ANÁLISE DA CAPACIDADE DE CICATRIZAÇÃO DE FISSURAS POR RETRAÇÃO PLÁSTICA EM ARGAMASSAS PRODUZIDAS COM ADITIVO CRISTALIZANTE

Tema: tecnologia dos materiais

KLEITON WILLIAM RHEINHEIMER[1], DAIANA CRISTINA METZ ARNOLD[2], ALICE HELENA MEINHART[3], VICTOR GABRIEL RAYMUNDO LISBOA[4]

[1] Me. Eng. civil., Universidade FEEVALE, kwrengenharia@outlook.com
[2] Profª. Drª., Universidade FEEVALE, daim@feevale.br
[3] Engª. civil, Mestranda em Tecnologia de Materiais e Processos Industriais, Universidade FEEVALE, alicehmei@gmail.com
[4] Graduando em Engenharia Civil, Universidade FEEVALE, victoraymundo881@gmail.com

RESUMO

Sabendo que a utilização de aditivos cristalizantes vem sendo estudada para tornar o concreto menos permeável através da cicatrização de fissuras, com caráter experimental e abordagem quantitativa, o presente estudo objetiva identificar a capacidade de cicatrização de fissuras de argamassas com a utilização de 2% de aditivo cristalizante em relação à massa do aglomerante, através de ensaios microestruturais – MEV e EDS. Foi identificada possível ação impermeabilizante do aditivo cristalizante na face interna da fissura da argamassa contendo 2% de aditivo cristalizante através da película observada sobre a matriz cimentícia. Contudo, não foi possível identificar cicatrização total das fissuras dentro do período de estudo proposto.

Palavras-chave: argamassa; aditivo cristalizante; fissuração; MEV.

ANALYSIS OF HEALING OF CRACKS BY PLASTIC RETRACTION IN MORTARS PRODUCED WITH CRYSTALIZING ADDITIVE

ABSTRACT

Knowing that the use of crystallizing additives has been studied to make concrete less permeable through the healing of cracks, with an experimental character and a quantitative approach, the present study aims to identify the healing capacity of mortar cracks with the use of 2% of additive crystallizing in relation to the binder mass, through microstructural tests – SEM and EDS. A possible waterproofing action of the crystallizing additive on the inner face of the mortar crack containing 2% of crystallizing additive was identified through the film observed on the cementitious matrix. However, it was not possible to identify complete healing of the cracks within the proposed study period.

Key-words: mortar; crystallizing additive; cracking; SEM.

INTRODUÇÃO

O emprego de aditivos cristalizantes em misturas cimentícias promove redução da permeabilidade através da cicatrização de fissuras por reações químicas do aditivo em contato com a água, a chamada de cura autógena. Diferentes autores estudaram esse processo bem como os compostos formados: Alghamri, Kanellopoulos e Al-Tabaa (2016) [1] identificaram através de análise qualitativa a formação de etringita, etringita tardia (AFt), silicato de cálcio hidratado (C-S-H), Portlandita ($Ca(OH)_2$), além de C-S-H *Fibrous* (forma de conglomerado de fibras) e C-S-H *Honeycomb* (forma de favo de mel); Schovanz (2019) [2] identificou evidência de formação de etringita, analisando pasta de cimento CP V-ARI; Gracioli *et al.* (2020) [3] relataram formação de etringita e gipsita em argamassas; Sisomphon, Copuroglu e Koenders (2012) [4] identificaram na região externa das fissuras, principalmente, carbonato de cálcio ($CaCO_3$) envolvido por etringita; e Oliveira (2019) [5] observou evidências de dióxido de silício (SiO_2) e calcita em fissuras de matrizes cimentícias com aditivo cristalizante.

Quanto aos produtos de cicatrização autógena, o presente artigo objetiva identificar a capacidade de cicatrização de fissuras em argamassas contendo diferentes percentuais de aditivo cristalizante, a partir de ensaios microestruturais (MEV (microscopia eletrônica de varredura) qualitativo e EDS (espectroscopia de raios-X por energia dispersiva)).

