EFEITO DISPERSANTE DO SILANO APTES EM PASTAS DE CIMENTO SULFOALUMINATO DE CÁLCIO

Dispersant effect of APTES silane in calcium sulfoaluminate cement paste

Alamanda Thaise de Oliveira Araújo
Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, Santa Catarina | alamandaraujo@gmail.com

Laura Silvestro
Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR), Guarapuava, Paraná | laurasilvestro@utfpr.edu.br

Maira Luiza Krann
Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, Santa Catarina | krann.maira@gmail.com

Fernando Pelisser
Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, Santa Catarina | f.pelisser@ufsc.br

Resumo

Este trabalho avalia o comportamento reológico, o processo de hidratação e as propriedades mecânicas de pastas de cimento sulfoaluminato de cálcio (CSA) com a adição de quatro teores de silano (APTES). Para isso, as pastas foram produzidas com água deionizada, CSA e APTES com teores de 0,50%; 0,75%; 1,0%; 1,25%. Dessa forma, as pastas foram analisadas tanto no estado fresco, através da reometria rotacional, como também no estado endurecido, quando foram avaliadas as resistências à compressão após 1 e 7 dias. A cinética de hidratação foi avaliada ao longo de 72 horas através da calorimetria isotérmica. Verificou-se que a tensão de cisalhamento das pastas diminuiu significativamente, à medida que aumentou o teor de adição de silano, evidenciando um efeito dispersante do APTES. Através da calorimetria isotérmica, observou-se que houve uma redução do pico principal de calor e aumento no período de indução, indicando um efeito retardante do silano. Em relação à resistência à compressão, houve uma queda de até 94% após 1 dia, corroborando com os resultados de calorimetria. Contudo, após 7 dias de hidratação, um teor de APTES de 0,75% apresentou resistência à compressão equivalente à pasta de referência.

Palavras-chave: Cimento sulfoaluminato de cálcio; silano; reologia

ABSTRACT

This work assesses the rheological behavior, hydration process, and mechanical properties of calcium sulfoaluminate cement (CSA) pastes with the addition of four contents of silane (APTES). For this purpose, the pastes were prepared using deionized water, CSA, and APTES at levels of 0.50%; 0.75%; 1.0%; 1.25%. Consequently, the pastes were analyzed both in their fresh state using rotational rheometry and in their hardened state, where compressive strengths were evaluated after 1 and 7 days. The hydration kinetics were monitored over 72 hours through isothermal calorimetry. It was observed that the shear stress of the pastes significantly decreased as the silane content increased, indicating a dispersing effect of APTES. Isothermal calorimetry revealed a reduction in the main heat peak and an extension of the induction period, indicating a retarding effect of the silane. In terms of compressive strength, there was a decrease of up to 94% after 1 day, aligning with the calorimetry results. However, after 7 days of hydration, an APTES content of 0.75% exhibited compressive strength equivalent to the reference paste.

Keywords: calcium sulfoaluminate cement; silane, rheology

1 INTRODUÇÃO

O cimento de sulfoaluminato de cálcio (CSA) pode ser usado como substituto do cimento Portland para reduzir as emissões de CO_2. Além disso, o CSA também possui propriedades de engenharia promissoras para diferentes aplicações, devido à rápida pega e endurecimento, tornando-o adequado para reparos urgentes e estabilização de solo (Pooni *et al.*, 2020; Więckowski, 2020). Em alguns outros casos, o retardamento do cimento CSA é necessário para atingir um tempo de pega mais longo, enquanto o mecanismo de hidratação na presença de retardadores permanece desconhecido até certo ponto (Tao *et al.*, 2023). Atualmente, os silanos têm sido amplamente utilizados e incorporados em substratos de cimento e

concreto para conseguir uma modificação do sistema cimentício, o que garante a melhoria em vários aspectos, incluindo trabalhabilidade e permeabilidade (Xie *et al.*, 2021). No entanto, foi relatado que o uso de silanos reduz a taxa de hidratação do cimento (Kong *et al.*, 2015), o que afeta a resistência e o progresso da construção. Um trabalho recente indicou que os silanos também causaram um forte efeito retardador no processo de hidratação do cimento, o que foi evidenciado pelos resultados do tempo de pega (Zhang *et al.*, 2020). Dessa forma, adicionando diferentes teores de silano (APTES) ao CSA, este trabalho teve como objetivo fazer uma análise do comportamento reológico, do processo de reação de hidratação e das propriedades mecânicas de resistência à compressão das pastas preparadas, avaliando a influência do APTES nelas.

