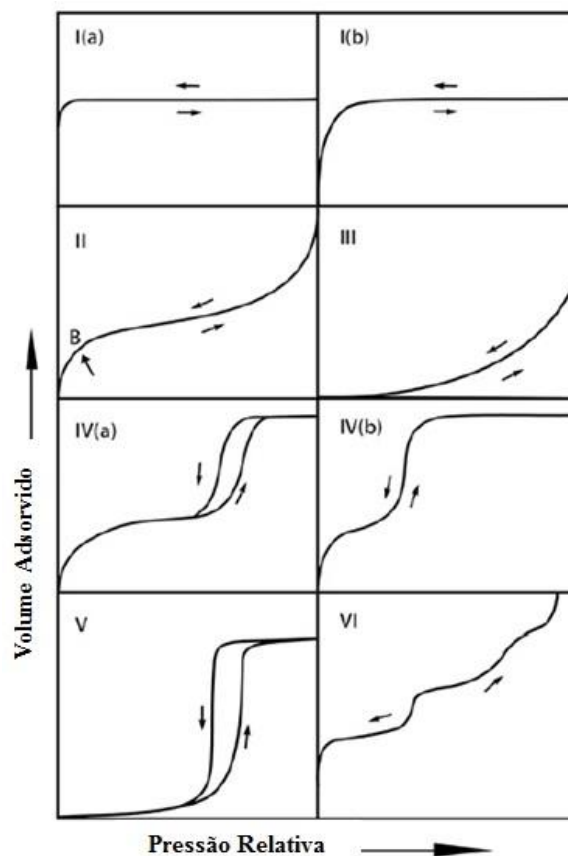


Figura 18: Isoterma de fisio-adsorção (IUPAC, 2014).

De uma maneira simplificada, a isoterma do tipo I é característica de materiais microporosos que apresentam uma pequena superfície externa (são exemplos desses materiais: carbono ativado, zeólitas e óxidos porosos). A isoterma do tipo II é característica de materiais não porosos e macroporosos. O ponto B representa a completa formação de uma monocamada o que indica a presença de microporos. Após o ponto B ocorre a formação de multicamadas sobre a superfície do adsorvato. A isoterma do tipo III se assemelha a do tipo II e também caracteriza materiais não porosos e macroporosos, entretanto não apresenta a formação do ponto B e é convexa em relação ao eixo de pressão relativa. As isotermas do tipo IV apresentam um platô característico e são típicas de materiais mesoporosos. A isoterma do tipo V caracteriza materiais microporosos e mesoporosos, enquanto a isoterma do tipo VI caracteriza materiais de superfície não porosa.

Em casos bem específicos, os gráficos de pressão relativa *versus* volume de gás adsorvido podem apresentar histerese. A histerese ocorre quando os gráficos de adsorção e dessorção não são coincidentes. Esse comportamento é típico de materiais meso e macroporosos. Esses poros apresentam forma e tamanho variados, e algumas

das vezes podem estar interconectados (Webb e Orr, 1997). A forma da histerese também é classificada pela IUPAC (2014) conforme a Figura 19.

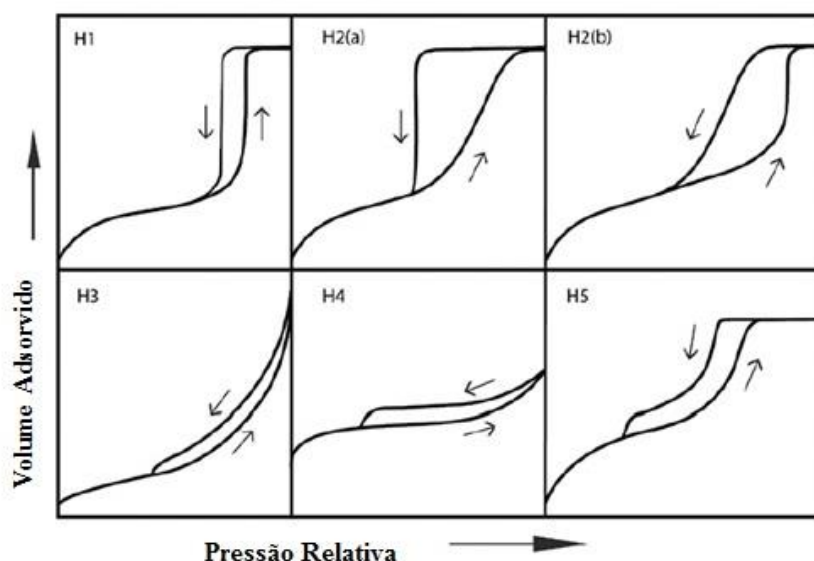


Figura 19: Tipos de histereses de adsorção de gás (IUPAC, 2014).

De uma maneira simples, as histereses são classificadas pela IUPAC (2014) da seguinte maneira:

- A histerese do tipo H1 ocorre em materiais que apresentam mesoporos uniformes e em algumas redes de poros da forma garrafa de tinta (*ink-bottle*) que apresentam a largura da distribuição do tamanho do pescoço semelhante à largura da distribuição do tamanho do poro/cavidade;
- A histerese do tipo H2 ocorre em rede de poros mais complexas. A H2(a) apresenta um ramo de dessorção bem íngreme que pode ser atribuído ao bloqueio de poros por uma percolação em uma faixa estreita no pescoço dos poros, ou ainda devido à presença de mesoporos. A histerese do tipo H2(b) também está associada a um bloqueio de poros, porém, dessa vez o tamanho da largura do pescoço dos poros é bem maior;
- A histerese do tipo H3 apresenta um ramo de adsorção bem semelhante a uma isoterma do tipo II, esta geralmente associada a materiais rígidos que apresentam estruturas semelhantes à placa (como por exemplo, as argilas), e também a materiais que apresentam uma rede de poros macroporosos que não foram completamente preenchidos por condensação capilar. A histerese do tipo H4 é bem parecida com a anterior, mas o seu ramo de adsorção apresenta valores bem baixos de P/P_0 e está associada a um preenchimento

de microporos, é frequentemente encontrada em materiais que apresentam mesoporos e micro-mesoporos. A histerese do tipo H5 é bem incomum e está associada à presença de mesoporos abertos e parcialmente bloqueados. As histereses do tipo H3, H4 e H5 apresentam um decaimento no ramo de dessorção, geralmente localizado entre 0,4 a 0,5 de pressão relativa.

De acordo com Aligizaki (2006), o cálculo da espessura do filme de gás formado sobre a superfície do sólido analisado fornece informação importante sobre a distribuição do tamanho dos poros. A equação de Harkins e Jura (Aligizaki (2006), propõe de forma empírica o cálculo da espessura do filme (Equação (12)).

$$t = \sqrt{\frac{13,99}{0,034 - \log\left(\frac{P}{P_0}\right)}} \quad (12)$$

Onde:

t é a espessura do filme (Å);

P/P₀ é a pressão relativa do gás.

Para determinar o tamanho do poro é necessário somar a espessura do filme formado (t) ao raio de Kelvin (r_k). A Equação 13 apresenta a equação para determinar o raio de Kelvin.

$$r_k = \frac{-4,15}{\log\left(\frac{P}{P_0}\right)} \quad (13)$$

Onde:

r_k é o raio de Kelvin (Å);

P/P₀ é a pressão relativa do gás.

A Figura 20 mostra de forma esquemática a obtenção do valor de raio do poro. É importante mencionar que essa formulação não se aplica aos macroporos.

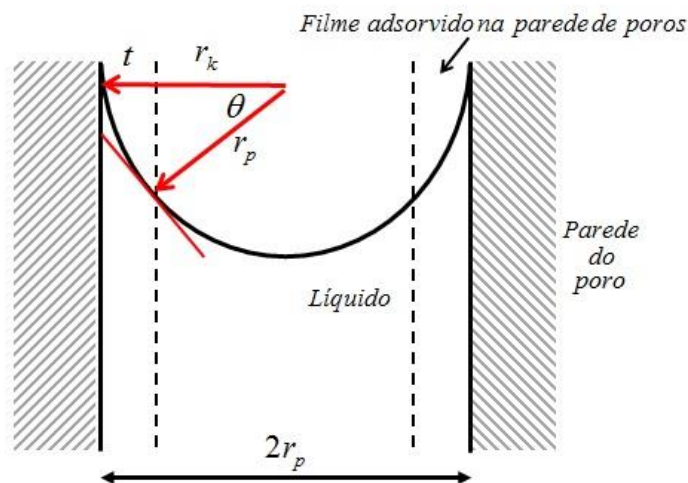


Figura 20: Forma esquemática para a obtenção do valor de raio do poro (Adaptado de Aligizaki, 2006).

Ainda de acordo com Aligizaki (2006), a partir da determinação da espessura do filme é possível construir a curva *t*-plot, que é a espessura do filme *versus* o volume de gás adsorvido. A curva *t*-plot é capaz de fornecer informações adicionais sobre a estrutura porosa.

Além da porosidade e da distribuição dos poros de um material, a técnica de absorção de um gás fornece também o valor da área da superfície específica. A superfície específica pode ser definida como a área superficial por unidade de massa, tipicamente expressa em metros quadrados por quilograma.

Conforme apresentado, a estrutura porosa da cinza da casca de arroz é capaz de absorver água e liberá-la à medida que as reações de hidratação ocorrem. Por isso, determinar a superfície específica e a porosidade das diferentes cinzas produzidas é de fundamental importância para esse trabalho. Nessa dissertação, as superfícies específicas do cimento Portland e da cinza da casca de arroz foram determinadas por absorção de nitrogênio pelo método B.E.T (Brunauer *et al.*, 1938).

Os ensaios foram conduzidos no aparelho ASAP 2020 da marca Micromeritics (Figura 21-a). As amostras foram tratadas para a eliminação de umidade à 200°C durante 8 horas. Foi utilizado o nitrogênio como agente adsorvato. A Figura 21-b apresenta o detalhe da amostra após o tratamento minutos antes do início do teste.



Figura 21: Aparelho ASAP 2020 da marca Micromeritics (a); detalhe da amostra tratada (b) (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).

4.1.4 Composição de Óxidos e Perda ao Fogo

A determinação da composição de óxidos da cinza da casca de arroz e do cimento Portland foi realizada por análise semi-quantitativa por espectrometria de fluorescência de raios X, em equipamento Shimadzu EDX-720 (Figura 22). As análises foram realizadas na forma de pó solto e foram conduzidas no NUMATS (COPPE/UFRJ).



Figura 22: Equipamento Shimadzu EDX-720 (NUMATS/Labest/COPPE/UFRJ).

Uma estimativa para o teor de carbono das amostras de cinza da casca de arroz foi obtida pelo ensaio de perda ao fogo, com base na NBR NM 18 (2012). Essa metodologia também foi utilizada para o cimento. Nesse ensaio, as amostras foram calcinadas em forno tipo mufla a uma temperatura de $950^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, com uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e tempo de residência de 15 minutos. A perda ao fogo foi obtida pela média aritmética de duas determinações apresentadas pela Equação 14.

$$\text{P. F.} = \frac{m_{110} - m_{950}}{m_{110}} \times 100 \quad (14)$$

Onde:

P.F.: perda ao fogo;

m_{110} : massa da amostra seca em estufa a $110^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$;

m_{950} : massa da amostra calcinada a $950^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

4.1.5 Difractometria de Raios X

A difratometria de raios X (DRX) é uma técnica bastante empregada na caracterização de materiais cristalinos, possibilitando tanto uma análise quantitativa como qualitativa. O DRX de um material cristalino produz picos de intensidade variável em ângulos de difração característicos possibilitando a identificação das fases que compõem o material (Scrivener *et al.*, 2016).

A técnica de difratometria de raios X foi empregada para determinar a presença de fases cristalinas nas cinzas da casca de arroz. O equipamento utilizado foi o difratômetro Rigaku Miniflex (NEXMAT/CCT/UENF) operando com voltagem de 15 kV, 40 mA com velocidade angular de 10° por minuto e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg de 8° a 70°. As amostras em pó foram compactadas em porta amostras de acrílico (Figura 23).



Figura 23: Detalhe das cinzas da casca de arroz e sílica ativa dentro do porta amostra.

4.1.6 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise por microscopia eletrônica da varredura foi uma técnica importante que possibilitou investigar as mudanças causadas na estrutura celular das cinzas da casca do arroz produzidas a partir de diferentes tipos e tempos de moagem. As amostras foram pulverizadas sobre porta amostras, recobertas com ouro e analisadas no equipamento Microscópio Hitachi - TM 3000 (Figura 24).



Figura 24: Microscópio de bancada Hitachi – TM 3000.

4.1.7 Atividade Pozolânica

A determinação da atividade pozolânica da cinza da casca de arroz foi realizada pelo ensaio de condutividade elétrica proposto por Lúxan (Lúxan *et al.*, 1989), que relaciona a condutividade elétrica de uma amostra em uma solução saturada de hidróxido de cálcio por unidade de tempo. Lúxan *et al.* (1989) propuseram uma classificação baseada na variação entre valores de condutividade (ΔC) observados no exato momento de adição da cinza e após dois minutos da adição da mesma. A classificação proposta por Lúxan *et al.* (1989) está apresentada na Tabela 15. Foram necessárias 1,75 g de cinza em uma solução saturada de hidróxido de cálcio (P.A.) à $40 \pm 1^\circ\text{C}$. Para monitorar a variação de condutividade foi utilizado o condutivímetro Alfakit 230, o tempo para a realização dos ensaios foi de 20 minutos. Os ensaios foram realizados no Núcleo de Excelência em Materiais Cimentícios da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (NEXMAT). A Figura 25 apresenta um dos ensaios em execução.

Tabela 15: Classificação da atividade pozolânica conforme o Método de Lúxan *et al.* (1989).

Classificação	ΔC (mS/cm)
Não pozolânico	$< 0,4$
Média pozolanicidade	$0,4 < \Delta C < 1,2$
Boa pozolanicidade	$> 1,2$

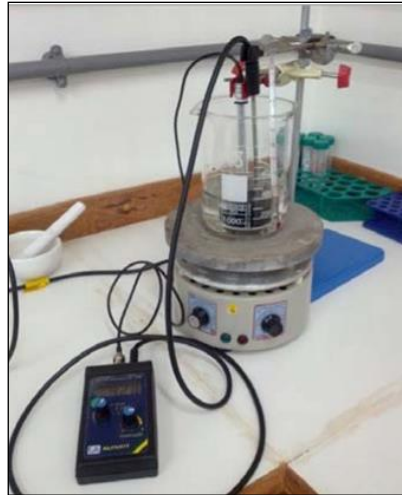


Figura 25: Ensaio de atividade pozolânica pelo método de Lúxan *et al.* (1989).

4.1.8 Fração Solúvel de Sílica

Nesse ensaio é possível estimar a quantidade de sílica solúvel em meio alcalino e, desta forma, estimar o teor de material amorfo presente na pozolana. O experimento, que seguiu a metodologia desenvolvida por Cordeiro e Kurtis (2017), consistiu na diluição de 5 g da adição mineral em uma solução de 100 ml de hidróxido de sódio a 10% (Figura 26-a), que foi mantida a 90°C durante um período de 6 horas (Figura 26-b). Na sequência, o material foi lavado com água deionizada e filtrado em filtro de papel Whatman com abertura de 589-WH (até a neutralização do pH da solução). Em seguida, o conjunto filtro e amostra foi submetido à queima a 800°C com taxa de aquecimento de 10°C/min por 2 horas. Por fim, o valor da fração solúvel foi calculado pela quantidade em porcentagem de material solúvel na solução corrigido pela perda ao fogo do material submetido à mesma condição de queima. Para cada amostra foram realizados dois ensaios. A Equação 15 apresenta o cálculo da fração solúvel.

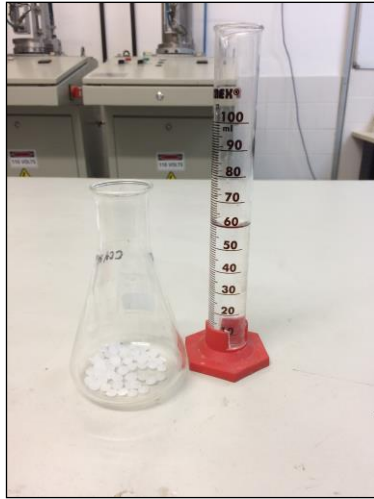
$$\text{Fração Solúvel} = \left(\frac{M_1 - M_2}{M_2} \times 100 \right) - \text{Perda de massa}_{800^\circ\text{C}} \quad (15)$$

Onde:

M_1 : Massa inicial de pozolana utilizada;

M_2 : Massa após a filtragem do material;

Perda de massa $_{800^\circ\text{C}}$: Perda ao fogo seguindo metodologia do item 3.4, porém à 800°.



(a)



(b)

Figura 26: Ensaio de fração solúvel.

4.1.9 Compacidade Experimental

Nesse estudo os concretos produzidos foram dosados seguindo o Modelo de Empacotamento Compressível e, dessa forma, determinar a compacidade experimental dos materiais utilizados na mistura é de fundamental importância. De Larrad (1999) propõe que para partículas menores que 100 μm o método utilizado seja o ensaio de demanda d'água, e para partículas maiores o ensaio de compressão e vibração.

O ensaio de demanda d'água foi realizado para o cimento Portland e para a cinza da casca de arroz. O procedimento seguido foi sugerido por Sedran (1999) e De Larrad (1999). Nesse ensaio, adições progressivas de água produzem o máximo empacotamento das partículas do material e são observadas 4 fases: a fase inicial o material encontra-se no estado seco, com um elevado teor de vazios, à medida que a água é adicionada os vazios são ocupados por pontes de água líquida, aumentando o contato entre as partículas, essa fase é denominada de fase pendular. À medida que a umidade vai aumentando e ocorre o aparecimento das primeiras bolhas de ar na pasta e uma nova fase se inicia, essa é chamada de funicular. O ponto de demanda d'água (apresentado na Figura 27) é alcançado na fase capilar, quando todos os vazios estão preenchidos por água (Cordeiro, 2006). Desse ponto em diante, qualquer incremento de água pode causar o afastamento das partículas do material, reduzindo a compacidade e aumentando a fluidez do material.



Figura 27: Compacidade experimental pelo método de demanda de água. Em detalhe é possível ver o surgimento das três folhas, indicando que o ponto de demanda de água foi atingido.

A compactação por compressão e vibração foi realizada com amostras de 3,0 kg de agregado miúdo e de 7,5 kg de agregado graúdo. O cilindro foi posicionado e fixado à mesa vibratória. As amostras foram colocadas dentro do cilindro e então o pistão foi colocado sob a amostra. Em seguida, o conjunto foi vibrado com uma frequência de 68 Hz durante 3 minutos. Com o auxílio do catetômetro foi feita a leitura antes do material ser colocado no cilindro, antes e depois de vibrar. Os valores de compacidade foram determinados pela média de três determinações para ambos os materiais (Figura 28). A compacidade é determinada pela Equação 19.



(a)



(b)

Figura 28: Ensaio de compacidade pelo método da compressão e vibração: detalhe do cilindro e do pistão (a); catetômetro (b).

$$c = \frac{m}{A_e \times h_c \times \delta} \quad (19)$$

Onde:

c: compacidade;

A_e : área do cilindro;

h_c : altura da camada de material ao final do ensaio;

δ : massa específica do material.

4.1.10 Ponto de Saturação e Compatibilidade

Os superplastificantes são capazes de reduzir de forma eficiente a água de amassamento de um concreto em, cerca de três a quatro vezes quando comparados aos aditivos redutores de água normais. Esse aditivo é capaz de dispersar as partículas de cimento promovendo uma aceleração na taxa de hidratação. Entretanto, quantidades grandes de superplastificantes podem ser adicionadas ao concreto sem causar exsudação excessiva e retardar a pega (Mehta e Monteiro, 2014). Dessa forma, caracterizá-lo antes de aplicá-lo no concreto é de extrema importância.

A caracterização do superplastificante foi realizada pelo ensaio de compatibilidade e ponto de saturação (De Larrard, 1999; Aïtcin, 1998), que consiste na confecção de pastas com relação água-cimento de 0,36 e teores variáveis de superplastificante em relação a massa de cimento. O material cimentício foi colocado dentro do copo do misturador com água, e então misturado por 8 minutos (Figura 29-a). As pastas foram vertidas em um cone de 5 mm de diâmetro (Figura 29-b) e o tempo de escoamento que um volume de 1500 ml de pasta leva para encher uma proveta de 1000 ml foi medido após 5, 30 e 60 minutos de mistura (Figura 29-c e Figura 29-d).

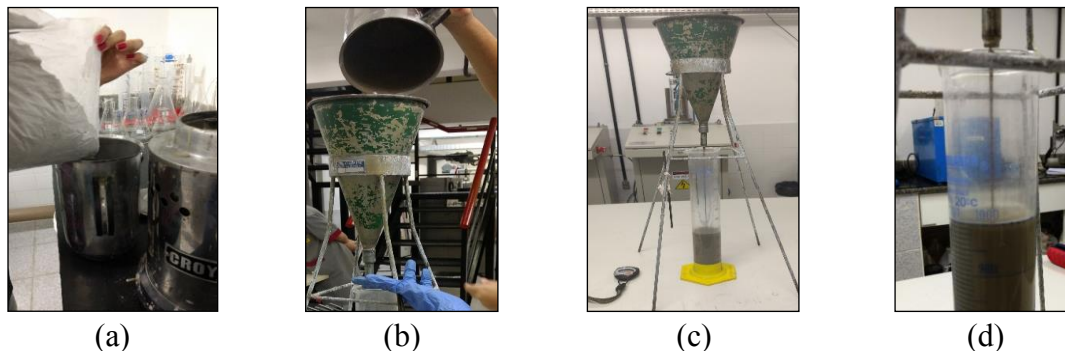


Figura 29: Fases do ensaio de cone de Marsh: colocação do material cimentício no misturador (a); colocação da pasta dentro do funil de Marsh (b); pasta fluindo durante o ensaio (c); detalhe da pasta completando a proveta em 1000 ml.

4.2 Preparação dos Materiais

4.2.1 Homogeneização dos materiais

A cinza da casca de arroz, a areia e a brita foram homogeneizados com formação de pilha cônica e alongados, quarteados e ensacados (Figura 30).

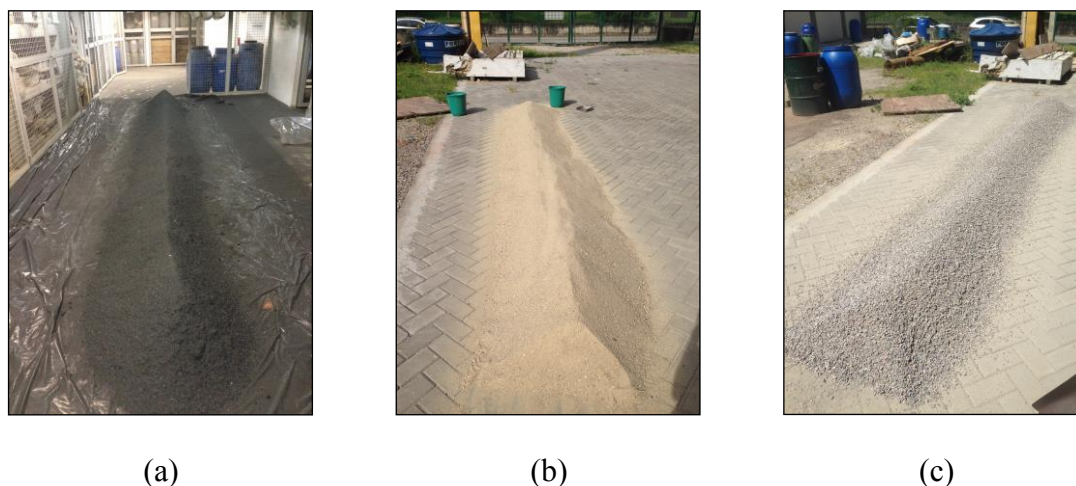


Figura 30: Detalhe do processo de homogeneização dos materiais: pilha alongada da cinza da casca de arroz (a); pilha alongada da areia natural (b); pilha alongada da brita 0 (c).

4.2.2 Requeima da cinza da casca de arroz.

Uma requeima em escala laboratorial em forno mufla foi realizada para eliminar o carbono residual presente na cinza da casca de arroz e obter uma cinza altamente reativa com baixo teor de carbono. A queima em dois patamares foi empregada, sendo o primeiro patamar a 350°C e o segundo a 600°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e tempo de residência em cada patamar de 3 horas (Cordeiro *et al.*, 2009 e Cordeiro e Sales, 2015). O material foi resfriado dentro do forno por um período de 8 horas.

Assim como em Cordeiro (2006), foi adotado nesse estudo como temperatura de queima a temperatura da câmara interna do forno. De acordo com Cordeiro (2006), a temperatura real da queima da casca de arroz é difícil de ser mensurada devido à presença de agentes catalisadores e porque o ambiente dentro da câmara é variável.

Para avaliar se as condições de queima foram satisfatórias para reduzir o teor de compostos orgânicos, foi realizado um ensaio de perda ao fogo (seguindo NBR NM 18, 2012) da cinza da casca de arroz após a requeima. Com relação à atividade pozolânica, a influência das condições de queima foi avaliada pelos ensaios de difratometria de

raios X e condutividade elétrica pelo método de Lúxan (Lúxan *et al.*, 1989). Como a pozolanicidade do material está também relacionada às condições de moagem, as duas cinzas foram moídas com o auxílio de almofariz e mão de gral até obtenção de um pó de aparência bem fina.

4.2.3 Moagem das cinzas da casca de arroz

Três procedimentos de moagem foram realizados para obtenção de cinzas com valores de D_{50} maior, igual e menor ao valor de D_{50} do cimento.

No primeiro estudo foi realizada uma moagem convencional no moinho de bolas do Laboratório de Tecnologia Mineral (COPPE/UFRJ). Foi utilizada uma carcaça cilíndrica de porcelana com diâmetro interno de 24 cm e que girava sob roletes. Foram utilizados 2,5 litros de cinza por batelada e 5 litros de corpos moedores, sendo que 2,5 litros de corpos moedores de 15 mm de diâmetro, 1,25 L de 20 mm de diâmetro e 1,25 L de 30 mm de diâmetro (Figura 31). Os tempos de moagem utilizados foram 30, 60, 120 e 240 minutos.



(a)



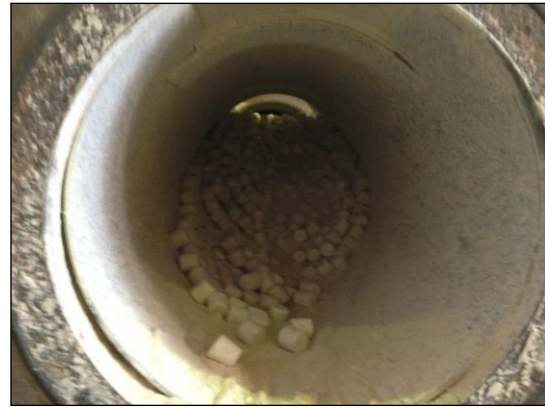
(b)

Figura 31: Carcaça de porcelana (a); corpos moedores utilizados na moagem (b).

No segundo estudo, uma moagem ultrafina foi realizada no CETEM (MCT) adaptada de Cordeiro (2006). Foi utilizado o moinho vibratório (Aulmann & Beckshulte Maschininfabrik) com vaso de cilindro de aço (diâmetro de 19 cm) e capacidade de 33 litros. Cada batelada utilizou 8 litros de amostra e 26,5 litros de corpos moedores cilíndricos (cylpebs de diâmetro igual a 13 mm e altura de 13 mm). Os tempos de moagem de 5, 10, 30 e 60 minutos (Figura 32) foram utilizados nesta etapa da pesquisa.



(a)



(b)

Figura 32: Moinho vibratório (a); detalhe dos corpos moedores e da cinza da casca de arroz dentro do moinho (b).

4.3 Estudo da Hidratação em Pastas

4.3.1 Quantificação dos Produtos de Hidratação por Análise Termogravimétrica

As análises térmicas compreendem um conjunto de técnicas em que a variação das propriedades físicas e químicas de uma substância é medida em função da temperatura. Essas metodologias avaliam as mudanças no peso ou na energia de substâncias durante a variação de temperatura (Vogel, 2012).

A técnica de termogravimetria (TGA) foi utilizada nesse estudo. De acordo com Scrivener *et al.* (2016), a TGA, que monitora a variação de massa em função do tempo (ou temperatura), é uma técnica bastante empregada no estudo dos materiais cimentícios, sendo possível quantificar a água quimicamente ligada, estimar o consumo de portlandita em decorrência das reações pozolânicas e indicar a possível carbonatação da amostra. Durante uma análise de termogravimetria, os minerais e hidratos que foram formados na matriz cimentícia podem sofrer diversas reações térmicas, entre elas desidratação, desidroxilação, descarbonatação, oxidação e decomposição. Essas reações estão geralmente associadas com mudanças de massa.

A curva de TGA de uma pasta de cimento Portland está geralmente associada a três faixas de perda de massa bem características. A primeira faixa perda de massa, logo após a isoterma, está atribuída à desidratação da etringita, do C-S-H e de fases aluminatos. De acordo com Scrivener *et al.* (2016), por ocorrerem em faixas de temperatura que se superpõem, se torna difícil quantificar cada um desses compostos. A segunda perda de massa ocorre pela desidratação da portlandita e tem início em

temperaturas acima de 400°C e inferiores a 500°C. A última perda de massa ocorre em decorrência da descarbonatação do carbonato de cálcio em temperaturas acima de 600°C (Scrivener *et al.*, 2016). A Figura 33 apresenta uma curva de perda de massa (TGA) e da derivada da perda de massa (DTG), onde é possível identificar cada um dos três picos descritos e as faixas de temperatura média em que ocorrem.

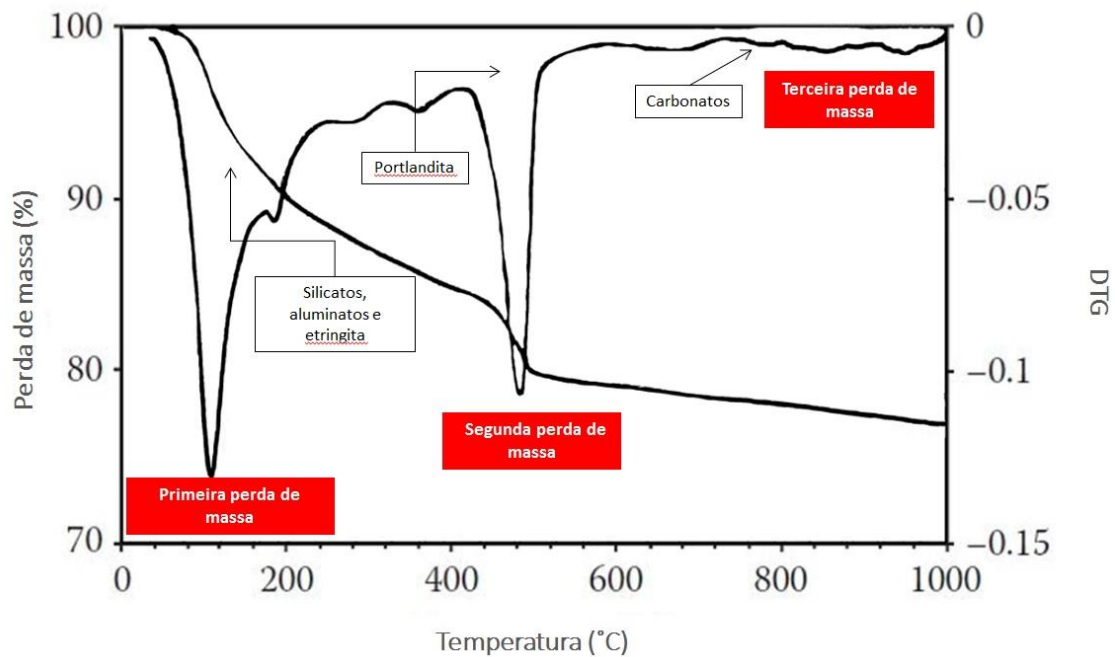


Figura 33: Termograma (TGA) e curva da derivada da perda de massa (DTG) (Adaptado de Scrivener *et al.*, 2016).

A quantificação dos produtos de hidratação foi realizada em função da massa de material cimentício utilizando o teor de perda de massa no início e no fim das reações térmicas das três faixas indicadas acima. O primeiro passo foi transformar a curva TGA para base calcinada (Equação 16).

$$M_{bc} = \frac{M_i}{M} \times 100 \quad (16)$$

Onde:

M_{bc} % de massa na temperatura em que houve calcinação;

M_i massa inicial de amostra;

M massa da amostra na temperatura em que houve a calcinação.

A água quimicamente ligada foi obtida a partir da perda de massa na curva TGA entre a temperatura de 45°C (fim da isoterma) até o fim da perda de massa por desidroxilação.

Para quantificar o teor de hidróxido de cálcio presente na amostra foi necessário conhecer a reação de desidroxilação desse composto em temperaturas próximas a 400°C (Equação 17). Calculando a perda de massa correspondente ao pico de desidroxilação foi possível estimar a quantidade de água quimicamente ligada ao CH e assim determinar, desta forma, o teor de hidróxido de cálcio presente nas pastas.



O teor de CaCO_3 foi obtido a partir da quantidade de CO_2 desprendido ao se determinar a perda de massa correspondente à descarbonatação (Equação 18). As pastas produzidas apresentaram perda de massa em temperaturas entre 600 e 700°C.



As análises foram realizadas em equipamento SDT Q600 TGA/DTA/DSC Simultâneo da TA Instruments (Figura 34). As condições de ensaio utilizadas foram: rampa de 10°C/min até 45°C; isoterma de 45°C durante 15 minutos; e rampa de 10°C/min até 950°C. Todas as análises foram realizadas em atmosfera de nitrogênio.



Figura 34: Equipamento SDT Q600 TGA/DTA/DSC Simultâneo da TA Instruments.

Pastas foram produzidas com a mesma relação água-materiais cimentícios dos concretos produzidos (0,36) e 0,2% de superplastificante. Esse último valor foi utilizado em todas as pastas para que não houvesse interferência do teor de superplastificante nos resultados. Após a realização de alguns testes de mini-espalhamento de tronco de cone, observou-se que o teor de 0,2% foi o mais apropriado. Esse teor não provocou segregação na pasta sem adição e possibilitou o mínimo de trabalhabilidade durante a mistura para as pastas com teores mais elevados de cinza da casca de arroz.

Um misturador de palhetas Chandler com capacidade de 1 litro, com velocidade e tempo de mistura de 12000 RPM e dois minutos, respectivamente, foi utilizado para a produção das pastas. A sala foi climatizada a 23°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) e foram produzidas amostras para as idades de 3, 7, 28 e 91 dias. As amostras foram colocadas em sacos plásticos com o auxílio de uma seringa (Figura 35-a). Os sacos foram vedados com cinco voltas de filme plástico (Figura 35-b) e uma volta de fita alumínio 3M (Figura 35-b). Em seguida, as amostras foram mantidas em ambiente controlado ($21 \pm 1^\circ\text{C}$) até a idade de ensaio. A hidratação foi paralisada quando as amostras atingiram as respectivas idades de ensaio. O primeiro passo foi retirar a vedação com o auxílio de uma tesoura e quebrar as amostras (Figura 35-d). Em seguida, os pedaços foram moídos com almofariz e mão de grau com um pouco de álcool isopropílico P.A., o suficiente para encobrir toda a amostra (Figura 35-e e Figura 35-f). O material moído foi transferido para um frasco plástico e preenchido com álcool até cerca de 25 ml (Figura 35-g). Os frascos foram vedados com fita adesiva 3M durante 7 dias. Após os 7 dias, as amostras foram filtradas dentro de um dessecador à vácuo em um período de 7 dias (Figura 35-h). Após secagem, as amostras foram embaladas à vácuo com o auxílio de uma máquina seladora.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)



(g)



(h)

Figura 35: Etapas da preparação das amostras de análise térmica: pasta sendo inserida dentro do saco plástico com o auxílio de seringa (a); primeiro processo de vedação com o plástico filme (b); segundo processo de vedação com fita de alumínio (c); amostras quebradas para serem trituradas na idade de cura desejada (d); com o auxílio do almofariz as amostras são moídas com álcool isopropílico (e); amostras no final do processo (f); amostras dentro do tubo plástico com álcool (g); amostras dentro do dessecador (h).

4.3.2 Calorimetria Isotérmica

A calorimetria isotérmica é capaz de caracterizar a cinética da hidratação de pastas contendo cimento Portland, em condições isotérmicas, em função do tempo. A taxa de calor gerado em uma pequena amostra é medida por um sensor de fluxo de calor e a diferença entre o sinal da amostra e do sinal da referência gera a curva calorimétrica da amostra. É necessário que haja uma referência com as mesmas propriedades da amostra (calor específico), mas que não produza calor (Scrivener *et al.*, 2016).

Quando o cimento Portland entra em contato com a água, os compostos reagem buscando atingir estados estáveis de baixa energia. Nesse processo ocorre uma liberação de energia na forma de calor. Conhecer o calor de hidratação de uma pasta de cimento Portland é importante porque poderá ser um fator decisivo na escolha do tipo de cimento para uma determinada aplicação. Por exemplo, em obras de concreto massa é completamente desaconselhável um cimento que libere grandes quantidades de calor porque isso pode favorecer a formação de fissuras (Mehta e Monteiro, 2014). A Figura 36 apresenta uma curva típica da evolução de calor de uma pasta de cimento CP V. Pode-se observar que o processo de hidratação é dividido em quatro estágios representados por I, II, III e IV.