PROGRAMA EXPERIMENTAL: MATERIAIS E MÉTODOS

Foi utilizado cimento *Portland* V-ARI (massa específica de 3,12 g/cm³ e finura Blaine 4,90 cm²/g), agregado miúdo natural quartzoso proveniente do leito do Rio Jacuí localizado no Rio Grande do Sul (massa específica de 2,55 g/cm³, módulo de finura de 1,8 e dimensão máxima característica de 1,18 mm), água potável e aditivo cristalizante em forma de pó, constituído basicamente por cimento Portland, areia de sílica fina tratada e compostos químicos ativos. O aditivo passou por análise Fluorescência de Raios-X (FRX) e Difração de Raios-X (DRX). Conforme sugere a NBR 16072 (ABNT, 2012b)[6] para ensaios de argamassas com aditivos cristalizantes, foi utilizado o traço de 1:3 (cimento e areia, em volume). Então, foram produzidos dois teores: teor referência (REF), sem aditivo, e teor AC2%, contendo 2% de aditivo cristalizante, em relação à massa do cimento, relação água/cimento de 0,63 e índice de consistência mantido em 260 ± 5 mm (milímetros). A análise e quantificação de fissuras foram realizadas a partir da moldagem em placas 600x600x30 mm, cura submersa de 84 dias.

Foram selecionadas fissuras identificadas após ensaio de tração na flexão, com aferição logo após pré-fissuração e aos 84 dias de cura submersa. A identificação das fissuras foi realizada com auxílio de microscópio ótico marca *Schott* modelo S80-25. As espessuras das fissuras foram mensuradas com estereomicroscopia, demarcando pontos de referência para análise posterior a cura. A análise morfológica qualitativa foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura associada à espectroscopia de energia dispersiva (MEV- EDS) desenvolvida no laboratório de Estudos Avançados em Materiais da Universidade Feevale. O

MEV, de marca *Jeol*, modelo JSM-6510LV, com tensão de aceleração de 10 kV, em associação com EDS, de marca *Thermo Scientific UltraDry* 6724A-1UES-SN nº 7487, resolução de 129 eV, permitiram a identificação dos elementos químicos em determinados pontos das amostras. A preparação da amostra para análise no MEV passou pela Metalizadora Ouro *Denton Vacuum* modelo *Desk V*.

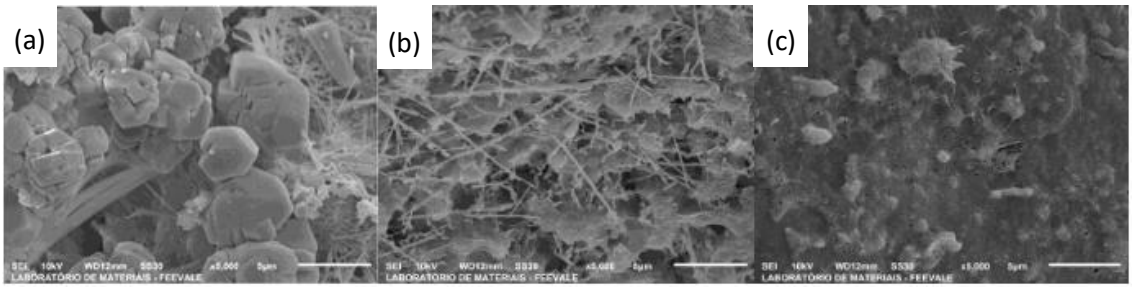
DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A partir de análises de FRX, identificou-se que o aditivo cristalizante contém, em maioria, 57,73% de CaO (óxido de cálcio) e 9,78% de SiO_2, além de outros elementos em pequenas porcentagens. O CaO e o SiO_2 são componentes importantes para formação de cristais em contato com a água, estes tendem a auxiliar no processo de cicatrização. A composição mineralógica do aditivo cristalizante, a partir do DRX, resultou em alita (38%), calcita (28%), dolomita (15%), quartzo (5%), portlandita (5%), periclásio (3%), brownmillerita (2%).

