

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA**

**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**CARACTERIZAÇÃO DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE  
PARA MITIGAÇÃO DE RETRAÇÃO AUTÓGENA EM  
MICROCONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA**

**WAGNER NUNES DE ANDRADE NETO**

**ORIENTADOR: EUGÊNIA FONSECA DA SILVA**

**MONOGRAFIA DE PROJETO FINAL EM SISTEMAS  
CONSTRUTIVOS E MATERIAIS**

**BRASÍLIA / DF: DEZEMBRO / 2014**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

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

**CARACTERIZAÇÃO DE POLÍMERO SUPERABSORVENTE  
PARA MITIGAÇÃO DE RETRAÇÃO AUTÓGENA EM  
MICROCONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA**

**WAGNER NUNES DE ANDRADE NETO**

MONOGRAFIA DE PROJETO FINAL SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE BACHAREL EM ENGENHARIA CIVIL.

**APROVADA POR:**

---

**EUGÊNIA FONSECA DA SILVA, D. Sc. (UnB)**

**(ORIENTADOR)**

---

**JOÃO HENRIQUE DA SILVA RÊGO, D.Sc. (UnB)**

**(EXAMINADOR INTERNO)**

---

**MANUEL ALEJANDRO ROJAS MANZANO, M.Sc. (UnB)**

**(EXAMINADOR EXTERNO)**

**DATA: BRASÍLIA/DF, 08 de Dezembro de 2014.**

## **FICHA CATALOGRÁFICA**

NETO, WAGNER NUNES DE ANDRADE

Caracterização de polímero superabsorvente para mitigação de retração autógena em microconcretos de alta resistência

[Distrito Federal] 2014.

xiv, 92 p., 297 mm (ENC/FT/UnB, Bacharel, Engenharia Civil, 2014)

Monografia de Projeto Final - Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental.

- |                             |                   |
|-----------------------------|-------------------|
| 1. Polímero superabsorvente | 2. Concreto       |
| 3. Retração autógena        | 4. Caracterização |
| I. ENC/FT/UnB               | 5. Ensaio         |

## **REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA**

NETO, W. N. A. (2014). Caracterização de polímero superabsorvente para mitigação de retração autógena em microconcretos de alta resistência. Monografia de Projeto Final, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 106 p.

## **CESSÃO DE DIREITOS**

NOME DO AUTOR: Wagner Nunes de Andrade Neto

TÍTULO DA MONOGRAFIA DE PROJETO FINAL: Caracterização de polímero superabsorvente para mitigação de retração autógena em microconcretos de alta resistência.

GRAU / ANO: Bacharel em Engenharia Civil / 2014.

É concedida à Universidade de Brasília a permissão para reproduzir cópias desta monografia de Projeto Final e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta monografia de Projeto Final pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.

---

Wagner Nunes de Andrade Neto  
SQN 315, bloco F, apartamento 101  
70774-060 – Brasília/DF - Brasil

## **AGRADECIMENTOS**

Ao universo pela oportunidade de estar.

À minha família pelo apoio incondicional.

À professora Eugênia por acredita em mim, até mais do que eu mesmo.

Ao Alejandro pela parceria e apoio, que permitiram este trabalho.

Ao professor João Henrique pela disposição em ajudar.

A todos da UnB que contribuíram de formar direta ou indireta com esses estudos.

Ao pessoal de Furnas Centrais Elétrica S.A. pelo acolhimento e ajuda.

E a todos os amigos, que compartilharam das dificuldades e sempre estiveram lá para ajudar.

## RESUMO

Polímeros superabsorventes (PSA) são materiais que possuem grande capacidade de absorver água e de liberá-la ao meio, à medida que a umidade relativa interna decresce. Devido a essa característica, esses polímeros têm sido estudados para uso como agentes de cura interna em concretos de alto desempenho. Eles atuam mitigando a retração autógena, que é um fenômeno que pode limitar o uso de concreto de alta resistência como material estrutural. Esse trabalho foca na caracterização dos PSAs e na avaliação dos métodos de caracterização existentes. Esse estudo está inserido em uma linha de pesquisa do programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil, do Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da Universidade de Brasília, sobre estratégias mitigadoras da retração autógena em concretos de alta resistência. Primeiro, apresenta-se uma revisão teórica sobre o assunto e depois são realizados ensaios de caracterização para um polímero superabsorvente específico. Os ensaios realizados têm o objetivo de caracterizar o polímero quanto sua composição química, massa específica, formato das partículas, granulometria, capacidade de absorção de água e absorção em meios cimentícios. Foram realizados os ensaios de analisador automático de densidade, granulometria a laser, difratometria de raios x, microscopia óptica, Teabag, cilindro graduado e espalhamento de argamassa. O polímero estudado apresentou partículas esféricas muito finas, com diâmetro médio de 62,28  $\mu\text{m}$ , e uma alta capacidade de absorção de 80,32 g/g em água, e de 15 g/g em meios cimentícios. Os métodos de granulometria a laser, microscopia óptica e cilindro graduado se mostraram ensaios úteis, os demais ensaios apesar de apresentarem alguns problemas, ainda apresentaram pelo menos uma vantagem em sua realização. Comparado à outros PSAs, o PSA estudado apresentou uma alta taxa de absorção e pequenas dimensões de suas partículas.

## ABSTRACT

Superabsorbent polymers (SAP) are materials that have a high capacity of absorbing water and releasing it to the medium as the internal relative humidity decreases. Due to that characteristic, those polymers have been studied for use as internal curing agents in high performance concrete. They act mitigating the autogenous shrinkage, that is a phenomenon that might limitate the use of high strength concrete as a structural material. This work focuses in the characterization of SAP's and in the evaluation of the existing methods of characterization. This study is a part of a line of research from the graduate program in Structures and Civil Construction of the Civil and Environmental Engineer Department of the University of Brasilia, about the use of superabsorbent polymers as an internal curing agent to mitigate the autogenous shrinkage in high strength concrete. First, is presented a theoretic revision about the subject and, later, some characterization tests are undertaken for a specific superabsorbent polymer. The tests have the objective of characterizing the polymer as its chemical composition, bulk density, particles' shape, granulometry, water absorption capacity and absorption in cementitious environment. The performed tests were automatic density analyser, laser granulometry, x ray diffractometry, optical microscopy, Teabag, graduated cylinders and Slump-flow test. The analyzed polymer showed very thin spherical particles, with the medium diameter of 62.28  $\mu\text{m}$  and a high absorption capacity of 80.32 g/g in water, and of 15 g/g in cementitious environments. The methods of laser granulometry, optical microscopy and graduated cylinders proved useful, the others tests showed some issues, although still presented at least one advantage in the method. Comparing to others SAPs, the investigated SAP showed a high absorption rate and small dimensions of its particles.

# SUMÁRIO

| Capítulo   | Página |
|--|--------|
| 1 INTRODUÇÃO .....   | 1      |
| 1.1 IMPORTÂNCIA E ABRANGÊNCIA .....  | 1      |
| 1.2 OBJETIVOS.....   | 2      |
| 1.2.1 OBJETIVO GERAL .....   | 2      |
| 1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....   | 2      |
| 1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO .....  | 3      |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....  | 4      |
| 2.1 CONCRETO DE ALTO DESEMPENHO .....                                      | 4      |
| 2.1.1 EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA DO CONCRETO.....                          | 5      |
| 2.2 RETRAÇÃO AUTÓGENA .....  | 8      |
| 2.2.1 AUTODESSECAÇÃO .....   | 10     |
| 2.2.2 DEPRESSÃO CAPILAR .....  | 12     |
| 2.2.3 FATORES QUE INFLUENCIAM A RETRAÇÃO AUTÓGENA .....                    | 15     |
| 2.2.3.1 RELAÇÃO ÁGUA/MATERIAL CIMENTANTE<br>E O TEOR DE SÍLICA ATIVA ..... | 16     |
| 2.2.3.2 TIPO E TEOR DE CIMENTO .....                                       | 16     |
| 2.3 RETRAÇÃO AUTÓGENA EM CONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA .....               | 17     |
| 2.3.1 SOLUÇÕES PARA A MITIGAÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA .....                 | 19     |
| 2.4 POLÍMEROS SUPERABSORVENTES (PSA) .....                                 | 22     |
| 2.4.1 MECANISMO DE ABSORÇÃO NO PSA .....                                   | 23     |
| 2.4.2 CURA INTERNA .....   | 25     |
| 2.4.3 PSA EM MEIO CIMENTÍCIO .....   | 26     |
| 2.4.4 EFICÁCIA NA REDUÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA .....                       | 27     |
| 2.5 CARACTERIZAÇÃO DO PSA .....  | 30     |
| 2.5.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....   | 30     |

|   |    |
|---|----|
| 2.5.2 GRANULOMETRIA, TAMANHO E FORMATO DAS PARTÍCULAS ..... | 31 |
| 2.5.3 ABSORÇÃO .....  | 34 |
| 2.5.3.1 ABSORÇÃO LIVRE.....                                 | 35 |
| 2.5.3.2 ABSORÇÃO SOB CARGA .....                            | 38 |
| 2.5.3.3 ABSORÇÃO EM MEIO CIMENTÍCIO .....                   | 40 |
| 3. PROGRAMA EXPERIMENTAL .....                              | 47 |
| 3.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....                               | 49 |
| 3.2 ANALISADOR AUTOMÁTICO DE DENSIDADE .....                | 50 |
| 3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA .....                                | 51 |
| 3.4 GRANULOMETRIA A LASER .....                             | 53 |
| 3.5 TEABAG .....  | 55 |
| 3.6 CILINDRO GRADUADO .....                                 | 57 |
| 3.7 ESPALHAMENTO DE ARGAMASSA (SLUMP-FLOW) .....            | 59 |
| 4. ANÁLISE DE RESULTADOS .....                              | 62 |
| 4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....                                | 62 |
| 4.1.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....                             | 62 |
| 4.2 PROPRIEDADES NO ESTADO SECO .....                       | 63 |
| 4.2.1 ANALISADOR AUTOMÁTICO DE DENSIDADE .....              | 63 |
| 4.2.2 MICROSCOPIA ÓPTICA .....                              | 64 |
| 4.2.3 GRANULOMETRIA A LASER .....                           | 65 |
| 4.3 ABSORÇÃO DE ÁGUA .....                                  | 67 |
| 4.3.1 TEABAG .....  | 67 |
| 4.3.2 CILINDRO GRADUADO .....                               | 68 |
| 4.3.3 MICROSCOPIA ÓPTICA .....                              | 69 |
| 4.3.4 COMPARAÇÃO DE RESULTADOS .....                        | 71 |
| 4.4 ABSORÇÃO EM MEIO CIMENTÍCIO .....                       | 72 |
| 4.4.1 ESPALHAMENTO DE ARGAMASSA (SLUMP-FLOW) .....          | 72 |



|  |           |
|--|-----------|
| 4.4.2 COMPARAÇÃO DA ABSORÇÃO EM MEIO CIMENTÍCIO .....  | 75        |
| 4.5 RESUMO DAS CARACTERIZAÇÕES E ENSAIOS .....         | 75        |
| 4.6 COMPARAÇÃO COM PSAS EXISTENTES NA LITERATURA ..... | 77        |
| 5. CONCLUSÕES .....                                    | 79        |
| 5.1 SINOPSE E CONCLUSÃO .....                          | 79        |
| 5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....             | 81        |
| <b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>                | <b>82</b> |
| <b>APÊNDICE A1 .....</b>                               | <b>88</b> |
| <b>APÊNDICE A2 .....</b>                               | <b>91</b> |

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\Delta P$  - intensidade da depressão capilar

$a/c$  – relação água cimento

AFm - Monossulfoaluminato de cálcio hidratado

AFt – agulha de etringita

ARR – aditivo químico redutor de retração

AUL – absorção sob carga

C<sub>3</sub>A – Aluminato tricálcico

C<sub>3</sub>S – Silicato tricálcico

CAD – concreto de alto desempenho

CAR – concreto de alta resistência

CH - Hidróxido de cálcio ou potlandita

CRN – concreto de resistência normal

C-S-H – silicato de cálcio hidratado

$f_{ck}$  – resistência característica à compressão

LG – granulometria a laser

$m_{pol}$  - massa de PSA adicionada ao traço com polímero.

$m_{AD}$  - massa de água total adicionada

$m_{AA}$  - massa de água não absorvida

$p_w$  - massa específica do líquido

$P_g$  - pressão da fase gasosa

$P_L$  - pressão da fase líquida

PSA – polímero superabsorvente

SAP – polímero superabsorvente

$r$  - raio do poro cilíndrico onde existe menisco

$R$  - constante dos gases perfeitos

$RH$  - umidade relativa

$T$  - temperatura

UR – umidade relativa

$V_m$  - volume molar do líquido

$\chi$  - absorção de água por grama de polímero

$\sigma$  - tensão superficial na interface líquido/gás

$\theta_e$  - ângulo de contato entre superfície sólida e fase líquida

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| <b>Figura 2.1</b> – $t = 1$ hora. Formação inicial do C-S-H ao redor dos grãos de clínquer. (TRALDI et al, 2014) .....   | 5  |
| <b>Figura 2.2</b> – $t = 3$ horas. Crescimento renovado de cristais de entrigita. (TRALDI et al, 2014) .....   | 6  |
| <b>Figura 2.3</b> – $t = 5$ horas. Enrijecimento do material com início de pega. (TRALDI et al, 2014) .....  | 6  |
| <b>Figura 2.4</b> – $t = 9$ horas. Consumo da gipsita e dissolução da entrigita. (TRALDI et al, 2014) .....  | 7  |
| <b>Figura 2.5</b> – $t = 28$ dias. Esvaziamento dos poros à medida que a hidratação avança (autodessecação). (TRALDI et al, 2014) .....  | 7  |
| <b>Figura 2.6</b> – Representação do fenômeno da autodessecação no tubo capilar. (a) Capilar com UR interna de 100%. (b) Capilar com $UR < 100\%$ . (c) Detalhe de b. (TRALDI et al, 2014) .....   | 8  |
| <b>Figura 2.7</b> - A autodessecação como consequência do avanço da hidratação (adaptado NAWA e HORITA, 2005 apud ORDÓÑEZ, 2013) .....   | 10 |
| <b>Figura 2.8</b> - Ilustração da equação de Kelvin-Laplace para o caso de um menisco esférico dentro de um capilar cilíndrico, não saturado (GENNES ET AL., 2002, modificado SILVA, 2007) .....   | 13 |
| <b>Figura 2.9</b> – Representação da Retração Autógena (RÊGO e AKITAYA, 2011) .....  | 15 |
| <b>Figura 2.10</b> – Representação diagramática da pasta de cimento em estado fresco com relação a/c de 0,65 e de 0,25 (adaptado AÏTCIN; NEVILLE, 2003) .....  | 17 |
| <b>Figura 2.11</b> – Comparação entre menisco formado em CRN e CAR (TRALDI e AGUIRRE, 2013) .....  | 18 |
| <b>Figura 2.12</b> – Comparação entre partículas de PSA no estado seco e no estado expandido, pós absorção. (JENSEN e HANSEN, 2001). .....   | 22 |
| <b>Figura 2.13</b> – Estruturas da poliacrilamida e do poliacrilato de sódio. (MARCONATO e FRANCHETTI, 2002). .....  | 23 |
| <b>Figura 2.14</b> – Soluções de diferentes concentrações de íons separados por uma membrana semipermeável (a); Ponto de equilíbrio entre as duas soluções (b). (TRALDI e AGUIRRE, 2013) .....   | 24 |
| <b>Figura 2.15</b> – Representação de uma partícula de PSA, a base de ácido policríamida, seca e inchada, após a absorção de água (FRIEDRICH, 2012) .....  | 25 |
| <b>Figura 2.16</b> – Representação da evolução do PSA em função do tempo em um material cimentício: Primeiros minutos – dispersão homogênea de partículas de cimento, água, PSA e agregado; Até o tempo zero – o PSA alcançou a absorção final; Após dias ou semanas – a água foi transportada para dentro da matriz cimentícia e um poro quase vazio permanece. (MÖNNING, 2009, adaptado TRALDI e AGUIRRE, 2013). ..... | 26 |
| <b>Figura 2.17</b> – Retração autógena em concretos com uso de PSA. (adaptado, IGARASHI E WATANABE, 2006). .....   | 28 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Figura 2.18</b> – Retração autógena para os traços com 0,3% de PSA, 0,6% de PSA e referência. (CLARO e SARAIVA, 2012). .....   | 29 |
| <b>Figura 2.19</b> – Retração autógena em microconcretos (TRALDI e AGUIRRE, 2013) .....   | 29 |
| <b>Figura 2.20</b> – Espectro obtido por espectrometria de energia dispersiva. (BAKASS et al., 2006). .....   | 31 |
| <b>Figura 2.21</b> – Polímero superabsorvente, antes do contato com a água. O tamanho das partículas observadas varia no intervalo de 0 a 300 $\mu\text{m}$ . (ESTEVES, 2010). .....  | 32 |
| <b>Figura 2.22</b> – Distribuição de tamanhos de polímero seco por granulometria a laser. (ASSMANN, 2013). .....  | 33 |
| <b>Figura 2.23</b> – Distribuição de tamanhos Do PSA D, obtido por peneiramento com jato a ar. (ASSMANN, 2013). .....   | 34 |
| <b>Figura 2.24</b> – Imagens de partículas de polímero com tamanho expandindo durante absorção em solução sintética. Números se referem a mm. (ESTEVES, 2011) .....   | 36 |
| <b>Figura 2.25</b> – Determinação da capacidade de absorção de água por cilindros graduados. 1: A relação entre volume e massa das partículas de PSA seco é medida. 2a: Uma certa quantidade pequena de PSA seco é colocada em um cilindro graduado. 2b: O cilindro graduado é preenchido com o fluido de interesse. Faz-se a leitura do volume tomado pelas partículas de PSA após a decantação. (JENSEN, 2011). ..... | 37 |
| <b>Figura 2.26</b> – (a) Típico aparato de ensaio AUL. (b) Diversas partes. (ZOHURIAAN-MEHT, 2008). .....   | 39 |
| <b>Figura 2.27</b> – Determinações de espalhamento de argamassas de referência, sem adição de polímeros, com diferentes conteúdos de água em comparação com argamassa contendo 297 ml de água e 0,6 g de polímero. (MÖNNIG, 2005). .....  | 41 |
| <b>Figura 2.28</b> – Resultados do ensaio de espalhamento de argamassa obtidos para dois tipos de PSA, PSA B e PSA D. (ASSMANN, 2013). .....  | 42 |
| <b>Figura 2.29</b> – Esquema básico do funcionamento da granulometria a laser. (adaptado ESTEVES, 2014) .....   | 44 |
| <b>Figura 2.30</b> – Resultados da granulometria a laser no PSA inchado. (a) Valores obtidos de d50 para PSA seco em etanol e inchado na solução C-1. (b) Relação Volume x diâmetro (adaptado ESTEVES, 2014).....   | 45 |
| <b>Figura 3.1</b> – Polímero superabsorvente cedido por JENSEN, estado seco. ....   | 47 |
| <b>Figura 3.2</b> – Representação esquemática dos ensaios realizados .....  | 49 |
| <b>Figura 3.3</b> – Difrátômetro de raios x, modelo ULTIMA IV, fabricante Rigaku .....  | 50 |
| <b>Figura 3.4</b> – Analisador automático de densidade, modelo PENTAPYC 5200e, marca <i>Quantachrome Instruments</i> . .....  | 51 |
| <b>Figura 3.5</b> – Microscópio CELESTRON, modelo #44345.....   | 52 |
| <b>Figura 3.6</b> – Equipamentos utilizados na granulometria a laser. (a) Granulômetro modelo Microcuve, CILAS. (b) Software “The Particle Expert”.....   | 53 |
| <b>Figura 3.7</b> – Esquema representativo do funcionamento do ensaio de granulometria a laser.....   | 54 |

|  |    |
|--|----|
| <b>Figura 3.8</b> – Esquema básico do ensaio de <i>Teabag</i> . (a) Polímero imerso em água. (b) Filtro e polímero deixados escorrendo para retirada do excesso de água. (c) Pesagem da PSA inchado.....   | 55 |
| <b>Figura 3.9</b> – Medição da absorção com areia. (a) Imersão em água. (b) determinação da massa do conjunto areia, PSA e filtro .....  | 57 |
| <b>Figura 3.10</b> – Ensaio do cilindro graduado. (a) Determinação da relação volume/massa do PSA. (b) Colocação de quantidade conhecida de PSA. (c) Imersão em água e mistura, PSA em suspensão. (d) Determinação do volume do PSA inchado..... | 58 |
| <b>Figura 3.11</b> – Ensaio de espalhamento de argamassa. (a) Processo de mistura das argamassas. (b) Moldagem do tronco de cone. (c) Medições do espalhamento .....   | 61 |
| <b>Figura 4.1</b> – Imagens do PSA, obtidas por microscopia óptica, 1600X. ....  | 64 |
| <b>Figura 4.2</b> – Distribuição granulométrica do PSA estudado. ....  | 65 |
| <b>Figura 4.3</b> – Imagens da microscopia óptica 520X. (a) partículas de PSA seco. (b) partículas de PSA inchado .....  | 69 |
| <b>Figura 4.4</b> – Espalhamento dos traços com $a/c = 0,30$ .....   | 72 |
| <b>Figura 4.5</b> – Confirmação dos resultados para o traço com $a/c = 0,30$ .....   | 73 |
| <b>Figura 4.6</b> – Curvas para o traço com $a/c = 0,30$ .....   | 74 |
| <b>Figura 4.7</b> – Relações de absorção por diâmetro médio. ....  | 78 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| <b>Tabela 2.1</b> – Solução sintética para determinação de absorção em meios cimentícios. (adaptado ESTEVES, 2014)..... | 45 |
| <b>Tabela 3.1</b> – Quantitativos de materiais constituintes dos microconcretos de referência por m <sup>3</sup> .....  | 59 |
| <b>Tabela 3.2</b> – Roteiro de mistura das argamassas .....   | 60 |
| <b>Tabela 4.1</b> – Valores de massa específica de PSAs usados em diferentes estudos .....                              | 63 |
| <b>Tabela 4.2</b> – Resumo do ensaio de granulometria .....   | 66 |
| <b>Tabela 4.3</b> – Ensaio de Teabag .....  | 67 |
| <b>Tabela 4.4</b> – Valores do ensaio de cilindro graduado .....  | 68 |
| <b>Tabela 4.5</b> – Áreas e volumes das partículas de PSA seco e inchado .....  | 70 |
| <b>Tabela 4.6</b> – Cálculo da capacidade de absorção .....   | 70 |
| <b>Tabela 4.7</b> – Resumo da capacidade de absorção calculada pelos diferentes métodos .....                           | 71 |
| <b>Tabela 4.8</b> – Comparação de valores para absorção em meio cimentício .....  | 75 |
| <b>Tabela 4.9</b> – Quadro Resumo da caracterização do PSA .....  | 76 |
| <b>Tabela 4.10</b> – Comparação entre diferentes PSAs .....   | 77 |

# 1.INTRODUÇÃO

## 1.1.IMPORTÂNCIA E ABRANGÊNCIA

Atualmente, cada vez mais obras de engenharia impõem maiores desafios às técnicas de engenharia existentes. O uso do concreto de alto desempenho, que antes era uma exceção, tornou-se uma necessidade e realidade na atualidade. Prova disso é a nova norma da ABNT, NBR 6118/2014, em vigor desde 29 de maio de 2014, que prevê uso, com métodos de dimensionamento, de concretos com resistência de até 90 MPa.

O concreto de alto desempenho apresenta diversas vantagens em seu uso, como alta resistência à compressão, alta durabilidade, redução do peso próprio da estrutura, maior rapidez de desforma, baixa porosidade e permeabilidade do concreto e uma série de outras vantagens citadas na literatura. Contudo, um problema existente em concretos de alto desempenho é a alta retração autógena relacionada ao seu uso, que pode causar fissuras, comprometendo o desempenho das estruturas.

Os polímeros superabsorventes (PSA) representam uma nova estratégia de cura interna para a mitigação da retração autógena. Diversas pesquisas, como as de Mönnig (2005), e de Jensen e Hansen (2002) têm sido realizadas para demonstrar a eficácia destes polímeros na redução da retração autógena. Contudo, o seu uso ainda é um assunto recente que deve ser mais estudado, antes que possa ser uma realidade prática.

A caracterização dos PSAs pode facilitar o entendimento do funcionamento destes e possibilitar a criação de métodos seguros e mais precisos de dosagem com PSA. A maior parte dos estudos de caracterização de PSAs explora a capacidade de absorção desses polímeros, e como estes se comportam quando em meios cimentícios, quando da utilização destes como agentes de cura interna.

Este trabalho está inserido em uma linha de pesquisa do PECC (Programa de Pós-Graduação em Estruturas e Construção Civil) do departamento de Engenharia Civil e Ambiental da UnB, iniciada em 2008 na Universidade de Brasília, sobre estratégias para mitigação da retração autógena em concretos de alta resistência. Esta pesquisa foi desenvolvida paralelamente à pesquisa de doutorado do Eng. Manuel Alejandro Rojas Manzano, em cuja tese, serão incorporados os resultados deste trabalho. O uso de polímeros superabsorventes

como agente de cura interna constitui a solução mais recente e a mais promissora na prevenção de fissuração em concretos de alta resistência devido a retração autógena.

A pesquisa relacionada aos PSAs na UnB foi iniciada em 2008, os trabalhos já publicados são os seguintes: MECHTCHERINE et al. (2014); LOPES et al. (2013); (MANZANO et al. (2014); SILVA et al. (2014); GONZALES et al. (2014); TRALDI et al. (2014); SILVA et al. (2013a); SILVA et al. (2013b); ORDOÑEZ et al. (2013); ORDOÑEZ et al. (2012); SILVA et al. (2012); LOPES et al. (2012); SILVA et al. (2011a); SILVA et al. (2011b); SILVA et al. (2011c); SILVA et al. (2010); SILVA et al. (2008).

## **1.2.OBJETIVOS**

### **1.2.1. OBJETIVO GERAL**

O objetivo deste estudo é a caracterização de um polímero superabsorvente para uso em materiais cimentícios com a finalidade de mitigar a retração autógena, assim como, a avaliação dos métodos existentes de caracterização de PSAs.

### **1.2.2.OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Uso das metodologias de microscopia óptica e granulometria a laser para a definição de características do polímero seco;
- Determinação da capacidade de absorção em imersão em água, através dos ensaios de Teabag, microscopia óptica e cilindro graduado, e posterior comparação dos resultados obtidos;
- Determinar a absorção do PSA em meio cimentício com o uso da metodologia do espalhamento de argamassas proposta por MÖNNIG (2005);
- Analisar a praticidade e utilidade dos métodos de caracterização de PSAs existentes pela literatura.



### **1.3. ESTRUTURA DO TRABALHO**

Este trabalho é composto de introdução, revisão bibliográfica, metodologia, análise de resultados e conclusões.

- No Capítulo 1 é apresentada uma introdução ao tema.
- O Capítulo 2 é uma revisão bibliográfica sobre o tema.
- O Capítulo 3 é a metodologia utilizada na pesquisa.
- No Capítulo 4 são analisados os resultados obtidos nos estudos.
- No Capítulo 5 são apresentadas as conclusões.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. CONCRETO DE ALTO DESEMPENHO

Concretos de alto desempenho (CAD) são concretos, que, em relação a concretos comumente utilizados, apresentam vantagens de maior resistência mecânica, maior durabilidade e maior resistência a agentes agressivos (DUDZIAK e MECHTCHERINE, 2008).

Em relação ao patamar de resistência que define o que é um concreto de alto desempenho, há diferentes definições, que dependem do local, do autor e da época.

A NBR 8953/2009 é a norma da ABNT responsável pela classificação dos concretos estruturais. Ela classifica os concretos estruturais em duas classes, dependendo da resistência característica à compressão. A Classe I contém os concretos com resistências entre 20 MPa e 50 MPa enquanto que a Classe II contém os concretos com  $f_{ck}$  entre 55 MPa e 100 MPa.

Os autores Metha e Monteiro definem concretos com resistência a compressão maior que 40 MPa como sendo de alto desempenho (METHA e MONTEIRO, 2008).

De acordo com Vanderlei e Giongo, nos Estados Unidos e nos países europeus, concretos de alto desempenho são aqueles que apresentam  $f_{ck}$  entre 40 e 85 MPa (VANDERLEI e GIONGO, 2007).

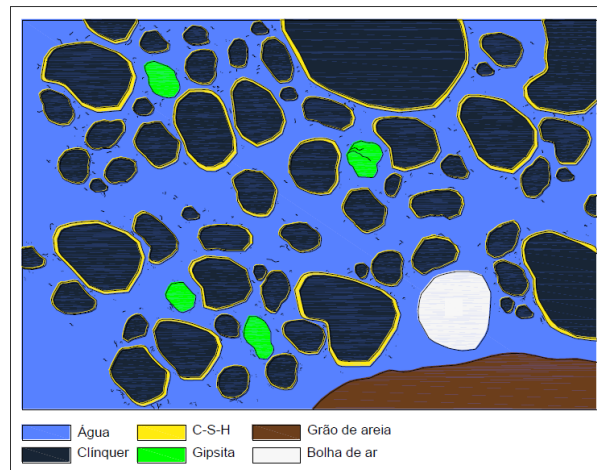
Também existem classificações que dependem de outras características como a relação água/cimento. Por exemplo, para Aitcĭn, concretos de alto desempenho são aqueles que apresentam uma relação água/cimento menor que 0,4 (AITCĪN, 1998).