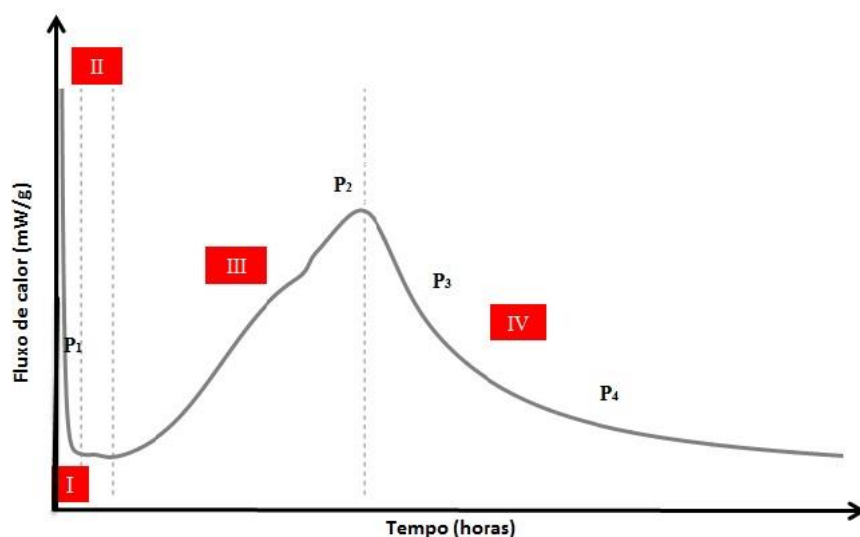


Figura 36: Estágios de hidratação de uma pasta de cimento (Vieira, 2018).

Assim que o cimento entra em contato com a água ocorre o primeiro pico de hidratação (representado na Figura 36 por P₁). O primeiro estágio (estágio I na Figura 36) é chamado de período de pré-indução e é caracterizado pela dissolução dos sulfatos alcalinos (K⁺, Na⁺ e SO₄⁻²) e dos sulfatos de cálcio (Ca⁺², SO₄⁻²) em fases iônicas.

Ocorre a hidratação dos compostos C_3S e do C_3A que formam o C-S-H e a etringita respectivamente, além da reidratação do hemidrato (Bullard *et al.*, 2011; TAYLOR, 1997). É possível observar que essa evolução de calor termina rapidamente, fato atribuído a uma redução na solubilidade dos aluminatos (Mehta e Monteiro, 2014). Mesmo com a solução ainda não saturada por íons, sabe-se, que as taxas de dissolução do C_3S desaceleram rapidamente nesse período, entretanto o mecanismo dessa desaceleração ainda continua em debate pela comunidade acadêmica (Bullard *et al.*, 2011). O estágio II na Figura 36 é conhecido como período de dormência devido a sua baixa atividade química. Acredita-se que essa baixa atividade química ocorre devido a uma precipitação de C-S-H na superfície do C_3S , dessa maneira a taxa de dissolução por unidade de área pode ser rápida, mas a taxa de dissolução total é bem menor.

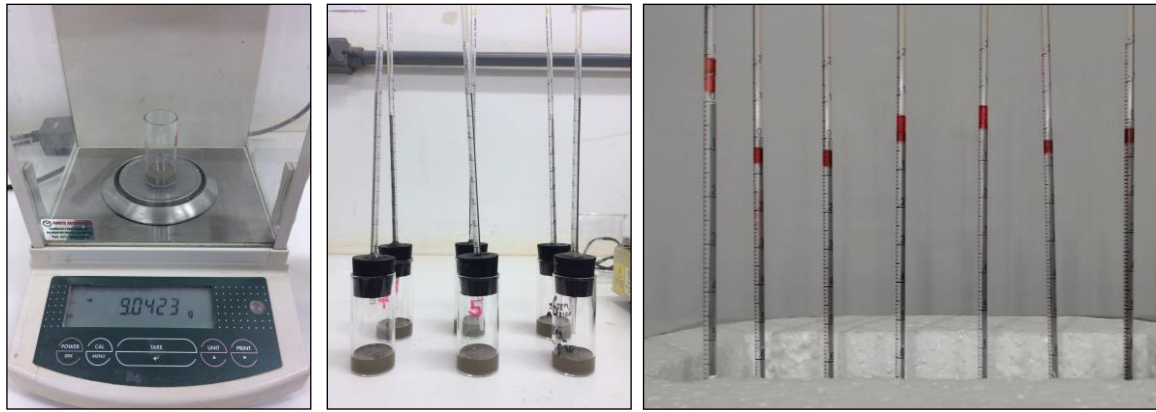
Na sequência, ocorre o período de aceleração (estágio III na Figura 36) que diferente do período anterior apresenta uma alta atividade química. De acordo com Bullard *et al.* (2011), o aumento das atividades químicas tem início quando uma taxa crítica de nucleação e de aderência de moléculas menores em estruturas cristalinas ou em sólidos amorfos já formados se torna alta. A principal característica desse período é a rápida formação de CH e C-S-H. No final desse período é possível identificar um pico que corresponde à hidratação do C_3S (Taylor, 1997), representado na Figura 36 por P_2 . O quarto e último estágio (indicado na Figura 36) é o período de desaceleração. É possível observar que nessa etapa as taxas das reações reduzem gradualmente. Além da hidratação do C_3A ocorre também à hidratação do C_2S , esse período possui um calor de hidratação mais baixo do que o anterior porque a belita hidrata mais lentamente. Nesse estágio é possível observar a formação de mais dois picos, o terceiro pico (P_3) é caracterizado pela hidratação do C_3A , o quarto pico (P_4), por sua vez, está relacionado à formação de monossulfato (Taylor, 1997).

Por meio das curvas de fluxo de calor foi possível determinar a duração do período de indução e o fluxo de calor mínimo, o início do período de aceleração e a taxa de reação do C_3S (conhecida por k), o fluxo de calor máximo e o seu tempo de ocorrência que corresponde ao fim do período de aceleração. Além disso, utilizando a curva de calor acumulado foi possível calcular o calor total acumulado ao final das 72 horas de ensaio.

Os ensaios foram conduzidos em um calorímetro de condução isotérmica TAM Air de 8 canais (TA Instruments), com precisão de 20 μ W, uma ampola com 2,5 g de água deionizada foi utilizada como material de referência. As pastas foram produzidas com o mesmo teor de superplastificante utilizado nas pastas de TGA. As misturas foram realizadas dentro de um béquer de vidro, à mão com o auxílio de uma haste de vidro. Cada mistura continha um volume de 10 ml de pasta, e os materiais foram adicionados na seguinte ordem: a água e o superplastificante foram adicionados primeiro seguidos dos materiais cimentícios. O procedimento de mistura durou 2 minutos. Na sequência, com o auxílio de uma seringa, aproximadamente 5 g de pasta foram colocados dentro da ampola que, após ser lacrada, foi inserida dentro do calorímetro. Todo o procedimento de ensaio, que inclui o tempo de mistura, a colocação da pasta dentro da ampola e o posicionamento da ampola no calorímetro duraram cerca de 10 minutos. Os testes duraram 72 horas (aproximadamente 3 dias). Todas as análises foram replicadas para verificar a repetitividade dos ensaios.

4.3.3 Retração Química

O ensaio de retração química foi conduzido de acordo com a ASTM C1608 – 17 e Cordeiro e Kurtis (2017) e foi realizado no NEXMAT / UENF. As pastas foram produzidas utilizando a seguinte metodologia de mistura: mistura manual durante 30 segundos; com o auxílio de um misturador, as pastas foram misturadas primeiro durante 30 segundos na velocidade 1 e na sequência durante 1 minuto na velocidade 3; com o auxílio de uma espátula, uma ampola de vidro foi preenchida com cerca de 8 g de pasta (Figura 37-a) e para cada mistura foram realizados dois ensaios (Figura 37-b), dos quais se obteve a média. A variação de volume foi medida com o auxílio de uma pipeta graduada, como pode ser visto na Figura 37-c. O ensaio foi capaz de medir apenas a retração química ao longo dos sete dias de ensaio.



(a)

(b)

(c)

Figura 37: Etapas do ensaio de retração química: pesagem da pasta (a); ampolas seladas (b); início do ensaio (c).

4.4 Metodologia para a Produção dos Concretos

Com o banco de dados todo atualizado, o que incluiu os valores calibrados de “p” e “q”, os concretos foram dosados no programa *Betonlab Pro 8*. Os concretos produzidos tiveram proporções fixas de agregado graúdo e miúdo iguais a 56,12% e 43,88%, respectivamente. A relação água-material cimentício foi mantida constante em 0,36 e a consistência medida pelo abatimento de tronco de cone estabelecida em $160 \text{ mm} \pm 20 \text{ mm}$. A correção na trabalhabilidade foi possível por meio do uso de aditivo superplastificante (Figura 38). Para a parte do estudo que buscava compreender a influência do D_{50} da cinza e o seu teor de substituição ao cimento foram produzidos sete concretos, que serão apresentados na sequência, com suas respectivas nomenclaturas entre parênteses. Foram produzidos um concreto sem adição de pozolanas (C-REF), um concreto com 8% de CCA7 (C-CCA7-8%), um concreto com 12% de CCA7 (C-CCA7-12%), um concreto com 8% de CCA20 (C-CCA20-8%), um concreto com 12% de CCA 20 μm (C-CCA20-12%), um concreto com 10% de CCA14 (C-CCA14-10%) e um concreto com 8% de sílica ativa (C-SA-8%).

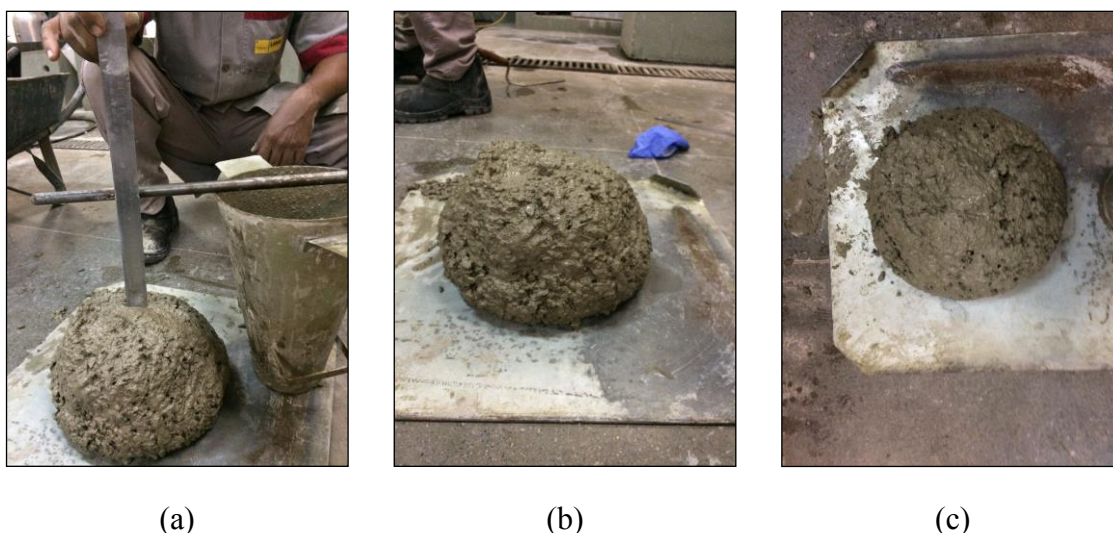


Figura 38: Abatimento do tronco de cone (a); aparência da consistência vista lateral (b); vista superior(c).

A Tabela 16 apresenta o consumo de cada material utilizado para produzir os concretos desse estudo, o abatimento de tronco de cone atingido, compacidade do esqueleto não confinado (Φ) e a compacidade (g).

Tabela 16: Consumo dos materiais utilizados em cada um dos concretos no estudo para determinação do tamanho médio de partículas e teor de substituição ótimo.

Consumo de material (kg/m ³)	C-REF	C-SA-8%	C-CCA7-8%	C-CCA7-12%	C-CCA20-8%	C-CCA20-12%	C-CCA14-10%
Brita	945,1	938,5	938,3	935,1	939	935,8	937,5
Areia	712,9	707,9	707,7	705,4	708,3	705,9	707,2
Cimento	501,2	461,1	461,1	441,1	461,1	441,1	451,1
Superplastificante	1,9	2,5	3,8	4,5	2,9	3,6	3,2
Adição mineral	-	40,1	40,1	60,1	40,1	60,1	50,1
Água Total	193,7	193,2	192,6	191,8	192,9	192,4	192,8
Abatimento (mm)	150	170	170	150	180	180	150
Φ	0,8064	0,7938	0,8004	0,8002	0,8008	0,7988	0,7995
g	0,7344	0,7344	0,7344	0,7344	0,7344	0,7344	0,7344

Para o estudo que avaliou a influência do teor de carbono na retração autógena foram produzidos concretos com CCA0,5%C, CCA6%C e CCA12%C, todos com 12% de substituição de cimento por cinza. Os concretos foram nomeados respectivamente C-

CCA0,5%C, C-CCA 6%C e C-CCA 12%C. A Tabela 17 apresenta o consumo dos materiais utilizados nesse estudo.

Tabela 17: Consumo dos materiais utilizados no estudo da influência do teor de carbono residual nas cinzas da casca de arroz.

Consumo de material (kg/m³)	C-CCA0,5%C	C-CCA6%C	C-CCA12%C
Brita	935,8	935,3	935,3
Areia	705,9	705,5	705,5
Cimento	441,1	441,1	441,1
Superplastificante	3,6	4,2	4,2
Adição mineral	60,1	60,1	60,1
Água Total	192,4	192,0	192,0
Abatimento (mm)	180	180	150
Φ	0,7988	0,7988	0,7988
G	0,7344	0,7344	0,7344

O aumento do teor de carbono diminuiu a água efetiva da mistura. Ao comparar os concretos com CCA6%C e CCA12%C observou-se que embora o consumo de superplastificante tenha sido o mesmo, os valores obtidos para o abatimento de tronco de cone foram diferentes. Para um mesmo teor de superplastificante, verificou-se que a utilização da CCA6%C diminuiu em 10 mm a altura do abatimento de tronco de cone. Notou-se também, que o concreto com CCA6%C demandou mais superplastificante para obter o mesmo valor de abatimento de tronco de cone que o concreto com CCA0,5%C.

A seguinte metodologia de mistura foi utilizada: a brita 0 e a areia foram homogeneizadas no misturador durante 1 minuto, em seguida foi adicionado 70% da água e a betoneira foi ligada por mais um minuto, o cimento foi adicionado em seguida e mantido por agitação por mais 1 minuto, o restante da água foi adicionado com o superplastificante e mantido em agitação por mais 8 minutos. Para cada idade estudada foram moldados 4 corpos de prova. Os concretos foram moldados em moldes cilíndricos e após desmoldados tiveram suas faces paralelizadas em torno mecânico. Foram mantidos em câmara úmida até as idades de ensaio de 3, 7, 28 e 91 dias. Os

ensaios mecânicos foram realizados em prensa servo-controlada com velocidade de carregamento igual a 0,1 mm/minutos. O deslocamento axial foi medido com o auxílio de transdutores de deslocamento.



(a)

(b)

Figura 39: Detalhe do molde cilíndrico com concreto recém-lançado (a); concreto desmoldados, alguns apresentam seu topo faceado (b).

É importante ressaltar que a estratégia adotada foi dosar um concreto sem adição com resistência à compressão de 60 MPa. A partir da dosagem desse concreto, as adições minerais substituiriam em massa o consumo de cimento encontrado durante a dosagem otimizada do C-REF.

4.5 Estudo dos Concretos

4.5.1 Propriedades Mecânicas

Os ensaios de resistência à compressão foram conduzidos nas idades de 3, 7, 28 e 91 dias, com as aquisições dos valores de força e deslocamento para, posteriormente, possibilitar a montagem das curvas tensão *versus* deformação dos concretos. Os ensaios foram realizados em corpo de prova cilíndricos de 7,5 cm de diâmetro e 15 cm de altura, que tiveram seus topos faceados em torno mecânico para evitar concentração de tensão. Uma prensa servo-controlada Shimadzu, modelo UH – F 1000kN, foi utilizada com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min. As imagens da Figura 40 apresenta detalhes do ensaio de resistência à compressão.



(a)



(b)

Figura 40: Detalhes do ensaio de resistência à compressão: preparação do corpo de prova para o início de ensaio (a); início do ensaio de resistência à compressão uniaxial com aquisição de dados (b).

É importante mencionar que os corpos de prova foram desmoldados após 24 horas e mantidos em cura na câmara úmida sob condições controladas de temperatura e umidade (23°C e 100%, respectivamente) até a realização dos ensaios.

4.5.2 Porosimetria por Intrusão de Mercúrio

A técnica de porosimetria por mercúrio baseia-se na intrusão de mercúrio nos poros da estrutura porosa sob o incremento de pressão. É importante mencionar que o mercúrio só é capaz de intrudir em poros conectados. Por isso, essa técnica não representa a real porosidade do material, mas sim uma estimativa (Scrivener *et al.*, 2016).

Alguns parâmetros importantes podem ser obtidos pela análise de micro intrusão de mercúrio. São eles: porosidade total, tamanho de poro crítico e o diâmetro de poro limiar (*threshold diameter*). A porosidade total é obtida a partir da curva de porosidade acumulada correspondente ao ponto de maior pressão e menor tamanho de poro equivalente, esse é o ponto em que ocorre a maior intrusão possível de mercúrio. O poro crítico corresponde ao ponto mais íngreme da curva de porosidade acumulada, e é definido como o tamanho máximo de poro interconectado que o mercúrio consegue intrudir. O tamanho do poro crítico é uma informação importante porque é possível conhecer o controle de transmissibilidade do material. Muitos estudos o utilizam como parâmetro para estudar os efeitos da relação água-cimento e da temperatura nas

mudanças na estrutura porosa do material. O *threshold diameter* é definido como o maior diâmetro de poro que pode ser preenchido com mercúrio (Aligizaki, 2006).

Além disso, existem faixas específicas de tamanhos de poros e essas faixas estão relacionadas a alguma propriedade do material cimentício. A Tabela 18 apresenta essas faixas e as propriedades da matriz cimentícia que podem ser afetadas (Taylor, 1997; Mehta e Monteiro, 2014).

Tabela 18: Classificação da distribuição dos poros em uma matriz cimentícia (Taylor, 1987; Mehta e Monteiro, 2014).

Tipo de poros	Diâmetro do poro	Propriedades afetadas
Fases hidratadas (gel)	<10 nm	Retração e fluência
Capilares médios	10 – 50 nm	Resistência mecânica, permeabilidade, fluência e retração em alta umidade relativa.
Capilares grandes	50 nm – 1000 nm (1 µm)	Resistência mecânica e permeabilidade
Capilares grandes e ar incorporado	> 1 µm	Resistência mecânica

Nesse estudo serão apresentados os valores de porosidade total, classificação dos poros (conforme a Tabela 18) e tamanho de poro crítico para as análises realizadas nas amostras dos sete concretos que fazem parte da primeira etapa dessa dissertação. O objetivo de apresentar esses resultados está em mostrar o efeito causado pela cinza da casca de arroz no refinamento da estrutura porosa da matriz cimentícia.

As análises foram realizadas na Universidade Técnica de Darmstadt (Alemanha) e foi utilizada uma pressão máxima de 400 MPa e um ângulo de contato de 140°. O ensaio foi realizado em amostras cúbicas, com volume de aproximadamente 1 cm³ extraídas da região central de um dos corpos de prova na idade de 28 dias (Figura 41). Após a extração, os cubos foram submetidos ao processo de interrupção da hidratação que consistiu na submersão das amostras em álcool isopropílico P.A. por 3 dias. Após esse período, as amostras foram mantidas em estufa a 40°C durante 3 dias.

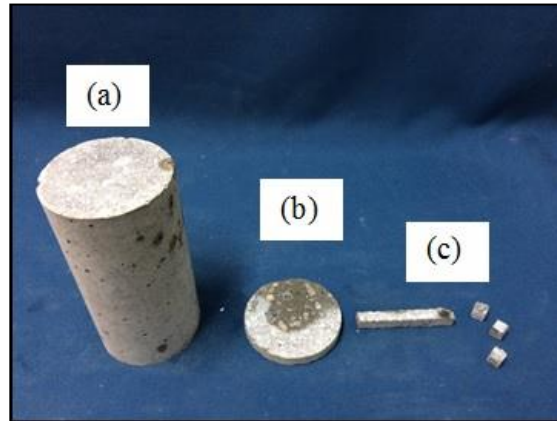


Figura 41: Detalhe para a obtenção das amostras para o ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio: corpo de prova 7,5 ϕ x 15 cm (a); disco extraído da região central do corpo de prova (b); cubos de 1cm³ (c).

4.5.3 Retração Autógena

Os ensaios de retração autógena foram realizados de acordo com a metodologia desenvolvida por Silva (2007). Três corpos de prova por mistura de concreto foram moldados. Os corpos de prova são prismáticos, com 75 mm de altura, 75 mm de largura e 285 mm de comprimento. O ensaio foi dividido em duas etapas. A primeira etapa ocorreu durante os primeiros 7 dias, com os concretos ainda dentro dos moldes prismáticos (selados), as leituras de deformação endógena foram obtidas por meio de transdutores de deslocamento (LVDT). Todos os corpos de prova apresentaram termopares fixados em seu interior para que fosse possível registrar a mudança de temperatura durante o ensaio. Esse controle de temperatura foi importante por duas razões. A primeira para determinar o momento de posicionamento dos LVDT's, uma vez que o início da retração autógena está relacionada a uma mudança brusca de temperatura. Além disso, foi necessário corrigir a deformação total lida pelos LVDT's para obter a retração autógena real, para isso, foram calculadas as deformações de origem térmica usando o coeficiente de dilatação térmica do concreto igual a $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. As deformações de origem térmica foram consideradas até que houvesse estabilização da temperatura dos concretos.

Na segunda etapa, os concretos foram desmoldados, selados e a leitura passou ser manual no pórtilo, seguindo as prescrições da ASTM C 490 (2000). O ambiente no qual os ensaios foram realizados apresentou condições climáticas controladas de temperatura ($21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) e umidade ($50 \pm 4\%$).

Cada uma dessas etapas será cuidadosamente descrita a seguir. A primeira etapa foi executada da seguinte forma:

1. Primeiramente, os materiais foram pesados e mantidos na mesma temperatura da sala.
2. Os moldes foram revestidos com placas de teflon de espessura de 3 mm em todas as suas faces para não restringir o movimento do concreto e minimizar ao máximo o atrito entre o molde e o concreto.
3. Os moldes apresentaram em duas das suas faces orifícios que permitiram que pinos metálicos fossem posicionados e fixados com o auxílio de porcas. A Figura 42-a mostra o detalhe dessa face; é possível ver o furo central, de onde sai o pino. Na face externa, cerca de 7,5 cm do pino (detalhe na Figura 42-b), ultrapassou a porca para que fosse possível o posicionamento do corpo de prova no pórtico durante as leituras na vertical. A Figura 42-c e Figura 42-d apresentam, respectivamente, os detalhes do posicionamento do pino na face interna e externa do molde. A Figura 42-e mostra o detalhe do molde com os pinos posicionado e com as placas de teflon.
4. Com o auxílio de um paquímetro as extremidades internas de pino a pino (Figura 42-f) foram aferidas para a determinação do “G” e os moldes identificados. A medida do “G” indica o tamanho inicial do corpo de prova capaz de se deformar.
5. O concreto foi lançado no molde (Figura 42-g) e adensado em duas camadas com 25 golpes de soquete (Figura 42-h) e vibrado em mesa vibratória por 3 segundos (Figura 42-i apresenta o aspecto dos concretos após vibração). Qualquer choque ou vibração excessiva dos moldes foi evitado para que os pinos não saíssem de posição.
6. Os três moldes foram colocados sobre a placa metálica, apoiados em suportes de borracha para evitar que vibrações alterem as leituras realizadas pelos LVDT’s, quando os mesmos forem acoplados.
7. Termopares foram acoplados dentro dos três prismas de concreto.
8. Os concretos foram selados com filme plástico em volta de todo o molde em um total de cinco camadas. A Figura 42-j mostra o detalhe do termopar fixado e o momento da selagem do corpo de prova com filme plástico. Na Figura 42-l é possível observar todos os corpos de prova posicionados sobre a bancada, selados e com termopares fixos em seu interior.

9. Após o preparo de todos os corpos de prova, o sistema de aquisição de dados foi inicializado. A variação de temperatura foi monitorada de forma constante a cada 15 minutos.
10. O posicionamento dos LVDT's foi possível ao observar o momento em que ocorreu uma elevação brusca de temperatura. O primeiro passo foi soltar os parafusos que prendiam as fases dos moldes o que possibilitaria a movimentação dos corpos de prova. Na sequência as porcas externas de cada pino foram removidas para assim possibilitar o acoplamento dos LVDT's fixos em bases magnéticas.
11. Após o posicionamento dos LVDT's foram iniciadas as leituras de dimensão longitudinal para cada corpo de prova (A Figura 42-m mostra o detalhe do LVDT posicionado).
12. A aquisição desses dados foi realizada através do sistema de aquisição de dados Agilent.

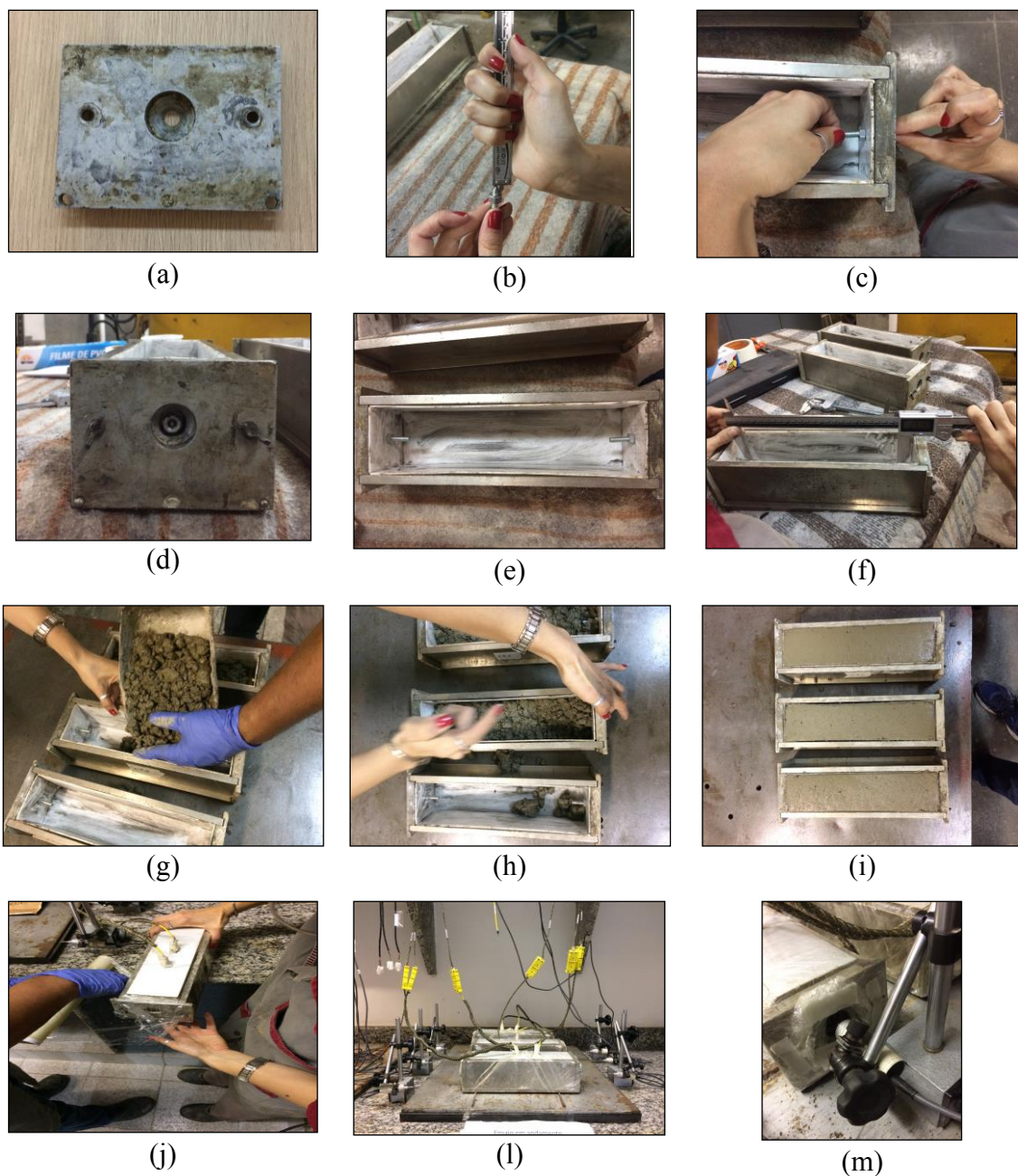


Figura 42: Etapas do ensaio de retração autóloga.

A segunda etapa teve início 7 dias após a data de moldagem e foi realizada da seguinte maneira:

1. Todo o sistema de aquisição de dados foi desligado e os termopares desconectados dos corpos de prova com o auxílio de um alicate.
2. Os corpos de prova foram desmoldados e revestidos com cinco camadas de filme plástico e uma camada de fita impermeável de alumínio 3M. A Figura 43-a mostra o corpo de prova selado e identificado.

3. Os corpos de prova tiveram sua massa aferida em balança digital com acurácia de 0,01g para controle diário de perda de massa, até o fim dos ensaios (A Figura 43-b apresenta o detalhe do corpo de prova sendo pesado).
4. A variação do comprimento dos corpos de prova foi realizada manualmente com o uso de base metálica dotada de um relógio comparador de retração/expansibilidade com acurácia de 0,001 mm. As leituras foram feitas sempre na mesma direção, por isso, foi importante indicar o topo e a base dos prismas por meio de uma seta (Figura 43-c mostra o momento da leitura manual).
5. Foram realizadas três leituras diárias em horários fixos: no início, no meio e no final do dia. Ao observar que os corpos de prova não variam mais de tamanho passou-se a realizar apenas uma leitura até completar 100 dias.

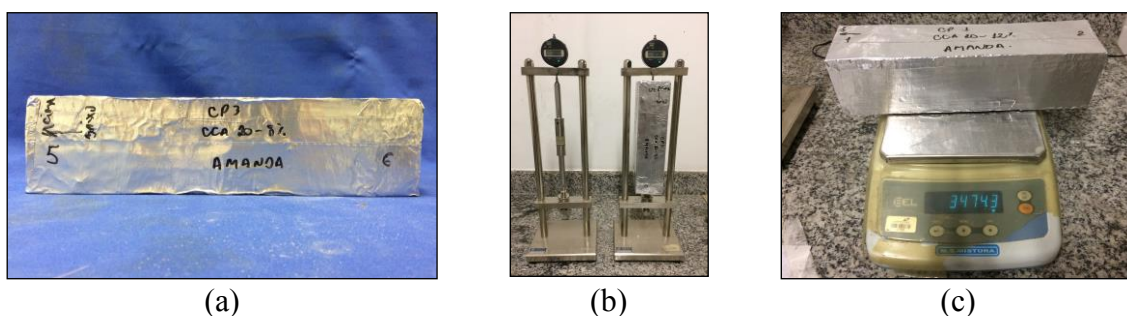


Figura 43: Etapas do ensaio de retração: corpo de prova sela (a); leitura na vertical (b); pesagem do corpo de prova (c).

De acordo com Silva (2007), as condições estabelecidas para a metodologia empregada nesse ensaio garantem que não ocorre troca de umidade ou de alguma substância com o meio externo. Foi verificado experimentalmente que não houve perda de massa superior a 0,05% até 28 dias nos ensaios de Silva (2007).

4.5.4 Umidade Relativa Interna

A determinação da variação da umidade relativa interna dos concretos é um importante parâmetro para avaliar a auto dessecação. Um material que funciona como agente de cura interna proporciona uma auto dessecação menor, apresentando pequenas variações na umidade relativa interna. Para determinar essa variação foi utilizado o equipamento eletrônico ALMEMO e uma sonda capacitativa capaz de medir a umidade e a temperatura simultaneamente. As sondas são protegidas por cápsulas vazadas com malha metálica de 100 μm (Figura 44-a).

O ensaio foi realizado em três corpos de prova prismáticos (85 x 85 x 315 mm), que foram selados da mesma forma que os corpos de prova do ensaio de retração autógena. Como os sensores capacitivos não podem ser expostos à alta umidade inicial dos concretos, um tampão de mesma dimensão foi introduzido até a metade da altura dos corpos de prova. Após um período de 20 horas, os tampões foram retirados, os sensores foram posicionados e, então, a primeira leitura de umidade interna foi realizada (Figura 44-b).



Figura 44: Sonda capacitativa (a); set up do ensaio de umidade interna (b).

4.6 Análise Estatística dos Resultados

A análise estatística foi realizada para auxiliar na compressão dos resultados de resistência à compressão e de retração autógena dos concretos dessa dissertação. Para cada fase estudada, buscando atender aos objetivos de cada uma delas, foi realizada uma Análise de Variância (*ONE WAY-ANOVA*) e uma Análise Fatorial com um ponto central.

A Análise de Variância (*ONE WAY-ANOVA*) foi realizada para avaliar a significância entre os resultados encontrados nos ensaios de resistência à compressão e de retração autógena. Nos casos em que se observou que pelo menos dois valores eram significativamente diferentes, uma análise de comparações múltiplas pelo teste de Tukey com um nível de 5% de probabilidade ($p < 0,05$) foi realizada. O programa *Origin Pro 8* foi utilizado.

A Análise Fatorial foi realizada quando se avaliou a influência do D_{50} e do teor de substituição de cimento por CCA na resistência à compressão e na retração autógena dos concretos com cinza da casca de arroz. O programa *Statistica 10* foi utilizado para realizar essas análises.

É importante mencionar que no caso dos resultados de resistência à compressão foram utilizados os valores de resistência dos 4 corpos de prova moldados, e que no caso dos resultados de retração autóloga foram utilizados os 3 corpos de prova moldados. As análises não foram realizadas com base na média, mas sim com réplicas dos resultados em cada idade estudada. A seguir são descritos em detalhes como cada uma dessas análises foi realizada em cada uma das etapas estabelecidas nessa dissertação.

4.6.1 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição de Cinza da Casca de Arroz

No que diz respeito aos resultados de resistência à compressão, em um primeiro momento foi avaliada a significância entre os resultados por meio de uma análise de variância (*ONE WAY – ANOVA*). Para realizar essa análise foram levados em consideração todos os sete concretos estudados: os cinco concretos com cinza da casca de arroz e os dois concretos de referência. No anexo 9.1.1 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Resistência à Compressão são apresentados com detalhes esses resultados. A segunda análise estatística foi realizada na forma de Análise Fatorial e foi utilizada para avaliar a influência do D_{50} e do teor de substituição das cinzas da casca de arroz nos resultados de resistência à compressão. No anexo 9.1.2 Análise Fatorial dos Resultados de Resistência à Compressão Uniaxial dos Concretos com Cinza da Casca de Arroz são disponibilizadas as imagens dos resultados geradas pelo programa *Statistica 10*.

Para os resultados de retração autóloga um análise fatorial foi realizado para avaliar a influência do D_{50} e do teor de substituição de cinza da casca de arroz na retração autóloga dos concretos produzidos somente com cinza da casca de arroz. O anexo 9.1.3 Análise Fatorial da Retração Autóloga dos Concretos com Cinza da Casca de Arroz apresenta maiores detalhes dessa análise. A análise fatorial foi importante para definir qual concreto com CCA representou a solução ideal para mitigar a retração autóloga, e assim comparar o seu desempenho ao desempenho dos dois concretos de referência. Uma análise de variância (*ONE WAY – ANOVA*) entre os resultados de retração autóloga aos 100 dias para esses três concretos foi realizada. O anexo 9.1.4 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autóloga apresenta os detalhes desses resultados.

4.6.2 Influência do Teor de Carbono Residual da Cinza da Casca de Arroz

A análise estatística dos resultados de resistência à compressão e de retração autógena da segunda etapa da dissertação foi realizada por uma análise de variância (*ONE WAY – ANOVA*). Os anexos 9.1.1 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Resistência à Compressão e 9.1.2 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autógena apresentam os detalhes dessas análises.

Capítulo 5. Resultados

5.1 Produção e Caracterização das CCA's

5.1.1 Cinza da Casca de Arroz com Diferentes Morfologias

5.1.1.1 Requeima da Cinza Residual da Casca de Arroz

O ensaio de perda ao fogo indicou que a cinza da casca de arroz recebida (chamada de CCA alto C) apresentou 59,7% de perda ao fogo, valor muito acima dos 6% recomendados pela NBR 12653 (1992). Por essa razão foi realizada uma requeima em dois patamares como explicado no item 4.2.2 Requeima da cinza da casca de arroz. A Figura 45-a e Figura 45-b apresenta a cinza antes e após a queima.



(a)



(b)

Figura 45: Detalhe da mudança de coloração da cinza da casca de arroz: Cinza da casca de arroz antes da queima (a); cinza da casca de arroz após a queima (b).