2 METODOLOGIA

Para o desenvolvimento do estudo, foram utilizados o cimento CSA (sulfoaluminato de cálcio), cujo tamanho médio de partícula é de 13,87 µm, do tipo comercial, produzido pelo Grupo Cementos de Chihuahua (GCC), no México, e representado, no Brasil, pela Maxim Cimentos Especiais; o silano – APTES (3-Aminopropiltrietoxisilano; > 99% pureza), da marca Sigma-Aldrich; água deionizada. Os materiais, cimento, silano e água, foram pesados em balança com resolução de 0,01g e, posteriormente, realizada uma mistura mecânica por 2 minutos. Foram preparadas cinco pastas de cimento, sendo uma de referência contendo apenas o cimento CSA e água, e outras quatro adicionando o silano (APTES), conforme a Tabela 1. Todas as pastas foram preparadas com relação a/c de 0,50.

Tabela 1 - Proporção de mistura

Amostra	CSA (g)	APTES (g)	Água (g)
REF	50	0,0	25
APTES_0,50%	50	0,25	25
APTES_0.75%	50	0,375	25
APTES_1,00%	50	0,50	25
APTES_1,25%	50	0,625	25

Em seguida, com o objetivo de avaliar a influência do teor de silano nas reações de hidratação do cimento, foi realizado o ensaio de calorimetria isotérmica, em um calorímetro de condução isotérmica Thermometric AB da TAM Air (TA Instruments), onde foram inseridas cinco amostras com, aproximadamente, 10g cada, registradas por um período de 72h, a uma temperatura de 23°C. Paralelamente, o comportamento reológico das pastas de cimento preparadas também foi avaliado através de reometria rotacional, utilizando um reômetro Haake MARS III (Thermo Fisher Scientific), geometria tipo Vane, com diâmetro e altura de 16 e 22 mm, respectivamente. Todas as análises foram iniciadas 6 min após o primeiro contato da água com as partículas de cimento. Por último, foram moldados 7 corpos de prova cilíndricos (diâmetro de 19 mm e altura de 26 mm), para cada traço, a fim de avaliar a resistência à compressão nas idades de 1 e 7 dias, os quais foram ensaiados em uma prensa universal Instron, modelo 5569, conforme procedimento estabelecido pela NBR 5739 (ABNT, 2018).

3 RESULTADOS E ANÁLISES

O teste de calorimetria cujo resultado fornece curvas de fluxo de calor e de calor total acumulado, apresentadas na Figura 1a e 1b, mostrou que, desde o início do teste, a pasta de referência libera um calor a uma taxa maior que as com APTES, apresentando claramente um efeito retardador do uso do silano nas pastas, principalmente nas primeiras 24h e 48h, após as quais há uma recuperação significativa das amostras de APTES_0,5% e APTES_0,75%, respectivamente. Além disso, a análise das curvas mostra um aumento no período de indução, à medida que aumenta o teor de APTES empregado, bem como uma redução do segundo pico exotérmico. Foi observado um aumento de até 45 minutos no período de indução, quando comparado o uso da pasta de referência com a do APTES_1,0%, o que é relevante, já que o CSA é tido como um cimento de pega rápida. Resultados semelhantes foram observados no trabalho de Xie *et al.* (2021). Embora tenha sido observado um prolongamento do período de indução com a adição de APTES, o calor total acumulado da pasta com teor de 0,5% após 72h foi equivalente ao da pasta de referência. Os resultados evidenciam que existe um teor ótimo de APTES, resultando em uma extensão do período de indução sem reduções do calor total acumulado após 72 horas de hidratação. Teores superiores de APTES (1,0 e 1,25%) resultaram em uma redução do calor acumulado de aproximadamente 23% após 72 horas.

O ensaio de reometria rotacional é um método eficaz para analisar a trabalhabilidade de materiais frescos a base de cimento, desta forma, avaliou-se o comportamento reológico das pastas de CSA com a incorporação de APTES. Na Figura 2 são apresentas as curvas de fluxo (a) e viscosidade (b) das pastas de CSA com diferentes teores de APTES (0,5; 0,75; 1,0 e 1,25%). Observou-se na Figura 2(a) que quanto maior a porcentagem de APTES incorporado ao CSA menor a tensão de cisalhamento das pastas, evidenciando o efeito dispersantes do silano. O APTES pode promover uma repulsão estérica sobre as partículas de cimento, resultando em um efeito de dispersão (Kong *et al*., 2015). Esse comportamento está de acordo com o prolongamento do período de indução previamente discutido. De acordo com a Figura 2(b) as amostras comportaram-se como fluidos pseudoplásticos, uma vez que a viscosidade aparente reduziu com o aumento da taxa de cisalhamento. Além disso, também foi observada uma tendência de redução da viscosidade das pastas com o aumento do teor de silano, o que reforça a ação de dispersão do APTES.