Os concretos de alto desempenho com o passar dos anos vêm sendo mais comumente empregados e já são uma realidade do estágio atual no qual se encontra a engenharia. A nova norma da ABNT, NBR 6118/2014, já prevê o uso de concretos de resistência de até 90 MPa, mostrando a importância desse material nos projetos de engenharia da atualidade.

Além das vantagens já citadas, outras vantagens do concreto de alto desempenho são citadas por toda a bibliografia existente sobre o assunto. Entre elas, pode-se falar da redução do peso próprio da estrutura, da maior rapidez na desforma, da baixa porosidade e permeabilidade do concreto, etc.

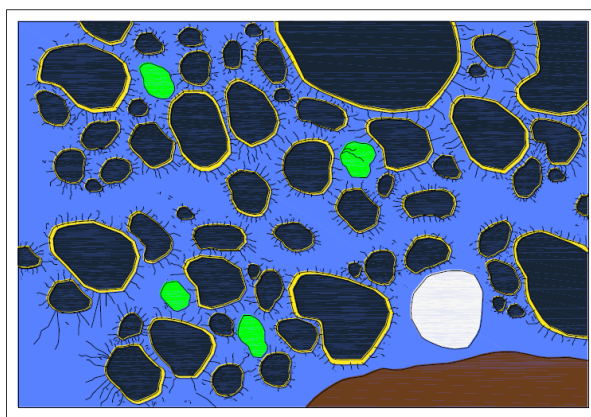
### 2.1.1. EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA DO CONCRETO

As Figuras 2.1 a 2.5 ajudam a entender como é a evolução da microestrutura de uma argamassa com baixa relação a/c, em função do tempo de hidratação (VERNET, 1992, modificado TRALDI et al, 2014).



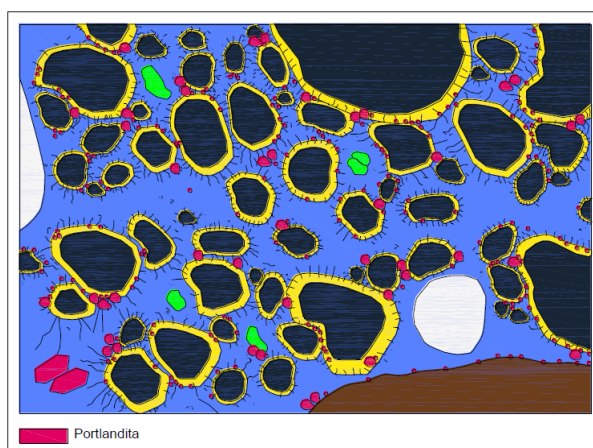
**Figura 2.1** –  $t = 1$  hora. Formação inicial do C-S-H ao redor dos grãos de clínquer. (TRALDI et al, 2014)

No primeiro estágio, Figura 2.1, os grãos de clínquer começam a se hidratar formando C-S-H. Os íons sulfato, provenientes da dissolução da gipsita se difundem pela água de amassamento (VERNET, 1992). Observa-se uma elevada dissolução do  $C_3A$  e também da gipsita (TAYLOR, 1992). Logo após a mistura com água, um gel rico em alumina e sílica, contendo também cálcio e sulfato, é formado ao redor dos grãos de clínquer. Algumas pequenas hastes de etringita primária (AFt) ocorrem na superfície e em alguma distância dos grãos (TAYLOR, 1997).



**Figura 2.2** –  $t = 3$  horas. Crescimento renovado de cristais de etringita. (TRALDI et al, 2014)

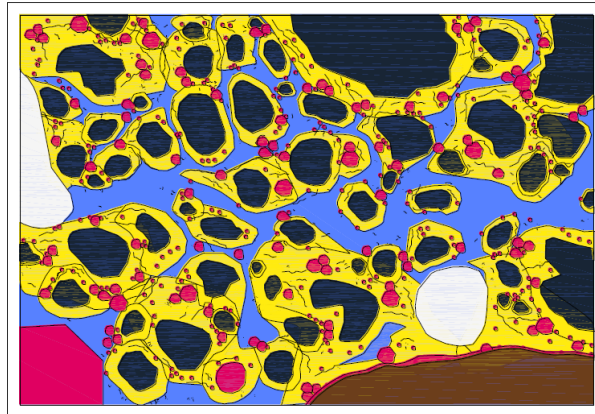
Na Figura 2.2, às 3 horas, observa-se um crescimento renovado de cristais AFt, que são mais aciculares do que os que foram formados anteriormente. Seus comprimentos são tipicamente de 1-2  $\mu\text{m}$ , podendo chegar a 10  $\mu\text{m}$ . A sua formação é associada com um ressalto de calor na curva de evolução do calor (TAYLOR, 1992). Esse fato impede a pega imediata (VERNET, 2012).



**Figura 2.3** –  $t = 5$  horas. Enrijecimento do material com início de pega. (TRALDI et al, 2014)

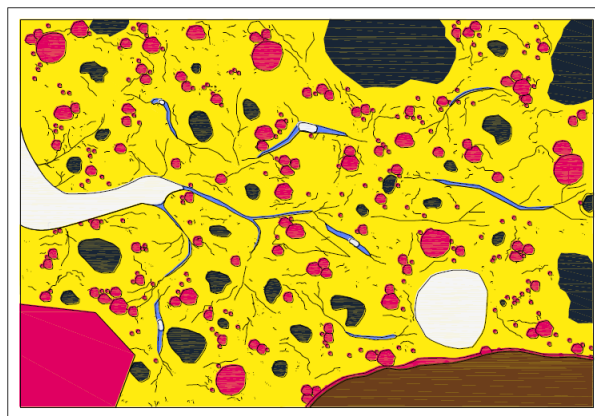
Às 5 horas, Figura 2.3, o C-S-H já forma uma camada espessa em torno dos grãos de clínquer anidro, com cerca de 0,5  $\mu\text{m}$  de espessura, e os grãos adjacentes começam a se unir. As camadas de C-S-H na superfície dos grãos de clínquer, assim como os cristais de portlandita e de etringita começam a se interpenetrar. O material se enrijece, é o início da pega (VERNET, 1992).

Com a hidratação avançando, os subconjuntos contínuos de grãos ligados mecanicamente se interligam, formando um caminho sólido contínuo, de face a face, e iniciando o endurecimento do material. É o tempo zero ou transição suspensão-sólido.



**Figura 2.4** –  $t = 9$  horas. Consumo da gipsita e dissolução da etringita. (TRALDI et al, 2014)

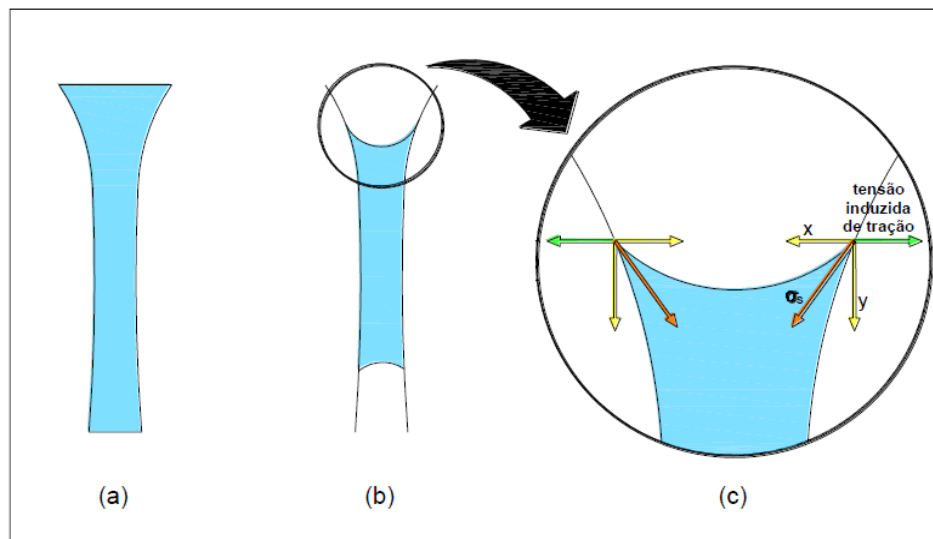
Com a continuação da hidratação, há aumento da espessura da camada dos produtos de hidratação formada. Além do C-S-H e CH, da hidratação do  $C_3S$ , ocorre a dissolução de etringita e formação de placas hexagonais de AFm, proveniente da reação do  $C_3A$  com a etringita. Taylor (1992) diz que a formação desse composto ocorre de 1 a 3 dias.



**Figura 2.5** –  $t = 28$  dias. Esvaziamento dos poros à medida que a hidratação avança (autodessecação). (TRALDI et al, 2014)

Com o tempo, ocorre a autodessecação, e os poros se esvaziam pouco a pouco (VERNET, 1992). A água livre no interior dos poros vai diminuindo até que os poros e capilares começam a não estar saturados completamente e o concreto fica conservado em um meio com umidade inferior a 100% (COUTINHO, 1994).

Com o avanço da formação dos hidratos e a menor umidade relativa interna, são formados meniscos nos poros e, em seguida, o raio de curvatura desses meniscos diminui progressivamente. A fase líquida é então tracionada na interface líquido-gás, induzindo uma pressão negativa sobre as paredes dos poros, tendendo a aproximá-las. Para o equilíbrio é necessária uma retração do sólido, essa compressão então é compensada por esforços de tração no concreto, como mostra a Figura 2.6. O concreto, no caso da resistência do material ser menor que as tensões de tração, pode sofrer fissuras.



**Figura 2.6** – Representação do fenômeno da autodessecação no tubo capilar. (a) Capilar com UR interna de 100%. (b) Capilar com UR < 100%. (c) Detalhe de b. (TRALDI et al, 2014)

As próximas seções exemplificam melhor esses processos e como estes devem ser tratados quanto ao uso de concretos de alto desempenho.

## 2.2.RETRAÇÃO AUTÓGENA

A retração autógena é um processo, sem influências externas, que ocorre devido a hidratação do cimento Portland, não sendo resultado de cargas externas, e sem ganho ou perda de massa e sem desenvolvimento de gradientes de umidade ou temperatura. Ela é uma redução macroscópica dos materiais cimentícios, que ocorre em condições específicas de isolamento, após o início da pega, sem mudanças de volume decorrentes de perda ou ingresso de substâncias, variação da temperatura ou aplicações de forças externas (HASPARYK et al., 2007). Em outras palavras, pode-se dizer que a retração autógena é um processo de redução

que ocorre em corpos cimentícios, intrínseco às próprias reações de formação de C-S-H, sem que haja alguma forma de contribuição externa.

A retração autógena deve ser evitada devido aos problemas, como microfissuras ou macro fissuras, que ela pode causar, prejudicando a qualidade do concreto (LURA et al., 2002).

Segundo BALTHAR (2004), a retração autógena pode ser dividida em três fases:

- Contração Inicial;
- Período de Expansão;
- Retração Final.

A primeira etapa, Contração Inicial, ocorre de duas a três horas após a mistura, ainda no estado fluido. É nesta etapa que ocorre o início das reações de hidratação e a contração de Le Chatelier, originária do menor volume dos hidratos formados pelas reações, em comparação com o volume dos reagentes iniciais mais a água. Essa contração não é prejudicial às estruturas de concreto, pois o concreto nessa etapa ainda não apresenta comportamento sólido e logo não sofre fissuração.

Entre quatro a dez horas, podendo ser prolongada até vinte horas, ocorre a segunda etapa, chamada de Período de Expansão. Esta fase está relacionada à formação de grandes cristais de etringita durante a pega, e a uma considerável dilatação térmica proveniente das reações exotérmicas existentes.

Por fim, tem-se a fase da Retração Final ou Autossecagem. Esta fase se inicia após a pega e somente termina quando todo o processo de hidratação do cimento é concluído. É nessa fase que ocorre o maior percentual da retração autógena, onde a hidratação do cimento succiona a água adsorvida, provocando uma tensão capilar no interior dos poros, que gera a aproximação das partículas.

O mecanismo responsável pela retração autógena é a autodessecação, que corresponde a uma diminuição da umidade relativa interna do material (SILVA, 2007).

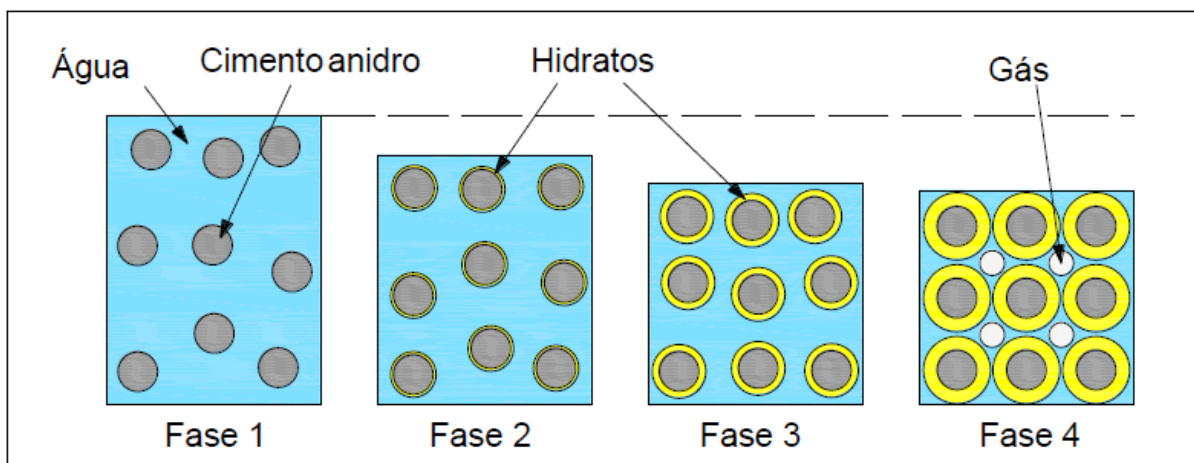
### 2.2.1. AUTODESSECAÇÃO

Após certo tempo que as reações de hidratação tenham começado, é atingido o tempo zero, em que o material se torna suficientemente rígido. O tempo zero é o momento, após o início das reações de hidratação, em que é formado o primeiro trajeto de sólidos contínuos que atravessa plenamente o sistema.

A autodessecação é a diminuição da umidade relativa do material após a pega. Ela ocorre devido ao consumo da água nos poros nos processos de hidratação.

De acordo com Le Chatelier, os produtos das reações de hidratação do cimento têm menor volume que os reagentes. Dessa forma, a medida que a hidratação avança e o material se torna suficientemente rígido, a diminuição de volume se torna incompatível com o que seria admissível pelo esqueleto mineral recém formado. A saída da água dos poros para o uso na hidratação e a diferença entre o volume dos reagentes e dos hidratos fazem com que o volume dos vazios nos poros da pasta de cimento aumente. Com esse aumento dos vazios, ocorre a formação de meniscos na interface água/gás nos poros não saturados, provocando uma tensão capilar que aproxima as partículas de cimento hidratado uma das outras, causando a retração.

A Figura 2.7 demonstra como ocorre o avanço da autodessecação com o avanço da hidratação.



**Figura 2.7** - A autodessecação como consequência do avanço da hidratação (adaptado NAWA e HORITA, 2005 apud ORDÓÑEZ, 2013)



Nas fases 1 e 2 da Figura 2.7 - *A autodessecação como consequência do avanço da hidratação*, durante o período de suspensão, os grãos sólidos estão isolados numa fase líquida conexa. As reduções de volume pela hidratação não encontram resistência, de forma que o volume global diminui.

Na fase 3, o material começa a ganhar rigidez deixando de ter comportamento plástico, logo, as variações de volume começam a encontrar resistência pelo esqueleto mineral sendo formado. Nessa fase ocorre o tempo zero e o material passa pela transição de suspensão para um comportamento de sólido.

Por último, na fase 4, o esqueleto mineral já está difundido por todo o material, e este esqueleto não mais permite reduções de volume compatíveis. Dessa forma começam a surgir os espaços vazios nas porosidades dos capilares da pasta, diminuindo o teor de água, ou seja, reduzindo a umidade relativa. Ocorre a autodessecação.

Segundo SILVA (2007), três mecanismos são os principais responsáveis pelas forças geradoras da retração autógena:

- variação da tensão (ou energia) de superfície de partículas coloidais;
- variação da pressão de disjunção;
- variação da depressão capilar.

A tensão de superfície é resultado de forças assimétricas atuantes na superfície de um líquido. As variações em distâncias atômicas ou moleculares induzem essa tensão tangente a superfície (SILVA, 2007). WITTMANN (1968) diz que em partículas coloidais, a tensão de superfície induz tensões de compressão elevadas, na ordem de 250 MPa.

As variações na tensão de superfície na água adsorvida em um meio cimentício podem ocasionar em altos valores de tensão de compressão que, no caso da autodessecação, resultam em uma aproximação das partículas sólidas no meio, com uma possível contribuição para a retração autógena. Contudo, segundo JENSEN (1995), o mecanismo da variação da tensão de superfície não é o mecanismo de maior importância para o desenvolvimento da retração autógena, pois a UR em meios cimentícios não atinge valores baixos o suficiente que permitam uma maior tensão de compressão.

“O mecanismo da variação da pressão de disjunção diz respeito à interação entre duas superfícies sólidas, muito próximo entre si, na presença de moléculas de água adsorvida. Numa dada temperatura, a espessura da camada de água adsorvida depende da umidade relativa. Porém acima de uma certa umidade relativa, essa camada não consegue mais se desenvolver livremente, porque a distância entre as duas superfícies de contato é muito pequena. Se a umidade continua a crescer, a adsorção de água tende a separar as duas superfícies sólidas e aumentar a pressão chamada de pressão de disjunção. Essa pressão é máxima no estado saturado, de modo que quando o sistema passa de um estado saturado para um não saturado, ocorre retração porque a pressão de disjunção diminui e as duas superfícies se movem, ficando mais próximas.” (SILVA, 2007).

Basicamente, quando ocorre a autodessecação e a umidade relativa no meio cimentício diminui, a pressão de disjunção existente cai, fazendo com que as partículas sólidas se aproximem, contribuindo, assim, com uma possível retração autógena no material cimentício.

Apesar do efeito de aproximação ocasionado pelo mecanismo da variação da pressão de disjunção, esse mecanismo não é considerado como fator preponderante da retração autógena, sendo até mesmo rejeitado por alguns estudiosos, como FELDMAN e SEREDA (KOVELER e ZHUTOVSKY, 2006).

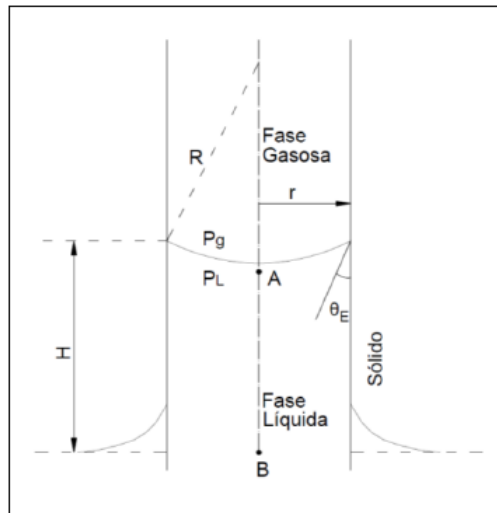
O mecanismo considerado como causa principal da retração autógena é o mecanismo da variação da depressão capilar. A autodessecação está diretamente ligada a esse mecanismo, já que promove a formação das superfícies líquido/gás nos poros. Nessas superfícies, estabelece-se a pressão capilar, ou depressão capilar, que é um gradiente de pressão que resulta na formação de meniscos.

### **2.2.2. DEPRESSÃO CAPILAR**

A depressão capilar é a pressão a qual o líquido fica submetido dentro do poro capilar semi-saturado. Ela é resultado da diferença entre as pressões do líquido e do gás existentes no menisco. A depressão capilar é função da tensão superficial líquido-gás, do raio de curvatura e do ângulo de molhamento (SANTOS et al., 2007).

As equações de Kelvin e de Laplace descrevem o equilíbrio higrométrico entre o líquido e o vapor d'água e o equilíbrio mecânico de um menisco submetido a pressões diferentes. Essas equações explicam o fenômeno da depressão capilar e contribuem para o entendimento da retração autógena como um todo.

A Figura 2.8 ajuda a demonstrar o equilíbrio higrométrico através das equações de Kelvin e Laplace.



**Figura 2.8** - Ilustração da equação de Kelvin-Laplace para o caso de um menisco esférico dentro de um capilar cilíndrico, não saturado (GENNES et al., 2002, modificado SILVA, 2007).

Considerando-se um tubo estreito, o menisco possui o formato de uma parte de esfera. A pressão sobre a interface, ponto A, é dada pela lei de Laplace. Supondo-se que o poro seja cilíndrico com raio médio  $r$ , a curvatura total da superfície esférica é  $2/r$ . A queda de pressão hidrostática entre os pontos B e A equilibra a depressão de Laplace em A (GENNES et al., 2002).

As Leis de Laplace e de Kelvin são como a seguir:

- Lei de Laplace

$$\Delta P = P_g - P_L = \frac{2\sigma}{r} \cos\theta_e \quad (\text{Eq. 2.1})$$

Onde,

$\Delta P$ : intensidade da depressão capilar (MPa)

$P_g$ : pressão da fase gasosa (MPa)

$P_L$ : pressão da fase líquida (MPa)

$\sigma$ : tensão superficial na interface líquido/gás (N/m)

$r$ : raio do maior poro cilíndrico onde existe menisco (m)

$\theta_e$ : ângulo de contato entre superfície sólida e fase líquida

- Lei de Kelvin

$$\boxed{P_L - P_g = \frac{p_w \cdot R \cdot T}{V_m} \cdot \ln(RH)} \quad (\text{Eq. 2.2})$$

Aonde,

$R$ : constante dos gases perfeitos (8,314 J/mol.K)

$T$ : temperatura (K)

$p_w$ : massa específica do líquido (MPa)

$V_m$ : volume molar do líquido (m<sup>3</sup>/mol)

$RH$ : umidade relativa (%)

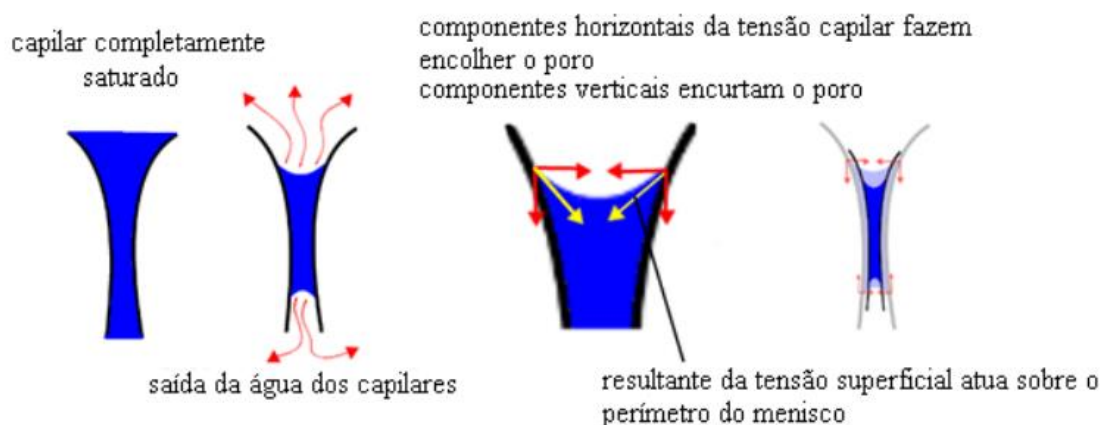
Com as duas leis, pode-se chegar a uma equação que relaciona o raio do menisco, a umidade relativa e a intensidade da depressão capilar.

$$\boxed{\Delta P = P_g - P_L = \frac{2\sigma}{r} \cos\theta_e = -\frac{p_w \cdot R \cdot T}{V_m} \cdot \ln(RH)} \quad (\text{Eq. 2.3})$$

De acordo com Eq. 2.3, pode-se concluir que uma pequena variação da umidade tende a aumentar consideravelmente a pressão capilar. Essa equação ajuda a entender mais adiante a dimensão que as retrações autógenas alcançam em CAD's.

Também, percebe-se pela equação, que quanto mais estreitos os poros, menor  $r$ , maior será a pressão capilar. E que quanto menor for a umidade relativa interna, menor será a dimensão do poro não saturado (SILVA, 2007).

A depressão capilar possibilita o entendimento de como se dá o processo da retração autógena. O menisco criado na interface líquido/gás cria uma força de tração na parte líquida. Esta força cria forças negativas que puxam as paredes dos capilares, e então, para compensar, são criados esforços de tração no concreto, que não possuindo resistência à tração suficiente nas primeiras idades, acaba por sofrer variação volumétrica devido a retração do sistema (SILVA,2007). A Figura 2.9 demonstra as tensões criadas no menisco.



**Figura 2.9** – Representação da Retração Autógena (RÊGO e AKITAYA, 2011)

À medida que a umidade relativa vai diminuindo, a criação de meniscos aumenta, seguida de diminuição progressiva dos raios de curvatura para manter o equilíbrio entre as fases líquida e gasosa. A diferença de pressão criada é exatamente a depressão capilar que aumenta à medida que a auto dessecação progride, como se pode ver na Figura 2.6 mostrada anteriormente.

### 2.2.3. FATORES QUE INFLUENCIAM A RETRAÇÃO AUTÓGENA

A uma dada temperatura, a retração autógena depende da composição da mistura (BENTZ e JENSEN, 2004). Logo, a retração autógena se altera devido a diferentes fatores,

como, à exposição a temperatura, à composição, teor e finura do cimento, ao teor de sílica ativa, ao conteúdo de agregado e à presença de escória (TAZAWA e MIYAZAWA, 1995; JENSEN e HANSEN, 2001; LURA et al., 2001). Portanto, depende também de certos parâmetros de mistura, entre eles, relação a/c (ou água/material cimentante, no caso de CAR) e consumo de cimento (SILVA, 2007).

### **2.2.3.1. RELAÇÃO ÁGUA/MATERIAL CIMENTANTE E O TEOR DE SÍLICA ATIVA**

Quanto a influência da relação água/material cimentante, quanto menor a relação, mais intensa é a diminuição da umidade relativa interna e mais intensa é a retração autógena (WITTMANN, 1968; BAROGHEL-BOUNTY, 1994; SILVA, 2007; LOPES 2011).

Estudos sobre a influência da relação a/c e da sílica ativa na retração autógena, mostraram que as maiores retrações ocorrem para uma menor relação a/c, e que quanto maior a proporção de sílica ativa, maior também será a retração autógena ocorrida (BROOKS et al., 1999; KOJIMA et al., 2001).

### **2.2.3.2. TIPO E TEOR DE CIMENTO**

Estudos de TAZAWA e MIYAZAWA (1999) mostraram que cimentos Portland ricos em C<sub>2</sub>S e com médio calor de hidratação proporcionam menor retração autógena que cimentos Portland comuns. Entretanto, quanto maior o teor de C<sub>3</sub>A, mais intensa será a autodessecação.

Segundo HASPARYK et al. (2005), a retração autógena é maior em cimentos com adições de sílica ativa e escória, e menor naqueles com cinza volante, comparando com concretos com nenhuma adição.

A finura do cimento, provavelmente, por conta da sua influência na porosidade do material, reflete na autodessecação. Para um mesmo tempo de hidratação, e uma mesma relação a/c, um cimento mais fino proporciona uma rede porosa mais fina e a intensidade de variação capilar é possivelmente maior (SILVA, 2007).

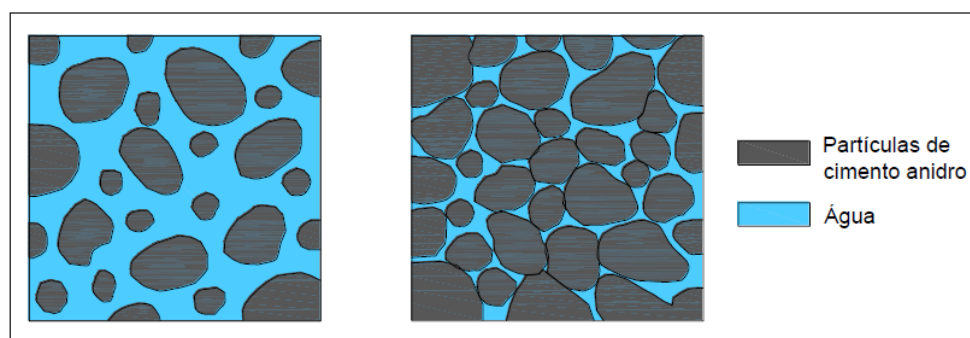
De acordo com TRALDI e AGUIRRE (2013), o mecanismo de autodessecação também depende do teor de cimento, pois a hidratação promove o refinamento dos poros, proporcionando uma maior tensão nos capilares. Logo, quanto maior o teor de cimento, maior será o efeito da autodessecação e consequente retração autógena.

### 2.3.RETRAÇÃO AUTÓGENA EM CONCRETOS DE ALTA RESISTÊNCIA

Enquanto que em concretos de resistência normal, a retração autógena não possui grande relevância, em concretos de alta resistência, esta representa um grande problema em potencial.