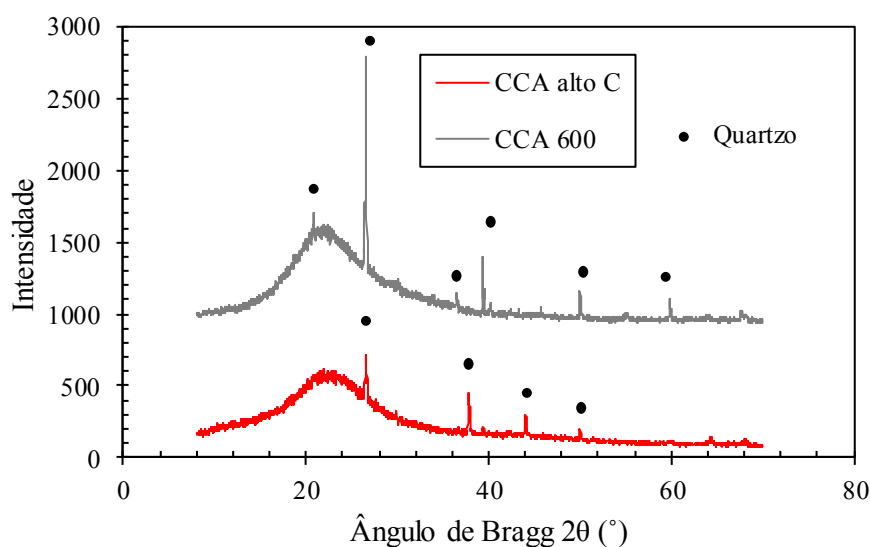
O procedimento de requeima utilizado promoveu a mudança de coloração, que pode ser atribuída a volatilização dos compostos de origem orgânica. A Tabela 19 apresenta a composição de óxidos da CCA alto C e da cinza após o procedimento de requeima, que foi chamada de CCA 600.

Tabela 19: Composição de óxidos da CCA alto C e da CCA 600.

Composto (%)	CCA alto C	CCA 600
SiO ₂	35,92	89,85
Al ₂ O ₃	1,38	4,79
SO ₃	0,95	1,34
K ₂ O	0,92	1,38
CaO	0,49	0,79
P ₂ O ₅	0,12	0,22
MnO	0,16	0,24
Fe ₂ O ₃	0,30	0,86
Perda ao fogo	59,77	0,53

A queima em dois patamares foi, portanto, eficiente para reduzir o teor dos compostos de carbono presentes na cinza, uma vez que o valor de perda ao fogo foi reduzido de 59,77% para apenas 0,53%.

A Figura 46 apresenta o difratograma da CCA alto C e da CCA 600.

**Figura 46: Difratogramas da CCA residual e da CCA 600.**

Ao analisar o difratograma, notou-se que ambas as cinzas são amorfas e que apresentam contaminação por quartzo, muito provavelmente provinda do solo. Na sequência foi realizado o ensaio de condutividade elétrica. A Figura 47 apresenta a curva de variação de condutividade elétrica em função do tempo. Foi possível observar que o procedimento de queima aumentou a reatividade da cinza da casca de arroz. De acordo com a classificação de Lúxan *et al.* (1989), antes da queima a cinza era classificada como de média pozolanicidade e, após a requeima, passou a apresentar boa

pozolanicidade. A Tabela 20 apresenta o valor de condutividade elétrica das duas cinzas após 2 minutos de adição da cinza na solução.

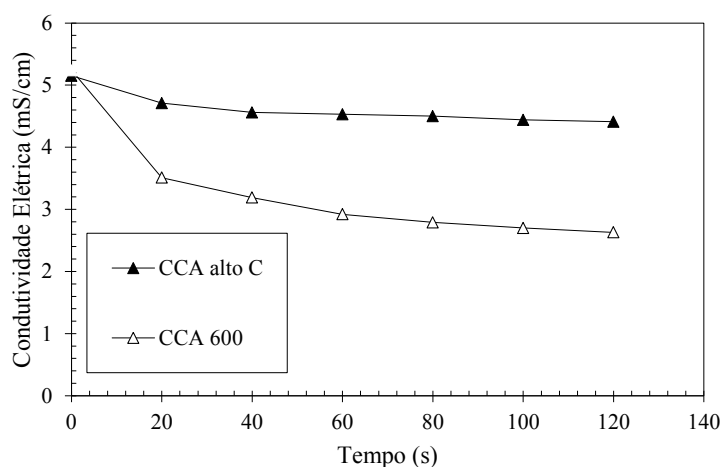


Figura 47: Ensaio de condutividade elétrica – pelo método desenvolvido por Lúxan *et al.* (1989).

Tabela 20: Variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.

Amostra	ΔC (mS/cm)
CCA alto C	0,74
CCA 600	2,91

A partir de todos esses ensaios de caracterização, conclui-se que o procedimento de queima foi adequado para produzir uma cinza com baixo teor de compostos orgânicos e de boa pozolanicidade. Dessa maneira, a CCA 600 foi utilizada na primeira etapa desse estudo.

5.1.1.2 Cinzas da Casca de Arroz de Diferentes Granulometrias

A Figura 48 apresenta as curvas granulométricas obtidas após a moagem em moinho de bolas.

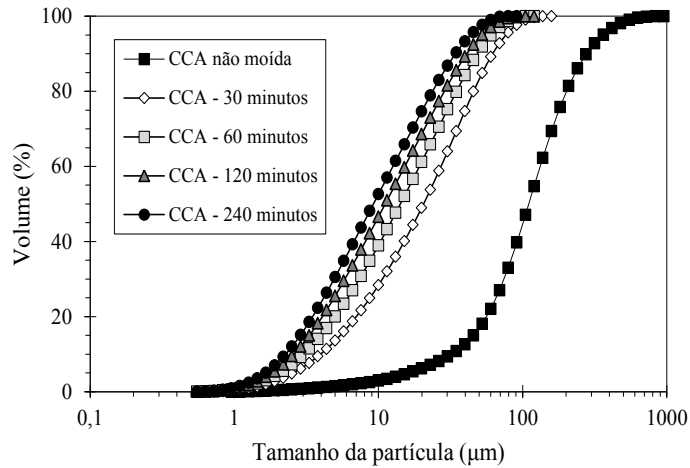


Figura 48: Curvas granulométricas da cinza da casca de arroz submetida à moagem no moinho de bolas (os tempos indicados na legenda indicam a duração das moagens) .

Ao analisar as curvas granulométricas, notou-se que os diferentes tempos de moagem estudados foram eficientes para reduzir o valor de D_{50} das partículas. A Tabela 21 apresenta os valores de D_{10} , D_{50} e D_{90} obtidos para os diferentes tempos de moagem. Foi possível observar que o aumento do tempo de moagem reduziu todas as faixas de tamanho de partículas.

Tabela 21: Estudo de moagem realizado no moinho de bolas.

Tempo de moagem	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
CCA não moída	32,3	110,4	277,4
CCA - 30 minutos	3,9	20,6	62,0
CCA - 60 minutos	3,0	14,2	48,7
CCA - 120 minutos	2,6	11,1	41,1
CCA - 240 minutos	2,3	9,2	34,2

A Figura 49 apresenta as curvas granulométricas obtidas para os diferentes tempos de moagem empregados no moinho vibratório.

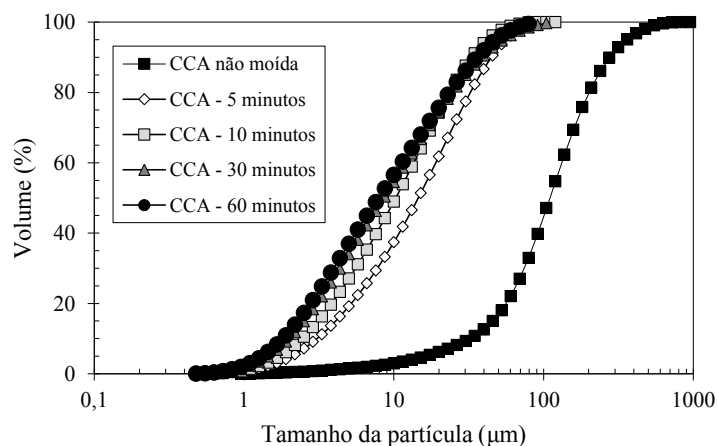


Figura 49: Curva da CCA 600 obtidas por diferentes tempos de moagem em moinho vibratório (os tempos indicados na legenda indicam a duração das moagens).

A Tabela 22 apresenta os valores de D_{10} , D_{50} e D_{90} obtidos para os diferentes tempos de moagem. Observou-se que o primeiro tempo de moagem reduziu significativamente o D_{50} da cinza da casca de arroz. Ao comparar a moagem de 30 minutos com a moagem de 60 minutos observou-se pouca redução nas três faixas de tamanho analisadas. Com o tempo de 60 minutos foi possível obter partículas com D_{50} de 7,9 μm .

Tabela 22: Estudo de moagem realizado no moinho vibratório.

Tempo de moagem	D (10) μm	D (50) μm	D (90) μm
CCA não moída	32,3	110,4	277,4
CCA - 5 minutos	3,1	14,6	44,9
CCA - 10 minutos	2,4	10,3	33,2
CCA - 30 minutos	1,9	8,6	38,7
CCA - 60 minutos	1,8	7,9	35,9

Com a análise dos dois estudos de moagem foram determinadas as condições que possibilitaram obter as três granulometrias desejadas para a primeira etapa dessa dissertação. Para a cinza da casca de arroz que deveria apresentar D_{50} superior ao D_{50} das partículas de cimento foi selecionado o tempo de moagem de 30 minutos no moinho de bolas. O tempo de moagem de 5 minutos no moinho vibratório foi utilizado para obter a cinza com D_{50} igual ao do cimento, enquanto que a moagem de 60 minutos no moinho vibratório gerou uma cinza com D_{50} inferior ao cimento. Sendo assim, as cinzas estudadas nessa dissertação receberam a seguinte nomenclatura em referência ao D_{50} de suas partículas: a CCA moída durante 30 minutos no moinho de bolas foi denominada

CCA20, a cinza moída no moinho vibratório durante 5 minutos e 60 minutos receberam, respectivamente, as denominações de CCA14 e CCA7.

A Figura 50 apresenta as curvas granulométricas das cinzas da casca de arroz que foram utilizadas nesse estudo juntamente com a curva granulométrica do cimento Portland.

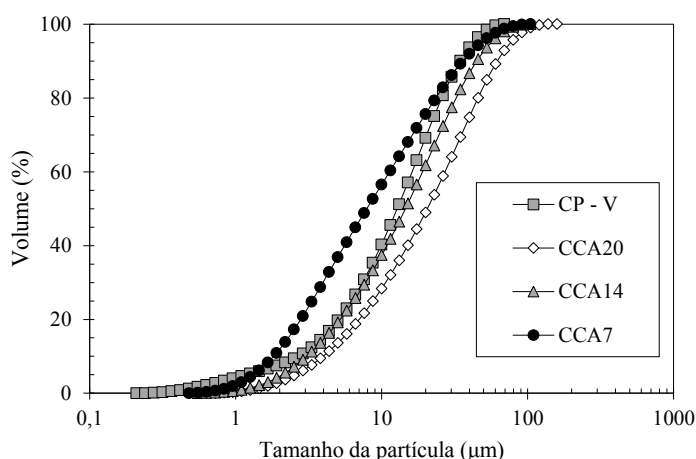


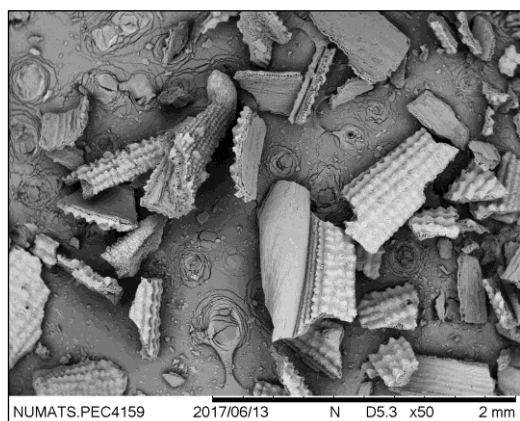
Figura 50: Curva granulométrica das diferentes cinzas que serão usadas nesse estudo e o cimento Portland V.

Como esperado, a CCA20 apresentou uma curva granulometria com partículas maiores que as do cimento Portland, a CCA14 apresentou uma distribuição granulométrica similar a do cimento e a CCA7 apresentou partículas menores do que aquelas presentes no cimento em um trecho entre D_{10} até D_{80} .

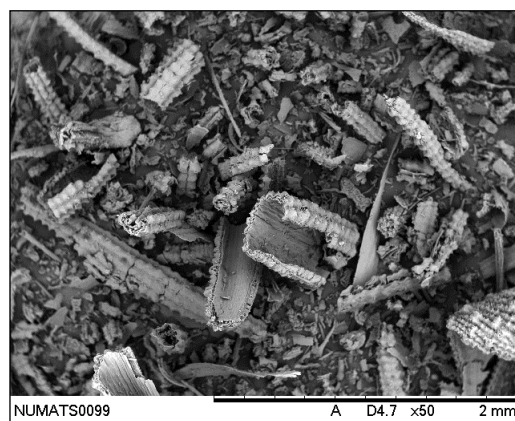
Como um dos objetivos dessa dissertação foi avaliar as possíveis diferenças na estrutura morfológica das cinzas em decorrência das moagens, foram realizados ensaios de microscopia eletrônica de varredura e adsorção de gás nas cinzas da casca de arroz não moída e nas três cinzas moídas (CCA20, CCA14 e CCA7).

A Figura 51-a, Figura 51-b, Figura 51-c e Figura 51-d apresentam as imagens de microscopia eletrônica de varredura da CCA alto C e da CCA 600. De uma maneira geral, ao comparar as imagens foi observado que o procedimento adotado na requeima não alterou a estrutura celular da cinza. Na Figura 51-a e na Figura 51-b são apresentadas, respectivamente, a cinza CCA alto C e a CCA 600, com um aumento igual a 50 vezes. As imagens indicam que as partículas são alongadas, cônicas, planas, com tamanhos variados, e que algumas partículas estão “quebradas”, muito provavelmente em função da manipulação. Nos detalhes apresentados nas imagens da

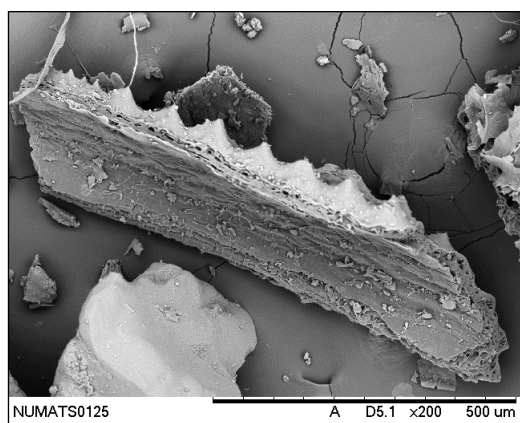
Figura 51-c e da Figura 51-d, notou-se que as partículas apresentaram uma superfície interna lisa e uma superfície externa “pontiaguda” bem característica (Cordeiro, 2006).



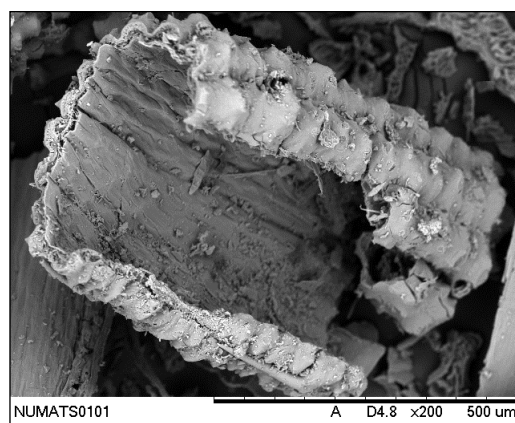
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 51: Aspecto geral da cinza da cinza da casca de arroz: CCA alto C (a); CCA 600 (b) e aspecto morfológico da epiderme externa: CCA alto C (c); CCA 600 (d).

A Figura 52-a e a Figura 52-b apresentam duas partículas da cinza da casca de arroz não moída de forma diferente, sendo uma plana (Figura 52-a) e outra côncava (Figura 52-b). Foi possível perceber, ainda, que os poros se localizam ao longo de toda a superfície interna e que há uma epiderme externa (“pontiaguda”) bem distribuída ao longo de toda a superfície. O detalhe apresentado na Figura 52-c mostrou a estrutura de forma côncava pontiaguda que forma toda a epiderme externa da cinza. Na visão geral da rede de poros apresentada Figura 52-d, notou-se que os poros apresentaram tamanhos variados. A Figura 52-e mostra com detalhes a estrutura celular da cinza, onde se observa a presença de poros conectados com diâmetro variado. Por exemplo, um de seus poros maiores (à esquerda) apresenta diâmetro de aproximadamente 15 μm e um poro menor com diâmetro em torno de 1 μm (à direita). A Figura 52-f apresenta o detalhe da estrutura porosa localizada abaixo da epiderme externa. Observou-se uma

rede de poros totalmente irregular e bastante conectada. A análise das imagens possibilitou caracterizar a CCA não moída como um material que apresenta macroporoso (IUPAC, 2014). A forma dos poros também não apresenta um padrão, alguns apresentam forma circular e outros forma irregular, conforme indicado na Figura 52-e.

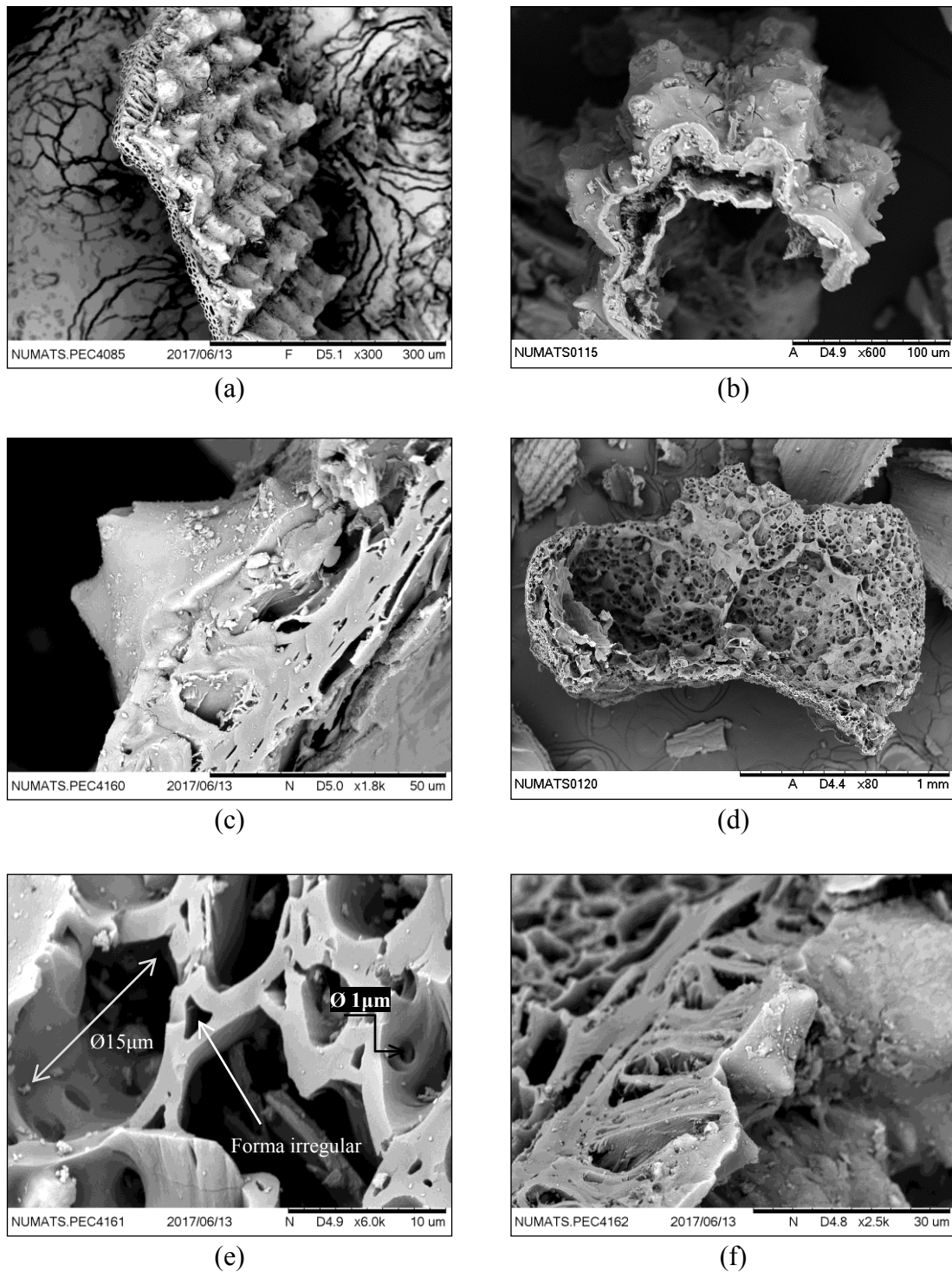


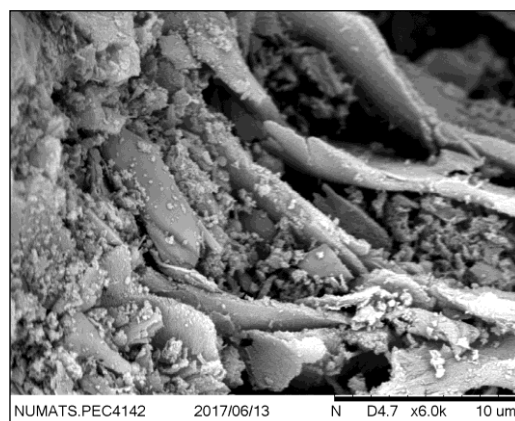
Figura 52: Seção transversal da cinza com detalhes morfológicos da epiderme externa e porosidade da cinza (a); detalhe da estrutura externa da cinza bem característica da cinza com alguns poros (b); partícula de formato côncavo (c); visão geral dos poros presentes na cinza da casca de arroz (d); detalhes da estrutura porosa da cinza (e) e (f).

A Figura 53 apresenta as imagens obtidas da CCA20. Foi possível observar que o procedimento de moagem gerou a quebra de muitas partículas, mas preservou bastante a estrutura celular da cinza (Figura 53-a). Além disso, notou-se que muitas partículas maiores apresentavam seus poros encobertos por partículas menores, como pode ser

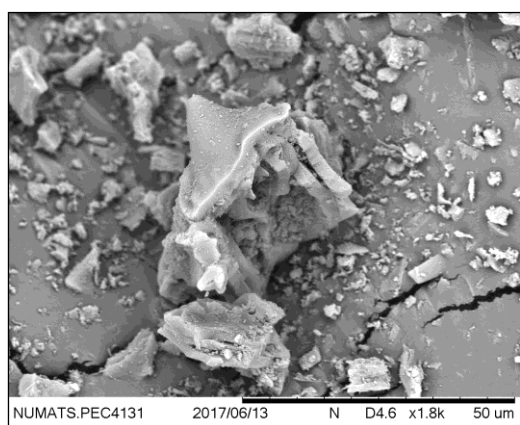
visto na Figura 53-b. A Figura 53-c apresenta o detalhe da epiderme externa, tão característica das cinzas, que se quebrou muito provavelmente durante a moagem.



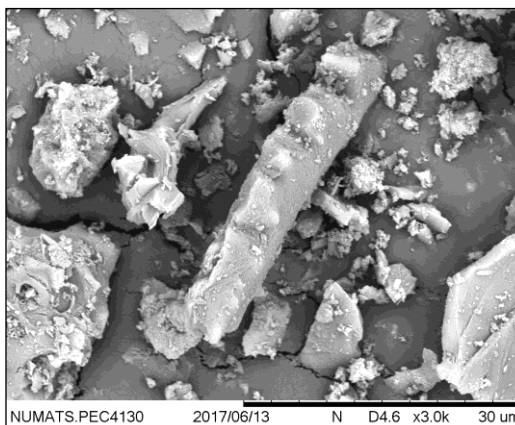
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 53: MEV da CCA 20: detalhe de duas partículas com sua estrutura celular parcialmente colapsada e com os poros preenchidos de partículas menores (a) e (b); detalhe de uma epiderme externa que foi rompida após a moagem e em seu entorno algumas partículas menores (c); detalhe geral da morfologia da cinza após a moagem (d).

As imagens de microscopia da CCA14 são apresentadas na Figura 54. Muitas partículas menores sobre partículas maiores foram observadas, como pode ser visto na Figura 54-a e na Figura 54-b, o que tornou difícil observar se houve ou não preservação da estrutura celular original da cinza. A Figura 54-c apresenta uma partícula que não foi encoberta por partículas menores. Percebeu-se que a sua epiderme externa e a sua estrutura celular foram parcialmente preservadas.

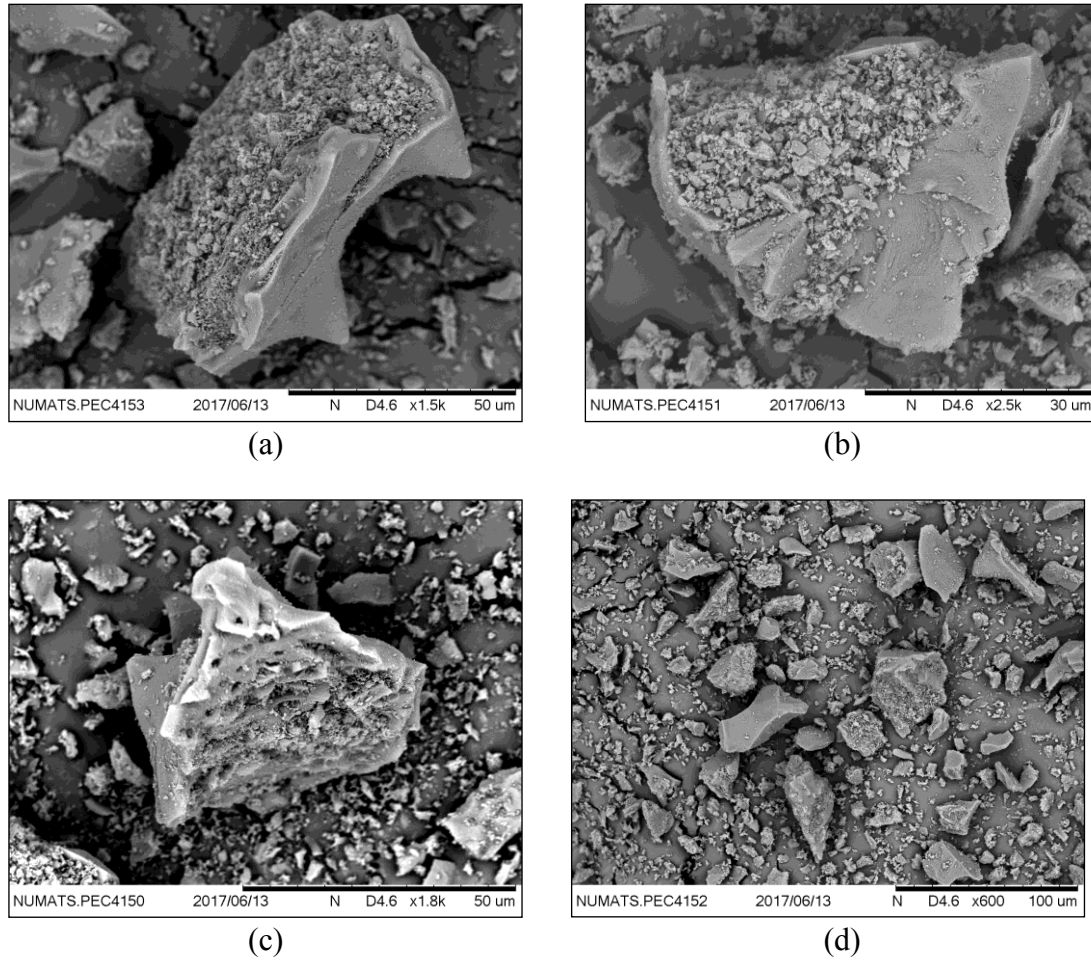


Figura 54: MEV da CCA 14: detalhe de duas partículas com sua estrutura celular colapsada e com os poros preenchidos de partículas menores (a), (b) e (c); detalhe geral da morfologia da cinza após a moagem (d).

A Figura 55 apresenta as imagens feitas para a CCA7. Como nas demais cinzas, foi possível encontrar partículas com epiderme externa parcialmente preservada, como na Figura 55-a. Esse fato pode indicar que essa estrutura foi a parte da cinza mais resistente à moagem. Um número reduzido de partículas com estrutura celular preservada foi observado, como no detalhe da Figura 55-b. De uma forma geral, como esperado, foi observado que partículas muito pequenas se depositaram sobre partículas menores (Figura 55-c e Figura 55-d).

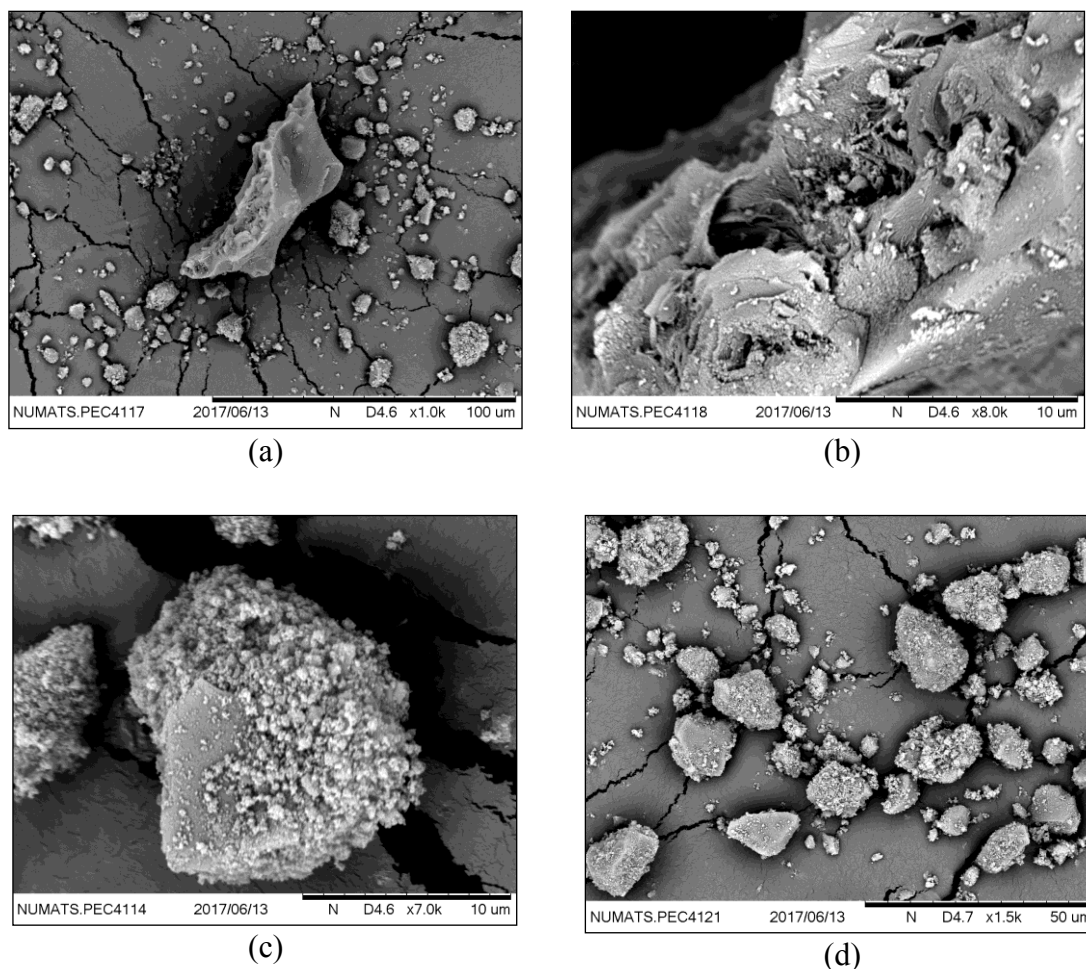


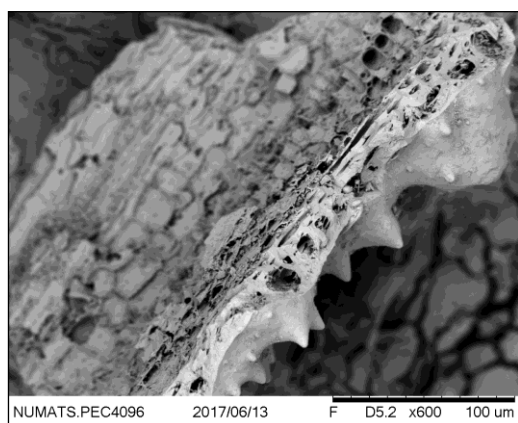
Figura 55: MEV da CCA 7: detalhe de uma das poucas estruturas de epiderme externa encontradas bem mais colapsada que as cinzas anteriores (a); detalhe para a rede porosa da estrutura da figura anterior (b); detalhe da várias partículas micrométricas sobre uma estrutura maior (c); detalhe geral da morfologia da cinza após a moagem (d).

Os valores de superfície específica, volume de poros e largura dos poros, obtidos no ensaio de adsorção de gás, são apresentados na Tabela 23. Observou-se que com a diminuição do D_{50} ocorreu uma diminuição da sua superfície específica e dessa forma, a CCA7 apresentou a menor superfície específica dentre as cinzas estudadas. O mesmo fenômeno foi observado por Cordeiro *et al.* (2011) e por Van *et al.* (2013). Além disso, apesar de possuírem tamanho médio de partículas diferentes, a CCA20 e a CCA14 apresentaram valores de superfície específica similares. Esse fato indica que a estrutura celular das cinzas da casca de arroz pode ser preservada até certo tempo de moagem. O volume médio dos poros diminuiu com a redução do D_{50} , o que pode ser justificado pelo colapso de alguns poros devido à moagem. No que diz respeito ao diâmetro médio dos poros, notou-se um aumento desses valores, o que pode ser justificado pela quebra das partículas. A estrutura celular que originalmente se encontrava fechada perdeu essa característica com a moagem. As imagens de microscopia corroboram com essa

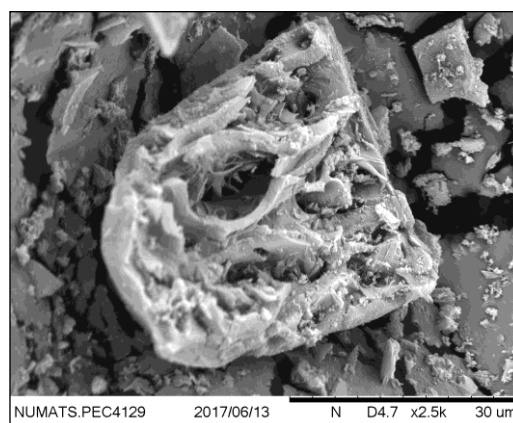
informação. A Figura 56-a apresenta uma imagem de uma partícula de CCA não moída, e a Figura 56-b uma partícula de CCA moída. Com as imagens percebe-se que a partícula não moída, por apresentar poros íntegros e preservados, tem uma estrutura celular “mais fechada”, enquanto a cinza moída perde essa característica. Neste caso, poros vizinhos foram quebrados e passaram a se conectar, o que pode contribuir para o aumento do tamanho médio dos poros.

Tabela 23: Superfície específica, volume médio dos poros, diâmetro médio dos poros e largura média dos poros.

Amostra	Superfície específica (B.E.T)	Volume médio dos poros entre 17 a 3000 Å	Diâmetro médio dos poros	Largura média dos poros
CCA não moída	131867 m ² /kg	0,24 cm ³ /g	49,9 Å	69,1 Å
CCA20	106811 m ² /kg	0,21 cm ³ /g	57,9 Å	77,9 Å
CCA14	106712 m ² /kg	0,20 cm ³ /g	52,1 Å	72,5 Å
CCA7	92042 m ² /kg	0,17 cm ³ /g	54,1 Å	70,3 Å



(a)



(b)

Figura 56: Cinza da casca de arroz não moída (a); cinza da casca de arroz moída – CCA20 (b).

Com relação às análises de caracterização de poros por adsorção de gás, a Figura 57 apresenta as isotermas obtidas para a CCA não moída, CCA20, CCA14 e CCA7.