O impacto do silano nas propriedades mecânicas no cimento CSA foi estudado por meio da resistência à compressão cujos resultados estão apresentados na Figura 3, avaliando que, com 1 dia, houve uma queda de resistência significativa, à medida que aumentou o teor de silano, diminuindo até 95% quando comparadas a pasta de referência com a de APTES_1,25%. Esse comportamento está de acordo com a menor liberação de calor observada no ensaio de calorimetria isotérmica após 24 horas de hidratação (Zhang *et al*., 2020). Diferentemente, aos 7 dias, constata-se uma recuperação expressiva da resistência da amostra APTES_0,75%, alcançando um valor equivalente ao da pasta de referência. Teores maiores de APTES resultaram em redução da resistência de até 54% em comparação à amostra REF. Quanto à amostra APTES_0,50%, uma falha na moldagem pode tê-la feito sofrer uma redução na resistência abaixo do esperado, quando comparada às demais, com maiores teores de APTES.

Figura 1 - Fluxo de calor (a) e calor acumulado (b) das pastas de CSA com diferentes teores de APTES

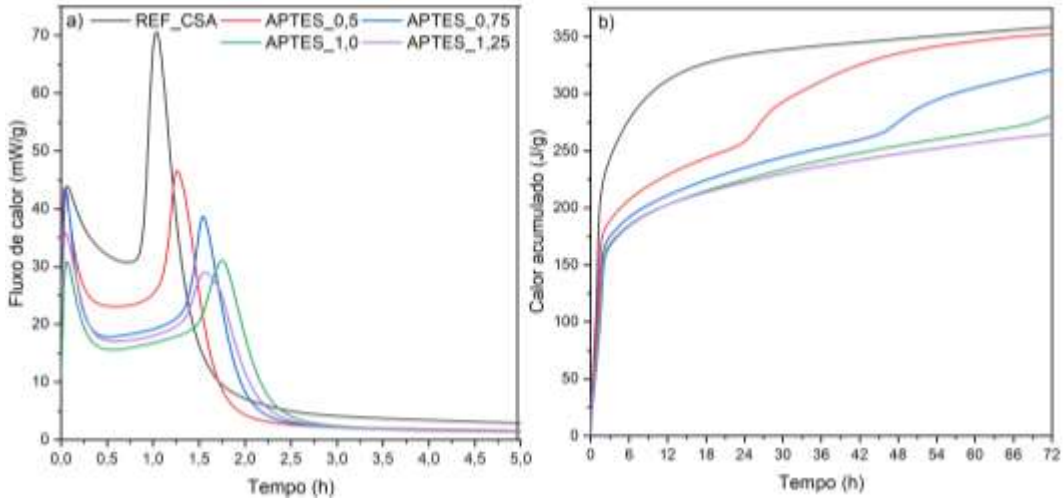


Figura 2 - Curvas de fluxo (a) e viscosidade (b) das pastas de CSA com diferentes teores de APTES. Nota: Os ensaios da amostra de referência (REF) foram realizados em triplicata para uma análise de sensibilidade em relação à variabilidade do teste de reometria rotacional

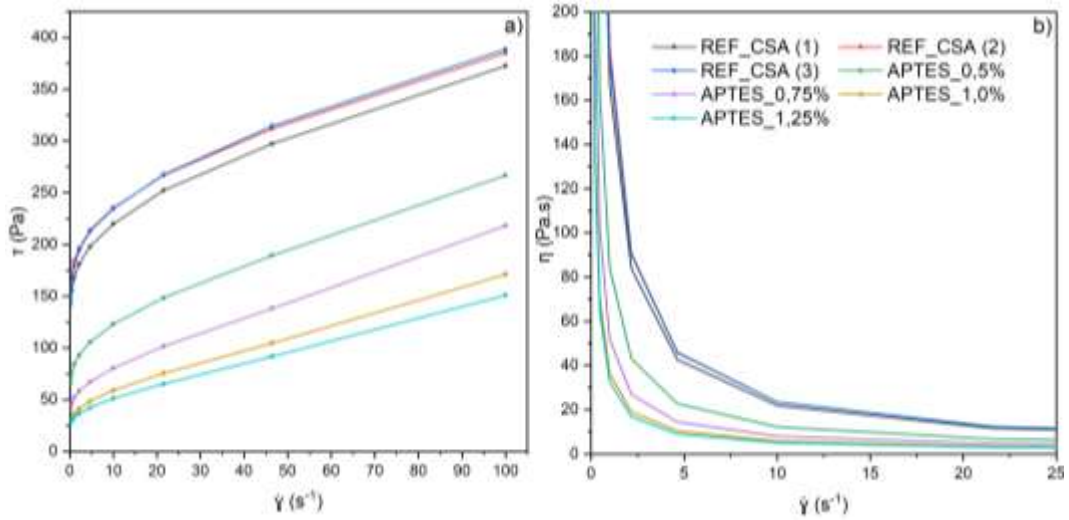
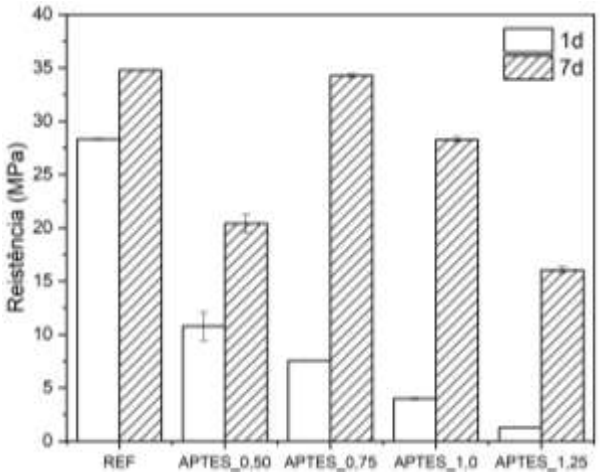