Em concretos de resistência normal, a relação a/c é mais alta do que em CAR's, existe mais água do que o necessário para a completa hidratação. Logo os poros ficam saturados durante todo o processo, portanto, não ocorre autodessecação e o equilíbrio termodinâmico do sistema se mantém inalterado, sem geração de forças provocadoras de deformação autógena (MECHTCHERINE e DUDZIAK, 2009). No entanto, no caso dos concretos de alta resistência, a situação é totalmente diferente.

Em concretos de alto desempenho, que possuem baixo teor de água e alta reatividade dos materiais, a estrutura formada resulta em poros muito mais finos, que potencializam a autodessecação, causando uma maior retração (LOPES, 2011). A Figura 2.10 mostra a diferença no espaço entre as partículas de cimento entre concretos de resistência normal, com alto a/c e concretos de alta resistência, com baixo a/c.



**Figura 2.10** – Representação diagramática da pasta de cimento em estado fresco com relação a/c de 0,65 e de 0,25 (adaptado AÏTCIN; NEVILLE, 2003)

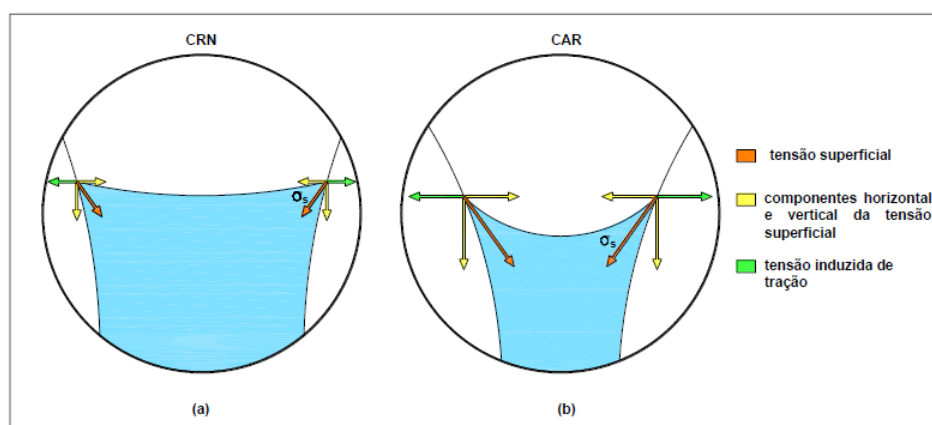
Como se pode notar na Figura 2.10, a pasta com a/c 0,25 tem um espaço bem menor entre os grãos de cimento, enquanto a com a/c 0,65 possui maior espaço entre os grãos. De

acordo com AÏTCIN e NEVILLE (2003), a pasta com a/c 0,65 é muito porosa e rica em produtos de hidratação externos, obtidos pelo processo de dissolução-precipitação, enquanto que a com a/c 0,25 é muito compacta e essencialmente composta pelos produtos de hidratação interna formada pelo processo topoquímico.

Em concretos com alta relação água/cimento, com água além da necessária para a hidratação completa do cimento, os meniscos formados geram tensões de tração muito pequenas, de forma, que a pasta de cimento não retrai por conta da autodessecação. No entanto, no caso de concretos de alta resistência, com baixa relação a/c, a rede de capilares é formada por capilares muito finos. A autodessecação, então, rapidamente gera meniscos nos pequenos capilares, e como muitos grãos de cimento se hidratam rapidamente e simultaneamente, a secagem dos capilares, em caso de ausência de água disponível para preencher os poros vazios, acaba incorrendo em altas tensões de tração, fissurando a pasta de cimento hidratada (AÏTCIN e NEVILLE, 2003; BENTZ e JENSEN, 2004).

Pensando através das equações de Kelvin e Laplace, percebe-se que a menor umidade formada nos poros nos CAR e CAD, e os capilares finos, incorrem em uma maior depressão capilar, gerando, em consequência, maior esforço de tração no material.

A figura 2.11 mostra a diferença entre os meniscos formados em concretos com resistência normal e os formados em CAR's e CAD's, e também as forças resultantes dessa formação.



**Figura 2.11** – Comparação entre menisco formado em CRN e CAR (TRALDI e AGUIRRE, 2013)



A retração autógena é danosa ao concreto de alto desempenho, pois pode provocar elevada fissuração. Havendo restrições, podem ocorrer as fissurações uma vez que esse fenômeno pode facilmente exceder  $1.000 \times 10^{-6}$  (1000 *microstrain*) em pastas (SILVA, 2007). A fissuração pode levar à redução da resistência à compressão, redução da durabilidade, perda de protensão e problemas de ordem estética (BENTZ e JENSEN, 2004).

### 2.3.1. SOLUÇÕES PARA A MITIGAÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA

Em concretos de alta resistência, a retração autógena representa um grande problema em potencial, por isso devem existir soluções para evitá-la. Sabe-se que o parâmetro de mistura que afeta enormemente a retração autógena é a relação a/c. Porém, não se pode aumentar a relação a/c consideravelmente com o intuito de reduzir a retração autógena por causa das exigências de resistência e de durabilidade (SILVA, 2007).

Desde meados da década de 90, diversas pesquisas vêm sendo realizadas com o intuito de reduzir a retração autógena (JENSEN e HANSEN, 2001). TAZAWA e MIYAZAWA (1997), assim como o comitê JCI – *Technical Committee on Autogenous Shrinkage of Concrete* (1998) discorrem que a retração autógena pode ser reduzida usando cimento com teor elevado de C<sub>2</sub>S e baixo conteúdo de C<sub>3</sub>S, características essas, dos cimentos com baixo e moderado calor de hidratação. No entanto afirmam que o efeito desses cimentos é difícil de se quantificar, já que depende também da resistência à compressão do concreto.

Aumentar o conteúdo de gesso no cimento causa expansão autógena, reduzindo a retração autógena, no entanto, é necessário investigar a estabilidade desse cimento (JCI - *Technical Committee on Autogenous Shrinkage of Concrete*, 1998).

Estudos realizados, em pastas de cimento, mostraram que a retração autógena diminui com o uso de aditivos expansores e aditivos redutores de retração por secagem (TAZAWA, 1994; JCI - *Technical Committee on Autogenous Shrinkage of Concrete*, 1998). Contudo, os autores afirmam que mais pesquisas são necessárias quanto ao assunto.

Segundo o Comitê Técnico em retração autógena do concreto (JCI - *Technical Committee on Autogenous Shrinkage of Concrete*, 1998), o uso de aditivo redutor de retração por secagem pode reduzir a tensão superficial dos poros capilares, reduzindo a retração

autógena, sem implicar em modificações a outras propriedades do concreto endurecido. O mesmo comitê, também sugere que a combinação de aditivos expansivos e agentes redutores de retração por secagem podem reduzir a retração autógena, assim como o uso de fibras com alto módulo de elasticidade.

Aditivos químicos são usados como estratégia mitigadora da retração autógena. No entanto, BENTZ e JENSEN (2004) alertam para a necessidade de estudar a compatibilidade do uso destes com outros aditivos e com cimentos e adições. Também é necessário considerar o balanço entre resistência e eficiência da redução da retração autógena, ou seja, é necessária uma investigação experimental para otimização.

Outra possível estratégia mitigadora é o emprego de fibras de pequeno diâmetro e elevado módulo. Porém seu uso necessita de maiores estudos em função do comprometimento da fluidez, no estado fresco, e da resistência mecânica, no estado endurecido (KAYALI *et al*, 1999).

BENTZ e JENSEN (2004) sugerem diferentes alternativas que podem ser uma opção para reduzir a retração autógena:

- Uso de materiais porosos previamente saturados em água para a cura interna, fornecem água aos capilares, à medida que a hidratação avança;
- Uso de fibra de alto módulo, que combate a retração autógena através da restrição mecânica que ela oferece;
- Modificação da composição mineralógica do cimento;
- Controle do tamanho e distribuição das partículas de cimento;
- Redução do volume de pastas, com parte do cimento sendo substituído por outros materiais cimentantes que modifiquem a cinética da reação de hidratação;
- Uso de aditivo químico compensador de retração, cujos agentes expansivos atuam aumentando o volume do concreto, combatendo a redução de volume causada pela retração;
- Uso de aditivo químico de retração (ARR), que diminui a retração por secagem, através da redução da tensão superficial da água e consequente redução da tensão capilar;
- Uso combinado de mais de uma estratégia.

A cura interna é um método de mitigação que consiste na incorporação durante a mistura de algum mecanismo que seja capaz de atuar como reservatório de água. Esse mecanismo libera a água na medida em que a umidade relativa do meio decresce (TAZAWA e MIYAZAWA, 1999). CUSSON e HOOGEVEEN (2008) descrevem o método da cura interna como a introdução de um agente de cura no concreto e esse agente proverá ao sistema a água necessária para a hidratação das partículas do cimento. Essa água de cura interna é naturalmente levada dos poros largos do agente de cura saturado para os poros menores da pasta de cimento.

JENSEN e LURA (2006) ressaltam que para se obter uma performance alta no processo de cura interna, é necessário que o agente usado para a cura interna possua alta capacidade de absorção de água e elevada taxa de liberação desta. As partículas retentoras de água como agregados leves e polímeros superabsorventes (PSA) são consideradas materiais muito promissores para serem usados como agente de cura interna (IGARASHI e WATANABE, 2006).

Com o uso de agregado leve, BENTZ e JENSEN (2004) mencionam que a autodessecação pode ser praticamente eliminada, porém podem surgir problemas, como dificuldade em controlar a consistência e a redução potencial na resistência e no módulo de elasticidade do concreto.

O uso de PSA, como uma técnica de cura interna, foi proposto por Jensen em 2000. Consiste em usar partículas poliméricas superabsorventes e finas, diâmetro de centenas de micrômetros, como um aditivo ao concreto, o que leva a formação de macro poros cheios de água na pasta de cimento. O princípio por trás do funcionamento de redução da retração autógena tem a mesma base do princípio do uso de agregados leves saturados, contudo, a técnica com PSA é mais simples e produz microestrutura altamente controlada, além do que, evita a alta adição indesejada, de agregados com baixa resistência mecânica (JENSEN e HANSEN, 2001).

As próximas seções trazem mais informações sobre os polímeros superabsorventes, que são o foco deste trabalho.

## 2.4. POLÍMEROS SUPERABSORVENTES (PSA)

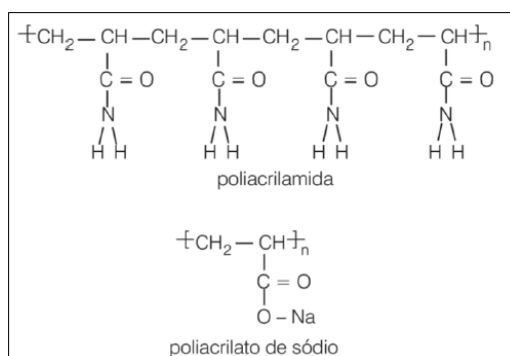
Polímeros superabsorventes, ou PSA, são substâncias expansíveis que podem absorver várias vezes o seu peso em líquido, formando um gel. Os PSAs têm a capacidade de absorver grandes quantidades de líquido do meio em que estão, e reter esses líquidos na sua estrutura sem dissolver. Mesmo quando sobre pressão, o líquido absorvido não é solto e permanece retido nesses polímeros.

A Figura 2.12 mostra uma partícula de PSA antes e depois da absorção. Pode-se notar nela a diferença significativa no volume decorrida da grande capacidade de absorção do polímero.



**Figura 2.12** – Comparação entre partículas de PSA no estado seco e no estado expandido, pós absorção. (JENSEN e HANSEN, 2001).

Segundo JENSEN e HANSEN (2001), esses polímeros podem ser produzidos através de polimerização por suspensão ou polimerização por solução, e as partículas podem ser preparadas em diversos tamanhos e formas. Também, segundo os autores, os PSAs são poliacrilatos covalentemente interligados e poliacrilamidas/poliacrilatos copolimerizados. É por causa da natureza de suas ligações primárias, e da sua estrutura interconectada, que os PSAs são capazes de absorver grandes quantidades de água sem se dissolverem. As estruturas da poliacrilamida e do poliacrilato de sódio podem ser vistas na Figura 2.13.



**Figura 2.13** – Estruturas da poliacrilamida e do poliacrilato de sódio. (MARCONATO e FRANCHETTI, 2002).

Algumas características importantes dos polímeros superabsorventes incluem a capacidade de absorção, a resistência e o módulo de elasticidade do gel inchado. Todas essas propriedades dependem de quão densas são as interconexões da rede. O módulo de elasticidade aumenta e a capacidade de absorção diminui com o aumento da densidade das conexões. Normalmente, as propriedades mecânicas do gel, pós-absorção, são piores quanto maior for o conteúdo de água absorvida (JENSEN e HANSEN, 2001).

A maior utilização dos PSAs ocorre na indústria de produtos de higiene pessoal, com a maior parte dos PSAs produzidos no mundo sendo utilizados como absorventes de urina, em fraldas descartáveis (JENSEN e HANSEN, 2001). Contudo, esses polímeros superabsorventes também podem ser usados para uma diversidade de diferentes aplicações, como por exemplo, na recuperação de solos, na atenuação de impacto das secas, na incrementação em solos aráveis e no combate a incêndios (TRALDI e AGUIRRE, 2013). Além da utilização como agente de cura interna para a prevenção de fissuras em concretos de alta resistência, devido a retração autógena.

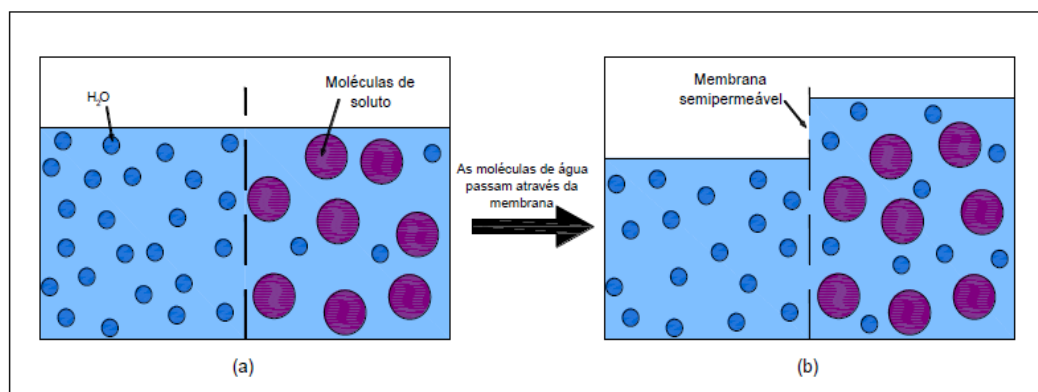
#### 2.4.1. MECANISMO DE ABSORÇÃO NO PSA

O principal fator causador da superabsorvência nos PSAs é a grande força iônica no interior da rede de intercruzamentos que, quando na presença de água, é diluída, fazendo com que a rede se expanda proporcionalmente à quantidade de água absorvida (COSTA, 2004). Quando imersos em um meio com água, os polímeros superabsorventes se expandem por conta

da osmose, que faz com que a água do meio, mais diluído, mova-se para o interior do PSA, mais concentrado.

A osmose pode ser definida como um fenômeno físico-químico que ocorre quando duas soluções aquosas de concentrações diferentes entram em contato através de uma membrana semipermeável.

TRALDI e AGUIRRE (2013) explicam o processo da osmose da seguinte forma. “Quando dois meios, com diferentes concentrações de íons, são separados por uma membrana semipermeável, ocorre espontaneamente a passagem de solvente do meio menos concentrado para o meio mais concentrado, até o equilíbrio. O fluxo ocorre porque a solução menos diluída encontra-se em estado de maior energia. Neste ponto de equilíbrio, a coluna de solução que era menos concentrada estará abaixo da coluna do lado da solução que era mais concentrada. Pressão osmótica é definida como essa diferença de altura entre as soluções. Dessa forma, pressão osmótica de um meio é igual à pressão externa que deve ser aplicada a ela, para se impedir o processo osmótico”. A Figura 2.14 ilustra o processo de osmose.

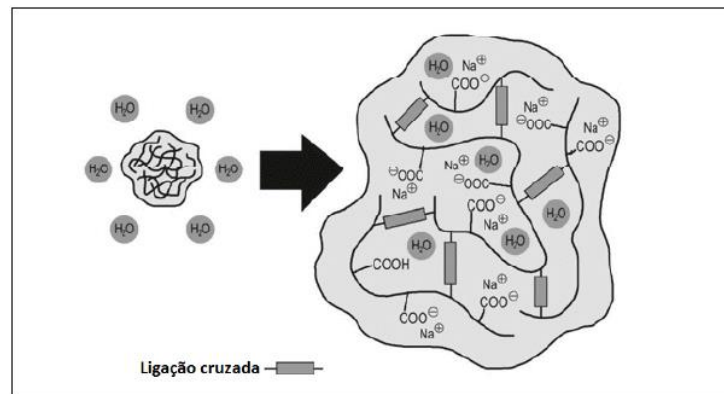


**Figura 2.14** – Soluções de diferentes concentrações de íons separados por uma membrana semipermeável (a); Ponto de equilíbrio entre as duas soluções (b). (TRALDI E AGUIRRE,2013).

Os polímeros superabsorventes existem em dois estados distintos, colapsado e inchado (saturado). A transição entre estados é um resultado de um balanço competitivo entre forças repulsivas, que agem para expandir a rede do polímero, e forças atrativas que agem para retrainir a rede. A matriz macromolecular do PSA é um polieletrólito, ou seja, um polímero com grupos ionizáveis que podem sofrer dissociação quando em solução, resultando em íons, de um sinal, ligados à cadeia e contraíons em solução. Por essa razão, existe uma alta concentração de íons

no interior do PSA, levando a um fluxo de água para dentro do PSA, por osmose. Energia livre elástica se opõem ao inchamento do polímero através de forças retrativas (JENSEN e HANSEN, 2001).

A Figura 2.15 mostra um exemplo das ligações iônicas entre as moléculas do PSA e as da água, que causam a absorção da água pelo PSA.



**Figura 2.15** – Representação de uma partícula de PSA, a base de ácido policríamida, seca e inchada, após a absorção de água (FRIEDRICH, 2012)

Além do fator osmótico, outro fator que contribui para o inchamento do PSA é a presença de grupos hidrófilos ao longo das cadeias dos polímeros. No entanto, este não é tão significativo quanto o fator da força osmótica (JENSEN e HANSEN, 2001).

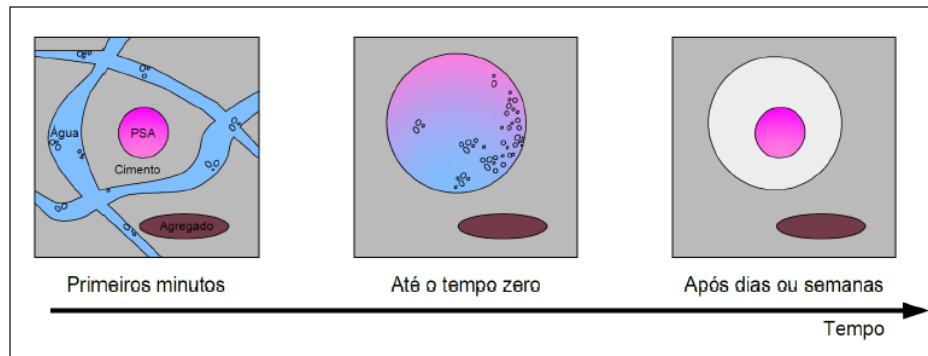
#### 2.4.2. CURA INTERNA

No decorrer da absorção de água pelo PSA, as cargas em seu interior são diluídas, o que causa uma redução da pressão osmótica, até que a rede do polímero atinja seu volume de equilíbrio. Então, a força de reposição da rede polimérica e a pressão osmótica externa trabalham se opondo à pressão osmótica interior que vai diminuindo com inchamento do PSA (TRALDI e AGUIRRE, 2013).

Com a hidratação do cimento, a pressão osmótica externa se torna maior, o que gera um fluxo de água para fora do PSA, desinchando-o. A concentração da umidade relativa do PSA se torna maior do que a concentração da umidade relativa do meio cimentício, de forma que, a água passa do PSA para o meio cimentício. Ou seja, com o avanço da hidratação, o PSA vai

perdendo água para o meio, proporcionalmente à necessidade desta para o uso nas reações de hidratação.

A Figura 2.16 demonstra como ocorre a cura interna com o uso de PSA.



**Figura 2.16** – Representação da evolução do PSA em função do tempo em um material cimentício: Primeiros minutos – dispersão homogênea de partículas de cimento, água, PSA e agregado; Até o tempo zero – o PSA alcançou a absorção final; Após dias ou semanas – a água foi transportada para dentro da matriz cimentícia e um poro quase vazio permanece.

(MÖNNIG, 2009 adaptado TRALDI e AGUIRRE, 2013).

O polímero absorve água rapidamente e depois, por dessorção, a libera gradualmente de acordo com a necessidade do concreto para as reações de hidratação. O mecanismo da autodessecação é atenuado, pois à medida que a UR do material cimentício cai significativamente abaixo dos 100%, a água é transportada do PSA para o meio cimentício, mantendo a UR do material próxima dos 100%, de forma que diminui os problemas devido a autodessecação e a consequente retração autógena.

### 2.4.3. PSA EM MEIO CIMENTÍCIO

Em adição aos parâmetros, já falados, quanto a estrutura do PSA, a força iônica da solução aquosa na qual o polímero está inserido, também tem especial importância na absorção e inchamento do PSA. Os íons na solução alteram as interações inter e intra moleculares dos polieletrólitos, devido a blindagem de cargas na cadeia do polímero. Especialmente os íons  $\text{Ca}^{2+}$  presentes na solução porosa do concreto podem causar interconexões adicionais às cadeias do polímero e, assim, limitar o inchamento destes. Além do que, quanto maior for a



concentração de íons fora do PSA, menor é a pressão osmótica no polímero, levando a uma redução da absorção e consequente inchamento (LURA et al., 2012).

De acordo com SANTOS (2007), o teor de pH da solução aquosa também exerce influência. Quando o PSA está em contato com meios ácidos ou básicos a sua expansão volumétrica decresce de forma acentuada se comparada com a absorção em água destilada, mas ainda mantêm as suas propriedades básicas como polímero.

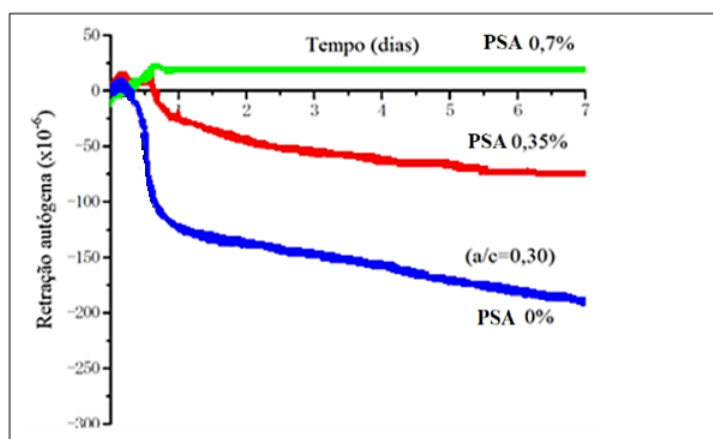
O efeito da solução aquosa sobre a absorção do PSA é exemplificado por JENSEN e HANSEN (2001). “PSAs podem ser produzidos com uma capacidade de absorção de água de até 5.000 vezes seu próprio peso. Contudo, em soluções salinas, como a urina, a absorção de PSAs comercialmente produzidos é em torno de 50g/g.

Os exemplos prévios mostram como o meio aquoso no qual o polímero está inserido tem efeito em sua absorção. A concentração de diferentes íons na solução aquosa em pasta de cimento em função do tempo de hidratação foi medida em diversos estudos. As maiores concentrações, em centenas de mM, são normalmente encontradas para  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $SO_4^{2-}$  e  $OH^-$ . As altas concentrações se desenvolvem imediatamente após a mistura e permanecem aproximadamente constantes até o tempo de consolidação (ESTEVES, 2010). Portanto, é de fácil percepção, que o comportamento de um polímero superabsorvente será modificado quando no seu uso em meios cimentícios, e que sua absorção será significativamente reduzida, em comparação com sua absorção em meio de água pura.

#### **2.4.4. EFICÁCIA NA REDUÇÃO DA RETRAÇÃO AUTÓGENA**

Vários estudos têm sido realizados para comprovar a eficiência do PSA no combate a retração autógena. Resultados promissores têm sido encontrados nessas pesquisas. A seguir, são apresentados alguns exemplos desses estudos.

O estudo realizado por IGARASHI e WATANABE (2006) chegou a interessantes conclusões. Maiores adições de PSA provocaram maiores reduções na retração autógena. Ao se dobrar a quantidade de PSA, o concreto apresentou uma leve expansão durante as primeiras 24 horas que se manteve por sete dias. A Figura 2.17 mostra os resultados obtidos por eles para a retração autógena em função do tempo.

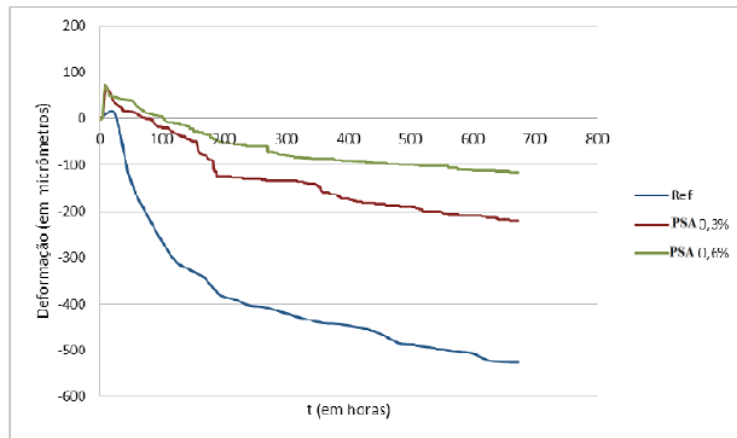


**Figura 2.17** – Retração autóloga em concretos com uso de PSA. (adaptado, IGARASHI e WATANABE, 2006).

Em outro estudo realizado por PIERÁRD et al. (2006), chegou-se a resultados de redução de 50% e 65% na retração autóloga, para adições de 0,3% e 0,6% de PSA, por massa de cimento. Mesmo apresentando uma grande eficácia para mitigar a retração autóloga, os autores discorrem que a adição de PSA pode trazer alguns efeitos negativos a propriedades do concreto.

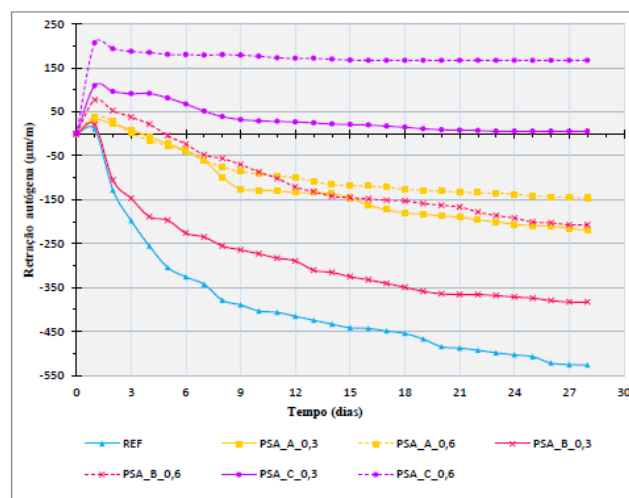
Entre esses efeitos negativos pode-se citar perda de trabalhabilidade, aumento da porosidade do concreto e possibilidade de perda de resistência mecânica.

Mais recentemente, no Brasil, CLARO e SARAIVA (2012) realizaram ensaios com o uso de PSA em concretos de alto desempenho, seguindo as prescrições da RILEM TC 225 – PSA Round Robin Test. Eles ensaiaram dois traços, um com 0,3% e outro com 0,6% de PSA em relação a massa de cimento. Os resultados obtidos para a retração autóloga para esses traços foram comparados com um traço de referência com relação a/c de 0,3. Os resultados obtidos são mostrados na Figura 2.18. Foram encontradas reduções na retração autóloga de 58% e 78% para os traços com 0,3% e 0,6% de PSA, respectivamente.



**Figura 2.18** – Retração autóloga para os traços com 0,3% de PSA, 0,6% de PSA e referência. (CLARO e SARAIVA, 2012).

Seguindo a mesma linha de pesquisa, TRALDI e AGUIRRE (2013), estudaram a influência na redução da retração autóloga de um PSA específico, e compararam os resultados com os obtidos por outros PSAs em estudos realizados anteriormente. Todos os polímeros apresentaram expressiva redução da retração autóloga, porém notou-se que diferentes tipos de PSA apresentaram eficiências distintas quanto sua capacidade de mitigação da retração autóloga. A Figura 2.19, mostra o gráfico comparativo entre os diferentes tipos de PSA, obtido pelos pesquisadores. Os polímeros A e B apresentaram considerável redução na retração autóloga. Porém o polímero C, estudado pelos pesquisadores, apresentou maior eficácia, chegando a valores de até 90% de redução da retração autóloga. Esse comparativo demonstra que é necessário um melhor entendimento acerca das características dos diferentes PSAs existentes.