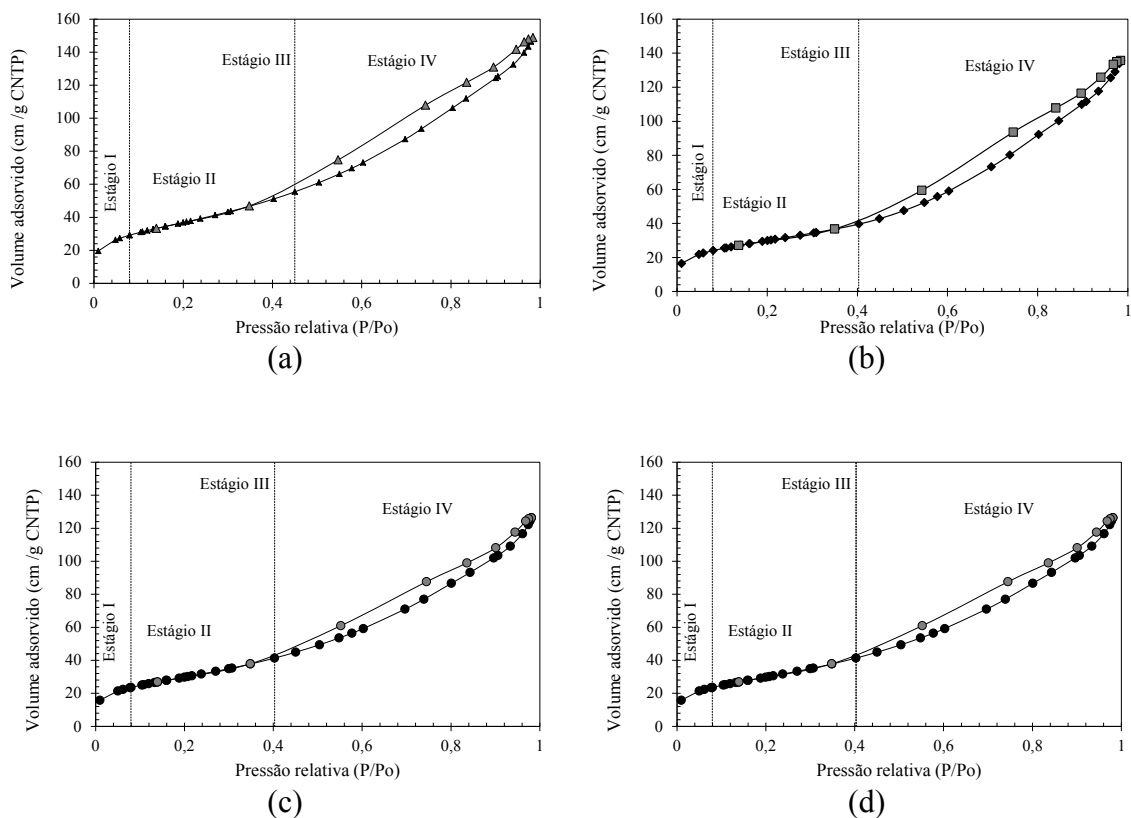


Figura 57: Isotherma de adsorção de gás: CCA não moída (a); CCA20 (b); CCA14(c); CCA7(d).

De acordo com a IUPAC (2014), as cinzas da casca de arroz apresentam isoterma do tipo II, típica de materiais macroporosos, o que está de acordo com as imagens obtidas por microscopia. Durante o processo de dessorção do gás ocorreu histerese do tipo H3, típica de materiais não rígidos em forma de placa. Além disso, essa histerese indicou a presença de mesoporos de forma e de tamanhos variados e interconectados, que não foram completamente preenchidos pelo gás. Essa análise ajuda a complementar as análises de microscopia, pois não foi possível observar pelas imagens a existência dos poros da CCA14 e da CCA7, além da existência de mesoporos em todas as cinzas. É importante observar que as curvas apresentam um ponto B bem definido, o que indica com clareza o término da formação de monocamada de gás sobre a superfície do adsorvato (Webb e Orr, 1997). Um ponto B bem definido indica a presença de microporos, típica de materiais da isoterma do tipo II. Dessa forma, é possível constatar que as cinzas da casca de arroz em todas as granulometrias estudadas apresentam poros nas três faixas de classificação, ou seja, macroporos, mesoporos e microporos. É relevante ressaltar a importância da caracterização das cinzas por adsorção de gás, visto que foi possível chegar a conclusões além daquelas observadas nas imagens de

microscopia. Na Figura 58 são apresentadas as 4 isotermas juntas e observou-se que houve uma diminuição da inclinação das curvas com a diminuição do D_{50} das cinzas, indicando que a distribuição de poros se tornou mais homogênea com a redução do D_{50} . A CCA7 apresentou a isoterma menos inclinada em comparação as demais cinzas moídas.

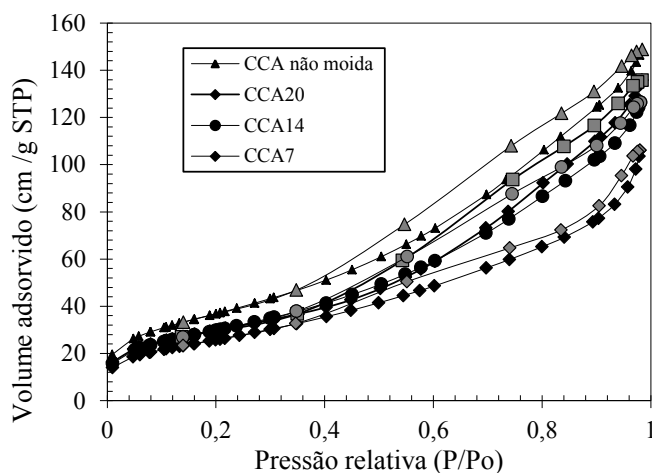


Figura 58: Isotermas de adsorção de gás das cinzas da casca de arroz estudadas.

A Figura 59 apresenta os gráficos de diâmetro dos poros *versus* volume de gás adsorvido para as quatro cinzas. As cinzas apresentaram tamanho de poros variando de 1 nm (10Å) até um pouco mais que 100 nm (1000 Å). Le (2015), utilizando a mesma técnica, encontrou poros maiores que 50 nm (macroporos) e mesoporos variando de 2 a 50 nm. Observou-se que a diminuição do D_{50} vem acompanhado de uma redução do volume dos poros, principalmente do volume dos mesoporos. Ao comparar a CCA não moída com a CCA20, observou-se a menor redução no volume de mesoporos, enquanto para a CCA7 essa redução foi mais acentuada. Ao observar o volume de gás adsorvido, notou-se que a CCA ultrafina apresentou uma redução de 28% de volume de gás. Sabe-se que o tamanho de uma molécula de água é de apenas 0,28 nm (2,8 Å). Logo, a partir da distribuição de poros obtida, concluiu-se que todas as cinzas podem reter água em seu interior, desde os poros menores (microporos) até os maiores (macroporos). Ao correlacionar as imagens de todas as cinzas obtidas no ensaio de microscopia com o resultado de distribuição de poros, foi possível concluir que as condições de moagem utilizadas causaram um colapso maior dos macroporos e proporcionaram reduções significativas no volume dos mesoporos, o que corrobora os resultados obtidos por Le (2015). De acordo com Jensen e Lura (2006), poros maiores que 100 nm são úteis para

diminuir a autodessecação dos concretos. Por isso, essa análise sugere que a CCA20 seria capaz de acumular mais água em seu interior por apresentar um volume maior de poros maiores que 100 nm.

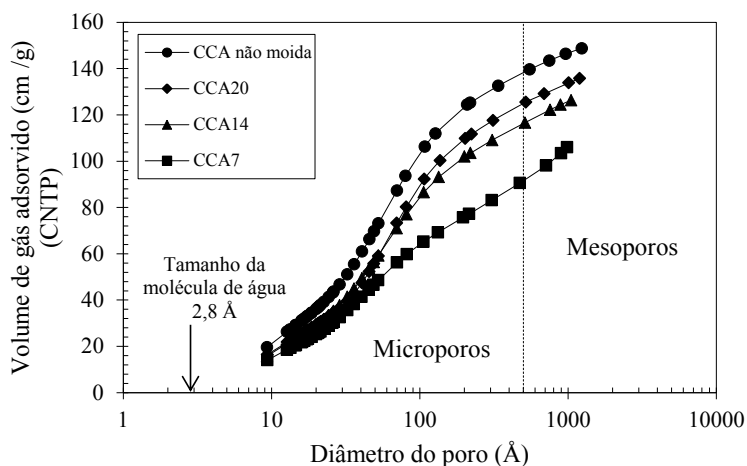


Figura 59: Distribuição do diâmetro dos poros das cinzas da casca de arroz: CCA não moída, CCA20, CCA14 e CCA7.

No que diz respeito à atividade pozolânica das cinzas, a Figura 60 apresenta as curvas de condutividade elétrica. Percebeu-se uma leve diminuição da condutividade elétrica com a redução do D_{50} das cinzas, o que pode estar relacionado à diminuição da superfície específica da CCA ultrafina; contudo, todas as cinzas foram classificadas como de boa pozolanicidade.

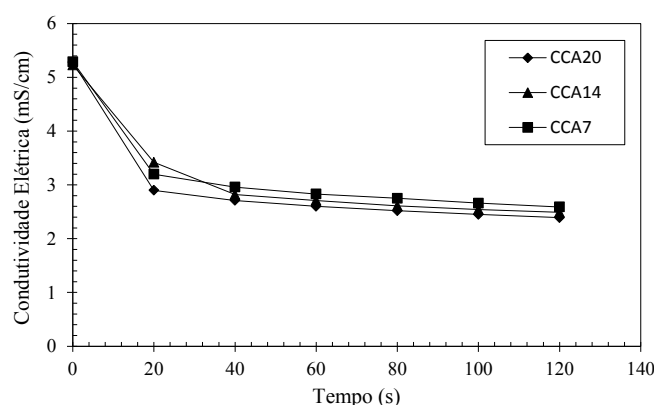


Figura 60: Ensaio de condutividade elétrica – pelo método desenvolvido por Lúxan *et al.* (1989).

A Tabela 24 apresenta os valores médios de variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.

Tabela 24: Variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.

Amostra	ΔC (mS/cm)
CCA20	2,92
CCA14	2,90
CCA7	2,78

A Tabela 25 apresenta os valores médios de fração solúvel de sílica em ambiente alcalino. Foi possível observar que houve uma leve diminuição do valor médio de fração solúvel com a diminuição do tamanho médio das partículas, da mesma forma que ocorreu com os resultados de condutividade elétrica. Sendo assim, também foi possível correlacionar a diminuição do teor de sílica solúvel com a diminuição da superfície específica.

Tabela 25: Resultados de fração solúvel.

Amostra	Fração Solúvel (%)
CCA20	88,4
CCA14	87,6
CCA7	85,4

5.1.2 Cinza da Casca de Arroz com Diferentes Teores de Carbono

A CCA com 0,5% (CCA600) de carbono foi obtida através da calcinação controlada (ver seção 5.1.1.1 Requeima da Cinza Residual da Casca de Arroz). Os outros dois teores foram obtidos por uma mistura entre a CCA 600 e a CCA alto C de forma a obter 6% e 12% de perda ao fogo.

As cinzas estudadas nessa fase tem D_{50} igual 20 μm , pois foi esse o tamanho de partícula definido como ideal para reduzir a retração autógena do concreto. A CCA alto C foi submetida à moagem no moinho de bolas durante 60 minutos para adequar sua granulometria (D_{50} igual a 20 μm). A Figura 61 apresenta a curva granulométrica da CCA20 e da CCA alto C moída durante 60 minutos (apresentada no gráfico como CCA altoC 20). Observa-se que ambas as cinzas apresentam granulométricas similares.

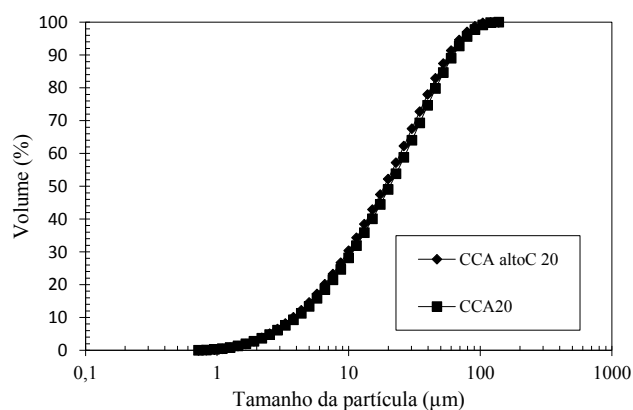


Figura 61: Curva granulométrica da CCA20 e da CCA altoC 20 μm .

Após ajuste das granulometrias, as cinzas utilizadas nessa fase foram nomeadas de CCA0,5%C, CCA6%C e CCA12%C em referência aos seus respectivos teores de carbono residual. A Tabela 26 apresenta a composição química das três cinzas.

Tabela 26: Composição de óxidos e perda ao fogo das cinzas com diferentes teores de carbono.

Composto (%)	CCA0,5%C	CCA6%C	CCA12%C
SiO₂	89,85	84,85	79,42
Al₂O₃	4,79	4,48	4,13
SO₃	1,34	1,31	1,27
K₂O	1,38	1,33	1,29
CaO	0,79	0,76	0,73
P₂O₅	0,22	0,21	0,20
MnO	0,24	0,23	0,22
Fe₂O₃	0,86	0,81	0,76
Perda ao fogo	0,53	6,02	11,98

A Figura 62 apresenta o DRX das três cinzas da casca de arroz utilizadas, observou-se que os difratogramas são similares e a presença do carbono residual não alterou o halo amorfo das cinzas.

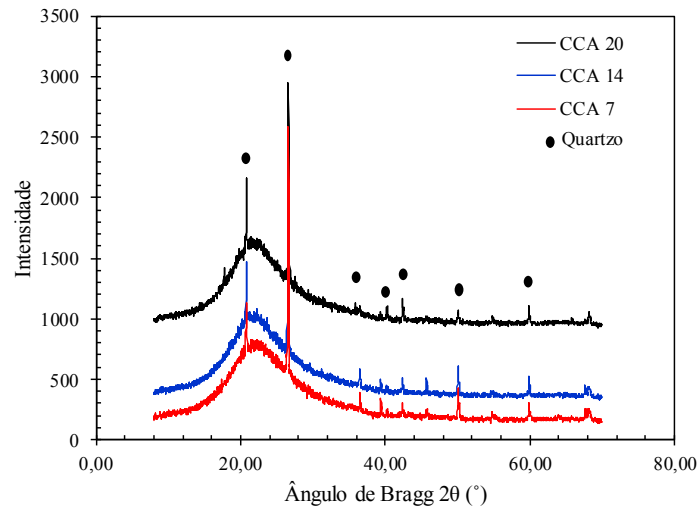


Figura 62: Difratogramas de CCA-0,5%C, CCA-6%C e CCA-12%C.

A Figura 63 apresenta a variação da condutividade durante dois minutos após a adição da cinza. Com base nas curvas nota-se que não houve relação clara entre o teor de carbono e a condutividade elétrica medida. De acordo com Lúxan *et al.* (1989) as três cinzas são classificadas como de boa pozolanicidade. A Tabela 27 apresenta os valores finais de variação de condutividade elétrica (após 2 minutos) de adição da cinza da casca de arroz em solução de hidróxido de cálcio.

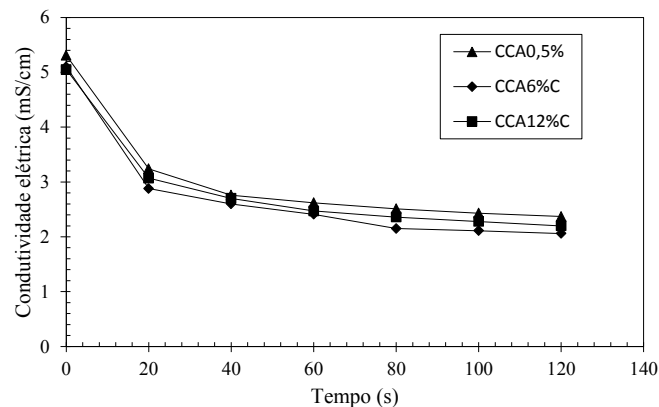


Figura 63: Variação da condutividade elétrica após os 2 minutos de adição da cinza.

Tabela 27: Variação da condutividade elétrica após 2 minutos de adição da cinza a solução de hidróxido de cálcio.

Cinza	ΔC (mS/cm)
CCA0,5% C	2,92
CCA6% C	2,85
CCA12% C	2,94

As imagens de microscopia, apresentada na Figura 64, indicaram que visualmente os diferentes teores de carbono não modificaram a estrutura morfológica

das cinzas. A Figura 64-a, a Figura 64-c e a Figura 64-d apresentam uma visão geral das partículas, sendo possível observar que se trata de partículas de forma e tamanho variado. No detalhe da Figura 64-b, da Figura 64-d e da Figura 64-f foram observados que os poros das cinzas estavam preenchidos por partículas menores.

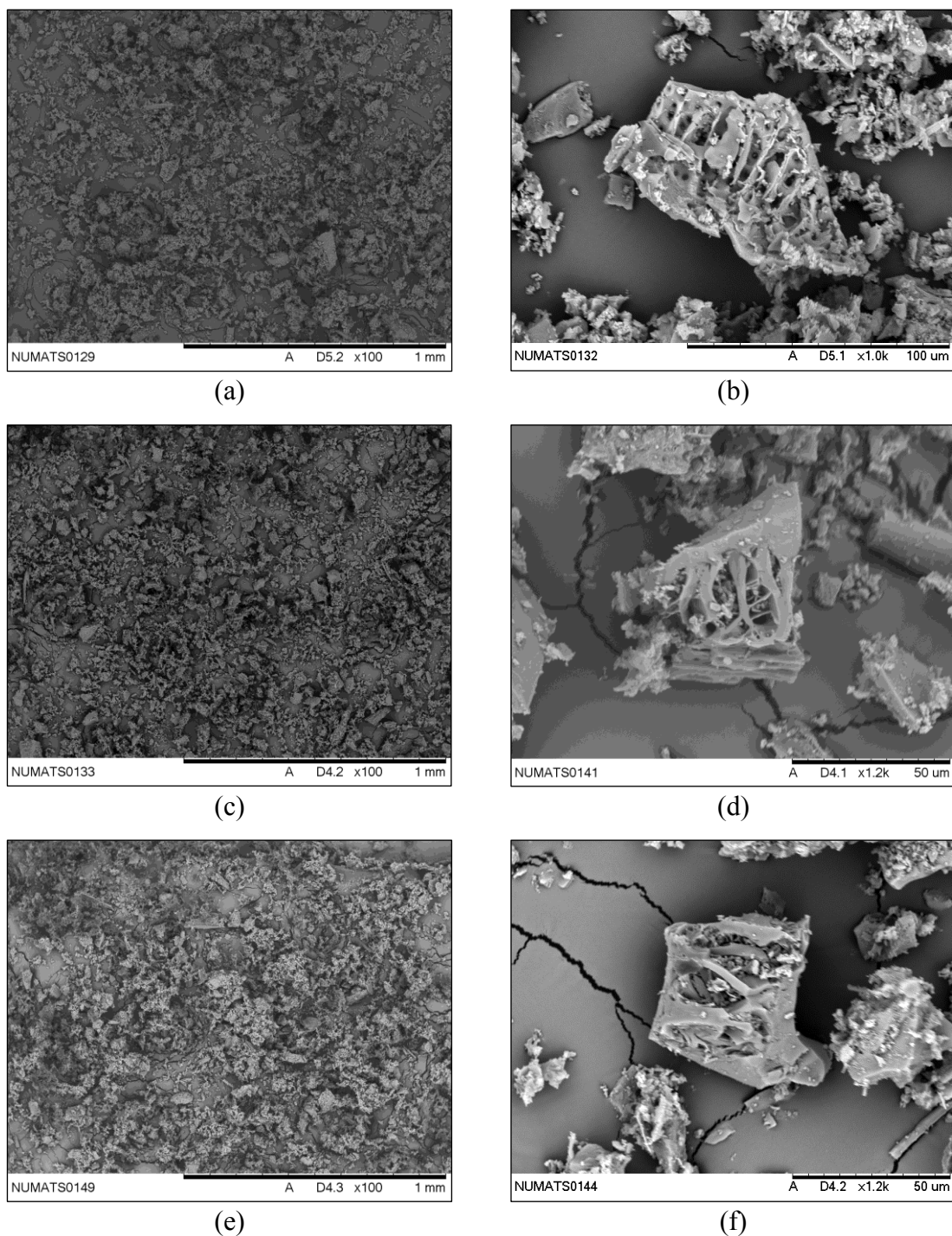


Figura 64: CCA0,5%C: imagem geral das partículas (a); detalhe em uma partícula maior encoberta por partículas menores (b), CCA6%C: imagem geral das partículas (c); detalhe em uma partícula maior encoberta por partículas menores (d), CCA12%C: imagem geral das partículas (e); detalhe de uma partícula preenchida por partículas menores (f).

Os valores encontrados para superfície específica, volume de poros e largura dos poros são indicados na Tabela 28. As cinzas da casca de arroz com diferentes teores de carbono também apresentaram isotermas do tipo II, típicas de materiais macroporos, com histerese do tipo H3 (Figura 65). Esses resultados, juntamente com as curvas de *t*-plot (Figura 66), indicaram que ocorreu uma diminuição do volume dos poros com o

aumento do carbono residual. Foog *et al.* (2015) atribuíram a formação dos poros da cinza da casca de arroz à perda de compostos orgânicos durante o procedimento de queima. Por isso, é de se esperar que a CCA 12%C apresente um volume menor de poros, uma vez que o teor de carbono residual foi mais alto.

Tabela 28: Superfície específica, volume médio dos poros, diâmetro médio dos poros e largura média dos poros.

Amostra	Superfície específica (B.E.T)	Volume médio entre dos poros entre 17 a 3000 Å	Diâmetro médio dos poros	Largura média dos poros
CCA0,5%C	106811 m ² /kg	0,21 cm ³ /g	57,9 Å	77,9 Å
CCA6%C	82966 m ² /kg	0,19cm ³ /g	75,4 Å	85,5 Å
CCA12%C	76605 m ² /kg	0,17cm ³ /g	72,6 Å	84,7 Å

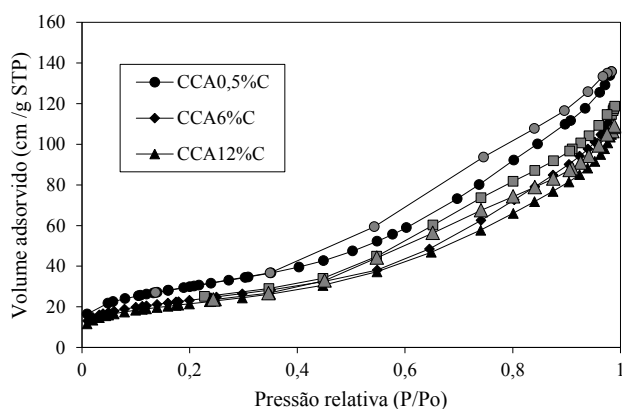


Figura 65: Isoterma das cinzas da casca de arroz com diferentes teores de carbono.

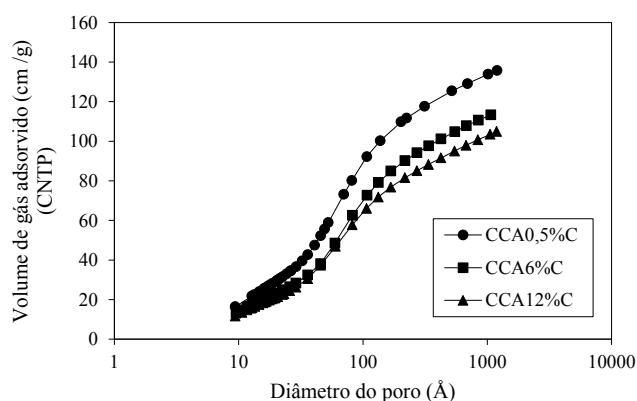


Figura 66: Distribuição do tamanho dos poros das cinzas com diferentes teores de carbono.

5.2 Estudo da hidratação em pastas com CCA

O estudo de hidratação consistiu na realização dos ensaios de termogravimetria e de calorimetria isotérmica. Para melhor compreender o efeito da cinza da casca de arroz na hidratação, pastas com CCA7, CCA14 e CCA20 foram produzidas com todos os teores de substituição anteriormente utilizados, ou seja, 8, 10 e 12%. A pasta sem adição mineral recebeu o nome P-REF e as pastas com CCA7 com 8, 10 e 12% de substituição receberam o nome de P-CCA7-8%, P-CCA7-10% e P-CCA7-12%. As pastas com CCA14 e CCA20 seguiram o mesmo padrão e foram denominadas de P-CCA14-8%, P-CCA14-10%, P-CCA14-12%, P-CCA20-8%, P-CCA20-10% e P-CCA20-12%.

5.2.1 Influência do Tamanho e do Teor de substituição

5.2.1.1 Estudo da Cinética da Hidratação por Calorimetria isotérmica

A Figura 67, a Figura 68 e a Figura 69 apresentam respectivamente as curvas de fluxo de calor das pastas com CCA7, com CCA14, CCA20 em comparação com a pasta sem adição mineral e com a pasta com sílica ativa. As curvas apresentadas foram normalizadas em função da massa de cimento. De acordo com Scrivener *et al.* (2015), quando as curvas de fluxo de calor são normalizadas em função da massa de cimento é possível observar com mais clareza o efeito físico da adição mineral na evolução da cinética de hidratação. Ao comparar as curvas de fluxo de calor, foi possível observar que a sílica ativa melhorou a hidratação da pasta, pois diminuiu o período de indução e proporcionou leves aumentos no fluxo de calor durante a indução e a aceleração. Na Figura 67, ao comparar a pasta com sílica ativa com as pastas com diferentes teores de CCA7, nota-se que ao substituir cimento por CCA7 ocorreu um leve aumento do fluxo de calor durante a indução. Além disso, o aumento do teor de substituição produziu uma redução do fluxo de calor durante o período de aceleração e uma diminuição da taxa de reação. Quando a CCA14 foi utilizada (Figura 68), os efeitos nas curvas de fluxo de calor observados na Figura 67 ficaram mais evidentes. Ou seja, ao substituir cimento por CCA14 ocorreu uma diminuição do período de indução, um aumento do fluxo de calor durante o período de dormência e uma diminuição do fluxo de calor durante a aceleração com o aumento do teor de substituição de cimento por CCA14.

A Figura 69 apresenta as curvas de fluxo de calor da CCA20 em relação as pastas sem adição e com sílica ativa. Observou-se que o aumento do D_{50} da cinza da

casca de arroz reduziu ainda mais o período de dormência e aumentou o fluxo de calor durante a indução e durante a aceleração. Entretanto, o aumento do teor de substituição reduziu o fluxo máximo durante a aceleração, como foi observado para as demais cinzas.

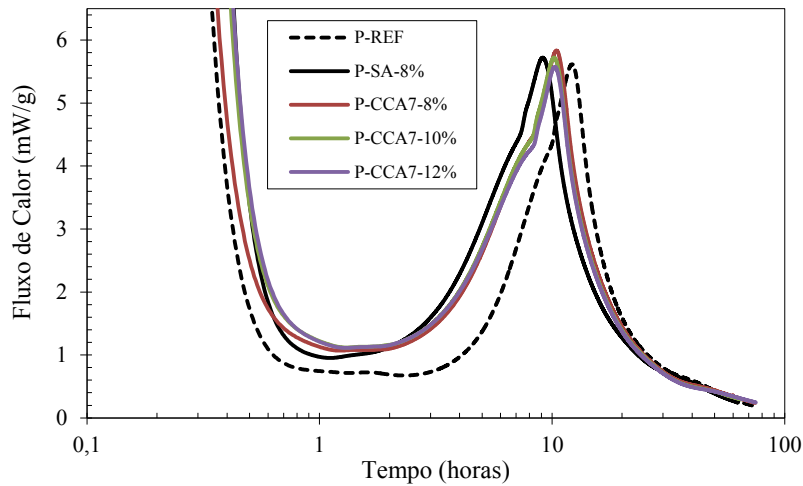


Figura 67: Fluxo de calor das pastas com CCA7 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.

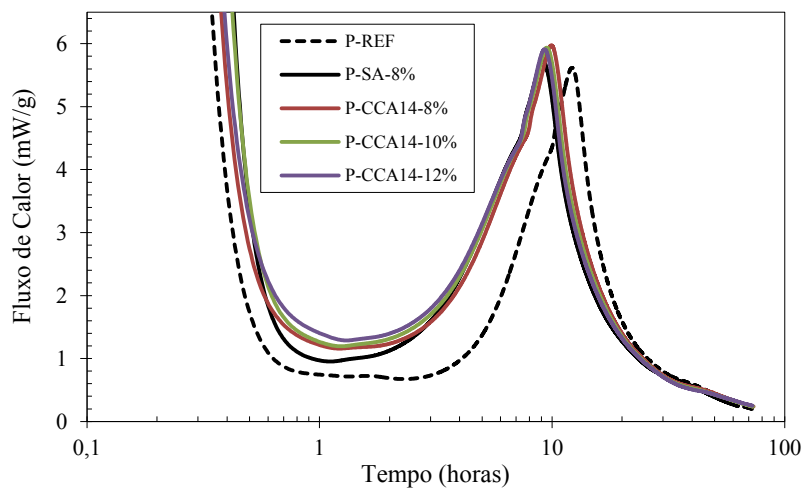


Figura 68: Fluxo de calor das pastas com CCA14 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.

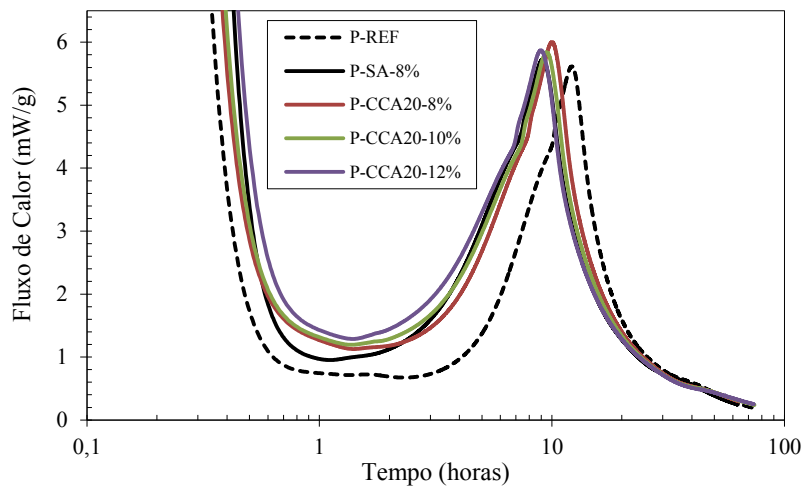


Figura 69: Fluxo de calor das pastas com CCA20 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.

Com relação ao calor total acumulado das pastas, que é apresentado na Figura 70, na Figura 71 e na Figura 72, de uma maneira geral, observou-se que o uso da sílica ativa diminuiu o calor de hidratação em relação a pasta sem adição. Ao se comparar a

pasta sem adição com as pastas com cinza da casca de arroz, notou-se que o calor total acumulado foi maior para as pastas com CCA e que o aumento do teor de substituição gerou uma diminuição progressiva do calor de hidratação.

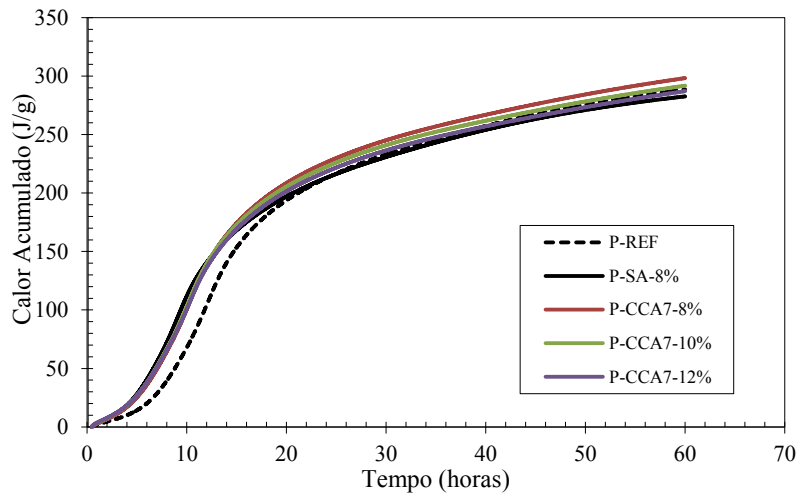


Figura 70: Calor acumulado das pastas com CCA7 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.

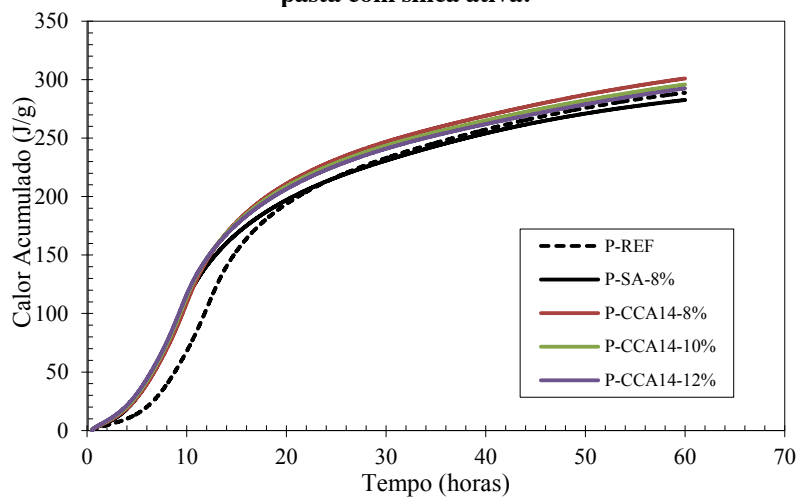


Figura 71: Calor acumulado das pastas com CCA14 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.

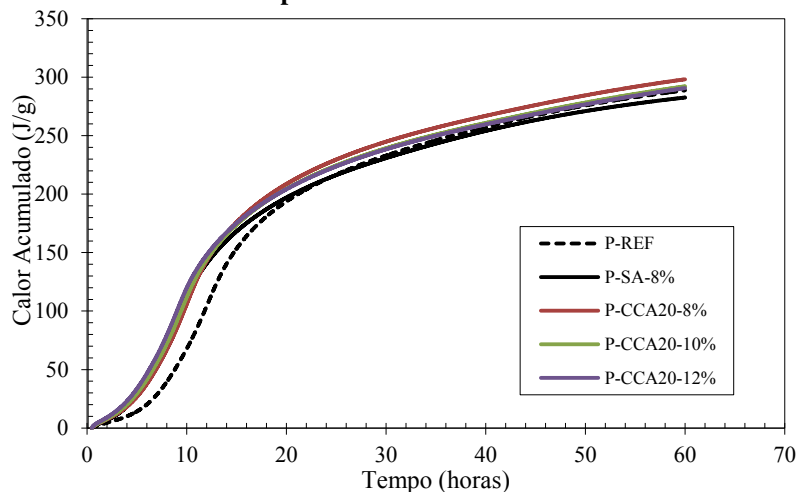


Figura 72: Calor acumulado das pastas com CCA20 e seus diferentes teores, pasta sem adição e pasta com sílica ativa.

A Tabela 29 apresenta o tempo de indução, o tempo de aceleração, os fluxos máximo e mínimo, a taxa de reação e o calor acumulado extraídos das curvas de fluxo de calor (Figura 67, Figura 68, Figura 69) e de calor total acumulado (Figura 70, Figura

71, Figura 72). Verificou-se que a presença das adições minerais aumentou a cinética das reações, melhorando a hidratação. Este comportamento foi decorrente da redução do período de indução, aumento do fluxo de calor durante os períodos de dormência e de aceleração e aumento da inclinação das curvas durante o período de aceleração. Pode-se atribuir aos efeitos de diluição e nucleação essa melhoria observada na hidratação das pastas (Cordeiro e Kurtis, 2017). Além disso, quanto maior as substituições de cimento por cinza da casca de arroz, mais rapidamente as reações de hidratação ocorreram, o que gerou um aumento do fluxo de calor durante a dormência, uma diminuição do período de indução e uma antecipação do início do período de aceleração.

Tabela 29: Dados do fluxo de calor e calor total acumulado para as pastas produzidas.

Pastas	Duração do período de indução (h)	Fluxo de calor durante a indução (mW/g)	Início do período de aceleração (h)	Fim do período de aceleração (h)	Taxa de reação k	Fluxo de calor durante a aceleração (mW/g)	Calor total acumulado (J/g)
P-REF	3,60	0,71	4,06	12,18	0,68	5,62	290,88
P-SA-8%	1,67	0,95	2,13	9,09	0,69	5,72	284,52
P-CCA7-8%	2,43	1,07	2,92	10,42	0,74	5,83	300,71
P-CCA7-10%	2,01	1,12	2,49	10,19	0,70	5,72	294,11
P-CCA7-12%	1,50	1,11	1,97	10,25	0,66	5,58	289,52
P-CCA14-8%	2,32	1,16	2,80	9,91	0,73	5,97	300,54
P-CCA14-10%	1,10	1,09	2,30	9,48	0,70	5,92	294,63
P-CCA14-12%	1,46	1,29	1,94	9,27	0,61	5,91	293,14
P-CCA20-8%	1,94	1,13	2,41	10,01	0,74	6,00	303,39
P-CCA20-10%	1,55	1,19	2,02	9,5	0,67	5,84	298,19
P-CCA20-12%	1,01	1,29	1,48	8,96	0,60	5,87	294,96

A Figura 73 e a Figura 74 apresentam, em detalhe, o momento do início do período de aceleração das reações de hidratação, respectivamente, para as pastas com 8% e 12% de CCA7, CCA14 e CCA20. Pela Figura 73 nota-se que a sílica ativa proporcionou maior aceleração nas reações de hidratação. Para as pastas com cinza da casca de arroz, um leve aumento da cinética das reações em decorrência do aumento do

D_{50} da CCA foi observado. Esse efeito se confirmou nos resultados ilustrados na Figura 74, que revela que quando o teor de substituição foi maior (12%), a pasta com CCA20 apresentou uma maior cinética de reação, seguida da pasta com CCA14 e da sílica ativa. Dessa maneira, foi possível relacionar a maior superfície específica das cinzas com maior tamanho de partícula a uma aceleração da cinética das reações de hidratação. A maior superfície específica acelerou as reações em decorrência do efeito de nucleação, conforme já discutido. Como o teor de substituição é o mesmo nas duas situações apresentadas, foi possível concluir que o efeito de diluição influenciou de maneira similar as três pastas com cinza da casca de arroz. Por isso, a maior superfície específica das cinzas da casca de arroz gerou aumento da cinética das reações por um efeito de nucleação mais pronunciado.