A capacidade de cicatrização foi inicialmente verificada através da aferição da abertura de fissuras com auxílio do microscópio. Amostras contendo aditivo apresentaram espessura de fissuração maior quando comparada a REF. Na REF, a espessura inicial foi de 81 µm e 72 µm aos 84 dias de cura submersa, resultando em uma redução de 9 µm. Em outro ponto de fissura analisado a espessura inicial foi de 59 µm e 52 µm aos 84 dias, redução de 7 µm. Enquanto que na amostra AC2%, a primeira medição identificou fissura com espessura inicial de 135 µm e 115 µm aos 84 dias de cura submersa, redução de 20 µm, aos 84 dias de cura. Outra fissura observada em AC2% foi de 142 µm, espessura inicial, e 123 µm ao fim do tempo de cura, apresentando uma redução de 19 µm. Visto isso, a capacidade de cicatrização dentro do período de tempo proposto não se mostrou totalmente efetiva, ou seja, não houve cicatrização total das fissuras avaliadas.

Quanto a identificação dos hidratos formados, utilizando MEV, foram selecionadas duas amostras: amostra da matriz cimentícia da face interna de uma fissura de REF e amostra da face interna de uma fissura de AC2%, conforme visto na Figura 1.

Figura 1 - Análise MEV com magnificação de x5000 da matriz cimentícia (a) da face interna da fissura da REF (b) e da face interna da fissura da AC2% (c)

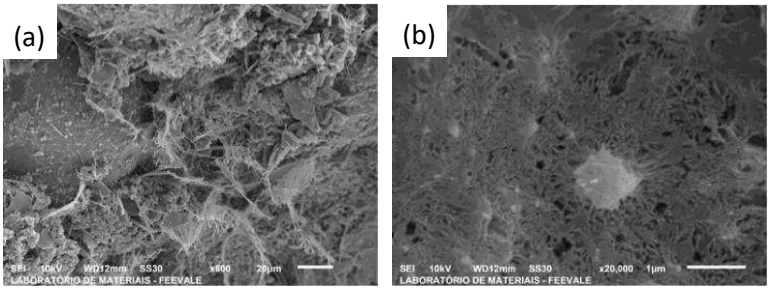


Fonte: autores (2023)

Analisando qualitativamente, percebe-se na Figura 1(a), supostamente, uma estrutura convencional na matriz cimentícia, formada por calcita, portlandita, etringita, silicatos de cálcio e aluminatos de cálcio. Já a Figura 1(b) sugere formação de etringita.

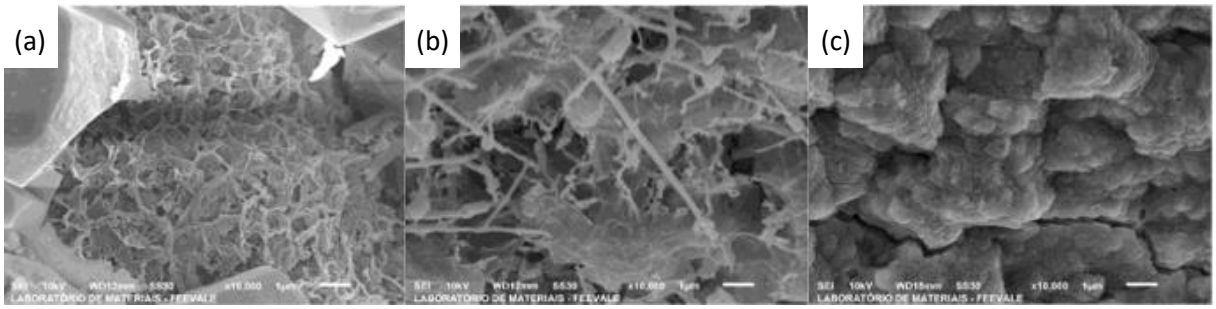
A Figura 2(a) apresenta micrografias com magnificação de x600 da amostra da face interna da fissura da argamassa de referência (REF), a fim de melhor verificar a extensão da suposta formação de entringita. Pode-se perceber cristais aciculares de etringita detectados na amostra investigada, sendo estes cristais finos e entrelaçados. Formações idênticas foram citadas como etringita de formação tardia por Schovanz (2019) [2].