**Figura 2.19** – Retração autóloga em microconcretos (TRALDI e AGUIRRE, 2013).

## **2.5. CARACTERIZAÇÃO DO PSA**

A caracterização dos polímeros superabsorventes é de especial importância para se entender o funcionamento que estes terão quando usados como agentes de cura interna. JENSEN (2001) cita algumas propriedades importantes nos PSAs, que são, a capacidade de absorção, a resistência e o módulo de elasticidade do gel inchado. Todas essas propriedades dependem da densidade de conexões na rede polimérica. O módulo de elasticidade e a capacidade de absorção diminuem com o aumento da densidade da rede. Geralmente, quanto maior o conteúdo de água no gel inchado, mais fracas são as propriedades mecânicas do gel, como já mencionado anteriormente.

Para ASSMANN (2013), as principais características a serem analisadas em um PSA são a capacidade de absorção em um meio cimentício e a distribuição do tamanho das partículas quando secas e quando inchadas, pós absorção. Características fundamentais para estimar com precisão a água necessária para a cura interna.

Outras propriedades de interesse sobre os PSAs são a composição dos polímeros, o tamanho e formato das partículas, a homogeneidade, a integridade sob influência de meios agressivos e a diferença de absorção sob condições específicas.

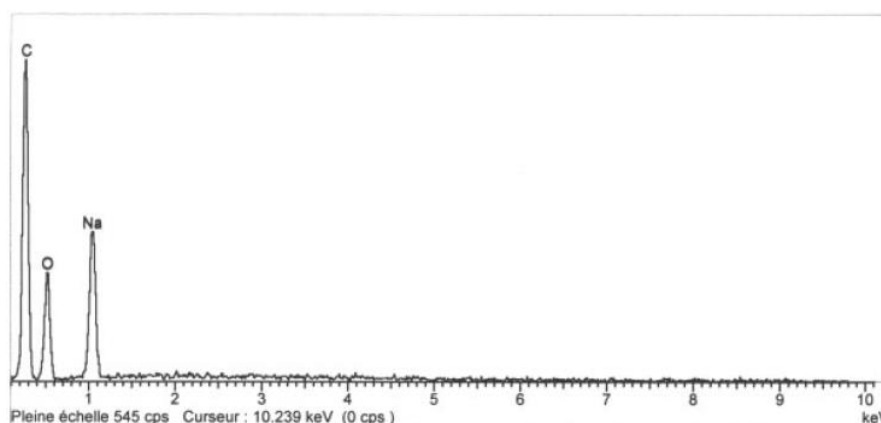
O Comitê Técnico 225-PSA da RILEM (2012) explicita que alguns métodos de caracterização do PSA são normatizados pela EDANA (associação internacional das indústrias não têxteis e relacionadas), como por exemplo, absorção de solução e absorção sobre carga. Porém para algumas características, como a absorção em meios cimentícios, ainda não existem testes normatizados, mas sim, diferentes técnicas desenvolvidas por diferentes pesquisadores.

### **2.5.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA**

A composição química do PSA pode influenciar o modo como ele afeta ou será afetado pelo meio em que é inserido. Portanto, para uma boa caracterização que facilite o entendimento do funcionamento desses polímeros como agente de cura interna, é importante a caracterização da sua composição química.

BAKASS et al. (2006), em seu estudo de caracterização de um polímero superabsorvente, fez a análise da composição química através de espectrometria de energia

dispersiva. Uma técnica bastante eficiente para a caracterização química do PSA. O espectro obtido nesse estudo, para o polímero anídrico em questão está apresentado na Figura 2.20.



**Figura 2.20** – Espectro obtido por espectrometria de energia dispersiva. (BAKASS et al., 2006).

Analisando os resultados da espectrometria, Bakass et al. (2006), chegaram a seguinte conclusão. “A análise do espectro obtido para o polímero anídrico mostra que o produto contém carbono, oxigênio e sódio. A porcentagem de carbono é superestimada, contudo, com mais carbono constituindo a amostra, o polímero era carbonoso, ou seja, é condutivo. Os elementos leves, como hidrogênio e nitrogênio, não podem ser detectados por este método. Também os elementos com porcentagem de massa menor que 1%, não são detectados. A presença de sódio na amostra era esperada, pois, para o aumento do nível de ionização do polímero, é necessário mover o equilíbrio acidobásico do ácido acrílico para a forma básica, o que é possível com a adição de NaOH.

## 2.5.2. GRANULOMETRIA, TAMANHO E FORMATO DAS PARTÍCULAS

O tamanho, formato e homogeneidade das partículas de PSA podem influenciar diretamente a sua eficácia no processo de cura interna no concreto. Por isso, essas são características de importante conhecimento acerca dos PSA utilizados.

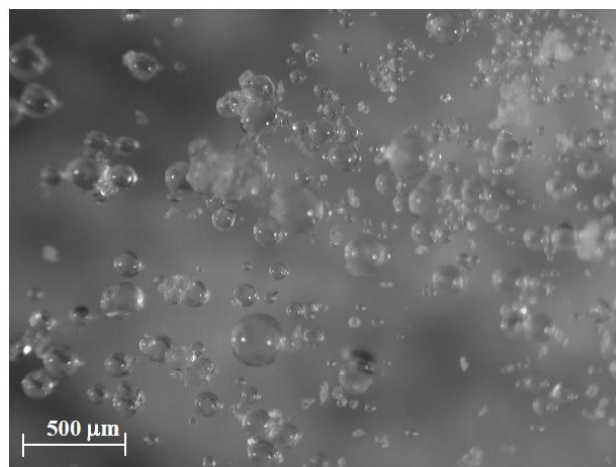
O tamanho das partículas de PSA afeta o seu desempenho no concreto, como sua estabilidade mecânica durante o processo de mistura e sua influência na reologia do concreto fresco. O tamanho das partículas é de significativa importância quando a respeito à habilidade do PSA em reduzir a retração autógena. Vários experimentos preliminares quanto à deformação

autógena indicaram que existe um tamanho ótimo das partículas de PSA, com partículas menores ou maiores do que esse tamanho ótimo apresentando menor eficiência na redução da retração autógena (JENSEN, 2002).

JENSEN (2002) ainda explica alguns fenômenos que podem estar envolvidos neste fato. Ele diz que caso as inclusões do PSA sejam grandes, elas podem não ser capazes de suprir água para todas as partes da pasta de cimento durante a hidratação. Partículas muito grandes também podem apresentar uma baixa eficiência, pois essas podem não ter tempo suficiente durante a mistura, para armazenar a quantidade necessária de água. Já, inclusões que são muito pequenas podem ser preenchidas por produtos de hidratação ou podem apresentar uma menor superfície ativa das partículas do PSA, o que resultam uma diminuição no efeito de redução da retração autógena.

Existem diversas técnicas possíveis para a determinação do formato, tamanho e homogeneidade das partículas de PSA. Diversos autores, em seus estudos, usaram de diferentes técnicas com resultados satisfatórios. Para a determinação do formato das partículas de PSA, o modo mais fácil de determinação é através de microscopia ótica, gerando imagens que permitam a análise do formato dessas partículas.

ESTEVES (2010, 2011), usou técnicas de observação com microscópio ótico e com máquina fotográfica para a obtenção da distribuição do tamanho das partículas. Através das imagens digitais tiradas, Esteves fez as medições dos tamanhos das partículas nas amostras. A Figura 2.21 mostra um exemplo das imagens obtidas por ele.

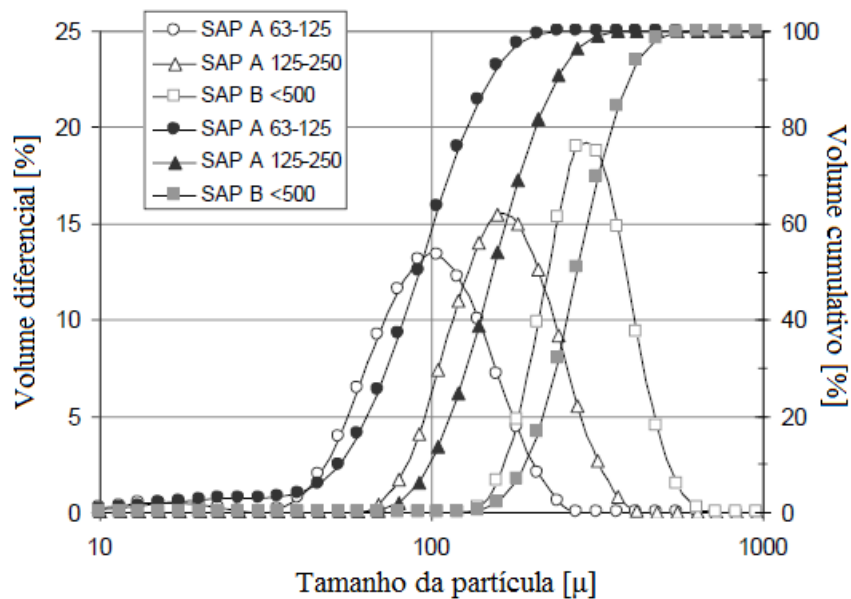


**Figura 2.21** – Polímero superabsorvente, antes do contato com a água. O tamanho das partículas observadas varia no intervalo de 0 a 300 µm. (ESTEVES, 2010).

Além de servirem para a caracterização quanto ao tamanho das partículas, essas imagens também foram usadas por ESTEVES (2011) para medir a absorção das partículas de PSA, comparando o aumento no tamanho destas quando inchadas, com o tamanho quando ainda secas.

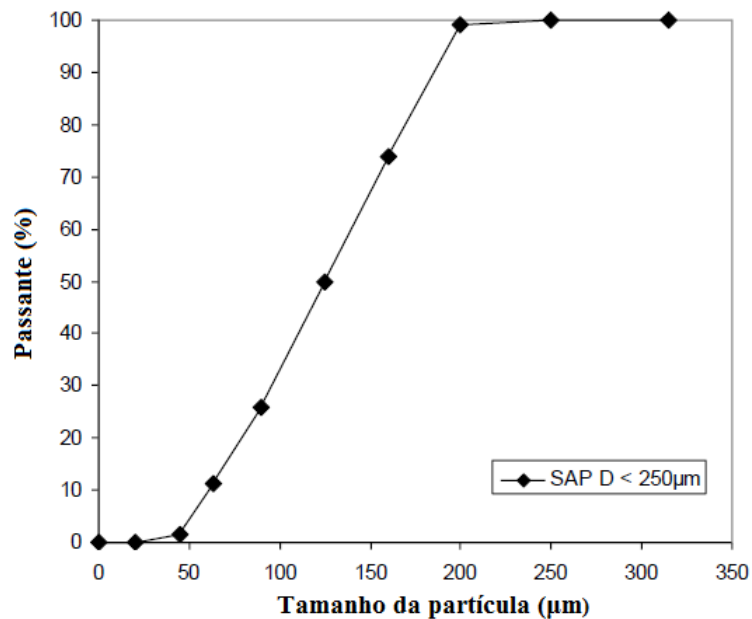
O Comitê 225-PSA da RILEM cita que para a caracterização da granulometria das partículas de PSA, podem ser usadas técnicas de peneiramento, que se tornam mais difíceis para polímeros muito finos. Por essa razão, atualmente, várias determinações têm sido realizadas por granulometria a laser.

ASSMANN (2013), em seus ensaios, utilizou de granulometria a laser, normatizada pela EDANA, e de peneiramento a jato de ar, para a caracterização granulométrica de diferentes PSAs. OS resultados obtidos por ele, para três PSAs, A, B e C, são mostrados na Figura 2.22 e Figura 2.23.



**Figura 2.22** – Distribuição de tamanhos de polímero seco por granulometria a laser.

(adaptado ASSMANN, 2013)



**Figura 2.23** – Distribuição de tamanho do PSA D, obtido por peneiramento com jato a ar. (adaptado ASSMANN, 2013)

As partículas do PSA A no intervalo de tamanho 63-125 µm resultaram em um diâmetro médio (d50) de 90 µm, ao passo que as partículas no intervalo 125-250 µm obtiveram um d50 de 150 µm. Os PSAs B e D obtiveram diâmetros médios de 270 µm e 130 µm, respectivamente. O PSA D estudado por ASSMANN (2013), é de origem de JENSEN, assim como o polímero usado neste trabalho, portanto a granulometria encontrada por ASSMANN será usada como base de comparação com o PSA estudado aqui.

### 2.5.3. ABSORÇÃO

Entre todas as propriedades que interessam sobre o PSA, a capacidade de absorção com certeza é a mais importantes a se saber. Como já foi visto anteriormente, a absorção do PSA muda de acordo com o meio em que está, e as condições a qual está submetido.

A capacidade de absorção é definida como a relação entre a massa de água do PSA inchado, alcançado o equilíbrio, e a massa inicial do polímero seco. A unidade usada é [g de água/g de polímero seco] ou [ml de água /g de polímero seco].



Para efeitos deste estudo, os métodos de caracterização da absorção dos polímeros superabsorventes serão separados em 3 distintas condições de absorção: absorção livre, absorção sob carga e absorção em meio cimentício.

### **2.5.3.1.ABSORÇÃO LIVRE**

Absorção livre é aquela que ocorre com contato, ou imersão, do PSA somente com a solução a ser absorvida, sem efeito de ação de carga sobre o polímero.

Três possíveis métodos para a análise da absorção livre são:

- Método do Teabag ou saco-de-chá;
- Método por microscopia e comparação de tamanho das partículas;
- Método dos cilindros graduados.

O método Teabag é uma técnica tradicional para a medição da absorção de PSAs para o uso como absorvente de urina em fraldas. Esse método consiste em colocar partículas de PSA secas em um saco permeável, como um saquinho de chá (origem do nome), e então submergi-las no fluido a ser absorvido. O saco necessita ser previamente molhado na solução antes do teste. A capacidade de absorção é calculada baseada na massa inicial de PSA seco comparada a massa final do PSA inchado após a submersão (JENSEN 2011). Após a retirada do saco da solução, seca-se a amostra, deixando com que o líquido não absorvido escorra por gravidade. É feita a medição da massa final, e esta é comparada com a massa inicial de PSA, retirada a massa do saco e da água absorvida por ele. Estas medições permitem que se obtenha a capacidade de absorção do polímero.

Este método pode ser usado não só para encontrar a absorção total, mas também para encontrar a absorção em função do tempo, e a velocidade com que ela ocorre. Para isto basta com que sejam realizadas medições em intervalos de tempo definidos.

De modo a aumentar a eficácia da medição, centrifugas podem ser usadas para que a secagem do PSA seja mais eficiente antes das medições das massas.

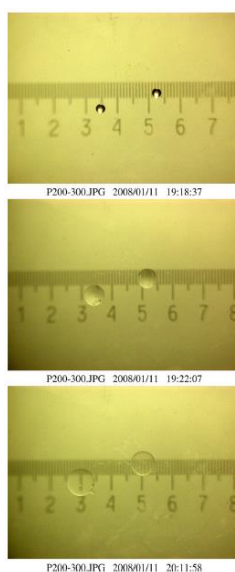
Um problema existente é que, partículas muito pequenas podem apresentar um fenômeno chamado de bloqueio de gel, *gel blocking*. Logo quando as partículas de PSA entram

em contato com a água, elas grudam umas nas outras devido a absorção na superfície, uma vez unidas, estas não mais se separam (ASSMANN, 2013). O Comitê 225-PSA RILEM (2012) cita que para a medição de absorção em partículas que apresentam este fenômeno, uma solução é que estas partículas sejam misturadas a areia, que impede que o fenômeno ocorra.

Segundo JENSEN (2011) o método do Teabag não é útil para medir a capacidade de absorção em sistemas cimentícios. Uma parte da massa ganha pelo método é devido ao líquido retido por forças capilares entre as partículas de PSA, líquido que não é absorvido, que portanto não serviria para a cura interna.

O método de medição da absorção com o uso de microscopia é de fácil entendimento. Com base em imagens obtidas das partículas de PSA secas e após absorção por certos tempos determinados, são feitas medições da variação de volume das partículas, e essas variações indicam a quantidade de água absorvida nos diferentes tempos. Com isso pode-se obter a velocidade de absorção e também a máxima absorção do PSA.

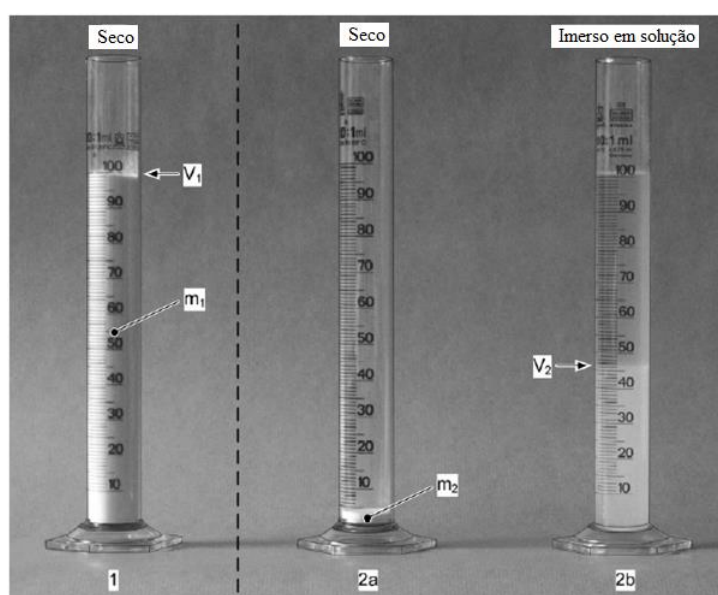
Como já citado anteriormente, ESTEVES (2011) usou esse método para medição da capacidade de absorção do seu PSA estudado. No método, ele observou algumas partículas isoladas e mediu o aumento do volume delas com o tempo, chegando a capacidade de absorção destas, que é proporcional à variação do volume das partículas. A Figura 2.24 mostra as imagens desse método obtidas por ESTEVES (2011).



**Figura 2.24** – Imagens de partículas de polímero com tamanho expandindo durante absorção em solução sintética. Números se referem a mm (ESTEVES, 2011)

O método dos cilindros graduados é um método simples para a estimação da capacidade de absorção de um PSA. JENSEN (2011) descreve este método para uma estimação rotineira em meios cimentícios, usando para isso de um fluido sintético com características da solução que seria encontrada nestes meios. Aqui este método é apresentado como absorção livre de modo que englobe maiores possibilidades.

O método dos cilindros graduados consiste em medir a variação de volume de uma certa massa não adensada de PSA enquanto ocorre a absorção de água. A Figura 2.25 exemplifica os passos desse método.



**Figura 2.25** – Determinação da capacidade de absorção de água por cilindros graduados. 1: A relação entre volume e massa das partículas de PSA seco é medida. 2a: Uma certa quantidade pequena de PSA seco é colocada em um cilindro graduado. 2b: O cilindro graduado é preenchido com o fluido de interesse. Faz-se a leitura do volume tomado pelas partículas de PSA após a decantação. (JENSEN, 2011).

Inicialmente, a relação entre o volume e a massa do PSA seco é determinada. Isto é feito, preenchendo-se um cilindro graduado até sua máxima leitura com PSA seco, e determinando a massa do PSA,  $m_1$ , (Figura 2.25 “1”). O volume será o volume máximo da leitura de PSA,  $V_1$ . Em sequência, uma pequena quantidade de PSA, com massa conhecida,  $m_2$ , é colocada no cilindro (Figura 2.25 “2a”). Baseado na relação inicialmente estabelecida entre volume e massa, o volume dessa pequena quantidade de PSA pode ser calculado com

uma maior acurácia do que a leitura do cilindro possibilitaria. Então, o fluido é despejado no cilindro. Durante a absorção da água, mexe-se a solução para permitir que o PSA inche livremente. Mede-se a absorção da água parando de mexer e esperando que as partículas de PSA decantem. Quando as partículas de PSA tenham se decantado, é realizada a leitura do volume de gel inchado,  $V_2$ , (Figura 2.25 “2b”). Com as leituras realizadas e com os valores das densidades do PSA seco ( $\rho_{\text{PSA}}$ ) e da água ( $\rho_{\text{água}}$ ), pode-se calcular a absorção ( $k$ ) através da Equação 2.4 (JENSEN, 2011).

$$K = \frac{\rho_{\text{água}}}{\rho_{\text{psa}}} \left[ \frac{V_2}{V_1} \cdot \frac{m_1}{m_2} - 1 \right] \quad (\text{Eq. 2.4})$$

Esse método envolve algumas suposições, como a suposição de que a densidade de assentamento do PSA inchado é a mesma do PSA seco. Apesar de possíveis inconsistências provenientes das suposições tomadas, esse método ainda representa uma interessante estratégia para a estimativa da absorção, principalmente por representar uma prática fácil e rápida que utiliza de equipamentos de fácil obtenção e manuseio.

### **2.5.3.2. ABSORÇÃO SOB CARGA**

O princípio por trás de testes de absorção sob carga é avaliar a capacidade de absorção do PSA sob uma pressão externa.

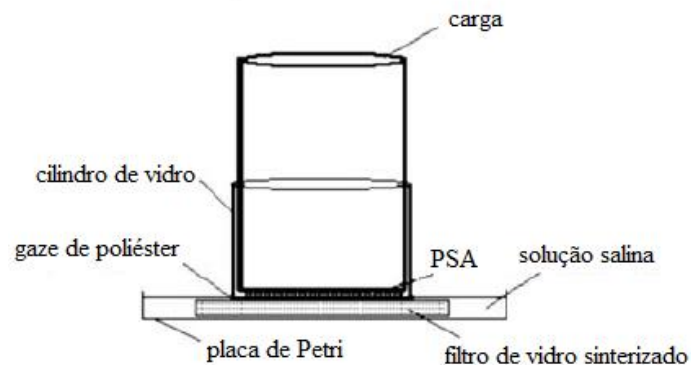
ZOHURIAAN-MEHT (2008) em sua revisão sobre polímeros superabsorventes explica o funcionamento do ensaio AUL, absorção sob carga. Um típico aparato de ensaio AUL, inclui um filtro de vidro sinterizado, com porosidade #0, colocado em uma placa de Petri. A massa de PSA seco com massa de  $0,90 \pm 0,01$ g é uniformemente distribuída na superfície de uma gaze de poliéster localizada no vidro sinterizado. Uma carga cilíndrica é colocada sobre as partículas secas de PSA ainda podendo escorregar livremente em um cilindro de vidro. A carga desejada é colocada sobre a amostra de PSA. O líquido é então adicionado até o nível do filtro de vidro. Toda a montagem é coberta para prevenir contra evaporação e possíveis mudanças na concentração salina. Depois de 60 minutos, a massa das partículas inchadas é medida e AUL é calculada usando a Equação 2.5.

$$AUL = (W_2 - W_1) / W_2 \quad (\text{Eq. 2.5})$$

Aonde,  $W_1$  e  $W_2$  são as massas dos PSAs seco e inchado, respectivamente. AUL é tomada como uma medida da Resistência do PSA. A Figura 2.26 mostra o modelo esquemático deste ensaio.



(a)



**Figura 2.26** – (a) Típico aparato de ensaio AUL. (b) Diversas partes. (adaptado ZOHURIAAN-MEHT, 2008).

O ensaio AUL pode ser potencialmente útil para simular condições a que o PSA pode estar submetido durante o processo de mistura e a concretagem, já que a absorção em situação com pressão externa é medida (ASSMANN, 2013).

### 2.5.3.3. ABSORÇÃO EM MEIO CIMENTÍCIO

A determinação da absorção em meio cimentício é sem dúvida a forma mais importante quando se estuda PSAs para o uso como agente de cura interna. Considera-se para este trabalho, que as determinações da absorção em meio cimentício são aquelas que ocorrem com o PSA em contato direto com pasta, argamassa ou concreto. Ou aquelas que ocorrem em solução sintética que simule as condições encontradas em meios cimentícios.

Faz-se aqui uma importante observação. Todos os métodos previamente descritos de estimativa da absorção de PSA podem ser utilizados com a intenção de estimar a absorção em meios cimentícios. Para tanto, basta que a solução utilizada na absorção possua características das soluções que seriam encontradas nos meios cimentícios de interesse.

Devido ao tamanho extremamente pequeno dos polímeros usados com a finalidade de cura interna, deve-se ter cuidado com o fenômeno do *gel blocking*. Para se evitar este fenômeno, experimentos demonstraram que 30 segundos de mistura do PSA seco com o cimento é o suficiente para prevenir o bloqueio de gel (ASSMANN, 2013).

Existem diversos métodos de ensaio criados por diferentes autores com o intuito de se encontrar a absorção em meios cimentícios. Alguns métodos fazem medições diretas dos poros criados pelas partículas de PSA inchadas, estimando assim a absorção. Enquanto outros medem diferentes parâmetros que são relacionados à absorção do PSA, assim, estimando a absorção indiretamente.

Um método interessante devido a sua relativa simplicidade, não necessitando de equipamentos muito complexos, é o método proposto por MÖNNIG (2005), *slump-flow test*, de espalhamento de argamassa.

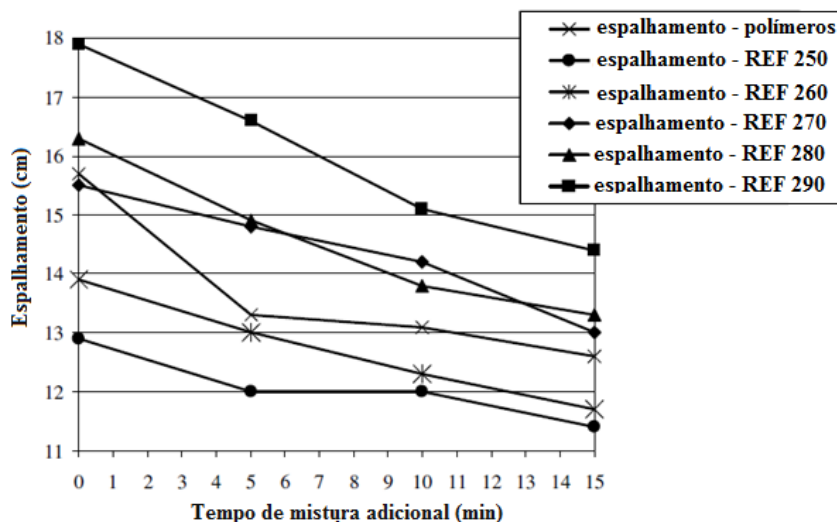
A ideia por trás do método de MÖNNIG é comparar o espalhamento de uma argamassa contendo uma quantidade determinada de PSA com o espalhamento de argamassas de referência, sem PSA, com diferentes relações a/c. A capacidade de absorção é determinada assumindo-se que a água absorvida pelo PSA não contribui para o espalhamento. Então considera-se que a quantidade de água não absorvida pelo PSA é igual a quantidade de água adicionada a argamassa de referência que apresenta a curva de espalhamento mais similar ao traço com PSA. A água absorvida pelo PSA é encontrada pela diferença entre o total de água

adicionada no traço com PSA e a quantidade considerada como não absorvida. A capacidade de absorção,  $\chi$ , de água do polímero superabsorvente é então calculada pela Equação 2.6.

$$\chi = \frac{m_{AA} - m_{AD}}{m_{pol}} \quad (\text{Eq. 2.6})$$

Onde,  $\chi$  é a absorção de água por grama de polímero,  $m_{AA}$  é a massa de água total adicionada,  $m_{AD}$  é a massa de água não absorvida e  $m_{pol}$  é a massa de PSA adicionada ao traço com polímero.

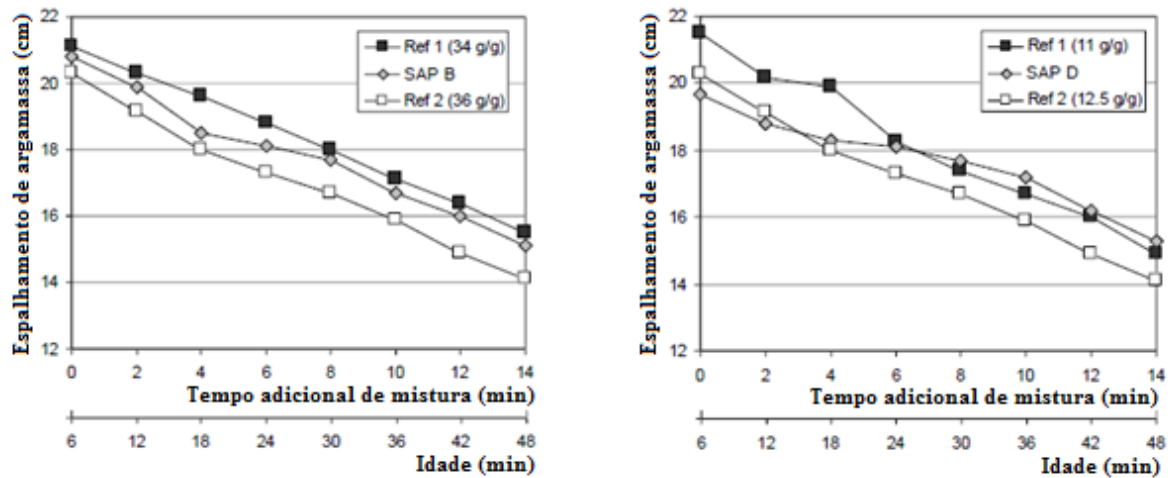
A Figura 2.27 mostra os resultados de espalhamento obtidos por MÖNNIG (2005) em sua caracterização de um PSA.