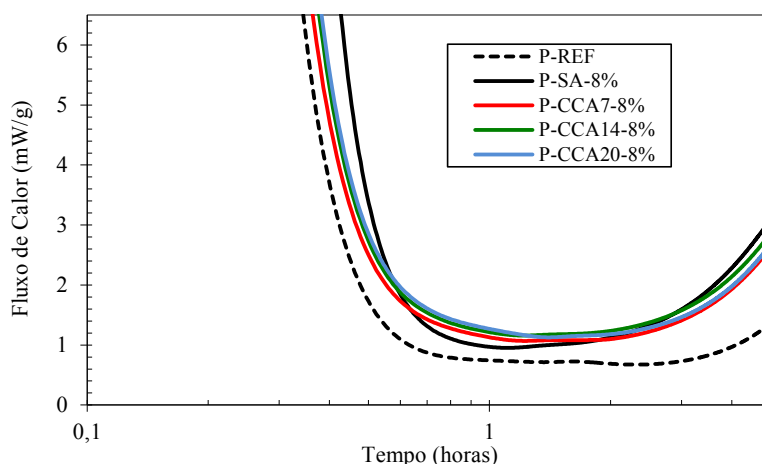


Figura 73: Detalhe do fluxo de calor para as pastas com CCA com 8% de substituição.

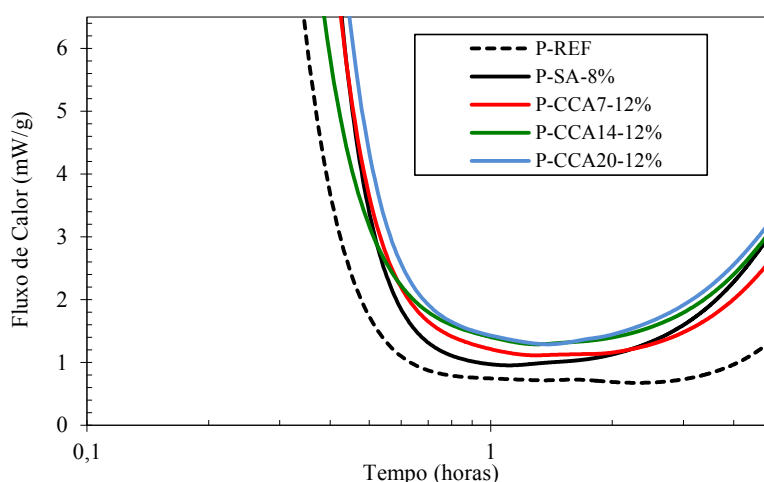


Figura 74: Detalhe do fluxo de calor para as pastas com CCA com 12% de substituição.

A taxa de reação foi influenciada pelo uso da cinza da casca de arroz. Ao utilizar 8% de substituição foi observado um leve aumento dessa taxa, que foi reduzida à medida que teores maiores de substituição foram utilizados. Em comparação com a

pasta sem adição, a utilização de sílica ativa não alterou a taxa de reação. É importante observar também que as pastas com 8% de CCA, para todos os D_{50} estudados, apresentaram um comportamento similar. Notou-se que ocorreu um leve aumento do calor total acumulado; entretanto, o aumento do teor de substituição proporcionou a diminuição do calor total acumulado.

5.2.1.2 Quantificação dos produtos de hidratação

A Tabela 30 apresenta os valores de água combinada obtidos nas análises de termogravimetria. Conforme esperado, verificou-se que ocorreu um aumento da quantidade de água combinada à medida que o tempo de cura aumentou. Este comportamento é decorrente da contínua hidratação da matriz cimentícia e, também, das reações pozolânicas no caso das pastas com adição mineral.

Tabela 30: Teor de água combinada encontrado para as pastas produzidas (%).

Pasta	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
P-REF	17,10	18,30	18,18	21,62
P-SA-8%	15,43	17,40	17,67	19,23
P-CCA7-8%	18,19	18,18	18,88	21,05
P-CCA7-10%	16,80	18,76	19,71	20,24
P-CCA7-12%	18,00	19,44	19,79	21,55
P-CCA14-8%	15,65	17,75	19,73	22,02
P-CCA14-10%	16,89	19,78	19,67	20,81
P-CCA14-12%	17,68	18,28	18,44	20,43
P-CCA20-8%	17,91	18,91	19,44	20,63
P-CCA20-10%	16,74	18,04	19,08	21,37
P-CCA20-12%	16,56	17,47	18,79	20,12

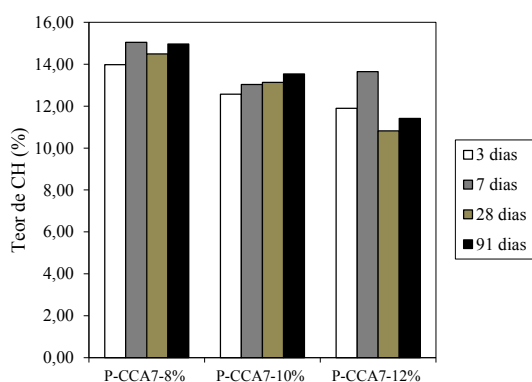
Com relação ao consumo de hidróxido de cálcio, a Tabela 31 apresenta o teor encontrado para todas as pastas estudadas. Neste caso, a pasta produzida sem adição mineral apresentou um aumento gradual do teor de portlandita em virtude do avanço das reações de hidratação do cimento. Em relação às pastas com adição mineral, foi observado que o uso das adições minerais reduziu o teor de CH já aos três dias. Entretanto, é importante ressaltar que não houve diminuição progressiva do teor de CH com o avanço das idades. O esperado para matrizes cimentícias contendo pozolanas é que haja uma redução gradual do consumo de hidróxido de cálcio com o passar do tempo. Cordeiro e Kurtis (2017) observaram reduções no consumo de hidróxido de

cálcio com teor de substituição de cimento por cinza da casca de arroz em um teor de substituição de 20%. Dessa maneira, a conclusão é a de que os teores de substituição utilizados não foram suficientes para consumir o CH gerado pelas reações de hidratação do cimento a ponto de causar variação expressiva no teor de portlandita.

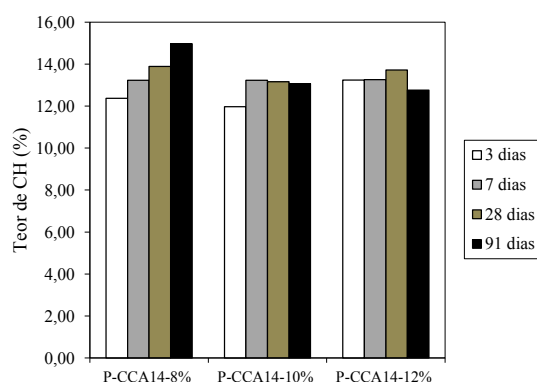
Tabela 31: Teor de hidróxido de cálcio das pastas (%).

Pasta	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
P-REF	17,09	18,00	18,33	19,13
P-SA-8%	12,97	13,60	12,58	13,62
P-CCA7-8%	13,97	15,04	14,48	14,96
P-CCA7-10%	12,57	13,03	13,13	13,53
P-CCA7-12%	11,90	13,65	10,82	11,42
P-CCA14-8%	12,37	13,22	13,89	14,96
P-CCA14-10%	11,97	13,23	13,16	13,07
P-CCA14-12%	13,24	13,26	13,72	12,76
P-CCA20-8%	13,73	14,11	14,02	14,91
P-CCA20-10%	13,11	14,32	14,51	14,88
P-CCA20-12%	11,56	12,16	11,71	12,84

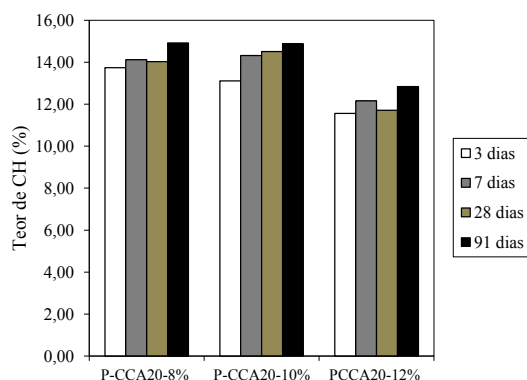
A Figura 75-a, Figura 75-b e Figura 75-c apresentam, respectivamente, o consumo de CH para as pastas com CCA7, CCA14 e CCA20, respectivamente. Notou-se que, para todas as cinzas da casca de arroz, o aumento do teor de substituição gerou aumento no consumo de hidróxido de cálcio. É importante observar mais uma vez o consumo não progressivo de hidróxido de cálcio com o avanço das idades.



(a)



(b)



(c)
Figura 75: Consumo de CH para as idades estudadas em função das idades.

A Figura 76 apresenta uma comparação entre o consumo de hidróxido de cálcio para as pastas com cinza da casca de arroz com 12% de substituição. Foi observado que, aos 91 dias, as pastas com cinza da casca de arroz com 12% de substituição apresentaram reduções no teor de CH muito próximas, o que indicou que as cinzas com D_{50} maior apresentaram uma reatividade comparável a uma cinza ultrafina. Resultados similares foram observados na avaliação da atividade pozolânica das cinzas (item 5.1.1.2 Cinzas da Casca de Arroz de Diferentes Granulometrias). A CCA20 e a CCA14 geraram reduções no teor de CH muito próximas e iguais a 12,84% e 12,76%, respectivamente. A CCA7, por sua vez, embora tenha reduzido para 11,42% o teor de CH, na comparação as demais cinzas apresentou uma redução menor que 1%.

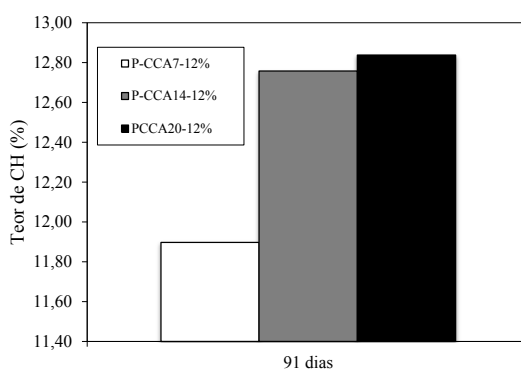


Figura 76: Teor de CH para as pastas com CCA7, CCA14 e CCA20 com 12% de substituição.

De acordo com Maruyama e Teramoto (2013) e Gleize *et al.* (2007) as reações pozolânicas contribuem para um aumento da retração autógena. Dessa maneira, com base na quantificação de CH presente nas pastas é muito provável que as reações pozolânicas tenham influenciado de maneira muito semelhante na retração autógena dos concretos estudados.

Com relação a carbonatação, foi possível observar que as amostras apresentaram teores baixos, considerados desprezíveis. A Tabela 32 apresenta o teor de carbonatação das amostras.

Tabela 32: Teor de carbonato das amostras.

Pasta	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
P-REF	1,82	1,44	0,34	1,23
P-SA-8%	1,58	1,05	1,52	0,46
P-CCA7-8%	1,14	0,05	0,44	0,09
P-CCA7-10%	1,28	1,04	0,42	0,39
P-CCA7-12%	2,50	2,12	1,02	1,91
P-CCA14-8%	2,73	1,00	0,76	1,50
P-CCA14-10%	2,02	1,62	1,22	1,38
P-CCA14-12%	1,81	1,00	0,94	0,26
P-CCA20-8%	1,19	1,22	0,94	0,74
P-CCA20-10%	1,43	0,62	0,40	0,60
P-CCA20-12%	2,41	1,41	3,74	0,33

5.2.2 Influência do Teor do Carbono Residual na Hidratação das Pastas

5.2.2.1 Estudo da Cinética de Hidratação por Calorimetria Isotérmica

A Figura 77-a e Figura 77-b apresentam, respectivamente, as curvas de fluxo de calor e de calor total acumulado das pastas com CCA0,5%C, CCA6%C e CCA12%C, em comparação a pasta sem adição. Foi observado que a presença do carbono reduziu a duração do período de indução e diminuiu a cinética das reações, o que está claro na redução observada da inclinação das curvas durante o período de aceleração. Além disso, a presença do carbono nas cinzas da casca de arroz diminuiu os valores de fluxo máximo durante os períodos de dormência e de aceleração, indicando que a presença do carbono causou retardo nas reações de hidratação. Com relação ao calor total acumulado, a presença do carbono residual causou uma diminuição do calor de hidratação das pastas.

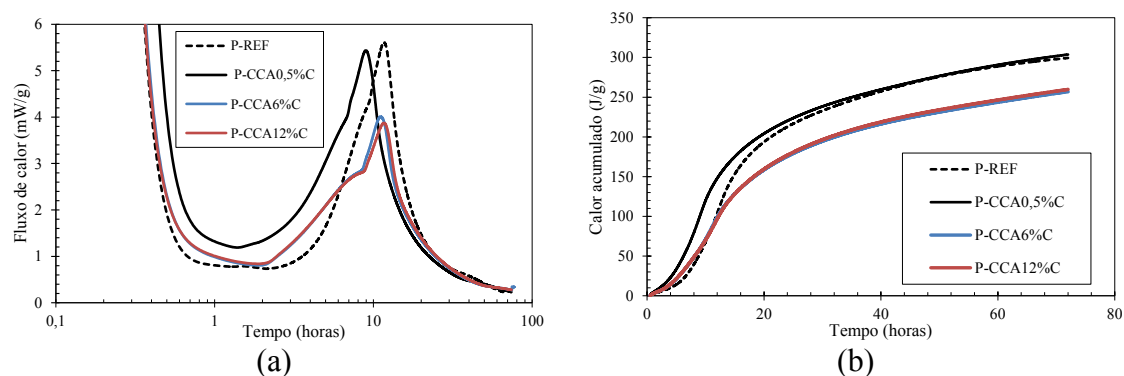


Figura 77: Fluxo de calor das pastas com CCA de diferentes teores de carbono (a); Calor total acumulado das pastas com CCA de diferentes teores de carbono(b).

A Tabela 33 apresenta os dados extraídos para as curvas de fluxo de calor e de calor acumulado. Em relação à pasta sem adição, as cinzas com diferentes teores de carbono diminuíram ainda mais o período de indução. Contudo, não houve relação clara entre o aumento do teor de carbono e a diminuição desse período. Em relação ao período de aceleração, notou-se que o aumento do teor de carbono proporcionou um leve aumento na duração desse período. A taxa de reação também foi influenciada pelo aumento do teor de carbono, pois ocorreu uma redução no valor de k quando ocorreu o aumento do teor de carbono residual.

Tabela 33: Dados do fluxo de calor e calor total acumulado para as pastas produzidas.

Pastas	Duração do período de indução (h)	Fluxo de calor durante a indução (mW/g)	Início do período de aceleração (h)	Fim do período de aceleração (h)	Taxa de reação k	Fluxo de calor durante a aceleração (mW/g)	Calor total acumulado (J/g)
P-REF	3,600	0,714	4,061	12,18	0,684	5,616	290,88
P-CCA0,5%C	1,003	1,287	1,475	8,96	0,595	5,433	294,96
P-CCA6%C	0,081	0,806	1,55	11,03	0,312	4,01	256,95
P-CCA12%C	0,660	0,840	1,135	11,67	0,301	3,873	259,77

5.2.2.2 Quantificação dos Produtos de Hidratação

A Tabela 34 apresenta o teor de água combinada encontrado para as pastas produzidas com as cinzas da casca de arroz de diferentes teores e para a pasta sem adição. Foi observado que os teores de água combinada presente nas amostras das

pastas com as três cinzas da casca de arroz foram bem semelhantes.

Tabela 34: Teor de água combinada (%) presente nas pastas com CCA de diferentes teores de carbono.

Amostra	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
P-REF	17,1	18,3	18,18	21,62
P-CCA0,5%C	16,56	17,47	18,79	20,12
P-CCA6%C	16,17	18,23	18,81	20,28
P-CCA12%C	16,33	18,56	20,19	20,94

O baixo teor de substituição utilizado não contribuiu para que fosse possível observar diferenças significativas no consumo de hidróxido de cálcio pelas cinzas de diferentes teores de carbono, como mostram os valores apresentados na Tabela 35, que apresenta o teor de hidróxido de cálcio presente em cada uma das pastas. Aos 3 e 7 dias, as pastas com CCA6%C e a CCA12%C apresentaram teores inferiores de hidróxido de cálcio em relação ao encontrado na pasta com CCA0,5%C. Assim como foi observado na primeira fase dessa pesquisa, nota-se que o teor de substituição utilizado não foi suficiente para consumir todo o hidróxido de cálcio gerado. Dessa maneira, é possível chegar à mesma conclusão da primeira fase.

Tabela 35: Teor de hidróxido (%) presente nas pastas com CCA de diferentes teores de carbono.

Amostra	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
P-REF	17,09	18,00	18,33	19,13
P-CCA0,5%C	11,56	12,16	11,71	12,84
P-CCA6%C	10,54	11,52	11,04	11,98
P-CCA12%C	10,44	11,54	12,05	13,15

A Tabela 36 apresenta o teor de carbonatação das amostras estudadas. Foi observado que as amostras produzidas com as cinzas de alto teor de carbono apresentaram uma maior carbonatação.

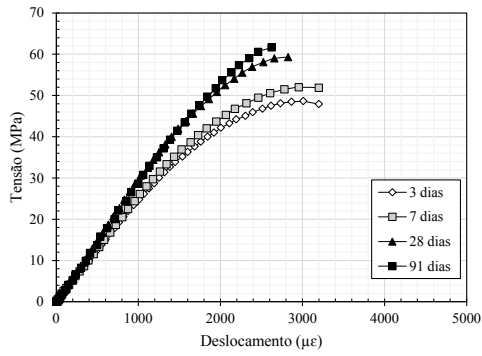
Tabela 36: Teor de carbonatação da amostra

Amostra	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
P-REF	1,82	1,44	0,34	1,23
P-CCA0,5%C	2,41	1,41	3,74	0,33
P-CCA6%C	4,65	4,45	3,19	2,81
P-CCA12%C	6,77	7,59	5,94	4,88

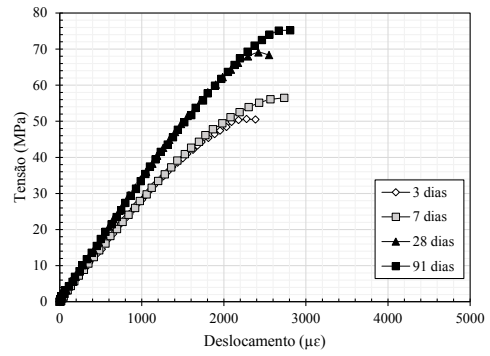
5.3 Estudo dos Concretos de Alto Desempenho

5.3.1 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição no Comportamento sob Compressão Uniaxial

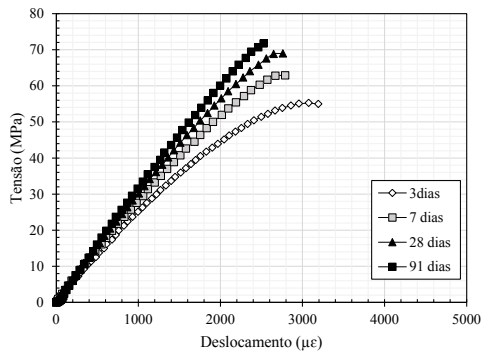
A Figura 78 apresenta as curvas típicas de tensão *versus* deformação para os 7 concretos produzidos nessa dissertação, onde notou-se o aumento da resistência à compressão dos concretos com o avanço das idades. Ocorreu também um aumento da inclinação da curva tensão *versus* deformação, o que indica um aumento do módulo de elasticidade dos concretos com o passar do tempo. A Figura 79 ilustra a ruptura do tipo cisalhante que foi observada em todas as idades e misturas de concreto estudadas.



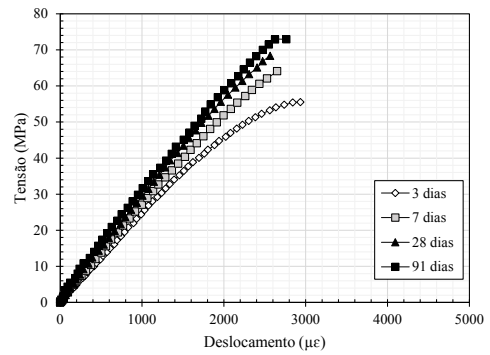
(a)



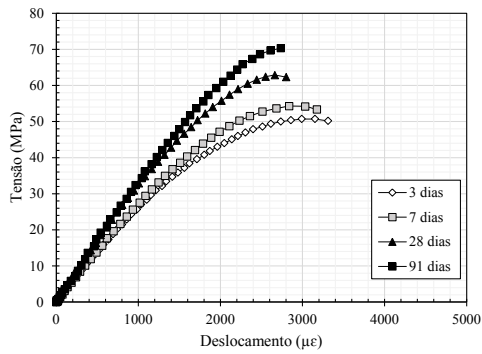
(b)



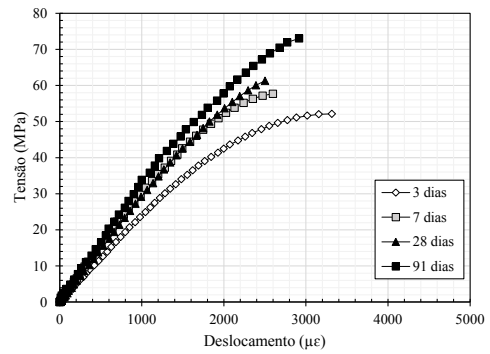
(c)



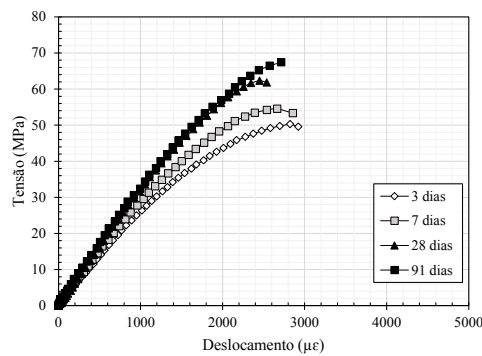
(d)



(e)



(f)



(g)

Figura 78: Curvas típicas tensão-deformação dos seguintes concretos: C-REF (a); C-SA-8% (b); C-CCA7-8% (c); C-CCA7-12% (d); C-CCA20-8% (e); C-CCA20-12% (f); C-CCA14-10% (g).



Figura 79: Ruptura do tipo cisalhante em um dos corpos de prova de resistência à compressão.

Os valores médios dos ensaios de resistência à compressão, conduzidos aos 3, 7, 28 e 91 dias estão apresentados na Tabela 37. A análise de variância indicou que existe diferença significativa entre os resultados de resistência para todas as idades estudadas. Esse resultado indicou que um teste de comparações múltiplas era necessário para estabelecer as diferenças e semelhanças entre os resultados. Dessa maneira, foi realizado o teste de Tukey ($p > 0,05$). Aos 3 dias foi possível observar que os concretos com CCA ultrafina apresentaram uma maior resistência à compressão. O que foi confirmado pelo teste de Tukey, que indicou que os concretos C-CCA7-8% e C-CCA7-12% apresentaram diferenças significativas (valores mais altos) quando comparados com os concretos C-CCA14-10%, C-CCA20-8%, C-SA-8% e C-REF. Tal fato, muito provavelmente ocorreu devido ao efeito filer e a maior reatividade das partículas ultrafinas da cinza da casca de arroz. Após 7 dias de cura, o teste de Tukey indicou resultados similares aos resultados observados aos 3 dias. Os concretos C-CCA7-8% e C-CCA7-12% apresentaram diferenças significativas em relação aos concretos C-CCA14-10%, C-CCA20-8%, C-SA-8% e C-REF. Entretanto, o concreto C-CCA7-12% e o concreto C-CCA20-12% passaram a apresentar diferenças significativas no que se refere à resistência aos 7 dias.

Aos 28 dias verificou-se que, com exceção do concreto C-CCA14-10%, todos os concretos apresentaram resistência à compressão dentro do intervalo estabelecido na dosagem ($65 \text{ MPa} \pm 5$). A análise de variância indicou diferenças significativas entre os resultados de resistência à compressão dos dois concretos de referência (C-REF e C-SA-8%), o que indicou que o efeito de ganho da resistência em decorrência das reações pozolânicas para a sílica ativa utilizada nessa dissertação foi mais pronunciado após 28 dias. Com relação aos concretos com CCA ultrafina, de uma forma geral, houve

diferenças significativas em relação às misturas C-CCA14-10%, C-CCA20-12% e C-REF. Também foram observadas diferenças significativas entre os resultados de resistência de C-SA-8% e dos concretos C-CCA14-10% e C-CCA20-12%. Os maiores valores de resistência à compressão, que foram alcançados pelos concretos com CCA7, podem estar relacionados à granulometria da cinza, uma vez que a sílica reativa em geral fica mais exposta para as reações após tempos mais prolongados de moagem (Cordeiro e Kurtis, 2017).

Aos 91 dias, o teste de Tukey indicou que os valores de resistência dos concretos com pozolanas não apresentaram diferenças significativas entre si. Esse resultado apontou também que, em relação ao concreto de referência (C-REF), somente os C-CCA7-8%, C-CCA7-12%, C-CCA20-12% e C-SA-8% são significativamente diferentes. Esse resultado indicou que a longas idades e com teores de substituição maiores (nesse caso acima de 12%), as cinzas com um maior D_{50} possibilitaram a produção de concretos com resistência à compressão similares aqueles produzidos com CCA ultrafinas e sílica ativa.

Tabela 37: Valores médios de resistência à compressão em MPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
C-REF	48,4 (± 2,0)	53,2 (± 3,4)	60,6 (± 3,8)	64,8 (± 2,8)
C-SA-8%	49,2 (± 1,0)	57,1 (± 1,2)	70,6 (± 2,2)	73,6 (± 2,4)
C-CCA7-8%	55,5 (± 1,8)	62,1 (± 1,8)	67,7 (± 3,3)	72,2 (± 2,6)
C-CCA7-12%	54,5 (± 3,9)	63,1 (± 1,7)	67,7 (± 1,3)	72,7 (± 3,5)
C-CCA20-8%	50,5 (± 1,3)	54,3 (± 2,6)	62,5 (± 2,0)	68,6 (± 0,7)
C-CCA20-12%	52,2 (± 4,6)	57,3 (± 4,2)	61,0 (± 2,5)	73,1 (± 1,4)
C-CCA14-10%	50,9 (± 1,9)	54,4 (± 2,5)	58,0 (± 1,4)	68,8 (± 1,9)

A Tabela 38 apresenta os valores médios obtidos para os módulos de elasticidade. Observou-se que o módulo aumentou com o decorrer das idades, o que pode ser justificado pela densificação da matriz cimentícia. É importante mencionar que após 91 dias de cura os concretos apresentaram uma diferença bem pequena entre os valores do módulo de elasticidade.

Tabela 38: Valores médios de módulo de elasticidade em GPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
C-REF	25,1 (± 3,0)	25,9 (± 0,7)	28,5 (± 1,8)	29,5 (± 2,0)
C-SA-8%	27,2 (± 4,1)	29,7 (± 2,1)	32,5 (± 4,8)	33,1 (± 3,8)
C-CCA7-8%	25,9 (± 0,9)	28,7 (± 3,6)	29,1 (± 2,2)	31,1 (± 1,9)
C-CCA7-12%	24,9 (± 2,5)	29,3 (± 3,5)	30,0 (± 1,2)	30,3 (± 2,7)
C-CCA20-8%	26,7 (± 3,8)	28,2 (± 2,0)	33,0 (± 4,0)	32,2 (± 3,7)
C-CCA20-12%	25,5 (± 4,1)	29,9 (± 3,7)	29,7 (± 2,1)	32,2 (± 3,7)
C-CCA14-10%	27,1 (± 2,7)	30,8 (± 1,3)	30,6 (± 4,5)	33,7 (± 0,9)

A Tabela 39 apresenta os valores de deformação de pico na compressão para os todos os concretos produzidos nas idades de 3, 7, 28 e 91 dias. É possível observar que os valores de deformação variam de 2462 a 3129 $\mu\epsilon$, e que não houve nenhuma relação direta entre a deformação e as idades nas quais os corpos de prova foram ensaiados.

Tabela 39: Valores médios de deformação de pico em $\mu\epsilon$ com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
C-REF	3035 (± 3,3)	3129 (± 1,4)	2882 (± 4,9)	2758 (± 3,9)
C-SA-8%	2419 (± 2,5)	2966 (± 5,8)	2839 (± 2,1)	2799 (± 4,6)
C-CCA7-8%	3009 (± 3,2)	2519 (± 5,9)	2585 (± 4,1)	2575 (± 4,4)
C-CCA7-12%	2972 (± 1,7)	2642 (± 2,7)	2563 (± 1,8)	2638 (± 3,0)
C-CCA20-8%	3079 (± 1,2)	2840 (± 3,1)	2810 (± 5,4)	2873 (± 4,7)
C-CCA20-12%	3094 (± 4,5)	2698 (± 3,6)	2462 (± 4,1)	3102 (± 2,4)
C-CCA14-10%	2859 (± 5,8)	2742 (± 5,4)	2298 (± 4,0)	2892 (± 1,6)

Com relação a análise fatorial conduzida para avaliar a influência do D_{50} e do teor de substituição das cinzas da casca de arroz nos resultados de resistência à compressão a Tabela 40 apresenta a estimativa dos efeitos para os resultados de resistência à compressão aos 3 dias. A análise fatorial indicou que a variável que influenciou significativamente nos resultados de resistência à compressão foi o D_{50} ($p < 0,05$). A curvatura também apresentou significância nos resultados, ou seja, pelo menos um fator apresentou relação com a curva de resposta. Observou-se que o ponto central foi um ponto de inflexão para os resultados aos 3 dias. Um coeficiente de correlação (R) igual a 0,65 foi obtido.

Pela curva de nível apresentada na Figura 80-a foi possível observar que a região de coloração vermelha representou os maiores valores de resistência à compressão, que

variaram de 54 a 56 MPa. Notou-se que não houve variação de resistência quando o teor de substituição nos concretos com D_{50} entre 12 e 7 μm foram alterados. Entretanto, cinzas com D_{50} superior a 12 μm apresentaram uma faixa de variação de resistência à compressão um pouco maior (49 a 56 MPa). Neste caso, o teor de substituição influenciou significativamente os resultados.

Tabela 40: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 3 dias.

Fator	Efeito	p
Teor de substituição	0,3197	0,7101
Tamanho mediano de partículas	-3,6646	0,0006
Interação	1,3762	0,1237
Curvatura	-4,5043	0,0305

Para a idade de 7 dias, o D_{50} foi o único parâmetro a influenciar a resistência à compressão dos concretos (Tabela 41). Assim como ocorreu aos 3 dias, a curvatura continuou influenciando em pelo menos uma das variáveis estudadas. Pela Figura 81-b é possível observar a superfície de resposta e observar o ponto de inflexão central. O R obtido aumentou para 0,77. Na Figura 80-b, ao analisar as curvas de nível, percebeu-se um comportamento muito similar ao encontrado aos 3 dias. Neste caso, foi observado que a variação do gradiente de coloração tornou-se menos intensa e que para partículas maiores (entre 14 e 20 μm) o aumento do teor de substituição provocou uma menor variação da resistência à compressão. Em relação as cinzas com D_{50} acima de 14 μm , observou-se que foram necessários teores de substituição baixos para obter valores de resistência maiores.

Tabela 41: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 7 dias.

Fator	Efeito	p
Teor de substituição	2,0470	0,1019
Tamanho mediano de partículas	-6,7772	0,0000
Interação	0,9829	0,4159
Curvatura	-9,5961	0,0023

Na idade de 28 dias o D_{50} e a curvatura continuaram a ser as variáveis que influenciaram significativamente na resistência à compressão dos concretos. Foi possível observar que o modelo e os dados experimentais apresentaram uma correlação melhor do que a observada nas duas idades anteriores, pois o R obtido foi igual a 0,83. Pelas curvas de nível aos 28 dias (Figura 80-c) observou-se que o gradiente de

coloração foi ainda menor do que o apresentado aos 7 dias. Logo, a variação de resistência dos diferentes concretos tornou-se ainda menor, o que indicou que provavelmente as matrizes cimentícias se densificaram de forma similar. Além disso, ressalta-se a inversão na coloração do trecho referente ao das cinzas com maior D_{50} para produzir concretos com maiores valores de resistência à compressão (região em nuances de verde). Após 3 e 7 dias de cura, essa região se concentrou do lado esquerdo, apontando que teores de substituição baixos geraram maiores valores de resistência à compressão, enquanto que aos 28 dias essa região se deslocou para a direita. Logo, para obter resistência à compressão maiores foram necessários teores maiores de substituição de cimento por cinza da casca de arroz.

Tabela 42: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 28 dias.

Fator	Efeito	p
Teor de substituição	2,4885	0,0427
Tamanho mediano de partículas	-1,6077	0,0485
Interação	2,0448	0,0947
Curvatura	-5,7500	0,0427

A Tabela 43 apresenta a estimativa dos efeitos aos 91 dias. Observou-se, nesta idade, que o teor de substituição passou a ser a variável que influenciou significativamente os resultados de resistência à compressão, além da curvatura. O valor de R foi igual a 0,61 nesta idade de avaliação. Na Figura 80-d foi possível observar que para partículas maiores o aumento do teor de substituição gerou um aumento considerável da resistência à compressão, a ponto de ser possível obter concretos com resistência similares aos produzidos com cinza ultrafina. Este fato indicou que, em idades mais avançadas, os concretos produzidos com cinzas mais porosas apresentaram características mecânicas similares àquelas observadas para os concretos com cinzas ultrafinas, desde que sejam utilizados teores de substituição de cimento altos.

Tabela 43: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial aos 91 dias.

Fator	Efeito	p
Teor de substituição	2,4885	0,0427
Tamanho mediano de partículas	-1,6077	0,0485
Interação	2,0448	0,0947
Curvatura	-5,7500	0,0427

Na Figura 80 são apresentadas as curvas de nível obtidas para as idades de 3, 7, 28 e 91 dias geradas pelo programa *Statistica*.

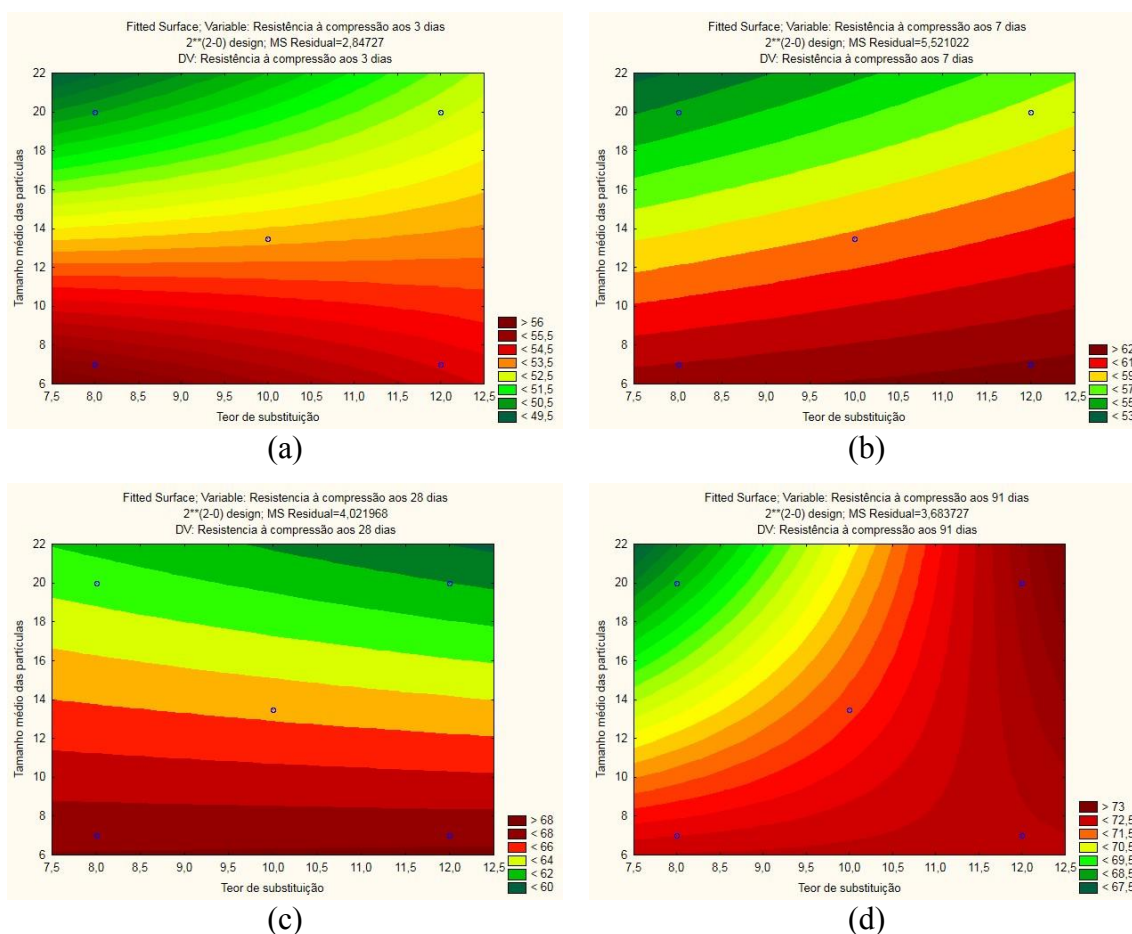


Figura 80: Curvas de nível para os resultados de resistência à compressão: 3 dias (a); 7 dias (b); 28 dias (c) e 91 dias (d).