Figura 2 - Análise MEV com magnificação de x600 da face interna da fissura da REF (a) e análise MEV com magnificação de x20000 da face interna da fissura da AC2% (b)



Fonte: autores (2023)

Figura 3 - Análise MEV com magnificação de x10000 da matriz cimentícia (a) da face interna da fissura da REF (b) e da face interna da fissura da AC2% (c)



Fonte: autores (2023)

Analisando qualitativamente a Figura 3, de ampliação x10000, percebe-se formação de estruturas fibrilares do CSH com morfologia favo de mel na Figura 3 (a), bem como, formação de etringita de cristalização tardia por cicatrização autógena, promovida subprodutos da argamassa no contato com a água, na face interna da fissura da argamassa REF. Por outro lado, na face interna da fissura da argamassa com teor de 2,0% de aditivo cristalizante parece ter a formação de uma estrutura morfológica uniforme similar a uma película por sobre a matriz cimentícia (Figura 3 (c)). A Figura 2(b) apresenta micrografias da face interna da fissura da argamassa com teor de 2,0% de aditivo cristalizante (AC2%), a fim de focalizar esta suposta

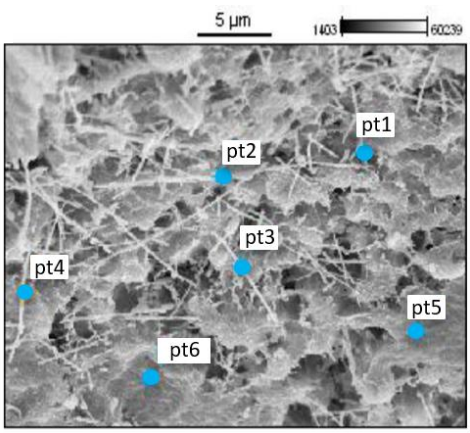
formação de película por sobre a matriz cimentícia. A Figura 2(b) apresenta uma estrutura com poucos vazios, o que corrobora com a hipótese de formação de uma estrutura morfológica uniforme similar a uma película sobre a matriz cimentícia. Esse fato pode levar a crer que o aditivo tende a tornar a argamassa menos permeável.

Em seguida, foram realizadas análises por EDS, com intuito de identificar os elementos químicos em cada estrutura morfológica, apresentados nas Figuras 4 e 5.

A Figura 4 apresenta análise por EDS da REF, em que foi possível identificar a presença de carbono, oxigênio, magnésio, alumínio, silício, potássio e cálcio. Verificando a face interna da fissura da argamassa REF, identificou-se carbono, oxigênio, magnésio, alumínio, silício, potássio e cálcio. Também validando a hipótese de formação de etringita ($6CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32\ H_2O$ – sulfoaluminato de cálcio hidratado) e outros componentes, conforme a Figura 4. Jiang *et al.* (2014) [7] identificaram a precipitação predominante de cristais de $CaCO_3$ na superfície de fissuras em pastas cimentícias a partir de MEV/EDS. Para Oliveira (2019) [5] a micrografia obtida por MEV/EDS de uma região revelou estrutura morfológica reticulada bem definida, confirmando presença de cálcio, oxigênio, carbono e sódio.