**Figura 2.27** – Determinação de espalhamento de argamassas de referência, sem adição de polímeros, com diferentes conteúdos de água em comparação com argamassa contendo 297 ml de água e 0,6 g de polímero. (adaptado MÖNNIG, 2005).

A comparação entre qual curva de comportamento de espalhamento mais se aproxima do traço com PSA é realizada nos tempos mais avançados, onde o PSA já teve tempo suficiente para alcançar sua máxima absorção. Portanto, o PSA estudado por Mönnig foi comparado a argamassa de referência REF 270, pois esta é a que se aproxima mais do comportamento do traço realizado com PSA. A absorção foi calculada, então, pela Equação 2.6, tendo sido encontrada uma absorção de 45 ml/g para o polímero estudado.

ASSMANN (2013) também utilizou deste método para estudar e comparar diferentes tipos de PSA. Os resultados obtidos por ele são mostrados na Figura 2.28 abaixo.



**Figura 2.28** – Resultados do ensaio de espalhamento de argamassa obtidos para dois tipos de PSA, PSA B e PSA D. (adaptado ASSMANN, 2013).

ASSMANN (2013) considerou que aos 48 minutos o PSA já tenha absorvido toda a sua capacidade de absorção de água. O PSA D ensaiado por Assmann é de produção de Jensen. Pode-se ver pelo gráfico que a curva que mais se aproxima à do PSA D é a de argamassa de referência que implicaria em 11 g/g de absorção do PSA. O PSA D será tomado como referência para o ensaio de abatimento de argamassa realizado nesse estudo, tendo em vista que, o PSA ensaiado também é um PSA produzido por Jensen.

Um outro método de determinação da absorção em meio cimentício foi utilizado por POURJAVADI et al. (2012). Nesse método, um filtro de papel é colocado no fundo de uma proveta. Uma quantidade com massa conhecida de PSA é polvilhada sobre o filtro e coberta por outro filtro de papel. Em seguida, uma pasta de cimento de interesse é despejada diretamente no filtro de papel superior e toda a montagem é coberta para evitar a evaporação. Após 10 minutos, a proveta é esvaziada e o PSA é rapidamente coletado e faz-se a medição da massa. A absorção é então calculada como a diferença entre a massa inchada de PSA e a massa seca divididas pela massa seca, ou seja, é a razão de água absorvida pelo PSA pela massa de PSA seco.

Johansen et al. (2008) desenvolveram um método para estimação da absorção de agentes de cura interna em mistura de concreto e aplicaram para fibras de polpa de madeira.



Nesse método, um número de referência de pastas de cimento com pequena variação na relação a/c é comparado com uma mistura com agente de cura interna. A absorção é encontrada quando a taxa de evolução de calor de uma das pastas de cimento de referência coincide com a da pasta com o agente de cura interna. O Comitê TC 225-PSA da RILEM (2012), no entanto, adverte sobre evidências que misturas com agentes de cura interna atingem um maior grau de hidratação do que as misturas de referência, e conseqüentemente é esperado que a pasta com agente de cura interna atinja um maior calor de hidratação, o que compromete os resultados obtidos por essa técnica.

Segundo ASSMANN (2013), uma mais nova abordagem para a determinação da capacidade de absorção de PSA em pasta de cimento é possibilitada por avaliação baseada em computador de micro seções. Micro seções de prismas de pasta de cimento endurecida com adição de PSA, com área da seção de 40 x 40 mm<sup>2</sup> e espessura de 30 µm são manufaturadas, de acordo com DIN EN 12407 2007, norma de exame pictográfico, com idade de uma semana. Três micros seções de cada prisma são escaneadas com alta resolução. Então, as imagens são analisadas por um software de análise de imagens, o software Leica LAS Image Analysis foi usado nos ensaios de ASSMANN (2013). O software separa as áreas de segmentos de matrizes de pasta de cimento, de poros de ar e de poros de PSA, através das diferenças de cor e formato. As áreas obtidas podem ser consideradas como frações do volume. Com essas informações se pode calcular a capacidade de absorção do PSA.

De acordo com ASSMANN (2013), esse método apresenta possíveis fontes de erro devido aos ajustes de contraste necessários para a distinção das áreas sólidas e áreas porosas, pois as fronteiras entre essas áreas ficam borradas quando do corte das seções. Para corrigir esse erro, Assmann sugere que a espessura das micros seções sejam menores no futuro.

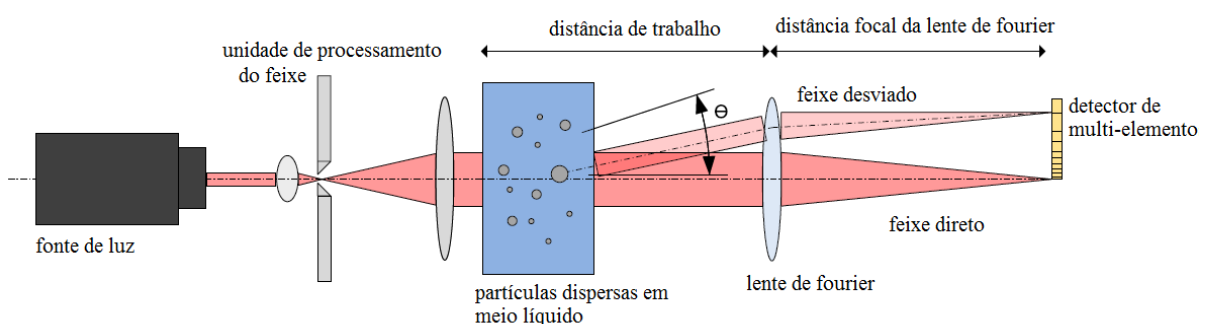
Seguindo essa lógica de avaliação da absorção dos PSA devido aos poros criados por estes, podem ser realizados ensaios usando instrumentos de Raio-X e instrumentos de tomografia que possibilitem análises tridimensionais mais detalhadas. Desse modo, a estimativa da capacidade de absorção do PSA em meios cimentícios pode ser o mais realista possível.

Os ensaios realizados pela medição direta das cavidades formadas em materiais cimentícios endurecidos apresentam a vantagem de que os polímeros ficam submetidos ao meio exato em que serão aplicados. Dessa forma, aspectos complexos relacionados ao meio

cimentício são diretamente considerados, resultando em menores erros. No entanto, tais ensaios de medição direta das cavidades apresentam grandes dificuldades em sua realização.

Mais recentemente, Esteves (2014) em seu artigo “*Recommended method for measurement of absorbency of superabsorbent polymers in cement-based materials*” propôs um método, baseado na granulometria a laser, que pode servir de parâmetro e ser normatizado para a determinação da capacidade de absorção de PSAs em meios cimentícios.

Basicamente, na granulometria a laser, uma amostra é colocada em uma quantidade adequada em um líquido ou gás, e então feixes de laser são emitidos em direção as partículas. O aparelho usado detecta os desvios ocorridos nos feixes, e, com a ajuda de software específico, calcula a distribuição granulométrica das partículas ensaiadas. O esquema básico do funcionamento do aparelho é mostrado na Figura 2.29.



**Figura 2.29** – Esquema básico do funcionamento da granulometria a laser. (adaptado ESTEVES, 2014)

O método de ESTEVES (2014) para a determinação da absorção do PSA consiste em duas medições realizadas separadamente, uma no estado seco do PSA e outra no estado inchado. As duas determinações são realizadas em meios líquidos para evitar erros relacionados à presença de aglomerados na amostra. A determinação da granulometria na condição seca do PSA é realizada em um líquido que não seja absorvido consistindo em etanol de alta pureza. Enquanto que a da granulometria no estado inchado é realizada em uma solução adequada para o caso estudado. Esteves (2014) propõe a solução apresentada na Tabela 2.1 para a análise em meios cimentícios.

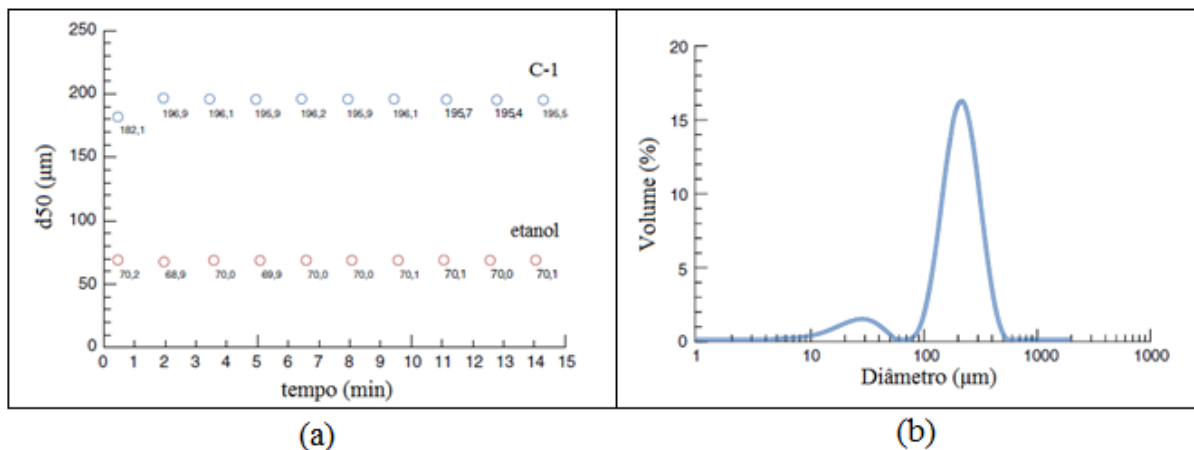
**Tabela 2.1** – Solução sintética para determinação de absorção em meios cimentícios. (adaptado ESTEVES, 2014)

| Nome                     | Fórmula Molecular                              | Índice de Refração |                  | Comprimento de onda no ar (nm) |
|--------------------------|--|--------------------|------------------|--------------------------------|
|                          |  | Real<br>nm/np      | Imaginário<br>kp |                                |
| Solução sintética porosa | NaOH (16) K2SO4 (7) KOH (18)<br>Ca(OH)2 (0,08) | 1.340              | -                | 589                            |

As tomadas de medidas são realizadas quando o equilíbrio é alcançado. Os diâmetros d50 obtidos em cada determinação são registrados. A absorção, em ml/g de polímero seco, é calculada através da Equação 2.7, onde  $k$  é a absorção do PSA,  $V_{C1}$  e  $V_{Etanol}$  são os volumes obtidos das medidas de d50 nos estados inchados e seco, respectivamente, e  $\rho_{C1}$  e  $\rho_{PSA}$  são as densidades da solução sintética e do PSA, respectivamente.  $V_{C1}$

$$k = \frac{\rho_{C1}}{\rho_{PSA}} \cdot \frac{V_{C1} \cdot V_E}{V_E} \quad (\text{Eq. 2.7})$$

A Figura 2.30 mostra os resultados de granulometria obtidos por ESTEVES (2014). Usando a Equação 2.7 e considerando as densidades de  $1500 \text{ kg/m}^3$  e  $1000 \text{ kg/m}^3$  para as densidades do PSA e da solução, respectivamente, Esteves encontrou uma absorção de  $13,8 \text{ ml/g}$  para o polímero analisado em seu trabalho.



**Figura 2.30** – Resultados da granulometria a laser no PSA inchado. (a) Valores obtidos de d50 para PSA seco em etanol e inchado na solução C-1. (b) Relação Volume x diâmetro (adaptado ESTEVES, 2014)

Segundo Esteves (2014), “A análise por granulometria a laser é uma simples e confiável, que é usada em uma vasta gama de materiais particulados. Ela pode ser usada diretamente para descrever qualquer sistema de partículas de PSA em diferentes meios cimentícios, sem a incerteza presente em outros métodos. O método experimental proposto apresenta uma precisão de 0,1 ml/g, e pode ser facilmente acessível na maior parte dos laboratórios que lidam com materiais de construção”.

O método de análise por granulometria a laser proposto por Esteves representa o primeiro passo concreto a uma uniformização das técnicas de caracterização de PSAs usados em meios cimentícios como agentes de cura interna para a mitigação da retração autógena.

### 3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental de caracterização de polímero superabsorvente foi baseado nos ensaios e metodologias usados por diferentes pesquisadores que estudam o tema. Devido ao seu aspecto ainda recente, a caracterização dos PSAs para uso em meios cimentícios não apresenta ensaios normatizados ou totalmente comprovados de suas eficácias. Tendo isso em vista, as metodologias usadas aqui têm suas origens nas metodologias descritas no capítulo 2, com adaptações de materiais e procedimentos de acordo com as necessidades apresentadas para o estudo dentro da linha de pesquisa desenvolvida pelo PECC, do Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, da Universidade de Brasília, sobre o uso de polímeros superabsorventes para a mitigação da retração autógena.

O programa experimental deste trabalho foi realizado no Laboratório de Ensaios de Materiais (LEM/UnB), no Laboratório de Geotecnia (UnB), no Laboratório de Difractometria de Raios X, (IG/UnB), todos em Brasília, e no Laboratório de FURNAS Centrais Elétricas S.A, em Aparecida de Goiânia.

O PSA estudado e caracterizado é de origem do Prof. Ole Mejlhede Jensen, da Universidade Técnica da Dinamarca (*Technical University of Denmark*), DTU. O polímero é um pó muito fino e branco, e foi desenvolvido especificamente para o uso em ambiente alcalino elevado, como o encontrado em meios cimentícios. Não foram entregues quaisquer informações acerca das características desse polímero. A Figura 3.1 mostra o PSA estudado no seu estado seco.



**Figura 3.1** – Polímero superabsorvente cedido por JENSEN, estado seco.

As metodologias utilizadas tiverem o intuito de analisar o polímero estudado quanto as seguintes características:

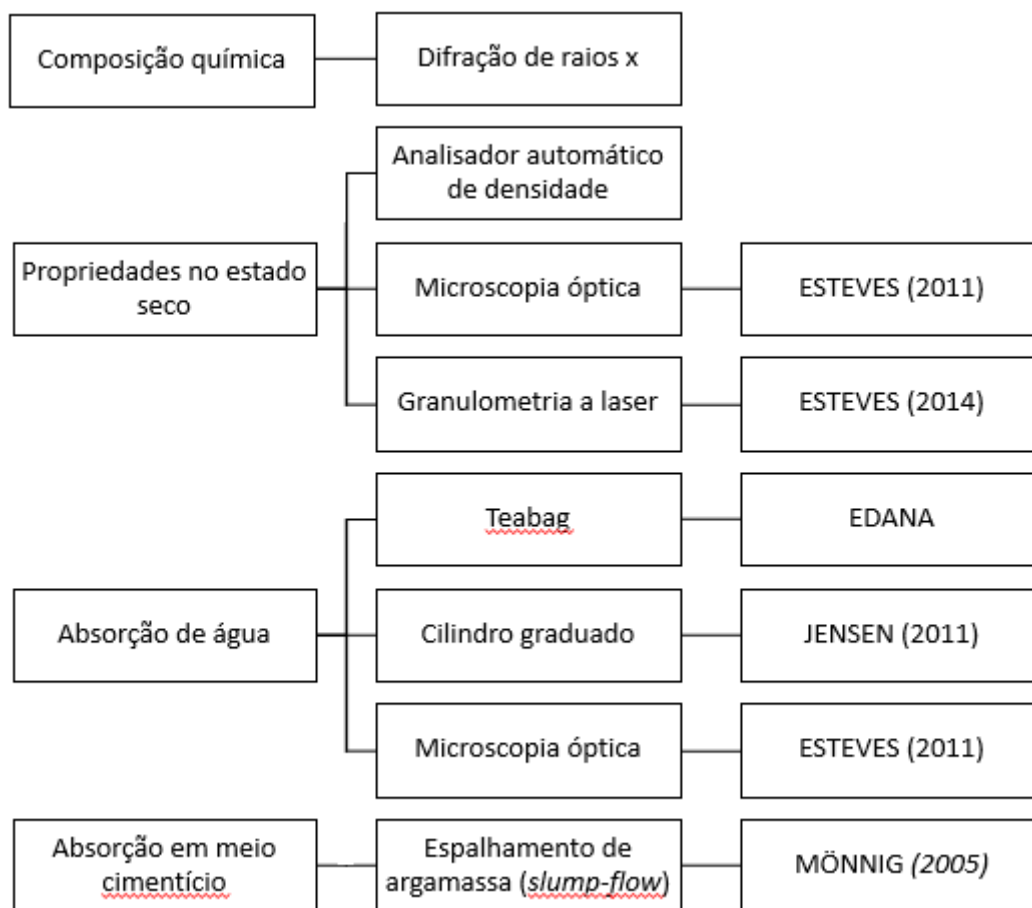
- Composição química;
- Propriedades do PSA seco (massa específica, formato das partículas e granulometria);
- Capacidade de absorção de água;
- Capacidade de absorção em meio cimentício.

Os estudos de capacidade de absorção de água foram feitos com água de abastecimento público, sem nenhum tratamento extra.

Foram realizados os seguintes ensaios de caracterização do PSA:

- Difração de raios x;
- Definição da massa específica através de analisador automático de densidade;
- Microscopia óptica;
- Granulometria a laser;
- Teabag;
- Método dos cilindros graduados;
- Espalhamento de argamassa ou *slump-flow test*.

A relação entre os ensaios realizados e as características analisadas, assim como as metodologias nas quais são baseados os ensaios estão representadas no esquema na Figura 3.2. O ensaio de microscopia óptica será usado na determinação de mais de um tipo de caracterização, a de propriedades no estado seco, e a de absorção de água.



**Figura 3.2** – Representação esquemática dos ensaios realizados.

Nesse capítulo, os ensaios serão descritos individualmente. Contudo, quando da análise de seus resultados, esses serão divididos de acordo com as caracterizações almejadas.

### 3.1.DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A caracterização química foi realizada através do ensaio de difração de raios x, realizado no laboratório de Difractometria de Raios X do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília.

O ensaio foi realizado com o uso de um difratômetro de raios x modelo ULTIMA IV, da fabricante Rigaku, Figura 3.3.



**Figura 3.3** – Difratorômetro de raios x, modelo ULTIMA IV, fabricante Rigaku.

Uma amostra do polímero superabsorvente foi colocada no equipamento. O equipamento então emitiu raios x, que ao passarem pelas partículas de PSA da amostra, sofreram difração, sendo desviadas da sua direção inicial. Os sensores do equipamento, então, detectaram esses desvios, que com a ajuda de software específico, foram associados a diferentes componentes químicos, revelando assim a constituição do polímero.

A correta leitura dos elementos constituintes depende dos padrões de ajuste utilizados no difratorômetro, cada padrão sendo mais adequado para a análise de um tipo de composto. Devido à falta de maiores detalhes sobre o polímero estudado, foram realizados distintos ajustes de inclinação e frequência de emissão dos raios x, com o intuito de se encontrar o ajuste certo, que propiciaria a correta leitura da composição química da amostra. Cada ajuste resultou em um gráfico, que caso correto, mostraria os componentes químicos presentes no PSA.

### **3.2. ANALISADOR AUTOMÁTICO DE DENSIDADE**

A massa específica foi determinada com o uso de um analisador automático de densidade. Foi usado o modelo PENTAPYC 5200e, da marca *Quantachrome Instruments* Figura 3.4. O ensaio foi realizado no laboratório de Geotecnia da Universidade de Brasília.





**Figura 3.4** – Analisador automático de densidade, modelo PENTAPYC 5200e, marca *Quantachrome Instruments*.

Duas amostras com massa conhecida foram usadas. Com as medidas de volume determinadas pelo analisador automático de densidade, que desconsidera os vazios entre as partículas, e com auxílio de softwares computacionais, foi obtida a massa específica das partículas do PSA estudado.

### **3.3.MICROSCOPIA ÓPTICA**

O ensaio de microscopia óptica foi realizado com o intuito de se determinar as características de formato, tamanho e homogeneidade das partículas do polímero superabsorvente, assim como, de se obter a capacidade de absorção de água do PSA. Ele foi realizado no laboratório de Geotecnia da UnB.

O microscópio digital óptico usado foi um CELESTRON, modelo #44345, com capacidade de 400 vezes de zoom óptico e até 1600 vezes com zoom digital. A Figura 3.5 mostra o equipamento.



**Figura 3.5** – Microscópio CELESTRON, modelo #44345.

Primeiramente, foram realizadas imagens de quantidades consideráveis de partículas do PSA seco. Essas imagens serviram para a constatação do formato apresentado pelas partículas e da homogeneidade, ou não, apresentada pelo PSA.

Tomando-se como base a metodologia usada por Esteves (2011), foram realizadas medições de partículas isoladas, no estado seco, e no estado inchado, para o cálculo da capacidade de absorção de água.

Foram isoladas três partículas secas do polímero. Com as três partículas isoladas em foco no microscópio, começou-se a gravar as imagens geradas. Foi adicionada uma quantidade de água suficiente para possibilitar total saturação das partículas. Durante o processo de absorção, foi realizada a filmagem até o equilíbrio ser alcançado, com estabilização dos tamanhos das partículas analisadas.

Com as imagens geradas e o auxílio de software de determinação de áreas, as áreas de cada partícula foram estimadas ( $A$ ). As imagens gravadas da absorção de água possibilitam o cálculo da capacidade de absorção do PSA, através da comparação dos volumes iniciais e finais das partículas isoladas para a análise. Para estimar o volume ( $V$ ) das partículas, foi considerado que as partículas inchadas, saturadas, mantiveram o formato esférico, e as relações entre a área observada em microscópio e o volume permaneceram proporcionais. De tal forma que essa relação entre área e volume possa ser descrita pela Equação 3.1.

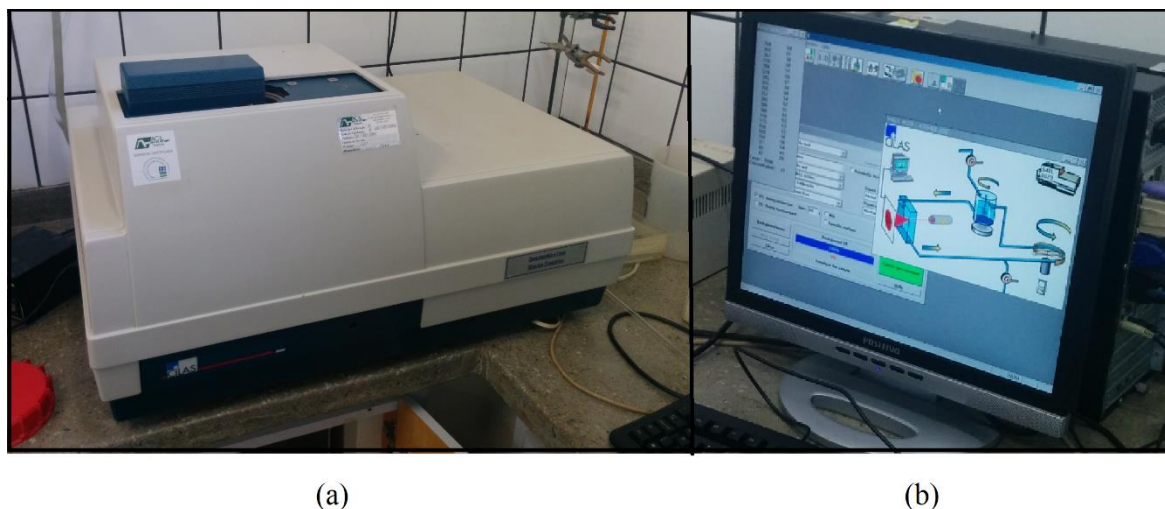
$$V = \left(\frac{4}{3}\right) \cdot \pi^{(-\frac{1}{2})} \cdot A^{(\frac{3}{2})} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

A partir dos volumes obtidos das situações seca ( $V_0$ ) e inchada ( $V_f$ ), é possível calcular a capacidade de absorção de água ( $k$ ), em g/g, pela Equação 3.2. Onde  $\rho_{H_2O}$  e  $\rho_{PSA}$  são as massas específicas da água e do PSA, respectivamente.  $V_{0-1}$ ,  $V_{0-2}$  e  $V_{0-3}$  são os volumes das partículas secas, no estado inicial, e  $V_{f-1}$ ,  $V_{f-2}$  e  $V_{f-3}$  são os volumes das partículas no estado inchado, saturado, após equilíbrio e alcançada a máxima absorção.

$$k = \frac{\rho_{H_2O}}{\rho_{PSA}} \cdot \left[ \frac{(V_{f-1} + V_{f-2} + V_{f-3}) - (V_{0-1} + V_{0-2} + V_{0-3})}{(V_{0-1} + V_{0-2} + V_{0-3})} \right] \quad (\text{Eq. 3.2})$$

### 3.4.GRANULOMETRIA A LASER

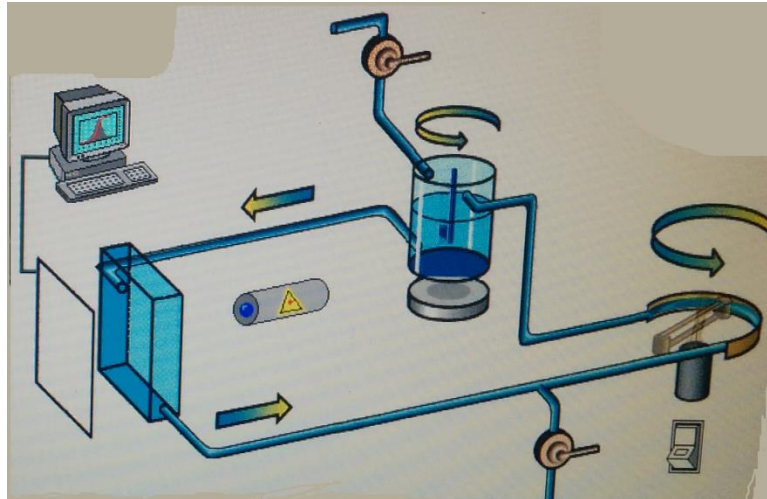
A granulometria do polímero foi realizada através de granulometria a laser. O ensaio foi realizado no laboratório de Furna em Aparecida de Goiânia. Foi utilizado um granulômetro da marca CILAS, modelo Microcuve, em associação ao software “*The Particle Expert*”, para a análise dos dados. A Figura 3.6 mostra o equipamento utilizado.



**Figura 3.6** – Equipamentos utilizados na granulometria a laser. (a) Granulômetro modelo Microcuve, CILAS. (b) Software “*The Particle Expert*”.

O funcionamento do equipamento está demonstrado na Figura 3.7. Uma quantidade de solvente é colocada no equipamento e bombeada através das mangueiras. Uma quantidade da amostra a ser ensaiada é então colocada no solvente em circulação, de modo a se obter uma

concentração entre 130 – 180 ml/ml. Feixes de laser são emitidos a cada 60 segundos por 12 segundos. A amostra, em circulação no solvente, atravessa a região dos feixes, que sofre desvios devido às partículas da amostra. Sensores captam os desvios, que com o auxílio do software, são relacionados aos diâmetros das partículas estudadas, obtendo-se assim um gráfico da granulometria da amostra.



**Figura 3.7** – Esquema representativo do funcionamento do ensaio de granulometria a laser.

A obtenção da granulometria do PSA seco, foi realizada com o uso de álcool absoluto (99,5%) como solvente, pois foi constatado que o polímero em estudo não apresenta absorção do álcool. A amostra do polímero foi colocada em pequenas quantidades até a obtenção da concentração de 150 ml/ml. Com as leituras realizadas, foram obtidos os gráficos de granulometria, e os respectivos d10, d50 e d90.

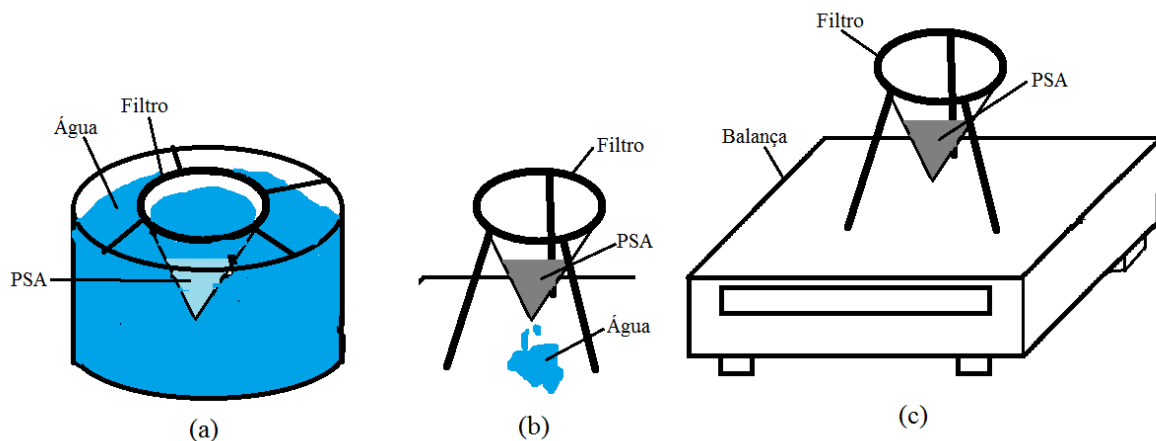
As leituras da granulometria foram realizadas três vezes em 3 amostras, de forma a se obter resultados confiáveis, e demonstrar a repetibilidade e confiabilidade do método de granulometria a laser para a análise das dimensões das partículas de polímeros superabsorventes.