Foi observado em todas as idades estudadas que a curvatura influenciou significativamente os resultados de resistência à compressão. As imagens da superfície de resposta apresentadas na Figura 81 ilustram o efeito da curvatura nos resultados de resistência. Quando a curvatura influencia significativamente os resultados significa dizer que pelo menos um dos fatores tem uma relação com a curva de resposta. Nos casos estudados, a curvatura representou um ponto de inflexão associado com um aumento ou uma diminuição do valor de resistência à compressão.

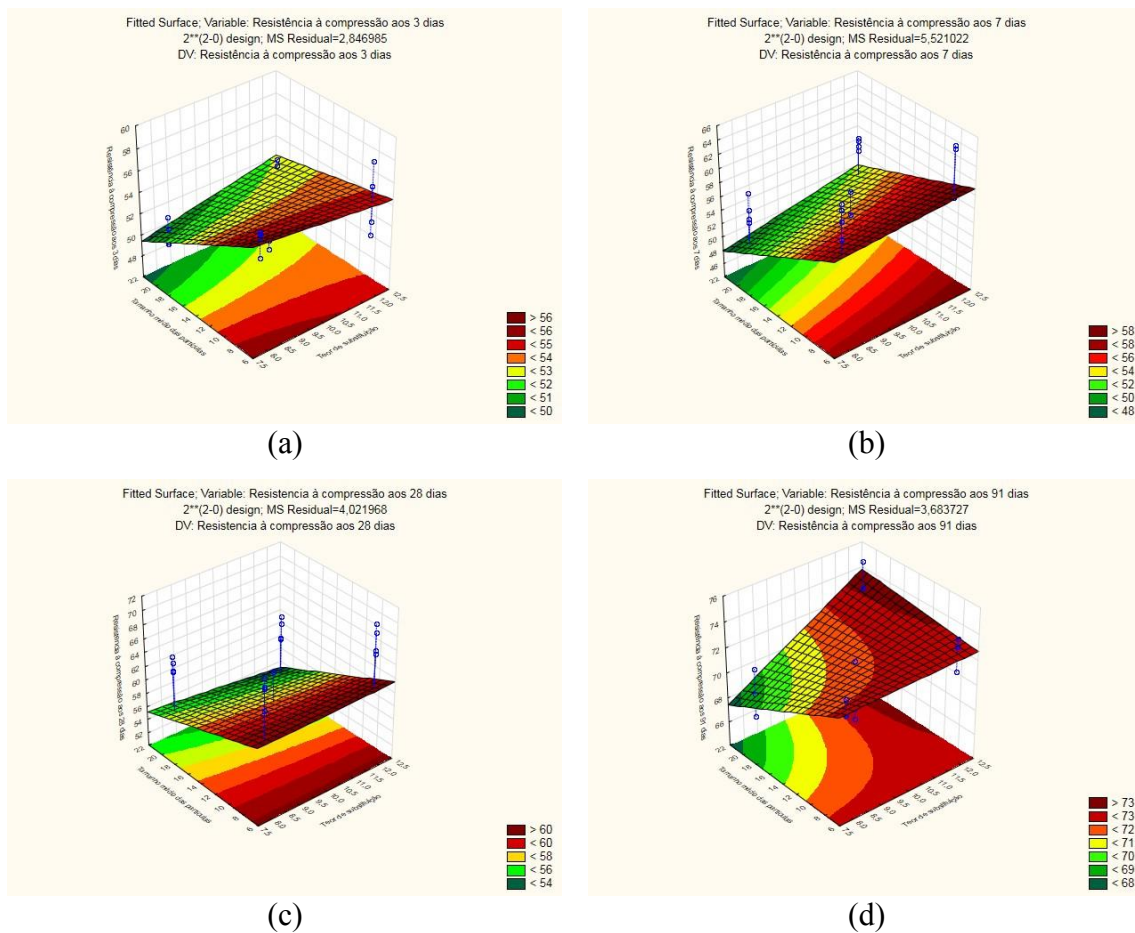


Figura 81: Superfície de resposta para os resultados de resistência à compressão: 3 dias (a); 7 dias (b); 28 dias (c) e 91 dias (d).

5.3.2 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição da Cinza da casca de arroz na Porosidade Total

A Figura 82 apresenta as curvas de distribuição de tamanho de poros para todos os concretos. Notou-se que os concretos com CCA20 apresentaram a maior porosidade total em relação aos demais concretos, enquanto os concretos com CCA7 e com sílica ativa apresentaram a menor porosidade total. O concreto sem adição e o concreto com CCA14-10% apresentaram uma distribuição de poros similar.

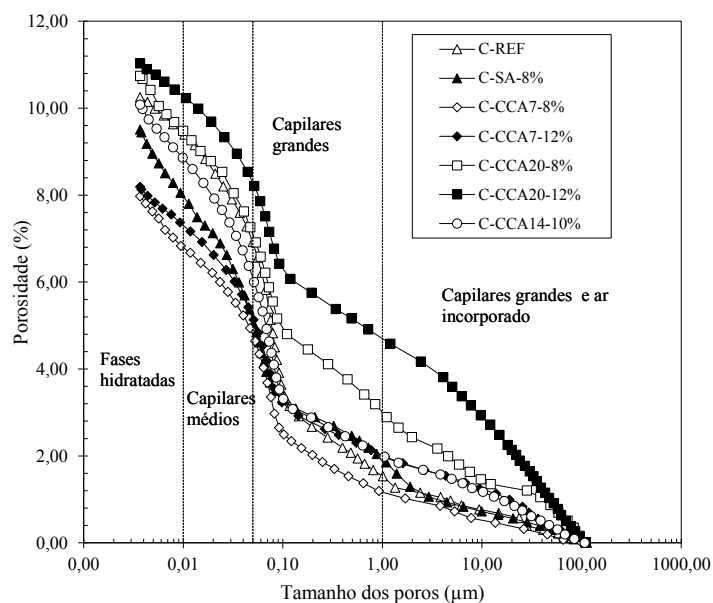


Figura 82: Distribuição do tamanho dos poros para os concretos produzidos com a distribuição de faixas de tamanho de poros.

Na Tabela 44 foi possível comparar a porosidade de cada um dos concretos de acordo com a faixa de tamanho de poro. De acordo com Taylor (1997) e Mehta e Monteiro (2014), essa classificação está relacionada a origem dos poros e os divide em poros capilares grandes ou com ar incorporado, capilares grandes, capilares médios e poros referentes a fases hidratadas. Essa informação é importante, pois permite saber qual propriedade do concreto pode ser afetada de acordo com o tamanho de poros.

Tabela 44: Classificação da porosidade dos concretos em função do diâmetro dos poros.

Amostra	Porosidade total (%)	Capilares grandes / ar incorporado (%)	Capilares grandes (%)	Capilares médios (%)	Poros das Fases hidratadas (%)
C-REF	10,25	1,49	5,54	2,37	0,85
C-SA-8%	9,51	1,9	3,22	2,84	1,55
C-CCA7-8%	7,98	1,0	3,7	2,09	1,19
C-CCA7-12%	8,19	1,92	3,2	2,15	0,92
C-CCA20-8%	10,71	2,96	4,07	2,37	1,34
C-CCA20-12%	11,03	4,7	3,59	1,95	0,79
C-CCA14-10%	10,08	1,92	4,11	2,77	1,28

Uma relação entre a porosidade total e o D_{50} do material cimentante utilizado foi observada (Figura 83). A Tabela 45 apresenta os valores de D_{50} e porosidade. Notou-se que quando foi utilizada a cinza da casca de arroz com D_{50} igual a 7 μm foi possível reduzir a porosidade total da matriz cimentícia de 10,25% (concreto sem adição) para 7,98%. Entretanto, o aumento do teor dessa cinza não mudou expressivamente a

estrutura porosa do material. Os concretos com CCA20 apresentaram a maior porosidade total e, diferente da CCA7, o aumento do teor de substituição gerou um aumento da porosidade total. O concreto com CCA14 apresentou uma porosidade total intermediária em relação aos concretos com adição. O concreto produzido com sílica ativa também apresentou uma porosidade total próxima daquela obtida para os concretos com a CCA7.

Tabela 45: Porosidade total em função do tamanho médio das partículas e da superfície específica do cimento e das adições minerais.

Amostra	Porosidade Total (%)	D ₅₀ (μm)
C-REF	10,25	12,81
C-SA-8%	9,51	10,55
C-CCA7-8%	7,98	7,91
C-CCA7-12%	8,19	7,91
C-CCA20-8%	10,71	20,56
C-CCA20-12%	11,03	20,56
C-CCA14-10%	10,08	14,18

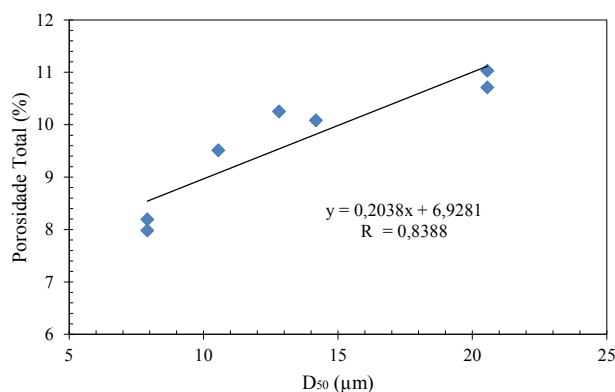


Figura 83: Relação entre Porosidade total e D₅₀.

Esses resultados podem ser atribuídos aos efeitos fíler e químico das pozolanas. Li *et al.* (2010) observaram que partículas mais finas apresentaram dois efeitos que podem influenciar na mudança da estrutura porosa, proporcionando uma maior densificação da matriz. O primeiro efeito está relacionado à maior reatividade das partículas menores, o que significa dizer que a CCA7 reage com o hidróxido de cálcio mais rapidamente gerando produtos hidratados capazes de preencher os poros, tornando-os menores e menos conectados. O segundo efeito que contribui para diminuir a porosidade da matriz é o efeito fíler, no qual as partículas menores preenchem os

vazios existentes entre os grãos de cimento, contribuindo para uma maior densificação da matriz. Dessa forma, a diminuição do D_{50} da CCA provocou uma densificação da matriz com diminuição da porosidade total.

A Tabela 46 apresenta os valores de poro crítico obtidos pela inflexão da curva de tamanho de poros *versus* volume de poros. Ao comparar o tamanho de poro crítico do concreto sem adição ao valor de poro crítico dos concretos com adições minerais foi possível observar que as pozolanas proporcionaram uma diminuição do tamanho do poro crítico. A sílica ativa proporcionou a maior redução desse valor, enquanto os concretos com cinza da casca de arroz apresentaram valores de poro críticos similares.

Tabela 46: Tamanho de poro crítico.

Amostra	Tamanho do poro crítico (μm)
C-REF	0,082
C-SA-8%	0,065
C-CCA7-8%	0,076
C-CCA7-12%	0,075
C-CCA20-8%	0,079
C-CCA20-12%	0,073
C-CCA14-10%	0,078

5.3.3 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição na Retração Autógena

A Figura 84 apresenta as curvas de variação de massa dos corpos de prova utilizados nos ensaios de retração autógena. Observou-se, neste caso, que todos os concretos apresentaram perda de massa inferior a 1%, indicando que um bom procedimento de vedação foi realizado e, dessa forma, não houve perda considerável de massa por secagem durante os ensaios (Silva, 2007). A Tabela 47 apresenta o valor final da variação de perda de massa de água.

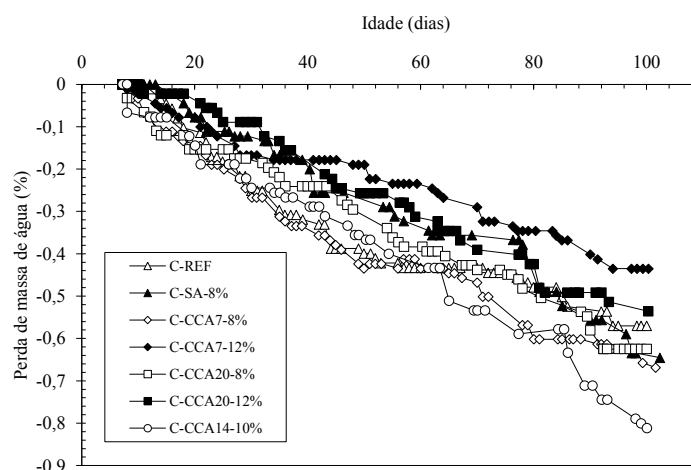


Figura 84: Perda de massa durante o ensaio de retração autógena.

Tabela 47: Variação da perda de massa de água (%) aos 100 dias.

Concreto	Variação da perda de massa de água (%)
C-REF	0,57
C-SA-8%	0,65
C-CCA7-8%	0,67
C-CCA7-12%	0,44
C-CCA20-8%	0,62
C-CCA20-12%	0,54
C-CCA14-10%	0,81

A Figura 85 apresenta a curva média de retração autógena de cada um dos concretos estudados. De forma geral, notou-se que os concretos sem adição, com sílica ativa e com CCA20-8% apresentaram os maiores valores de retração autógena, enquanto os concretos com CCA7-8% e com CCA20-12% apresentaram as menores variações dimensionais. Com relação aos concretos com cinza da casca de arroz, foi observado que o concreto com CCA7-8% apresentou a menor retração autógena, seguido dos concretos com CCA20-12% e CCA14-10%.

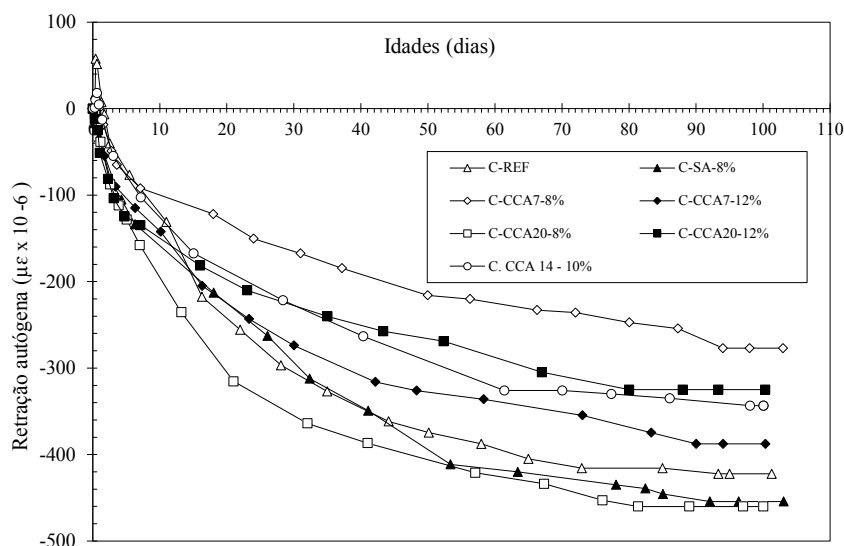


Figura 85: Curva média de retração autóloga até os 100 dias para todos os concretos estudados.

Os resultados médios de retração autóloga estão apresentados na Tabela 48 para as idades de 1, 3, 7, 28 e 100 dias, além do valor de expansão máximo registrado.

Tabela 48: Resultados médios de retração autóloga ($\times 10^{-6}$) em diversas idades para os concretos moldados com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Amostra	Expansão	1 dia	3 dias	7 dias	28 dias	100 dias
C-REF	58 ($\pm 25,3$)	22 ($\pm 11,7$)	-49 ($\pm 21,4$)	-89 ($\pm 14,7$)	-291 ($\pm 6,6$)	-422 ($\pm 3,3$)
C-SA-8%	2,8 ($\pm 122,9$)	-35 ($\pm 50,2$)	-87 ($\pm 28,2$)	-140 ($\pm 22,6$)	-278 ($\pm 13,7$)	-455 ($\pm 8,36$)
C-CCA7-8%	10 ($\pm 109,4$)	-7 ($\pm 189,3$)	-55 ($\pm 37,4$)	-95 ($\pm 27,3$)	-187 ($\pm 18,3$)	-277 ($\pm 17,3$)
C-CCA7-12%	2 ($\pm 359,0$)	-38 ($\pm 29,2$)	-79 ($\pm 8,9$)	-119 ($\pm 3,3$)	-265 ($\pm 7,0$)	-388 ($\pm 4,7$)
C-CCA20-8%	0 (± 0)	-32 ($\pm 106,3$)	-95 ($\pm 41,6$)	-141 ($\pm 33,0$)	-359 ($\pm 8,5$)	-460 ($\pm 2,8$)
C-CCA20-12%	0 (± 0)	-42 ($\pm 47,2$)	-99 ($\pm 30,1$)	-132 ($\pm 26,2$)	-222 (± 20)	-325 ($\pm 14,7$)
C-CCA14-10%	18,1 ($\pm 43,1$)	4 ($\pm 318,1$)	-62 ($\pm 46,8$)	-103 ($\pm 39,2$)	-220 (± 18)	-344 ($\pm 10,3$)

Foi observado que o concreto sem adição apresentou o maior valor de expansão, e que o uso das pozolanas contribuiu para houvesse redução, e em alguns casos, o total desaparecimento desse período, o que pode está atribuído ao efeito de diluição do cimento. Em um trabalho desenvolvido por Barcelo *et al.* (2005) foi observada que a diminuição dos teores de cal livre e da relação entre os óxidos de SO_3/K_2O na composição do cimento contribuíram para a diminuição da expansão das pastas produzidas. Ao comparar a composição de óxidos do cimento com a composição de óxidos da cinza da casca de arroz, foi observado que o cimento apresenta uma relação entre os dois óxidos citados de 4,08, uma vez que a cinza da casca de arroz apresenta apenas 0,97. Além disso, a expansão também está relacionada à formação de etringita (Tazawa *et al.*, 1994). Dessa forma, ao substituir cimento por cinza da casca de arroz

ocorre a diminuição dos teores de cal livre, da relação entre os óxidos de $\text{SO}_3/\text{K}_2\text{O}$ e uma diminuição na formação de etringita, pois o consumo de cimento foi reduzido e ocorrem também reações pozolânicas devido à substituição de cimento por cinza. Acredita-se também, que quando cristais de etringita se desenvolvem dentro dos poros da cinza da casca de arroz ocorre uma diminuição da expansão dos concretos.

Até os 7 dias foi possível perceber que o concreto sem adição e o concreto com CCA7-8% apresentaram as menores variações dimensionais. O ensaio de calorimetria isotérmica ajudou a melhor compreender esses resultados. Sabe-se que durante o período de aceleração ocorre a formação mais expressiva de produtos hidratados e que o patamar de percolação é formado um pouco depois do início desse período. Isso acontece porque há uma quantidade maior de produtos hidratados capazes de se conectar e formar o primeiro “caminho” contínuo de sólidos na pasta de cimento. É possível observar que o início da aceleração ocorreu em tempos menores na medida que o D_{50} das cinzas aumentou, e que esse efeito foi ainda mais pronunciado quando se aumentou o teor de substituição das cinzas da casca de arroz. Dessa forma, foi possível relacionar os resultados de calorimetria com as curvas médias de retração autógena nas primeiras idades (Figura 86), representados aqui até os 7 dias, e melhor compreender os resultados encontrados.

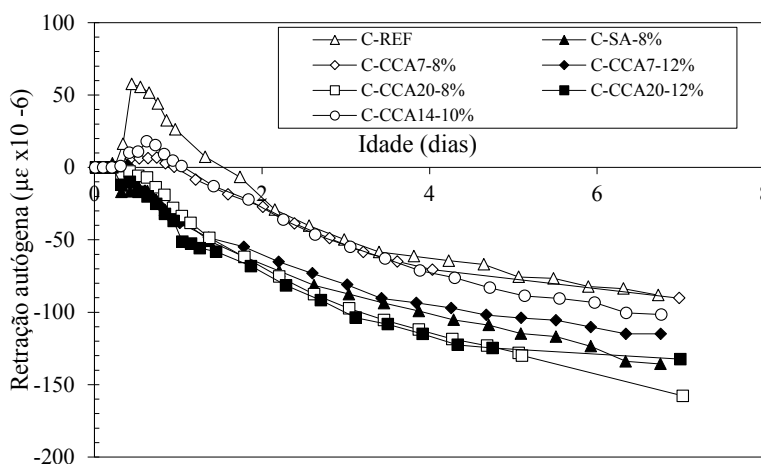


Figura 86: Retração autógena nas primeiras idades.

Observou-se que quanto menor a duração do período de indução, ou seja, quanto mais cedo as reações de hidratação tiveram início, maiores foram os valores de retração autógena encontrada. A nucleação do cimento por partículas menores possibilita uma maior hidratação da matriz cimentícia, que por sua vez gera mais hidratos e causa um aumento da retração (Gleize *et al.*, 2007). Entretanto, no caso da cinza da casca de

arroz, conforme já foi discutido nos resultados de calorimetria, foi observado que a superfície específica influenciou mais que o D_{50} no efeito de nucleação. A CCA20 acelerou as reações de hidratação, e quanto maior foi o teor de substituição maior foi esse efeito. Dessa maneira, essa análise ajuda a melhor compreender a maior retração autógena nas primeiras idades (Figura 86) para os concretos com CCA20, em ambos os teores.

Para concretos com CCA7 foi observada a influência da cinética das reações na retração autógena durante as primeiras idades. O resultado do ensaio de calorimetria isotérmica indicou que o aumento do teor de substituição da CCA7 de 8% para 12% gerou uma redução do período de indução. Dessa forma, foi possível correlacionar a maior geração de hidratos da pasta com CCA7-12% com o aumento da retração autógena quando foram utilizados teores maiores de substituição da cinza da casca de arroz ultrafina. Em outras palavras, ao comparar os concretos C-CCA7-8% e C-CCA7-12%, foi possível afirmar que o aumento do teor de CCA7 acelerou a cinética das reações de hidratação o que influenciou no aumento da retração autógena dos concretos desse estudo.

Além disso, ao comparar o concreto sem adição ao concreto com sílica ativa foi possível verificar a influência da velocidade das reações na retração autógena durante as primeiras idades. Ambos concretos apresentaram uma alta retração autógena final. Entretanto, ao se substituir cimento por sílica ativa ocorreu uma redução no período de indução em 3 vezes e um aumento na velocidade das reações de hidratação, que propiciaram o aumento da retração autógena durante os 7 primeiros dias para os concretos com sílica ativa. O concreto sem adição apresentou a menor retração autógena inicial e o menor período de indução, além de uma expansão também maior.

Em relação às longas idades, assumindo que a estrutura celular das cinzas da casca de arroz funciona como um reservatório interno de água, a rede de poros das diferentes cinzas da casca de arroz ajudou a compreender os resultados de retração autógena encontrados. Os concretos com CCA7 apresentaram uma maior retração autógena com o aumento do teor de substituição. Verificou-se que, em decorrência da moagem utilizada, a CCA7 apresentou uma redução bem maior do volume de mesoporos, sobretudo de poros maiores que 100 nm. Dessa maneira, admitiu-se que a rede de poros da cinza ultrafina não conseguiu reter um volume de água suficiente que

tornasse possível mitigar a retração autógena por cura interna. O efeito causado em decorrência do aumento da cinética das reações permaneceu “alto” e o volume de água liberado pelas cinzas não foi suficiente para reduzir a retração autógena quando o teor de substituição foi igual 12%. Por isso, o aumento do teor de substituição gerou uma maior retração autógena. Entretanto, no caso da CCA20 foi observado um efeito contrário. O aumento do teor de substituição gerou uma redução na retração autógena em virtude do maior volume de mesoporos maiores que 100 nm. Acredita-se que ao substituir cimento por CCA20 em 12%, o volume de água aprisionada nos poros foi maior do que o volume de água aprisionado quando a substituição foi igual a 8%, em decorrência do aumento do teor de substituição de cinza. Por isso, em teores elevados de substituição a CCA20 conseguiu mitigar a retração autógena disponibilizando para o sistema um volume de água maior, diminuindo o fenômeno de autodessecação e compensando a maior retração inicial em decorrência da maior cinética de hidratação.

É importante mencionar que um fenômeno similar foi observado com o uso de cinza volante. Akkaya *et al.* (2007), Aïtcin (2003) e Tangtermisirikul (1999), observaram que o emprego da cinza volante em substituição ao cimento reduziu a retração autógena. Contudo, os autores observaram um efeito contrário quando a cinza volante apresentou uma granulometria menor que a do cimento.

Durante a realização dos ensaios foi possível perceber que a retração autógena estabilizou por volta de 90-95 dias dependendo do concreto. Por essa razão, as leituras foram estendidas até 100 dias para que realmente fosse observada uma completa estabilização dos valores de retração para todas as misturas. Assim, o valor de retração autógena final não corresponde à última idade do ensaio de resistência à compressão (91 dias).

Os resultados da análise fatorial indicaram que o D_{50} e o teor de substituição não influenciaram significativamente os resultados de retração autógena para as idades de 1, 3 e 7 dias. Este fato pode estar relacionado ao coeficiente de variação encontrado nos resultados dessas idades. Na idade de 28 dias foi observado que o D_{50} influenciou nos resultados de retração autógena, e que houve uma interação entre o teor de substituição e o D_{50} nos resultados encontrados (observar valores de p apresentados na Tabela 49). A interação entre os fatores indicou que o aumento do teor de substituição potencializa o efeito do D_{50} , causando em alguns casos o aumento da retração e em outros a

diminuição da retração.

No que diz respeito ao ajuste entre os valores experimentais e o modelo proposto pelo programa, um valor de R^2 igual a 0,74 foi obtido. A Figura 87-a apresenta as curvas de nível aos 28 dias. Foi possível localizar os menores valores de retração autógena na zona de cor verde e observar uma região de menores valores possíveis de retração autógena. Dessa forma, para que haja uma menor retração autógena podem ocorrer duas situações: (i) quanto menor for o D_{50} menor devem ser os teores de substituição; (ii) para partículas maiores, quanto maior for o teor de substituição menor foram os resultados de retração autógena. A região em vermelho concentra os maiores valores de retração autógena que podem ser atingidos quando o D_{50} foi superior a $14 \mu\text{m}$ com altos teores de substituição.

Tabela 49: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial para os resultados de retração autógena aos 28 dias.

Fator	Efeito	p
Teor de substituição	29,60	0,1688
Tamanho mediano de partículas	-68,79	0,0096
Interação	107,46	0,0095
Curvatura	75,92	0,1198
Equação do modelo	Retração Autógena = $-31,89y + 53,73xy - 258,28$	

O resultado observado aos 100 dias foi similar ao de 28 dias, ou seja, o D_{50} e a interação entre os fatores influenciaram na retração autógena dos concretos com cinza da casca de arroz. A Tabela 50 apresenta os fatores e o efeito associado a ele. Foi obtido um valor de R^2 igual a 0,75. Na curva de nível apresentada na Figura 87-b foi possível observar que, em comparação com a idade de 28 dias, a área representada pela cor amarela (valores moderados de retração) tornou-se maior, ficando mais claro que para obter menores valores de retração autógena em concretos com cinza da casca de arroz duas soluções são possíveis. A primeira situação admite que para produzir concretos de alto desempenho com CCA ultrafina devem ser utilizados teores baixos de substituição, enquanto que para as cinzas com D_{50} maiores que $14 \mu\text{m}$ o teor de substituição deve ser cada vez mais alto.

Tabela 50: Estimativa dos efeitos para a análise fatorial dos resultados de retração autóloga aos 100 dias.

Fator	Efeito	p
Teor de substituição	12,27	0,5646
Tamanho mediano de partículas	-60,13	0,0153
Interação	122,89	0,0001
Curvatura	37,79	0,4312
Equação do modelo	Retração Autóloga = -30,06y +61,45xy -362,43	

A Figura 87 apresenta as curvas de nível obtidas para as idades de 28 e 100 dias.

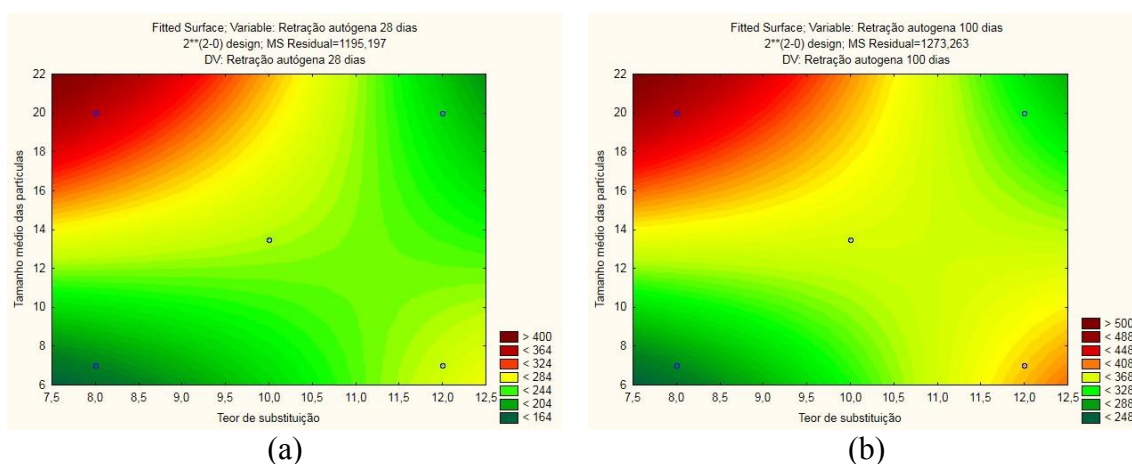


Figura 87: Curvas de nível: aos 28 dias (a); 100 dias (b).

No capítulo de anexo item 9.1.4 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autóloga são apresentadas as tabelas de estimativa dos efeitos geradas pelo programa *Statistica 10*.

Ao observar as curvas médias e os resultados obtidos pela análise fatorial, pode-se concluir que os concretos C-CCA20-12% e C-CCA7-8% apresentaram os menores valores de retração autóloga, pois representaram os extremos da análise fatorial. Contudo, sabendo que a premissa para o uso de adições minerais está em substituir o cimento Portland em maiores teores possíveis, o concreto com CCA20 com 12% de substituição foi admitido como a solução ideal para produzir concretos de alto desempenho com reduzida retração autóloga, dentro da família dos concretos com cinza da casca de arroz.

Com esse resultado, dando prosseguimento ao estudo e buscando avaliar se de fato o uso da cinza da casca de arroz está relacionado a mitigação da retração autóloga, o resultado encontrado para o concreto com CCA20-12% foi comparado aos resultados

obtidos para os concretos C-REF e C-SA-8%. Na Figura 88 ao observar as curvas médias desses três concretos, notou-se que o concreto sem adição e o concreto com sílica ativa apresentaram uma curva média similar, e que o concreto C-CCA20-12% apresentou uma menor retração autóloga em comparação aos dois primeiros, essa análise seria um indicativo da capacidade da CCA20 em mitigar a retração autóloga.

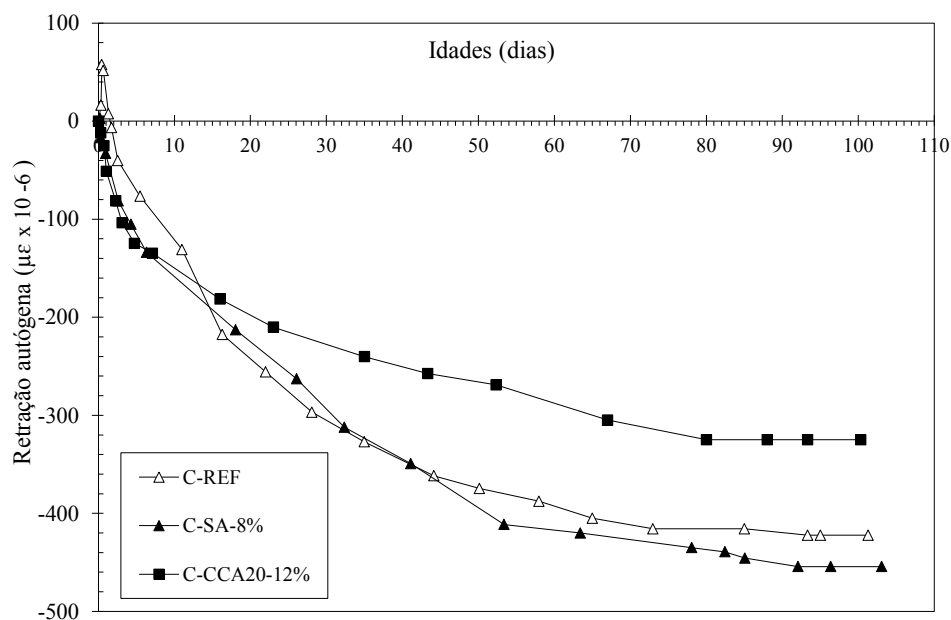


Figura 88: Retração autóloga dos concretos: sem adição (C-REF), com sílica ativa (C-SA-8%) e com CCA20-12% (C-CCA20-12%).

Buscando constatar a influência da cinza da casca de arroz na retração autóloga foi realizada uma análise de variância (*ONE-WAY ANOVA*) para os resultados encontrados aos 100 dias. Essa análise indicou diferenças significativas entre os resultados de retração autóloga dos três concretos. Por essa razão, com o objetivo de avaliar quais concretos apresentam diferenças significativas entre si, foi realizada uma análise de comparações múltiplas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). A análise indicou que não houve diferença significativa entre os concretos com sílica ativa e sem adição. Entretanto, o concreto com CCA20-12% apresentou diferença significativa em relação ao concreto sem adição e também em relação ao concreto com sílica ativa. Com isso, foi possível concluir que de fato o uso da cinza da casca de arroz foi capaz de mitigar a retração autóloga de concretos de alto desempenho.

De acordo com Wu *et al.* (2017), a estrutura porosa da matriz cimentícia, o que inclui a porosidade total, a distribuição do tamanho dos poros e a morfologia dos poros,

tem um papel importante na retração autógena. Por essa razão, levando em consideração os resultados de porosimetria por intrusão de mercúrio foi possível estabelecer uma relação entre a porosidade total e a retração autógena dos concretos C-REF, C-SA-8% e C-CCA20-12%. A Figura 89 apresenta a distribuição total dos poros dos três concretos analisados. Em comparação ao concreto com CCA20-12%, foi possível observar que o concreto com sílica ativa apresentou a menor porosidade total e uma alta retração autógena aos 100 dias. Embora a retração autógena do concreto sem adição tenha sido similar à retração autógena do concreto com sílica ativa, a porosidade total do concreto sem adição foi um pouco maior. Isso ocorre porque o uso de pozolanas está associado a uma maior densificação da matriz cimentícia (Mehta e Monteiro, 2014). O concreto com CCA20-12% apresentou a maior porosidade total e apresentou a menor retração autógena quando comparado aos concretos utilizados como referência. Dessa maneira foi possível observar que o refinamento da matriz influenciou diretamente no aumento da retração autógena.

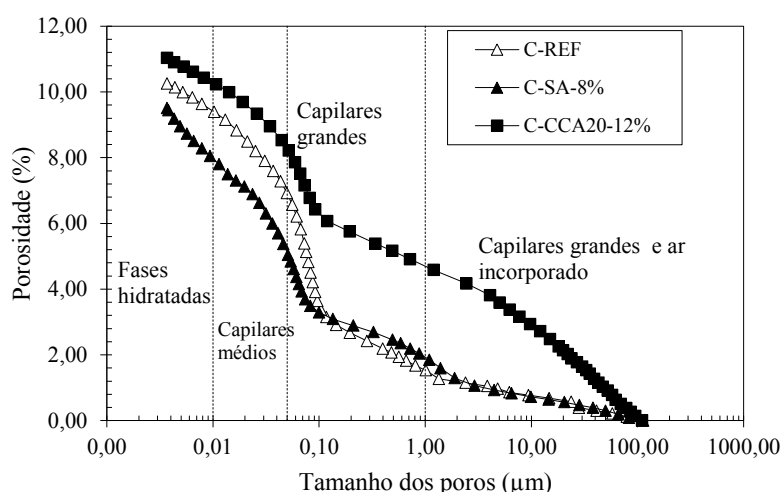


Figura 89: Distribuição do tamanho dos poros para os concretos produzidos com a distribuição de faixas de tamanho de poros.

A Tabela 51 apresenta o teor da porosidade referente à natureza que dá origem ao poro. De acordo com Taylor (1997) e Mehta e Monteiro (2014), os poros com diâmetros inferiores a 10 nm são capazes de influenciar diretamente na retração autógena em decorrência da pressão existente em seu interior. Poros com diâmetro inferior a 10 nm são poros correspondentes as fases hidratadas. Por essa razão, também foi possível relacionar a maior retração autógena do concreto com sílica ativa com a maior porosidade das fases hidratadas.

Tabela 51: Classificação da porosidade dos concretos em função do diâmetro dos poros.