Figura 4 - EDS de REF apresenta (a) micrografia em MEV com magnificação de x5000 e (b) quantificação dos elementos (KeV)

(a)



(b)

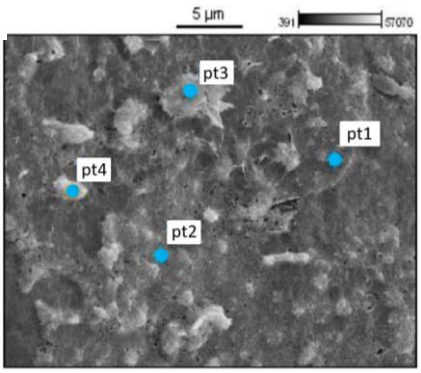
Ponto	C-K	O-K	F-K	Mg-K	Al-K	Si-K	K-K	Ca-K
pt1	4,28	50,47	0,35	1,03	3,47	14,64	1,21	24,55
pt2	3,48	50,55	-	0,73	3,49	15,61	1,18	24,96
pt3	3,08	51,05	-	1,08	3,38	15,07	-	26,34
pt4	3,46	50,50	-	1,14	3,55	15,27	-	26,07
pt5	3,45	49,28	-	0,75	3,85	15,71	1,29	25,68
pt6	3,74	52,06	1,01	0,49	3,30	14,27	-	25,14

Fonte: autores (2023)

A Figura 5 apresenta análise por EDS da face interna da fissura da argamassa com teor de 2,0% de aditivo cristalizante (AC2%), onde foi possível identificar a presença de carbono, oxigênio, nitrogênio, alumínio, silício, potássio e cálcio. Oliveira (2019) [5] também identificou silício, cálcio e carbono em fissuras de matrizes cimentícias com aditivo cristalizante.

Figura 5 - EDS de AC2% apresenta (a) Micrografia em MEV com magnificação de x5000 e (b) quantificação dos elementos (KeV)

(a)



(b)

Ponto	C-K	O-K	F-K	N-K	Al-K	Si-K	K-K	Ca-K
pt1	2,68	35,15	0,23	-	2,62	39,12	1,73	18,46
pt2	3,17	30,18	-	-	2,64	38,59	1,78	23,63
pt3	4,69	34,01	-	-	1,07	52,93	-	7,29
pt4	4,14	30,97	-	2,25	2,17	39,17	1,51	19,79

Fonte: autores (2023)

CONCLUSÕES

Através do MEV foi possível identificar a formação de etringita na REF através de cicatrização autógena, bem como possível ação impermeabilizante do aditivo cristalizante na face interna da fissura na AC2% através da película observada sobre a matriz cimentícia vista em micrografia MEV. Contudo, a capacidade de cicatrização dentro do período de tempo avaliado não se mostrou completamente efetiva, pois não houve cicatrização total das fissuras analisadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALGHAMRI, R.; KANELLOPOULOS, A.; AL-TABAA, A. **Impregnation and encapsulation of lightweight aggregates for self-healing concrete**. Construction and Building Material, v. 124, p. 910-921, 2016.
2. SCHOVANZ, D. **Estudo da formação da etringita tardia (DEF) em concretos com cimento Portland pozolânico e de alta resistência**. 2019. 163 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade Meridional IMED, Programa de Pós-Graduação Stricto Sensu em Engenharia Civil. Passo Fundo, RS, 2019.
3. GRACIOLI, B. *et al.* **Influence of the calcination temperature of phosphogypsum on the performance of supersulfated cements**. Construction and Building Materials, v. 262, p.1-11, 2020.
4. SISOMPHON, K.; COPUROGLU, O.; KOENDERS, E. A. B. **Self-healing of surface cracks in mortars with expansive additive and crystalline additive**. Cementand Concrete Composites, v. 34, n. 4, p. 566–574, 2012.

5. OLIVEIRA, A. S. **Estudo do potencial de aditivo cristalizante como estimulador de autocicatrização de fissuras de matrizes cimentícias**. 2019. 324 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2019.
6. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 16072**: Argamassa impermeável. Rio de Janeiro, RJ. 2012b.
7. JIANG, Z. *et al.* **Self-healing of cracks in concrete with various crystalline mineral additives in underground environment**. Journal of Wuhan University of Technology-Mater, v. 29, n. 5, p. 938-944, 2014.