Pretendia-se realizar a granulometria, também, para o PSA inchado, em água e em solução porosa sintética, de forma a se obter a absorção do polímero, como realizado por Esteves (2014). Porém, na falta de informação de um dispersante adequado, o técnico responsável pelo manejo do equipamento, em Furnas, decidiu pela não realização do ensaio, devido ao perigo de entupimento que o gel do PSA inchado representava ao equipamento.

### 3.5. TEABAG

O ensaio do *Teabag* foi realizado no Laboratório de Ensaio de Materiais da UnB. Ele foi realizado para a determinação da capacidade de absorção do PSA em água. Existe uma norma da EDANA, associação internacional das indústrias não têxteis e relacionadas, que normatiza os procedimentos no ensaio do *Teabag*. Contudo, a metodologia definida por essa norma não será usada, tendo em vista que é um ensaio criado para a caracterização da absorção de PSAs na indústria farmacêutica, polímeros esses que apresentam dimensões consideravelmente maiores, e maior tempo até atingirem sua absorção total. A metodologia usada aqui segue a lógica empregada na metodologia proposta pela EDANA, apesar de não seguir a norma propriamente dita por não ter sido possível o acesso a esta.

O esquema básico da metodologia usada está representado na Figura 3.8. Basicamente, coloca-se uma quantidade conhecida de polímero em imersão em água, com a ajuda de um filtro, até alcançar toda sua capacidade de absorção. Em seguida, deixa-se o filtro com polímero escorrendo, para se livrar do excesso de água não absorvida, até a máxima quantidade de água ter escorrido. Por fim, mede-se a massa do conjunto, com isso descobrindo a massa de água que foi absorvida.



**Figura 3.8** – Esquema básico do ensaio de *Teabag*. (a) Polímero imerso em água. (b) Filtro e polímero deixados escorrendo para retirada do excesso de água. (c) Pesagem da PSA inchado.

Seguindo a metodologia base apresentada, o ensaio se deu da seguinte maneira. Primeiramente, o ensaio do *Teabag* foi dividido em duas partes:

- Ensaio com polímero puro;
- Ensaio com polímero misturado a areia.

Na primeira parte, foi ensaiado o polímero seco, puro, sem ser misturado com qualquer outro material. Enquanto que na segunda parte, foi ensaiado o polímero misturado a areia de forma a evitar um possível efeito de *gel blocking*, de acordo pelo proposto pelo comitê da RILEM. Ambas as partes foram repetidas uma vez, resultando em duas amostras ensaiadas por parte.

No ensaio do polímero puro, uma quantidade conhecida de PSA ( $m_{PSA}$ ), 0,2g, foi colocada em um filtro de café, cuja massa do filtro molhado é conhecida ( $m_f$ ). O conjunto filtro e PSA foi então imerso em água de forma que as partículas do polímero tivessem água suficiente para a sua total absorção.

Após 20 minutos de imersão em água, tempo para garantir a total absorção, o conjunto polímero e filtro teve sua massa ( $m_{conj}$ ) averiguada. A capacidade de absorção ( $k$ ), em g/g, do PSA é então calculada pela Equação 3.3 abaixo.

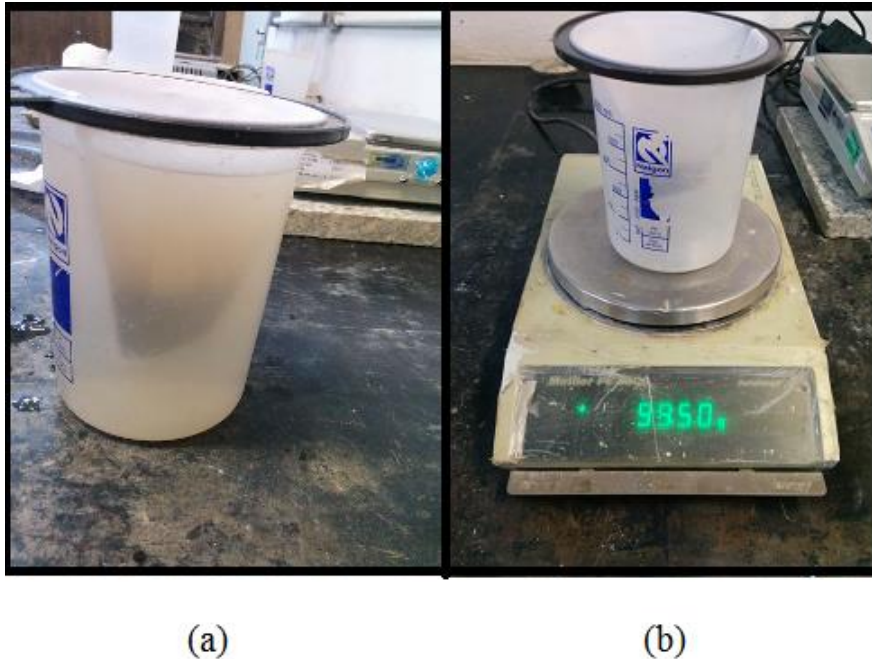
$$k = \frac{m_{conj} - m_f - m_{PSA}}{m_{PSA}} \quad (\text{Eq. 3.3})$$

O ensaio do polímero misturado com areia se deu da mesma forma. Contudo, antes do ensaio em si, averiguou-se a massa quando encharcada ( $m_{areia}$ ), de 40g de areia seca. Uma quantidade conhecida de PSA ( $m_{PSA}$ ), 0,2 g, misturada a 40 g de areia seca, foi colocada em um filtro de café, cuja massa do filtro molhado é conhecida ( $m_f$ ). O conjunto filtro, PSA e areia foi então imerso em água de forma que as partículas do polímero tivessem água suficiente para a sua total absorção.

Após 20 minutos de imersão em água, o conjunto polímero, areia e filtro teve sua massa ( $m_{conj2}$ ) averiguada. A capacidade de absorção ( $k$ ), em g/g, do PSA é então calculada pela Equação 3.4 abaixo, onde  $m_f$  é a massa da areia saturada.

$$k = \frac{m_{conj2} - m_f - m_{areia} - m_{PSA}}{m_{PSA}} \quad (\text{Eq. 3.4})'$$

A Figura 3.9 mostra a imersão do conjunto areia, polímero e filtro em água, com a sua consequente pesagem pós escoamento.



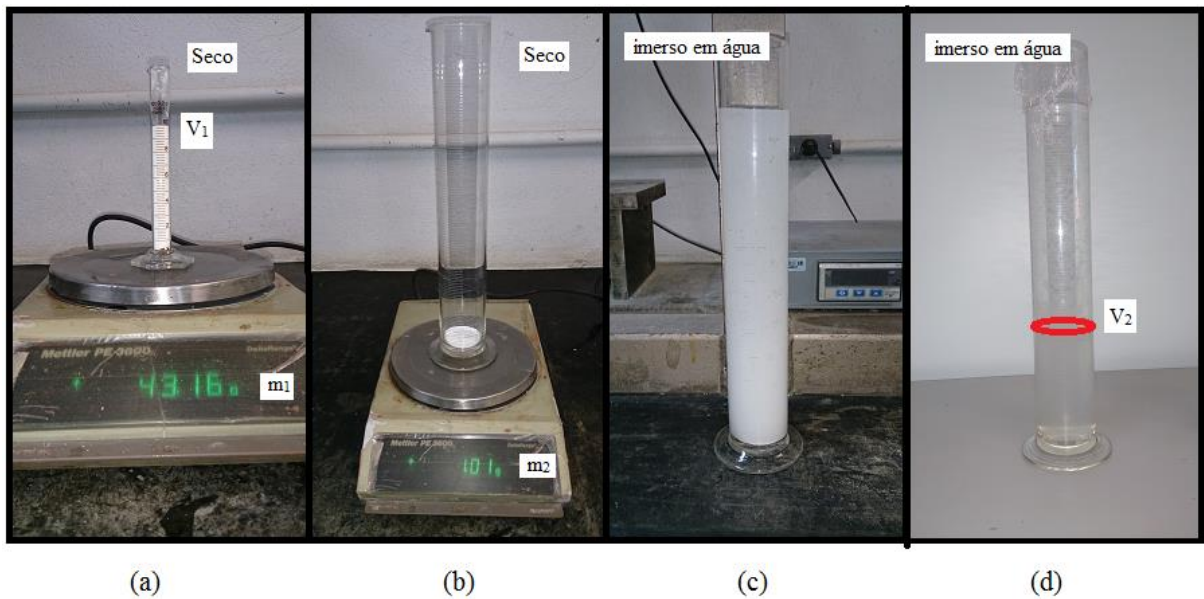
**Figura 3.9**– Medição da absorção com areia. (a) Imersão em água. (b) determinação da massa do conjunto areia, PSA e filtro.

### 3.6.CILINDRO GRADUADO

O método de ensaio do cilindro graduado segue a metodologia sugerida por Jensen (2011), mas com a diferença se uso de água de abastecimento público ao invés da solução porosa sintética.

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Ensaios de Materiais da UnB.

A Figura 3.7 mostra as etapas realizadas no ensaio.



**Figura 3.10**– Ensaio do cilindro graduado. (a) Determinação da relação volume/massa do PSA. (b) Colocação de quantidade conhecida de PSA. (c) Imersão em água e mistura, PSA em suspensão. (d) Determinação do volume do PSA inchado.

Inicialmente, a massa unitária do PSA seco foi determinada, Figura 3.10(a). Isto foi feito, preenchendo-se uma proveta de 10 ml até sua máxima leitura com PSA seco, e determinando a massa do PSA ( $m_1$ ). O volume de PSA lido é o volume de máxima leitura do cilindro ( $V_1$ ).

Em sequência, uma pequena quantidade de PSA, com massa conhecida ( $m_2$ ), foi colocada em uma proveta de 500 ml, Figura 3.10(b). A água foi despejada no cilindro até o topo, para garantir quantidade suficiente para a absorção do PSA. Durante a absorção da água, mexeu-se a solução para permitir que o PSA inchasse livremente, Figura 3.10 (c). Mediu-se a absorção da água parando de mexer e esperando que as partículas de PSA decantassem. Quando as partículas de PSA decantaram em sua totalidade, foi realizada a leitura do volume ( $V_2$ ), Figura 3.10(d). Com as leituras realizadas, calcula-se a absorção ( $k$ ) através da Equação 3.5, sendo,  $\rho_{\text{PSA}}$  e  $\rho_{\text{água}}$ , as densidades do PSA e da água respectivamente.

$$K = \frac{\rho_{\text{água}}}{\rho_{\text{psa}}} \left[ \frac{V_2}{V_1} \cdot \frac{m_1}{m_2} - 1 \right] \quad (\text{Eq. 3.5})$$



### 3.7.ESPALHAMENTO DE ARGAMASSA (*SLUMP-FLOW*)

O ensaio de espalhamento de argamassa, *slump-flow test*, segue a metodologia proposta por Mönnig (2005), com alterações na composição das argamassas, no tempo de mistura e nos tempos de determinação do espalhamento. As argamassas usadas no ensaio seguem a composição de referência usada pela linha de pesquisa realizada pelo PECC, UnB, proposta pelo comitê técnico da RILEM TC 225-SAP. O método compara o espalhamento de uma argamassa contendo PSA, com o espalhamento de argamassas de referência com conteúdo de água variável. É levado em consideração que o PSA não influencia no espalhamento da argamassa. O espalhamento obtido para a argamassa com PSA é dito então ter a mesma quantidade de água, não absorvida pelo polímero, que a referência que possua o mesmo valor de espalhamento, sendo possível assim, estimar a quantidade de água que foi absorvida pelo polímero.

Esse ensaio foi realizado no Laboratório de Ensaios de Materiais da Universidade de Brasília.

Foram realizados ensaios com argamassas de referência com a/c 0,30. A Tabela 3.1, mostra as informações os traços das argamassas utilizadas. As argamassas contendo PSA seguem o mesmo traço, mas adicionadas de 0,2% de PSA.

**Tabela 3.1** – Quantitativos de materiais constituintes dos microconcretos de referência por m<sup>3</sup>.

| a/c  | Cimento (g) | Sílica (g) | Areia, sss (g) | Aditivo SP (g) | Água (g) |
|------|-------------|------------|----------------|----------------|----------|
| 0,30 | 700,0       | 70,0       | 1339,8         | 18,20          | 210      |

O roteiro de mistura para a produção das argamassas seguiu as recomendações do comitê técnico da RILEM TC 225-SAP. A Tabela 3.2 apresenta o roteiro utilizado. As especificações dos materiais utilizados nos traços podem ser vistas no Apêndice A1.

**Tabela 3.2** – Roteiro de mistura das argamassas.

| Tempo (min)      | Ação   | Duração de cada etapa (min) |
|------------------|--|-----------------------------|
| -04:00 - 00:00   | Homogeneização dos componentes secos (Incluindo o PSA) | 4                           |
| 00:00 - 01:00    | Adição de água, incluindo o SP pré-dissolvido          | 1                           |
| 01:00 - 04:00    | Mistura Inicial  | 3                           |
| 04:00 - 05:00    | Raspagem das paredes do misturador                     | 1                           |
| 05:00 - Variável | Mistura Final  | variável                    |

A comparação de valores de espalhamento dos traços com PSA, com os traços de referência foi feita na idade mais avançada seguindo o que feito por Mönnig (2005) e Assmann (2013), pois acredita-se que nessa idade o PSA já terá alcançado seu inchamento de equilíbrio. No presente estudo a idade mais avançada refere-se aos 56 minutos após início da adição de água.

A determinação do espalhamento das argamassas foi feita de acordo com a norma DIN 18555-2 (sem os golpes da mesa), usando o cone Hagermann. O tronco de cone foi preenchido em duas camadas com a aplicação de dez golpes em cada camada. O espalhamento foi determinado pela média de duas medidas após a retirada do tronco de cone. As medições foram realizadas a cada 6 minutos, até os 56 minutos após a adição da água, dos quais os primeiros dois minutos de cada intervalo foram considerados para mistura adicional. A Figura 3.11 demonstra o processo de mistura, moldagem do tronco de cone e medição do espalhamento.



**Figura 3.11** – Ensaio de espalhamento de argamassa. (a) Processo de mistura das argamassas. (b) Moldagem do tronco de cone. (c) Medições do espalhamento

Para a determinação das argamassas de referência, primeiramente, foi rodada a argamassa ( $a/c=0,30$ ) com 0,2% de PSA. A quantidade de água adicionada foi estimada considerando a água usada pelo cimento (210 g), mais a água que o PSA absorveria (11 g de água por grama de PSA, 15,4 g, baseado nos estudos de Assmann (2013)).

A partir do primeiro traço com PSA, os traços seguintes, para as argamassas de referência (sem PSA) foram realizados com quantidades de água variável, cada uma correspondendo a uma dada absorção que o PSA teria caso se encontrasse o mesmo espalhamento. Isso foi feito até se encontrar o traço de referência correspondente, com o mesmo valor de espalhamento que o traço com PSA.

Uma vez encontrado o traço correspondente, repetiu-se os dois traços, o traço com PSA, e o traço de referência correspondente, para confirmação dos resultados.

## **4. ANÁLISE DE RESULTADOS**

Neste capítulo, são apresentados e analisados os resultados obtidos nos ensaios de caracterização do PSA estudado.

Os resultados e análises estão apresentados de acordo com a caracterização almejada. No caso do ensaio de microscopia óptica, que almeja mais de uma caracterização, os resultados são analisados separadamente. Primeiramente são apresentados os resultados quanto às propriedades no estado seco, e posteriormente, os resultados quanto à capacidade de absorção de água.

As análises aqui feitas têm o objetivo de caracterizar o polímero estudado. E também, de avaliar a praticidade, a utilidade e a confiabilidade dos ensaios realizados, quanto a sua utilização para a caracterização de polímeros superabsorventes para uso em meios cimentícios.

Ao final deste capítulo, o PSA analisado é comparado a demais PSAs estudados por outros pesquisadores.

### **4.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA**

A composição química do PSA foi caracterizada através do ensaio de difração de raios x.

#### **4.1.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS X**

O ensaio de difração de raios x não obteve resultados conclusivos.

Após diversas tentativas com diferentes padrões de ajustes, não foi possível encontrar os padrões corretos que resultariam em uma leitura clara dos elementos contidos no PSA.

A equipe técnica responsável pelo manuseio do equipamento, do laboratório de Geociências da UnB, não possuía familiaridade com o tipo de partículas do polímero. De forma que não se encontrou o ajuste necessário para a caracterização química do polímero.

Portanto, não foram obtidas informações quanto às características químicas do PSA estudado. Acredita-se que o polímero é um material amorfo e o difratômetro apenas funcione com materiais cristalinos.

Apesar dos resultados inconclusivos, acredita-se que o ensaio de difração de raios x ainda representa um método útil de caracterização de polímeros superabsorventes. Contudo, necessita-se de melhor entendimento do aparato experimental e do polímero em si, de forma que seja possível a obtenção de resultados conclusivos e confiáveis.

## 4.2.PROPRIEDADES NO ESTADO SECO

As propriedades caracterizadas no estado seco foram a massa específica, e homogeneidade, formato e granulometria das partículas do PSA.

A massa específica foi definida com o uso do analisador automático de densidade. O formato e homogeneidade foram analisados com o uso da microscopia óptica. Enquanto que a granulometria do PSA foi determinada através do ensaio de granulometria a laser.

### 4.2.1.ANALISADOR AUTOMÁTICO DE DENSIDADE

O analisador automático de densidade determinou uma massa específica de 1,456 g/ml para o polímero analisado.

Pode-se comparar esse resultado com os valores utilizados por outros pesquisadores em seus respectivos estudos. A Tabela 4.1 apresenta os valores de massa específica assumidos por demais pesquisadores em seus trabalhos para seus respectivos PSAs em estudo. O valor encontrado para o PSA em estudo nesse trabalho também está contido na Tabela.

**Tabela 4.1** – Valores de massa específica de PSAs usados em diferentes estudos.

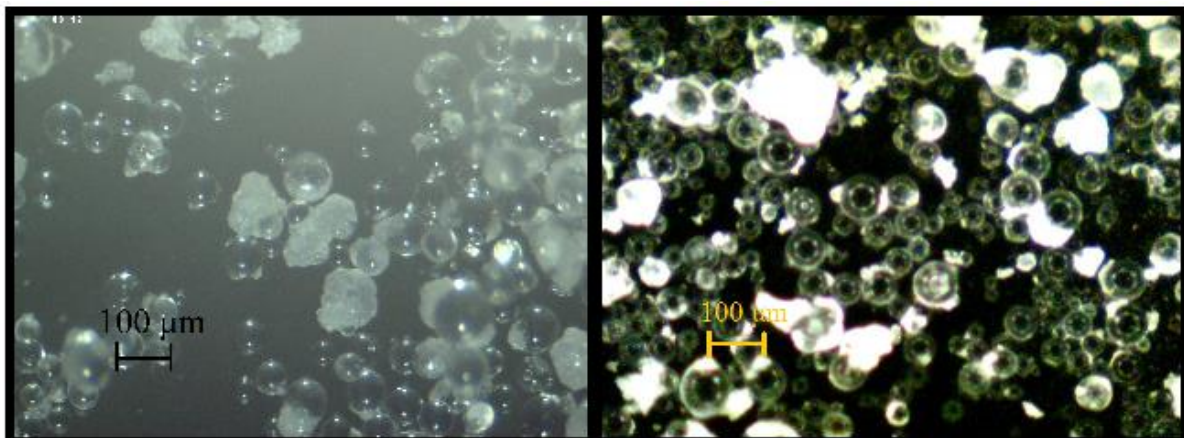
| PSA                     | PSA estudado | JENSEN (2011) | ASSMANN (2013) | ESTEVES (2014) |
|-------------------------|--------------|---------------|----------------|----------------|
| massa específica (g/ml) | 1,456        | 1,500         | 1,400          | 1,500          |

O valor encontrado para a massa específica convém com os valores adotados pelos outros pesquisadores, estando no intervalo de 1,4 – 1,5 g/ml. Vale ressaltar que tanto o polímero de Jensen (2011), quanto o de Assmann (2013), são de produção de Jensen, assim como o polímero caracterizado neste trabalho.

O ensaio com o analisador automático de densidade se mostrou uma metodologia simples e confiável, podendo ser facilmente utilizada quando da caracterização de polímeros superabsorventes para uso em meios cimentícios. Seu maior valor reside na importância da determinação da massa específica como valor de apoio aos ensaios de determinação da capacidade de absorção. A massa específica funciona como um instrumento de transformação de unidades de medida, possibilitando a existência tanto de métodos de determinação de absorção por volume, quanto por massa.

#### 4.2.2.MICROSCOPIA ÓPTICA

As imagens mostradas na Figura 4.1 foram obtidas por microscopia óptica.



**Figura 4.1** – Imagens do PSA, obtidas por microscopia óptica, 1600X.

Analisando as imagens, vemos que a grande maioria das partículas de PSA apresentam formato esférico, indicando um processo de polimerização por suspensão. Observa-se que a amostra é bastante homogênea e possui uma distribuição uniforme das partículas, com as maiores partículas apresentando diâmetros próximos de 100 µm.

Algumas das partículas analisadas não apresentam formato específico. Mais precisamente, elas parecem ser aglomerados de partículas menores. Esses aglomerados são oriundos do próprio processo de fabricação do polímero e são conhecidos como partículas “amoras”, pelo seu formato que recorda à fruta. Foi constatado que esses aglomerados não apresentam absorção e implicarão em uma menor capacidade de absorção dessas partículas.

Percebeu-se durante o ensaio, que o polímero começou apresentar. Ou seja, o polímero em contato com o ar ambiente, durante o ensaio, já absorve a água presente no ar, um indicativo da grande capacidade de absorção deste material. Esse fato observado reforça a necessidade de um correto armazenamento do material e de um manuseio rápido quando do uso deste, de tal forma que sua absorção quando no meio cimentício não seja prejudicada por um polímero que já apresente absorção e possível fenômeno de *gel blocking*, que é a diminuição da capacidade de absorção, devido a partículas que se aglomeram a partir da absorção inicial.

O método de microscopia óptica se mostrou muito eficiente na caracterização do polímero quanto a formatos das partículas, homogeneidade e dimensões. Também, possibilitou a observação de fenômenos que ocorrem na escala das partículas, não observáveis a olho nu, como a formação de aglomerados.

Caso se associe esse método a softwares de análise de imagens, poder-se-ia realizar análises granulométricas, que caso feitas em uma adequada quantidade de amostras representativas, gerariam resultados confiáveis quanto a distribuição granulométrica do PSA.

#### 4.2.3.GRANULOMETRIA A LASER

O ensaio de granulometria a laser, com três amostras, resultou em um desvio padrão menor que 1%. O gráfico obtido para distribuição granulométrica do polímero superabsorvente é mostrado na Figura 4.2. Os dados completos do ensaio se encontram no Apêndice A2.

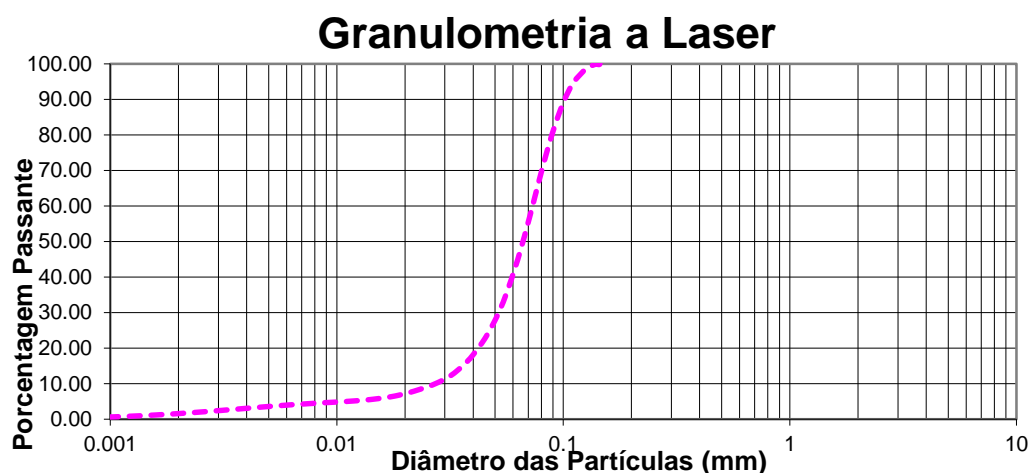


Figura 4.2 – Distribuição granulométrica do PSA estudado.

O polímero apresentou homogeneidade e uma boa distribuição granulométrica, com partículas bastante finas. A Tabela 4.2 apresenta um resumo com os dados do ensaio de granulometria realizado.

**Tabela 4.2** – Resumo do ensaio de granulometria.

|                            |            |  |        |
|----------------------------|------------|--|--------|
| <b>OS:</b>                 | ---        | <b>Ultrason:</b>   | 60s    |
| <b>Registro:</b>           | 0874.2014  | <b>Concentração:</b>   | 156    |
| <b>Amostra:</b>            | Polímero   | <b>Diâmetro abaixo do qual encontram-se 10% das partículas (µm):</b> | 27,29  |
| <b>Líquido:</b>            | Álcool     | <b>Dimensão Média (µm):</b>  | 66,28  |
| <b>Agente dispersante:</b> | Nenhum     | <b>Diâmetro abaixo do qual encontram-se 90% das partículas (µm):</b> | 101,65 |
| <b>Data do ensaio:</b>     | 26/11/2014 | <b>Index Granulômetro:</b>   | 985    |

Obteve-se um d50 de 66,28 µm, um diâmetro médio consideravelmente menor que os dos PSAs A, B e D estudados por ASSMANN (2013), de 90 µm, 270 µm e 130 µm, respectivamente. O polímero D, também é de produção de JENSEN, contudo esse resultado reforça a ideia de que o polímero deste trabalho não é o mesmo estudado por Assmann (2013).

Esteves (2014) em seu ensaio de absorção através de granulometria a laser, obteve um d50 de 70,1 µm para o polímero seco. Esse resultado, entre os existentes na literatura, é o que mais se aproxima, em termos de finura, do resultado para o polímero aqui estudado. Interessa, então, fazer comparações entre os dois polímeros. Essa comparação é realizada no item 4.5 deste capítulo.

O d90 encontrado de 101,65 µm, está de acordo com a análise realizada através da microscopia óptica. Onde as maiores partículas encontradas nas amostras apresentavam diâmetros próximos de 100 µm, fato que corrobora os resultados encontrados pelos dois métodos de análise, aumentando a confiabilidade destes.

Quanto ao método de determinação de granulometria por difração de laser, sem dúvidas, este representa uma das mais úteis ferramentas para análise granulométrica, com desvios de resultados menores que 1%. O álcool absoluto se mostrou eficaz como o líquido



utilizado no ensaio, pois, possibilitou a determinação das dimensões do polímero seco sem riscos de que este apresentasse absorção e consequente erros nas medidas realizadas.

Devido a precisão apresentada pelo método, e a possibilidade de se encontrar este tipo de equipamento por laboratórios espalhados por todo o mundo, o método de determinação da absorção através de granulometria a laser, proposto por Esteves (2014), representa um grande potencial para se tornar um método normatizado para a análise de absorção de PSAs em meios cimentícios. Desde que, para isso, se encontrem dispersantes confiáveis que impeçam a formação de aglomerados, possibilitando a correta determinação dos diâmetros das partículas, e diminuindo os riscos apresentados aos equipamentos de ensaio.

### 4.3.ABSORÇÃO DE ÁGUA

Os resultados dos ensaios de determinação da capacidade de absorção de água são apresentados nos itens a seguir. Os itens 4.3.1, 4.3.2 e 4.3.3 apresentam os resultados dos ensaios de Teabag, cilindro graduado e microscopia óptica respectivamente. Após a apresentação dos resultados individuais, o item 4.3.4 apresenta um comparativo entre os diferentes métodos realizados.

#### 4.3.1.TEABAG

A Tabela. 4.3 mostra os resultados obtidos pelo método do Teabag, com o polímero puro e com ele misturado a areia.

**Tabela 4.3** – Ensaio de Teabag

| TEABAG                       | PSA puro<br>(1ª amostra) | PSA puro<br>(2ª amostra) | PSA c/ areia<br>(1ª amostra) | PSA c/ areia<br>(2ª amostra) |
|------------------------------|--------------------------|--------------------------|------------------------------|------------------------------|
| massa PSA (g)                | 0,2                      | 0,2                      | 0,2                          | 0,2                          |
| massa areia saturada(g)      | -                        | -                        | 43,45                        | 43,45                        |
| massa conjunto (g)           | 53,29                    | 52,76                    | 101,84                       | 99,5                         |
| massa filtro molhado (g)     | 20,47                    | 20,47                    | 20,47                        | 20,47                        |
| capacidade de absorção (g/g) | 163,1                    | 160,45                   | 188,6                        | 176,9                        |

Através das Equações 3.3 e 3.4 foram calculadas as capacidades de absorção de cada amostra. Fazendo-se a média dos resultados obtidos, tem-se uma capacidade de absorção de 161,78 g/g e de 182,75 g/g para o PSA puro e com areia, respectivamente.

A diferença de mais de 20 g/g na capacidade de absorção do PSA quando misturado com areia comprova a ocorrência do fenômeno de *gel blocking*. A areia dificultou a formação de aglomerações de partículas, permitindo, assim, uma maior absorção por parte do PSA.