Amostra	Porosidade total (%)	Capilares grandes / ar incorporado (%)	Capilares grandes (%)	Capilares médios (%)	Poros de fases hidratadas (%)
C-REF	10,25	1,49	5,54	2,37	0,85
C-SA-8%	9,51	1,9	3,22	2,84	1,55
C-CCA20-12%	11,03	4,7	3,59	1,95	0,79

5.3.4 Influência do Tamanho e do Teor de Substituição – Estudos Complementares

5.3.4.1 Retração Química

O ensaio de retração química foi realizado para melhor compreender os mecanismos que possibilitaram a mitigação da retração autóloga ao utilizar a CCA20 com 12% de substituição. Para isso, os resultados obtidos foram comparados aos resultados da pasta sem adição e da pasta com sílica ativa. A Figura 90 apresenta a curva média obtida para o ensaio de retração química da pasta com CCA20-12%, da pasta sem adição e da pasta com sílica ativa.

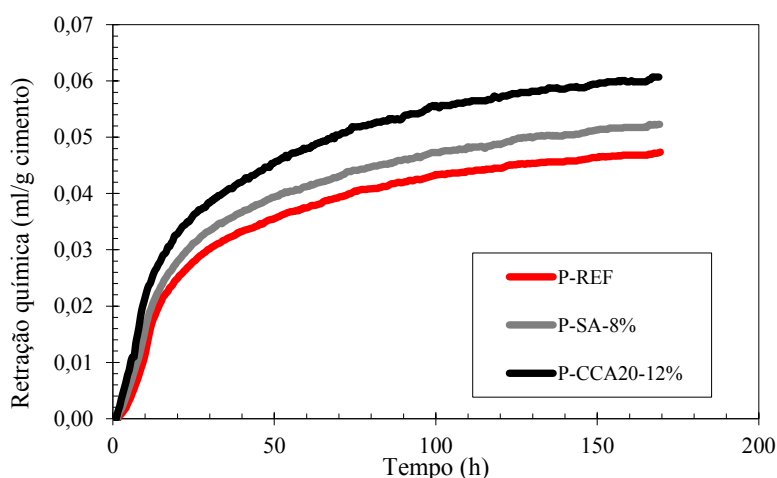


Figura 90: Curvas médias de retração química das pastas.

Foi observado que a pasta com CCA20-12% de substituição apresentou uma maior retração química. Este fato pode ser explicado pela estrutura porosa da cinza da casca de arroz, que é capaz de reter água e ocasionar a diminuição da água efetiva. Isso significa que um menor volume de água estará disponível para as reações de hidratação e uma redução no volume absoluto será observado. De acordo com Liu *et al.* (2007), a adição de um material que funciona como agente de cura diminui as variações de umidade interna, reduzindo a retração autóloga e aumentando a retração química.

Além disso, o resultado de retração química está em consonância com o ensaio de calorimetria isotérmica, que indicou um aumento da cinética de hidratação da pasta produzida com CCA20-12% e com sílica ativa pelos efeitos de nucleação heterogênea e diluição.

5.3.4.2 Umidade Relativa Interna

O ensaio de umidade interna foi realizado para os concretos com CCA-12%, concreto com sílica ativa e sem adição para possibilitar uma melhor compreensão do mecanismo responsável pela capacidade da CCA 20 em reduzir a retração autógena.

A Figura 91 apresenta as curvas médias do ensaio de umidade relativa interna para os três concretos. Nas primeiras 24 horas de ensaio foi observado uma maior redução da umidade interna para o concreto C-CCA20-12%, indicando mais uma vez a capacidade da cinza em reter água dentro dos seus poros, reduzindo a água disponível para a hidratação. Após esse período, observou-se que o concreto C-CCA20-12% foi menos suscetível a variações de umidade relativa interna, enquanto os concretos C-SA-8% e C-REF apresentaram reduções progressivas de umidade relativa interna com o passar do tempo. Após 12 dias, esse efeito tornou-se mais perceptível quando o concreto com sílica ativa passou a apresentar alterações bruscas de umidade.

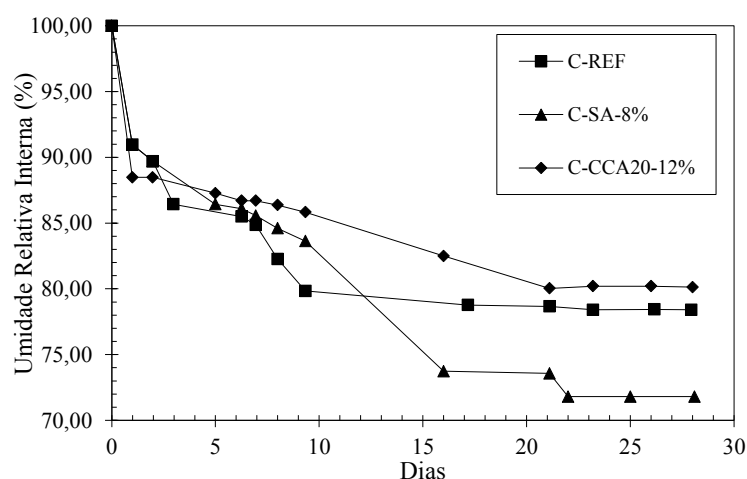


Figura 91: Variação da umidade interna dos concretos: sem adição (C-REF), com sílica ativa (C-SA-8%) e com CCA20-12% (C-CCA20-12%) até os 22 dias.

Levando em consideração os aspectos apresentados, foi possível concluir que o concreto com sílica ativa apresentou uma maior autodessecação, o que justifica a sua alta retração autógena. Em relação ao concreto C-CCA20-12%, o ensaio de umidade interna indicou que a CCA20 efetivamente supriu a perda de umidade em idades iniciais

(até 15 dias) e que com a progressão das reações de hidratação houve uma estabilização do teor de umidade relativa medido, o que possibilitou reduzir o fenômeno de autodessecação e diminuir a retração autógena do concreto. Dessa forma, constatou-se que a CCA20 efetivamente funciona como um agente de cura interna. Van *et al.* (2014a) também observaram que a cinza da casca de arroz foi capaz de funcionar como um agente de cura interna, diminuindo a auto dessecação de concretos.

A avaliação da retração autógena em concreto com cinza da casca de arroz não foi trivial, uma vez que a cinza ao mesmo tempo em que funciona como um agente de cura do concreto participa das reações de hidratação e gera mudanças na cinética de hidratação.

5.3.5 Influência do Teor de Carbono Residual no Comportamento sob Compressão Uniaxial

A Figura 92-a, a Figura 92-b e a Figura 92-c apresentam as curvas típicas para os concretos com CCA de diferentes teores de carbono ao longo das três idades estudadas. Percebeu-se que, para os concretos com CCA0,5%C e com CCA6%C, a resistência à compressão aumentou com o avanço das idades estudadas. Para o concreto com CCA12%C, por sua vez, notou-se que de 28 dias para 91 dias não ocorreu um aumento significativo da resistência à compressão, como ocorreu com os outros dois. Com relação à inclinação da curva tensão *versus* deformação, notou-se um aumento da inclinação, que indicaram um aumento do módulo de elasticidade dos concretos.

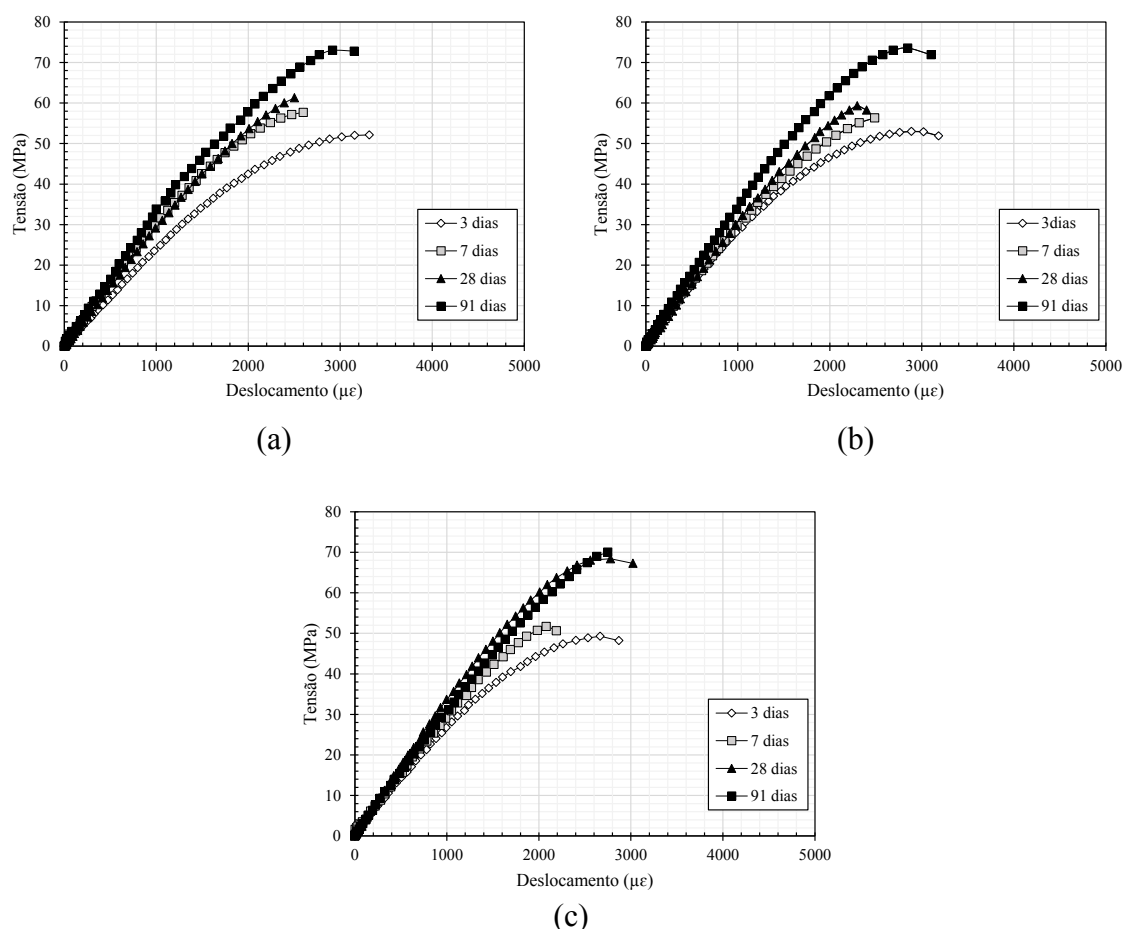


Figura 92: Curvas típicas tensão-deformação dos concretos: C-CCA0,5% C (a); C-CCA6% C (b); C-CCA 12% C (c).

Os resultados dos ensaios de resistência à compressão, conduzidos aos 3, 7, 28 e 91 dias estão apresentados na Tabela 52. Uma análise de variância indicou que existem diferenças significativas entre os concretos desse estudo para as idades de 7 e 28 dias. Utilizando o teste de Tukey ($p < 0,05$) foi possível verificar que na idade de 7 dias os dois concretos com as cinzas de alto teor de carbono apresentaram valores de resistência à compressão sem diferenças significativas, e que ambos são diferentes significativamente do concreto com CCA 0,5% C. Aos 28 dias, os concretos CCA0,5% C e CCA6% C foram considerados diferentes do concreto com CCA12% C.

Tabela 52: Valores médios de resistência à compressão em MPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
C-CCA0,5% C	52,2 (± 4,6)	57,3 (± 4,2)	61,0 (± 2,5)	73,1 (± 1,4)
C-CCA6% C	53,3 (± 0,2)	57,5 (± 2,0)	59,9 (± 4,4)	72,7 (± 1,6)
C-CCA12% C	51,1 (± 4,7)	52,1 (± 0,5)	68,1 (± 1,9)	69,5 (± 1,9)

A Tabela 53 e a Tabela 54 apresentam, respectivamente, os valores encontrados

para o módulo de elasticidade e deformação de pico dos concretos com CCA0,5%C, CCA6%C e CCA12%C. Em relação ao módulo de elasticidade observa-se que ocorreu um aumento com o avanço das idades em que os ensaios foram realizados. Já em relação à deformação de pico observou-se que esses valores variam entre 3138 e 2385 $\mu\epsilon$.

Tabela 53: Valores médios de módulo de elasticidade em GPa com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
C-CCA0,5%C	25,5 (\pm 4,1)	29,9 (\pm 3,7)	29,7 (\pm 2,1)	32,2 (\pm 3,7)
C-CCA6%C	28,5 (\pm 5,7)	31,1 (\pm 3,9)	30,4 (\pm 2,2)	34,8 (\pm 4,1)
C-CCA12%C	28,5 (\pm 2,8)	30,6 (\pm 0,3)	36,6 (\pm 1,2)	32,5 (\pm 4,8)

Tabela 54: Valores médios de deformação de pico em $\mu\epsilon$ com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	3 dias	7 dias	28 dias	91 dias
C-CCA0,5%C	3079 (\pm 1,2)	2840 (\pm 3,1)	2810 (\pm 5,4)	2873 (\pm 4,7)
C-CCA6%C	3138 (\pm 4,6)	2617 (\pm 3,1)	2385 (\pm 4,3)	2684 (\pm 5,7)
C-CCA12%C	2733 (\pm 3,2)	2410 (\pm 4,33)	2841 (\pm 4,2)	2798 (\pm 0,9)

5.3.6 Influência do Teor de Carbono Residual na Retração Autógena

A Figura 93 apresenta as curvas médias de retração autógena obtida para os três concretos. Observando somente as curvas médias até os 85 dias verificou-se que quanto maior foi o teor de carbono residual da cinza da casca de arroz, menor foi o valor de retração autógena obtido. Após essa idade, a retração autógena dos concretos com CCA 5%C e com CCA 6%C foi bem similar. Entretanto, ao realizar uma análise de variância (*ONE WAY – ANOVA*), somente até o sétimo dia de cura foram indicadas diferenças significativas entre os resultados. O teste Tukey ($p < 0,05$) indicou que houve diferença significativa entre os resultados de retração autógena para C-CCA0,5%C e C-CCA12%C. Portanto, foi possível afirmar que a variação do teor de carbono não provocou mudanças significativas na retração autógena de concretos com cinza da casca de arroz com D_{50} igual a 20 μm após 7 dias de análise.

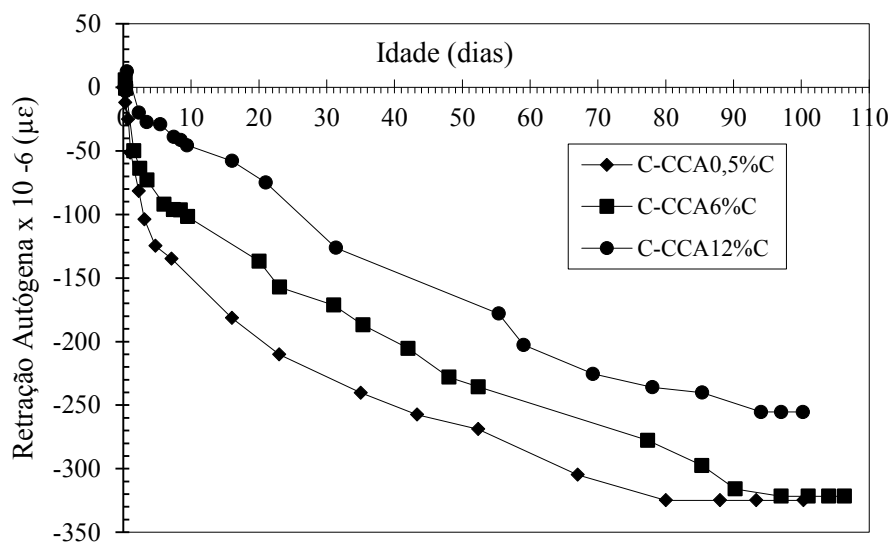


Figura 93: Resultados médios de retração autóloga dos concretos com cinza da casca de arroz até os 100 dias.

Os resultados médios do ensaio de retração autóloga estão apresentados na Tabela 55 para as idades de 1, 3, 7, 14, 28, 91 e 100 dias. Apesar do resultado de análise térmica aos 3 dias indicar teores de hidróxido de cálcio semelhante nas três pastas, acredita-se que nas primeiras 24 horas a CCA12%C apresente uma menor reatividade em relação as demais cinzas. Dessa forma, a CCA12%C reage com uma quantidade menor de CH e, por consequência, uma quantidade maior de Portlandita foi gerada contribuindo para que o concreto C-CCA12%C apresentasse uma maior expansão. Ao analisar a composição de óxidos das cinzas, observou-se que a relação entre os óxidos de SO_3/K_2O foi igual 0,98 para as três cinzas. Dessa forma, a presença desses óxidos influenciou de maneira semelhante os resultados de retração autóloga dos três concretos, uma vez que o teor de substituição de cimento por cinza foi o mesmo. De acordo com Tazawa (1998), o baixo calor de hidratação proporciona menores valores de retração autóloga. O ensaio de calorimetria isotérmica indicou que as cinzas com 6% e 12% de carbono proporcionaram obter pastas com menor calor de hidratação em relação a pasta P-CCA0,5%C, dessa forma, a baixa retração autóloga dos concretos com alto teor de carbono (até aproximadamente 7 dias) pode ser justificada pelo baixo calor de hidratação.

O comportamento observado aos 7 dias não foi observado até o final dos 100 dias de estudo, pois a análise de variância indicou que os resultados de retração autóloga a partir dos 28 dias foram significativamente iguais. A justificativa para tal fato está na distribuição do tamanho de poros das cinzas (ver 5.1.2 Cinza da Casca de

Arroz com Diferentes Teores de Carbono). Acredita-se, que após 28 dias, a diminuição do volume dos mesoporos das cinzas de alto carbono tenha proporcionado uma autodessecação um pouco maior que a autodessecação do concreto C-CCA 0,5%C, a ponto de que ao final dos 100 dias os valores de retração autógena encontrados possam ser considerados significativamente iguais.

Tabela 55: Resultados médios de retração autógena ($\times 10^{-6}$) em diversas idades para os concretos moldados com os respectivos coeficientes de variação em parênteses (expressos em %).

Concreto	Expansão	1 dia	3 dias	7 dias	28 dias	100 dias
C-CCA0,5%C	0 (± 0)	-42 ($\pm 47,2$)	-99 ($\pm 30,1$)	-132 ($\pm 26,2$)	-222 (± 20)	-325 ($\pm 14,7$)
C-CC6%C	6 ($\pm 72,7$)	-27 ($\pm 28,3$)	-71 ($\pm 17,9$)	-95 ($\pm 18,4$)	-163 ($\pm 12,9$)	-322 ($\pm 14,0$)
C-CCA12% C	13 ($\pm 241,0$)	3 ($\pm 714,3$)	-20 ($\pm 193,5$)	-32 ($\pm 156,1$)	-160 ($\pm 72,2$)	-257 ($\pm 17,7$)

Capítulo 6. Conclusões

A moagem modificou a estrutura celular da cinza da casca de arroz, pois foram observadas diminuições na superfície específica e no volume médio dos poros das cinzas. Ao correlacionar os resultados obtidos no ensaio de adsorção de gás com as imagens de microscopia eletrônica de varredura, observou-se que a cinza da casca de arroz apresenta poros de forma e tamanho variados, que podem ser classificados como micro, meso e macroporos. Os procedimentos de moagem adotados foram responsáveis por colapsar os macroporos e diminuir de forma considerável o volume dos mesoporos e microporos existentes nas cinzas.

Além de provocar modificações na estrutura porosa da cinza, os procedimentos de moagem empregados alteraram a reatividade do material. Embora as cinzas de diferentes tamanhos médios tenham apresentado uma boa pozolanicidade, segundo o ensaio de condutividade, é importante ressaltar que a diminuição do D_{50} causou uma leve diminuição na atividade pozolânica e também reduziu sua fração solúvel.

O resultado da análise fatorial dos resultados de resistência à compressão dos concretos com cinza com diferentes teores de substituição e diferentes valores de D_{50} indicou que, até 28 dias, o D_{50} foi a variável que influenciou nos resultados de resistência à compressão. Por outro lado, a moagem ultrafina foi totalmente dispensável quando concretos com altos teores de substituição (12%) foram produzidos.

Com relação à cinética de hidratação, a estrutura porosa mais preservada da cinza da casca de arroz melhorou a hidratação das pastas estudadas. Ao observar os resultados do ensaio de calorimetria isotérmica, concluiu-se que o efeito de nucleação heterógena foi maior para cinzas com maior superfície específica (CCA20). Os resultados de retração química indicaram que a CCA20 com 12% de substituição melhorou a hidratação da pasta quando comparada com as pastas sem adição e com a pasta com 8% de sílica ativa. A maior retração química da P-CCA20-12% ocorreu em razão dos efeitos de nucleação e diluição, e também pela diminuição da relação água-cimento efetiva, que foi provocada pela migração da água disponível para dentro dos poros da cinza.

No que diz respeito ao foco principal dessa dissertação, a compreensão da

cinética de hidratação e da estrutura de porosa da cinza da casca de arroz em muito contribuiu para o entendimento do fenômeno de retração autógena dos concretos. As cinzas da casca de arroz CCA20, CCA14 e CCA7 apresentaram mesoporos e microporos capazes de reter água em seu interior. Os poros maiores que 100 nm foram úteis para diminuir a autodessecação dos concretos. Ao comparar as três cinzas moídas, a CCA20 apresentou um volume maior de mesoporos. Além disso, a moagem ultrafina gerou uma diminuição do volume de poros da cinza.

A maior superfície específica da CCA20 acelerou as reações de hidratação, o que causou uma maior retração autógena nos primeiros 7 dias para os concretos C-CCA20-8% e C-CCA20-12%. Quando o teor de cinza utilizado foi igual a 12%, observou-se que o volume de água armazenada nos poros foi suficiente para compensar a maior retração autógena inicial e proporcionar uma diminuição da retração autógena. A calorimetria isotérmica indicou também que o aumento do teor de CCA7 acelerou a velocidade das reações por efeitos de diluição e nucleação. Desta forma, o aumento do teor de CCA7 gerou um aumento na retração autógena nas primeiras idades.

A análise fatorial dos ensaios de retração autógena dos concretos com cinza aos 100 dias indicou duas regiões para se obter menores valores de retração autógena. Quando a cinza utilizada apresentou um D_{50} menor que 14 μm , teores de substituição baixos geraram menor retração autógena. Por outro lado, cinzas com D_{50} superior a 14 μm devem substituir o cimento em teores maiores para que seja obtida uma menor retração autógena. Assim, o D_{50} de partículas de 20 μm e o teor de substituição de 12% representaram a solução ótima para reduzir a retração autógena dos concretos com cinza. Além disso, o ensaio de umidade interna indicou que, de fato, a CCA20 (com 12% de substituição) foi capaz de diminuir o fenômeno de autodessecação dos concretos e funcionar como um agente de cura interna, proporcionando uma diminuição da retração autógena. Dessa maneira, pode-se concluir que a cinza da casca de arroz com D_{50} de 20 μm em teor de 12% foi responsável por diminuir a retração autógena, sem comprometer a resistência à compressão dos concretos de alto desempenho.

Com relação a segunda fase dos estudos, foi observado que a presença do carbono residual das cinzas influenciou significativamente os resultados de resistência à compressão de duas formas. Entre 7 e 28 dias, a presença do carbono residual em até 6% não influenciou significativamente nos valores de resistência à compressão. Após

91 dias, a presença do carbono residual não influenciou nos resultados de resistência à compressão. Esse resultado pode estar relacionado a alta reatividade da cinza da casca de arroz mesmo com altos teores de carbono.

O aumento do teor de carbono residual causou uma diminuição considerável no calor total acumulado, além de prolongar a duração do período de aceleração, causando um retardo nas reações de hidratação. O baixo calor de hidratação das cinzas com alto teor de carbono propiciou uma baixa retração autógena dos primeiros dias dos concretos com cinza da casca de arroz de alto teor de carbono. A diminuição do volume de mesoporos, em decorrência do aumento do teor de carbono, justificou o fato dos concretos não apresentarem diferenças significativas em relação à retração após 100 dias de hidratação.

Capítulo 7. Sugestão para Trabalhos Futuros

Como sugestão para trabalhos futuros propõe-se:

- Avaliar a retração autógena para concretos com cinza da casca de arroz com D_{50} de $20\mu\text{m}$ com outras classes de resistência à compressão;
- Avaliar a retração autógena de concretos com CCA $20\mu\text{m}$ para teores maiores de substituição e analisar a influência das reações pozolânicas, uma vez que os teores de substituição utilizados nessa dissertação não consumiram grandes teores do hidróxido de cálcio disponível;
- Avaliar a retração autógena em uma matriz cimentícia híbrida de cinza da casca de arroz com polímero superabsorvente, pois espera-se que do ponto de vista mecânico a CCA compense as perdas de resistência documentadas pelo uso do polímero superabsorvente;
- Avaliar a retração por secagem em conjunto com a retração autógena para concretos com CCA $20\mu\text{m}$, pois a redução da retração autógena pela inclusão de um agente de cura pode estar relacionada ao aumento da retração por secagem.

Capítulo 8. Referências Bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1996, Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão: NBR 7215. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2015, Materiais pozolânicos: NBR 12653. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1989, Cimento Portland – Determinação da perda ao fogo: 5743. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2001, Agregado miúdo – Determinação da absorção de água: NBR NM 30. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRO DE NORMAS TÉCNICAS, 2003, Agregado miúdo – Determinação da massa específica e da massa específica aparente: NBR NM 52. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2003, Agregado graúdo – Determinação de massa específica, massa específica aparente e absorção de água: NBR NM 53. Rio de Janeiro.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1990, Moinho de bolas – Determinação do índice de trabalho: NBR 11376. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1996, Concreto endurecido – Determinação da velocidade de propagação de onda ultra-sônica: NBR NM 58. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1991, Concreto endurecido – Determinação da velocidade da velocidade de propagação de onda ultra-sônica método de ensaio: NBR 8802. Rio de Janeiro.

AÏTCIN, P. C., 1998, “High-Performance Concrete”, Université de Sherbrooke, Canadá.

AİTCIN, P. C., 2003, “The durability characteristics of high performance concrete: a review”, *Cement Concrete Composites*, v. 25, pp. 409-420.

AKKAYA, Y., OUYANG, C., SHAH S. P., 2007, “Effect of supplementary cementitious materials on shrinkage and crack development in concrete”, *Cement Concrete Composites*, v. 29, pp. 117-123.

AL-KHALAF, M. N., Yousift, H. A., 1984, “Use of rice husk in concrete”, *The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, v. 6, n. 4, pp. 241-248.

ALIGIZAK, K. K., 2006, *Pore structure of cement-based materials: testing, interpretation and requirements*, v.12, Taylor & Francis.

BARCELO, L., MORANVILLE, M., CLAVAUD, B., 2005, “Autogenous shrinkage of concrete: a balance between autogenous swelling and self-desiccation”, *Cement and Concrete Research*, v. 35, pp. 177 -183.

BOIVIN, S., ACKER P., RIGAUD, S., CLAVAUD, B., 1999, “Experimental assessment of chemical shrinkage of hydrating cement pastes”, Concrete Department, Lafarge Laboratoire Central de Recherché, St Quentin, Fallvier, France, *Autogenous Shrinkage of Concrete*, edited by Ei-ichi Tazawa, pp 81-92.

BROOKS, J. J., MEGAT JOHARI, M.A, 2001, “Effect of metakaolin on creep and shrinkage of concrete”, *Cement and Concrete Composites*, v.23, pp. 495-502.

BULLARD, W., JENNINGS, H. M., LIVINGSTON, R. A., NONAT, A., SCHERER, G. W., SCHWEITZER, J. S., SCRIVENER, K. L, THOMAS, J. J., 2011, “Mechanisms of cement hydration”, *Cement and Concrete Research* 41 (12), pp. 1208–1223.

BYARD, B. E., SCHINDLER, A. K., 2010, “Cracking tendency of lightweight concrete”, Highway Research Center, Auburn University, Auburn, AL.

Cathaypacific, 2018, Disponível em:

www.cathaypacific.com/cx/en_ZA/destinations/things-to-do-in-taipei.html , acessado em 22/02/2017.

CIMENTO.ORG, 2018, Disponível em: <http://cimento.org/cimento-2017-diminui-intensidade-da-queda-mas-mercado-ainda-amarga-grandes-perdas/>, acessado em 21/02/2017.

CONAB, 2015, “A cultura do arroz”, Companhia Nacional de Abastecimento – CONAB, 180p.

CONAB, 2016, Disponível em: <http://www.conab.gov.br/conteudos.php/conteudos.php?a=1306&t=>, acessado em 21/02/2017.

CORDEIRO, G. C., 2006, *Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz com aditivos minerais em concreto*, Tese D.Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 445p.

CORDEIRO, G. C., KURTIS, K. E., 2017, “Effect of mechanical processing on sugar cane bagasse ash pozzolanicity”, *Cement and Concrete Research*, v. 97, pp. 41-49.

CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIRN, E. M. R, 2009a, “Use of ultrafine rice husk with high-carbon content as pozzolan in high performance concrete”, *Materials and Structure*, v. 42, pp. 983-992.

CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIN, E. M. R, 2009b, “Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash”, *Construction and Building Materials*, v.23, pp. 3301-3303.

CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., TAVARES, L. M., FAIRBAIN, E. M. R, 2009c, “Ultrafine grinding of sugar cane bagasse ash for application as pozzolanic admixture in concrete”, *Cement and Concrete Research*, v.39, pp. 110-115.

CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., TAVARES, L. M., FAIRBAIN, E. M. R, HEMPEL, S., 2011, “Influence of particle size and specific surface area on the pozzolanic activity of residual rice husk ash”, *Cement and Concrete Composites*, v.33, pp. 529-534.

CORDEIRO, G. C., SALES, C. P., 2015, “Pozzolanic activity of elephant grass ash and its influence on the mechanical properties of concrete”, *Cement & Concrete Composites*, v. 55, pp.331-336.

CHANU, N. M., DEVI, K. T., 2013, “Contribution of rice husk ash to the properties of cement mortar and concrete”, *International Journal of Engineering Research & Technology*, v. 2, Issue 2, February.

DE LARRARD, F., 1999, *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*, 1 ed. London: E&FN Spon, 421 p.

FOOG, K. Y., ALENGARAM, J., JUMAAT, M. Z., MO, K. H., 2015, “Enhancement of the mechanical properties of lightweight oil palm shell concrete using husk ash and manufactured sand, *Journal of Zhejiang University – SCIENCE A (Applied Physics & Engineering)*, v. 16(1), pp. 59-69.

GLEIZE, P. J. P., CYR, M., ESCADEILLAS, G., 2007, “Effects of metakaolin on autogenous shrinkage of cement pastes”, *Cement and Concrete Composites*, v. 29, pp. 80-87.

HISTORIAZINE, 2018, disponível em: historiazine.com, acessado em 22/02/2018.

HU, X., SHI, C., SHI, S., TONG, B., WANG, D., 2017, “Early age shrinkage and heat of hydration of cement-fly ash – slag ternary blends”, *Construction and Building Materials*, v 153, pp. 857-865.

HOLT. E. E., 2000, *Early age autogenous shrinkage of concrete*, Technical Research Centre of Finland, VTT Publications, 184 p.

HOLT, E., 2005, “Contribution of mixture design to chemical and autogenous shrinkage of concrete at early ages”, *Cement and Concrete Research*, v. 35, pp. 464-472.

eCycle, 2017, disponível em: <http://www.ecycle.com.br/component/content/article/35/1569-processo-de-producao-do-cimento-gera-emissoes-e-pode-diminuir-biodiversidade.html>, acessado em 14/07/2017.

Embrapa, 2017, Disponível em: (<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/arroz/arvore/CONT000g1wcnzza02wx5ok0ha2lipwbeel46.html>), acessado em 24/03/2017.

IBRAHIM, D. M., EL-HEMALY, S. A., 1980, “Surface properties of silicas produced by thermal treatments of rice husk ash”, *Thermochimica Acta*, v. 37, pp. 137-143.

IGARASHI, S. I., WATANABE. A., 2006, “Experimental study on prevention of autogenous deformation by internal curing super-absorbent polymer particles”, *Proceedings of the international RILEM conference, Denmark*, pp. 77-86.

KINUTHIA, J. M., WILD, S., SABIR, B., B., BAY, J, 2000, “Self-compensating autogenous shrinkage in Portland cement-metakaolin-fly ash pastes”, *Advances in Cement Research*, v. 12, pp. 35-43.

KURDOWSKI, W., 2014, *Cement and Concrete Chemistry*, Spring.

JANELA ITALIA, 2018, disponível em: <http://www.janelaitalia.com>, acessado em 22/02/2018.

JAMES, J., SUBBA RAO, M., 1986, “Silica from rice husk through thermal decomposition”, *Cement and Concrete Research*, v. 97, pp. 329-336.

JAMES, J., SUBBA RAO, M., 1986, “Reactivity of rice rusk ash”, *Cement and Concrete Research*, v. 16, pp. 296-302.

JENSEN, O. M., LURA, P., 2006, “Techniques and materials for internal water curing of concrete”, *Materials and Structure*, v. 39, pp. 817-825.

JULIANO, B., O., 1993, “Rice in human nutrition”, Rome FAO. Disponível em: <http://www.fao.org/docrep/t0567e/t0567e00.htm> acessado em 21/01/2017.

JUSTNES, H., SELLEVOLD, E. J., REYNIERS B., VAN LOO, D., VAN GEMERT, A., VERBOVEN, F., VAN GEMERT, D., 1999, “The influence of cement characteristics on chemical shrinkage”, *Conference: International Workshop on Autogenous Shrinkage of Concrete, at Hiroshima, Japan, Vol.1*, pp.67-76.

WU, L., FARZADNIA, N., SHI, C., ZHANG, Z., WANG, H., 2017, “Autogenous shrinkage of high performance concrete: A review”, *Construction and Building Materials*, v. 149, pp. 62-75.

LAWRENCE, P., CRY, M., RINGOT, E., 2003, “Mineral admixture in mortars effect of inert materials on short-term hydration”, *Cement and Concrete Research*, v. 33, pp. 1939-1947.

LI, Y., BAO, J., Guo, Y., 2010, “The relationship between autogenous shrinkage and pore structure of cement paste with mineral admixtures”, *Construction and Building Materials*, v. 24, pp. 1855-1860.

LIU, J., SHI, C., MA, X., KHAYAT, K. H., JHANG, J., WANG, DEHUI, 2007, “An overview on the effect of internal curing on shrinkage of high performance cement-based materials”, *Construction and Building Materials*, v. 146, pp. 702-712.

LE, H. T., 2005, *Behaviour of rice husk ash in self-compacting high performance concrete*, Ph. D Thesis, Institute for Building Materials Science, Bauhaus University Weimar, Germany.

LEE, K.M., LEE, H.K., LEE S.H., KIM, G.Y., 2006, “Autogenous shrinkage of concrete containing granulated blast-furnace slag”, *Cement and Concrete Research*, v.36, pp. 1279-1285.

LUZ, A., B., SAMAPAI, J., A., FRANÇA, S., C., A., 2010, *Tratamento de Minérios*, 5ª ed, CETEM/MCT, Rio de Janeiro.

LÚXAN, M., P., MADRUGA F., SAAVEDRA, J., 1989, “Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement”, *Cement and Concrete Research*, v.19, pp. 63-68.

MARUYAMA, I., TERAMOTO, A., 2013, “Temperature dependence of autogenous shrinkage of silica fume cement pastes with a very low water-binder ratio”, *Cement and Concrete Research*, v.50, pp 41-50.

MEGAENGENHARIA, 2018, disponível em: www.megaengenharia.blogspot.com.br, acessado em 22/02/2018.

MALHOTRA, V. M., MEHTA, P. K., 2004, “Pozzolanic and Cementitious Materials”, Taylor & Francis; Volume 1, Canada.

MEHTA, P. K., 2004, “High-performance, high-volume fly ash concrete for sustainable development”, International Workshop on Sustainable Development and Concrete Technology, Beijing, China.

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M., 2014, *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*, 3ª ed., São Paulo: Ibracon.

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M., 1994, *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*, 1ª ed., São Paulo: Pini.

MEHTA, P. K., 1977, “Properties of blended cements made from rice husk ash”, ACI Journal, v. 74, n. 40, pp. 440-442.

NEVILLE, A. M., BROOKS, J.J., 2010, *Tecnologia do Concreto*, 2ª ed., São Paulo: Brookman.

NGUYEN, V. T, YE G., BREUGEL K., COPUROGLU, O., 2011, “Hydration and microstructure of ultra-high performance concrete incorporating rice husk ash”, Cement and Concrete Research, v. 41, pp. 1104-1111.

NUNES, N. L., FIGUEIREDO, A. D., 2007, “Retração do concreto de cimento Portland”, Boletim Técnico, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Construção Civil, 59p., São Paulo.

OLLIVIER, J.P.; VICHOT A., 2014, *Durabilidade do Concreto: Bases científicas para formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente*, 1ª ed., São Paulo: IBRACON.

ONU, 2016, Disponível em: <https://nacoesunidas.org/acordo-de-paris-para-o-clima-entra-em-vigor-onu-pede-mais-esforcos-na-reducao-de-emissoes/>, acessado em 25/03/2017.

PAILIERE, A. M., BUIL, M., SERRANO, J. J., 1989, “Effect of fiber addition on the autogenous shrinkage of silica fume”, ACI Materials Journal, v. 86, pp. 139-144.

PEREIRA, J. A., 2002, *Cultura do arroz no Brasil: subsídios para a sua história*, 1ª ed., 1ª impressão, Embrapa, Teresina, PI.