Figura 3 - Resistência à compressão - 1 e 7 dias de hidratação das pastas de CSA com diferentes teores de APTES



4 CONCLUSÃO

Este trabalho investigou a influência de diferentes teores de silano (APTES) no processo de hidratação das pastas produzidas contendo cimento sulfoaluminato de cálcio (CSA), assim como as propriedades mecânicas, através da análise da resistência à compressão e, por fim, suas características reológicas. A adição de APTES promoveu um efeito dispersante, reduzindo a tensão de cisalhamento e viscosidade das pastas, assim como um efeito retardante, constatado a partir do prolongamento do período de indução e redução do pico principal do fluxo de calor. A resistência à compressão após 1 dia diminuiu significativamente com a adição do APTES, alcançando uma redução de até 95%, para o teor de 1,25%. Em contrapartida, aos 7 dias, teores inferiores de APTES (0,75%) resultaram em resistências equivalentes à mistura de controle. Os resultados obtidos mostram um potencial para utilização de silanos como o APTES para melhorar a fluidez e prolongar o período de aplicação de misturas cimentícias à base de CSA.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à CAPES pelo apoio financeiro na compra de insumos para a realização desta pesquisa, a Geannina Terezinha dos Santos Lima e Artur Spat Ruviaro, por fornecerem parte do material utilizado, assim como ao laboratório NANOTEC/UFSC, onde foi desenvolvida toda a parte experimental.

REFERÊNCIAS

Kong, X. M., Liu, H., Lu, Z. B., & Wang, D. M. (2015). The influence of silanes on hydration and strength development of cementitious systems. *Cement and Concrete Research*, *67*, 168–178. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884614002026>. Acesso em: 30 ago. 2023. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.10.008

Pooni, J., Robert, D., Giustozzi, F., Setunge, S., Xie, Y. M., & Xia, J. (2020). Novel use of calcium sulfoaluminate (CSA) cement for treating problematic soils. *Construction and Building Materials*, *260*. Disponível em: < https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061820324387>. Acesso em: 30 ago. 2023. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120433

Tao, Y., Rahul, A. V., Mohan, M. K., De Schutter, G., & Van Tittelboom, K. (2023). Recent progress and technical challenges in using calcium sulfoaluminate (CSA) cement. *Cement and Concrete Composites*, *137*. Disponível em: < https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946522005017>. Acesso em: 30 ago. 2023. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104908

Więckowski, A. (2020). Automating CSA cement-based reinforced monolithic ceiling construction. *Automation in Construction*, *111*. Disponível em: < https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926580518310616>. Acesso em: 30 ago. 2023. https://doi.org/10.1016/j.autcon.2019.103051

Xie, M., Zhong, Y., Li, Z., Lei, F., & Jiang, Z. (2021). Study on alkylsilane-incorporated cement composites: Hydration mechanism and mechanical properties effects. *Cement and Concrete Composites*, *122*. Disponível em: <

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946521002298?via%3Dihub>. Acesso em: 30 ago. 2023. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.104161

Zhang, C., Hu, Z., Zhu, H., Wang, X., & Gao, J. (2020). Effects of silane on reaction process and microstructure of metakaolin-based geopolymer composites. *Journal of Building Engineering*, *32*, 101695. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352710220319161?via%3Dihub#bib20>. Acesso em: 30 ago. 2023. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2020.101695