Inicialmente, existia a intenção de se realizar as medições da absorção pelo método do Teabag, em diferentes intervalos de tempo, para a determinação da absorção no tempo. Contudo, o tempo necessário de escoamento da água em excesso se mostrou demasiado grande, de forma que o polímero apresentava quase sua total absorção no próprio tempo de escoamento, impedindo a medição em pequenos intervalos de tempo.

O ensaio do Teabag se mostrou um tanto quanto ineficiente para a caracterização de um PSA tão fino. A dificuldade apresentada na retirada da água em excesso impossibilita medidas precisas da absorção. Uma possibilidade para o uso deste ensaio, pode ser a associação com centrífugas que tornariam a retirada do excesso de água muito mais simples do que pelo simples escoamento.

#### 4.3.2.CILINDRO GRADUADO

Os valores obtidos pelo método do cilindro graduado estão apresentados na Tabela 4.4. A capacidade de absorção foi calculada com o auxílio da Equação 3.5, e dos valores de densidade de 1,456 g/ml para o PSA (obtido com o analisador automático de densidade) e 1,0 g/ml admitido para a água.

**Tabela 4.4** – Valores do ensaio de cilindro graduado.

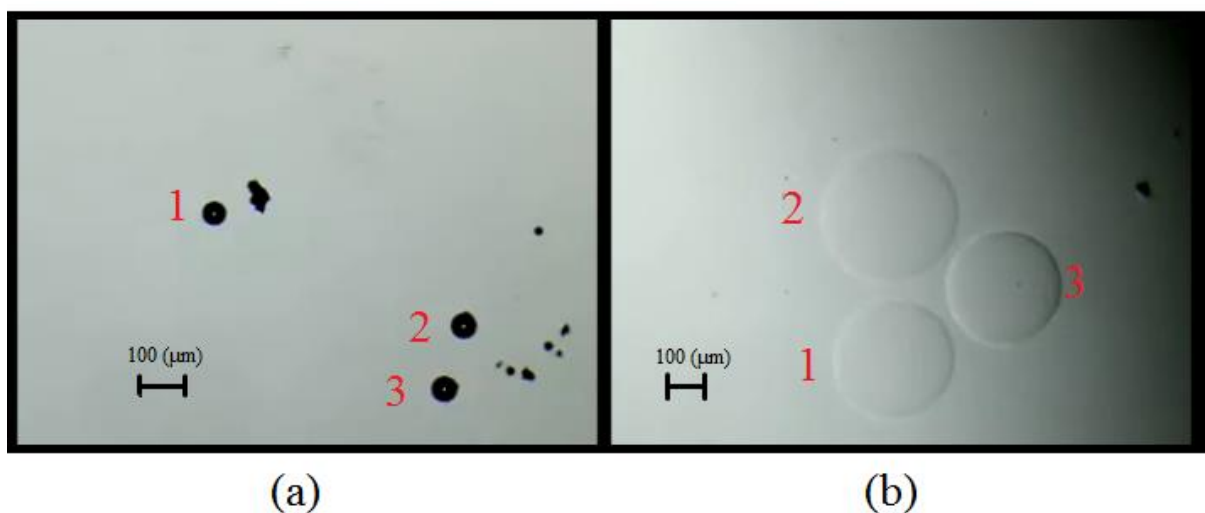
|                              |       |
|------------------------------|-------|
| $m_1$ (g)                    | 62,59 |
| $m_2$ (g)                    | 1,01  |
| $V_1$ (ml)                   | 75    |
| $V_2$ (ml)                   | 170   |
| $\rho_{\text{PSA}}$          | 1,456 |
| $\rho_{\text{água}}$         | 1,00  |
| Capacidade de absorção (g/g) | 95,78 |

O ensaio do cilindro graduado rendeu um resultado de 95,78 g/g para a absorção de água, um resultado consideravelmente menor do que o do Teabag, e provavelmente mais próximo do valor real. Contudo, ainda deve haver certa desconfiança quanto aos resultados do ensaio de cilindro graduado, pois este ainda apresenta a inconsistência de considerar que a massa unitária do PSA seco é a mesma do PSA inchado.

O método do cilindro graduado é de simples realização, podendo ser feito até em regiões afastadas e isoladas que não apresentem equipamentos mais modernos e precisos. Mesmo não resultando em valores precisos, ele pode ser de grande utilidade quando da necessidade de rápidas e rotineiras estimativas da capacidade de absorção, principalmente como método de avaliação do estado em que se encontra o PSA antes de seu uso.

#### 4.3.3.MICROSCOPIA ÓPTICA

As imagens utilizadas para a determinação da capacidade de absorção do PSA estão apresentadas na Figura 4.3, onde (a) são as três partículas de polímero no estado seco, e (b) são as mesmas partículas, mas no estado inchado pós absorção.



**Figura 4.3** – Imagens da microscopia óptica 520X. (a) partículas de PSA seco. (b) partículas de PSA inchado.

A Tabela 4.5 apresenta os valores das áreas medidas com auxílio de software, e os valores dos volumes das partículas, calculados através da Equação 3.1.

**Tabela 4.5** – Áreas e volumes das partículas de PSA seco e inchado.

| Partícula | Área seco ( $\mu\text{m}^2$ ) | Área inchado ( $\mu\text{m}^2$ ) | Volume seco ( $\mu\text{m}^3$ ) | Volume inchado ( $\mu\text{m}^3$ ) |
|-----------|-------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| 1         | 4415,625                      | 106503,96                        | 220725,28                       | 26146432,1                         |
| 2         | 5151,563                      | 129685,99                        | 278145,68                       | 35132041,96                        |
| 3         | 4277,637                      | 96039,84                         | 210460,06                       | 22389321,98                        |

A determinação da capacidade de absorção de água corre com o auxílio da Equação 3.2. A Tabela 4.6 apresenta os resultados de absorção obtidos através da análise por microscopia óptica. O Volume Total refere-se à soma dos volumes das três partículas analisadas.

**Tabela 4.6** – Cálculo da capacidade de absorção.

| Volume Total seco ( $\mu\text{m}^3$ ) | Volume Total inchado ( $\mu\text{m}^3$ ) | Capacidade de absorção (ml/ml) | Capacidade de absorção (g/g) |
|---------------------------------------|--|--------------------------------|------------------------------|
| 709331,02                             | 83667796,04                              | 116,95                         | 80,32                        |

A capacidade de absorção de água encontrada foi de 80,32 g/g, menor que o resultado encontrado pelos outros métodos. Esse resultado, menor que os demais, aparente ser mais correto, pois as medidas são realizadas diretamente nas partículas e não levam em consideração qualquer quantidade de água retida entre elas e não absorvida.

A absorção obtida neste método apesar de precisa, não necessariamente representa a absorção do PSA quando em maior quantidade, já que esta determinação foi feita isolando-se apenas três partículas, que podem não representar a amostra de polímero como um todo.

O método de determinação da absorção por microscopia óptica é relativamente simples de ser realizado. Contudo, o polímero quando inchado apresenta a dificuldade de se determinar seu contorno, dificultando que softwares de análise obtenham medidas precisas. Dessa forma, a precisão deste método está diretamente relacionada a capacidade do software usado e da qualidade das imagens geradas pelo microscópio.

#### 4.3.4.COMPARAÇÃO DE RESULTADOS

Os diferentes métodos e o resumo de seus resultados estão apresentados na Tabela 4.7.

**Tabela 4.7**– Resumo da capacidade de absorção calculada pelos diferentes métodos.

| Método             | Capacidade de absorção (g/g) |
|--------------------|------------------------------|
| Teabag PSA puro    | 161,78                       |
| Teabag PSA c/areia | 182,75                       |
| Cilindro Graduado  | 95,78                        |
| Microscopia óptica | 80,32                        |

Os resultados mostram que o método de determinação tem grande influência nos valores obtidos para a absorção. Como exemplo, vê-se que o Teabag apresentou uma capacidade de absorção duas vezes maior que a microscopia óptica.

O fato dos valores obtidos pelo método do Teabag ser muito maior que o obtido pelos demais ensaios, indica uma grande quantidade de água retida por capilaridade. Água essa que não é efetivamente absorvida pelo PSA.

O ensaio do cilindro graduado apresentou um resultado intermediário, muito mais próximo do resultado obtido com a microscopia óptica. Porém a consideração da densidade de assentamento ser a mesma quando inchado ou seco, resulta em possíveis erros de superestimação da absorção total.

O resultado mais promissor e, provavelmente, o mais preciso, é o método da caracterização através da microscopia óptica. E apesar das ressalvas devido à dificuldade de determinação do contorno das partículas de PSA inchadas, o resultado deste método será o tomado para a caracterização da absorção de água do polímero em meio aquoso.

Os métodos utilizados são de simples realização, e mesmo que o intervalo de resultados tenha sido demasiado grande, não possibilitando a afirmação de um valor para a capacidade de absorção, os três ensaios apresentam alguma vantagem e podem ser úteis. O Teabag por possibilitar a observação do fenômeno de *gel blocking*, o cilindro graduado pela simplicidade

dos equipamentos necessários, e a microscopia óptica por sua capacidade de observar e mensurar a absorção nas partículas isoladamente.

#### 4.4.ABSORÇÃO EM MEIO CIMENTÍCIO

A absorção em meio cimentício foi definida através do espalhamento de argamassa, ou *slump-flow test*. Os resultados obtidos são apresentados no item 4.4.1 e, em seguida, os resultados para o PSA estudado são comparados, no item 4.4.2, à absorção em meios cimentícios alcançados por outros pesquisadores.

##### 4.4.1.ESPALHAMENTO DE ARGAMASSA (*SLUMP-FLOW*)

Nas Figuras 4.4 e 4.5 são mostrados os gráficos de espalhamento das argamassas de referência e da argamassa com o polímero superabsorvente, para os traços com relação a/c de 0,30. O gráfico na Figura 4.4 é o de comparação da argamassa com PSA, com todas as argamassas de referência fabricadas experimentalmente. Já o gráfico na Figura 4.5 é o gráfico obtido para os ensaios de espalhamento realizados para a confirmação dos resultados.

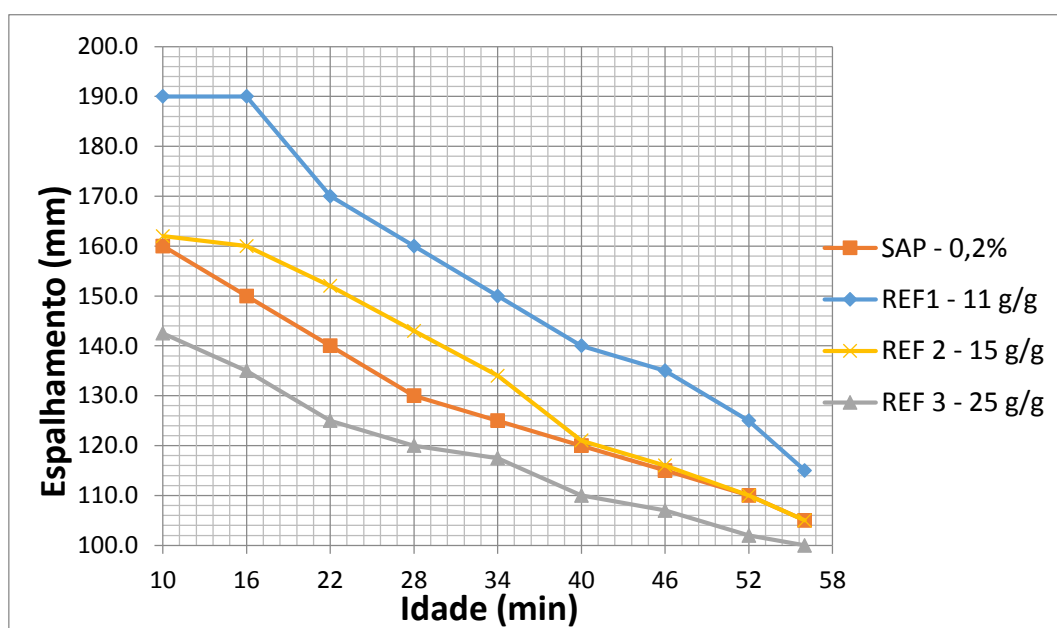
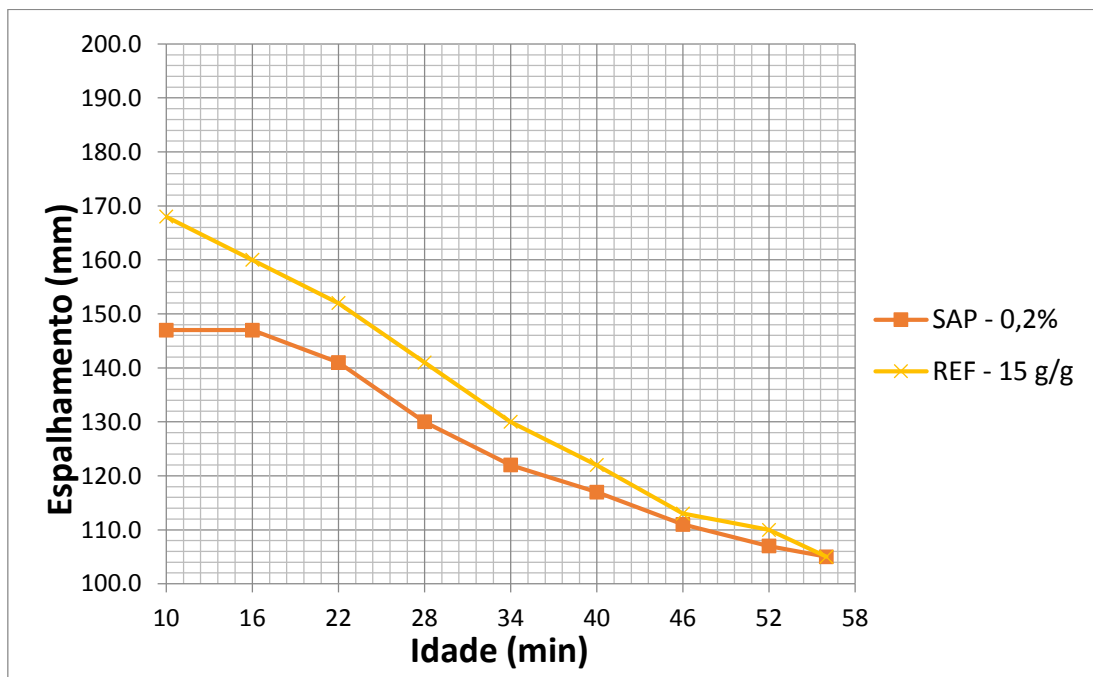


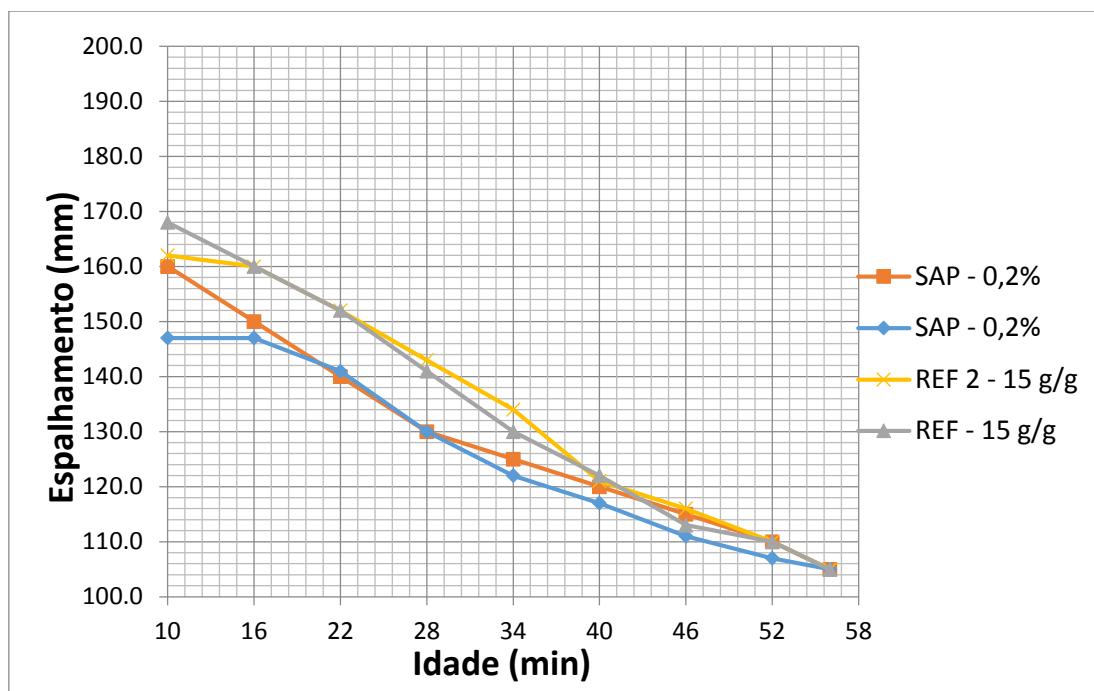
Figura 4.4 – Espalhamento dos traços com a/c = 0,30.

A comparação entre as curvas foi feita no tempo mais avançado de 56 minutos, quando já se considera a absorção máxima pelo polímero. Foi encontrada uma absorção de 15 g de água por grama de polímero. A Figura 4.5, com as curvas de confirmação, comprova a absorção de 15 g/g obtidas anteriormente.



**Figura 4.5** – Confirmação dos resultados para o traço com  $a/c = 0,30$ .

A Figura 4.6 mostra as curvas de confirmação junto com as curvas feitas inicialmente. Percebe-se a repetibilidade do ensaio, com todas as curvas se encontrando no mesmo ponto aos 56 minutos.



**Figura 4.6** – Curvas para o traço com  $a/c = 0,30$ .

Os resultados mostram a grande disparidade na capacidade de absorção entre imersão em água e em meio cimentício. Considerando a absorção em imersão em água de 80,32 g/g, houve uma diminuição de mais de 80% na capacidade de absorção do polímero. Isso mostra como a pressão osmótica e a concentração do meio são fatores fundamentais para a absorção do polímero.

A característica imprecisa desta metodologia impede medições precisas, que além de serem medições indiretas, ainda são medidas aproximadas das referências mais próximas. De forma que, a determinação da absorção fica presa a intervalos bem espaçados entre as referências realizadas.

O método do espalhamento representa uma interessante metodologia de medição indireta, tendo em vista que ele é realizado diretamente com o PSA em ação no meio cimentício. Porém, essa metodologia apresenta dificuldades. Primeiro, ela considera que o PSA inchado não influencia no espalhamento das argamassas, fato de difícil comprovação. Segundo, ela se torna muito complexa quando analisada sobre o aspecto da quantidade de trabalho necessário, na criação de uma base de argamassas de referência suficientemente extensa, para uma determinação confiável da absorção.



#### 4.4.2.COMPARAÇÃO DA ABSORÇÃO EM MEIO CIMENTÍCIO

As informações de absorção em meio cimentício para o polímero estudado são comparadas a outros polímeros estudados por pesquisadores ao redor do mundo. A Tabela 4.8 traz um resumo da capacidade de absorção em meios cimentícios, provenientes desses diferentes estudos. Aqui são comparados apenas polímeros que tiveram sua absorção definida através da metodologia de espalhamento de argamassa, de forma que a metodologia não influencie nas observações.

**Tabela 4.8** – Comparação de valores para absorção em meio cimentício.

|                                   | PSA estudado | MONNIG (2005) | ASSMANN (2013) |
|-----------------------------------|--------------|---------------|----------------|
| absorção em meio cimentício (g/g) | 15           | 10            | 11             |

A absorção encontrada para o polímero em estudo é superior às absorções dos polímeros analisados pelos outros pesquisadores, mas ainda se encontra próxima dos valores obtidos para os outros polímeros. O polímero analisado por Assmann também é de origem de Jensen, assim como o polímero deste trabalho, porém, os resultados indicam que esses polímeros diferem entre si.

#### 4.5. RESUMO DAS CARACTERIZAÇÕES E ENSAIOS

Na Tabela 4.9 é apresentado o resumo das caracterizações realizadas para o polímero superabsorvente. Também são apresentadas informações sobre os métodos de caracterização.

**Tabela 4.9** – Quadro Resumo da caracterização do PSA.

| Característica              | Metodologia                        | Resultado        | Utilidade  | Observações sobre metodologia  |
|-----------------------------|------------------------------------|------------------|--|--|
| Composição química          | Difração de raios x                | Indefinido       | Determinação da composição química                 | Necessário conhecimento para aplicação em material amorfo                                      |
| Massa específica            | Analisador automático de densidade | 1456 g/ml        | Determinação da massa específica                   | Simple e preciso   |
| Formato das partículas      | Microscopia óptica                 | Formato esférico | Visualização direta do PSA                         | Simple e útil  |
| d50                         | Granulometria a laser              | 66,28 µm         | Determinação da granulometria                      | Preciso, com erros menores que 1%  |
| Absorção em água            | Teabag PSA puro                    | 161,78 g/g       | Demonstração do fenômeno de <i>gel blocking</i>    | Dificuldade na retirada de água, excesso de água retida por capilaridade e <i>gel blocking</i> |
|                             | Teabag c/ areia                    | 182,75 g/g       | Demonstração do fenômeno de <i>gel blocking</i>    | Dificuldade na retirada de água, excesso de água retida por capilaridade                       |
|                             | Cilindro Graduado                  | 95,78 g/g        | Equipamentos de fácil acesso                       | Densidade de assentamento admitida a mesma entre polímero seco e inchado                       |
|                             | Microscopia óptica                 | 80,32 g/g        | Observação direta do PSA no processo de absorção   | Precisão dependente da capacidade do software de medição utilizado                             |
| Absorção em meio cimentício | Espalhamento de argamassa          | 15 g/g           | Medição da absorção diretamente no meio cimentício | Medição indireta, com consideração de não influência do PSA no espalhamento. Método trabalhoso |

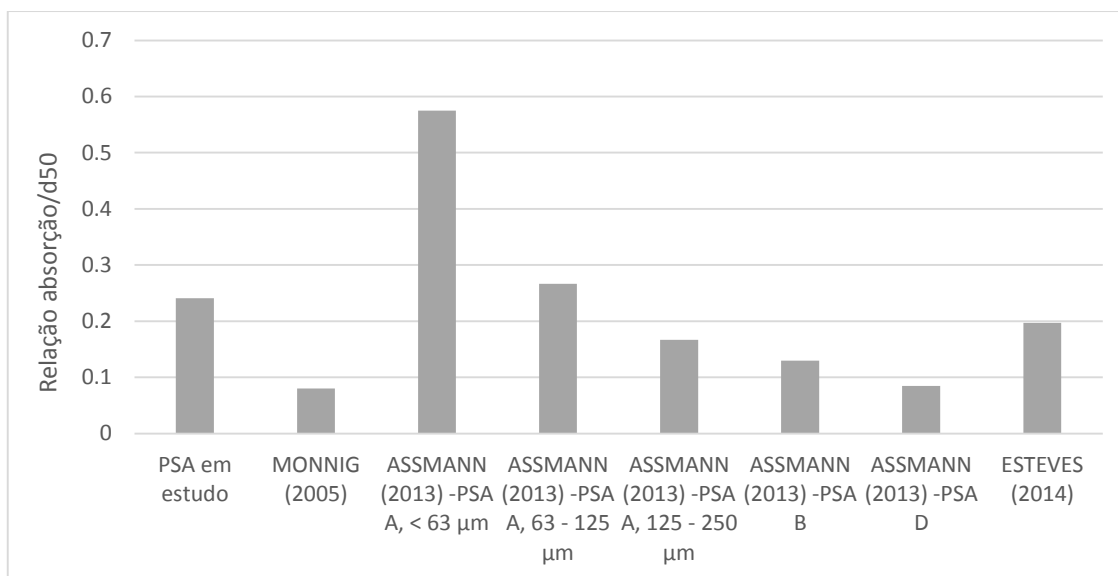
#### 4.6.COMPARAÇÃO COM PSAS EXISTENTES NA LITERATURA

Possuindo os dados de caracterização do PSA, pode-se compará-lo a outros polímeros caracterizados por diferentes estudiosos. A Tabela 4.10 apresenta as características dos PSAs estudados pelos diferentes pesquisadores. A comparação é realizada quanto aos diâmetros médios e a capacidade de absorção em meio cimentício. Vale ressaltar que nem todas as metodologias utilizadas são as mesmas, entretanto, considera-se aqui que todos os resultados são confiáveis.

**Tabela 4.10** – Comparação entre diferentes PSAs.

|                                     | metodologia utilizada     | absorção em meio cimentício (g/g) | diâmetro médio das partículas (µm) | Relação absorção/d50 |
|-------------------------------------|---------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|----------------------|
| PSA em estudo                       | espalhamento de argamassa | 15                                | 62,28                              | 0,240                |
| MONNIG (2005)                       | espalhamento de argamassa | 10                                | 125                                | 0,080                |
| ASSMANN (2013) -PSA A, < 63 µm      | espalhamento de argamassa | 23                                | 40                                 | 0,575                |
| ASSMANN (2013) -PSA A, 63 - 125 µm  | espalhamento de argamassa | 24                                | 90                                 | 0,266                |
| ASSMANN (2013) -PSA A, 125 - 250 µm | espalhamento de argamassa | 25                                | 150                                | 0,166                |
| ASSMANN (2013) -PSA B               | espalhamento de argamassa | 35                                | 270                                | 0,129                |
| ASSMANN (2013) -PSA D               | espalhamento de argamassa | 11                                | 130                                | 0,084                |
| ESTEVEES (2014)                     | granulometria a laser     | 13,8                              | 70,1                               | 0,196                |

O gráfico na Figura 4.7 mostra os valores da relação entre absorção em meio cimentício e diâmetro médio das partículas, para todos os PSAs presentes na tabela.



**Figura 4.7** – Relações de absorção por diâmetro médio.

O polímero alvo deste estudo apresenta uma relação alta entre absorção e diâmetro. Ou seja, comparando ele com os demais polímeros, vemos que sua capacidade de absorção em meio cimentício, em comparação com as suas dimensões é bastante expressiva. Dos sete outros PSAs analisados, ele apenas apresenta menor absorção que o polímero A estudado por Assmann (2013), nos diâmetros menores que 125 μm.

Em termos de diâmetro, absorção e relação absorção/d50, o polímero mais similar ao estudado, é o PSA avaliado por Esteves (2014). Ambos apresentam partículas finas e absorção alta em relação às suas dimensões.

Excluindo as diferenças dos tipos de PSAs, os dados obtidos mostram que existe uma relação entre altas capacidades de absorção e a finura das partículas dos polímeros. Os quatro polímeros mais finos são os que apresentam maiores absorções, proporcionalmente às suas dimensões. A finura apresentada pelo o PSA deste estudo pode ser uma das razões de sua alta capacidade de absorção.

## 5. CONCLUSÕES

### 5.1. SINOPSE E CONCLUSÃO

Este estudo possibilitou a caracterização do PSA de origem de Jensen e a investigação das diferentes metodologias de caracterização propostas por diferentes pesquisadores.

A caracterização do PSA se mostrou ser mais complexa do que o esperado, principalmente, por se tratar de um tema de estudos ainda muito recente. Na falta de normatizações e métodos de caracterização já comprovados, foram usadas variações de métodos propostos por diferentes pesquisadores ou organizações.

A caracterização química não foi possível devido ao desconhecimento do comportamento do polímero no ensaio de difração de raios x, um ensaio que necessita um entendimento inicial do tipo de material ensaiado, para a definição dos parâmetros de ensaio.

O ensaio com o analisador automático de densidade se mostrou totalmente eficaz e de simples realização. O polímero resultou em uma massa específica de 1,456 g/ml, similar ao valor encontrado na literatura para outros PSAs usados para a cura interna de concreto.

O ensaio de microscopia óptica é simples e eficaz. Ele permite a visualização das partículas isoladas, possibilitando a determinação de seus formatos e tamanhos aproximados, além da visualização das condições em que se encontra o polímero. O cálculo da absorção de água pela microscopia se mostrou o método mais confiável entre os realizados neste estudo, resultando em uma absorção de 80,32 g de água por grama de polímero. Porém se faz a ressalva da necessidade de softwares de análise de imagens adequados e eficientes.

O método de granulometria a laser se insere perfeitamente na caracterização destes novos polímeros superabsorventes. A granulometria gerada é precisa e confiável. Usando álcool absoluto como solvente, não existe risco de absorção durante o ensaio. Para o polímero estudado, encontrou-se uma granulometria fina e homogênea, com diâmetro médio de 66 µm. Apesar de não terem sido realizadas medições de absorção por granulometria a laser, como proposto por Esteves (2014), esse método, caso se encontrem dispersantes eficazes, representa um grande potencial de virar um método normatizado para a caracterização da absorção de PSAs para uso em meios cimentícios.

O método do Teabag, comumente utilizado na caracterização de PSAs na indústria farmacêutica, se mostrou ineficaz para o PSA para uso como agente de cura interna. Devido as partículas do PSA serem muito finas, ocorreu muita retenção de água por capilaridade e o processo de retira da água não absorvida se mostrou nada eficiente e bastante demorado. Os resultados de capacidade de absorção encontrados por este método não foram confiáveis, pois geraram valores 2 vezes maiores que os resultados obtidos para a absorção através da microscopia óptica.