PENA, E. Q., VIEIRA, C. B., SILVA, C. A., SESHADRI, V., ARAUJO, F. G. S., 2008, “Caracterização dos parâmetros de porosidade de concentrados de minérios de ferro pelo método de absorção de nitrogênio”, *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, v.4, pp. 53-57.

Planeta arroz, 2017, Disponível em: http://www.planetaarroz.com.br/noticias/2912/Geracao_de_energia_a_partir_de_casca_de_arroz_atrai_aportes, acessado em 23/02/2017.

SALAS, J., CASTILLO, P., ROJAS, I. S., VERAS, J., 1986, “Empleo de cenizas de cascara de arroz como adiciones en morteros”, v. 36, n. 203, pp. 21-39.

SENSALE, G. R., RIBEIRO A. B., GONÇALVES A., 2008, “Effects of RHA on autogenous shrinkage of Portland cement pastes”, *Cement and Concrete Composites*, v. 30, pp. 892-897.

SENSALE, G. R., GONÇALVES A., 2014, “Effects of fine LWA and SAP as internal water curing agents”, *International Journal of Concrete Structure and Materials*, vol. 8, pp. 229-238.

SILVA, E. F., 2007, *Variações dimensionais em concretos de alto desempenho content aditivo redutor de retração*. Tese D.Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 332p.

SONG, C., CHOI, Y. C. Y., CHOI S., 2016, “Effect of internal curing by superabsorbent polymers – Internal relative humidity and autogenous shrinkage of alkali-activated slag mortars”, *Construction and Building Materials*, v. 123, pp. 198-206.

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

SCRIVENER, K. L., SNELLINGS, R., LOTHENBACH, B., 2016, *A practical guide to microstructure analysis of cementitious materials*, Taylor & Francis Group.

TAZAWA, E., 1999, *Autogenous Shrinkage of Concrete*, Primeira edição, E&FN Spon.

TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., 1995, “Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste”, *Cement and Concrete Research*, vol. 25, nº 2, pp 281-287.

TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., KASAI, T., 1994, “Chemical shrinkage and autogenous shrinkage of hydrating cement paste”, *Cement and Concrete Research*, vol. 25, nº 2, pp 288-292.

TAYLOR, H. F. W., 1997, *Cement chemistry*, 2 edição, London: Thomas Telford.

UNIVERSO CONCRETO, 2016, edição 04/2016.

VAN, V. T. A., RÖßLER, C., DANH-DAI BUI, HORST-MICHAEL LUDWING, 2010, “Effect of rice husk ash on autogenous shrinkage of ultra high performance concrete”, *International RILEM Conference on Use of Superabsorbent Polymers and Other New Additives in Concrete 15-18, August 2010*, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark.

VAN, V. T. A., RÖßLER, C., DANH-DAI BUI, HORST-MICHAEL LUDWING, 2013, “Mesoporous structure and pozzolanic reactivity of rice husk ash in cementitious system”, *Construction and Building Materials*, v. 43, pp. 208-216.

VAN, V. T. A., RÖßLER, C., DANH-DAI BUI, HORST-MICHAEL LUDWING, 2014a, “Rice husk ash as both pozzolanic admixture and internal curing agent in ultra-high performance concrete” *Cement and Concrete Composites*, v. 53, pp. 270-278.

VAN, V. T. A., RÖßLER, C., DANH-DAI BUI, HORST-MICHAEL LUDWING, 2014b, “Pozzolanic reactivity of mesoporous amorphous rice husk ash in portlandite solution”, *Construction and Building Materials*, v. 59, pp. 111-119.

VOGEL, A. I., “Análise química quantitativa”, tradução Júlio Carlos Afonso, Paula Fernandes de Aguiar, Ricardo de Alencastro, Rio de Janeiro, LTC, 2012, 488p.

WEBB, P. A., Orr, C., 1997, “Analytical Methods in Fine Particle Technology”, Micromeritics.

WU, L., FARZADNIA, N., SHI, C., ZHANG, Z., WANG, H., 2017, “Autogenous shrinkage of high performance concrete: Review, Construction and Building Materials, v. 149, pp. 62-75.

YANG, Y., SATO R., KAWAI K., 2005, “Autogenous shrinkage of high-strength concrete containing silica fume under drying at early ages”, Cement and Concrete Research, v. 35, pp. 449-456.

ZHAO, Y., GONG, J., ZHAO S., 2017, “Experimental study on shrinkage of HPC containing fly ash and ground granulated blast-furnace slag”, Construction and Building Materials, v155, pp. 145-153.

ZHANG, M. H., TAM, C. T., LEOW M. P., 2003, “Effect of water-to-cementitious materials ratio and silica fume on the autogenous shrinkage of concrete”, Cement and Concrete Research, v.33, pp. 1687-1694.

ZHANG, M. H., LASTRA, R., MALHOTRA, V. M., 1996, “Rice-husk ash paste and concrete: some aspects of hydration and the microstructure of the interfacial zone between the aggregate and paste”, Cement and Concrete Research, v. 26, pp. 963-977.

Capítulo 9. Anexos

Nesse anexo são apresentados os resultados gerados pelo programa *Origin Pro 8* durante a análise de variância e teste de Tukey para um nível de significância de 5%, e também os resultados gerados pelo programa *Statistica 10* para a análise fatorial dos resultados de resistência à compressão e retração autógena dos concretos com cinza da casca de arroz.

9.1 Estudo da Influência do Tamanho Mediano de Partículas e Teor de Substituição das Cinzas da Casca de Arroz

9.1.1 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Resistência à Compressão

A Figura 94 apresenta os resultados gerados aos 3 dias. A Figura 94-a apresenta o resultado da análise de variância ressaltando-se o valor de $F > 0,05$ indicando que há diferenças significativas entre os resultados. A Figura 94-b apresenta a tabela de comparações múltiplas geradas pelo programa. É importante ressaltar os valores de SIG, pois quando SIG é igual a zero significa dizer que não há diferenças significativas entre os resultados e quando SIG igual a um os resultados são significativamente diferentes.

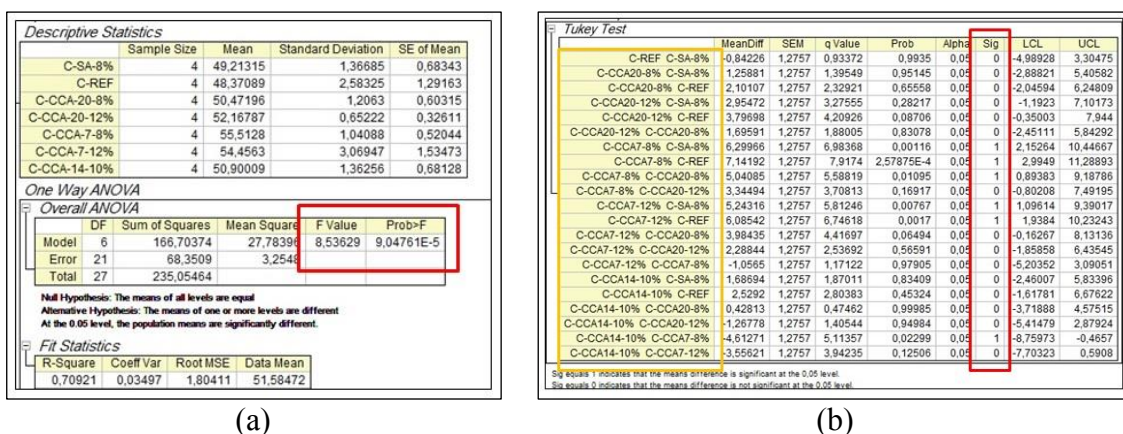


Figura 94: Análise de variância (ONE WAY – ANOVA) dos resultados de resistência à compressão aos 3 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).

A Figura 95 apresenta os resultados da análise de variância (Figura 95-a) e do teste de Tukey (Figura 95-b) para a idade de sete dias. Assim como observado aos 7 dias, a análise de variância apresentou um valor de F maior que o valor de p.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
C-SA-8%	4	57,08516	1,51054	0,75527
C-REF	4	53,16508	1,15043	0,57521
C-CCA-20-8%	4	54,29158	1,85427	0,92713
C-CCA-20-12%	4	57,3215	0,82134	0,41067
C-CCA-7-8%	4	62,05162	2,13756	1,06878
C-CCA-7-12%	4	63,11579	3,51664	1,75832
C-CCA-14-10%	4	54,39709	2,55908	1,27954

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	6	364,03032	60,67172	13,61098	2,75751E-6
Error	21	93,60869	4,45756		
Total	27	457,63902			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics			
R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,79545	0,03682	2,11129	57,34683

(a)

Tukey Test									
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL	
C-REF C-SA8%	-3,92008	1,49291	3,71344	0,16805	0,05	0	-8,77321	0,93304	
C-CCA20-8% C-SA8%	-2,79358	1,49291	2,54632	0,51894	0,05	0	-7,6467	2,05955	
C-CCA20-8% C-REF	1,12651	1,49291	1,06712	0,98692	0,05	0	-3,72662	5,97963	
C-CCA20-12% C-SA8%	0,23634	1,49291	0,22388	1	0,05	0	-4,61678	5,08947	
C-CCA20-12% C-REF	4,15643	1,49291	3,93733	0,12589	0,05	0	-0,6967	9,00955	
C-CCA20-12% C-CCA20-8%	3,02992	1,49291	2,8702	0,42656	0,05	0	-1,82321	7,88305	
C-CCA7-8% C-SA8%	4,96646	1,49291	4,70466	0,04288	0,05	1	0,11333	9,81959	
C-CCA7-8% C-REF	8,88654	1,49291	8,41811	1,16526E-4	0,05	1	4,03342	13,73967	
C-CCA7-8% C-CCA20-8%	7,76004	1,49291	7,35098	6,40053E-4	0,05	1	2,90691	12,61316	
C-CCA7-8% C-CCA20-12%	4,73012	1,49291	4,48078	0,05924	0,05	0	-0,12301	9,58324	
C-CCA7-12% C-SA8%	6,03062	1,49291	5,71273	0,00999	0,05	1	1,11775	10,89375	
C-CCA7-12% C-REF	9,95071	1,49291	9,42617	2,43825E-5	0,05	1	5,09759	14,80383	
C-CCA7-12% C-CCA20-8%	8,8242	1,49291	8,35905	1,27901E-4	0,05	1	3,97107	13,67733	
C-CCA7-12% C-CCA20-12%	5,79428	1,49291	5,48885	0,01281	0,05	1	0,94116	10,64741	
C-CCA7-12% C-CCA7-8%	1,06416	1,49291	1,00807	0,99026	0,05	0	-3,78896	5,91729	
C-CCA14-10% C-SA8%	-2,68807	1,49291	2,54638	0,56182	0,05	0	-7,5412	2,16505	
C-CCA14-10% C-REF	1,23201	1,49291	1,16707	0,97942	0,05	0	-3,62112	6,09514	
C-CCA14-10% C-CCA20-8%	0,1055	1,49291	0,09994	1	0,05	0	-4,74762	4,95863	
C-CCA14-10% C-CCA20-12%	-2,92442	1,49291	2,77026	0,46698	0,05	0	-7,77754	1,92871	
C-CCA14-10% C-CCA7-8%	-7,65454	1,49291	7,52078E-4	0,05	1	1	12,50766	-2,80141	
C-CCA14-10% C-CCA7-12%	-8,7187	1,49291	8,25911	1,49789E-4	0,05	1	13,57182	-3,86557	

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0.05 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0.05 level.

(b)

Figura 95: Análise de variância (ONE WAY – ANOVA) dos resultados de resistência à compressão aos 7 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).

A Figura 96 apresenta os resultados da análise de variância (Figura 96-a) e do teste de Tukey (Figura 96-b) para a idade de 28 dias.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
C-SA-8%	4	67,96344	5,34426	2,67213
C-REF	4	60,57472	2,46365	1,23182
C-CCA-20-8%	4	62,52636	1,05836	0,52918
C-CCA-20-12%	4	61,00593	1,60748	0,80374
C-CCA-7-8%	4	67,88396	1,93737	0,96869
C-CCA-7-12%	4	67,70147	2,01284	1,00642
C-CCA-14-10%	4	57,98189	2,92894	1,46447

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	6	404,51911	67,41985	8,62487	8,42127E-5
Error	21	164,15508	7,81691		
Total	27	568,67419			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics			
R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,71134	0,04394	2,79587	63,63397

(a)

Tukey Test									
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL	
C-REF C-SA8%	-7,38872	1,97698	5,28545	0,01762	0,05	1	-13,81546	-0,96198	
C-CCA20-8% C-SA8%	-5,43708	1,97698	3,88935	0,13409	0,05	0	-11,86362	0,98996	
C-CCA20-8% C-REF	1,95164	1,97698	1,39609	0,95138	0,05	0	-4,47609	0,37838	
C-CCA20-12% C-SA8%	-6,95751	1,97698	4,97698	0,02834	0,05	1	-13,38425	-0,53077	
C-CCA20-12% C-REF	0,43122	1,97698	0,30847	0,99999	0,05	0	-5,99552	6,85795	
C-CCA20-12% C-CCA20-8%	-1,52043	1,97698	1,08762	0,98558	0,05	0	-7,94717	4,90631	
C-CCA7-8% C-SA8%	-0,27948	1,97698	0,19992	1	0,05	0	-6,70622	6,14726	
C-CCA7-8% C-REF	7,10924	1,97698	5,08553	0,024	0,05	1	0,6825	13,53598	
C-CCA7-8% C-CCA20-8%	5,1576	1,97698	3,68944	0,17318	0,05	0	-1,26914	11,58434	
C-CCA7-8% C-CCA20-12%	6,67803	1,97698	4,77706	0,03831	0,05	1	0,25129	13,10477	
C-CCA7-12% C-SA8%	-0,26196	1,97698	0,18739	1	0,05	0	-6,6887	6,16477	
C-CCA7-12% C-REF	7,12676	1,97698	5,09805	0,02354	0,05	1	0,70002	13,5535	
C-CCA7-12% C-CCA20-8%	5,17511	1,97698	3,70197	0,17049	0,05	0	-1,25163	11,60185	
C-CCA7-12% C-CCA20-12%	6,69554	1,97698	4,78959	0,0376	0,05	1	0,2688	13,12228	
C-CCA7-12% C-CCA7-8%	0,01751	1,97698	0,01253	1	0,05	0	-6,40922	6,44425	
C-CCA14-10% C-SA8%	9,98155	1,97698	7,1402	8,99578E-4	0,05	1	16,40829	-3,55481	
C-CCA14-10% C-REF	-2,9823	1,97698	1,85476	0,83915	0,05	0	-9,01957	3,83391	
C-CCA14-10% C-CCA20-8%	-4,54447	1,97698	3,25084	0,28994	0,05	0	-10,97121	1,88226	
C-CCA14-10% C-CCA20-12%	-3,02405	1,97698	2,16322	0,72496	0,05	0	-9,45078	3,40269	
C-CCA14-10% C-CCA7-8%	-9,70207	1,97698	6,94028	0,00124	0,05	1	-16,12881	-3,27534	
C-CCA14-10% C-CCA7-12%	-9,71959	1,97698	6,95281	0,00122	0,05	1	-16,14633	-3,29285	

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0.05 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0.05 level.

(b)

Figura 96: Análise de variância (ONE WAY – ANOVA) dos resultados de resistência à compressão aos 28 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).

A Figura 97 apresenta os resultados da análise de variância (Figura 97-a) e do teste de Tukey (Figura 97-b) para a idade de 91 dias.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
C-SA-8%	3	73,56187	2,51851	1,45406
C-REF	3	64,8043	3,23343	1,86682
C-CCA-20-8%	3	68,59118	1,91186	1,10381
C-CCA-20-12%	3	73,12448	2,48377	1,434
C-CCA-7-8%	3	72,24367	0,65853	0,3802
C-CCA-7-12%	3	72,68738	1,35888	0,78455
C-CCA-14-10%	3	68,78671	2,51177	1,45017

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	6	189,28562	31,5476	6,27162	0,00226
Error	14	70,42297	5,03021		
Total	20	259,70859			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics			
R-Square	Coeff Var	Root MSE	Data Mean
0,72884	0,03179	2,24281	70,5428

(a)

Tukey Test									
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL	
C-REF C-SA8%	-8,75767	1,83125	6,76319	0,00419	0,05	1	-15,01053	-2,50462	
C-CCA20-8% C-SA8%	-4,97069	1,83125	3,8387	0,16509	0,05	0	-11,22365	1,28227	
C-CCA20-8% C-REF	3,78689	1,83125	2,92449	0,41914	0,05	0	-2,46607	10,03884	
C-CCA20-12% C-SA8%	-0,43739	1,83125	0,33778	0,99998	0,05	0	-6,69034	5,81557	
C-CCA20-12% C-REF	8,32019	1,83125	6,42541	0,00646	0,05	1	2,06723	14,57315	
C-CCA20-12% C-CCA20-8%	4,5333	1,83125	3,50092	0,23913	0,05	0	-1,71965	10,78626	
C-CCA7-8% C-SA8%	-1,3182	1,83125	1,018	0,98891	0,05	0	-7,57116	4,93476	
C-CCA7-8% C-REF	7,43938	1,83125	5,74519	0,01549	0,05	1	1,18642	13,69233	
C-CCA7-8% C-CCA20-8%	3,65249	1,83125	2,8207	0,45823	0,05	0	-2,60047	9,90545	
C-CCA7-8% C-CCA20-12%	-0,88081	1,83125	0,68022	0,99874	0,05	0	-7,13377	5,37214	
C-CCA7-12% C-SA8%	-0,87449	1,83125	0,67534	0,99879	0,05	0	-7,12744	5,37847	
C-CCA7-12% C-REF	7,88309	1,83125	6,08785	0,00996	0,05	1	1,63013	14,13605	
C-CCA7-12% C-CCA20-8%	4,0962	1,83125	3,16336	0,3364	0,05	0	-2,15675	10,34916	
C-CCA7-12% C-CCA20-12%	-0,43711	1,83125	0,33756	0,99998	0,05	0	-6,69006	5,81586	
C-CCA7-12% C-CCA7-8%	0,44371	1,83125	0,34266	0,99998	0,05	0	-5,80924	6,69667	
C-CCA14-10% C-SA8%	-4,77516	1,83125	3,6877	0,19544	0,05	0	-11,02812	1,47779	
C-CCA14-10% C-REF	3,98241	1,83125	3,07548	0,36557	0,05	0	-2,27055	10,23537	
C-CCA14-10% C-CCA20-8%	0,19553	1,83125	0,151	1	0,05	0	-6,05743	6,44848	
C-CCA14-10% C-CCA20-12%	-4,33778	1,83125	3,34992	0,27969	0,05	0	-10,59073	1,91518	
C-CCA14-10% C-CCA7-8%	-3,45697	1,83125	2,6697	0,51775	0,05	0	-9,70992	2,79599	
C-CCA14-10% C-CCA7-12%	-3,90068	1,83125	3,01237	0,38746	0,05	0	-10,15364	2,35228	

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0.05 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0.05 level.

(b)

Figura 97: Análise de variância (ONE WAY – ANOVA) dos resultados de resistência à compressão aos 91 dias; teste de Tukey ($p > 0,05$).

9.1.2 Análise Fatorial dos Resultados de Resistência à Compressão Uniaxial dos Concretos com Cinza da Casca de Arroz

A Figura 98 apresenta as tabelas das estimativas dos efeitos para a análise fatorial dos resultados de resistência à compressão gerados pelo programa *Statistica*. Figura 98-a, a Figura 98-b, a Figura 98-c e a Figura 98-d apresenta a análise das idades de 3, 7, 28 e 91 dias respectivamente. Nas imagens é possível visualizar os valores encontrados para R^2 , os valores dos efeitos, o valor de p associado a cada um dos fatores, os valores dos coeficientes das equações que definem o modelo.

Workbook11* - Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 3 dias; R-sqr=.64616; Adj.:.5518 (Design3 dias)

Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 3 dias; R-sqr=.64616; Adj.:.5518 (Design3 dias)

2**(2-0) design; MS Residual=649429

DV: Resistência à compressão aos 3 dias

Factor	Effect	Std Err.	t(15)	p	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit	Coeff.	Std Err. Coeff.	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit
Mean/Inter.	53.15312	4.21846	126.0011	0.000000	52.25398	54.05227	53.15312	0.421846	52.25398	54.05227
Curvat.	-4.59125	0.86554	-2.3860	0.030554	-6.52235	-0.48015	-2.35062	0.843277	-4.26117	-0.24008
(1)Teor de substituição	0.32125	0.843693	0.3808	0.708715	-1.47704	2.11954	0.16063	0.421846	-0.73852	1.05977
(2)Tamanho médio das partículas	-3.66625	0.843693	-4.3455	0.000577	-5.46454	-1.86796	-1.83312	0.421846	-2.73227	-0.93398
1 by 2	1.37875	0.843693	1.6342	0.123028	-0.41954	3.17704	0.68937	0.421846	-0.20977	1.58852

(a)

Workbook16* - Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 7 dias; R-sqr=.77045; Adj.:.70924 (Design7dias)

Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 7 dias; R-sqr=.77045; Adj.:.70924 (Design7dias)

2**(2-0) design; MS Residual=5.521022

DV: Resistência à compressão aos 7 dias

Factor	Effect	Std Err.	t(15)	p	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit	Coeff.	Std Err. Coeff.	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit
Mean/Inter.	59.19437	0.587421	100.7699	0.000000	57.9423	60.44643	59.19437	0.587421	57.94232	60.44643
Curvat.	-3.59875	2.627028	-3.6538	0.002351	-15.1981	3.99593	-4.79938	1.313514	-7.59906	-1.99969
(1)Teor de substituição	2.04375	1.174843	1.7396	0.102402	-0.4604	4.5478	1.02187	0.587421	-0.23018	2.27393
(2)Tamanho médio das partículas	-6.77625	1.174843	-5.7678	0.000037	-9.2804	-4.2721	-3.38813	0.587421	-4.64018	-2.13607
1 by 2	0.98375	1.174843	0.8373	0.415541	-1.5204	3.4878	0.49188	0.587421	-0.76018	1.74393

(b)

Workbook6* - Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 28 dias; R-sqr=.82813; Adj.:.7823 (Design28dias)

Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 28 dias; R-sqr=.82813; Adj.:.7823 (Design28dias)

2**(2-0) design; MS Residual=4.021968

DV: Resistência à compressão aos 28 dias

Factor	Effect	Std Err.	t(15)	p	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit	Coeff.	Std Err. Coeff.	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit
Mean/Inter.	64.72871	0.501371	129.1038	0.000000	63.6601	65.7974	64.72875	0.501371	63.66010	65.79740
Curvat.	-13.4925	2.242200	-6.0179	0.000024	-18.2716	-8.7133	-6.74625	1.21100	-9.13582	-4.35668
(1)Teor de substituição	-0.7525	1.002742	-0.7504	0.464598	-2.8898	1.3847	-0.37625	0.501371	-1.44490	0.69240
(2)Tamanho médio das partículas	-5.9250	1.002742	-5.9088	0.000029	-8.0623	-3.7877	-2.96250	0.501371	-4.03115	-1.89385
1 by 2	-0.7700	1.002742	-0.7678	0.454469	-2.9073	1.3672	-0.38500	0.501371	-1.45365	0.68365

(c)

Workbook20* - Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 91 dias; R-sqr=.6148; Adj.:.46072 (Design91dias)

Effect Estimates; Var.: Resistência à compressão aos 91 dias; R-sqr=.6148; Adj.:.46072 (Design91dias)

2**(2-0) design; MS Residual=3.063727

DV: Resistência à compressão aos 91 dias

Factor	Effect	Std Err.	t(10)	p	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit	Coeff.	Std Err. Coeff.	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit
Mean/Inter.	71.66163	0.554055	129.3403	0.000000	70.4272	72.89616	71.66161	0.554055	70.42716	72.89616
Curvat.	-5.75687	2.477810	-2.3233	0.042534	-11.2776	-0.23578	-2.87833	1.238905	-5.53879	-0.11788
(1)Teor de substituição	2.49000	1.108111	2.2471	0.048420	0.0210	4.95900	1.24500	0.554055	0.01049	2.47951
(2)Tamanho médio das partículas	-1.60667	1.108111	-1.4499	0.177711	-4.0757	0.86236	-0.80333	0.554055	-2.03785	0.43118
1 by 2	2.04667	1.108111	1.8470	0.094511	-0.4224	4.51566	1.02333	0.554055	-0.21118	2.25785

(d)

Figura 98: Tabela das estimativas dos efeitos geradas pelo programa *Statistica*: resistência à compressão aos 3 dias (a); resistência à compressão aos 7 dias (b); resistência à compressão aos 3 dias (d); resistência à compressão aos 3 dias (d).

9.1.3 Análise Fatorial da Retração Autógena dos Concretos com Cinza da Casca de Arroz

A Figura 99 apresenta a estimativa dos efeitos para o ensaio de retração autógena dos concretos com cinza da casca de arroz gerada pelo programa *Statistica*. A Figura 99-a e a Figura 99 -b apresenta respectivamente os resultados para as idades de 28 e 100 dias. Em destaque estão apresentados os resultados de R^2 , os efeitos de cada um dos fatores, os valores de p e os coeficientes fundamentais para obter a equação do modelo.

Factor	Effect	Std. Err.	t(10)	p	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit	Coeff.	Std. Err. Coeff.	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit
Mean/Interc.	-258.282	9.97997	-25.880	0.000000	-280.519	-236.046	-258.282	9.97997	-280.519	-236.046
Curvatr.	75.923	44.63177	1.7011	0.119759	-23.523	175.369	37.961	22.31588	-11.762	87.684
(1)Teor de substituição	29.604	19.95993	1.4832	0.168839	-14.869	74.078	14.802	9.97997	-7.435	37.039
(2)Tamanho médio das partículas	-63.796	19.95993	-3.1962	0.009553	-108.269	-19.322	-31.898	9.97997	-54.135	-9.661
1 by 2	107.460	19.95993	5.3838	0.000308	62.986	151.933	53.730	9.97997	31.493	75.967

(a)

Factor	Effect	Std. Err.	t(10)	p	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit	Coeff.	Std. Err. Coeff.	-95. % Cnf Limit	+95. % Cnf Limit
Mean/Interc.	-362.432	10.30074	-35.1850	0.000000	-385.383	-339.480	-362.432	10.30074	-385.383	-339.480
Curvatr.	37.787	46.06631	0.8203	0.431183	-64.856	140.429	18.893	23.03315	-32.428	70.214
(1)Teor de substituição	12.274	20.60148	0.5958	0.564570	-33.629	58.177	6.137	10.30074	-16.815	29.088
(2)Tamanho médio das partículas	-60.126	20.60148	-2.9185	0.015339	-106.029	-14.223	-30.063	10.30074	-53.014	-7.111
1 by 2	122.851	20.60148	5.9651	0.000138	76.988	168.793	61.445	10.30074	38.494	84.397

(b)

Figura 99: Tabela da estimativa dos efeitos gerada pelo programa *Statistica*: Retração autógena aos 28 dias (a); Retração autógena aos 100 dias (b).

9.1.4 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autógena

A Figura 100 apresenta análise de variância e o teste de Tukey gerados pelo programa *Origin Pro 8* para os resultados de retração autógena dos concretos C-CCA20-12%, C-SA-8% e C-REF na idade de 100 dias. O primeiro quadrado vermelho apresenta o resultado da análise de variância. Foi possível observar que o valor de F foi

muito maior que o valor de p, o que indicou que pelo menos dois resultados apresentaram diferenças significativas entre os seus resultados. O passo seguinte consistiu na análise múltipla dos resultados pelo teste de Tukey. Na aba chamada *Tukey Test* são apresentados os resultados encontrados para o teste de Tukey. O valor de SIG igual a 1 nas relações entre o concreto C-CCA20-12% com os concretos de referência foram fundamentais para que fosse possível constatar o efeito mitigatório da cinza da casca de arroz.

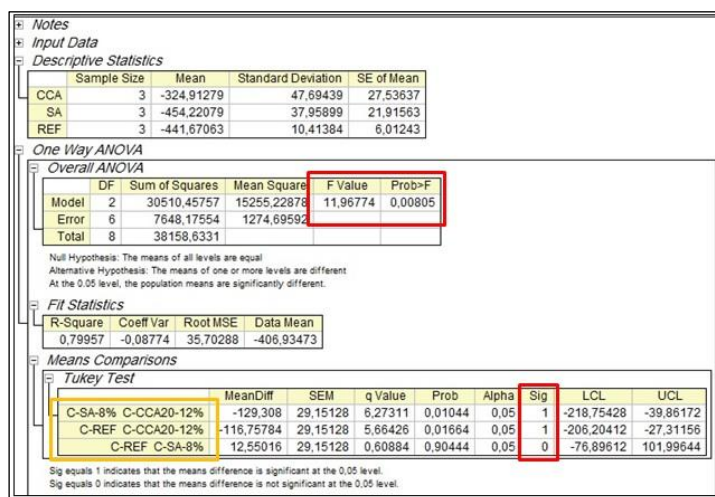
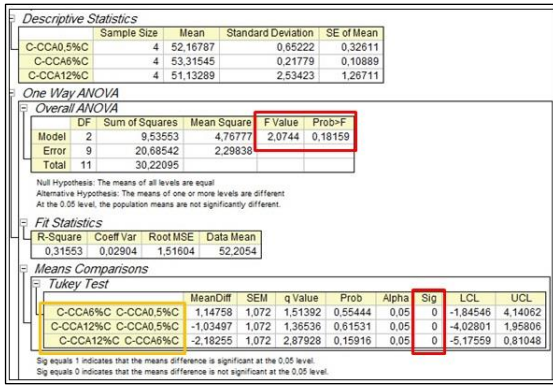


Figura 100: Análise de variância e teste de Tukey para a idade de 28 dias

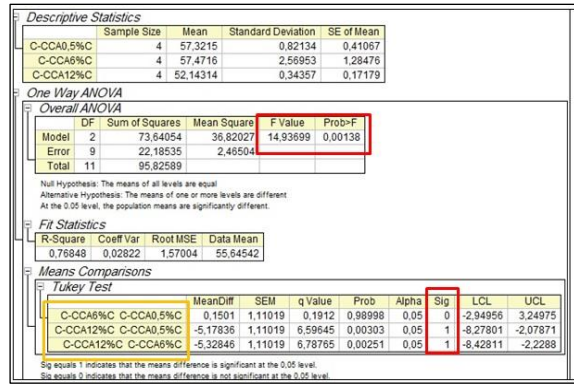
9.2 Estudo da Influência do Teor de Carbono Residual das Cinzas da Casca de Arroz

9.1.1 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Resistência à Compressão

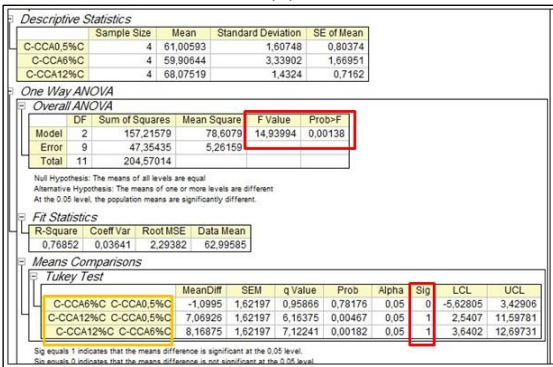
A Figura 101 apresenta a análise de variância gerada pelo programa *Origin Pro 8* para os resultados dos ensaios de resistência à compressão para as idades de 3, 7, 28 e 91 dias. Foi observado em todas as idades que houve diferenças significativas entre os resultados. Por isso é importante observar os valores encontrados para F em destaque no primeiro quadro vermelho. Na aba chamada *Tukey Test* são apresentados o teste de Tukey. É importante ressaltar que quando SIG igual a 0 não houve diferenças significativas entre os resultados (retângulo amarelo), e quando SIG igual a 1 significa que diferenças significativas entre os resultados foram observadas.



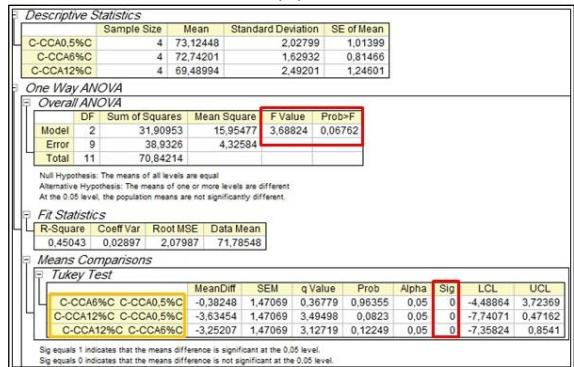
(a)



(b)



(c)

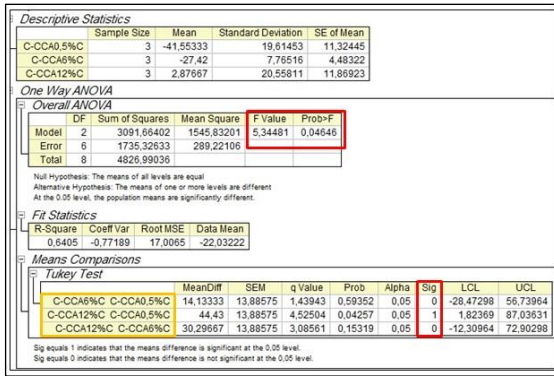


(d)

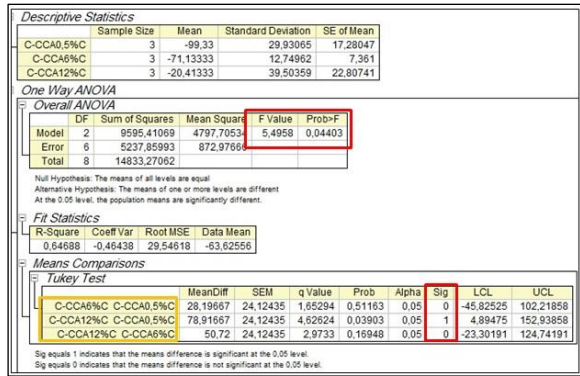
Figura 101: Análise de variância e teste de Tukey para os resultados de resistência à compressão: 3 dias (a); 7 dias (b); 28 dias (c); 91 dias (d).

9.1.2 Análise de Variância e Teste de Tukey para os Resultados de Retração Autógena

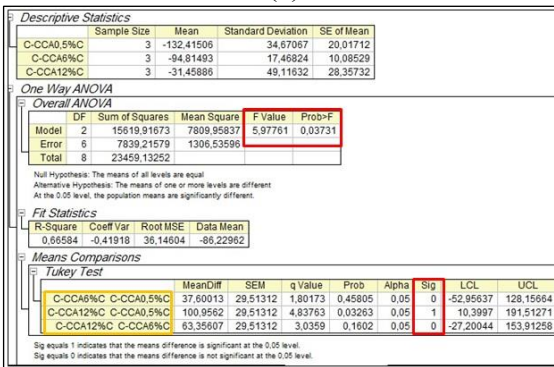
A Figura 102 apresenta as imagens geradas pelo programa *Origin Pro 8* durante as análises de variância para os resultados de retração autógena nas idades de 1, 3, 7, 28 e 100 dias. Na Figura 102-a, Figura 102-b, Figura 102-c são apresentados os resultados da análise para 1, 3 e 7 dias. É importante ressaltar que o valor F foi maior que o valor de p, o que indicou que houve diferença significativa entre pelo menos dois resultados. Na aba chamada *Tukey Test* estão disponíveis os resultados do teste de Tukey. Conforme já discutido nos resultados (item 5.3.6) os concretos C-CCA12%C e C-CCA0,5%C apresentam diferenças significativas em seus resultados. Para as idades de 28 e 100 dias observou-se o valor de F encontrado foi inferior ao valor de p o que indicou que não foram observadas diferenças significativas entre os resultados.



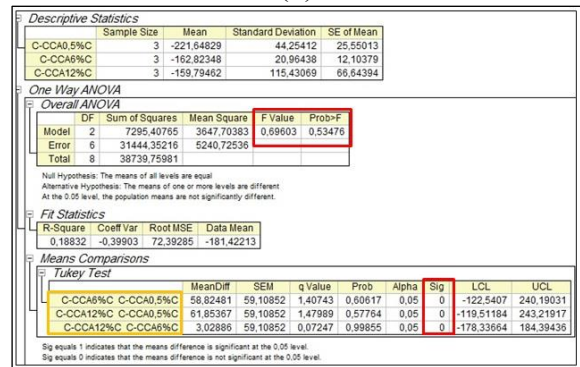
(a)



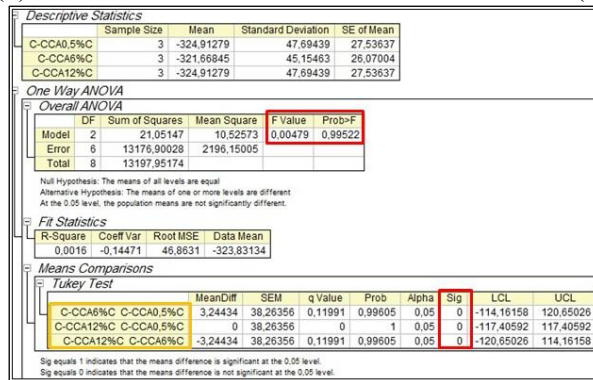
(b)



(c)



(d)



(g)

Figura 102: Análise de variância e teste de Tukey para os resultados de retração autógena: 1 dias (a); 3 dias (b); 7 dias (c); 28 dias (d); 100 dias (e).