A metodologia do cilindro graduado, proposta por Jensen (2011), é a metodologia de maior simplicidade, necessitando de equipamentos comuns e que podem ser facilmente transportados até localizações mais afastadas e isoladas. A capacidade de absorção encontrada por este método foi de 95,78 g/g de polímero. Apesar da simplicidade, esse método ainda resultou em um valor aceitável para a absorção. A principal vantagem do método reside, exatamente, na sua simplicidade e baixo custo de realização.

O método utilizado para a determinação da absorção em meio cimentício foi o do espalhamento de argamassas, ou *slump-flow test*, proposto inicialmente por Mönnig (2005). Esse procedimento gerou resultados similares a resultados obtidos por outros pesquisadores, obtendo 15 g/g de absorção. Contudo, seu aspecto de medição indireta, de necessidade de valores de referência e de consideração de não influência do PSA no espalhamento, comprometem sua precisão. Apesar de mesmo assim, representar uma útil ferramenta de caracterização da absorção em meio cimentício, o excesso de tempo, recursos e trabalho gasto com a preparação dos traços de referência, não é compensado pelos resultados imprecisos obtidos.

O PSA foco deste trabalho demonstrou possuir uma alta relação entre sua absorção e suas dimensões. Comparando com outros polímeros estudados, ele apresenta uma das granulometrias mais finas e uma das capacidades de absorção mais expressivas, estando entre os PSAs mais eficazes no quesito absorção por grama de polímero.

## 5.2.SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Recomenda-se para estudos futuros, o foco em caracterizações da absorção em meio cimentício, já que essa é a característica mais importante para o uso do PSA com agente de cura interna na mitigação da retração autógena em concretos. O método proposto por ESTEVES (2014) deve ser o principal ensaio utilizado para a definição da absorção em meio cimentício, desde que sejam encontrados dispersantes eficazes para o uso do equipamento experimental.

Também se recomenda que sejam realizadas análises químicas mais precisas, que permitam um melhor entendimento da estrutura química das partículas do polímero e seus processos de absorção e dessorção. Ensaio de absorção sob carga são indicados para estudos que já visem o uso prático do polímero em grandes quantidades de concreto.

Trabalhos futuros com o mesmo polímero devem fazer comparações com o polímero estudado por ESTEVES (2014) devido à grande similaridade apresentada pelos dois PSAs.

Para melhor entendimento da influência das características dos PSA e seus efeitos nas diversas propriedades dos concretos, recomenda-se que estudos de caracterização sejam feitos para diferentes polímeros, e que os resultados de caracterização sejam associados a resultados de desempenho dos corpos de concreto, e de análises de suas microestruturas. Isso possibilitaria isolar a influência de características específicas, contribuindo para o entendimento do funcionamento dos PSAs, e possibilitando a criação de novos e mais eficientes materiais.

## Referências Bibliográficas

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas, NBR 6118 “Projeto de estruturas de concreto - procedimentos” 2014. 82pg.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas, NBR 8953. “Concreto para fins estruturais - Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência – Versão corrigida 1:2011” 2009. 4pg.

AITCIN, P., 1998, “High-Performance Concrete” Ed. E & FN spoon, p. 593

AITCIN, P.C.; NEVILLE, A. How the water-cement ratio affects concrete strength. *Concrete International*. [S.I], v.25, n.8, p. 51-58, august 2003.

ASSMANN, A., 2013. “Physical properties of concrete modified with superabsorbent polymers”, n. 6, p. 49-54, may 2013.

BAKASS, M., BELLAT, J. P., BERTRAND G., 2006. “Characterization of a Superabsorbent Polymer”. n. 5.

BALTHAR, V. K. B. L. Retração Autógena E Evolução De Propriedades Mecânicas De Pastas Pozolânicas. Dissertação – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2004.

BAROGHEL-BOUNY, V.,1994, Caracterization des pâtes de ciment et des bétons: methodes, analyse, interpretations. Thèse de doctorat de L.C.P.C., Paris, France.

BENTZ, D. P.; JENSEN, O. M., 2004, “Mitigation strategies for Autogenous shrinkage cracking”. *Cement and Concrete Research*, v. 26, pp. 677-685.

BROOKS, J. J.; CABRERA, J. G.; MEGAT JOHARI, M. A, 1999, “Factors affecting the autogenous shrinkage of silica fume high-strength concrete”. In: E. TAZAWA (ed), *Autoshrink' 98, Proceedings of the International Workshop on Autogenous Shrinkage of Concrete*, Hiroshima, Japan June, pp. 195-202.

CLARO, G. P. P. e SARAIVA, L. M., 2012. Contribuição ao estudo da retração autógena em microconcretos de alta resistência. Monografia de Projeto Final, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 91 p.

COSTA I. C. Desenvolvimento de dispositivo fotônico para monitoramento de metais poluentes em recursos hídricos. 2004. 79p. Tese em Doutorado – Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Ciências Exatas e da natureza, Departamento de Química Fundamental.

COUTINHO, A. S. Fabrico e Propriedades do Betão. Vol. 3. ed. LNEC. Lisboa: LNEC. 1994. cap. 11, p. 231-286.



CUSSON, D., HOOGEVEN, T., 2008. “Internal curing of high performance concrete with presoaked fine lightweight aggregate for prevention of autogenous shrinkage cracking”. *Cement and Concrete Research*, v.38, pp.757-765.

DUDZIAK, L., MECHTCHERINE, V., 2008. “Mitigation of volume changes of Ultra-High Performance Concrete (UHPC) by using Super Absorbent Polymers”. *Second International Symposium on Ultra High Performance Concrete*, p. 425-432.

ESTEVEES L. P. 2011. *Superabsorbent polymers: On their interaction with water and pore fluid*.

ESTEVEES L.P. 2010. On the absorption kinetics of Superabsorbent Polymers. Int. RILEM Conf. on Use of Superabsorbent Polymers and Other New Additives in Concrete, 15-18 August 2010, Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark.

ESTEVEES L.P., 2014. *Recommended method for measurement of absorbency of superabsorbent polymers in cement-based materials*. Materials and Structures.

GENNES, P. G.; BROCHARD-WYART, F.; QUÉRE, D., 2002, “Capillarité et pesanteur” In: Cabane, B., Hénon, S. (eds), *Gouttes, bulles, perles et ondes*. 1 ed., chapitre 1, Paris, Belin, pp. 38-68.

GENNES, P. G.; BROCHARD-WYART, F.; QUÉRE, D., 2002, “Capillarité et pesanteur” In: Cabane, B., Hénon, S. (eds), *Gouttes, bulles, perles et ondes*. 1 ed., chapitre 1, Paris, Belin, pp. 38-68.

GONZALES, M. L. S.; SILVA, E. F. e LOPES, A. N. M. Polímeros Superabsorventes para Mitigar Retração Autógena de Concretos de Alta Resistência – Estado da Arte. In: 56º Congresso Brasileiro do Concreto - CBC2014 – 56CBC. 2014.

HASPARYK, N. P; LOPES, A. N. M.; ANDRADE, M. A. S.; SANTOS, S. B. *Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais*. São Paulo: IBRACON. 2007. Volume 2, cap.22

IGARASHI, S., WATANABE, A., 2006. “Experimental Study on Prevention of Autogenous Deformation by Internal Curing Using Super-Absorbent Polymer Particles”.

JCI- Committee Report of Japan Concrete Institute, “Technical Committee on Autogenous Shrinkage of Concrete”, 1998, In: E. Tazawa (ed), *Autoshrink’ 98, Proceedings of the International Workshop on Autogenous Shrinkage of Concrete*, Hiroshima, Japan June, pp. 3-67.

JENSEN, O. M., 1995, “Thermodynamic limitation of self-desiccation”, *Cement and Concrete Research*, v. 25, n. 1, pp. 157-164.

JENSEN, O. M., 2011. “Water absorption of superabsorbent polymers in a cementitious environment” International RILEM Conference on Advances in Construction Materials through Science and Engineering 5-7 September 2011, Hong Kong, China, n. 14, p. 22-35.

JENSEN, O. M., HANSEN, P. F., 2002. “Water-entrained cement-based materials II. Experimental Observations”, *Cement and Concrete Research*, v. 32, n. 6, pp.973-978.

JENSEN, O. M.; HANSEN, P. F., 2001, “Water-entrained cement-based materials: Principles and theoretical background”, *Cement and Concrete Research*, v. 31, n. 5, pp.647-654.

JOHANSEN, N.A., MILLARD, M.J., MEZENCEVOVA, A., GARAS, V.Y., KURTIS, K.E., 2009. “New method for determination of absorption capacity of internal curing agents”. In: *Cement and Concrete Research* 39

KAYALI, O., HAQUE, M. N., ZHU, B, 1999, “Drying shrinkage of fiber-reinforced lightweight aggregate concrete containing fly ash”, *Cement and Concrete Research*, v.29, pp.1835-1840.

KOJIMA, T.; TAKAGI, N.; HORIKAWA, S., 2001, “Study on Shrinkage Characteristics of High-Strength Silica Fume Concrete”. In: V. M. MALHOTRA (ed) *Proceedings of Seventh ANMET/ACI International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete*, pp. 719-735, Chennai, India.

KOVLER, K.; ZHUTOVSKY, S.,2006, “Overview and future trends of shrinkage research”. *Materials and Structures*, v. 39, pp. 827-847.

LOPES, A. N. M., (2011). Mitigação da retração autógena em concretos de alta resistência contendo aditivo redutor de retração e seus efeitos na macro e microestrutura. Tese de doutorado – Universidade federal do Rio Grande do Sul. Escola de engenharia. Porto Alegre, BR-RS.

LOPES, A.N. M.; SILVA, E. F.; DAL MOLIN, D. C. C. e TOLEDO FILHO, R. D. Shrinkage-Reducing Admixture: Effects on Durability of High-Strength Concrete. *ACI Materials Journal*; Vol. 110 Issue 4, p365, 2013.

LOPES, A.N. M.; SILVA, E. F.; TOLEDO FILHO, R. D. e DAL MOLIN, D. S. C. Propriedades Mecânicas, Retração Autógena e por Secagem de Concretos de Alta Resistência contendo Aditivo Redutor de Retração. In: XXXV – Jornadas Sul Americanas da Engenharia Estrutural. Rio de Janeiro. 2012.

LURA, P., DURAND, F., JENSEN, O. M., 2006. “Autogenous Strain of Cement Pastes With Super Absorbent Polymers” *Volume Changes of Hardening Concrete*, pp. 20-23. Denmark

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

LURA, P.; VAN BREUGEL, K.; MARUYAMA, I., 2001, “Effect of curing temperature and type cement on early-age shrinkage of high-performance concrete”, *Cement and Concrete Research*, v. 31, n. 12, pp. 1867-1872.

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

MANZANO, M. A. R. (2014). Estudo Experimental de Microconcretos de Alta Resistência Modificados com Polímeros Superabsorventes (PSA). Exame de Qualificação de Doutorado. Programa de Pós-graduação em Estruturas e Construção Civil, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental. Universidade de Brasília, Brasília, DF. 115 p.

MARCONATO, J. C.; FRANCHETTI, S. M. M. Polímeros Superabsorventes e as Fraldas Descartáveis. Um material alternativo para o ensino de polímeros. 2002. Disponível em: <<http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc15/v15a09.pdf>>. Acesso em: 5 Jul. 2013, 17:00.

MECHTCHERINE V, REINHARDT HW, editors. Application of superabsorbent polymers in concrete construction. State-of-the-art report of the RILEM TC 225-SAP. Springer; 2012.

MECHTCHERINE, V.; GORGES, M.; SCHROEFL, C.; BRAMASHUBER, W.; RIBEIRO, A.B.; CUSSON, D.; SILVA, E.F; ICHIMIYA, K.; IGARASHI, S.; KOVLER, K.; LOPES, A.N.M.; LURA, P.; REINHARDT,HW.; FILHO, R.D.T; WEISS, J.; YE, G. Effect of internal curing by using superabsorbent polymers (SAP) on autogenous shrinkage and other properties of a high-performance fine-grained concrete: results of a RILEM round-robin test. Materials and Structures. 2014

MECHTCHERINE, V., DUDZIAK, L., & HEMPEL, S., 2009. “Mitigating early age shrinkage of Ultra-High Performance Concrete by using Super Absorbent Polymers (SAP)”. 90 Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and Concrete Structures - CONCREEP-8, T. TANABE et al. (eds.), Taylor & Francis Group, London, pp. 847-853.

METHA, P.K; MONTEIRO, P.J. 2008, “Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais. 3 ed. São Paulo: IBRACON.

MÖNNIG, S. 2005. “Water saturated super-absorbent polymers used in high strength concrete”

ORDOÑEZ, S. T. L.; SILVA, E. F.; BAUER, E. e LOPES, A. N. M. Mitigação da Retração Autógena em Microconcretos de Alta Resistência com adição de Polímeros Superabsorventes. In: 4o Congresso Nacional – Congresso Construção 2012. Coimbra – Portugal, 2012.

ORDOÑEZ, S. T. L.; SILVA, E. F.; BAUER, E. e LOPES, A. N. M. Utilização de polímero superabsorvente e aditivo redutor de retração no combate à retração autógena em microconcretos de alta resistência. In: 55º Congresso Brasileiro do Concreto IBRACON. Gramado, Rio Grande do Sul. 2013.

PEREIRA, D.F.; MATOS, V.N. 2011. “Combate à retração autógena utilizando polímeros n”. Monografia de Projeto Final, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, DF, 72 p.

POURJAVADI, A., FAKOORPOOR S. M., HOSSEINI, P., KHALOO, A., 2013. “Interactions between superabsorbent polymers and cement-based composites incorporating colloidal silica nanoparticles”

RÊGO, P.I.; AKITAYA, T.A. 2011. “Determinação do patamar de percolação através do uso de pulso ultrassônico em concretos de alto desempenho”. Monografia de Projeto Final 2, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, p. 63

RILEM Technical Committee 225 – SAP. “Application of Superabsorbent Polymers (SAP) in Concrete Construction, 2012.

SANTOS, F. I. G.; ROCHA, J. C.; CHERIAF, M.,2007, “Influência da cinza pesada empregada em substituição ao agregado natural nos mecanismos de transferência de umidade em argamassas”, Revista Matéria v. 12, n. 2, ISSN 1517-7076.

SILVA, E, F. 2007. “Variações dimensionais em concretos de alto desempenho contendo aditivo redutor de retração”. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Rio de Janeiro, RJ.

SILVA, E. F.; CLARO, G. P.; SARAIVA, L. M. e LOPES A. N. M. O polímero superabsorvente como estratégia mitigadora da retração autógena em microconcretos de alta resistência. In: 55º Congresso Brasileiro do Concreto IBRACON. Gramado, Rio Grande do Sul. 2013a.

SILVA, E. F.; LOPES, A. N. M. e CHATER, L. Metodologia para determinação da retração autógena unidirecional em concretos de alto desempenho (CAD) por capturas de imagens. In: 6º Congresso Luso-Moçambicano de Engenharia. Maputo - Moçambique. 2011a.

SILVA, E. F.; LOPES, A. N. M.; CLARO, G. P. e SARAIVA, L. M. Técnica do Ultrassom para determinar o Tempo-Zero de Microconcretos de Alta Resistência. In: 55º Congresso Brasileiro do Concreto IBRACON. Gramado, Rio Grande do Sul. 2013b.

SILVA, E. F.; LOPES, A. N. M.; REGO, P. I. A. e AKITAYA, T. A. Técnica da propagação de pulso ultrassônico para determinação do tempo-zero ( $t_0$ ) em concretos de alto desempenho (CAD). In: 6º Congresso Luso-Moçambicano de Engenharia. Maputo - Moçambique. 2011b.

SILVA, E. F.; LOPES, A.N. M.; TOLEDO FILHO, R. D. e FAIRBAIRN, E. M. R. Módulo de Elasticidade de Concretos de Alta Resistência (CAR) contendo Aditivo Redutor de Retração (ARR). In: XXXV – Jornadas Sul Americanas da Engenharia Estrutural. Rio de Janeiro. 2012.

SILVA, E. F.; LOPES, A.N. M.; TOLEDO FILHO, R. D. e FAIRBAIRN, E. M. R. Resistência à tração direta de concretos de alto desempenho contendo aditivo redutor de retração. In: 53º Congresso Brasileiro do Concreto IBRACON. Florianópolis, Santa Catarina. 2011c.

SILVA, E. F.; LOPES, A.N. M.; TOLEDO FILHO, R. D. e FAIRBAIRN, E. M. R. Uso de Onda Ultra-Sônica para determinar o Tempo-Zero em Concretos de Alto Desempenho (CAD) contendo Aditivo Redutor de Retração (ARR). In: XXXIV – Jornadas Sul Americanas da Engenharia Estrutural. San Juan - Argentina. 2010.

SILVA, E. F.; LOPES, A.N. M.; TOLEDO FILHO, R. D. e FAIRBAIRN, E. M. R. Aditivo Redutor de Retração: Efeito na Retração Autógena, Propriedades Reológicas, Mecânicas e

Térmicas, em Concretos de Alto Desempenho. In: XXXIII – Jornadas Sul Americanas da Engenharia Estrutural. Santiago - Chile. 2008.

SILVA, E. F.; R. MANZANO, M. A. R. LOPES, A.N. M. e TOLEDO FILHO, R. D. Effect of SAP on the Autogenous Shrinkage and Compressive Strength of High-Strength Fine-Grained Concrete. In: International RILEM Conference on Application of Superabsorbent Polymers and Other New Admixtures in Concrete Construction, 2014, Dresden. International RILEM Conference on Application of Superabsorbent Polymers and Other New Admixtures in Concrete Construction, 2014. p. 211-219.

TAYLOR, H.F.W. Cement chemistry. London, Academic Press, 1992 (2a. ed.)

TAZAWA, E., MIYAZAWA, S. 1999. “Effects of constituents and curing condition on autogenous shrinkage of concrete”. Proceedings of the International Workshop on Autogenous Shrinkage of Concrete, Hiroshima, Japan.

TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., 1995, “Influence of cement and admixture on Autogenous shrinkage of cement pastes”, Cement and Concrete Research, v. 25, n. 2.

TOLEDO FILHO, R. D.; SILVA, E. F.; LOPES, A. N. M.; MECHTCHERINE, V. e DUDZIAK, L. Effect of Superabsorbent Polymers on the Workability of Concrete and Mortar. In: RILEM TC 225-SAP. Application of superabsorbent polymers in concrete construction. London: Ed. Springer, 2012. Cap. 5.

TRALDI, C. L. e AGUIRRE, L. M. (2013). Polímero super absorvente (PSA) como agente de cura interna para prevenir fissuração em microconcretos de alta resistência devido à retração autógena. Monografia de Projeto Final, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 100 p.

TRALDI, C. L.; AGUIRRE; L. M.; SILVA, E. F. e LOPES, A. N. M. Polímero Superabsorvente como Agente de Cura Interna para prevenir fissuração em Concretos. In: XXXVI – Jornadas Sul Americanas da Engenharia Estrutural. Montevideo – Uruguai. 2014.

VANDERLEI, R. D., GIONGO, J. S., 2007. “Concreto de Alto Desempenho Aplicado em Pilares Sob Carga Excêntrica”.

VERNET (C.)- CADORET (G.) Suivi en continu de l'évolution chimique et mécanique des B.H.P. pendant les premiers jours, in “Les B.H.P., caractéristiques, durabilité, applications”. Presses de l'E.N.P.C., Paris, 1992, pp 115-128.

WITTMANN, F.H., 1968, “Surface tension shrinkage and strength of hardened cement paste”, Materials and Structures, v. 1, n. 6, pp.547-552.

Zohuriaan-Mehr, M. J., 2008. “Superabsorbent Polymer Materials: A Review”

## APÊNDICE A1 – ESPECIFICAÇÕES DOS MATERIAIS DAS ARGAMASSAS

### Cimento

No estudo experimental será utilizado cimento Portland de Alta Resistência Inicial, CPV-ARI.

#### Composição química do cimento

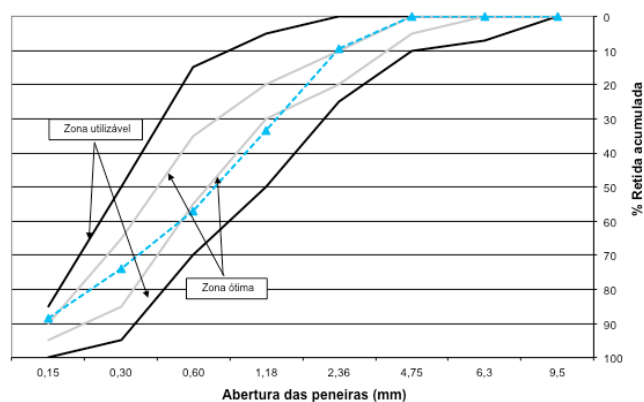
| Composição                  | Teor (%) | Limites | Referência normativa |
|-----------------------------|----------|---------|----------------------|
| Perda ao fogo               | 2,18     | -       | NBR 5747:2004        |
| Resíduo insolúvel           | 0,59     | -       | NBR 5742:2004        |
| Óxido de Magnésio (MgO)     | 4,45     | -       | NBR 5742:2004        |
| Dióxido de silício          | 24,06    | <3,0    | NBR 5742:2004        |
| Óxido de ferro              | 2,98     | -       | NBR 5742:2004        |
| Óxido de alumínio           | 7,27     | <6,5    | NBR 5742:2004        |
| Óxido de Cálcio (CaO)       | 53,35    | <0,75   | NBR 5747:2004        |
| Óxido de Cálcio livre (CaO) | 1,2      | -       | NBR 5747:2004        |
| Óxido de Sódio              | 0,35     | <4,5    | NBR 5743:2004        |
| Óxido de Potássio           | 1,16     | <1,0    | NBR 5744:2004        |
| Equiv. Alcalino             | 1,11     | -       | NBR 5742:2004        |
| Sulfato de Cálcio           | 7,17     | <3,5    | NBR 5745:2004        |

#### Propriedades físicas do cimento

| Ensaio                                | Resultado | Limites | Referência normativa |               |
|---------------------------------------|-----------|---------|----------------------|---------------|
| Água de consistência – Pasta (%)      | 32,8      | -       | NBR NM 43:2002       |               |
| Finura na peneira #200 (%)            |           | < 6,0   | NBR 11579:1994       |               |
| Massa Específica (g/cm <sup>3</sup> ) | 3,03      | -       | NBR NM 23:2000       |               |
| Tempo de início de pega(h)            | 3:00      | > 01:00 | NBR NM 65:2002       |               |
| Tempo de fim de pega (h)              | 4:10      | < 10:00 | NBR NM 65:2002       |               |
| Resistência à compressão (MPa)        | 1 dia     | 30,7    | -                    | NBR 7214:2012 |
|                                       | 3 dias    | 39,5    | > 24,0               | NBR 7214:2012 |
|                                       | 7 dias    |         | >34,0                | NBR 7214:2012 |
|                                       | 28 dias   |         | -                    | NBR 7214:2012 |
|                                       |           |         |                      |               |

## Agregado Miúdo

O agregado miúdo utilizado na produção dos microconcretos foi areia natural lavada proveniente do depósito aluvial do Rio Corumbá, situada a cerca de 220 Km de Brasília.



|  |        |
|--|--------|
| Módulo de finura                       | 2,73   |
| Dimensão máxima característica (mm)    | 4,75   |
| Massa específica (kg/dm <sup>3</sup> ) | 26,455 |

## Sílica Ativa

A sílica ativa utilizada na fabricação dos microconcretos foi nacional, do tipo não densificada

### Composição química do cimento

| Propriedade  | Teor (%) | Limites | Referência normativa |
|--|----------|---------|----------------------|
| Perda ao fogo  | 2,94     | <10,0   | NBR 12653:1992       |
| Trióxido de enxofre (SO <sub>3</sub> )   | 2,94     | <6,0    | NBR NM 15:2012       |
| Dióxido de silício (SiO <sub>2</sub> )   | 93,95    | -       | NBR 12653:1992       |
| Óxido de ferro (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )                                   | 0,27     | -       | NBR 12653:1992       |
| Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )                                | 0,16     | -       | NBR 12653:1992       |
| Óxido de cálcio (CaO)  | 0,74     | -       | NBR 12653:1992       |
| Óxido de magnésio (MgO)  | 0,86     | -       | NBR 12653:1992       |
| Óxido de sódio (Na <sub>2</sub> O)   | 0,37     | -       | NBR 12653:1992       |
| Óxido de Potássio (K <sub>2</sub> O)   | 0,84     | -       | NBR 12653:1992       |
| Equiv. Alcalino  | 0,91     | -       | NBR 12653:1992       |
| SiO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 94,38    | >70,0   | NBR 12653:1992       |

### Propriedades físicas do cimento

| Propriedade                   | Teor | Referência normativa |
|-------------------------------|------|----------------------|
| Finura - resíduo peneira #200 |      | NBR 12653:1992       |
| Finura - resíduo peneira #325 |      | NBR 12653:1992       |
| Umidade                       | 0,22 | NBR 12653:1992       |
| Massa específica              | 3,33 | NBR 9776:1987        |

### **Superplastificante**

Glenium 51 (Policarboxilato)



**APÊNDICE A2 – DADOS DETALHADOS DA GRANULOMETRIA DO  
PSA**

| <b>Diâmetro das Partículas<br/>(mm)</b> | <b>Porcentagem Passante</b> | <b>Diâmetro das Partículas<br/>(mm)</b> | <b>Porcentagem<br/>Passante</b> |
|---|-----------------------------|---|---------------------------------|
| 0.0005                                  | 0.09                        | 0.045                                   | 22.59                           |
| 0.0007                                  | 0.28                        | 0.05                                    | 27.83                           |
| 0.001                                   | 0.57                        | 0.053                                   | 31.37                           |
| 0.0013                                  | 0.86                        | 0.056                                   | 35.21                           |
| 0.0014                                  | 0.96                        | 0.063                                   | 44.97                           |
| 0.0015                                  | 1.05                        | 0.071                                   | 56.82                           |
| 0.0016                                  | 1.15                        | 0.075                                   | 62.66                           |
| 0.0017                                  | 1.25                        | 0.08                                    | 69.51                           |
| 0.0018                                  | 1.34                        | 0.085                                   | 75.64                           |
| 0.002                                   | 1.53                        | 0.09                                    | 80.89                           |
| 0.0022                                  | 1.71                        | 0.095                                   | 85.33                           |
| 0.0024                                  | 1.88                        | 0.1                                     | 89.01                           |
| 0.0026                                  | 2.05                        | 0.106                                   | 92.53                           |
| 0.0028                                  | 2.21                        | 0.112                                   | 95.13                           |
| 0.003                                   | 2.36                        | 0.125                                   | 98.42                           |
| 0.0032                                  | 2.50                        | 0.13                                    | 99.13                           |
| 0.0034                                  | 2.64                        | 0.14                                    | 99.96                           |
| 0.0036                                  | 2.77                        | 0.145                                   | 99.99                           |
| 0.0038                                  | 2.90                        | 0.15                                    | 10000000.00                     |
| 0.004                                   | 3.02                        | 0.155                                   | 10000000.00                     |
| 0.0043                                  | 3.18                        | 0.16                                    | 10000000.00                     |
| 0.0046                                  | 3.34                        | 0.17                                    | 10000000.00                     |
| 0.005                                   | 3.53                        | 0.18                                    | 10000000.00                     |
| 0.0053                                  | 3.65                        | 0.19                                    | 10000000.00                     |
| 0.0056                                  | 3.77                        | 0.2                                     | 10000000.00                     |
| 0.006                                   | 3.91                        | 0.212                                   | 10000000.00                     |
| 0.0065                                  | 4.07                        | 0.224                                   | 10000000.00                     |
| 0.007                                   | 4.20                        | 0.25                                    | 10000000.00                     |
| 0.0075                                  | 4.32                        | 0.28                                    | 10000000.00                     |
| 0.008                                   | 4.43                        | 0.3                                     | 10000000.00                     |
| 0.0085                                  | 4.53                        | 0.315                                   | 10000000.00                     |
| 0.009                                   | 4.62                        | 0.355                                   | 10000000.00                     |
| 0.01                                    | 4.78                        | 0.4                                     | 10000000.00                     |
| 0.011                                   | 4.94                        | 0.425                                   | 10000000.00                     |
| 0.012                                   | 5.10                        | 0.45                                    | 10000000.00                     |
| 0.013                                   | 5.28                        | 0.5                                     | 10000000.00                     |
| 0.014                                   | 5.47                        | 0.56                                    | 10000000.00                     |
| 0.015                                   | 5.69                        | 0.6                                     | 10000000.00                     |
| 0.016                                   | 5.92                        | 0.63                                    | 10000000.00                     |
| 0.017                                   | 6.18                        | 0.71                                    | 10000000.00                     |
| 0.018                                   | 6.46                        | 0.75                                    | 10000000.00                     |
| 0.019                                   | 6.78                        | 0.8                                     | 10000000.00                     |
| 0.02                                    | 7.12                        | 0.85                                    | 10000000.00                     |
| 0.022                                   | 7.86                        | 0.9                                     | 10000000.00                     |
| 0.025                                   | 9.04                        | 1                                       | 10000000.00                     |
| 0.028                                   | 10.28                       | 1.12                                    | 10000000.00                     |

|       |       |      |             |
|-------|-------|------|-------------|
| 0.032 | 12.31 | 1.18 | 10000000.00 |
| 0.036 | 14.96 | 1.25 | 10000000.00 |
| 0.038 | 16.47 | 1.4  | 10000000.00 |
| 0.04  | 18.09 | 2    | 10000000.00 |